

 高等学校基础化学实验系列教材

分析化学 综合实验

FENXI HUAXUE ZONGHE SHIYAN

瞿颖 周红洋◎主编



合肥工业大学出版社
HEFEI UNIVERSITY OF TECHNOLOGY PRESS

分析化学综合实验

翟 颖 周红洋 主编

合肥工业大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

分析化学综合实验/翟颖,周红洋主编. —合肥:合肥工业大学出版社,2014.4

ISBN 978-7-5650-1799-5

I. ①分… II. ①翟…②周… III. ①分析化学—化学实验 IV. ①0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 059750 号



分析化学综合实验

翟 颖 周红洋 主编

责任编辑 权 怡

出 版 合肥工业大学出版社

地 址 合肥市屯溪路 193 号

邮 编 230009

电 话 总 编 室:0551—62903038

市场营销部:0551—62903198

网 址 www.hfutpress.com.cn

E-mail hfutpress@163.com

版 次 2014 年 4 月第 1 版

印 次 2014 年 4 月第 1 次印刷

开 本 787 毫米×1092 毫米 1/16

印 张 8.75

字 数 213 千字

印 刷 合肥工业大学印刷厂

发 行 全国新华书店

ISBN 978-7-5650-1799-5

定价: 18.00 元

如果有影响阅读的印装质量问题,请与出版社发行部联系调换。

前 言

化学是一门以实验为基础的学科,实验教学是对理论知识的验证和深入,是教学过程中不可或缺的一部分。分析化学及综合实验是高等院校化学、化工、食品、药学、环境及材料等专业的学生必修的主干基础课程之一。

本书是根据分析化学教学大纲的要求,在基础化学实验中分析化学实验内容的基础上,吸收了我校历年来在实验教学实践过程中总结的经验,以及中国科技大学、四川大学及浙江大学等知名院校的一些教学效果较好的实验内容,并根据分析化学的发展需要、实验仪器设备的调整,以及对学生就业或继续深造的考虑,对原有的实验内容进行了调整和更新。

本书分为六大部分:绪论、分析化学基本知识、分析化学基本操作、分析化学基本仪器简介、分析化学实验和分析化学综合实验,可供化学化工及相关专业选用。它充分体现了实验教学的目的,加强了对学生的素质和动手能力的培养。此外,每个实验都明确了实验教学的目的,透彻的解析了实验的原理,详细描述了实验步骤,并有针对性的设计了思考题,能更好地辅助学生顺畅的完成实验内容、把握实验的重点,并引导学生进行深度思考,进一步强化对理论知识的理解。

本书由翟颖、周红洋编写,叶同奇、马意龙、朋伟、史高杨、叶跃雯、胡桂菊、李权等老师也才参与了部分内容的编写、审核和校正的工作。

本教材的编辑和出版得到了合肥工业大学及相关部门的大力支持和帮助;此外,史成武教授和杭国培副教授在书稿的编写过程中进行了多次校审,提出了很多宝贵的意见和建议,在此表示由衷的感谢!

限于编者水平有限,书中难免有错误和不当之处,敬请广大读者批评指正。

编 者

2013 年 12 月

目 录

第一部分 绪 论	(1)
第二部分 分析化学实验基本知识	(3)
一、实验室规则	(3)
二、化学实验室安全知识	(3)
三、实验室中意外事故的急救处理	(5)
四、实验室中剧毒和强腐蚀物质	(6)
五、灭火常识	(7)
第三部分 分析化学基本操作	(9)
一、玻璃仪器的洗涤与干燥	(9)
二、加热操作	(11)
三、容量仪器及其使用	(14)
四、化学试剂的取用	(19)
五、固液分离和液—液分离	(20)
六、溶液的蒸发、浓缩与结晶	(24)
七、气体的发生、净化和收集	(25)
八、试管实验的操作	(28)
九、试纸的使用	(29)
十、密度计、普通温度计的使用	(30)
十一、纯水的制备和检验	(31)
第四部分 分析化学基本仪器简介	(33)
一、酸度计及其使用方法	(33)
二、分光光度计及其使用方法	(36)
三、原子吸收分光光度计及其使用方法	(38)
四、色谱仪及其使用方法	(40)
五、电化学工作站及其使用方法	(43)

