

实验专题

胡译文

January 31, 2020

若有bug请到[github](#)上提Issue。

目录

1 基本仪器	3
1.1 容器	3
1.2 量器	3
1.2.1 温度计	3
1.2.2 容量瓶	3
1.2.3 滴定管	4
1.3 分离仪器	4
1.3.1 干燥管	4
1.4 热源	4
1.5 其他	4
1.5.1 冷凝管	5
1.5.2 启普发生器	5
1.6 总结	5
1.6.1 需要验漏的仪器	5
1.6.2 需要标注规格的仪器	5
2 药品	6
2.1 保存	6
2.1.1 试剂瓶的选择	6
2.2 危险标志	6
3 基本操作	7
3.1 仪器的洗涤	7
3.2 试纸的使用	7
3.3 药品的取用	7
3.4 配制溶液	7
3.5 测定	7
3.5.1 酸碱中和或氧化还原滴定	7
3.5.2 中和反应反应热测定	7
4 实验	8
4.1 Checklist	8
4.2 装置选取	8
4.3 实验现象	8
4.4 收集	8
4.5 性质探究与验证	8
4.6 尾气处理	8
4.7 事故处理	8
5 物质的检验	9
5.1 离子检验	9
5.1.1 焰色反应	9
5.2 气体检验	10

5.3 官能团检验	10
6 物质分离提纯	11
6.1 物理法	11
6.1.1 分液萃取	11
6.1.2 过滤	11
6.1.3 蒸发和结晶	11
6.1.4 蒸馏	11
6.1.5 升华	11
6.1.6 渗析	11
6.2 化学法	11
6.2.1 沉淀法	11
6.2.2 氧化还原法	11
6.2.3 加热分解法	11

1 基本仪器

1.1 容器

- 直接加热：
 - 试管：倾斜 45° ，加热时液体不超过 $1/3$
 - 坩锅：在泥三角上加热，用坩锅钳夹取
 - 蒸发皿：玻璃棒搅拌，用坩锅钳夹取
- 隔网加热：
 - 烧杯
 - 烧瓶：圆底烧瓶(承装液体不超过 $2/3$)、蒸馏烧瓶(有支管、用于蒸馏制气体)、平底烧瓶
 - 锥形瓶
- 不能加热：集气瓶

1.2 量器

- 粗量仪器：托盘天平、量筒、温度计
- 精量仪器：容量瓶、滴定管

1.2.1 温度计

测反应混合物的温度 这种类型的实验需要测出反应混合物的准确温度，因此，应将温度计插入混合物中间。

- 测物质溶解度
- 实验室制乙烯

测蒸气的温度 这种类型的实验，多用于测量物质的沸点，由于液体在沸腾时，液体和蒸气的温度相同，所以只要测蒸气的温度。

- 实验室蒸馏石油
- 测定乙醇的沸点

测水浴温度 这种类型的实验，往往只要使反应物的温度保持相对稳定，所以利用水浴加热，温度计则插入水浴中。

- 温度对反应速率影响的反应
- 苯的硝化反应

1.2.2 容量瓶

使用方法

1. 检漏：加水，塞好瓶塞，倒立，瓶塞周围无水漏出，将瓶正立并将瓶塞旋转 180° 后塞紧，再倒立，无水漏出
2. 计算
3. 称量(天平、药匙)或量取(量筒)
4. 溶解或稀释：在烧杯中加适量水溶解或稀释，玻璃棒搅拌，冷却。
5. 移液：玻璃棒引流

6. 洗涤：洗涤烧杯，洗涤液也转移到容量瓶内，次。
7. 定容：先玻璃棒引流加水至刻度线下1~2cm处，然后用胶头滴管滴加至平视凹液面最低处与刻度线相平
8. 摇匀：左手顶在瓶塞，右手五指轻托平底，反复颠倒上下摇匀

注意事项

- 不能在容量瓶里进行溶质的溶解，应将溶质在烧杯中溶解、冷却后转移
- 溶液不能超过容量瓶的标线，一旦超过，必须重新进行配制
- 容量瓶不能进行加热
- 选用时需要标明规格 ($1/2.5/5 \times 10^n mL$)

