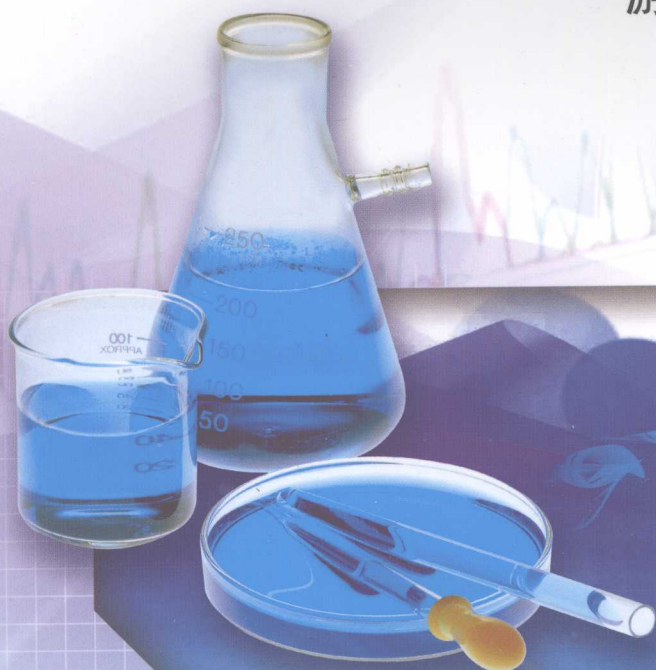


高等学校教材

无机及 分析化学实验

黄少云 主编

游文章 李伟伟 副主编



化学工业出版社

高等学校教材

无机及分析化学实验

黄少云 主编

游文章 李伟伟 副主编

ISBN 978-7-132-03808-3
I. ①无... II. ①黄... III. ①无机化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①O61-33 O62-33
中国版本图书馆CIP数据核字(2008)第061079号

责任编辑：王志刚
封面设计：史和平

责任编辑：宋林青
封面设计：成河红

出版发行：化学工业出版社（北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011）
印 装：三河市延风印装厂
787mm×1092mm 1/16 印张84 字数201千字 2008年8月北京第1版第1次印刷

购书热线：010-64218888（传真：010-64218889） 售后服务：010-64218828



化学工业出版社

· 北京 ·

本书是供高等工科院校用的无机及分析化学实验教材。全书内容共分6章：第1章绪论，介绍无机及分析化学实验的目的、方法、成绩评定等；第2章实验室基本知识，介绍实验室规则、废物的处理等；第3章实验室常用仪器及基本操作；第4章实验数据的表达与处理；第5章基础实验，共31个实验，每个实验包括实验目的、实验原理、实验用品、实验步骤、思考题等内容；第6章设计与综合实验，共8个实验，包括设计性实验、综合实验和文献实验。

本书可作为高等学校化学、化学工程与工艺、制药工程、高分子材料、无机非金属材料等相关专业的教材和教学参考书。

化学工业出版社

主编 黄少云

副主编 李书平 王文强

图书在版编目 (CIP) 数据

无机及分析化学实验/黄少云主编. —北京：化学工业出版社，2008.5
高等学校教材
ISBN 978-7-122-02806-8

I. 无… II. 黄… III. ①无机化学-化学实验-高等学校-教材②分析化学-化学实验-高等学校-教材 IV. O61-33 O65-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 061079 号

责任编辑：宋林青 唐旭华
责任校对：战河红

文字编辑：于志岩
装帧设计：史利平

出版发行：化学工业出版社（北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011）

印 装：三河市延风印装厂

787mm×1092mm 1/16 印张8¼ 字数201千字 2008年8月北京第1版第1次印刷

购书咨询：010-64518888（传真：010-64519686） 售后服务：010-64518899

网 址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定 价：15.00 元

版权所有 违者必究

实验 1 硫酸铜溶解常数的测定	41
实验 2 氯化铅溶解度积常数的测定	42
实验 3 亚铁水杨酸合铁(Ⅲ)配合物组成常数的测定	43
实验 4 氧化还原反应	45
3.3 综合化学实验	47
实验 11 碱金属与碱土金属	47

前 言

本书是按照“湖北省化学基础课实验教学示范中心”的建设要求,结合工科基础化学实验教学现状,在武汉工程大学编写的《无机化学实验讲义》和《大学基础化学实验》的基础上,并结合基础化学课程组部分教师的科学研究成果编写而成的。

为加强对学生的宽口径培养,提高学生的综合素质,全面掌握化学基本知识和实验基本技能,本书在编写上进行了改革尝试。全书分为6章,绪论包括无机及分析化学实验的目的、方法、成绩评定等;实验室基本知识包括实验室规则、安全守则、事故的处理、废物的处理;实验室常用仪器及基本操作,包括玻璃仪器及其洗涤、干燥与存放,滴定分析主要仪器的使用与滴定操作等;实验数据的表达与处理,介绍测量误差、有效数字及运算规则等;基础实验共有31个,每个实验包括基本操作实验、化学常数测定和化学基本原理实验、元素化学实验、滴定分析实验;设计与综合实验包括设计性实验、综合实验和文献实验。