第五部分 分析化学实验	(46)
实验 1 酸碱标准溶液的配制和浓度比较	(46)
实验 2 酸碱标准溶液浓度的标定	(50)
实验 3 碱液中 NaOH 及 Na_2CO_3 含量的测定	(53)
实验 4 EDTA 标准溶液的配制和标定	(55)
实验 5 水的硬度测定	(58)
实验 6 KMnO_4 溶液的配制、标定和过氧化氢含量的测定	(61)
实验 7 邻二氮杂菲分光光度法	(64)
实验 8 试样中微量氟的测定	(67)
实验 9 重量分析法测定钡盐中的钡含量	(69)
实验 10 氯化物中氯含量的测定	(72)
第六部分 分析化学综合实验	(75)
实验 1 红外光谱法分析未知样品	(75)
实验 2 有机化合物的紫外吸收光谱及溶剂性质对吸收光谱的影响	(81)
实验 3 气相色谱法测定白酒中的醇含量	(84)
实验 4 高效液相色谱仪在基础有机化学实验产物分析中的应用	(89)
实验 5 原子吸收法测定溶液中未知铜离子的浓度	(92)
实验 6 非水溶液中 I_3^-/I^- 氧化还原行为的分析	(95)
附 录	(105)
附录 1 相对原子质量表	(105)
附录 2 常用化合物的相对分子质量表	(108)
附录 3 常用酸碱溶液的配制	(110)
附录 4 常用指示剂	(111)
附录 5 常用缓冲溶液	(113)
附录 6 常用基准物及其干燥条件	(114)
附录 7 常用洗涤剂	(115)
附录 8 常用熔剂和坩埚	(116)
附录 9 ICP-AES 常用谱线及检出限	(118)
附录 10 制备各种高聚物薄膜的常用溶剂	(127)
附录 11 主要基团的红外特征吸收峰	(128)
主要参考文献	(134)

第一部分 绪 论

分析化学是关于研究物质的组成、含量、结构和形态等化学信息的分析方法及理论的一门科学,是化学的一个重要分支,是生命科学、环境科学、医药学、食品、材料、农业和地质类专业的主要基础课程之一。分析化学(Analytical Chemistry)的主要任务是鉴定物质的化学组成(元素、离子、官能团或化合物)、测定物质有关组分的含量、确定物质的结构(化学结构、晶体结构、空间分布)和存在形态(价态、配位态、结晶态)及其与物质性质之间的关系等,是以实验为基础的,主要是进行结构分析、形态分析和能态分析。

分析化学实验是分析化学课程教学中的重要环节,在培养学生基本技能、实践能力、科学素质以及增强学生的创新意识等方面都起着重要作用。因此,加强分析化学实验教学已成为全面提高学生素质的重要途径之一。而分析化学实验教材是搞好实验教学的重要依据。

编者认为,要做好分析化学实验应抓好以下几个环节。

预习:实验前阅读实验教材、理论课教材的有关内容,并注意阅读其他有关参考材料,对实验目的、原理和内容基本了解,做到心中有数,并在此基础上写好预习报告,认真思考实验教材中提出的问题,以备教师提问。

1. 实验

做实验时,应严格按照规定进行操作,仔细观察实验现象并如实详细记录。如果实验结果误差太大或与预想矛盾,应仔细查找原因,向指导教师询问或重做。实验中应注意保护设备,严格遵守安全规则,保持安静,遵守纪律,听从安排。实验结束后要做好清洁工作,经教师检查卫生及实验的原始记录后方可离开实验室。

2. 实验报告

每次实验后都必须写出实验报告。实验报告是评定该次实验成绩的主要依据,应该当堂或在指定时间内完成并交给教师。实验类型不同,实验报告的写法也不相同,但都要求简单明了,详略得当,叙述清楚,整洁美观。

下面就几种主要类型的实验报告的写法提出具体要求并给出示范以供参考。

(1) 定量及数据测定型实验报告要求

- ① 写出简明实验目的;
- ② 概括性地写出实验原理和步骤;
- ③ 详细记录实验数据并对其进行处理;

④ 得出结论并对实验中发现的问题进行讨论；

⑤ 严禁修改任何数据；

⑥ 作图应使用坐标纸。

(2) 性质类实验报告

此类实验以试管实验为主,小实验较多,内容广而杂。重点在于观察、记录和解释实验现象并加以归纳得出结论,应抓住中心要点将报告写得少而精。可尽量使用符号和化学方程式来说明反应状况。报告的书写形式可采用分栏式,或表格式或两者结合使用。报告中要求有下述内容:

① 写出每个部分的名称以说明该实验的中心内容;

② 简明写出各个实验必需的步骤和条件(可尽量使用符号);

③ 较详细地记录实验现象,如溶液颜色的变化、沉淀的生成等;

④ 对现象加以解释(论述或方程式),得出结论。

(3) 提纯、制备类实验报告

此类实验重点在于结果及实验路线是否合理,实验报告的写作要求如下:

① 用流程图表示整个过程,并用文字或符号标明每一步的实验条件和现象;