1.2.3 滴定管

- 酸式滴定管(玻璃旋钮)：不能用于碱性物质
- 碱式滴定管(橡胶管)：不能用于强氧化性物质和有机溶剂

1.3 分离仪器

- 固液分离：普通漏斗
- 液液分离：分液漏斗
- 气气分离：洗气瓶、干燥管

1.3.1 干燥管

种类 球形干燥管(固体干燥剂)、U形干燥管(液体或固体干燥剂)

常见干燥剂

- 浓 H_2SO_4 ：酸性干燥剂
- P_2O_5 固体：酸性干燥剂
- 碱石灰：碱性干燥剂
- 无水 $CaCl_2$ ：中性干燥剂，不能干燥 NH_3
- 无水 $CuSO_4$ ：中性干燥剂，万能干燥剂
- 无水 $MgSO_4$ ：中性干燥剂、有机干燥剂
- 无水 Na_2SO_4 ：中性干燥剂、有机干燥剂

1.4 热源

- 酒精灯、酒精喷灯

1.5 其他

- 玻璃棒、胶头滴管、冷凝管、水槽、铁架台

1.5.1 冷凝管

- 直形冷凝管：必须斜用或平用
- 球形冷凝管：可以竖用，用于冷凝回流一般气体
- 蛇形冷凝管：一般竖用，用于冷凝回流沸点很低的有机物或冷凝有毒气体

1.5.2 启普发生器

构造和工作原理 启普发生器由三部分构成：1.球型漏斗 2.容器部分 3.带活塞的导管部分。以实验室制氢气为例，使用时，开启活塞，酸由球形漏斗流入容器至其与锌粒接触，反应产生氢气。关闭活塞，由于氢气压强增大，酸被压回球形漏斗，与锌粒脱离接触，反应停止。

使用条件

- 固液不加热
- 反应不剧烈
- 块状固体

气密性检验 关闭导气管上的活塞，从球形漏斗口处加入水，当水浸没球形漏斗下端后，继续加入水，球形漏斗内外会出现液面差，观察液面，在一段时间内不发生变化，表明气密性良好。

常见反应

- HCl 和 FeS 制取 H_2S
- HCl 和 CaCO_3 制取 CO_2
- H_2SO_4 和金属制取 H_2

1.6 总结

1.6.1 需要验漏的仪器

- 容量瓶
- 分液漏斗
- 滴定管

1.6.2 需要标注规格的仪器

- 量筒
- 容量瓶

2 药品

2.1 保存

2.1.1 试剂瓶的选择

- 固体：广口瓶
- 液体：细口瓶
- 气体：集气瓶
- 光解：棕色瓶（碘、硝酸银、溴化银、浓硝酸、稀硝酸、氯水、溴水、碘水、银氨溶液）
- 玻璃塞：不能用于碱性物质
- 橡胶塞：不能用于强氧化性物质和有机溶剂

2.2 危险标志

3 基本操作

3.1 仪器的洗涤

3.2 试纸的使用

3.3 药品的取用

3.4 配制溶液

3.5 测定

3.5.1 酸碱中和或氧化还原滴定

3.5.2 中和反应反应热测定

4 实验

4.1 Checklist

4.2 装置选取

4.3 实验现象

4.4 收集

4.5 性质探究与验证

4.6 尾气处理

4.7 事故处理

- 酸灼伤：先用大量水冲洗，再用稀 NaHCO_3 浸洗。
- 碱灼伤：先用大量水冲洗，再用稀硼酸浸。

5 物质的检验


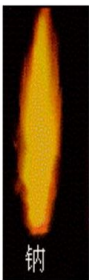

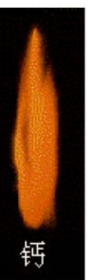
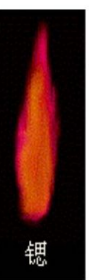

