

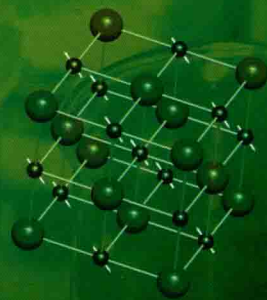
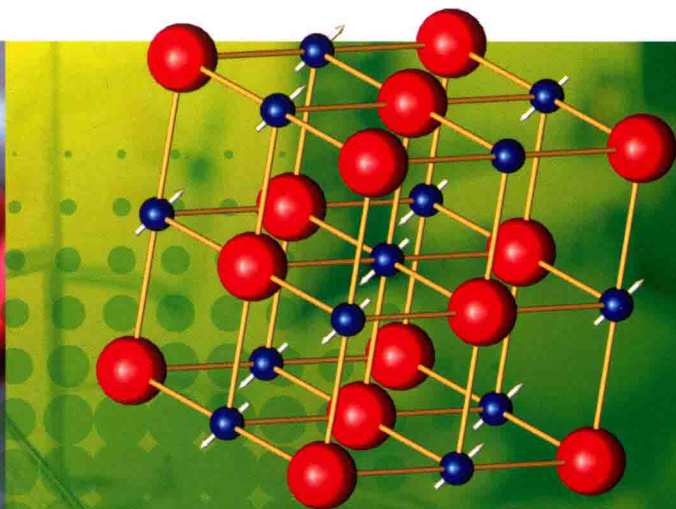
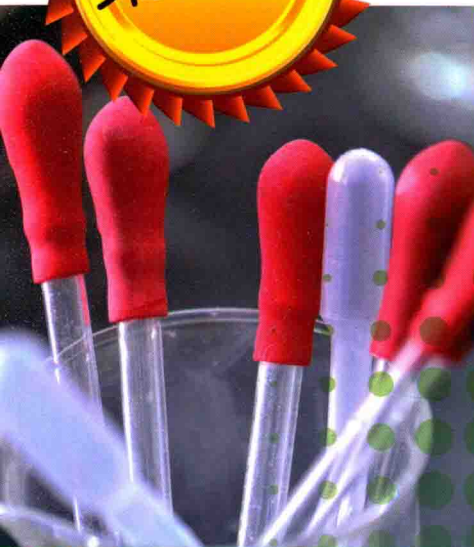
高等学校教材

新编基础化学实验(I)

—— 无机及分析化学实验

倪哲明 刘秋平 夏盛杰 主编
浙江工业大学化学工程学院 编

第二版



高等学校教材

新编基础化学实验(I)

——无机及分析化学实验

倪哲明 刘秋平 夏盛杰 主编
浙江工业大学化学工程学院 编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书首先介绍了化学实验基础知识与基本技能,然后按基本操作实验、常数测定实验、元素性质实验、定量分析实验、基础综合实验等5个方向设置了61个实验,实验内容安排由浅入深、由简到繁,有利于学生实验操作水平的提高。最后一章安排了7个英文的常规经典实验,为学生专业英语水平的提高打下了良好基础。

本书可作为高等院校化学化工类专业本科生的实验教材,对其他专业亦适用。

图书在版编目(CIP)数据

新编基础化学实验. I——无机及分析化学实验/
倪哲明,刘秋平,夏盛杰主编.—2版.—北京:化
学工业出版社,2015.9

高等学校教材

ISBN 978-7-122-24368-3

I. ①新… II. ①倪…②刘…③夏… 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. ①O6-3

中国版本图书馆CIP数据核字(2015)第135686号

责任编辑:宋林青

装帧设计:史利平

责任校对:宋 玮

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:高教社(天津)印务有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张12¼ 字数300千字 2015年9月北京第2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:25.00元

版权所有 违者必究

前 言

著名化学家门捷列夫说过,“从开始有测量的时候才开始有科学”。化学实验无疑是近现代化学快速发展的基础。本书自 2006 年出版以来,已在许多高校使用,受到师生好评。古人云“十年树木,百年树人”,10 年后的今天,当代化学的发展已日新月异,化学教育,尤其是化学实验也注入了许多新思想、新理论和新技能,如绿色化、减量化、仪器化、信息化,化学实验更加注重生态环保,更加关注学生绿色化学素养和理念的养成,因此,本书的修订再版,体现了现代化学的特征和时代的潮流。我们教学团队在《新编基础化学实验(I)——无机及分析化学实验》第一版的基础上,做了大量的修正与修改,使得第二版的实验内容更加丰富、实验手段更加环保、实验仪器更加充实,整本教材更加国际化。具体修改和修正的工作有以下几个方面。

1. 从环境保护的角度出发,加强了实验室废弃物处理的内容,尤其增加了无机化学实验常见废弃物的处理方法。同时,我们对第一版中一些强酸强碱的用量进行了减量处理,如实验 34 中原来的 1:5 浓硫酸的用量从 30mL 减少到 15mL。在不影响实验现象的情况下,尽可能减少药品用量,如实验 60 中减少取样量一半,使随后的所有试剂都有了相应的减少,等等。

2. 尽量选用无毒无害的实验内容,修改了部分实验。如实验 49,把使用苯的同系物改用醇的同系物,受到学生与教师的欢迎。

3. 更新了新型号的仪器,如电子天平的使用实验,用了新型号的天平。更新了部分新的网址与网站。

4. 为了适应日益增长的国际化需求,编写了新的章节,如增加了第七章英文实验。

第二版的工作主要是在第一版的基础上完成的,化学实验教学示范中心副主任刘秋平老师完成了实验内容的修改,化学系的夏盛杰博士完成了英文实验的编写工作。全书由倪哲明策划与统稿。

