



● 高 等 学 校 教 材

大学化学实验

主编 胡显智 陈 阵

高等教育出版社

高等学校教材

大学化学实验

主 编	胡显智	陈 阵		
副主编	字富庭	杨保民	曲雯雯	江玉波
参 编	成会玲	余 强		

高等教育出版社·北京

内容简介

本书是在编者多年教学实践与积累的基础上,结合化学学科发展前沿与高等学校化学实验课程的特点和需求,借鉴国内优秀教材的前提下,将无机化学、物理化学、分析化学和有机化学的实验进行整合、优化编写而成的。全书以“基本技能(方法)—化学制备—结构解析”为主线,分层次模块化设置了教学内容,依次包括:化学实验的一般要求、化学实验的基本操作、化学热力学实验、化学动力学实验、元素化学实验、表面与胶体化学实验、物质结构与计算化学实验、化学分析实验、仪器分析实验、有机物的提取与分离实验、合成及结构表征实验。

本书可作为高等学校化学、化工及相关专业大学化学实验课程的配套教材,也可作为相关人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验/胡显智,陈阵主编.--北京:高等教育出版社,2017.3

ISBN 978-7-04-047312-4

I. ①大… II. ①胡… ②陈… III. ①化学实验-高等学校-教材 IV. ①O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2017)第 024061 号

Daxue Huaxue Shiyān

策划编辑 郭新华	责任编辑 郭新华	封面设计 于文燕	版式设计 杜微言
插图绘制 杜晓丹	责任校对 高歌	责任印制 毛斯璐	

出版发行	高等教育出版社	咨询电话	400-810-0598
社 址	北京市西城区德外大街 4 号	网 址	http://www.hep.edu.cn
邮政编码	100120		http://www.hep.com.cn
印 刷	北京天时彩色印刷有限公司	网上订购	http://www.hepmall.com.cn
			http://www.hepmall.com
			http://www.hepmall.cn
开 本	787mm×1092mm 1/16	版 次	2017 年 3 月第 1 版
印 张	14.75	印 次	2017 年 3 月第 1 次印刷
字 数	360 千字	定 价	26.40 元
购书热线	010-58581118		

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换
版权所有 侵权必究
物 料 号 47312-00

前 言

化学是在分子、原子层次上研究物质的组成、性质、结构与变化规律,并创造新物质的科学;化学是一门以实验为基础的自然科学。在大学开设化学实验课程对于学生掌握化学知识和技能,训练科学方法和科学思维,培养科学精神和创新能力都至关重要。

大学化学实验虽然是一门独立设置的课程,但又与相应的理论课有密切的联系。本书是根据化学学科发展前沿并结合编者多年来的教学实践,将无机化学、物理化学、分析化学和有机化学的实验加以整合、优化而成的。全书尽量保持课程的独立性,协调各类实验的教学内容,同时引入一些新概念、新方法,如绿色化学概念,对重复的内容进行合并与优化,对欠缺的内容进行增补,并强化综合和设计性实验。这样做的目的是希望通过实验教学,培养学生的基本操作技能和化学综合实践能力,主要包括实验现象观察能力、实验操作能力、数据处理能力和仪器设备应用能力;进行实验项目的综合性和设计性改进,使实验从以知识传授为目的,转向为以综合素质和创新能力培养为目的,即在加强基本操作、基本技能训练的基础上,注重多种模式、多层次的综合,同时注重实验的应用性。通过设计实验和开放实验,既着力对学生查阅资料、分析和解决问题等实际工作能力的培养,又注重因材施教,发展不同学生的个性,把实验课程平台作为学生创新能力培养的重要场所。本书在编写过程中,遵循实践能力和创新精神培养规律,兼顾不同专业要求,以“基本技能(方法)—化学制备—结构解析”为主线,建立多层次、模块化基础化学实验课程教学体系。希望学生通过学习和训练后具备以下素质与能力:

1. 经过基本实验严格的训练,能较规范地掌握化学基本实验方法和技能,正确使用各类相关的仪器,具有准确获得实验结果的能力;细致观察和记录实验现象、正确处理实验数据的能力;对实验结果进行分析判断、逻辑推理的能力,正确运用化学语言进行科学表达,独立撰写实验报告及准确表达实验结果的能力。

2. 通过设计性实验和综合性实验的教学,具备独立发现问题、分析问题、解决问题的能力,获得新知识和掌握科学研究方法的能力,初步形成科学的实验思想和实践与应用能力。

3. 通过研究与创新性实验的教学,灵活运用知识、理论联系实际的能力,自我获取知识、独立学习的能力,从事科学研究工作的能力。

4. 在培养实践能力的同时,还要养成实事求是的科学态度和具备崇高的科学品德,以及认真、细致、严谨等良好的科学作风和互助协作的团队精神。

本书由昆明理工大学理学院应用化学系教师集体编写。参加编写的人员是胡显智(第一、二、六、十章、附录)、陈阵(第四、五、七章)、字富庭(第三、五、六、十一章)、杨保民(第一、二、八、九章)、曲雯雯(第三、四、六、七章)、江玉波(第十、十一章)、成会玲(第八、九章)、余强(附录)。