本教材有三个特点:①实验内容较丰富,涉及面广,能满足工科化学类各专业的需求;②将本课程组科研成果转化为综合研究性实验,为培养创新思维打基础;③实验编排上按基础、综合、研究顺序,循序渐进,强调实验基本操作和基本技能的锻炼、科研素质的形成和创新能力的培养,同时也兼顾理论知识的巩固和提高。

参加本书编写的有:潘志权、黄少云、艾军、周红、游文章、杨小红、齐小玲、张汉平、李伟伟、李庆祥、程清蓉、胡锦涛、冉国芳等。全书由潘志权、黄少云修改和审阅。

限于编者的水平,书中难免有错误和不妥之处,敬请读者批评指正。

编者

2008年3月

目 录

第1章 绪论	1
1.1 无机及分析化学实验目的	1
1.2 无机及分析化学实验方法	1
1.3 无机及分析化学实验成绩的评定	2
第2章 实验室基本知识	3
2.1 实验室规则	3
2.2 实验室安全守则	3
2.3 实验室事故的处理	4
2.4 实验室废物的处理	5
第3章 实验室常用仪器及基本操作	6
3.1 玻璃仪器及其洗涤、干燥与存放	6
3.2 简单玻璃加工技术	9
3.3 加热与冷却方法	12
3.4 溶解、沉淀与重结晶	15
3.5 常用试剂规格及其使用	19
3.6 滴定分析主要仪器的使用与滴定操作	21
3.7 常用试纸的使用	27
第4章 实验数据的表达与处理	29
4.1 测量误差	29
4.2 有效数字及运算规则	30
4.3 数据处理	31
第5章 基础实验	32
5.1 基本操作实验	32
实验1 仪器的认领、洗涤和干燥	32
实验2 简单玻璃加工	34
实验3 电子天平称量操作练习	34
实验4 滴定分析基本操作练习	35
实验5 NaCl的提纯	36
5.2 化学常数测定和化学基本原理实验	39
实验6 二氧化碳相对分子质量的测定	39

实验 7 醋酸离解常数的测定	41
实验 8 碘化铅溶度积常数的测定	42
实验 9 磺基水杨酸合铁(Ⅲ)配合物稳定常数的测定	43
实验 10 氧化还原反应	45
5.3 元素化学实验	47
实验 11 碱金属与碱土金属	47
实验 12 氧、硫、氮、磷	50
实验 13 卤素	54
实验 14 锡、铅、铋、铊	57
实验 15 钛、钒、铬、锰	61
实验 16 铁、钴、镍	65
实验 17 铜、银、锌、镉、汞	67
实验 18 常见阴离子的分析与鉴定	70
实验 19 常见阳离子的分离和鉴定	73
实验 20 硫代硫酸钠的制备	78
实验 21 四碘化锡的制备	80
实验 22 由钛铁矿制备二氧化钛	81
实验 23 重铬酸钾的制备	83
实验 24 高锰酸钾的制备	84
5.4 滴定分析实验	86
实验 25 酸碱标准溶液的配制与浓度比较	86
实验 26 醋酸总酸度的测定	87
实验 27 工业碱灰中总碱度的测定	89
实验 28 EDTA 标准溶液的配制与标定	90
实验 29 自来水总硬度的测定	93
实验 30 铅、铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 含量的连续测定	94
实验 31 过氧化氢含量的测定(高锰酸钾法)	95
第 6 章 设计与综合实验	98
6.1 设计性实验	98
实验 32 未知离子的鉴定与未知物的鉴别	98
实验 33 硫酸亚铁铵的制备及组成分析	99
实验 34 硫酸铜的提纯及铜含量的测定	101
6.2 综合实验	103
实验 35 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备及表征	103
实验 36 氯化镍氨的制备、组成分析及物性测定	106
实验 37 含铬废水的处理	108
6.3 文献实验	109
实验 38 双核大环配合物的合成与表征	109
实验 39 废锌锰干电池的综合利用研究	112

附录	114
附录 1 无机及分析化学常用仪器一览表	114
附录 2 国际相对原子质量表 (A_r , 1989 年)	119
附录 3 常用酸碱试剂的浓度和密度	119
附录 4 一些常用试剂的配制	120
附录 5 常用指示剂及配制	121
附录 6 常用缓冲溶液的配制	123
附录 7 常见酸、碱的离解常数	123
附录 8 常用标准溶液的基准物	124
附录 9 国际相对分子质量表 (M_r)	125

第 1 章 绪 论

1.1 无机及分析化学实验目的

无机及分析化学实验是一门实践性很强的学科，是化学化工类专业必修的一门独立的技术基础实验课程。无机及分析化学实验课的目的是通过实验，使学生加深对基础化学基本概念和基本理论的理解；掌握无机及分析化学实验的基本操作、技能，学会正确地处理实验数据和表达实验结果；养成严格、认真和实事求是的科学态度；提高观察、分析和解决问题的能力。

