

高等学 校 教 材

基础化学实验

JICHU

HUAXUE
SHIYAN

马 育 主 编



化学工业出版社

前言
本书是根据教育部颁布的《普通高等学校本科专业目录》和《普通高等学校本科专业目录实施办法》的要求，参照《基础化学实验课程教学大纲》编写而成的。本书可作为高等院校化学专业及相关专业的教材，也可供从事化学工作的工程技术人员参考。

高等学校教材

基础化学实验

马育 主编

前言

本书是根据教育部颁布的《普通高等学校本科专业目录》和《普通高等学校本科专业目录实施办法》的要求，参照《基础化学实验课程教学大纲》编写而成的。本书可作为高等院校化学专业及相关专业的教材，也可供从事化学工作的工程技术人员参考。

本书共分两大部分。第一部分为基础化学实验，包括无机化学实验、有机化学实验、分析化学实验等。第二部分为综合实验，包括定性分析、定量分析、仪器分析等。本书可作为高等院校化学专业及相关专业的教材，也可供从事化学工作的工程技术人员参考。

 化学工业出版社
北京

本书是根据近化学化工专业或非化学化工专业培养目标和教学大纲的要求编写而成。内容包括：化学实验基础知识，如化学试剂的规格和标志、化学实验室安全常识、事故的预防和处理、化学废物的处理及排放；常用玻璃仪器、称量仪器、度量仪器、分析仪器的使用方法和原理；基本操作技能及化学原理实验，涉及无机化学、有机化学、分析化学等多门课程的实验教学项目38个，突出基础理论的运用和实验技能的培养；综合实验及设计性实验，突出了化学知识的交叉和学生自主创新能力的开发。

本书可作为高等学校材料、环境、土木、水利、地质、机械等近化学化工专业或非化学化工专业的实验课教材，也可作为相关技术人员的参考书。

基础化学实验

马育主编

图书在版编目 (CIP) 数据

基础化学实验/马育主编. —北京：化学工业出版社，
2009.2
高等学校教材
ISBN 978-7-122-04251-4

I. 基… II. 马… III. 化学实验-高等学校-教材
IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 193795 号

责任编辑：宋林青
责任校对：徐贞珍

文字编辑：林 媛
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：化学工业出版社印刷厂

787mm×1092mm 1/16 印张7¼ 字数196千字 2009年3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

前 言

本教材根据专业培养目标和教学大纲的要求,结合重庆交通大学工程类专业的特点和多年来化学实验教学改革的经验编写。全书共分为5部分:化学实验基础知识;常用化学实验仪器及使用方法;基本操作技能及化学原理实验;综合实验及研究性实验(含设计性实验);附录。在实验项目设计上突出基础理论的运用,实验技能的培养。对于设计性实验和综合性实验,在编排上突出化学知识的交叉和学生自主创新能力的开发,并提供相关文献或实验提示供学生预习时借鉴。实验内容力求反映当前化学实验教学的新成果,涉及范围包括大学化学、无机化学及有机化学等多个科目。各实验项目相对独立,可根据实验教学内容的要求任意组合,适合于材料、环境、土木、水利、地质、机械、电气、航运、车辆等近化学化工专业或非化学化工专业使用。

本教材是重庆交通大学化学教学部全体教师和实验技术人员集体智慧的结晶。参加编写的人员有:马育,牟元华,汤琪,柳军,袁小亚,王孝华,饶晓蓓等,全书最后由马育统稿和定稿。

本书在编写和出版工作中得到了重庆交通大学教务处的的大力支持,对此我们表示衷心的感谢。限于编者水平,书中难免有不妥之处,敬请读者批评指正。

编者

2008年11月

目 录

第1章 化学实验基础知识	1	2.10 酸度计	30
1.1 化学实验目的	1	2.10.1 电极种类和测定原理	30
1.2 化学实验学习方法	1	2.10.2 酸度计的使用方法	32
1.3 化学试剂的规格和标志	2	2.11 离心机	33
1.4 化学实验室安全常识及事故的预防和 处理	3	第3章 基本操作技能及化学原理 实验	34
1.4.1 安全常识	3	实验3.1 化学反应摩尔焓变的测定 (2h)	34
1.4.2 常见事故的预防	4	实验3.2 水样的电导率测定 (1h)	36
1.5 化学废物的处理及排放	5	实验3.3 醋酸离解度和离解常数的 测定 (3h)	37
第2章 常用化学实验仪器及使用 方法	6	实验3.4 氧化还原反应与电化学 (3h)	39
2.1 常用玻璃仪器简介	6	实验3.5 水样硬度测定 (2h)	41
2.2 常用玻璃仪器的洗涤与干燥	8	实验3.6 金属电镀 (2h)	43
2.3 化学试剂的存放和取用	9	实验3.7 简单玻璃加工操作 (3h)	45
2.4 加热与冷却	11	实验3.8 分析天平的使用及称量练 习 (3h)	47
2.4.1 加热装置	11	实验3.9 溶液的配制与标定 (3h)	50
2.4.2 加热方法	13	实验3.10 碘酸铜的制备及溶度积的 测定 (3h)	52
2.4.3 冷却	13	实验3.11 配合物的性质 (3h)	54
2.5 物质的干燥	14	实验3.12 酸碱平衡与沉淀溶解平衡 (3h)	56
2.5.1 干燥剂的选择和用量	14	实验3.13 化学反应速率和活化能 (3h)	59
2.5.2 液体的干燥	15	实验3.14 主族元素 (一) (3h)	62
2.5.3 固体的干燥	15	实验3.15 主族元素 (二) (3h)	65
2.5.4 气体的干燥	15	实验3.16 过渡元素 (3h)	68
2.6 称量仪器及称量方法	16	实验3.17 邻菲罗啉分光光度法测定铁 (3h)	71
2.6.1 台天平	16	实验3.18 由粗食盐制备试剂级氯化钠 (3h)	72
2.6.2 电光分析天平	16	实验3.19 维生素C含量的测定 (2h)	75
2.6.3 电子天平	19	实验3.20 有机化合物熔点、沸点的测定 (3h)	76
2.7 基本度量仪器及其使用方法	21	实验3.21 偶氮苯的光异构化及薄层色谱 分离 (3h)	80
2.7.1 量筒、量杯	21		
2.7.2 移液管和吸水管	21		
2.7.3 容量瓶	22		
2.7.4 滴定管	23		
2.8 分光光度计	26		
2.8.1 吸收光谱原理	26		
2.8.2 几种常见的分光光度计简介	26		
2.9 电导率仪	28		