由于作者水平有限,缺点与错误在所难免,恳请广大读者批评指正。

编 者

2016年10月

目 录

第一章 化学实验的一般要求	1	实验十四 解离平衡及水解反应	60
1.1 大学化学实验课程的目的及要求	1	实验十五 溶度积的测定	62
1.2 实验室规则	2	实验十六 配位解离平衡常数的测定	64
1.3 常用玻璃器皿的洗涤	2	实验十七 磺基水杨酸合铁(Ⅲ)的组成 及稳定常数的测定	67
1.4 化学试剂	4	第四章 化学动力学实验	70
1.5 气体钢瓶的使用及注意事项	4	实验十八 过氧化氢的催化分解	70
第二章 化学实验的基本操作	6	实验十九 乙酸乙酯皂化反应速率常数 的测定	73
2.1 玻璃工操作	6	实验二十 蔗糖水解反应速率常数的 测定	76
2.2 玻璃量器及使用	6	实验二十一 丙酮碘化反应速率常数的 测定	80
2.3 称量仪器的使用	9	第五章 元素化学实验	85
2.4 加热与冷却	11	实验二十二 铁、钴、镍	85
2.5 干燥	12	实验二十三 铬、锰	88
2.6 熔点的测定和温度计的校正	14	实验二十四 铜、银	92
实验一 结晶	15	实验二十五 锌、镉、汞	95
实验二 蒸馏	16	实验二十六 锡、铅、铋、铊	99
实验三 萃取	18	实验二十七 碳、硅、硼、氮、磷	102
第三章 化学热力学实验	21	实验二十八 卤素	107
实验四 燃烧热的测定	21	实验二十九 过氧化氢及硫的化 合物	110
实验五 溶解热的测定	26	实验三十 碱金属、碱土金属及铝	113
实验六 液相反应平衡常数的测定	29	第六章 表面与胶体化学实验	116
实验七 凝固点降低法测定相对分子 质量	33	实验三十一 液体表面张力的测定	116
实验八 液体饱和蒸气压的测定	36	实验三十二 固体比表面积的测定	120
实验九 双液系的气-液平衡相图	40	实验三十三 黏度法测定高聚物摩尔 质量	124
实验十 二组分简单共熔系统相图的 绘制	46	实验三十四 临界胶束浓度的测定	128
实验十一 电动势法测定化学反应的热 力学函数	49		
实验十二 氧化还原与原电池	53		
实验十三 电导率法测 HAc 解离常数	56		

第七章 物质结构与计算化学实验	132	实验五十六 水中微量氟的测定	180
实验三十五 磁化率的测定	132	实验五十七 食盐溶液中氯离子含量的测定	183
实验三十六 偶极矩的测定	135	实验五十八 原子吸收光谱法测定水体中钙、镁含量	186
实验三十七 分子光谱性质的计算	139	第十章 有机物的提取与分离实验	189
实验三十八 反应过渡态的搜索	142	实验五十九 萘的重结晶	189
第八章 化学分析实验	146	实验六十 从茶叶中提取咖啡因	192
实验三十九 电子天平及滴定分析仪器使用练习	150	实验六十一 菠菜色素的提取和分离	194
实验四十 氢氧化钠标准溶液的配制与标定	151	第十一章 合成及结构表征实验	198
实验四十一 醋酸含量的测定	152	实验六十二 用废硫酸铜溶液制备五水合硫酸铜晶体	198
实验四十二 盐酸标准溶液的配制与标定	153	实验六十三 由软锰矿制备高锰酸钾	199
实验四十三 混合碱的测定	155	实验六十四 硫酸亚铁铵的制备	200
实验四十四 EDTA 标准溶液的配制与标定	156	实验六十五 环己烯的制备	202
实验四十五 水的总硬度的测定	157	实验六十六 乙酰水杨酸的制备	204
实验四十六 铅铋混合液中铅、铋含量的测定	159	实验六十七 乙酸乙酯的制备	206
实验四十七 铝盐中铝含量的测定	160	实验六十八 叔丁基氯的制备	208
实验四十八 高锰酸钾标准溶液的配制与标定	162	实验六十九 甲基橙的制备	209
实验四十九 过氧化氢含量的测定	163	实验七十 己二酸的制备	211
实验五十 石灰石中钙含量的测定	164	实验七十一 环己酮的制备及鉴定	212
实验五十一 铁矿石中全铁含量的测定	166	附录	215
实验五十二 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	167	附录 1 常见物理、化学常数(量)	215
实验五十三 硫酸铜中铜含量的测定	169	附录 2 常见符号与单位	216
实验五十四 氯化钡中钡含量的测定	171	附录 3 元素符号及其名称	217
第九章 仪器分析实验	173	附录 4 不同温度下水的饱和蒸气压	218
实验五十五 邻二氮菲分光光度法测定水中微量铁	178	附录 5 标准电极电势	220
		附录 6 溶度积常数	222
		附录 7 参比电极电势与温度的关系	224
		附录 8 一些配位化合物的稳定常数	224
		附录 9 一些无机酸的解离常数	226
		附录 10 常用有机溶剂的沸点	227

第一章 化学实验的一般要求

1.1 大学化学实验课程的目的及要求

大学化学实验是由传统的无机化学实验、物理化学实验、分析化学实验和有机化学实验整合、优化而成,它协调确定了各类实验的教学内容,对重复的内容进行合并,对缺少的内容进行增补,旨在加强学生对实验基础理论的学习和基本操作的训练,强化设计和综合实验,引入一些新概念、新方法,如绿色化学概念;对实验教学内容进行全面的改革。这样做的目的是培养学生的基本操作技能和学生进行化学实验的基本能力;主要包括观察能力、实验操作能力、数据处理能力和仪器设备应用能力。大学化学实验是根据无机化学实验、物理化学实验、分析化学实验和有机化学实验的内容要求,进行综合性和设计性改造,使实验从以知识传授为中心,转向以综合素质和创新能力培养为中心,在加强基本操作、基本技能训练的基础上,注意多种模式、多层次的综合,同时注重实验的应用性。通过设计实验和开放实验,既注重对学生查阅资料、分析和解决问题等实际工作能力的培养,又注重因材施教,发展不同层次学生的个性,把实验课程作为学生创新能力培养的重要场所。不仅要使学生“会做”,而且更要使学生“会想”,从而为后续的学习打下良好的基础。

