

绪 论

一、基础化学实验的目的

化学是一门实验科学，化学中的定律和学说都来源于实验，同时又为实验所检验，因此，化学实验在培养未来化学工作者的大学教育中，占有特别重要的地位。

基础化学实验是综合性大学化学系学生的第一门实验必修课。它是一门独立的课程，但又与理论课程有紧密的联系。基础化学实验的研究对象可概括为：以实验为手段来研究基础化学中的重要理论、重要方法、元素及其化合物的性质。学生经过严格的训练，能够规范地掌握基本操作、基本技术和基本技能。

通过实验，学生可以直接观察到大量的化学现象，经思维、归纳、总结，从感性认识上升到理性认识，从而学习、掌握基础化学的基本理论、基本知识。

在实验中，学生自己动手进行操作，由提出问题、查阅资料、设计方案、动手实验、观察现象、测定数据，到正确地处理、概括实验结果和解决化学问题。化学实验的全过程是综合培养学生全部智力因素（动手、观测、查阅、记忆、思维、想像、表达）的最有效的方法，从而使具备分析问题、解决问题的独立工作能力。

在培养智力因素的同时，化学实验又是对学生进行其他方面素质训练的理想场所，包括艰苦创业、勤奋不懈、谦虚好学、乐于协作、求实、求真、存疑等科学品德和科学精神的训练，这些是每一个化学工作者获得成功所不可缺少的因素。

二、基础化学实验的学习方法

实验主要由学生独立完成，因此实验效果与正确的学习态度和学习方法密切相关。对于基础化学实验的学习方法，应抓住下述三个环节。

1. 预 习

预习是实验前必须完成的准备工作，是做好实验的前提。但是，这个环节往往没有引起学生足够的重视，甚至不预习就进实验室，对实验的目的、要求和内容全不清楚，结果浪

费了时间和药品。为了确保实验质量，实验前任课教师要检查每个学生的预习情况。对没有预习或预习不合格者，任课教师有权不让其参加本次实验，学生应听从教师的安排。

实验预习一般应达到下列要求：

(1) 阅读实验教材，明确实验的目的及全部内容，了解实验中的有关操作技能及注意事项。

(2) 在指定时间、地点去观看多媒体教学课件，不可缺席。

(3) 认真写出实验预习笔记。预习笔记是进行实验的首要环节，预习笔记应包括简要的实验步骤与操作、测量数据记录的表格、定量实验的计算公式等，而且要留有记录实验现象和测量数据的位置。

2. 实 验

实验是培养独立工作和思维能力的重要环节，必须认真、独立地完成。

(1) 在充分预习的基础上认真操作，细心观察，一丝不苟，如实将实验现象、数据记录填写在预习笔记中，这是养成良好科研习惯必需的训练。

(2) 对于设计性实验，审题要确切，方案要合理，现象要清晰。在实验中发现设计方案存在问题时，应找出原因，及时修改方案，直至达到满意的结果。

(3) 在实验中遇到疑难问题或者“反常现象”应认真分析操作过程，思考其原因。为了正确说明问题，可在教师指导下，重做或补充进行某些实验，以培养独立分析、解决问题的能力。