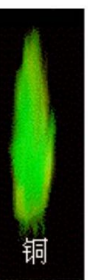
5.1 离子检验

离子	试剂和操作	现象
I^-	CCl_4 、 Cl_2	先无现象，加入 Cl_2 后溶液呈紫色
	稀 HNO_3 、 $AgNO_3$	产生黄色沉淀，不溶解
Br^-	CCl_4 、 Cl_2	先无现象，加入 Cl_2 后溶液呈橙红色
	稀 HNO_3 、 $AgNO_3$	产生淡黄色沉淀，不溶解
Cl^-	稀 HNO_3 、 $AgNO_3$	产生白色沉淀，不溶解
Fe^{3+}	KSCN	溶液变为血红色
	$K_4[Fe(CN)_6]$	产生普鲁士蓝沉淀
	苯酚	溶液变为紫色
Fe^{2+}	KSCN、 Cl_2	溶液变为血红色
	$K_3[Fe(CN)_6]$	产生滕氏蓝沉淀
	酸性高锰酸钾溶液	溶液褪色
NH_4^+	浓NaOH加热，产生的气体用湿润红色石蕊试纸	红色试纸变蓝
SO_4^{2-}	HCl溶液、 $BaCl_2$ 溶液、稀 HNO_3	先无现象，加入HCl溶液后产生不溶白色沉淀
CO_3^{2-}	$CaCl_2$ 溶液、HCl溶液、澄清石灰水	先产生白色沉淀，加入 $CaCl_2$ 溶液后产生使澄清石灰水浑浊的气体
SO_3^{2-}	$BaCl_2$ 溶液、HCl溶液、品红溶液	先产生白色沉淀，加入 $CaCl_2$ 溶液后产生无色刺激性气体，使品红溶液褪色
Al^{3+}	NaOH溶液	先产生白沉，一会溶解
Ag^+	Cl^-	产生白色沉淀，不溶解
Na^+	用HCl清洗的洁净Pt丝蘸取溶液，酒精灯外焰加热，观察到黄色火焰	
K^+	用HCl清洗的洁净Pt丝蘸取溶液，酒精灯外焰加热，透过蓝色钴玻璃片观察到紫色火焰	

5.1.1 焰色反应

- 锂盐：深红色
- 钠盐：黄色
- 钾盐：紫色（透过蓝色钴玻璃）
- 钙盐：砖红色

- 锶盐: 洋红色
- 钡盐: 黄绿色
- 铜盐: 绿色

						
锂	钠	钾	钙	锶	钡	铜
Li	Na	K	Ca	Sr	Ba	Cu
紫红	黄	紫	砖红	洋红	黄绿	绿

5.2 气体检验

5.3 官能团检验

6 物质分离提纯

6.1 物理法

6.1.1 分液萃取

萃取分液条件 萃取物质在两种溶剂中溶解度不同，萃取剂和原溶剂不相容，萃取剂和原溶质、原溶剂均不发生反应。

操作方法 萃取后先将下层液体从分液漏斗中放出，再将上层液体从上口放出。注意使瓶塞上的凹槽对准小孔以平衡气压。

6.1.2 过滤

6.1.3 蒸发和结晶

6.1.4 蒸馏

6.1.5 升华

6.1.6 渗析

6.2 化学法

6.2.1 沉淀法

Al_2O_3 和 MgO 固体

1. NaOH 溶液：过滤得 $\text{Al}()$ 和 MgO 固体
2. 稀 HCl ：得氢氧化铝
3. 加热氢氧化铝：得氧化铝

Fe_2O_3 和 SiO_2 固体

1. 稀 HCl ：得 FeCl_3 溶液和 SiO_2 固体
2. NaOH 溶液：得 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉淀
3. 加热氢氧化铝：得氧化铝

AlCl_3 和 FeCl_3 的混合溶液

1. NaOH 溶液：得 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉淀和 AlCl_3 溶液
2. 稀 HCl ：得 FeCl_3 溶液

6.2.2 氧化还原法

6.2.3 加热分解法