本课程以实验技能训练为主,学生可直接认知大量化学事实,有利于“无机化学”“物理化学”“分析化学”及“有机化学”等理论课的学习,并能灵活运用所学理论知识指导实验。通过严格的实验训练,规范学生所掌握的基本操作技能。结合研究性实验与设计实验,培养学生具备自主获取知识、提出问题、分析问题和解决问题的独立工作能力,具备一定的创新意识与创新能力。同时培养学生实事求是的科学态度、勤俭节约的优良作风、认真细致的工作作风、相互协作的团队精神,为学习后续课程、参加实际工作和开展科学研究打下良好的基础。

通过大学化学实验课程的训练,学生应具备以下能力:

- (1) 规范地掌握化学实验的基础理论、基本操作方法与技能。
- (2) 具备细致观察进而分析判断实验现象的能力,能客观而准确地记录实验现象与结果;处理实验结果时具备逻辑推理、得出结论的能力;在分析实验结果的基础上,能正确地运用化学语言进行科学表达,独立撰写实验报告;具备解决实际化学问题的思维能力和动手能力。
- (3) 具备实事求是的科学态度、勤俭节约的优良作风、认真细致的工作作风、相互协作的团队精神,以及勇于开拓的创新意识等科学品德和科学精神。
- (4) 根据实验需要,能通过手册、工具书、互联网及其他信息源获取必要信息,独立、正确地设计实验(包括实验方法、实验条件、产品质量鉴定等),独立撰写设计方案,具备一定的创新意识与创新能力。
- (5) 从实验中获得感性认识,深入理解和应用“无机化学”“物理化学”“分析化学”及“有机化学”等理论课中的概念、理论,并能灵活运用所学理论知识指导实验。

1.2 实验室规则

化学实验室是进行科学实验的场所,是认识物质世界客观规律的启蒙之地,进入化学实验室应严格遵循以下规则:

- (1) 务必了解实验室内水、电、通风开关部位及灭火器和急救物品的安放位置。
- (2) 应认真预习,切实弄清实验原理、操作步骤及实验过程中的注意事项。
- (3) 实验前检查仪器配备和必须使用的化学试剂是否安全。
- (4) 实验中要严格按照规范程序进行操作,仔细观察实验现象,认真做好实验记录,不得随意涂改原始记录。
- (5) 实验过程应保持实验室整洁,不得随意乱抛杂物,酸、碱、有机物等废液应小心倒入废液缸内。各种化学试剂用毕放回原处,切勿造成污染。损坏仪器及时报告登记。保持实验室的安静。
- (6) 实验结束应及时清洗仪器,将化学试剂摆放整齐,保持实验台面清洁,关闭水、电开关,经教师检查合格后,方可离开实验室。

1.3 常用玻璃器皿的洗涤

实验室的各种玻璃器皿,必须经过洗涤后才能使用。清洁的方法和所用的洗涤剂是有区别的。但需要注意:玻璃器皿用过后,最好在未干燥之前洗涤,尤其是滴管、吸管、移液管等,如不能立即洗涤,也应浸入水中。

1. 洗涤剂

洗涤剂的种类很多,各种洗涤剂的性能和用途各不相同。水是用量最大的天然洗涤剂,但只能洗去可溶于水的污物,不能溶于水的污物需先用其他方法处理后再用水清洗。洁净程度要求较高的器皿,清水洗过后,还需再用蒸馏水洗。常用的化学洗涤剂有以下几种。

(1) 铬酸洗涤液 这是常用的洗涤液,其成分和配制方法见下表。

成分	洗涤液	
	浓铬酸洗涤液	稀铬酸洗涤液
重铬酸钾	60 g	60 g
浓硫酸	60 mL	60 mL
水	300 mL	1 000 mL

重铬酸钾溶解在温水中,待冷却后缓缓加入浓硫酸,边加边搅拌。配好的溶液呈深红色,并且可见均匀的红色小结晶。

铬酸洗涤液是强氧化剂,去污能力很强,但在玻璃器皿上如沾有油脂、凡士林和石蜡等时,用该洗涤液无效。同时沾有钡盐的玻璃器皿也不宜用铬酸洗涤液,因为铬酸洗涤液可与钡盐起作用形成硫酸钡,附着在玻璃器皿上,很难洗去。如玻璃器壁上有较多的还原性物质,要先用水洗过后再用铬酸洗涤液洗,否则洗涤液的去污能力会很快降低。经过初步洗涤的玻璃器皿在铬

铬酸洗涤液中浸泡至少 15 min,再用清水冲洗。将洗涤液加热至 45~50℃可以增加去污能力。稀铬酸洗涤液可以煮沸用。此洗涤液可反复使用,直至呈青褐色为止,此时铬酸已被还原而无去污作用。