(4) 实验中自觉养成良好的科研习惯，遵守实验工作规则。实验过程中应始终保持桌面布局合理，环境整洁。

3. 实验报告及示例

实验报告是每次实验的概括和总结，必须严肃认真如实书写。一份合格报告应包括以下 5 部分内容：

(1) 实验目的：简述实验目的（定量测定实验还应简介实验有关基本原理和主要反应方程式）。

(2) 实验内容：尽量用表格、框图、符号等形式，清晰、明了地表示实验内容。避免抄书本。

(3) 实验现象和数据记录：实验现象要表达正确，数据记录要完整。绝对不允许主观臆造，抄袭他人的作业。

(4) 解释、结论或数据计算：对现象加以简明的解释，写出主要反应方程式，分标题小结或者最后得出结论。数据计算要表达清晰。完成实验教材中规定的作业。

(5) 问题讨论：针对实验中遇到的疑难问题提出自己的见解。定量实验应分析实验误差产生的原因。对实验方法、教学方法和实验内容等提出意见或建议。

附：实验报告格式示例

制备实验类例：氯化钠的提纯

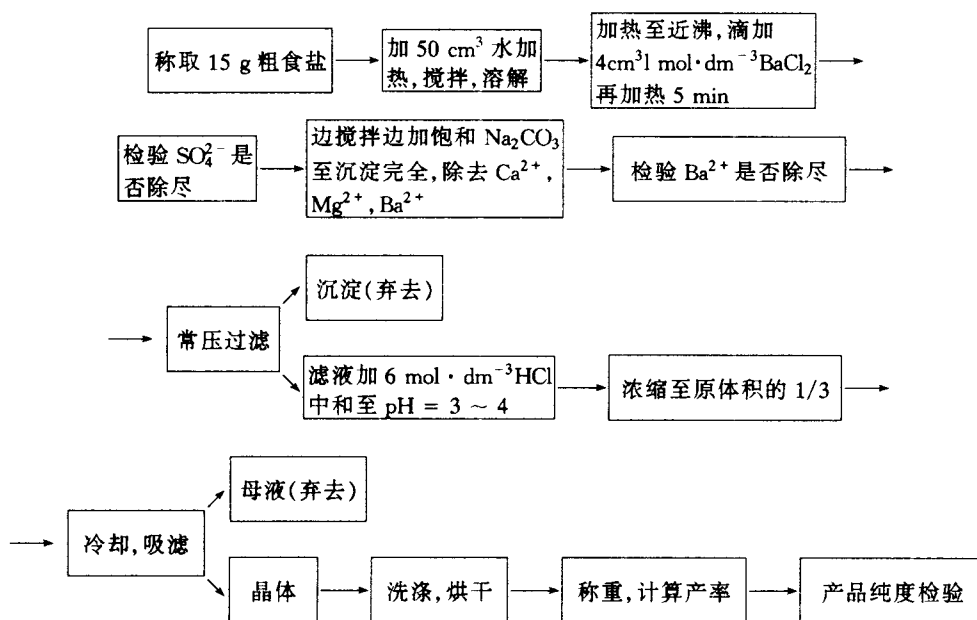
一、目的要求

1. 掌握提纯 NaCl 的原理和方法。
2. 学习溶解、沉淀、常压过滤、减压过滤、蒸发浓缩、结晶和烘干等基本操作。
3. 了解 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 SO_4^{2-} 等离子的定性鉴定。

二、实验原理

粗食盐中含有 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 K^{+} 和 SO_4^{2-} 等可溶性杂质和泥沙等不溶性杂质。选择适当的试剂可使 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 SO_4^{2-} 等离子生成难溶盐沉淀而除去。一般先在食盐溶液中加入 BaCl_2 溶液除去 SO_4^{2-} 离子，然后再在溶液中加入 Na_2CO_3 溶液除去 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和过量的 Ba^{2+} 。过量的 Na_2CO_3 溶液用 HCl 中和。粗食盐中的 K^{+} 仍留在溶液中。由于 KCl 溶解度比 NaCl 大，而且粗食盐中含量少，所以在蒸发和浓缩食盐溶液时， NaCl 先结晶出来，而 KCl 仍留在溶液中。

三、实验步骤



四、实验结果

1. 产量： 2. 产率： 3. 产品纯度检验（粗盐和精盐各称 0.5 g 分别溶于 5 cm 蒸馏水中，取溶液进行检验）

现象记录及结论

检验项目	检验方法	被检溶液	实验现象	结论
SO_4^{2-}	加入 $6 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ HCl, $0.2 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ BaCl_2	1 cm^3 粗 NaCl 溶液		
		1 cm^3 纯 NaCl 溶液		
Ca^{2+}	饱和 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液	1 cm^3 粗 NaCl 溶液		
		1 cm^3 纯 NaCl 溶液		
Mg^{2+}	$6 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ NaOH 镁试剂溶液	1 cm^3 粗 NaCl 溶液		
		1 cm^3 纯 NaCl 溶液		

测定实验类例：醋酸电离常数和电离度的测定—pH 法

一、目的要求（略）

二、原理（略）

三、实验步骤

醋酸溶液浓度的标定

NaOH 溶液的浓度 ($\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$)				
平行滴定份数		I	II	III
HAc 溶液的体积 (cm^3)		25.00	25.00	25.00
NaOH 溶液的用量 (cm^3)				
HAc 溶液的浓度 ($\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$)	测定值			
	平均值			

醋酸溶液 pH 值的测定

温度 _____ $^{\circ}\text{C}$

溶液编号	c	pH	$[\text{H}^+]$	α	电离常数 K_a	
					测定值	平均值
1						
2						
3						
4						

性质实验类例：卤素

一、目的要求(略)

二、实验内容、现象、解释和结论

实验内容	实验现象	解释和结论(包括反应式)
一、卤素的氧化性 1. 2 滴 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3} \text{KBr} + 2 \text{ 滴 } \text{Cl}_2 \text{ 水} + 0.5 \text{ cm}^3 \text{CCl}_4$ 2. 2 滴 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3} \text{KI} + 2 \text{ 滴 } \text{Cl}_2 \text{ 水} + 0.5 \text{ cm}^3 \text{CCl}_4$	CCl_4 层呈棕黄色 CCl_4 层呈紫红色	$2\text{KBr} + \text{Cl}_2 = 2\text{KCl} + \text{Br}_2$ $2\text{KI} + \text{Cl}_2 = 2\text{KCl} + \text{I}_2$
略	略	略

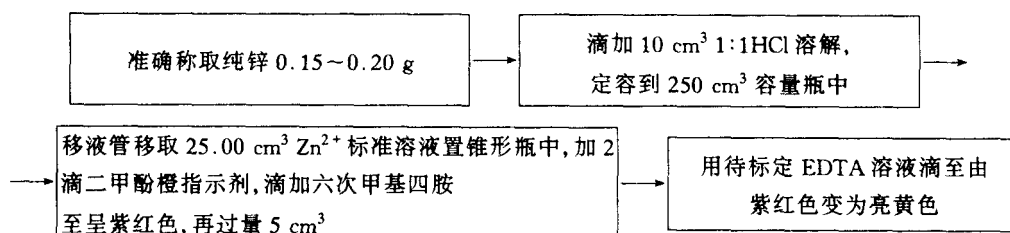
三、思考题及讨论(略)

定量实验类例：EDTA 溶液的标定

一、目的要求(略)

二、原理(略)

三、实验步骤



四、实验记录和结果处理

记录项目	I	II	III
纯锌的质量/g 纯锌的浓度/ $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$			
EDTA: 最初读数/ cm^3 最后读数/ cm^3 净用量/ cm^3			
$C(\text{EDTA})/\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$			
$\bar{C}(\text{EDTA})/\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$			
相对平均偏差			

五、思考题及讨论（略）

三、化学实验室安全知识

化学实验室是学习、研究化学的重要场所。在实验室中，经常接触到各种化学药品、各种仪器。实验室常常潜藏着诸如发生爆炸、着火、中毒、灼伤、割伤、触电等事故的危险性，因此，实验者必须特别重视实验安全。