1.2 无机及分析化学实验方法

(1) 做好预习工作

预习是为做好实验奠定必要基础的，所以，学生在实验之前，一定要在听课和复习的基础上，认真阅读有关实验教材，明确本实验的目的和任务、有关的原理、操作的主要步骤及注意事项，做到心中有数，打有准备之仗，并写好实验报告中的部分内容，以便实验时及时、准确地进行记录。

(2) 在实验过程中

① 应手脑并用：在进行每一步操作时，都要积极思考这一步操作的目的和作用，应得什么现象等，并认真观察，理论联系实际，不能只是“照方配药”。

② 每人都必须备有实验记录本和报告本，随时把必要的数据和现象清楚、正确地记录下来。

③ 应严格遵守操作程序并注意应注意之处，在使用不熟悉其性能的仪器和药品之前，应查阅有关书籍（讲义）或请教指导教师和他人。不要随意进行实验，以免损坏仪器、浪费试剂，使实验失败，更重要的是预防发生意外事故。

④ 自觉遵守实验室规则，保持实验室整洁、安静，使实验台整洁，仪器安置有序，注意节约和安全。

(3) 在实验完毕后

对实验所得结果和数据，按实际情况及时整理、计算和分析，重视总结实验中的经验教训，认真写好实验报告，按时交给指导老师。清理仪器，该洗涤的及时洗涤，该放置的按要求妥善放置。该切断或关闭的电源、水阀和气路，应及时切断或关闭。

在整个实验过程中，要求学生养成严格、认真、实事求是的科学态度和独立工作能力。

在作记录和写实验报告时，应注意以下几个问题。

① 一个实验报告大体包括下列内容：实验名称，实验日期，实验目的，简要原理，实验步骤的简要描述（可用箭头式表示），测量所得数据，各种观察与注解，计算和分析结果，

问题和讨论。

这几项内容的取舍、繁简,应视各个实验的具体需要而定,只要能符合实验报告的要求,能简化的应当简化,需保留的必须保留,要详尽的也必须详尽。

其中前五项应在实验预习时写好。记录表格也应在预习时画好,其他内容则应在实验进行过程中以及实验结束时填写。

② 记录和计算必须准确、简明(但必要的数据和现象应记全)、清楚,要使别人也容易看懂。

③ 记录本和篇页都应编号,不要随便撕去。切莫用小片纸做实验记录。

④ 记录和计算若有错误,应划掉重写,不得涂改。每次实验结束时,应将所得数据交教师审阅,然后进行计算,绝对不允许凑数据。

⑤ 在记录或处理分析数据时,一切数字的准确度都应做到与分析的准确度相适应,即记录或计算到第一位可疑数字为止。一般滴定分析的准确度是千分之一至千分之几的相对误差,所以记录或计算到第四位有效数字即可,因此用计算器进行计算时要注意有效数字的保留位数。

1.3 无机及分析化学实验成绩的评定

① 实验教学的考核内容包括:预习、实验操作、实验记录、实验态度、安全卫生和实验报告,据此进行综合评定。

② 每次上课前需上考核系统网完成预习题,由计算机自动根据程序评分,占总成绩的20%;实验操作后将结果输入至网上考核系统,计算机自动根据程序评分,占总成绩的20%;实验态度、安全卫生和实验报告由任课教师根据学生的实际情况给分,占总成绩的60%,并由实验老师输入至网上考核系统,最后由考核系统给出实验考核成绩。

③ 每次实验成绩不及格者,必须补做,成绩及格后方能参加课程的考核。

第2章 实验室基本知识

2.1 实验室规则

① 实验前必须认真预习实验指导书,明确实验内容、目的、要求,了解实验步骤、原理。

② 做实验时,必须严格遵守实验室的规章制度和仪器设备的操作规程,服从教师和实验技术人员的指导。

③ 爱护仪器设备,节省能源和原材料、药品、试剂等;实验前要认真检查,实验完毕要清扫现场,仪器设备、工具、量具等要归还原处,发现丢失、损坏要立即报告。

④ 与本实验无关的仪器设备及其他物品,未经允许不得动用,不准将任何物品带出室外。

⑤ 进入实验室后要保持室内安静,不得高声喧哗和打闹,不准抽烟,不准随地吐痰,不准乱抛纸屑、杂物,要保持实验室和仪器设备的整齐清洁。

⑥ 实验时必须注意安全,防止人身和设备事故。仪器设备发生故障或事故时,应立即切断电源,并及时向指导教师报告,待指导人员查明原因、排除故障后方可继续实验。

⑦ 实验完毕,实验记录经实验教师检查后方可离开实验室。根据实验记录认真做好实验报告。对不合要求的实验报告应退回重做。

⑧ 对违反实验室规章制度和操作规程,擅自动用与本实验无关的仪器设备或私自拆卸仪器设备而造成损失和事故的,责任人必须写出书面检查,并视情节轻重和认识程度及损失、事故的大小,按有关章程予以处理。