实验 3.22	折射率的测定 (2h)	83
实验 3.23	环己烯的制备 (4~6h)	86
实验 3.24	醇、酚、醛、酮、羧酸的 性质 (3h)	87
实验 3.25	乙酰水杨酸的制备 (3h)	89
实验 3.26	本体聚合制备甲基丙烯酸 甲酯 (3h)	90
实验 3.27	脲醛树脂的合成 (4h)	91
实验 3.28	乙酸乙烯酯的乳液聚合 (4h)	93
第 4 章 综合实验及设计性实验		95
实验 4.1	用蛋壳制备柠檬酸钙 (4h)	95
实验 4.2	水泥熟料中 Fe_2O_3 和 Al_2O_3 的 连续测定 (4h)	96
实验 4.3	硫酸亚铁铵的制备及纯度 检验 (4h)	99
实验 4.4	沉淀的相互转化及含铬废水 的处理 (3h)	101
实验 4.5	以铝箔、铝制饮料罐为原料制备 氢氧化铝 (4h)	103
实验 4.6	无机盐的分离及鉴定 (3h)	104

实验 4.7	从茶叶中提取咖啡碱 (液-液 萃取) (4h)	105
实验 4.8	活性炭固载三氯化铁催化合成 乙酸异戊酯 (6h)	107
实验 4.9	有机化合物的鉴别实验 (3h)	108
附录		111
附录 1	常用元素相对原子质量表	111
附录 2	常用的酸和碱	111
附录 3	常用指示剂	112
附录 4	常用有机溶剂的沸点、相对密 度表	112
附录 5	常见弱电解质在水溶液中的 电离常数 (25℃)	112
附录 6	常见难溶化合物的溶度积 (18~25℃)	113
附录 7	配离子的稳定常数	114
附录 8	水溶液中一些电对的标准电极 电势 (25℃)	114
附录 9	常用试剂的处理和配制	115
参考文献		117

第1章 化学实验基础知识

1.1 化学实验目的

化学是一门以实验为基础的学科,化学实验是化学教学中不可缺少的重要组成部分。在全面推进素质教育的形势下,化学实验作为高等理工院校化学、化工、材料等专业的主要基础课程,在培养未来科技人才的大学教育中,占有特别重要的地位。通过实验教学过程,要达到以下目的:

① 通过观察实验事实,完成从感性认识向理性认识的过渡,加深对化学理论课中基本原理和基本知识的理解和掌握,培养从化学实验实践中获取新知识的能力。

② 对学生进行科学实验方法的基本训练,使学生能正确掌握化学实验的基本操作、基本技术和技能以及正确使用基本实验仪器,培养学生的独立工作能力和独立思考能力;培养学生细致观察和记录实验现象、归纳和综合知识、正确处理数据、分析问题、用文字表达实验结果的能力,以及一定的组织实验、科学研究和创新的能力。

③ 培养实事求是的科学态度,严谨、细致、准确等良好的科学习惯、科学精神以及科学的思维方法,培养敬业、一丝不苟和团队协作的工作精神,养成良好的实验室工作习惯,为今后的工作奠定良好的基础。

④ 了解实验室工作的有关知识,如实验室的各项规则,实验室工作的基本程序;实验室试剂、物资和仪器的管理;实验时可能发生的一般事故及其处理;实验室“三废”的一般处理方法等。

⑤ 培养学生阅读实验教材和实验技术与仪器使用等方面的自学能力。通过实验演示培养学生观察现象及领悟问题的能力,通过网络文献资料的查询培养学生获取知识的能力。

经过本课程的学习和严格的实验训练,使学生具有一定的分析和解决较复杂问题的实践能力,收集和处理化学信息的能力,文字表达实验结果的能力以及团结协作精神。

1.2 化学实验学习方法

本课程所选基础实验都较成熟,因而也较容易得出结果,但不应就此认为所有的实际问题都能如此顺利地解决。学生要多问自己几个为什么,去深入了解这些实验所蕴涵的化学理论,掌握实验技术和技能,探索最合理的实验方案,使自己能在“知识”和“应用”之间架起一座“能力”之桥。简言之,基础化学实验的学习大致可分为实验预习、认真实验并做好实验记录、写出实验报告三个环节。