1. 基础化学实验守则

- (1) 实验前认真预习，明确实验目的，了解实验原理，熟悉实验内容、方法和步骤。
- (2) 严格遵守实验室的规章制度。听从教师的指导。实验中要保持安静，有条不紊。保持实验室的整洁。
- (3) 实验中要规范操作，仔细观察，认真思考，如实记录。
- (4) 爱护仪器，节约水、电、煤气和试剂药品。精密仪器使用后要在登记本上记录使用情况，并经教师检查认可。
- (5) 凡涉及到有毒气体的实验，都应在通风橱中进行。
- (6) 废纸、火柴梗、碎玻璃和各种废液倒入废物桶或其他规定的回收容器中。
- (7) 损坏仪器应填写仪器破损单，按规定进行赔偿。
- (8) 发生意外事故应保持镇静，立即报告教师，及时处理。
- (9) 实验完毕，整理好仪器、药品和台面，清扫实验室，关好煤气、水、电、门、窗。根据原始记录，独立完成实验报告。

2. 危险品的使用

- (1) 浓酸和浓碱具有强腐蚀性，不要把它们洒在皮肤或衣物上。废酸应倒入废液缸中，但不要再向里面倾倒碱液，以免酸碱中和产生大量的热而发生危险。
- (2) 强氧化剂（如高氯酸、氯酸钾等及其混合物，氯酸钾与红磷、碳、硫等的混合物），不能研磨或撞击，否则易发生爆炸。
- (3) 银氨溶液放久后会变成氮化银而引起爆炸，因此用剩的银氨溶液，应及时处理。
- (4) 活泼金属钾、钠等不要与水接触或暴露在空气中，应将它们保存在煤油中，用镊子取用。
- (5) 白磷有剧毒，并能灼伤皮肤，切勿与人体接触。白磷在空气中易自燃，应保存在水中。取用时，应在水下进行切割，用镊子夹取。
- (6) 氢气与空气的混合物遇火要发生爆炸，因此产生氢气的装置要远离明火。点燃氢气前，必须先检查氢气的纯度。进行产生大量氢气的实验时，应把废气通至室外，并注意室内的通风。
- (7) 有机溶剂（乙醇、乙醚、苯、丙酮等）易燃，使用时一定要远离明火。用后要把瓶塞

塞严，放在荫凉的地方，最好放入沙桶内。

(8) 进行能产生有毒气体（如氟化氢、硫化氢、氯气、一氧化碳、二氧化碳、二氧化氮、二氧化硫、溴等）的反应时，加热盐酸、硝酸和硫酸时，均应在通风橱中进行。

(9) 汞易挥发，在人体内会积累起来，引起慢性中毒。可溶性汞盐、铬的化合物、氰化物、砷盐、铋盐、镉盐和钡盐都有毒，不得进入口内或接触伤口，其废液也不能倒入下水道，应统一回收处理。

3 废液的处理

(1) 废酸液可先用耐酸塑料网纱或玻璃纤维过滤，滤液加碱中和，调 pH 至 6~8 后就可排出，少量滤渣可埋于地下。

(2) 废洗液可用高锰酸钾氧化法使其再生后使用。少量的废洗液可加废碱液或石灰使其生成 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 沉淀，将沉淀埋于地下即可。

(3) 氰化物是剧毒物质，少量的含氰废液可先加 NaOH 调至 $\text{pH} > 10$ 再加入几克高锰酸钾使 CN^- 氧化分解。大量的含氰废液可用碱性氯化法处理，先用碱调至 $\text{pH} > 10$ 再加入次氯酸钠使 CN^- 氧化成氰酸盐，并进一步分解为 CO_2 和 N_2 。

(4) 含汞盐的废液先调 pH 至 8~10，然后加入过量的 Na_2S 使其生成 HgS 沉淀，并加 FeSO_4 与过量 S^{2-} 生成 FeS 沉淀，从而吸附 HgS 共沉淀下来。离心分离，清液含汞量降到 $0.02 \text{ mg} \cdot \text{dm}^{-3}$ 以下，可排放。少量残渣可埋于地下，大量残渣可用焙烧法回收汞，但要注意一定要在通风橱内进行。

(5) 含重金属离子的废液，最有效和最经济的方法是加碱或加 Na_2S 把重金属离子变成难溶性的氢氧化物或硫化物而沉积下来，过滤后，残渣可埋于地下。

4. 化学中毒和化学灼伤事故的预防

(1) 保护好眼睛。防止眼睛受刺激性气体的熏染，防止任何化学药品特别是强酸、强碱、玻璃屑等异物进入眼内。

(2) 禁止用手直接取用任何化学药品。使用毒品时，除用药匙、量器外，必须配戴橡皮手套，实验后马上清洗仪器用具，立即用肥皂洗手。

(3) 尽量避免吸入任何药品和溶剂的蒸气。处理具有刺激性、恶臭的和有毒的化学药品时，如： H_2S 、 NO_2 、 Cl_2 、 Br_2 、 CO 、 SO_2 、 HCl 、 HF 浓硝酸 发烟硫酸 浓盐酸 乙酰氯等 必须在通风橱进行。通风橱开启后，不要把头伸入橱内，并保持实验室通风良好。