② 给出每步有关的化学方程式;

③ 写出实验结果、产量、产率,必要时对结果和实验中发生的现象进行讨论。

(4) 定量化学分析类实验报告

分析化学的实验性很强,有严格的“量”的要求,在整个分析操作过程中,都必须符合各物质之间的计量关系及其“量”的相关变化,记录和运算都要严格按照有效数字确定原则及其运算规则来进行。具体应注意以下几个问题:

① 实验报告可包括下列内容: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(可用箭头或方框流程式表示)、测量所得的数据、各种观察与注解、计算和分析结果,超差时还应找出问题加以讨论。

② 记录和计算必须准确、简明,数据齐全、清楚,使人一目了然,为此要求格式化;记录表格也应在预习时设计画好。

③ 每人必须准备一本实验报告本和一本原始记录本,切不可用小纸片做实验记录,原始记录本上的数据只能划改,不得涂改。

④ 记录和计算若有错误时,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,绝对不允许私自凑数据。

⑤ 在记录和处理分析数据时,一切数字的准确度(含坐标纸所代表的准确度)应做到与分析的准确度相适应,例如滴定分析的准确度一般是千分之一至千分之几的相对误差,光度分析及其他微量分析一般百分之几的误差即可。

第二部分 分析化学实验基本知识

一、实验室规则

- (1) 课前应认真预习,明确实验目的和要求,了解实验的内容、方法和基本原理;
- (2) 实验时应遵守操作规则,注意安全,爱护仪器,节约试剂;
- (3) 遵守纪律,不迟到,不早退,保持实验室安静,不要大声喧哗谈笑;
- (4) 实验中要认真操作,仔细观察各种现象,将实验中的现象和数据及时并如实地记录在报告本上,根据原始记录,认真地分析问题、处理数据、完成实验报告;
- (5) 实验过程中,随时注意保持实验台面的整洁,火柴、纸张和废品只能丢入废物缸内,不能丢入水槽,以免堵塞水槽;
- (6) 实验完毕,将玻璃容器洗净,公用设备放回原处,把实验台和药品架整理干净,清扫实验室,最后检查门、窗、水、电、煤气是否关好。

二、化学实验室安全知识

实验室安全包括人身安全及实验室、仪器、设备的安全,在安全方面分析化学实验室主要应预防化学药品中毒,操作过程中的烫伤、割伤、腐蚀等人身安全问题,燃气、高压气体、高压电源、易燃易爆化学品等可能产生的火灾和爆炸事故,以及自来水泄漏等事故。

在分析化学实验中,经常使用易损的玻璃仪器、水、电、煤气,并常碰到一些有毒的、有腐蚀性的或者易燃易爆的物质,由于不正确或不小心的操作,以及忽视操作规程中必须注意的事项都能够造成火(灾)、爆炸和其他不幸的事故。因此,重视安全操作、熟悉一般的安全知识是非常必要的,而且注意安全是每个人的责任。因为发生事故不仅会损害个人健康,而且还会危害他人安全,使国家财产受到损失,影响工作的正常进行。所以必须从思想上重视安全,绝不要麻痹大意,但也不能盲目害怕而缩手缩脚不敢做实验。

安全措施是为了保障实验的顺利进行,而绝不是实验的障碍。为此必须熟悉和注意以下几点:

- (1) 必须熟悉实验室和其周围的环境以及水闸、电闸、灭火器的位置。
- (2) 使用电器时,要谨防触电,不要用湿的手、物去接触电插销。实验完毕要及时拔下插销,切断电源。
- (3) 易挥发的有毒或者强腐蚀性的液体和有恶臭的气体,要在通风柜中操作(尤其是

用它们热分解试样时),决不允许加热。

(4)为了防止试剂腐蚀皮肤或进入体内,不能用手直接拿取试剂,要用药匙或指定的容器取用。使用浓酸、浓碱及其他具有强烈腐蚀性的试剂时,操作要小心,防止腐蚀皮肤和衣物等。浓酸、浓碱如果溅到身上应立即用水冲洗,洒到实验台上或地面上要立即用水冲稀而后擦掉。取用一些强腐蚀性的试剂如氢氟酸、溴水等,必须戴上橡皮手套。

(5)不允许将各种化学药品任意混合,以免引起意外事故。自行设计的实验必须和教师讨论,征得同意后方可进行。

(6)使用易燃物(如酒精、丙酮、乙醚等)、易爆物(如氯酸钾)时,要远离火源,敞口操作时如有挥发应在通风柜中进行。试剂用后要随手盖紧瓶塞,置于阴凉处存放。低沸点、低闪电的有机溶剂不得在明火或者电炉上直接加热,而应在水浴、油浴或者可调电压的电热套中加热,用完后应及时加盖存放在阴凉通风处。