由于编者学识水平所限,本书难免有疏漏或不当之处,恳请各位读者及专家不吝赐教。

编者

2015 年 5 月于浙江工业大学屏峰校区

第一版前言

化学是研究物质的结构、组成、性质和变化规律的学科。化学实验是化学研究的重要手段和方法,从某种意义上讲,化学是一门实验科学。大学化学基础实验是理工科学生所必须经历的基本教学环节,是从感性到理性,从理论到实践,加深对物质变化内在规律认识的重要途径,是培养学生基本化学素养的有效方法。因此,根据现代化学发展的特点和趋势,科学地设置大学化学的实验内容,让学生接受完整的化学实验技能和方法训练,是深化大学基础化学实验教学改革的重要内容,而组织编写《新编基础化学实验》是教学改革的一次尝试。

长期以来,四大化学(无机化学、有机化学、分析化学和物理化学)的实验彼此独立,自成体系,许多实验内容交叉重复,实验室的资源分散,仪器设备不能优化配置,实验教学改革不能适应基础化学教学的需要。《新编基础化学实验》系列教材科学、合理、有效地重组实验内容和体系,打破学科的界限,目的是使学生更好地掌握化学实验的基本操作技能、基本实验方法,培养学生分析和解决基本化学问题的能力,为今后专业教学和研究奠定良好的基础。

《无机及分析化学实验》是此系列教材的第一本,本书主要是针对大学低年级学生而编写的。本教材具有以下几个特点。

1. 实验内容的安排以加强实验技能的综合训练和素质能力培养为主线,将实验内容分为三个层次:基本技能训练实验;应用技能训练实验;综合技能训练实验。三个层次的实验由浅入深,由简到繁,由单元技能训练到组合技能训练,最后跨入综合性设计实验,循序渐进,逐步提高。让学生逐步建立应用意识,掌握必备的化学实验技能和方法,确立正确的量的概念,培养良好的实验素养和严谨的科学态度,使学生初步具备获取知识的能力和开拓创新的能力,并树立不断学习、终生学习的观念并学会科学的思维方法。

2. 实验内容涉及无机合成、组分提纯、定性和定量分析、物性及相关化学常数测定。由于实验独立设课,因而教材中增设实验原理、方法与技能的理论课内容。

3. 本实验教材的特色是增添了许多综合性实验。这些实验需要综合已学知识,结合实践,运用综合技能完成。实验中结合了计算机辅助教学,力图达到提高学生素质和实践能力的目的。

4. 本教材在编写中,改变了单一传授技能训练的模式,加强了学生自行设计类型的实验内容,让学生有充分思考、开拓和创新的余地,让学生在参与设计性的综合实验中,体会科学研究的特点和规律。在编写时还从不同层次的实验教学要求出发,在每一类型实验中都编写了一组平行实验,以供挑选。所以本书也可供其他学校化学化工类或相关专业的学生选用。

参加本实验教材编写的主要有陈爱民、赵少芬、王力耕、黄荣斌、曹晓霞、程晶波。潘国祥为本教材的编排付出了辛勤的劳动,浙江工业大学化学工程与材料学院的领

导和实验中心的老师也对本书的出版作出了贡献，在此一并感谢。

用新的教学思想和理念编写实验教材是一种新的尝试，限于编者水平，书中疏漏和不当之处在所难免，恳请使用本书的师生、读者批评指正。

编 者

2006年6月于朝晖

目 录

第一章 化学实验基础知识与基本技能	1
第一节 实验室基本知识	1
一、实验室学生守则	1
二、实验室的安全与防护	1
三、实验室用水的规格、制备与检验	3
四、加热装置和使用方法	4
五、实验室常用玻璃仪器及其它制品	7
六、常用玻璃仪器的清洗与干燥	15
七、试剂及取用方法	15
八、固、液分离及沉淀的洗涤	17
九、化学实验室危险废弃物分类及处理	20
第二节 实验中数据表达与处理	22
一、误差产生的原因与消除减免的方法	22
二、准确度与精密度	24
三、数据记录、有效数字及其运算规则	25
四、数据处理与实验结果的表达	26
五、实验预习、实验记录和实验报告	31
第三节 基础化学实验常用仪器的使用	31
一、电子天平	31
二、酸度计	32
三、分光光度计	35
四、气相色谱仪	36
第二章 基本操作实验	41
实验一 化学实验仪器准备	41
实验二 氯化钠的提纯	42
实验三 分析天平的使用及称量练习	44
实验四 容量仪器的校正	45
实验五 酸碱标准溶液的配制和比较	48
实验六 酸碱标准溶液的标定	49
实验七 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	50
实验八 溶液 pH 值的电位测定	51
第三章 常数测定实验	54
实验九 置换法测定摩尔气体常数 R	54
实验十 化学反应速率、反应级数和活化能的测定	55
实验十一 弱电解质电离常数的测定	57