(4) 严禁在酸性介质中使用氰化物。

(5) 用移液管、吸量管移取浓酸、浓碱、有毒液体时，禁止用口吸取，应该用吸耳球吸取。严禁冒险品尝药品试剂，不得用鼻子直接嗅气体，而是用手向鼻孔扇入少量气体。

(6) 实验室内禁止吸烟进食，禁止穿拖鞋。

5. 一般伤害的救护

(1) 割伤：可用消毒棉棒把伤口清理干净，若有玻璃碎片需小心挑出，然后涂以紫药水或红药水，撒些消炎粉并包扎。

(2) 烫伤：一旦被火焰、蒸汽、红热的玻璃、铁器等烫伤时，立即将伤处用大量水冲洗，以迅速降温避免深度烧伤。若起水泡，不宜挑破，用纱布包扎后送医院治疗；对轻微烫伤，可用浓高锰酸钾溶液润湿伤口至皮肤变为棕色，然后涂上獾油或烫伤膏。

(3) 受酸腐蚀：先用大量水冲洗，以免深度烧伤，再用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水冲洗，最后再用水冲洗。如果酸溅入眼内也用此法，只是碳酸氢钠溶液改用 1% 的浓度 禁用稀氨水。

(4) 受碱腐蚀：先用大量水冲洗，再用醋酸 $20\text{ g}\cdot\text{dm}^{-3}$) 洗，最后用水冲洗。如果碱溅入眼内，可用硼酸溶液洗，再用水洗。

(5) 受溴灼伤：这是很危险的。被溴灼伤后的伤口一般不易愈合，必须严加防范。凡用溴时都必须预先配制好适量的 20% 的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液备用。一旦有溴沾到皮肤上，立即用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液冲洗，再用大量的水冲洗干净，包上消毒纱布后就医。

(6) 白磷灼伤：用 1% 的硝酸银溶液、1% 的硫酸铜溶液或浓高锰酸钾溶液洗后进行包扎。

(7) 吸入刺激性气体：可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气，然后到室外呼吸新鲜空气。

(8) 毒物进入口内：把 $5\sim 10\text{ cm}^3$ 的稀硫酸铜溶液加入一杯温水中，内服后用手伸入喉部，促使呕吐，吐出毒物，再送医院治疗。

6 灭火常识

实验室内万一着火，要根据起火的原因和火场周围的情况，采取不同的扑灭方法。起火后，不要慌张，一般应立即采取以下措施：

(1) 防止火势扩展：停止加热，停止通风，关闭电闸，移走一切可燃物。

(2) 扑灭火源：一般的小火可用湿布、石棉布或沙土覆盖在着火的物体上；衣物着火时，决不可慌张乱跑，应立即用湿布或石棉布压灭火焰，如燃烧面积较大，可躺在地上，就地打滚。能与水发生剧烈作用的化学药品（金属钠）或比水轻的有机溶剂着火，不能用水扑救，否则会引起更大的火灾。使用灭火器也要根据不同的情况选择不同的类型。现将常用的灭火器及其适用范围列表如下：

常用灭火器及其适用范围

灭火器类型	药液成分	适用范围
酸碱灭火器	H_2SO_4 和 NaHCO_3	非油类和电器着火的一般的初期火灾
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 NaHCO_3	适用于油类起火
二氧化碳灭火器	液态 CO_2	适用于扑灭电器设备、小范围的油类及忌水的化学药品的着火
四氯化碳灭火器	液态 CCl_4	适用于扑灭电器设备、小范围的汽油、丙酮等着火。不能用于扑灭活泼金属钾、钠的着火，因 CCl_4 会强烈分解，甚至爆炸。电石、 CS_2 的着火，也不能使用它，因为会产生光气一类的毒气
干粉灭火器	主要成分是碳酸氢钠等盐类物质与适量的润滑剂和防潮剂	扑救油类、可燃性气体、电器设备、精密仪器、图书文件等物品的初期火灾

第一篇 基础化学实验基本知识

第一部分 基本知识

一、实验室用水的规格、制备及检验方法

在化学实验中所用的水必须是经过纯化的水。根据不同的实验要求，对水质的要求也不相同。在一般的化学实验和分析工作中用一次蒸馏水或去离子水。在超纯分析或精密物理化学实验中，需用水质更高的二次蒸馏水、三次蒸馏水、亚沸蒸馏水、无二氧化碳蒸馏水、无氨蒸馏水等。

1. 规格

我国已颁布了“分析实验室用水规格和试验方法”的国家标准（GB6682-92），该标准采用了国际标准（ISO 3696-1987），规定了分析实验室用水的级别、技术指标及检验方法。

表 1-1 实验室用水的级别及主要技术指标 (引自 GB 6682-92)

指标名称	一级	二级	三级
pH 值范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)/MS·m ⁻¹	≤0.01	≤0.10	≤0.50
可氧化物质(以氧计)/mg·cm ⁻³	—	<0.08	<0.4
蒸发残渣(105℃±2℃)/mg·cm ⁻³	—	≤1.0	≤2.0
吸光度(254nm, 1 cm 光程)	≤0.001	≤0.01	
可溶性硅(以 SiO ₂ 计)/mg·cm ⁻³	<0.01	<0.02	

注：① 由于在一级水、二级水的纯度下，难于测定其真实的 pH 值 因此 对其 pH 值范围不作规定。

由于在一级水的纯度下，难于测定其可氧化物质和蒸发残渣，因此，对其限量不作规定。可用其他条件和制备方法来保证一级水的质量。

2. 制备方法

实验室制备纯水一般可用蒸馏法、离子交换法和电渗析法。蒸馏法制水多用电阻加热设备或硬质玻璃蒸馏器。制备高纯水，则需用银质、金质、石英或四氟乙烯蒸馏器。新型的亚沸石英蒸馏器也特别适用于制备高纯水。离子交换法制备的纯水称为“去离子水”。