(7)热、浓的高氯酸遇有机物常易发生爆炸,如试样为有机物时,应先用浓硝酸加热,使之与有机物反应;有机物被破坏后,再加入高氯酸。蒸发高氯酸所产生的烟雾易在通风柜中凝聚,经常使用高氯酸的通风柜应定期用水冲洗,以免高氯酸的凝聚物与尘埃、有机物作用,引起燃烧或爆炸,造成事故。

(8)使用汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物质时应特别小心。氰化物不能接触酸,因为作用时会产生氰化氢(剧毒!)。氰化物废液应倒入碱性亚铁盐溶液中,使其转化为亚铁氰化盐类,然后作废液处理。严禁直接倒入下水道或废液缸中。用过的废物不可乱扔、乱倒,应回收或进行特殊处理,不可将化学试剂带出实验室。

(9)酸、碱是实验室常用试剂,浓酸、浓碱具有强烈腐蚀性,应小心使用,不要把它洒在衣服或皮肤上。所有玻璃器皿不要甩干,在倾注或加热时不要俯视容器,以防溅在脸上或皮肤上。实验用过的废酸应倒入指定废酸缸中。

(10)实验室内严禁饮食、吸烟,一切化学药品严禁入口。切勿以实验用容器代替水杯、餐具使用,决不允许用舌头尝试药品的味道。实验完毕,需将手洗干净,严禁将食品及餐具等带入实验室。

(11)要特别注意煤气或天然气的正确使用,严防泄漏!在用煤气或天然气灯加热过程中,火源要与其他物品保持适当距离,人不得较长时间离开,以免熄火漏气。用完煤气或天然气灯要及时关闭燃气管道上的小阀门;离开实验室前还要再查看一遍,以确保安全。用完煤气或遇临时煤气中断供应时,应把煤气龙头关好;如遇漏气,应立即停止实验,进行检查。

(12)使用高压气体钢瓶时,要严格按照操作规程进行操作。例如在原子吸收光谱实验室中所用的各种火焰,其点燃与熄灭的原则是:先开助燃气,再开燃气;先关燃气,再关助燃气(即燃气按“迟到晚退”的原则开启和关闭)。乙炔钢瓶应存放在远离明火、通风良好、温度低于 35°C 的地方,钢瓶在更换前应保持一部分压力。

(13)实验过程中万一发生着火,不要惊慌,应尽快切断电源或燃气源,用石棉布或湿

抹布熄灭(盖住)火焰。密度小于水的非水溶性有机溶剂着火时,不可用水浇,以防火势蔓延;电器着火时,不可用水冲,以防触电,应使用干冰或干粉灭火器。着火范围较大时,应尽快用灭火器扑灭,并根据火情决定是否报警。

(14)使用汞时,应避免泼洒在实验台或地面上;使用后的汞应收集在专用的回收容器中,切不可倒入下水道或污物箱内;万一发现有少量汞洒落,应尽量收集干净,然后在可能洒落的地方撒上一些硫黄粉,最后清扫干净,并集中作固体废物处理。

(15)开启易挥发的试剂瓶时,尤其是在夏季,不可使瓶口对着自己或他人脸部,以防万一有大量气液冲出时,造成严重烧伤。

(16)如果发生烫伤或割伤,可先用实验室的急救箱进行简单处理,然后尽快去医院进行医治。

(17)使用自来水后要及时关闭阀门。遇停水时要立即关闭阀门,以防来水后发生跑水。离开实验室前应再检查自来水阀门是否完全关闭。

(18)实验完毕后,值日生和最后离开实验室的人员应负责检查门、窗、水、燃气等是否关好,电闸是否断开。

三、实验室中意外事故的急救处理

实验室内备有急救箱,以备发生事故时应急处理之用。

(1)割伤(玻璃或铁器刺伤):先把碎玻璃从伤口处挑出,如轻伤,可用生理盐水或硼酸溶液擦洗伤口处,涂上紫药水(或红汞水),必要时撒些消炎粉,用绷带包扎;伤势较重时,则先用酒精在伤口周围擦洗消毒,再用纱布按住伤口压迫止血,并立即送医院缝合。