实验十二	$I_3^- \rightleftharpoons I_2 + I^-$ 体系平衡常数的测定	58
实验十三	分光光度法测定 $[Ti(H_2O)_6]^{3+}$ 的分裂能	59
实验十四	硫酸钙溶度积的测定 (离子交换法)	61
实验十五	过氧化氢分解速率常数和活化能的测定	63
第四章	元素性质实验	66
实验十六	锡与铅元素性质	66
实验十七	氮与磷元素性质	67
实验十八	砷、锑及铋元素性质	70
实验十九	氧与硫元素性质	73
实验二十	铬与锰元素性质	76
实验二十一	铁、钴及镍元素性质	79
实验二十二	铜与银元素性质	83
实验二十三	锌、镉及汞元素性质	86
实验二十四	混合阳离子的分析	89
实验二十五	混合阴离子的分析	90
第五章	定量分析实验	93
实验二十六	工业硫酸含量的测定 (酸碱滴定法)	93
实验二十七	有机酸分子量的测定	93
实验二十八	液碱中 NaOH、 Na_2CO_3 含量的测定 (双指示剂法)	94
实验二十九	磷酸滴定曲线的绘制及含量测定 (电位滴定法)	95
实验三十	水硬度的测定 (配位滴定法)	96
实验三十一	铁铝混合液中铁和铝含量的连续测定 (配位滴定法)	97
实验三十二	铅铋混合液中铅和铋含量的连续测定 (配位滴定法)	99
实验三十三	铁矿中全铁的测定 (无汞测铁法)	100
实验三十四	黄铜中铜含量的测定 (碘量法)	101
实验三十五	硫化钠试液中总还原能力的测定	103
实验三十六	过氧化氢含量的测定 ($KMnO_4$ 法)	104
实验三十七	氯化钡中钡的测定 ($BaSO_4$ 重量法)	105
实验三十八	食盐溶液中氯含量的测定	106
实验三十九	钛的测定 (目视比色法)	108
实验四十	邻二氮菲分光光度法测定铁 (基本条件试验和配合物组成的测定)	109
实验四十一	低合金钢中钒的测定 (萃取光度法)	111
实验四十二	发样中痕量锰的测定 (催化光度法)	113
实验四十三	硫酸铜中铜含量的测定	114
实验四十四	氟离子选择电极测定饮用水中 F^- 含量	115
实验四十五	水中化学需氧量 (COD) 的测定 (高锰酸钾法)	117
实验四十六	EDTA 标准溶液的配制与标定	118
实验四十七	葡萄糖含量的测定 (碘量法)	120
实验四十八	铵盐中含氮量的测定 (甲醛法)	121
实验四十九	醇同系物的气相色谱分离及含量测定	122

实验五十	气相色谱法测定白酒中乙醇的含量	123
实验五十一	气相色谱法测定试剂丙酮中的微量水	125
实验五十二	空气中氧、氮的气相色谱分析	126
第六章	基础综合实验	129
实验五十三	高品位无机颜料的制备与成分测定	129
实验五十四	过碳酸钠的合成和活性氧的化学分析	131
实验五十五	含锌药物的制备及含量测定	135
实验五十六	三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成及组成测定	138
实验五十七	含铬废水的处理	140
实验五十八	蛋壳中 Ca、Mg 含量的测定	143
实验五十九	茶叶中微量元素的鉴定与定量测定	146
实验六十	抗贫血药物硫酸亚铁 ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 的制备与分析	149
实验六十一	食用醋中总酸度的测定	151
Chapter 7	Experiment in English	153
Experiment 62	The Claim, Identify and Washing of Glass Apparatus; The Weighing Practice of Electronic Balance	153
Experiment 63	Determination of Molar Gas Constant	155
Experiment 64	Purification of Sodium Chloride	158
Experiment 65	Determination of a Rate Law and Activation Energy	160
Experiment 66	Determination of Ionization Constant of Acetic Acid	162
Experiment 67	Preparation and Standardization of Hydrochloride Acid Solution	163
Experiment 68	Preparation and Standardization of Sodium Hydroxide Solution	165
附录		167
附录 1	国际单位制 (SI) 和我国的法定计量单位	167
附录 2	常见化合物的摩尔质量	168
附录 3	常见的酸碱指示剂	170
附录 4	常见难溶电解质的溶度积 ($18\sim 25^\circ\text{C}$)	171
附录 5	弱酸弱碱在水溶液中的解离常数 (25°C)	173
附录 6	常见配离子的标准稳定常数	174
附录 7	不同温度 ($0\sim 40^\circ\text{C}$) 下水的饱和蒸气压/Pa	175
附录 8	常见离子和化合物的颜色	176
附录 9	常用基准物及其干燥条件	178
附录 10	常用离子的主要鉴定方法	179
附录 11	常用试剂的配制方法	184
附录 12	危险品的分类、性质和管理	185
附录 13	常用化学网址	186
参考文献		188

第一章 化学实验基础知识与基本技能

第一节 实验室基本知识

一、实验室学生守则

- (1) 学生进入实验室工作，应严格遵守实验室管理条例，服从管理人员的安排。
- (2) 实验前必须认真预习，明确实验目的和基本要求；掌握实验原理、方法及步骤；了解仪器操作规程、药品性能和实验过程可能出现的问题。综合性实验必须在实验教师的指导下拟定正确的实验方案。
- (3) 实验过程中，须正确地进行操作，避免实验事故的发生。要爱护仪器设备，除指定使用的仪器外，不得随意乱动其他设备，实验用品不准挪作他用。
- (4) 要节约水、电和药品。对有毒有害物品必须在教师指导下进行处理，不准乱扔、乱放。
- (5) 不迟到，不早退，不无故缺席。如有特殊事情，必须与任课教师请假，并及时补做实验。
- (6) 因违反操作规程损坏或丢失仪器者应按有关规定赔偿。
- (7) 实验过程中，要保持室内安静，不准高声交谈，不得到处走动、影响他人实验。
- (8) 实验完毕，要及时清洁工作台，把清洁后的仪器、工具放回原处，并报告指导教师或管理人员，经同意后才能离开实验室。