(1) 实验预习

实验预习是化学实验的重要环节,对实验成功与否、收获大小起着关键作用,学生在进行实验前必须对所做实验进行认真全面地预习,以便对所做实验内容有全面的了解,做到心中有数,并按要求将预习结果写在实验记录本上。预习的主要内容有:实验目的、原理、反应式、所用仪器、药品性能、操作步骤、注意事项、实验进度、时间的充分利用、安全事

项、问题等,有时往往需要根据实验内容从有关手册或参考书上查出有关试剂、原料、产物的物理常数。可事先写成预习报告,一目了然,作为实验的直接指导,可做到心中有数。

(2) 认真实验并做好实验记录

学生在教师指导下独立地进行实验是训练学生正确掌握实验技术,培养独立工作、分析问题、解决问题能力的重要手段。学生实验时,原则上应按照实验教材上所提示的内容、步骤、方法要求及药品用量进行实验,对设计性实验或者一般实验提出新的实验方案,应与指导教师讨论、修改和定稿后方可进行实验。并要求做到如下几点:

① 认真操作,细心观察,及时如实、详细而准确地将观察到的实验现象和数据记录在记录本上,不能随意记录在纸片上,更不能转移、涂改。原始记录须请指导教师检查、认可并签名,留作撰写实验报告的依据。

② 如果发现实验现象和理论不符时,应首先尊重实验事实,并认真分析和检查原因,并细心地重做实验。必要时可做对照实验、空白实验或自行设计的实验来核对。直到从中得出正确的结论。

③ 实验过程中既要动手又要动脑,要勤于思考,注意培养自己严谨的科学态度和实事求是的科学作风。有疑问时力争自己解决问题。若遇到疑难问题和异常现象而自己难以解释时,可以相互轻声讨论或询问指导教师。

④ 实验过程中应保持肃静,严格遵守实验室工作规则;实验结束后,应洗净仪器,整理药品,整洁实验台面,清扫实验室,检查水、电、气开关,关闭门窗等。

实验记录是实验的原始材料,必须及时记录,做实验时随做随记,杜绝写“回忆录”。实验记录要真实可靠。实验记录须经指导教师签字。

(3) 写出报告

实验操作完成后,必须根据自己的实验记录进行归纳总结,分析讨论,整理成文,并及时交指导教师审阅。实验报告的撰写应该做到:叙述简明扼要,文字通顺,条理清楚;字迹工整,图表清晰,结论明确。

实验报告的格式,不同类型的实验略有不同,但主要内容一般应包括实验名称、实验日期、实验目的、实验原理(简要说明或反应方程式等)、实验仪器和药品、实验步骤(尽量用简图或流程图、表格、化学式、符号等表示)、实验现象和数据的记录与处理、实验结果、问题和讨论等。应注意,实验现象要表达正确,数据记录要真实、完整,不能随意涂改或弄虚作假(数据记录附在实验报告后,供指导老师批阅实验报告时审核)。实验结果包括数据的处理和计算(可用列表或作图形式表达),是根据实验现象,进行分析、解释后得出的结论。

1.3 化学试剂的规格和标志

化学试剂是指有一定纯度标准的各种单质和化合物。化学试剂基本上分为无机试剂和有机试剂两大类。根据其用途。可分为通用试剂和专用试剂两大类。

我国的通用化学试剂按纯度不同分为四级,即优级纯、分析纯、化学纯和实验试剂。目前实验试剂已不多见,取而代之为生化试剂,参见表 1-1。

专用试剂是随着科学和工业的发展,对化学试剂的纯度要求越加严格、越加专门化的情况下而出现的,其纯度一般在 99.99% 以上,杂质量控制 在 10^{-6} (ppm) 级甚至 10^{-9} (ppb) 级,如高纯试剂、色谱纯试剂、光谱纯试剂、基准试剂等。

化学试剂的纯度级别及性质类别,一般在标签的左上方用符号注明,规格注在标签右

端,并用不同颜色加以区别。不同级别的试剂价格相差较大,应本着节约的原则在实验中选择试剂,不要盲目追求纯度高的试剂,以免造成浪费。

表 1-1 化学试剂的分级

试剂等级	优级纯 (一级)	分析纯 (二级)	化学纯 (三级)	实验试剂 (四级)	生化试剂
试剂符号	G. R.	A. R.	C. P.	L. R.	B. R.
标签颜色	绿色	红色	蓝色	黄色 棕色	咖啡色 玫瑰红色
用途	精密分析及科学研究	一般分析及科学研究	一般定性及化学制备	一般的化学制备	生化实验

1.4 化学实验室安全常识及事故的预防和处理

1.4.1 安全常识

进行化学实验时,常会使用水、电、煤气和各种药品、仪器。而许多化学药品是易燃、易爆、腐蚀性或有毒的,故在实验过程中要集中注意力,避免事故发生。为了确保操作者、仪器设备及实验室的安全,每个进入实验室进行实验的学生,都应遵守有关规章制度,并对一般的安全常识有所了解。