一级水可用二级水经过石英设备蒸馏或离子交换处理后，再经 $0.2\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤来制取。一级水主要用于有严格要求的分析实验，包括对微粒有要求的实验，如高效液相色谱分析用水。

二级水可用离子交换或多次蒸馏等方法制备。二级水主要用于无机痕量分析实验，如电化学实验等。

三级水可用蒸馏、离子交换、电渗析或反电渗析等方法制取。三级水用于一般化学实验，是实验室最常用的水。

事实上，绝对纯的水是不存在的。水的价格也随水质的提高成倍地增长。不应盲目地追求水的纯度。蒸馏法制备水所用设备成本低、操作简单，但能耗高、产率低，且只能除掉水中非挥发性杂质。离子交换法得水为去离子水，去离子效果好，但不能除掉水中非离子型杂质，且常含有微量的有机物。电渗析法是在直流电场作用下，利用阴、阳离子交换膜对原水中存在的阴、阳离子选择性渗透的性质而除去离子型杂质，与离子交换法相似，电渗析法也不能除掉非离子型杂质，只是电渗析器的使用周期比离子交换柱长，再生处理比离子交换柱简单。在实验工作中，要依据需要，选择用水。

3. 检验方法

制备实验用水的原水应是饮用水或其他适当纯度的水。制备出的纯水水质，一般依其电导率为主要质量标准。一般的检验也可进行诸如 pH 值、重金属离子、 Cl^- 离子、 SO_4^{2-} 离子等的检验。此外，根据实际工作的需要及生物化学、医药化学等方面的特殊要求，有时要进行一些特殊项目的检验。测量电导率时应选用适合于测定高纯水的电导率仪，其最小量程为 $0.02\mu\text{s}\cdot\text{cm}^{-1}$ 。测量一、二级水时，电导池常数为 $0.01\sim 0.1$ 进行在线测量；测量三级水时，电导池常数为 $0.1\sim 1$ ，用烧杯接取约 400cm^3 水样，立即进行测定。

二、化学试剂

1 化学试剂的分类

化学试剂的种类很多，世界各国对化学试剂的分类和级别的标准不尽一致，各国都有自己的国家标准或其他标准（部颁标准、行业标准等）。国际纯粹化学与应用联合会（IUPAC）对化学标准物质的分级也有规定，见表 1-2。表中 C 级与 D 级为滴定分析标准试剂，E 级为一般试剂。我国化学试剂的产品标准有国家标准（GB）、化工部标准（HG）及企业标准（QB）。目前，部颁标准已归纳为行业标准（ZB）。近年来，陆续有一些化学试剂的国家标准在建立或修订过程中不同程度地采用了国际标准或国外的先进标准。我国国家

标准根据试剂的纯度和杂质含量，将试剂分为五个等级，见表 1-3。

表 1-2 IUPAC 对化学标准物质的分类

A 级	原子量标准
B 级	基准物质
C 级	含量为 $100\% \pm 0.02\%$ 的标准试剂
D 级	含量为 $100\% \pm 0.05\%$ 的标准试剂
E 级	以 C 级和 D 级试剂为标准进行的对比测定所得的纯度或相当于这种纯度的试剂, 比 D 级的纯度低

表 1-3 化学试剂的级别和适用范围

级别	名称	英文符号	标签颜色	应用范围
一级	优级纯(保证试剂)	GR	绿	精密分析研究实验
二级	分析纯(分析试剂)	AR	红	分析实验
三级	化学纯	CP	蓝	一般化学实验
四级	实验试剂	LR	黄	工业或化学制备
生化试剂	生化试剂(生物染色剂)	BR	咖啡或玫红	生化实验

2. 化学试剂的取用、存放

实验中根据不同的实验要求选用不同级别的试剂。化学试剂在实验室中分装时，一般把固体试剂装在广口瓶中，把液体试剂或配制的溶液盛放在细口瓶或带有滴管的滴瓶中，而把见光易分解的试剂或溶液（如硝酸银等）盛放在棕色瓶内。每一试剂瓶上都贴有标签，上面写有试剂的名称、规格或浓度（溶液）以及日期。在标签外面涂上一层蜡来保护它。

(1) 固体试剂的取用规则

要用干净的药勺取用。用过的药勺必须洗净和擦干后才能再使用，以免沾污试剂。

取用试剂后应立即盖紧瓶盖。

称量固体试剂时，必须注意不要取多，取多的药品，不能倒回原瓶。

④ 一般的固体试剂可以放在干净的纸或表面皿上称量。具有腐蚀性、强氧化性或易潮解的固体试剂不能在纸上称量，应放在玻璃容器内称量。

有毒药品要在教师指导下处理。

(2) 液体试剂的取用规则

从滴瓶中取液体试剂时，要用滴瓶中的滴管，滴管绝不能伸入所用的容器中，以免接触器壁而沾污药品。从试剂瓶中取少量液体试剂时，则需用专用滴管。装有药品的滴

管不得横置或滴管口向上斜放，以免液体流入滴管的胶皮帽中。

从细口瓶中取用液体试剂时，用倾注法。先将瓶塞取下，反放在桌面上，手握住试剂瓶上贴标签的一面，逐渐倾斜瓶子，让试剂沿着洁净的试管壁流入试管或沿着洁净的玻璃棒注入烧杯中。取出所需量后，将试剂瓶扣在容器上靠一下，再逐渐竖起瓶子，以免遗留在瓶口的液体滴流到瓶的外壁。