(2)烫伤:可用10%高锰酸钾擦灼伤处。若伤势较重,需撒上消炎粉或烫伤药膏,并用油纱绷带包扎。

(3)受强酸腐蚀:先用大量水冲洗,然后擦上碳酸氢钠油膏。如受氢氟酸腐蚀,应迅速用水冲洗,再用5%苏打溶液冲洗,然后浸泡在冰冷的饱和硫酸镁溶液中半小时,最后敷上由26%硫酸镁、6%氧化镁、18%甘油、水和1.2%盐酸普鲁卡因配成的药膏(或用甘油和氧化镁为2:1的悬浮剂涂抹,用消毒纱布包扎)。伤势严重时,应立即送医院急救。当酸溅入眼内时,首先用大量水冲眼,然后用3%的碳酸氢钠溶液冲洗,最后用清水洗眼。

(4)受强碱腐蚀:先用大量水冲洗,然后用1%柠檬酸或硼酸溶液冲洗。当碱溅入眼内时,除用大量水冲洗外,再用饱和硼酸溶液清洗,最后滴入蓖麻油。

(5)磷烧伤:用1%硫酸铜、1%硝酸银或浓高锰酸钾溶液处理伤口后,送医院治疗。

(6)吸入溴、氯等有毒气体:可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气以解毒,同时应到室外呼吸新鲜空气。

(7)汞泄露:立即用滴管尽可能地将汞拾起,然后用锌皮接触使之成合金而消除,最后撒上硫黄粉,使汞与硫反应,生成不挥发的硫化汞。

(8)触电事故:应立即拉下电闸,切断电源,利用绝缘物(如干木棒、竹竿)尽快将触电

者与电源隔离。

(9)火灾:酒精及其他溶于水的液体着火时,可用水灭火;汽油、乙醚等有机溶剂着火时,可用沙土扑灭;导线或电器着火时,先切断电源,用 CCl_4 灭火器灭火。

四、实验室中的剧毒和强腐蚀物质

1. 氰化物和氢氰酸

氰化钾、氰化钠、丙烯腈等是烈性毒品,只需进入人体 50mg 即可使人致死;甚至只要与受伤皮肤接触,就能通过伤口进入人体,引起人体严重中毒。这些氰化物遇酸产生氢氰酸气体,若被吸入人体而引起人体中毒。

在使用氰化物时严禁用手直接接触,大量使用这类药品时,应戴上口罩和橡皮手套。含有氰化物的废液,严禁倒入酸缸,应先加入硫酸亚铁使之转化为毒性较小的亚铁氰化物,然后倒入水槽,再用大量水冲洗原贮放的器皿和水槽。

2. 汞和汞的化合物

汞的可溶性化合物如氯化高汞、硝酸汞都是剧毒物品,实验中应特别注意金属汞(如使用温度计、压力计、汞电极等)。因金属汞易蒸发,蒸气有剧毒,又无气味,吸入人体具有积累性,容易引起慢性中毒,所以切不可麻痹大意。

汞的密度很大(约为水的 13.6 倍),做压力计时应用厚玻璃管。贮汞容器必须坚固,且应该用厚壁的,并且只应存放少量汞而不能盛满,以防容器破裂,或因脱底而流失。在装置汞的容器下应放一搪瓷盘,以免不慎洒在地上。为减少室内的汞蒸气,贮汞容器应是紧闭的,汞表面应加入水覆盖,以防蒸气溢出。

若不慎将汞洒在地上,因它会散成许多小珠钻入各处,成为表面积很大的蒸发面,所以应立即用滴管或毛笔尽可能地将它收拾起,然后用锌皮接触使其成合金而消除之,最后撒上硫黄粉,使汞与硫反应生成不挥发的硫化汞。

废汞切不可倒入水槽冲入下水管,因为它会积聚在水管弯头处,长期蒸发、毒化空气。因此,误撒入水槽的汞也应及时拾起。使用和贮存汞的房间应经常通风。

3. 砷的化合物

砷和砷的化合物都有剧毒,常使用的是三氧化二砷(砒霜)和亚砷酸钠。这类物质中毒一般是由口服引起的。当用盐酸和粗锌制备氢气时,也会产生一些剧毒的砷化氢气体,应加以注意。一般产生的氢气可通过高锰酸钾溶液洗涤后再使用,砷的解毒剂是二巯基丙醇,肌肉注射即可解毒。

4. 硫化氢

硫化氢是极毒的气体,有臭鸡蛋味,它能麻痹人的嗅觉,以至逐渐不闻其臭,所以特别危险。使用硫化氢和用酸分解硫化物时,应在通风柜中进行。

5. 一氧化碳

煤气中含有一氧化碳,使用煤炉和煤气时一定要提高警惕,防止中毒。人若煤气中

毒,轻者头痛、眼花、恶心,重者昏迷。若发现煤气中毒的人,应立即将其移出中毒房间,使其呼吸新鲜空气,并进行人工呼吸、保暖,及时送医院治疗。

6. 有机化合物

很多有机化合物也是毒性很大的,它们又常作溶剂,用量大,而且多数沸点低、蒸气浓,容易引起中毒,特别是慢性中毒,所以使用时应特别注意和加强防护。常用的有毒有机化合物有苯、二硫化碳、硝基苯、苯胺、甲醇等。