铬酸洗涤液的腐蚀性很强,溅到桌、椅上应立即用水洗去,并用湿布擦净。沾到皮肤和衣物上应立即用水洗,再用苏打水(碳酸钠溶液)或稀氨水冲洗。

(2) 高锰酸钾溶液 高锰酸钾溶液是很好的洗涤液,特别是在加酸和加热的情况下,它的氧化和去污能力更强。一般使用的是 5% 的高锰酸钾溶液。使用的方法是将高锰酸钾溶液加在需要洗涤的器皿中,加入少许浓硫酸(100 mL 溶液加浓硫酸 3~5 mL),可加热至 50~60℃。但需注意不能用盐酸代替硫酸,因为盐酸在高锰酸钾溶液中会分解产生有毒的氯气。玻璃器皿经高锰酸钾溶液洗涤后,必须用水冲洗干净,有时器皿上会残留一层褐色物质,可用硫酸酸化的 5% 草酸溶液洗去。

(3) 酸和碱 器皿上沾有煤膏、焦油和树脂等物质,可用浓硫酸或 40% 氢氧化钠溶液使它们溶解,处理时间 5~10 min。浓盐酸(工业用)可洗去水垢和某些无机盐沉淀。

(4) 有机溶剂 脂类、树脂和其他可溶于有机溶剂的物质,可用乙醚、丙酮、酒精、石油醚、苯、二甲苯、松节油及四氯化碳等有机溶剂洗去。二甲苯可洗脱油漆的污垢。

(5) 5%~10% 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液 加热煮沸可洗脱玻璃器皿内壁的白色沉淀物。

(6) 肥皂和其他洗涤剂 肥皂是很好的去污剂,热皂液的去污能力更强,可以洗去器皿上的油脂。

总之,洗涤剂的种类很多,可以根据要求,选择经济而有效的洗涤液。一般实验室用得最多的是肥皂(包括合成洗涤剂)和铬酸洗涤液,这两种洗涤剂可以解决大部分玻璃器皿的洗涤问题。

2. 玻璃器皿的洗涤

(1) 新玻璃器皿 新购置的玻璃器皿,无论是软玻璃还是硬玻璃,都会产生一些可溶性物质,这些物质会影响实验结果,使用前必须洗涤干净。最好的方法是先用 2% 的盐酸处理数小时,再用清水洗净。必要时,再按一般的方法用肥皂和铬酸洗涤液洗,清水冲洗干净。

(2) 一般玻璃器皿 试管、烧杯、烧瓶和培养皿等器皿,洗涤前应先用铁丝或铁片将其中的残渣清除,然后用水洗净,或者用肥皂水洗涤,再用清水冲洗。根据实验要求,必要时,用蒸馏水冲洗一次。需要更洁净的器皿时,可在上述洗涤的基础上,再用铬酸洗涤液处理 10 min,然后用清水将洗涤液彻底冲净。器皿中如存在有害微生物,应先高压蒸汽灭菌处理后将培养物倒去,再进行洗涤。

(3) 载玻片和盖玻片 清洗过程可以按以上步骤,水洗后放在铬酸洗涤液中浸泡几小时,或者在稀铬酸洗涤液(也可用浓铬酸洗涤液稀释 3~4 倍)中煮沸 0.5 h,然后取出用清水冲洗干净,再用脱脂的干净纱布擦干。

(4) 滴定管和吸管 滴定管和吸管可用铬酸洗涤液洗,但连在滴定管上的橡胶管不要沾上洗涤液(橡胶管一旦沾上洗涤液就很难洗去)。滴定管用洗涤液洗涤过后还不够清洁,可采用如下方法:先用少量 95% 酒精洗涤,然后在滴定管中盛 2 mL 95% 酒精,再加入 5 mL 浓硝酸。在滴定管上端罩上一个试管,以免试剂飞溅。当化学作用终止时,滴定管已洗涤干净。

(5) 特殊器皿 精密的实验用玻璃器皿只将表面附着物洗去是不够的,玻璃中的可溶性物质也影响实验结果。这些玻璃器皿,可先在 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钾或氢氧化钠溶液中煮 1 h,再在 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的硫酸或盐酸中煮 1 h,然后用蒸馏水洗几次,最后在蒸馏水中浸泡几小时后取出干燥。

1.4 化学试剂

化学试剂的种类很多,世界各国对化学试剂的分类和分级的标准不一致。IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry, 国际纯粹与应用化学联合会) 对化学标准物质的分类为

A 级:原子量标准。

B 级:和 A 级最接近的基准物质。

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 级或 D 级为标准对比测定得到的纯度的试剂。

化学试剂按用途可分为标准试剂、一般试剂、生化试剂等。我国习惯将相当于 IUPAC 的 C 级、D 级的试剂称为标准试剂。优级纯、分析纯、化学纯是一般试剂的中文名称。

一级:即优级纯 (GR, guaranteed reagent), 含量 $\geq 99.8\%$; 标签为深绿色,用于精密分析试验。

二级:即分析纯 (AR, analytical reagent), 含量 $\geq 99.7\%$; 标签为金光红,用于一般分析试验。

三级:即化学纯 (CP, chemical pure reagent), 含量 $\geq 99.5\%$; 标签为中蓝,用于一般化学试验。

1.5 气体钢瓶的使用及注意事项

气体钢瓶是储存压缩气体的特制耐压钢瓶。使用时,通过减压阀(气压表)有控制地放出气体。由于钢瓶的内压很大(有的高达 15 MPa),而且有些气体易燃或有毒,所以在使用钢瓶时一定要注意安全。

(1) 压缩气体钢瓶应直立使用,且务必用框架或栅栏围护固定。

(2) 压缩气体钢瓶应远离热源、火种,置通风阴凉处,防止日光曝晒,严禁受热;可燃性气体钢瓶必须与氧气钢瓶分开存放;周围不得堆放任何易燃物品,易燃气体严禁接触火种。