在试管里进行某些不需要准确体积的实验时，可以估计取用液体的量。例如用滴管取用液体， 1 cm^3 相当于多少滴， 5 cm^3 液体占一个试管容量的几分之几等。倒入试管里的溶液的量，一般不超过其容积的 $1/3$ 。

定量取用液体时，用量筒或移液管取。量筒用于量度一定体积的液体，可根据需要选用不同容量的量筒。

(3) 特殊化学试剂的存放（汞、金属钠、钾的存放）

汞：汞易挥发，在人体内会积累起来，引起慢性中毒。因此，不要让汞直接暴露在空气中，汞要存放在厚壁器皿中，保存汞的容器内必须加水将汞覆盖，使其不能挥发。玻璃瓶装汞只能至半满。

② 金属钠、钾：通常应保存在煤油中，放在荫凉处。使用时先在煤油中切割成小块，再用镊子夹取，并用滤纸把煤油吸干。切勿与皮肤接触，以免烧伤。未用完的金属碎屑不能乱丢，可加少量酒精，令其缓慢反应掉。

三、溶液及其配制

在实验室里常常因为化学反应的性质和要求不同而配制不同的溶液。在一般性质反应的实验中，配制一定浓度的常见溶液就能满足需要。在定量测定的实验中，要求比较严格，则需要配制准确浓度的溶液。在特殊鉴定的反应中，则往往需要配制特殊试剂的溶液。

1. 一般溶液

(1) 由固体试剂配制溶液。对一些易溶于水而不发生水解的固体试剂，如 KNO_3 , KCl , NaCl 等，配制溶液时，先算出所需固体试剂的量，用台秤或分析天平称出所需的固体量，放入烧杯中，再以少量蒸馏水搅拌使其溶解后，稀释至所需的体积。若试剂溶解时有放热现象，或以加热促使其溶解的，应待其冷却后，再移至试剂瓶或容量瓶，贴上标签备用。一些易水解的盐，配制溶液时，需加入适量酸，再用水或稀酸稀释。有些易被氧化或还原的试剂，常在使用前临时配制，或采取措施，防止氧化或还原。

(2) 由浓溶液配制稀溶液。如果已知浓溶液的浓度，可以通过计算得知配制一定体积稀溶液所需浓溶液的体积。如果不知道浓溶液的浓度，则先用比重计测量出浓溶液的比重，查出其相应的百分浓度，算出配制一定浓度所需的用量，用量筒量取所需浓溶液的体积，用水稀释至所需的体积，搅拌均匀。如果溶液发热，需冷至室温，然后移入试剂瓶内备用。

2. 标准溶液

标准溶液是已确定其主体物质浓度或其他特性量值的溶液。化学实验中常用的标准溶液有滴定分析用标准溶液、仪器分析用标准溶液和 pH 测量用标准缓冲溶液。其主要配制方法如下：

(1) 由基准试剂直接配制。用分析天平或电子天平准确称取一定量的基准试剂，溶于适量的水中，再定量转移到容量瓶中，用水稀释至刻度。根据称取试剂的质量和容量瓶的体积，计算它的准确浓度。

(2) 标定法。很多试剂不宜用直接法配制标准溶液，而要用间接的方法，即标定法。标定法是先配制出近似所需浓度的溶液，再用基准物质或已知浓度的标准溶液标定其准确浓度。

3. 标准物质

1981 年国际标准化组织 (ISO) 的标准物质委员会提出了标准物质的定义，该定义已为国际计量局 (BIPM) 等国际组织所确认。我国亦接受了该定义，并于 1986 年由国家计量局颁布了标准物质的定义，表述为：标准物质 (Reference Material, “RM”)——已确定其一种或几种特性，用于校准测量器具、评价测量方法或确定材料特性量值的物质。化学试剂中属于标准物质的品种并不多。目前，我国的化学试剂中只有滴定分析基准试剂和 pH 基准试剂属于标准物质。常用的工作基准试剂见表 1-4 通用的 6 种 pH 基准试剂见表 1-5。基准试剂可用于直接配制标准溶液或用于标定溶液浓度的物质。

表 1-4 滴定分析中常用的工作基准试剂

试剂名称	主要用途	用前干燥方法	国家标准编号
氯化钠	标定 AgNO_3 溶液	$500^\circ\text{C} \sim 550^\circ\text{C}$ 灼烧至恒重	GB1253-89
草酸钠	标定 KMnO_4 溶液	$105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 干燥至恒重	GB1254-90
无水碳酸钠	标定 HCl , H_2SO_4 溶液	$270^\circ\text{C} \sim 300^\circ\text{C}$ 干燥至恒重	GB1255-90
三氧化二砷	标定 I_2 溶液	H_2SO_4 干燥器中干燥至恒重	GB1256-90
邻苯二甲酸氢钾	标定 NaOH 溶液	$105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥至恒重	GB1257-89
碘酸钾	标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液	$180^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥至恒重	GB1258-90
重铬酸钾	标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, FeSO_4 溶液	$120^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥至恒重	GB1259-89
氧化锌	标定 EDTA 溶液	800°C 灼烧至恒重	GB1260-90
乙二胺四乙酸二钠	标定金属离子溶液	硝酸镁饱和溶液恒湿器中放置 7 天	GB12593-90
溴酸钾	标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液	$180^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥至恒重	GB12594-90
硝酸银	标定卤化物溶液	H_2SO_4 干燥器中干燥至恒重	GB12595-90
碳酸钙	标定 EDTA 溶液	$110^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥至恒重	GB12596-90