7. 溴

溴是棕红色液体,易蒸发成红色蒸气,对眼睛有强烈的刺激催泪作用,能损伤眼睛、气管和肺部;触及皮肤,轻者剧烈灼痛,重者溃烂,长久不愈,使用时应戴橡皮手套。

其他遇到的有毒、腐蚀性的无机物还有很多,如磷、铍、铊、铅的化合物,以及浓硝酸、碘蒸气等,使用时都应加以注意,本书不再一一介绍。

五、灭火常识

1. 实验室几种常见的着火原因

(1)一般有机物,特别是有机溶剂,大都容易着火,他们的蒸气或其他可燃性气体、固体粉末等(如氢气、一氧化碳、苯、油蒸气)与空气按一定比例混合后,当有火花时(如点火、电火花、撞击火花)就会引起燃烧或猛烈爆炸。

(2)由于某些化学反应放热而引起燃烧,如金属钠、钾等遇水燃烧甚至爆炸。

(3)有些物品易自燃(如白磷遇空气就自行燃烧),由于保管和使用不善而引起燃烧。

(4)有些化学试剂相混在一起,在一定条件下会引起燃烧和爆炸(如将红磷与氯酸钾混在一起,磷就会燃烧爆炸)。

2. 常用的灭火措施

万一发生着火,要沉着快速处理。首先要切断热源、电源,把附近的可燃物品移走;再针对燃烧物的性质采取适当的灭火措施,但不可将燃烧物抱着往外跑。因为跑时空气更流通,会烧得更猛。常用的灭火措施有以下几种,使用时要根据火灾的轻重、燃烧物的性质、周围环境和现有条件进行选择。

(1)石棉布:适用于小火。用石棉布盖上,隔绝空气就能灭火。如果火很小,用湿抹布或石棉布盖上就行。

(2)干沙土:沙土应该是干的,一般装于沙箱或沙袋内,只要抛洒在着火物体上就可灭火。适用于不能用水扑救的燃烧,但对火势很猛、面积很大的火焰欠佳。

(3)水:是常用的救火物质,它能使燃烧物的温度下降,但不适用于一般有机物着火。因溶剂与水互不相溶,且比水轻,水浇上去后溶剂还漂在水面上,扩散开来会继续燃烧。但若燃烧物与水互溶时,或用水没有其他危险时可用水灭火。在溶剂着火时,先用泡沫灭火器把火扑灭,再用水降温是一种有效的救火方法。

(4)泡沫灭火器:是实验室常用的灭火器材,使用时,把灭火器倒过来往火场喷。由

于它生成二氧化碳及泡沫,使燃烧物与空气隔绝而灭火,效果较好,可用于扑灭除电流以外引起的物体着火。

(5)二氧化碳灭火器:在小钢瓶中装入液态二氧化碳,救火时打开阀门,把喇叭口对准火场喷射出二氧化碳来灭火,可用于扑灭工厂、实验室等设备着火。因为它不损坏仪器,不留残渣,所以对于通电的仪器也可以使用,但金属镁燃烧不可用它来灭火。

(6)四氯化碳灭火器:四氯化碳沸点较低,喷出来后形成沉重而惰性的蒸气掩盖在燃烧物体周围,使它与空气隔绝而灭火。它不导电,适用于扑灭带电物体的火灾。但它在高温时分解出有毒气体,故在不通风的地方最好不用。另外,在有钠、钾等金属存在时不能使用,因为有引起爆炸的危险。

除以上几种常用的灭火器之外,近年来产生了多种新型的高效能的灭火器。如 1211 灭火器,它在钢瓶内装有一种药剂二氟一氯一溴甲烷,灭火效率高。又如干粉灭火器是将二氧化碳和一种干粉剂配合使用,灭火速度很快。