(3) 禁止随意搬动敲打钢瓶,经允许搬动时应做到轻搬轻放。

(4) 使用时要注意检查钢瓶及连接气路的气密性,确保气体不泄漏。使用钢瓶中的气体时,要用减压阀(气压表)。各种气体的气压表不得混用,以防爆炸。

(5) 使用完毕按规定关闭阀门,主阀应拧紧不得泄漏。养成离开实验室时检查气体钢瓶的习惯。

(6) 不可将钢瓶内的气体全部用完,一定要保留 0.05 MPa 以上的残留压力(减压阀表压)。可燃性气体如乙炔应剩余 $0.2 \sim 0.3 \text{ MPa}$ 。

(7) 为了避免各种气体混淆而用错气体,通常在气体钢瓶外面涂以特定的颜色以便区别,

并在钢瓶上写明瓶内气体的名称。

(8) 绝不可使油脂或其他易燃性有机物沾在钢瓶上(特别是气门嘴和减压阀),也不得用棉、麻等物堵塞钢瓶,以防燃烧引起事故。

(9) 各种钢瓶必须按国家规定进行定期检验,使用过程中必须要注意观察钢瓶的状态,如发现有严重腐蚀或其他严重损伤,应停止使用并提前报检。

第二章 化学实验的基本操作

2.1 玻璃工操作

化学实验中有时要用玻璃棒、玻璃管等制作实验用的玻璃搅拌棒、玻璃弯管和毛细管等,这是基本的实验技能。

1. 玻璃弯管的制备

玻璃弯管有 45° 、 75° 、 90° 、 135° 等类型。加工过程中容易出现的问题有弯曲部分变细、扭曲或瘪了等。为此在加工时要注意:

- (1) 加热部分要稍宽些,同时要不断转动使其受热均匀。
- (2) 不能一边加热一边弯曲,一定要等玻璃管烧软后离开火焰再弯曲。弯曲时两手用力要均匀,不能有扭力、拉力和推力。
- (3) 玻璃管弯曲角度较大时,不能一次弯成,先弯曲成一定角度将加热中心部位稍偏离原中心部位,再加热弯曲,直至达到所要求的角度为止。
- (4) 弯制好的玻璃弯管不能立即和低温物件接触,要把它放在石棉网(板)上自然冷却。

2. 毛细管的拉制

毛细管有熔点管、沸点管、薄层色谱点样用的毛细管、减压蒸馏用的毛细管及滴管等,内径要求各不相同。加工过程中容易出现的问题及克服方法是:

- (1) 玻璃管尚未烧柔软就开始拉伸,把玻璃管拉成了哑铃形,所以一定要等玻璃管烧软化后再拉伸,软化程度要比弯玻璃管时强一些。
- (2) 玻璃管尚未离开火焰就拉伸,毛细管很快被拉断,所以要等玻璃管烧软化后离开火焰再拉伸,拉伸的速度既不能太快也不能太慢。应根据毛细管内径要求而定,内径小的可快点,内径大的可慢点。
- (3) 拉伸后的毛细管未等冷却就立即放在台面上,致使毛细管两端弯曲或破裂,所以拉伸毛细管时,两手要端平,使玻璃管烧软化后离开火焰向相反方向拉伸,拉伸后稍停片刻再放到垫有石棉网(板)的台面上冷却。

3. 玻璃搅拌棒的制备

这里所说的玻璃搅拌棒,是指装在电动搅拌机上的搅拌棒。这里介绍一种制备方法简单、搅拌效果好的玻璃搅拌棒制法。取一根一定长度的玻璃棒,在煤气灯火焰上将距一端约 2 cm 处烧软后,先弯成 135° ,再将弯曲部分烧软化后放在石棉网(板)上,用老虎钳等硬物压扁即可。

2.2 玻璃量器及使用

定量分析中常用的玻璃量器可分为量入容器(容量瓶、量筒、量杯等)和量出容器(滴定管、

吸量管、移液管等)两类,前者液面的对应刻度为量器的容积,后者液面的相应刻度为已移出的溶液体积。

量器按准确度和流出时间分成 A、A2 和 B 三种等级。A 级的准确度比 B 级一般高一倍。A2 级的准确度介于 A、B 之间,但流出时间与 A 级相同。量器的级别标志用“一等”“二等”、“Ⅰ”“Ⅱ”或“<1>”“<2>”表示,无上述字样符号的量器,则表示无级别,如量筒、量杯等。

1. 滴定管的操作方法

滴定管是滴定时用来准确测量流出的操作溶液体积的容器。常量分析最常用的是容积为 50 mL 的滴定管,其最小刻度是 0.1 mL,最小刻度间可估计到 0.01 mL,因此读数可达小数点后第二位,一般读数误差为 ± 0.02 mL。另外,还有容积为 10 mL、5 mL、2 mL 和 1 mL 的微量滴定管。滴定管一般分为两种:一种是具塞滴定管,常称酸式滴定管;另一种是无塞滴定管,常称碱式滴定管。酸式滴定管用来装酸性及氧化性溶液,但不适于装碱性溶液,因为碱性溶液能腐蚀玻璃,时间长一些,旋塞便不能转动。碱式滴定管的一端连接一段橡胶管或乳胶管,管内装有玻璃珠,以控制溶液的流出,橡胶管或乳胶管下面接一支尖嘴玻璃管。碱式滴定管用来装碱性及非氧化性溶液,凡是能与橡胶起反应的溶液,如高锰酸钾、碘和硝酸银等溶液,都不能装入碱式滴定管。滴定管除无色的外,还有棕色的,常用以装见光易分解的溶液,如 AgNO_3 、 KMnO_4 等溶液。