表 1-5

pH 基准试剂

试 剂	规定浓度 $\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$	标准值/25℃	
		一级 pH 基准试剂	pH 基准试剂
		$\text{pH}(\text{S})_{\text{I}}$	$\text{pH}(\text{S})_{\text{II}}$
四草酸钾	0.05	1.680 ± 0.005	1.68 ± 0.01
酒石酸氢钾	饱和	3.559 ± 0.005	3.56 ± 0.01
邻苯二甲酸氢钾	0.05	4.003 ± 0.005	4.00 ± 0.01
磷酸氢二钠磷酸二氢钾	0.025	6.864 ± 0.005	6.86 ± 0.01
四硼酸钠	0.01	9.182 ± 0.005	9.18 ± 0.01
氢氧化钙	饱和	12.460 ± 0.005	12.46 ± 0.01

作为基准试剂应具备下列条件：

- (1) 试剂的组成与其化学式完全相符；
- (2) 试剂的纯度应足够高（一般要求在 99.9% 以上），而杂质的含量应少到不至于影响分析的准确度；
- (3) 试剂在通常条件下应该稳定；
- (4) 试剂参加反应时，应按反应式定量进行，没有副反应。

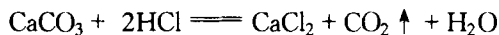
4. 缓冲溶液

许多化学反应要在一定的 pH 值条件下进行。缓冲溶液就是一种能抵御少量强酸、强碱和水的稀释而保持体系 pH 基本不变的溶液。缓冲溶液的组成及配制方法见附录十八。

四、常用气体的获得与纯化

1 气体的制备

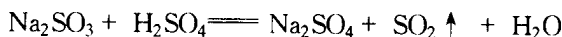
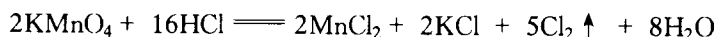
实验室中常用启普发生器来制备氢气、二氧化碳和硫化氢等气体



启普发生器是由一个葫芦状的玻璃容器和球形漏斗组成（见图 1-1）固体药品放在中间圆球内，可以在固体下面放些玻璃棉，来承受固体，以免固体掉至下球内。酸从球形漏斗加入，使用时，只要打开活塞，酸即进入中间球内，与固体接触而产生气体。要停止使用时，只要把活塞关闭，气体就会把酸从中间球内压入下球及球形漏斗内，使固体与酸不再接触而停止反应。下次再用时，只要重新打开活塞，又会产生气体。启普发生器的优点之一就是使用起来甚为方便。

启普发生器中的酸液长久使用后会变稀，此时，可把下球侧口的橡皮塞（有的是玻璃塞）拔下，倒掉废酸，塞好塞子，再向球形漏斗中加酸。需要添加固体时，可把装有玻璃活塞的橡皮塞取下，由中间圆球的侧口加入固体。需要更换固体时，则应全部拆开，倒出残渣。洗净仪器，重新装配。

启普发生器虽然使用方便，但它不能加热，而且装在发生器内的固体必须是块状的。当固体试剂的颗粒很小甚至是粉末时，或反应需要在加热情况下进行时，例如下列反应：



就不能用启普发生器，而要采用像图 1-2 那样的仪器装置。在此装置中，固体加在蒸馏瓶内，酸加在分液漏斗中。使用时，打开分液漏斗下面的活塞，使酸液滴加在固体上，以产生气体（注意酸不要加得太多）。当反应缓慢或不发生气体时，可以微微加热，如果加热后仍不起反应，则需要更换固体药品。

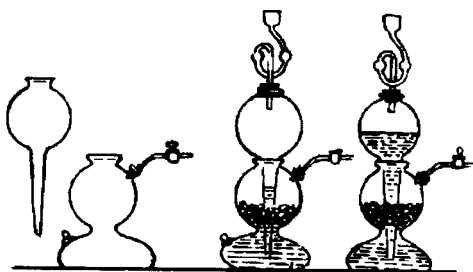


图 1-1 启普发生器的结构及作用

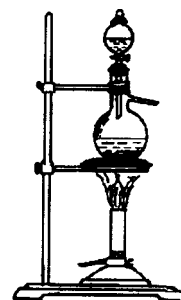


图 1-2 发生气体的装置

在实验室里还可以使用气体钢瓶直接得到各种气体。气体钢瓶是储存压缩气体的特制的耐压钢瓶，使用时，通过减压器（气压表）有控制地放出。由于钢瓶的内压很大，而且有些气体易燃或有毒，所以，在使用时一定要注意安全，操作要特别小心。

使用钢瓶时的注意事项：

钢瓶应存放在荫凉、干燥、远离热源（如阳光、暖气、炉火）的地方。可燃性气体钢瓶与氧气瓶分开存放。

决不可使油或其他易燃性有机物沾在气瓶上（特别是气门嘴和减压器）。也不得用棉、麻等物堵漏，以防燃烧引起事故。

使用钢瓶中的气体时，要用减压器（气压表）。可燃性气体钢瓶，其气门螺纹是反扣的（如氢气、乙炔气）。不燃或助燃性气体钢瓶，其气门螺纹是正扣的。各种气体的气压表不得混用。

为了避免把各种气瓶混淆而用错气体（这样会发生很大事故），通常在气瓶外面涂以特定的颜色以区分，并在瓶上写明瓶内气体的名称，表 1-6 为我国气瓶常用的标记。

表 1-6

我国气瓶常用标记

气体类别	瓶身颜色	标记颜色
氮	黑	黄
氧	天蓝	黑
氢	深绿	红
空气	黑	白
氨	黄	黑
二氧化碳	黑	黄
氯	黄绿	黄
乙炔	白	红
其他一些可燃气体	红	白
其他一些不可燃气体	黑	黄