⑨ 进入实验室前,务必搞好个人卫生,不得将脏物带入室内。进入计算机等实验室,必须换拖鞋后方可入室。实验结束后打扫卫生方可离去。

2.2 实验室安全守则

化学实验中使用水、电、气和易燃、易爆、有毒或腐蚀性的药品,存在着不安全因素,如果使用不当会给国家财产和个人造成危害。凡在实验室操作的人员必须重视安全问题,遵守操作规程,严格遵守实验室安全守则,以避免事故的发生。

① 遵守实验室各项制度,尊重教师的指导及实验室工作人员的职权和劳动。

② 经常保持实验室的整洁和安静,注意桌面和仪器的整洁,爱护仪器,节约试剂、水和电等。

③ 保持水槽干净,切勿把固体物品投入水槽中。废纸和废屑应投入废纸箱内,废酸和废碱小心倒入废液缸内,切勿倒入水槽,以免腐蚀下水管。

④ 酒精灯要用火柴点燃,添加酒精时要先熄灭火焰,待稍冷后再加,熄灭酒精灯应用

灯帽罩住。加热、浓缩液体时试管要朝向无人处以免液体冲出容器。

⑤ 产生有刺激性气味和有毒气体的实验要在通风橱中进行,嗅气体的气味时只能用手轻轻地煽动空气,使少量气体进入鼻孔。

⑥ 避免浓酸、浓碱等腐蚀性试剂溅在皮肤、衣服或鞋袜上。用 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等试剂时,操作应在通风橱中进行。通常应把浓酸加入水中,而不要把水加入浓酸中。

⑦ 汞盐、氰化物、 As_2O_3 、钡盐、重铬酸盐等试剂有毒,使用时要特别小心。氰化物与酸作用放出剧毒的 HCN ! 严禁在酸性介质中加入氰化物。

⑧ 使用 CCl_4 、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有毒或易燃的有机溶剂时要远离火源和热源,用过的试剂倒入回收瓶中,不要倒入水槽中。

⑨ 试剂切勿入口。实验器皿切勿用作食具。离开实验室时要仔细洗手,如曾使用过毒物,还应漱口。

⑩ 每个实验人员都必须知道实验室内电闸、水阀和煤气阀的位置,实验完毕离开实验室时,应把这些闸、阀关闭。

2.3 实验室事故的处理

实验室应配备医药箱,以便在实验中发生意外事故时供实验室急救用,平时不允许随便挪动或借用。医药箱应配备的主要药品与工具如下。

药品:碘酒、红药水、紫药水、云南白药、消炎粉、烫伤油膏、甘油、无水乙醇、硼酸溶液(1%~3%,饱和)、2%醋酸溶液、碳酸氢铵溶液(1%~5%)、20%硫代硫酸钠溶液、高锰酸钾溶液(3%~5%)、5%硫酸铜溶液,生理盐水、可的松软膏、蓖麻油等。

医用材料:纱布、药棉、棉签、绷带、医用胶布、创可贴等。

工具:医用镊子、剪刀。

(1) 创伤

化学实验中常用到各种玻璃仪器,不小心容易被碎玻璃划伤或刺伤。若伤口内有碎玻璃渣或其他异物,应先取出。轻伤可用生理盐水或硼酸溶液擦洗伤处,并用3%的 H_2O_2 溶液消毒,然后涂上红药水,撒上些消炎粉,并用纱布包扎或用创可贴;伤口较深,出血过多时,可用云南白药止血,并立即送医院救治。玻璃溅进眼里,千万不要揉擦,应不转眼球,任其流泪,速送医院处理。

(2) 灼伤

① 烫伤 一旦被蒸气、红热玻璃、陶器等烫伤,切勿用水冲洗,轻者应在伤处涂烫伤药膏,如獾油,还可用3%~5%的高锰酸钾溶液擦洗伤处,撒上消炎粉;重者需送医院救治。

② 酸灼 先用大量水冲洗,然后用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水冲洗,最后用水冲洗,随即送医院急救。