二、实验室的安全与防护

在进行化学实验时，常会用到一些有腐蚀性、有毒、易燃易爆的化学药品以及玻璃仪器，某些电气设备、煤气等，如果不严格按照一定规则使用，容易造成触电、火灾、爆炸以及其它伤害事故，所以了解实验室的一般安全知识是防止事故发生、确保实验正常进行和人身安全的重要保证。

1. 实验室安全守则

- (1) 一切能产生刺激性气体或有毒气体的实验必须在通风橱中进行，有时也可用气体吸收装置吸收产生的有毒气体。倾倒试剂和加热溶液时，不可俯视，以防溶液溅出伤人。
- (2) 使用浓酸、浓碱、溴等强腐蚀性试剂时，要注意切勿溅在皮肤和衣服上，严禁用嘴直接吸取强酸、强碱，应用洗耳球吸取。
- (3) 一切有毒药品必须妥善保管，按照实验规则取用。有毒废液不可倒入下水道中，应集中存放，并及时加以处理，在处理有毒物品时，应戴护目镜和橡皮手套。
- (4) 钾、钠和白磷等物质暴露在空气中易燃烧，所以钾、钠应保存在煤油中，白磷可保存在水中。苯、乙醚、乙醇、丙酮等易燃有机溶剂应远离火源。实验室不允许存放大量易燃物品。
- (5) 容易爆炸的试剂，如浓高氯酸、有机过氧化物、芳香族化合物、多硝基化合物和硝

酸酯等要防止受热和敲击。

(6) 在实验中，仪器装置和操作必须正确，以免引起爆炸，例如常压下蒸馏和加热回流，仪器装置必须与大气相通。

(7) 严格遵守气体钢瓶的使用规则。不纯的氢气遇火易爆炸，操作时严禁接近烟火。点燃前，必须检验并确保纯度。

(8) 实验室内严禁饮食及喝水，实验完毕后应洗净双手。离开实验室时，应关好水、煤气和电源开关；实验室药品及实验时的产物不得带离实验室。

(9) 金属汞易挥发，当被人吸收后，易引起慢性中毒。所以当温度计打破或汞洒落在桌面上时，必须尽可能收集起来，并用硫黄粉盖在洒落的地方，使汞变成不挥发的硫化物。

(10) 如发现违反实验室安全制度的各种情况，要及时向实验室教师报告。

2. 实验室意外事故的急救处理

(1) 玻璃割伤：应先取出伤口中的碎片，并在伤口处擦龙胆紫药水，用纱布包扎好伤口。如伤口较大，应立即就医。

(2) 烫伤：伤势不重，擦些烫伤油膏（如玉树油等）；伤势重时，应立即就医。

(3) 酸灼伤：酸溅在皮肤上，可先用水冲洗，然后擦碳酸氢钠油膏或凡士林；若酸溅入眼内或口内，用水冲洗后，再用 3% NaHCO_3 溶液洗眼睛或漱口，并立即就医。

(4) 碱溅伤：碱溅在皮肤上立即用水冲洗，然后用硼酸饱和溶液洗，再涂凡士林或烫伤油膏；若溅在眼内或口内，除冲洗外，应立即就医。

(5) 吸入刺激性或有毒气体（如硫化氢）而感到不适时，立即到室外呼吸新鲜空气。

(6) 误食毒品：一般是服用肥皂液或蓖麻油，并用手指插入喉部以促进呕吐，然后立即就医。

(7) 触电：立即切断电源，必要时对伤员进行人工呼吸。

(8) 火灾：实验室发生火灾时，一般用沙土或 CCl_4 灭火器或 CO_2 泡沫灭火器扑灭（有些试剂，如金属钠与水作用会引起燃烧或爆炸，因此不可用水扑灭）。如火势小，可用湿布或沙土等扑灭。但如果是电气设备着火，则必须用 CCl_4 灭火器，因为这种灭火方式不导电，不会损坏仪器或使人触电，此时绝不可用水或 CO_2 泡沫灭火器。

以上仅举出几种预防事故的措施和急救方法，如需更详尽地了解，可查阅有关的化学手册和文献。

3. 安全用电

化学实验与电的关系密切，对实验人员来说，掌握一定的电气安全知识是十分必要的。电对人体的伤害可分为外伤和内伤。电外伤包括电灼伤、电烙印等，通常是局部性的，一般危害不大。而电内伤就是电击，是电流通过人体内部组织而引起的，通常所说的触电事故基本上都是指电击而言。一般情况下，45V 以上具有较大电流的电源是危险电源。对于 50 周的交流电，10mA 以上能使肌肉强烈收缩，25mA 以上可导致呼吸困难，甚至停止呼吸，100mA 以上可使心脏的心室产生纤维颤动，以致无法救治。直流电对人体的危害与交流电相仿，若两手同时接触 45V 的电源两极则会打手。为防止触电，在实验中应注意以下几点：