滴定管在使用前必须洗净,进行滴定时,应将滴定管垂直地夹在滴定管架上。如使用的是酸式滴定管,左手无名指和小指向手心弯曲,轻轻地贴着出口管,用其余的三指控制旋塞的转动。但应注意不要向外拉旋塞,以免拉出旋塞造成漏水;也不要过分往里扣,以免造成旋塞扭动困难,不能自如操作。如使用的是碱式滴定管,左手无名指及小指夹住出口管,拇指与食指在玻璃珠所在部位往一旁(左右均可)捏乳胶管,使溶液从玻璃珠旁空隙处流出。注意:不要用力捏玻璃珠,也不能让玻璃珠上下移动;不要捏到玻璃珠下部的乳胶管;停止加液时,应先松开拇指和食指,最后才松开无名指与小指。

无论使用哪种滴定管,都必须掌握这三种加液技巧:逐滴连续滴加;只加一滴;使液滴悬而未落,即加半滴。

滴定操作可在锥形瓶或烧杯内进行,并以白瓷板做背景。在锥形瓶中进行滴加时,用右手前三指拿住瓶颈,使瓶底离开瓷板 2~3 cm,同时调节滴定管的高度,使滴定管的下端伸入瓶口约 1 cm。左手按前述方法滴加溶液,右手运用腕力摇动锥形瓶,边摇边滴加(滴定)。滴定操作中应注意以下几点:

(1) 摇瓶时,应使溶液向同一方向做圆周运动(左、右旋均可),但勿使瓶口接触滴定管,溶液也不得溅出。

(2) 滴定时,左手不能离开旋塞任其自流。

(3) 注意观察液滴落点周围溶液颜色的变化。

(4) 开始时应边摇边滴,滴定速度可稍快,但不要使溶液流成“水线”。接近终点时,应该加一滴,摇几下。最后,每加半滴,立即摇动锥形瓶,直至溶液出现明显的颜色变化。加半滴溶液的方法如下:略微转动旋塞,使溶液悬挂在出口管嘴上形成半滴,用锥形瓶内壁将其沾落,再用洗瓶将其冲入溶液中。用碱式滴定管滴加半滴溶液时,应先松开食指和拇指,将悬挂的半滴溶液沾在锥形瓶内壁上,再放开无名指和小指,这样可以避免出口管尖出现气泡。

(5) 每次滴定都应从 0.00 开始(或从 0 刻度附近的某一固定刻度开始),这样可减少误差。

在烧杯中进行滴定时,将烧杯放在白瓷板上,调节滴定管的高度,使滴定管下端伸入烧杯内约 1 cm。滴定管下端应在烧杯中心的左后方处,但不要距离杯壁过近。右手持搅拌棒在右前方搅拌溶液。在左手滴加溶液的同时,搅拌棒应作圆周搅动,但不得接触烧杯壁和杯底。

当加半滴溶液时,用搅拌棒下端承接悬挂的半滴溶液,放入溶液中搅拌。注意:搅拌棒只能接触液滴,不要接触滴定管尖,其他注意点同上。

滴定结束后,滴定管内剩余的溶液应弃去,不得将其倒回原瓶,以免沾污整瓶溶液。随即洗净滴定管,并用蒸馏水充满滴定管备用。

2. 移液管及其使用

移液管是用于准确地移取小体积溶液的量器,它属于量出容器,种类较多。无分度吸管通常称为移液管,它的中腰膨大,上下两端细长,上端刻有环形标线,膨大部分标有它的容积和标定时的温度,分为 5 mL、10 mL、25 mL 和 50 mL 等多种。将溶液吸入管内,使液面与标线相切,再放出。放出的溶液的体积由于读数部分管径小,因此准确度高。

有分刻度的移液管又称吸量管,可以准确量取刻度范围内任一体积的溶液,但其准确性低一些。将溶液吸入,读取与液面相切的刻度(一般在 0),然后将溶液放出至适当刻度,两刻度之差即为放出溶液的体积。

移液管在使用前应洗到内壁不挂水珠:将移液管插入洗液中,用洗耳球将洗液慢慢吸至移液管容积 $1/3$ 处,用食指按住移液管管口,把移液管横过来淌洗,然后将洗液放入原瓶。如果内壁严重污染,则应把移液管放入盛有洗液的大量筒或高型玻璃缸中,浸泡 15 min 至数小时,取出后分别用自来水和纯净水冲洗。用纸擦干外壁。

移取溶液前,先用少量该溶液将移液管内壁润洗 2~3 次,以保证转移的溶液浓度不变。然后把管口插入溶液中(在取液过程中,注意管口在液面之下),用洗耳球把溶液吸至稍高于刻度处,迅速用食指(不要用拇指)按住管口。取出移液管,使管尖靠近贮液瓶口,用拇指和中指轻轻转动移液管,并减轻食指的压力,让溶液慢慢流出,同时平视刻度,到溶液弯月面下缘与刻度相切时,立即按紧食指。然后使准备接受溶液的容器倾斜 45° ,将移液管移入容器中,移液管保持竖直,管尖靠着容器内壁,放开食指(移取溶液的姿势),让溶液自由流出。待溶液全部流出后,按规律再等 15 s 或 30 s,取出移液管。在使用非吹式的吸管或无分度移液管时,切勿把残留在管尖的溶液吹出。移液管用毕应洗净,放回移液管架上。