酸溅入眼睛时,先用大量水冲洗,再用1%碳酸氢钠溶液洗,最后用蒸馏水或去离子水洗。

氢氟酸烧伤。应用大量水冲洗后,再用肥皂水或2%~5%碳酸氢钠溶液冲洗,用5%碳酸氢钠溶液湿敷局部,再用可的松软膏或紫草油软膏及硫酸镁糊剂涂抹。

③ 碱灼 先用大量水冲洗,再用 2%硼酸或 2%醋酸溶液浸洗,最后用水洗,再用饱和硼酸溶液洗,最后滴入蓖麻油。

④ 其他灼伤 溴灼伤一般不易愈合,一旦被溴灼伤,应立即用乙醇或硫代硫酸钠溶液冲洗伤口,再用水冲洗干净,并敷以甘油。若起泡,则不宜把水泡挑破。

磷灼伤用 5%硫酸铜溶液、1%硝酸银溶液冲洗伤口,并用浸过硫酸铜溶液的绷带包扎,或送医院治疗。

(3) 中毒

① 有毒气体 若不慎吸入煤气、氯气、氯化氢、硫化氢等有毒气体时,应迅速将中毒者移至室外呼吸新鲜空气,并使其闻解毒剂蒸气,必要时做人工呼吸或送医院治疗。

② 毒物 毒物入口中,先让中毒者喝大量水,或喝一杯稀硫酸铜的溶液,然后手指伸入喉部,促其呕吐,立即就医。

2.4 实验室废物的处理

在化学实验室中废弃物的种类繁多,会遇到各种有毒的废渣、废液和废气,如不加处理随意排放,就会对周围的环境、水源和空气造成污染,形成公害。对三废中的有用成分,也应加回收,变废为宝,综合利用。

(1) 废渣处理

废渣主要采用掩埋法处理,对于有回收价值的废渣应收集起来统一处理,回收利用;无回收价值的无毒废渣可直接掩埋;无回收价值的有毒废渣应集中起来先进行化学处理,然后深埋于远离水源的指定地点,有专人记载。

(2) 废液处理

常采用中和法、萃取法、化学沉淀法和氧化还原法等处理。

① 中和法 废酸、废碱液可采用中和法处理,将废碱液与废酸液中和至近中性后(如有沉淀须过滤后)排放。

② 萃取法 主要适用于一些含有机物质的废液,利用与水不混溶但对污染物有良好的溶解性而达到净化废水的目的。

③ 化学沉淀法 废液中含有重金属离子(如汞、铅、铬、铜等离子),含有碱土金属离子(如钙、镁离子),以及一些含砷、硫等非金属离子时,可用化学沉淀法处理。主要有:

(a) 氢氧化物沉淀 如用氢氧化钠沉淀剂处理重金属废水。

(b) 硫化物沉淀 用 H_2S 或 Na_2S 作硫化剂,使之生成难溶硫化物沉淀,沉降分离后,调溶液至近中性后排放。如在含 Hg^{2+} 的废液中通入 H_2S 或加入 Na_2S ,使 Hg^{2+} 形成 HgS 沉淀,过滤后残渣可回收或深埋,溶液调至近中性后排放。

(c) 其他类型沉淀 如将石灰投入到含砷废水中,使生成难溶的砷酸盐和亚砷酸盐;用 $BaCO_3$ 或 $BaCl_2$ 作为沉淀剂除 CrO_4^{2-} 等。

④ 氧化还原法 废水中的有机物或各种具有氧化性、还原性物质可以通过加入合适的氧化或还原剂使其转化为无害物质而除去,如少量含氰废液可用适量高锰酸钾将 CN^- 氧化;大量含氰废液则需将废液用碱调至 $pH > 10$ 后,加入足量的次氯酸盐,充分搅拌,放置过夜,使 CN^- 分解为 CO_3^{2-} 和 $N_2(g)$ 后,再将溶液 pH 调到至近中性后排放。

第3章 实验室常用仪器及基本操作

3.1 玻璃仪器及其洗涤、干燥与存放

3.1.1 无机及分析化学常用玻璃仪器简介

无机及分析化学常用仪器按性能可以分为可加热仪器(如:试管、烧杯、烧瓶、蒸发皿等),不可加热仪器(如:试剂瓶、量筒、抽滤瓶等);按用途又可分为容器类仪器(如:烧杯、试剂瓶等),量器类仪器(如:容量瓶、滴定管、量筒等)和其他特殊用途仪器(如:干燥器、漏斗、抽滤瓶、研钵等)。

无机及分析化学实验室中常用的仪器多数为玻璃仪器。正确选择和使用仪器是基础化学实验中的基本要求。

(1) 容器类玻璃仪器

这类玻璃仪器主要用于进行化学反应或储存化学药品或试剂。

在这类玻璃仪器中,除了试管可以直接在酒精灯火焰上加热之外,其他玻璃仪器通常不能直接加热。需要加热时,往往采取水浴加热、砂浴加热,或垫上石棉网后加热等方法,使用时应根据仪器的具体特性和要求选择加热方式。试剂瓶、抽滤瓶等不可以加热。

在这类玻璃仪器中,有些仪器上标有刻度。这些刻度是进行化学实验时用作参考的,这类仪器不能作为量具使用,如:部分厂家生产的离心试管、烧杯等。初次接触实验的学生应特别注意。