(7)水蒸气:在有水蒸气的地方把水蒸气对着火场喷,也能隔绝空气而起到灭火作用。

(8)石墨粉:当钾、钠或锂着火时,不能用水、泡沫灭火器、二氧化碳、四氯化碳等灭火,可用石墨粉扑灭。

(9)电路或电器着火时,扑救的关键是首先要切断电源,防止事态扩大。电器着火最好的灭火器是四氯化碳和二氧化碳灭火器。

当人们在救火中衣服着火时,千万不要乱跑,因为这会由于空气的迅速流动而加剧燃烧。而应当迅速躺在地下滚动,这样一方面可以压熄火焰;另一方面也可以避免火烧到头部。

第三部分 分析化学基本操作

化学实验基本仪器如图 1 所示。

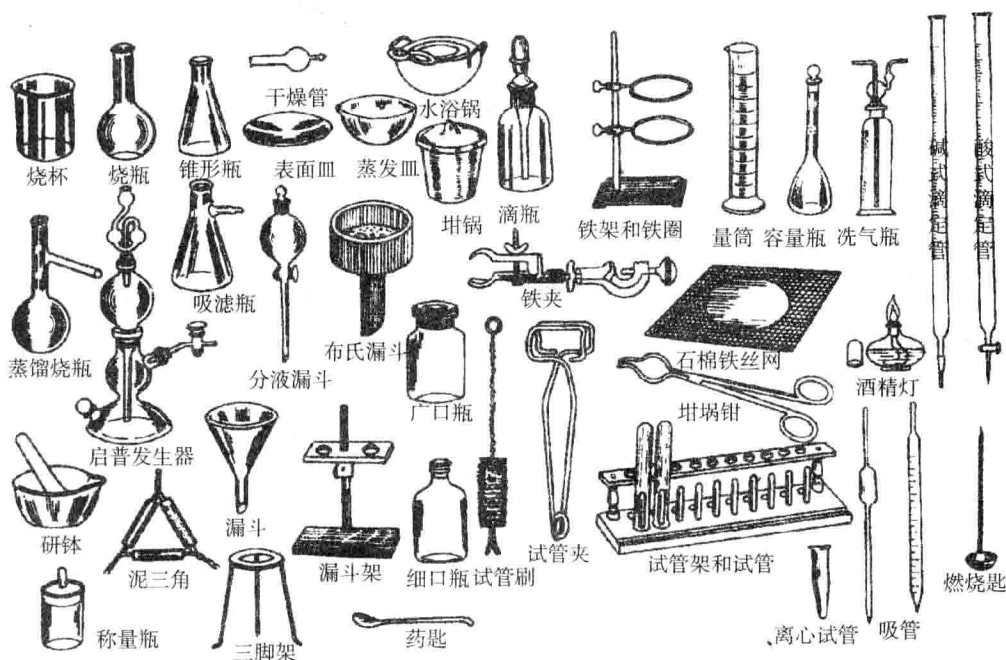


图 1 化学实验基本仪器

一、玻璃仪器的洗涤与干燥

1. 玻璃仪器的洗涤

用不洁净的仪器进行实验,往往得不到准确的结果,因此,进行化学实验前首先要把仪器洗涤干净,实验做过后也要立即对用过的仪器进行洗涤。洗涤玻璃仪器的方法如下:

对试管、烧杯等普通玻璃仪器,可在容器内先注入 $1/3$ 左右的自来水,选用大小合适的毛刷蘸取去污粉刷洗。用水冲洗后仪器内壁能均匀地被水润湿而不黏附水珠,表明仪器已基本洗干净。如果有水珠黏附仪器内壁,表示仪器内壁仍有油脂或其他污迹污染,应重新洗涤以去除油污。用自来水洗净后的试管等一般应再用少量蒸馏水冲洗 2~3 次。

使用毛刷洗涤试管时,注意刷子顶端的毛必须顺着伸入试管中,并用食指顶住试管

末端,避免刷洗时用力过猛而将试管底部击穿。洗涤试管应该一支一支地洗,不要同时抓住几支试管一起刷洗。

在使用精确定量仪器(如滴定管、移液管、容量瓶等)时,这些仪器的洗净程度要求高,而且这些仪器形状又特殊,不宜用刷子刷洗,因此常用洗液进行洗涤。方法是:先将仪器用水冲洗,然后加入少量洗液,转动容器使其内壁全部被洗液浸润;经一段时间后,将洗液倒回原瓶,再用自来水冲洗干净,最后用蒸馏水冲洗2~3次。

使用洗液时,必须注意以下几点:

- ① 使用洗液前,应先用刷子刷洗仪器,尽量除去其中污物;
- ② 应尽量把仪器中的残留水倒掉,以免将洗液稀释,影响洗涤效果;
- ③ 洗液用后应倒回原瓶,以便重复使用;
- ④ 洗液具有很强的腐蚀性,易灼伤皮肤及衣物,使用时应注意安全;
- ⑤ 变成绿色的洗液($K_2Cr_2O_7$ 被还原成为 $Cr_2(SO_4)_3$ 的颜色),不再具有氧化性和去污能力。