(1) 一般的安全常识

① 避免浓酸、浓碱等腐蚀性试剂溅在皮肤、衣服或鞋袜上。

② 实验中使用性质不明的物料时,要先用极小的量预试,不得直接去嗅,以免发生意外危险。易燃或有毒的挥发性有机物都应放置于指定密闭容器中。

③ 产生有刺激性或有毒气体(如 H_2S 、 Cl_2 、 Br_2 、浓 HCl 和 HF 等)的实验,应在通风橱内(或通风处)进行;苯、四氯化碳、乙醚、硝基苯等的蒸气也会引起人中毒。它们虽有特殊气味,但因久嗅会使人嗅觉减弱,从而失去警惕,所以也应在通风良好的情况下使用。

④ 使用有毒试剂时应当小心,应事先熟悉操作中的有关注意事项。氰化物、 As_2O_3 等剧毒试剂及汞盐都应特殊保管,不得随意放置。使用剧毒试剂的实验完毕后,应当及时妥善处理,避免自己或他人中毒。

⑤ 使用 CS_2 、乙醚、苯、酒精、汽油和丙酮等易燃物品时,附近不能有明火或热源。操作大量可燃性气体时,严禁同时使用明火,还要防止发生电火花或其它撞击火花。

⑥ 防止煤气、氢气等可燃气体泄漏在室内,以免发生煤气中毒或引起爆炸。用完煤气后或遇煤气临时中断供应时,应立即把煤气阀关闭。煤气管道漏气时,应立即停止实验,通知有关人员进行检查、维修。

⑦ 特殊仪器及设备应在熟悉其性能及使用方法后方可使用,并严格按照说明书操作。当情况不明时,不得随便接通仪器电源或扳动按钮。

⑧ 加热试管时,管口不能对着自己或他人。不要俯视正在加热的液体。普通的玻璃瓶和容量器皿均不可加热,也不可倒入热溶液以免引起破裂或使容量不准。

⑨ 灼热的器皿应放在石棉网或石棉板上,不可和冷物体接触,以免破裂;也不要用手接触,以免烫伤;更不要立即放入柜内或桌面上,以免引起燃烧或烙坏桌面。

(2) 实验室安全用电常识

① 操作电器时,手必须干燥,不得直接接触绝缘性能不好的电器。

② 超过 45V 的交流电都有危险,故电器设备的金属外壳应接上地线。

- ③ 为预防万一触电时电流通过心脏, 不要用双手同时接触电器。
- ④ 使用高压电源要有专门的防护措施, 千万不要用电笔试高压电。
- ⑤ 实验进行时, 经对接好的电路仔细检查, 确证无误后方可试探性通电, 一旦发现异常应立即切断电源, 对设备进行检查。

1.4.2 常见事故的预防

(1) 火灾的预防和灭火

在有机化学实验中, 常用的溶剂大多数是易燃的, 而且多数反应往往需要加热, 因此在化学实验中防火十分重要, 要预防火灾的发生, 必须注意以下几点:

① 实验装置安装一定要正确, 操作必须规范;

② 在使用和处理易挥发、易燃溶剂时不可存放在敞口容器内, 要远离火源, 加热时必须采用具有回流冷凝管的装置, 且不能用明火直接加热;

③ 实验室内不得存放大量易燃物;

④ 要经常检查煤气开关、煤气橡皮管及煤气灯是否完好。

一旦发生火患, 一定要沉着、冷静。首先要关闭煤气, 切断电源, 迅速移开周围易燃物质, 再用石棉布或黄沙覆盖火源或用灭火器灭火。衣服着火时, 应立刻用石棉布覆盖着火处或赶快脱下衣服, 火势大时, 应一面呼救, 一面卧地打滚。

(2) 爆炸事故的预防

实验中发生爆炸其后果往往是严重的, 为防止爆炸事故的发生, 一定要注意以下事项:

① 仪器装置应安装正确, 常压或加热系统一定要与大气相通;

② 在减压系统中严禁使用不耐压的仪器, 如锥形瓶、平底烧瓶等;

③ 在蒸馏醚类化合物, 如乙醚、四氢呋喃等之前, 一定要检查是否有过氧化物, 若有, 必须先要除去, 再进行蒸馏, 切勿蒸干;

④ 使用易燃易爆物 (如氢气、乙炔等) 或遇水会发生剧烈反应的物质 (如钾、钠等), 要特别小心, 必须严格按照实验规定操作;

⑤ 对反应过于剧烈的实验, 应特别注意, 有些化合物因受热分解, 体系热量和气体体积突然猛增而发生爆炸, 对这类反应, 应严格控制加料速率, 并采取有效的冷却措施, 使反应缓慢进行。

(3) 中毒事故的预防

① 反应中产生有毒或腐蚀性气体的实验, 应放在通风柜内或应装有吸收装置, 实验室要保持空气流通。

② 有些有毒物质易渗入皮肤, 因此不能用手直接拿取或接触, 更不要在实验室内吃东西。

③ 剧毒药品应由专人负责保管, 不得乱放。使用者必须严格按照操作规程进行实验。实验中如有头晕、恶心等中毒症状, 应立即到空气新鲜的地方休息, 严重的应立即送医院。