3. 容量瓶及其使用

容量瓶是一种细颈梨形的平底瓶,有磨口玻璃塞或塑料塞,瓶颈上刻有标线,属于量入容器。瓶上标有其容量和标定时的温度。大多数容量瓶只有一条标线,当液体充满至标线时,瓶内所装液体的体积和瓶上标示的容积相同。常用的容量瓶有 10 mL、50 mL、100 mL、250 mL、500 mL、1 000 mL 等多种规格。容量瓶主要应用于把需要精密称量的物质准确地配成一定容积的溶液,或将准确容积的浓溶液稀释成准确容积的稀溶液,这种过程通常称为“定容”。容量瓶使用前也要清洗,洗涤方法和原则同前。

如果要由固体配制准确浓度的溶液,通常将固体准确称量后放入烧杯,加入少量纯水(或适当体积的溶剂)使其溶解,然后定量转移到容量瓶中。转移时玻璃棒下端要紧靠在瓶颈内壁,使溶液沿瓶壁流下。溶液流尽后,将烧杯轻轻顺着玻璃棒上提,使附着在玻璃棒、烧杯嘴之间的溶液回到烧杯中。再用洗瓶冲洗烧杯数次,每次按上述方法将洗涤液完全转移入容量瓶中,然后用纯水

稀释。当水加至容积的 $2/3$ 处时,旋摇容量瓶,使溶液混合(注意:不能加盖瓶塞,更不能倒转容量瓶)。在加水接近标线时,可以用滴管逐滴加水,至弯月面最低点恰好与标线相切。盖紧瓶塞,一只手食指压住瓶塞,另一只手的大拇指、中指、食指三个指头托住瓶底,倒转容量瓶,使瓶内气泡上升到顶部,摇动数次,再倒过来,如此反复倒转摇动十多次,使瓶内溶液充分混合均匀。为了防止容量瓶倒转时渗出溶液,瓶塞与容量瓶必须配套。

不宜在容量瓶内长期存放溶液。如果溶液需要较长时间存放,应将其转入试剂瓶中,该试剂瓶应预先经过干燥或用少量该溶液润洗 2~3 次。

由于温度对量器的容积有影响,所以使用时要注意溶液的温度、室温及量器本身的温度。

2.3 称量仪器的使用

准确称量物质的质量是化学实验中最基本的操作之一。由于不同实验对物质质量称量的准确度要求不一样,因此进行实验时就需要选用不同精确度的称量仪器,常用的有托盘天平、电光天平和电子天平等。

2.3.1 托盘天平

托盘天平又称台式天平或架盘天平(如图 2.1),可用于粗略的称量,一般能准确称量物体的质量至 0.1 g 。称量前要先调节托盘天平的零点,使指针归零。称量时,应把称量物放在左盘,砝码放在右盘,添加 10 g 以下的砝码时,可移动标尺上的游码。当最后的停点与零点符合时,砝码加游码的质量就是称量物的质量。

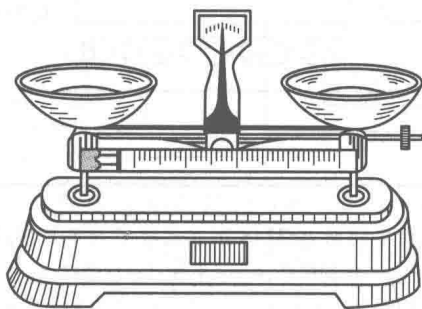


图 2.1 托盘天平

称量时应注意以下几点:

- (1) 称量的固体物质要放在表面皿中或称量纸上,不能直接放在托盘上;潮湿或具有腐蚀性的药品,应放在玻璃容器内。
- (2) 不能称量过冷或过热的物质。
- (3) 称量完毕,应把砝码放回砝码盒,把游码移至刻度“0”处。

2.3.2 电子天平

在许多化学分析实验中往往需要准确称量物质质量到 0.1 mg ,这就需要选用精确度高的精

密分析天平,过去常用电光天平,如今大多为电子天平所替代。这里仅介绍电子天平。

电子天平常见的有直立式电子天平和顶载式电子天平,其具有称量速度快、操作简便等优点。当把物体放在已调好零点的天平称量盘上时,几乎立即就能在数字显示器上显示出其质量,而且还可与电子计算机、打印机、记录仪等联用,以获得连续可靠的数据,目前已逐步在化学实验中使用。图 2.2 是赛多利斯(Sartorius)BS224S 直立式电子天平的外形及构造图。