(1) 一切电气设备应有足够的绝缘，其金属外壳应接地线，绝不允许用潮湿的手进行操作。

(2) 不许带电修理或安装设备！不许用电笔试高压电！

(3) 在安装仪器或连接线路时，电源线应最后接上。在结束实验拆除线路时，电源线应首先断路。

(4) 防止设备超负荷工作或局部短路，要使用合格的保险丝。

三、实验室用水的规格、制备与检验

1. 实验室用水的规格及检验方法

(1) 化学实验室用水的规格

国家标准 GB 6682—92《分析实验室用水规格和试验方法》将适用于化学分析和无机痕量分析等试验用水分成三个等级：一级水、二级水和三级水。表 1-1 列出了各级分析实验室用水的规格。

表 1-1 分析实验室用水的规格及主要技术指标（引自 GB 6682—92）

指标名称	一 级	二 级	三 级
pH 范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)/mS·m ⁻¹	≤0.01	≤0.10	≤0.50
可氧化物质(以氧计)/mg·cm ⁻³	—	<0.08	<0.4
蒸发残渣(105℃±2℃)/mg·cm ⁻³	—	1.0	≤2.0
吸光度(254nm, 1cm 光程)	0.001	0.01	—
可溶性硅(以 SiO ₂ 计)/mg·cm ⁻³	<0.01	<0.02	—

(2) 化学实验室用水的检验方法

① 一般检验方法 为方便起见，化学实验室用的纯水可采用电导率法和化学方法检验。离子交换法制得的纯水可以用电导率仪监测水的电导率，根据电导率确定何时需再生交换柱。注意在取样后要立即测定，以避免空气中的二氧化碳溶于水中，使水的电导率增大。也可采用表 1-2 的化学方法检验。

表 1-2 实验室用水的化学检验方法

测定项目	检验方法及条件	指示剂	现象	结 论
阳离子	取水样 10cm ³ 于试管中，加 2~3 滴氨缓冲溶液，使 pH=10	铬黑 T 2~3 滴	蓝色	无钙、镁等离子
			紫红色	含阳离子
阴离子	取水样 10cm ³ 于试管中，加入数滴硝酸酸化后的硝酸银溶液		白色浑浊	有氯离子
			无色透明	无氯离子
pH 值	取水样 10cm ³	甲基红 2 滴	不显红色	符合要求
	取水样 10cm ³	溴甲基酚蓝 5 滴	不显蓝色	符合要求

② 标准方法简介

a. 测定 pH 值范围 量取 100cm³水样，用 pH 计测定 pH 值。

b. 电导率 用电导率仪测定电导率。一、二级水测定时，配备电极常数为 0.01~0.1cm⁻¹的“在线”电导池，使用温度自动补偿。三级水测定时，配备电极常数为 0.1~1cm⁻¹的电导池。

c. 吸光度 将水样分别注入 1cm 和 2cm 的吸收池中，于 254nm 处，以 1cm 吸收池中的水样为参比，测定 2cm 吸收池中水样的吸光度。若仪器灵敏度不够，可适当增加测量吸收池的厚度。

d. 可氧化物质 量取 1000cm³二级水（或 200cm³三级水）置于烧杯中，加入 5.0cm³（20%）硫酸（三级水加入 1.0cm³硫酸），混匀。加入 1.00cm³ [c(1/5KMnO₄)=

$0.01\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$] 高锰酸钾标准滴定溶液, 混匀, 盖上表面皿, 加热至沸并保持 5min, 溶液粉红色不完全消失。

e. 蒸发残渣 量取 1000cm^3 二级水 (500cm^3 三级水), 分几次加入到旋转蒸发器的 500cm^3 蒸馏瓶中, 于水浴上减压蒸发至剩约 50cm^3 时, 转移到已于 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 质量恒定的玻璃蒸发皿中, 用 $5 \sim 10\text{cm}^3$ 水样分 2~3 次冲洗蒸馏瓶, 洗液合并入蒸发皿, 于水浴上蒸干, 并在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的电烘箱中干燥至质量恒定。残渣质量不得大于 1.0mg 。

f. 可溶性硅 量取 520cm^3 一级水 (二级水取 270cm^3), 注入铂皿中, 在防尘条件下亚沸蒸发至约 20cm^3 , 加 1.0cm^3 铂酸铵溶液, 摇匀后放置 5min, 加入 1.0cm^3 草酸溶液, 摇匀后再放置 1min 后, 加入 1.0cm^3 对甲氨基酚硫酸盐溶液, 摇匀转移至 25cm^3 比色管中, 定容。于 60°C 水溶液中保温 10min, 目视比色, 溶液所呈蓝色不得深于 $0.50\text{cm}^3 0.1\text{mg} \cdot \text{cm}^{-3}$ SiO_2 。标准溶液用水稀释至 20cm^3 经同样处理的标准对比溶液。

2. 纯水的制备

(1) 蒸馏法制纯水

将天然水用蒸馏器蒸馏就可得到蒸馏水。蒸馏水中仍含有一些杂质, 原因是二氧化碳及某些易挥发物随水蒸气带入蒸馏水中; 少量液态水成雾状, 进入蒸馏水中; 冷凝管材料成分带入蒸馏水中。为消除蒸馏水中的有机物, 可在硬质玻璃或石英蒸馏器中加入适量碱性高锰酸钾溶液进行二次蒸馏, 收集中段的重蒸馏水。

(2) 离子交换法制纯水

用离子交换法制取的纯水也叫“去离子水”或“脱离子水”。用离子交换法制取的纯水电导率可达到很低, 但其缺点是不能除去非电解质、胶体物质、非离子化的有机物和溶解的空气等。另外, 树脂本身也会溶解出少量有机物。对于一般的化学实验, 离子交换法制取的纯水是完全能够满足需要的。由于其操作技术较易掌握, 设备可大可小, 且比蒸馏法成本低, 因此是目前化学实验室中最常用的方法。