(2) 容量玻璃仪器或度量仪器

常见的有:量筒和量杯、移液管、吸量管、容量瓶和滴定管。

容量类玻璃仪器主要用于量取一定体积的液体,用于液体的准确量取。如溶液的配制、稀释等。

使用这类玻璃仪器时一定要注意:容量类玻璃仪器不可以用作反应容器,不可以量取过热的液体,不可以加热,不能长时间存放药品。

另外,每一种容量玻璃仪器都有不同的规格,学生应在保证实验结果精确度的前提下选择使用。

选择和使用度量仪器正确与否,反映了实验操作者的实验基本技能和水平的高低。

基础化学实验室中常用的仪器见附录1。

3.1.2 玻璃仪器的洗涤和干燥方法

(1) 玻璃仪器的洗涤

进行实验前,所用的玻璃仪器都需要洗涤干净。根据不同的对象和不同的实验目的,仪器的洗涤方法有所不同。

对于没有油污污染的试管、烧杯等玻璃仪器,通常倒入约占体积1/3的自来水,振荡,倒掉。如此反复几次即可将仪器洗涤干净。水洗若达不到目的,可用毛刷刷洗仪器。

若玻璃仪器有油污污染,一般先用自来水冲洗,然后用去污粉、合成洗涤剂(如洗衣粉或洗洁精)或实验室特别配制的铬酸洗液清洗,最后用自来水冲洗干净。

由于铬酸洗液对环境的污染,近来铬酸洗液在实验室中的使用较少。凡是能够用其他洗涤剂进行清洗的仪器,一般都不需要使用铬酸洗液洗涤。对于移液管、滴定管、容量瓶等形状复杂并且容量准确的仪器,不宜使用毛刷摩擦其内壁。此时,可选用液体洗涤剂清洗。用铬酸洗液清洗效果很好。

用铬酸洗液清洗仪器,可先用自来水冲洗(必要时配合洗耳球使用),然后倒入或吸取一定量的洗液,倾斜容器,来回转动,使容器内壁全部被洗液所润湿,片刻之后将洗液倒回原瓶,用自来水冲洗干净。用此方法一般可以将容器清洗干净。仪器污染比较严重,可以用洗液浸泡一段时间,或使用热的洗液清洗。

注:1. 铬酸洗液的配制 将 25g 重铬酸钾在加热条件下溶入约 50mL 水中,冷却后向其中加入约 450mL 浓硫酸,边加边搅拌,冷却后即可使用。

2. 切勿将重铬酸钾溶液加入到浓硫酸中。

3. 铬酸洗液可以反复使用直到失效为止。失效的铬酸洗液呈绿色。失效的铬酸洗液由实验室统一安排回收处理,不可随便倒入下水管!

4. 铬酸洗液吸水性和腐蚀性较大,使用和保存时应注意。特别注意在使用时不可配合毛刷使用。

对于残留在仪器内的某些污染物,普通清洗方法不能清洗干净时,要根据具体情况选用适当的化学试剂,通过化学方法除去。如:存放 KMnO_4 溶液后的容器内壁沾有 MnO_2 ,可用少量浓盐酸、硫酸亚铁溶液、 NaHSO_4 溶液或草酸溶液清洗;银镜反应后容器内附着的银,可用少量稀硝酸浸泡后除去,必要时可稍微加热;存放铁盐后容器内的黄色污染物可用少量稀盐酸或稀硝酸溶解片刻除去。

洗净的玻璃仪器应为透明且不挂水珠,如图 3.1 所示。

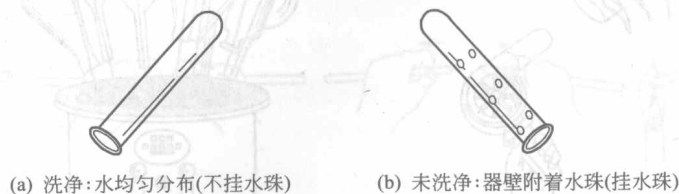


图 3.1 洗净和未洗净的试管

通常情况下洗净的玻璃仪器还留有自来水中的一些金属离子,如 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Cl^- 等,必要时应使用蒸馏水或去离子水冲洗 2~3 次。使用蒸馏水或去离子水冲洗的原则是“少量多次”,这样洗涤效果好,又不造成太大的浪费。

需要特别注意的是,洗净的玻璃仪器不可用抹布擦拭。若需要干燥,可按仪器干燥方法处理。

(2) 玻璃仪器的干燥

在某些情况下需要使用干燥的玻璃仪器进行实验,此时就需要对玻璃仪器进行干燥处理。干燥玻璃仪器的主要方法如下:

① 晾干 不急用的玻璃仪器可以放在仪器架上,让其自然干燥,如图 3.2 所示。

② 烘干 洗净不挂水珠的玻璃仪器可以放在烘箱内烘干,如图 3.3 所示。烘箱温度控制在 105°C 为宜。

③ 烤干 在进行试管加热分解固体药品实验时,试管通常需要干燥。临时干燥试管可

使用酒精灯烤干。其他耐热仪器，如烧杯、蒸发皿等也可使用酒精灯小心烤干。

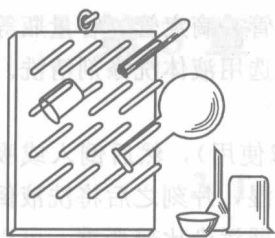


图 3.2 晾干

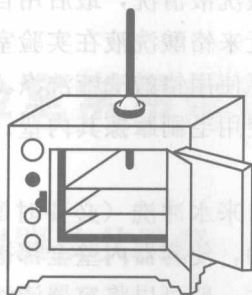


图 3.3 烘干

(105℃左右控温)