(4) 常见事故的处理

实验过程中如发生意外事故, 可采取下列相应措施。

① 玻璃割伤 伤口内若有玻璃碎片或污物, 应立即清除干净, 然后涂红药水并包扎。

② 烫伤或火伤 切勿用水冲洗。应在伤处抹上苦味酸溶液、万花油或烫伤膏。

③ 强酸或强碱腐蚀 酸或碱液溅到皮肤上时, 先用大量水冲洗, 再用饱和碳酸氢钠或 2% 醋酸溶液冲洗, 最后再用水冲洗, 涂敷氧化锌软膏或硼酸软膏。若酸或碱溅入眼内, 应立即用大量的水冲洗, 再用 2% 硼酸钠溶液 (或 3% 硼酸溶液) 冲洗眼睛, 然后用蒸馏水冲洗。

④ 溴腐蚀伤 先用 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 或 $10\% \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液洗涤伤口, 然后用水冲洗, 并涂敷甘油。

⑤ 因不慎吸入少量刺激性或有毒气体如溴蒸气、氯气、氯化氢、硫化氢时, 应立即到室外呼吸新鲜空气。

⑥ 不慎触电时, 立即切断电源, 或尽快用绝缘物(干燥的木棒、竹竿等)将触电者与电源隔开, 必要时进行人工呼吸。

⑦ 起火时, 不要惊慌。立即停止加热或关闭煤气总阀、切断电源, 把一切易燃易爆物移至远处。小火用湿布、石棉布或沙子覆盖燃烧物, 电器设备发生火灾用干粉或 1211 灭火器灭火, 必要时报火警。

1.5 化学废物的处理及排放

凡是具有毒性、腐蚀性、强氧化性、强还原性、自燃性、恶臭的物质及其溶液, 以及易燃、易爆物质均为危险化学品。如在实验中经常接触和使用的碱金属、金属氢化物、有机金属化合物、毒性气体、氰化物、酰卤、重氮化合物、硝基化合物、*N*-亚硝胺、过氧化物、毒性有机磷化物、氯磺酸、发烟硫酸、汞、重金属盐等皆属危险化学品, 这些危险化学品一旦成为实验后的废气、废液和废渣(三废), 就必须及时妥善处理或销毁, 以免造成意外事故。实验过程中产生的“三废”可用下列方法进行处理, 危险品废物处理可查阅相关的手册或资料。

(1) 废气

产生少量有毒气体的实验可以在通风橱中进行。通过排风设备把有毒废气排到室外; 如果做产生大量有毒气体的实验时, 应该安装气体吸收装置来吸收这些气体, 然后进行处理。例如卤化氢、 SO_2 等酸性气体, 可以用 NaOH 水溶液吸收后排放。碱性气体用酸溶液吸收后排放, CO 可点燃转化为 CO_2 气体后排放。

(2) 废渣

有毒的废渣应埋在指定的地点, 如有毒的废渣能溶解于地下水, 会混入饮水中, 所以不能未经处理深埋。有回收价值的废渣应该回收利用。

(3) 废液

对于实验室中产生的废液要根据具体情况决定是否直接排放, 若产生的废水对环境没有太大的影响则可以直接倾倒入水道; 但通常化学实验中产生的废水含有某些重金属离子如 Cr 、 Hg 、 Pb 等, 它们必须事先经处理才能排放。废酸和废碱溶液经过中和处理, 使 pH 值在 $6\sim 8$ 范围, 并用大量水稀释后方可排放。

① 含 Cr^{3+} 废液 加入消石灰等碱性试剂, 使所含的金属离子形成氢氧化物沉淀而除去。

② 含六价铬的化合物 在铬酸废液中, 可加入 FeSO_4 或 Na_2SO_3 溶液使六价铬变成三价铬, 然后形成氢氧化铬沉淀除去。

③ 含氰化物的废液 有两种方法。其一为氯碱法, 即将废液调节成碱性后, 通入氯气或加入次氯酸钠, 使氰化物分解成二氧化碳和氮气而除去; 另一方法为铁蓝法, 在含有氰化物的废液中加入硫酸亚铁, 使其变成氰化亚铁沉淀除去。

④ 含汞及其化合物 处理少量含汞废液经常采用化学沉淀法。在含汞废液中加入 Na_2S , 使汞生成难溶的 HgS 沉淀而去除。

⑤ 含砷及其化合物 废液中加入 H_2S 或 Na_2S , 使其生成砷化物沉淀而去除。

第2章 常用化学实验仪器及使用方法

2.1 常用玻璃仪器简介

化学实验室用于与液体或气体样品、试剂接触的仪器多为玻璃制品。出于耐高温、防离子、提高强度等各种要求,有时还有用陶瓷、搪瓷、塑料、金属制品或木制品等。在化学实验室中由于无机化学、有机化学、分析化学及物理化学的许多操作重复性高,大量使用有标准规格的玻璃仪器。由于不同实验的特殊要求,许多化学实验室还使用一些非标准规格的玻璃仪器。



图 2-1 常用普通玻璃仪器

(1) 普通玻璃仪器

常用普通玻璃仪器如图 2-1 所示。

(2) 标准磨口玻璃仪器

标准磨口玻璃仪器的特点是磨口、磨塞的锥度均按国际标准 ISO 383—71 玻璃标准口、塞部标准所规定的技术要求制造，所以同口径的磨口、磨塞都可以互换，使用极为方便。常用标准磨口玻璃仪器如图 2-2 所示。