(3) 电渗析法制纯水

电渗析法制纯水是利用离子交换膜的选择性, 在外加直流电场作用下, 使一部分水中的离子透过离子交换膜迁移到另一部分水中, 造成一部分水淡化, 另一部分水浓缩, 淡水即为所需要的纯化水。其缺点是耗水量较大, 只能除去水中的电解质, 且对弱电解质去除效率低, 因此这种方法不适于单独制取纯水, 可以与反渗透或离子交换法联用。电渗析法的特点是仅消耗少量电能, 不像离子交换法需消耗酸碱及产生废液, 因而无二次污染。由于设备自动化, 电渗析法制取纯水几乎不需要占用人工。

3. 超纯水的制备

一般的化学实验采用纯水即可满足要求, 而某些分析工作则需采用超纯水。如无机痕量分析或原子吸收分析中, 要求具有很低的空白值; 高效液相色谱分析中, 要求控制有机物和颗粒。目前, 国内外已有定型产品, 可采用超纯水制造装置来制备超纯水, 以满足实验的需求。

四、加热装置和使用方法

1. 加热装置

(1) 煤气灯

实验室中如果备有煤气, 在加热操作中常用煤气灯。煤气由导管输送到实验台上, 用橡

皮管将煤气龙头和煤气灯相连。煤气中含有毒的物质，所以绝不可把煤气逸到室内。不用时，一定要注意把煤气龙头关紧。

观察煤气灯的构造时（图 1-1），可以转下灯管 1，这时可以看到灯座的煤气出口 2 和空气入口 3。转动灯管 1，能够完全关闭或不同程度地开放空气入口，以调节空气的输入量。灯座下有螺旋针 4，可控制煤气的输入量。

当煤气完全燃烧时，生成不发光亮的无色火焰，可以得到最大的热量。但当空气不足时，煤气燃烧不完全，便会析出炭质，生成光亮的黄色火焰。不发光亮的无色火焰（图 1-2）可以分为三个锥形区域：内层 1，在这里空气和煤气进行混合，并未燃烧。中层 2，在这里煤气不完全燃烧，生成含碳的产物，这部分火焰具有还原性，称为还原焰。外层 3，在这里煤气完全燃烧，但由于含有过量的空气，这部分火焰具有氧化性，称为“氧化焰”。在煤气火焰中，各部分的温度如图 1-2 所示。点燃煤气时先关上空气入口 3（图 1-1），再划火柴，然后打开煤气开关，将火柴从下斜方向移近灯口将灯点燃，然后调节空气和煤气进入量直至两者比例适当，火焰正常为止。燃烧完全时，火焰应无声无色，呈不光亮的锥形，如图 1-3（a）。如果点燃煤气时空气和煤气入口都开得太大，火焰就会临空燃烧，称为“临空火焰”，见图 1-3（b），当煤气进口开得很小，而空气入口开得太大时，进入的空气太多，就会产生“侵入火焰”，见图 1-3（c），此时煤气在管内燃烧，并发出“嘶嘶”的响声，火焰的颜色变成绿色，灯管被烧得很烫。发生这种现象时，应立即关闭煤气，用湿布将灯管冷却后再关闭空气入口，重新点燃（必须注意，在产生侵入火焰时，灯管很烫，切勿立即用手去调节空气入口，以免烫伤）。煤气量的大小一般用煤气阀门来调节，也可用煤气灯下的螺丝来调节。

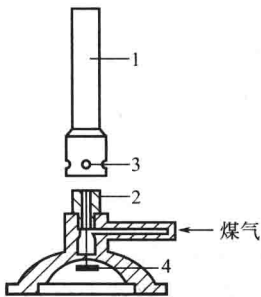


图 1-1 煤气灯的构造
1—灯管；2—煤气出口；3—空气入口；4—螺旋针

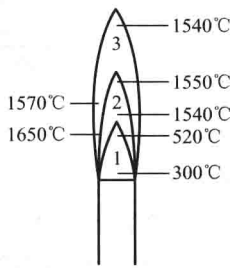


图 1-2 火焰各区域的温度
1—内层；2—中层；3—外层

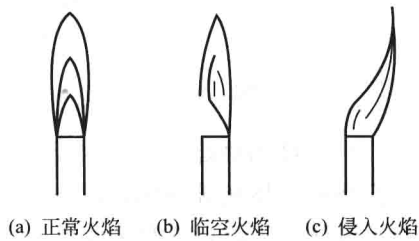


图 1-3 各种火焰

（2）电炉和箱形电炉（旧称马弗炉）

根据需要，实验室还常常用电炉或箱形电炉进行加热。它们都是通过电热丝而产生热量的。针对加热物的不同要求，可选用不同功率、不同形式的电热炉。

① 电炉 电炉（图 1-4）可以代替酒精灯或煤气灯用于一般加热，其温度高低可以通过调节电阻（外接可调变压器）来控制。加热时容器和电炉之间隔一块石棉网，保证受热均匀。

② 箱形电炉 箱形电炉（图 1-5）的炉膛呈长方形，也是用电热丝或硅碳棒来加热，最高温度可达 1100~1200℃。使用时将试样置于坩埚内，放入炉膛中加热，温度一般由温度控制器自动控制。