2. 仪器内沉淀垢迹的洗涤方法

在实验时,一些不溶于水的沉淀垢迹常常牢固地沾附在容器内壁,需根据其性质,选用适当的试剂,通过化学方法除去。几种常见的垢迹处理方法见表1。

3. 仪器的干燥

- ① 晾干:把洗净的仪器倒置于干净的仪器框中或木钉上晾干。
- ② 烤干:用煤气灯或酒精灯小火烤干。
- ③ 吹干:用吹风机吹干。
- ④ 烘干:将洗净的仪器放在电烘箱中烘干(控制烘箱温度在 105°C 左右),仪器放进烘箱前应尽量把水倒净,并在烘箱的最下层放一个搪瓷盘接收从容器上滴下的水珠,以免直接滴在电炉丝上损坏炉丝。
- ⑤ 有机溶剂的快速干燥:先用少量有机溶剂(如丙酮、无水乙醇等)淋洗一遍,然后晾干。
- ⑥ 带有刻度的容量仪器,如移液管、容量瓶、滴定管等不能用高温加热法干燥。

表1 常见的垢迹处理方法

垢 迹	处 理 方 法
沾附在器壁上的 MnO_2 、 $Fe(OH)_3$ 、碱土金属的碳酸盐等	用盐酸处理, MnO_2 垢迹需浓度在 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 以上的 HCl 才能洗掉
沉积在器壁上的铜和银	用硝酸处理
沉积在器壁上的难溶性银盐	一般用 $Na_2S_2O_3$ 洗涤。 Ag_2S 垢迹用浓热 HNO_3 处理
沾附在器壁上的硫黄	用煮沸的石灰水处理
残留在容器内的 Na_2SO_4 或 $NaHSO_4$ 固体	加水煮沸使其溶解,趁热倒掉

(续表)

垢 迹	处 理 方 法
不溶于水、酸或碱的有机化合物和胶质等污迹	用有机溶剂洗,常用的有乙醇、丙酮、苯、四氯化碳、石油醚等
煤焦油污迹	用浓碱浸泡(约一天左右)再用水冲洗
蒸发皿和坩埚内的污迹	一般可用浓 HNO_3 和王水洗涤
瓷研钵内的污迹	取少量食盐放在研钵内研洗,倒去食盐,再用水洗净。

① 洗液由浓 H_2SO_4 和饱和 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液组成。配法是称取 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 固体 25g,溶于 50mL 水中,冷却后往溶液中慢慢加入浓 H_2SO_4 150mL,边加边搅拌,切勿将 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液加到浓 H_2SO_4 中。

② 因铬的化合物有毒,用它洗涤过的容器在器皿表面常残留痕迹量的铬化合物。因此近来有人建议用王水洗涤玻璃仪器,效果很好,但王水不稳定,应现用现配。

二、加热操作

1. 灯的使用

实验室中,常使用酒精灯(图2)、酒精喷灯(图3)、煤气灯、电炉等进行加热。

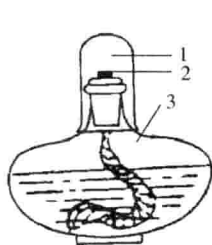
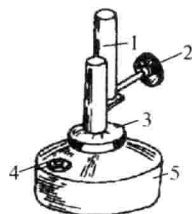
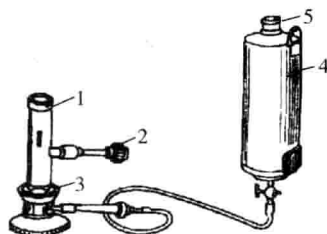


图2 酒精灯



(a) 座式



(b) 挂式

1—灯帽 2—灯芯 3—灯壶 1—灯管 2—空气调节器 3—预热盘 1—灯管 2—空气调节 3—预热盘器
4—酒精储槽 5—盖子 4—铜帽 5—酒精

(1) 酒精灯的使用方法

酒精灯一般用玻璃制成,其灯罩带有磨口。不用时,必须将灯罩罩上,以免酒精挥发。酒精易燃,使用时必须注意安全:

- ① 灯内酒精一般不宜超过其总容量的 $\frac{2}{3}$;
- ② 点燃酒精灯之前,应先将灯头罩提起,吹去灯内的蒸气;
- ③ 应该用火柴点燃酒精灯,禁止用点燃的酒精灯直接去点燃另一个酒精灯,以防失火;
- ④ 要熄灭火焰时,可将灯罩盖上(切勿用嘴去吹),然后再提起灯罩,待灯口稍冷,再盖上灯罩,这样就可以防止灯口破裂。

(2) 酒精喷灯的使用方法

酒精喷灯一般由金属制成,使用前,先在预热盘中注入酒精至满,然后点燃盆内的酒