图 3.4 烤干试管

(试管口始终朝下)

烤干试管的方法是：选择一支洗净且不挂水珠的试管，用蒸馏水冲洗干净，试管夹夹住试管上部约 $1/3$ 处，试管口朝下在酒精灯火焰上加热干燥，如图 3.4 所示。火焰应从试管底部开始移向试管口，如此反复多次直至烤干。不可将火焰停留在试管的某一个部分集中加热，应不停地在火焰上移动试管，使试管受热均匀。先将试管下半部分的水分蒸发干，然后再加热试管上半部分。加热时，试管口始终朝下，以防水珠落入加热的试管底部使试管炸裂。刚烤干的试管不要用手拿，不要沾冷水。

烧杯、蒸发皿等可放在石棉网上用酒精灯烤干。

使用酒精灯烤干仪器时应使用小火烤干。

④ 吹干 使用压缩空气、吹风机或气流烘干机将仪器吹干，如图 3.5 所示。



(a) 吹风机吹干



(b) 气流烘干机吹干

图 3.5 吹干

⑤ 使用有机溶剂 一般使用酒精或 1:1 体积比的酒精和丙酮的混合溶剂。

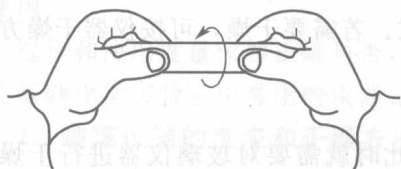


图 3.6 有机溶剂润湿试管

将适量有机溶剂倒入容器中，倾斜容器并不断转动，使溶剂润湿容器全部内壁（如图 3.6 所示），然后倾出溶剂并回收。容器内剩下的溶剂会自然晾干。若配合使用吹风机，效果会更好。

移液管、滴定管、容量瓶等计量仪器一般不需要干燥，更不能烤干。确实需要干燥，可使用有机溶剂干燥。

实验中仪器选择是否需要干燥，反映了操作者的基本实验技能。

3.1.3 玻璃仪器的存放

洗净或已干燥的仪器要分类进行存放。

① 元素化学实验中使用最多的是试管。实验完毕，试管应放在试管架上，试管口可朝下。切不可将实验后的反应物存放在试管内，以防止试管内的某些沉淀板结，不便于清洗。

② 其他较大型的玻璃仪器，如烧瓶、大烧杯等，应放在相应的仪器架上。没有仪器架的实验室，这些仪器一般存放在实验台的柜子中，按仪器大小前后放置，以方便取用。

③ 小型的仪器可放置在抽屉中。要注意仪器放置后不能随意滚动，开启抽屉时用力要缓，不可突然拉开抽屉造成仪器相互碰撞损坏。

另外，移液管有专门的仪器架存放。

暂时不用的滴定管要洗净后放在滴定管架上夹好，管口朝下。取用时，一定要先用一只手握牢滴定管，再用另一只手松开滴定管夹。切不可冒冒失失在没有握牢滴定管的情况下先松开滴定管夹造成滴定管跌落损坏。长期不用时，滴定管应洗净后放在实验柜内专门的地方，酸式滴定管要防止玻璃塞黏结。