2. 气体的干燥与纯化

由以上方法制得的气体常带有酸雾和水汽，有时要进行净化和干燥。酸雾可用水或玻璃棉除去，水汽可根据气体的性质选用浓硫酸、无水氯化钙或硅胶等干燥剂吸收。一般情况下，使用洗气瓶（图 1-3）、干燥塔（图 1-4）或 U 型管（图 1-5）等仪器进行净化。液体（如水、浓硫酸）装在洗气瓶内，无水氯化钙和硅胶装在干燥塔或 U 型管内。玻璃棉装在 U 型管内。气体中如还有其他杂质，可根据具体情况分别用不同的洗涤液或固体吸收。

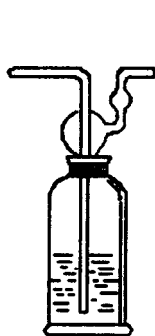


图 1-3 洗气瓶

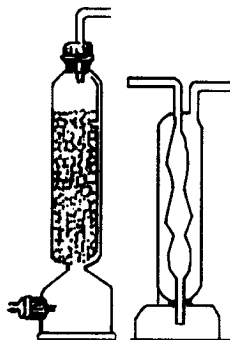


图 1-4 干燥塔

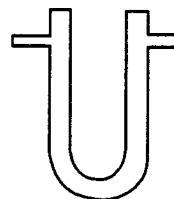


图 1-5 U 型管

3. 气体的收集

气体的收集可根据其性质选取不同的方式。在水中溶解度很小的气体（如氢气、氧气）可用排水集气法收集（图 1-6）。易溶于水而比空气轻的气体（如氨）可按图 1-7a 所示的排气集气法收集。易溶于水而比空气重的气体（如氯气、二氧化碳）可按图 1-7b 所示的排气集气法收集。

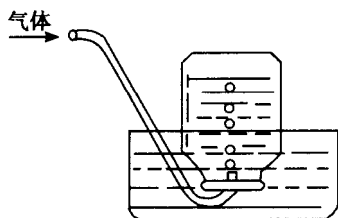


图 1-6 排水集气法

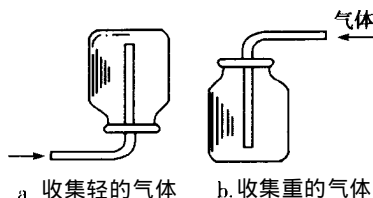


图 1-7 排水集气法

五、微型化学实验简介

1 微型化学实验的概念

微型化学实验 (microscope chemical experiment 或 microscope laboratory, 简称为 M.L.) 是化学实验方法的创新性变革, 近 20 年来在国内外进展很快。它是在微型化的仪器装置中进行的化学实验, 其试剂用量比对应的常规实验节约 90% 以上。微型实验有两个基本特征: 仪器微型化, 试剂用量少。微型化实验不是常规实验的简单缩微或减量, 而是在微型化的条件下对实验进行重新设计和探索, 达到以尽可能少的试剂来获取尽可能多的化学信息。用于化学教学的微型实验还要具备现象明显、操作简单、效果优良、成本低等特点。

微型实验虽然试剂用量少, 但与微量化学实验是不同的概念。微量化学指组分的微量或痕量的定量测定、理论、技术和方法, 即微量分析化学。而微型化学实验是指在中学化学、大学的无机化学、有机化学、分析化学等各类在微型装置中进行的实验。它会运用一些微量化学的技术, 但实验的对象与内容却超越了微量化学的范围。把微型化学实验定义为: 在微型化的仪器装置中进行的化学实验, 试剂用量比常规实验少 90% 以上。

2. 微型化学实验的发展和进展

纵观近代化学发展的历史, 化学实验的试剂和样品用量是随着科学技术的发展、实验仪器的精确程度的提高而逐渐减少的。16 世纪中叶, 冶金工业中化学分析的样品用量为数千克, 19 世纪, 灵敏度达 0.5 mg 的分析天平的问世, 使重量分析样品量达到 1g 以下; 1916 年, Frilz Pregl 成功地用 3~5 mg 有机样品做了碳、氢等元素的微量分析。1925 年, 埃及 E.C.Grey 出版的《化学实验的微型方法》是较早的一本微型化学实验大学教材。20 世纪, 半微量有机合成、半微量的定性分析已广泛地出现在教材中。从 1982 年起, 美国的 Mayo 等人研究微型有机化学实验, 首先着眼于环境保护和实验室安全的需要, 并在基础有机化学实验中采用主试剂在 $m\text{ mol}$ 量级的微型制备实验, 取得成功。可见化学实验小型化、微型化的趋势源远流长, 是化学学科发展的必然趋势。

1989 年我国高等学校化学教育研究中心把微型化学实验课题列入科研计划, 由华东师范大学和杭州师范学院牵头成立了微型化学实验研究课题组, 开展国内微型实验的系统研究与应用工作。与国外不同的是我国的微型化学实验的研究是由无机、普化的微型实验和中学化学的研究开始的。经过许多同志的努力, 我国自编的首本《微型化学实验》于 1992 年出版。此后, 天津大学沈君朴主编的《无机化学实验》、清华大学袁书玉主编的《无机化学实验》和西北大学史启祯等主编的《无机与分析化学实验》等教材都包括一定数量的微型实验。迄今为止, 国内已有 800 余所大、中学校开始在教学中应用微型实验, 显示了微型实验在国内已进入大范围推广阶段。