图 2-2 常用标准磨口玻璃仪器

标准磨口玻璃仪器密合性能良好,对某些易挥发又具有毒性的物质,或有些不宜与胶塞接触的有机物质,在实验中采用标准磨口玻璃仪器更为合适。

由于仪器容量大小及用途不一,通常标准磨口有 10 口、14 口、19 口、24 口、29 口、34 口等。这些数字编号系指磨口最大端直径的毫米整数,相同编号的内外磨口可相互连接。

使用标准磨口玻璃仪器应注意以下事项:

- ① 磨口处必须洁净,若附有固体则磨口对接不紧密,将导致漏气,甚至损坏磨口;
- ② 用后应拆开洗净,否则长期放置后磨口连接处常会粘牢不可拆开;
- ③ 一般使用磨口仪器不需涂润滑剂,若反应有少量强碱,则应涂润滑剂,以免磨口连接处因碱腐蚀粘牢而无法拆开;
- ④ 安装标准磨口玻璃仪器应特别注意整齐、正确,使磨口连接处不受歪斜的应力,否则在加热时仪器受热,应力增大,易将仪器折裂。

2.2 常用玻璃仪器的洗涤与干燥

(1) 仪器的洗涤

化学实验室里经常要用到玻璃仪器,为了保证实验效果,必须将仪器清洗干净。根据实验要求、污物性质和污染程度选择洗涤的方法。

① 水洗 用水刷洗能洗去仪器上的灰尘、可溶性物质和对仪器黏附性不强的不溶性物质。

② 合成洗涤剂刷洗 用去污粉、肥皂粉或合成洗涤剂能除去仪器沾有的油污或其它污迹。

③ 洗液刷洗 对容量仪器形状特殊或对仪器洁净程度较高的精确容量分析的仪器,常用铬酸溶液 (25g $K_2Cr_2O_7$ 溶于 50cm³ 热水中,冷却后缓慢加入 450cm³ 浓硫酸即得深褐色铬酸洗液)。洗涤时,尽量甩去容器中的水后注入少量洗液,然后让仪器倾斜并慢慢转动,让洗液润湿仪器内壁,稍后将洗液倒回原瓶,再用自来水将仪器内壁残留的洗液洗去,最后用蒸馏水滴洗 1~2 次即可。注意洗液具有强酸性、强氧化性和腐蚀性,使用时要特别小心,切忌将洗液溅在皮肤和衣服上或溅入眼内,以免造成伤害。

④ 特殊污物洗涤 对于某些用通常方法不易去除的污物,可通过化学反应将其转化为水溶性物质除去。例如铁盐黄色污物,用稀盐酸浸泡片刻即可除去;高锰酸钾污物,用草酸溶液浸泡洗涤;二氧化锰污物,用浓盐酸浸泡溶解,或者用 $FeSO_4$ 溶液洗涤;碘污物,用稀 $NaOH$ 、 $Na_2S_2O_3$ 溶液浸泡洗涤;银、铅污物,用稀硝酸浸泡,微热促进溶解。

经过上述方法洗净的仪器,仍然会沾有自来水中的钙、镁、铁、氯等离子。因此,还需要用去离子水淋洗内壁 2~3 次。

洗净的仪器倒置时器壁上只留下一层均匀的水膜,水在器壁上无阻地流动。若局部挂水或有水流拐弯的现象,表示洗得不够干净。

(2) 仪器的干燥

在实验中,需经常使用干燥的仪器,特别是在有机实验中,水是大多数有机反应的杂质,极微量水分有时都会阻止反应,这些反应的成败往往决定于仪器的干燥程度。因此,仪器洗涤干净后,还须加以干燥后才能使用,常用的干燥方法如下。

① 晾干 将洗净的仪器倒置在适当的仪器架上,让其在空气中自然干燥。倒置可以防止灰尘落入,但要注意放稳仪器。此法简单、经济,对于不急用的仪器多采用此法,能符合大多数实验的要求。

② 烘干 对于需要迅速干燥的仪器，可将其放入电热恒温干燥箱内或红外干燥箱内加热。电热鼓风干燥箱（简称烘箱）是实验室常用的仪器（图 2-3），常用来干燥玻璃仪器或烘干无腐蚀性、热稳定性比较好的药品，但挥发性易燃品或刚用酒精、丙酮淋洗过的仪器切勿放入烘箱内，以免发生爆炸。

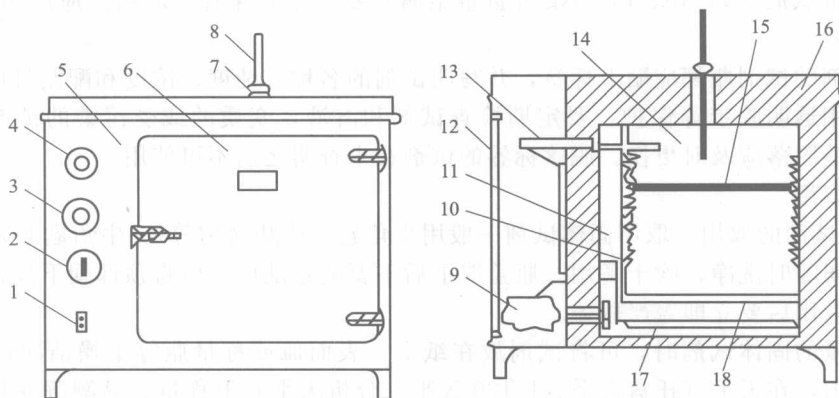


图 2-3 电热鼓风干燥箱

1—鼓风开关；2—加热开关；3—指示灯；4—控温器按钮；5—箱体；6—箱门；7—排气阀；
8—温度计；9—鼓风电动机；10—隔板支架；11—风道；12—侧门；13—温度控制器；
14—工作室；15—试样隔板；16—保温层；17—电热器；18—散热板