3.2 简单玻璃加工技术

一些较为简单的玻璃仪器可以自己动手按要求加工。如玻璃棒、导气管、滴管、玻璃丝、毛细管、玻璃钉等。

在高年级实验中，往往需要自己设计实验装置，此时需要自己动手拉制一些特定的玻璃仪器。这是学生基本实验技能很重要的一个方面。

3.2.1 玻璃棒和玻璃管的切割与圆口

选取适当的玻璃棒或玻璃管，用锉刀或陶瓷碎片锋利的口切割，然后按要求圆口、拉制或弯曲。下面以制作玻璃棒为例介绍一般加工方法，见图 3.7 所示。

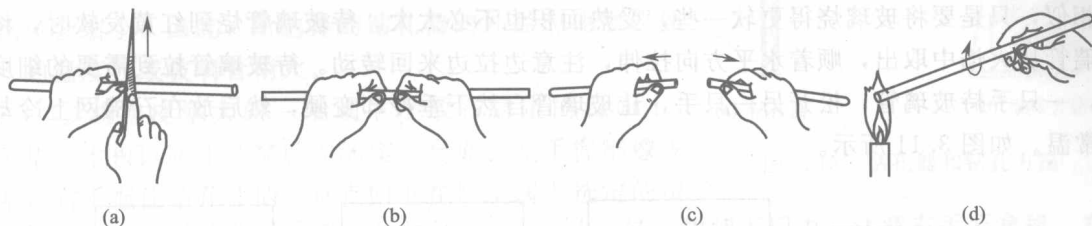


图 3.7 玻璃棒的截断和圆口

① 选取一段玻璃棒。选好截断位置，用锉刀或陶瓷碎片锋利的边朝一个方向在玻璃棒上划痕。注意要一次完成，不可反复锯锉。

② 双手握住玻璃棒，大拇指抵在刻痕的对侧，用力将玻璃棒折断。注意控制手臂的用力，防止戳伤左右的同学。千万不可双手相对用力挤压，这样很容易戳伤自己。

③ 将切割好的玻璃棒放在酒精喷灯或煤气灯火焰上圆口。注意要不停转动玻璃棒，防止烧弯。

④ 将烧制好的玻璃棒放在石棉网上冷却。注意刚烧好的玻璃棒两头温度较高，要防止烫伤。

3.2.2 玻璃管的弯曲与拉制

下面以制作导气弯管和制作滴管为例。

(1) 导气弯管

根据需要选取适当长度的玻璃管(切割和圆口的方法同玻璃棒)。

双手持住玻璃管,先在酒精喷灯或煤气灯火焰上预热要弯曲的部分,然后再在火焰温度较高的氧化焰部分加热,同时不停转动玻璃管。转动时,要注意两手动作要一致,不可将玻璃管扭曲,加热到玻璃管发黄变软。弯制导气管时,玻璃管的受热面积可适当大些。

将加热好的玻璃管自火焰中取出,稍停1~2s,使各部分温度均匀。然后将其弯曲成一定的角度。如图3.8所示。

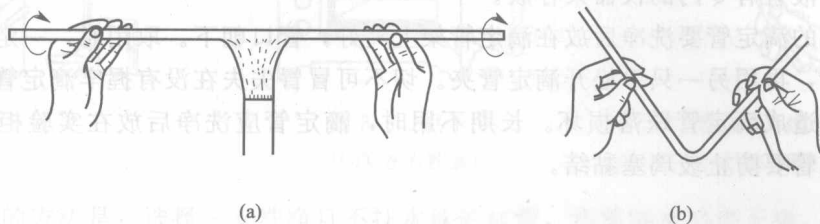


图3.8 玻璃管的弯曲

若弯曲角度在 120° 以上,可以一次完成。若弯曲的角度较小,可分次完成。

弯管时,也有使用吹气法的。如图3.9所示。

制作良好的玻璃弯管应该是平滑、均匀、角度准确的,整个弯管应在同一平面上。如图3.10所示。

刚完成的玻璃弯管应放在石棉网上自然冷却。

(2) 滴管的制作

选取合适的玻璃管,可以一次制得两只滴管。



图3.9 吹气法弯曲玻璃管

玻璃管的切割和圆口与玻璃棒相同。加热方法与玻璃管弯曲相似,只是要将玻璃烧得更软一些,受热面积也不必太大。待玻璃管烧到红黄发软时,将玻璃管从火焰中取出,顺着水平方向拉伸,注意边拉边来回转动。待玻璃管拉到需要的细度时,一只手持玻璃管,松开另一只手,让玻璃管自然下垂冷却变硬,然后放在石棉网上冷却到常温。如图3.11所示。

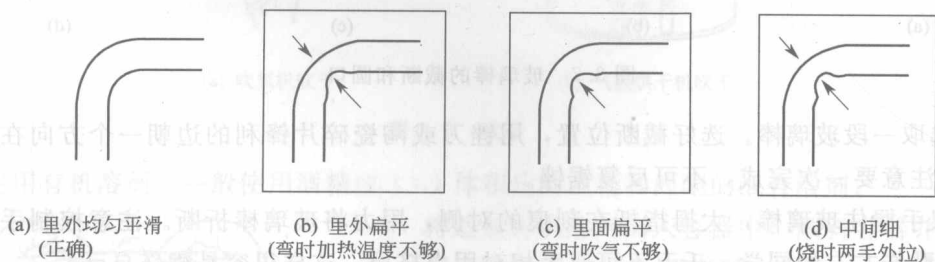


图3.10 制作良好和不好的玻璃弯管

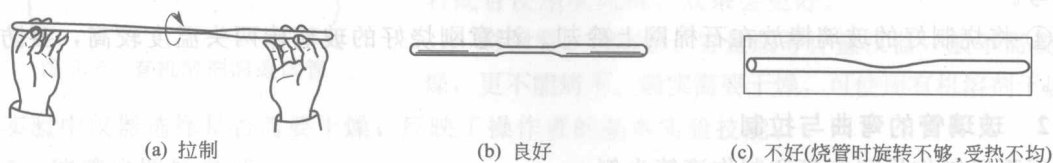


图3.11 玻璃管的拉制