图 1-4 电炉

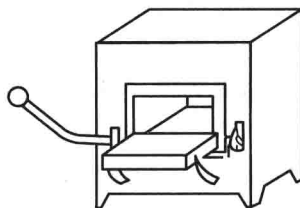


图 1-5 箱形电炉

2. 加热方法

(1) 直接加热试管中的液体和固体

直接加热试管中的液体时，应擦干试管外壁，用试管夹夹住试管口 $1/3$ 处，手持试管夹的长柄进行加热操作。试管口向上倾斜（见图 1-6），管口不能对着自己或他人，以免溶液在煮沸时迸溅烫伤。液体量不能超过试管高度的 $1/3$ ，加热时要先均匀微热，再集中加热，以防止液体喷出，应先振摇试管或间歇加热。

直接加热试管中的固体时，也可将试管固定在铁架台上，试管口要稍向下倾斜，略低于管底（见图 1-7），防止冷凝的水珠倒流至灼热的试管底部炸裂试管。

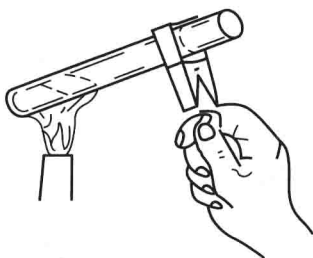


图 1-6 加热试管中的液体

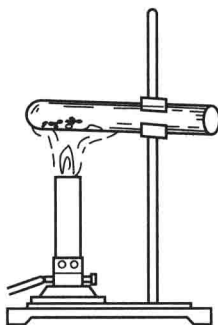


图 1-7 加热试管中的固体

(2) 直接加热烧杯、烧瓶等玻璃仪器中的液体

在烧杯、烧瓶等玻璃仪器中加热液体时，玻璃仪器必须放在石棉网上，以防受热不均而破裂。液体量不超过烧杯的 $1/2$ 、烧瓶的 $1/3$ 。加热含较多沉淀的液体以及需要蒸干沉淀时，用蒸发皿比用烧杯好。

(3) 水浴、油浴或砂浴

为了消除直接加热或在石棉网上加热容易发生过热等缺点，可使用各种加热浴。

① 水浴 当被加热物质要求受热均匀而温度又不能超过 100°C 时，可用水浴加热。水浴是在浴锅中盛水（一般不超过容量的 $2/3$ ），将要加热的器具浸入水中（但不能触及锅底），就可一定温度（或沸腾）下加热。若盛放加热物的容器并不浸入水中，而是通过蒸发出的热蒸汽来加热，则称之为水蒸气浴。

通常使用的水浴如图 1-8 (a) 所示，都附带一套具有大小不同的同心圆的环形铜（或铝）盖，可根据加热容器的大小选择，以尽可能增大器皿底部受热面积而又不落入水浴为原则。为了方便起见，无机化学实验中也常用大烧杯替代水浴锅。

② 油浴和砂浴 当被加热物质要求受热均匀，而温度高于 100°C 时，可使用砂浴或油浴加热。油浴是以油代替浴锅中的水。一般加热温度在 $100\sim 250^{\circ}\text{C}$ 时可用油浴。油浴的优点

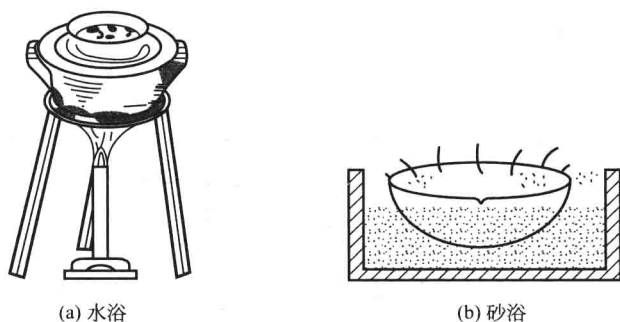


图 1-8 水浴和砂浴

在于温度容易控制在一定范围内，容器内的反应物受热均匀。容器内及反应物的温度一般要比油浴温度低 20°C 左右。

常用的油有甘油（甘油浴用于 150°C 以下的加热）、液体石蜡（液体石蜡用于 200°C 以下的加热）等。使用油浴要小心，防止着火。当油的冒烟情况严重时，应立即停止加热。油浴中应悬挂温度计以便随时控制温度。加热完毕后，把容器提离油浴液面，仍用铁夹夹住，放置在油浴上面，待附着在容器外壁上的油流完后，用纸和干布把容器擦干净。

砂浴是将细砂盛在平底铁盆内。操作时，可将器皿欲加热部分埋入砂中，见图 1-8 (b)，用煤气灯非氧化焰进行加热（注意，如用氧化焰强热，就会烧穿盘底）。若要测量温度，必须将温度计水银球部分埋在靠近器皿处的砂中。

(4) 坩埚

高温加热或熔融固体时，根据原料不同可选用不同材料的坩埚（如瓷质坩埚、金属坩埚及耐火材料坩埚等）。加热时，将坩埚放在泥三角上（见图 1-9），用氧化焰灼烧，先小火，后强火。因普通煤气灯只能加热到 700°C 左右，故若需灼烧到更高温度时，应将坩埚置于马弗炉中进行强热。移动坩埚时，必须使用干净的坩埚钳。坩埚钳用过后，应按图 1-10，钳头朝上，平放在石棉板上。