③ 烤干 烧杯、蒸发皿等可直接在石棉网上用小火烤干；试管可在酒精灯的灯焰上烤干。操作开始时，先将仪器外壁擦干后，再用小火烤干，同时要不断地摇动使其受热均匀。

④ 吹干 洗净的仪器，特别是较大的仪器如冷凝器等，可用气流干燥器或电吹风机吹干，洗净后急用的仪器也可用少量酒精或丙酮滴洗（使用后的酒精或丙酮应倒回贴有洗涤用酒精或丙酮标签的回收瓶中），然后先用冷风吹（有机溶剂蒸气易燃、易爆，故不宜先用热风吹），让大部分溶剂挥发后，再用热风吹干。

还应注意的是，一般带有刻度的计量仪器，如移液管、容量瓶、滴定管等不能用加热的方法干燥，以免热胀冷缩影响这些仪器的精密度。玻璃磨口仪器和带有活塞的仪器洗净后放置时，应该在栓口处和活塞处（如酸碱式滴定管、分液漏斗等）垫上小纸片，以防止长期放置后粘上不易打开。

2.3 化学试剂的存放和取用

(1) 试剂的存放

一般的化学试剂应保存在通风良好、清洁干燥的房间内，以防止水分、灰尘和其它物质对试剂的沾污。对于有毒、易燃、有腐蚀性和潮解性的试剂，应采用不同的保管方法。

① 见光易分解的试剂（如 AgNO_3 、 KMnO_4 等）应装在棕色瓶中。 H_2O_2 虽然也是见光易分解的物质，但不能存放在棕色的玻璃瓶中，而需要存放于不透明的塑料瓶中，并放置于阴凉的暗处，以免棕色玻璃中含有的重金属氧化物成分对 H_2O_2 催化分解。

② 易氧化的试剂（如氯化亚锡、低价铁盐等）和易风化或潮解的试剂（如氯化铝、无水碳酸钠、苛性钠等），应放在密闭容器内，必要时应用石蜡封口。对氯化亚锡、低价铁盐这类性质不稳定的试剂，配制的溶液不能久放，宜现配现用。

③ 盛强碱性试剂（如 KOH 、 NaOH ）及 Na_2SO_3 溶液的试剂瓶要用橡皮塞。易腐蚀玻

璃的试剂（如氟化物等）应保存在塑料容器内。

④ 对于易燃、易爆、强腐蚀性、强氧化剂及剧毒品的存放应特别注意，一般需要分类单独存放，如强氧化剂要与易燃、可燃物分开隔离存放。对于许多低沸点的有机溶剂，如乙醚、甲醇、汽油等易燃药品要远离明火。剧毒药品（如氰化钾、三氧化二砷、氰化物、高汞盐等）和贵重试剂（如 Au、Pt、Ag 等贵金属）要由专人保管，取用时应严格做好记录，以免发生事故。

盛装试剂的试剂瓶都应贴上标签，并写明试剂的名称、纯度、浓度和配制日期，标签外面应涂蜡或用透明胶带等保护。要定期检查试剂和溶液，变质的或受污染的试剂要及时清理，发现标签脱落应及时更换。脱落标签的试剂在未查明之前不可使用。

(2) 试剂的取用

① 固体试剂的取用 取用固体试剂一般用牛角匙（或塑料勺等）。牛角匙必须干净且专匙专用，用毕随时洗净，吹干备用。瓶盖取下后不要随意乱放，应将顶部朝下放在干净的桌面上，试剂取用后要立即盖严瓶盖。

取一定量的固体试剂时，可将试剂放在纸上，表面皿或称量瓶等干燥洁净的玻璃容器内，根据要求，在天平（托盘天平、1/100 天平、分析天平）上称量。易潮解或具有腐蚀性的试剂不能放在纸上，应放在玻璃容器内进行称量。取用粉末样品时，为避免粉末黏附在管口和管壁，可将药匙小心地送入试管中，如图 2-4(a)，或将药品放在一折成舟状的干净纸条内再送入倾斜的试管，如图 2-4(b)，然后再将试管竖直，药品全部落到试管底部。较大的块状固体用镊子夹出，将试管稍微倾斜，让固体沿管壁缓慢地滑到试管底部，见图 2-4(c)，不可竖着试管将固体往下丢，如此会砸破试管底部。用过的药匙和镊子要立即用清洁的纸擦干净，以备下次使用。多取出的试剂（特别是纯度较高的试剂）不能倒回原试剂瓶，以免污染整瓶试剂。