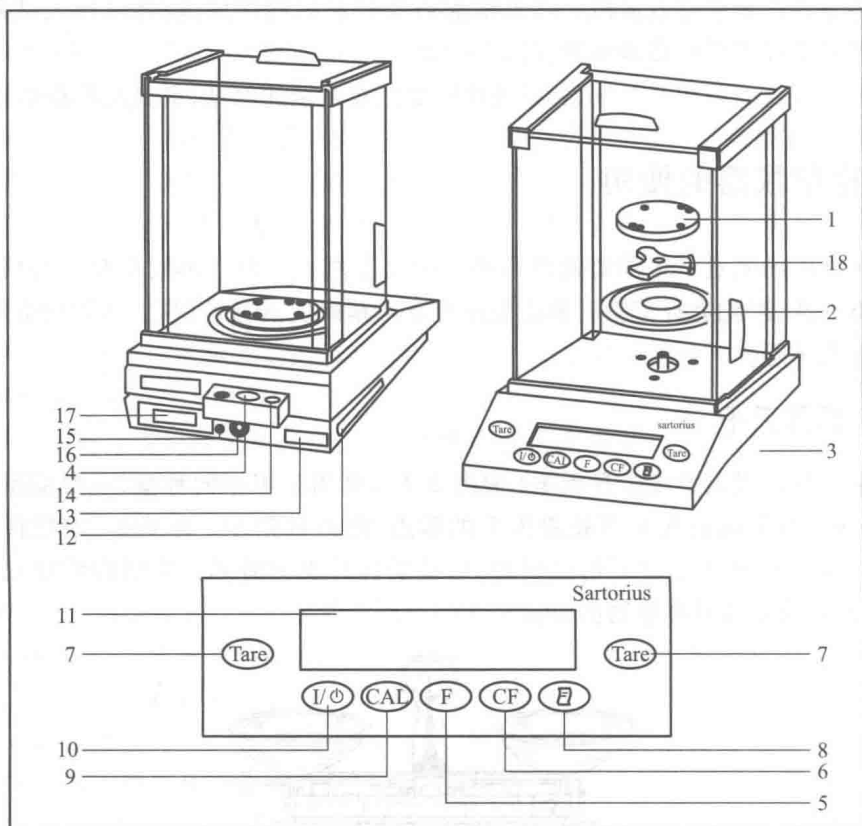


图 2.2 赛多利斯 BS224S 直立式电子天平外形及构造图

- 1—称量盘;2—屏蔽环;3—地脚螺栓;4—水平仪;5—功能键;6—F 清除键;7—去皮键;
8—打印键(数据输出);9—调校键;10—开关键;11—显示器;12—CMC 标签;13—具有 CE 标记的型号牌;
14—防盗装置;15—去联锁开关;16—电源接口;17—数据接口;18—称量盘支架

电子天平的详细使用操作应按其使用说明书进行。BS224S 电子天平的操作大致包括以下步骤:

- ① 调水平:调整地脚螺栓高度,使水平仪内空气气泡位于圆环中央。
- ② 开机:接通电源,按开关键直至全屏自检。
- ③ 预热:天平在初次接通电源或长时间断电之后再使用,至少需要预热 30 min。为取得理想的测量结果,天平应保持在待机状态。
- ④ 校正:首次使用天平必须进行校正,按调校键,天平将显示所需校正砝码质量,放上砝码直至出现“g”,校正结束。

⑤ 称量:使用去皮键,去皮清零。放置样品进行称量。

⑥ 关机:天平应一直保持通电状态(24 h),不使用时将开关关至待机状态,使天平保持保温状态,可延长天平使用寿命。

2.4 加热与冷却

在化学实验中有时要对固体、液体等进行加热或冷却处理。常用的加热方法有直接加热、水浴加热、沙浴加热和油浴加热等。

1. 直接加热液体

本方法适用于在较高温度下不分解的溶液或纯液体。少量的液体可装在试管中加热,用试管夹夹住试管的中上部(不要用手拿,以免烫伤),试管口向上微微倾斜,管口不能对着自己和其他人,以免液体沸腾时溅到脸上。试管内所装液体的体积不能超过试管容积的 $1/3$ 。加热时先加热液体的中上部,再慢慢往下移动,然后不时地上下移动,使液体受热均匀。不能集中加热某一部位,否则会引起暴沸。如需要加热的液体较多,则可放在烧杯或其他器皿中。待液体沸腾后,再把火焰调小,使液体保持微沸,以免溅出。如需把液体浓缩,则把液体放入蒸发皿(放在泥三角上)内加热,待液体沸腾后改用小火慢慢地加热。

2. 直接加热固体

少量固体药品可装在试管中加热,加热方法与直接加热液体的方法稍有不同,此时试管口向下倾斜,使冷凝在管口的水珠不倒流回试管的灼烧处,避免试管炸裂。较多固体的加热,应在蒸发皿中进行。先用小火预热,再慢慢加大火焰,但火焰也不能太大,以免溅出,造成损失。要充分搅拌,使固体受热均匀。需高温灼烧时,则把固体放在坩埚中,用小火预热后慢慢加大火焰,直至坩埚红热,维持一段时间后停止加热。稍冷,用预热过的坩埚钳将坩埚夹持到干燥器中冷却。

3. 水浴加热

当被加热物质要求受热均匀而温度又不能超过 100°C 时,可采用水浴加热。若把水浴锅中的水煮沸,用水蒸气来加热,即成蒸气浴。水浴锅上放置一组铜质或铝质的大小不等的同心圆圈,以承受各种器皿。根据器皿的大小选用铜圈,尽可能使器皿底部的受热面积最大。水浴锅内盛放水的体积不超过其总容量的 $2/3$,在加热过程中要随时补充水以保持原体积,切不能烧干。不能把烧杯直接放在水浴中加热,这样烧杯底会碰到高温的锅底,由于受热不均匀而使烧杯破裂,同时烧杯也容易翻倒。此外,也可选用大小合适的烧杯、铝锅代替水浴锅。

小试管中的液体只能在微沸水浴上加热。在 100 mL 烧杯中放入一个铜架,注入水至盖过第二个铜片面为止,即组成水浴。在蒸发皿中蒸发、浓缩时,也可以在水浴上进行,这样比较安全。

4. 沙浴加热和油浴加热

当被加热物质要求受热均匀,而温度又要求高于 100°C 时,可用沙浴或油浴加热。

沙浴是将细沙均匀地铺在一只铁盘内,被加热的器皿放在沙上,底部插入沙中,用煤气灯加热铁盘。用油代替水浴中的水即是油浴。