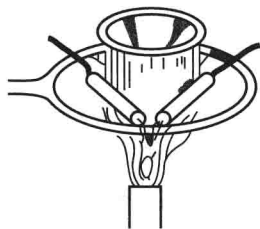


图 1-9 坩埚加热

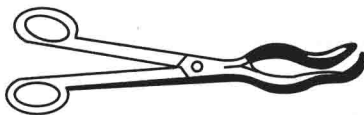


图 1-10 坩埚钳的放置

五、实验室常用玻璃仪器及其它制品

1. 常用玻璃仪器介绍

化学实验常用仪器中，大部分为玻璃制品和一些瓷质类器皿。玻璃仪器种类很多，按用途大体可分为容器类、量器类和其它器皿类。容器类包括试剂瓶、烧杯、烧瓶等。根据它们能否受热又可分为可加热的和不宜加热的器皿。量器类有量筒、移液管、滴定管、容量瓶等。量器类一律不能受热。其它器皿包括具有特殊用途的

玻璃器皿，如冷凝管、分液漏斗、干燥器、分馏柱、砂芯漏斗、标准磨口玻璃仪器等。瓷质类器皿包括蒸发皿、布氏漏斗、瓷坩埚、瓷研钵等。化学实验中常用的仪器如图 1-11、图 1-12 所示。

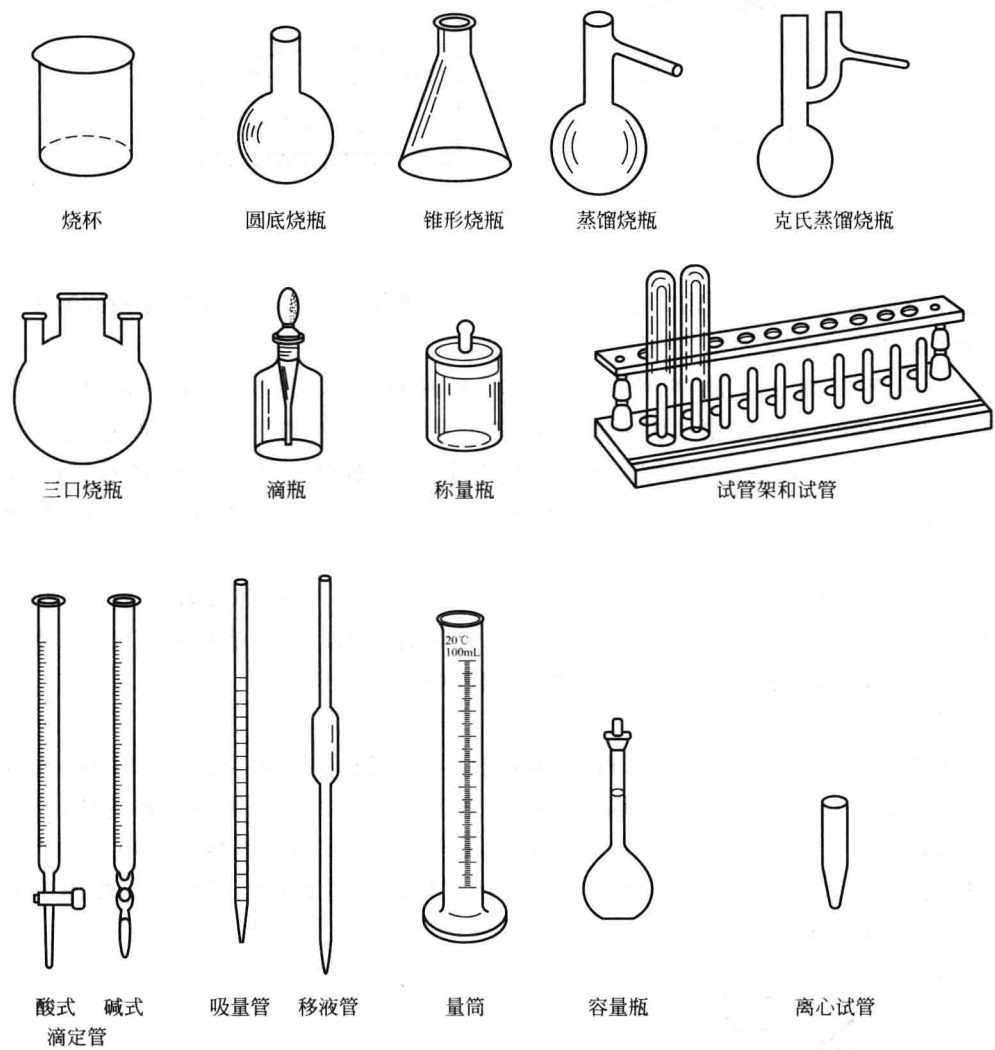


图 1-11 容器类和量器类玻璃仪器

标准磨口玻璃仪器（简称标准口玻璃仪器）通常应用在有机化学实验中。标准磨口是根据国际通用技术标准制造的，国内已经普遍生产和使用。现在常用的是锥形标准磨口，其锥度为 1：10（锥体大端直径与锥体小端直径之比），即磨面的锥体轴向长度为 1：10。根据需要，标准磨口制作成不同的大小，通常以整数数字表示标准磨口的系列编号，这个数字是锥体大端直径（以毫米表示）最接近的整数。下面是常用的标准磨口系列：

编号	10	12	14	19	24	29	34
大端直径/mm	10.0	12.5	14.5	18.8	24.0	29.2	34.5

有时也用 D/H 两个数字表示标准磨口的规格，如 14/23，即大端直径为 14.5mm，锥