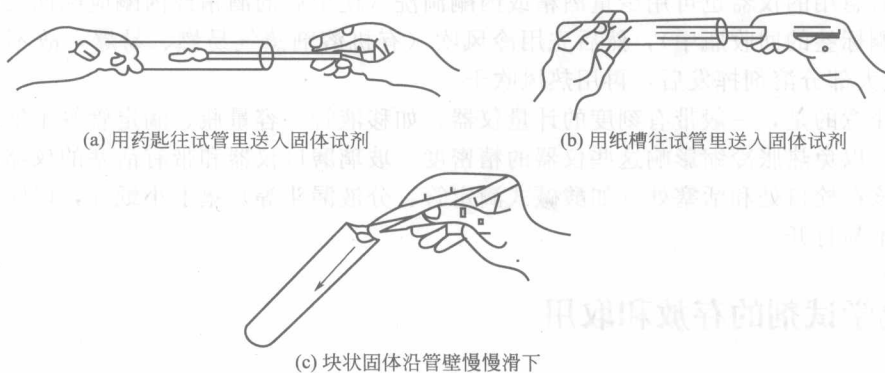


图 2-4 粉末固体的取用

② 液体试剂的取用 液体试剂一般盛放在细口玻璃瓶中，瓶上贴有标签标明试剂的名称、浓度和纯度等。一般试剂用无色透明的玻璃瓶，见光易分解的试剂用棕色瓶，瓶塞有平顶的和带滴头的两种。取药品前注意瓶中标签标明的内容是否符合实验的要求。

从平顶瓶塞的试剂瓶中取药品时，先取下瓶塞，将它仰放在实验台上，拿试剂瓶时注意让瓶上的标签贴着手心，以防止液体腐蚀标签，用洁净的玻璃棒引流取出所需量的液体，如图 2-5。若不用玻璃棒引流而直接倾注，应在液体倒完后将试剂瓶在容器壁上靠一下，再使试剂瓶竖直，以免液滴沿外壁流下，取完试剂应立即盖好瓶塞，防止瓶塞盖错。

需少量液体时可用滴瓶盛取液体。从滴瓶中取试剂时，首先从滴瓶中拿出滴管，排除橡

皮头内的空气(若滴管内已有液体,则无需排除),再放入滴瓶吸取液体(如图2-6)。往试管中滴加试剂时,滴管的管口不能伸入试管中以免碰在试管壁而使滴管污染;吸满试剂的滴管只能竖拿,不能横卧或倒置,否则试剂会流入橡皮头,腐蚀橡皮,污染试剂。滴加完试剂后的滴管应立即放回原试剂瓶中,不要错放,绝对不能用不干净的滴管在试剂瓶中吸取试剂。

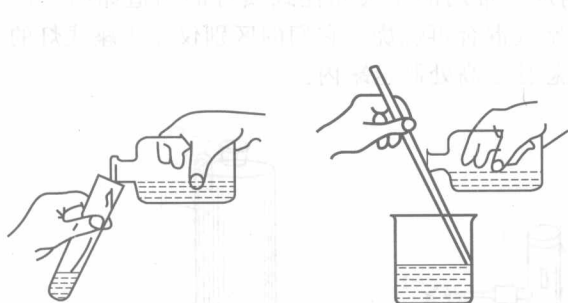


图 2-5 从试剂瓶中倒取液体试剂

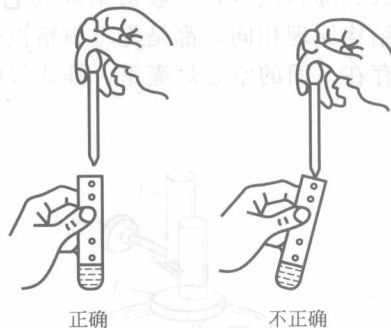


图 2-6 由滴瓶中取用液体试剂

定量取用液体试剂时,也可根据要求选用量筒或移液管等。

取用试剂要本着节约的原则,用多少取多少,多余的试剂不应倒回原试剂瓶内,有回收价值的,可放入回收瓶中。

取用易挥发的试剂,如浓 HCl 、浓 HNO_3 、溴水等,应在通风橱中操作,防止污染室内空气。取用剧毒及强腐蚀性药品要特别注意安全,不要碰到手上以免发生伤害事故。

2.4 加热与冷却

化学反应往往需要在加热或冷却的条件下进行,而许多基本实验操作也离不开加热或冷却,因此加热和冷却在化学实验中应用非常普遍。

2.4.1 加热装置

在化学实验室中常用的加热热源有酒精灯、酒精喷灯、电炉、电热套、恒温水浴装置以及管式炉和马弗炉等。

① 酒精灯。酒精灯由灯罩、灯芯和灯壶三部分组成,如图2-7所示。加入酒精应在灯熄灭情况下,借助漏斗将酒精注入,最多加入量为灯壶容积的 $\frac{2}{3}$ 。点燃酒精灯绝不能用另一个燃着的酒精灯去点燃,以免洒落的酒精引起火灾或烧伤(见图2-8)。熄灭时,用灯罩

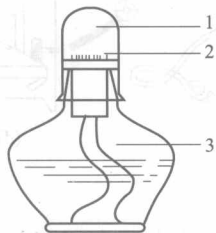
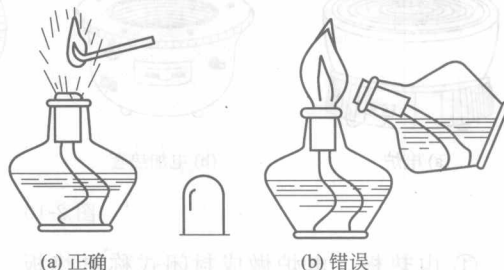


图 2-7 酒精灯

1—灯罩; 2—灯芯; 3—灯壶



(a) 正确

(b) 错误

图 2-8 点燃的方法