

化学化工实验

基础 · 综合 · 设计

赵龙涛 主编



化学工业出版社

化学化工实验

基础 · 综合 · 设计

赵龙涛 主编 刘 建 高玉梅 杨 柳 参加编写



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书首先介绍化学化工实验室安全守则和化学化工实验基础知识,然后按照基础实验、综合实验、设计实验的顺序将无机化学、分析化学、有机化学、物理化学、化工原理等课程的实验进行了整合,实验内容包括基本操作训练;化合物的提取、制备方法;化合物性质检验;综合设计实验等,结合实验内容讲解了实验仪器的操作。本书是作者在总结多年实验教学改革和实践的基础上,借鉴和吸收各高校教学改革经验编写而成。本书在实验内容选择和实验教学方法的设计中,充分注意结合化学化工实验的特点和实验学时的限制,体现了对学生既能进行具体的实验指导又能启发他们进行积极的思维。

本书可作为高等院校化学、化工、生物、药学、医学、食品、材料、环境、高分子等相关专业的基础化学化工实验教材,也可供相关领域的科研技术人员参考使用。

图书在版编目(CIP)数据

化学化工实验 基础·综合·设计/赵龙涛主编.
北京:化学工业出版社,2013.8
ISBN 978-7-122-17792-6

I. ①化… II. ①赵… III. ①化学实验-高等学校-
教材②化学工业-化学实验-高等学校-教材 IV. ①O6-3②TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 138084 号

责任编辑:杨 菁 李玉晖
责任校对:王素芹

文字编辑:糜家铃
装帧设计:张辉

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:大厂聚鑫印刷有限责任公司
787mm×1092mm 1/16 印张 19 字数 473 千字 2013 年 10 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:38.00 元

版权所有 违者必究

前 言

化学化工实验是化工类及其相关专业的专业基础课，实验教学在培养高科技人才的基本素质和能力方面具有其他基础课程无法替代的重要作用。为适应科学技术发展和实验教学改革的趋势，编者广泛参阅了近年来出版的化学化工类实验教材，结合自己的教学实践，编写这本《化学化工实验》。

本书涉及无机化学、分析化学、有机化学、物理化学、化工原理 5 门课程的基础实验，并将几门课程的实验进行了整合，按照基础性-综合性-设计性三个层次推进实验内容。全书共分 5 篇，包括化学化工实验室安全守则、化学化工实验基本知识、基础实验、综合实验、设计实验。实验内容涵盖基本操作训练；常规设备操作；化合物的提取、制备方法；化合物性质；综合设计实验等。本书在实验内容选择和实验教学方法的设计中，充分注意结合化学化工实验的特点和实验学时的限制，体现了对学生既能进行具体的实验指导又能启发他们进行积极思维。

本书由赵龙涛主编，刘建、高玉梅、杨柳参加编写。承蒙卢奎教授、高琳教授审稿，两位教授提出了许多宝贵的意见和积极的建议，帮助编者提高了书稿的质量，在此表示衷心感谢。同时历年来从事化学化工实验教学的老师和实验员以及历届学生的教学实践也给予我们很多有益的启示，在此谨致谢意。

本书既可作为高等院校化学工程与工艺及其相关专业的化学化工实验教学的教材或教学参考书，也可作为化工、石油、纺织、食品、环境工程、医药等领域从事科研、生产的技术人员的参考书。

由于编者水平所限，书中如有不妥之处，衷心希望读者给予指教，以使本教材日臻完善。

编 者
2013 年 4 月

目 录

第一篇 化学化工实验室安全守则

第一节 实验室的一般安全守则	1
第二节 事故的预防	1
第三节 意外事故的处理及救护措施	2

第二篇 化学化工实验基本知识

第一节 化学化工实验的目的	4
第二节 化学化工实验的学习方法	4
第三节 化学化工实验的基本操作	5
第四节 如何进行化学化工实验	26

第三篇 基础实验

实验一 滴定管、容量瓶和移液管的基本操作练习	32
实验二 电子天平称量练习	33
知识扩展：电子天平的使用方法	34
实验三 酸碱溶液的比较滴定	34
实验四 化学反应速率和活化能的测定	36
实验五 配合物的制备、性质与应用	40
实验六 盐酸标准溶液的配制及标定	42
实验七 碱液中 NaOH 及 Na_2CO_3 含量的测定	44
实验八 食醋中总酸量的测定	45
实验九 氯化物中氯的测定——莫尔法	46
实验十 高锰酸钾标准溶液的配制和标定	48
实验十一 过氧化氢含量的测定	50
实验十二 EDTA 标准溶液的配制和标定	51
实验十三 水的硬度测定（配位滴定法）	52
实验十四 弱酸电离常数的测定——pH 值测定法	54
知识扩展：酸度计（pSH-25 型）结构和使用方法	55
实验十五 蒸馏	56
实验十六 分馏	61
实验十七 水蒸气蒸馏	63
实验十八 减压蒸馏	66
实验十九 熔点测定	69
实验二十 重结晶	72
实验二十一 升华	76
实验二十二 萃取	78
实验二十三 色谱法	81

实验二十四	不饱和烃的性质	87
实验二十五	芳烃的性质	88
实验二十六	醇和酚的性质	89
实验二十七	醛和酮的性质	90
实验二十八	羧酸化合物的性质	92
实验二十九	羧酸衍生物的性质	92
实验三十	胺的性质	93
实验三十一	氨基酸、多肽和蛋白质的鉴别	94
实验三十二	恒温槽的装配和性能测试	95
知识扩展:	温度测量技术	98
实验三十三	燃烧热(焓)的测定	101
实验三十四	静态法测定液体饱和蒸气压	105
知识扩展:	压力及真空测量技术	107
实验三十五	凝固点降低测定蔗糖的相对分子质量	114
实验三十六	二组分完全互溶双液系的汽-液平衡相图的绘制	117
知识扩展:	阿贝折光仪	120
实验三十七	溶液偏摩尔体积的测定	121
实验三十八	一级反应——蔗糖转化的速率常数测定	123
知识扩展:	旋光仪	126
实验三十九	电位滴定	128
实验四十	原电池电动势和溶液 pH 值的测定	130
知识扩展:	电位差计	134
实验四十一	电导率法测定醋酸的电离常数	137
知识扩展:	DDS-11A 型电导率仪	140
实验四十二	最大气泡法测定溶液的表面张力	142
实验四十三	黏度法测定高聚物的摩尔质量	145
实验四十四	溶液吸附法测定固体物质的比表面	148
知识扩展:	722 型分光光度计	151
实验四十五	胶体的制备与电泳	155
实验四十六	流体流动阻力的测定	158
实验四十七	离心泵特性曲线测定	163
实验四十八	恒压过滤常数测定实验	167
实验四十九	空气-蒸汽对流给热系数测定	170
实验五十	流化床干燥实验	176

第四篇 综合实验

实验一	粗食盐的提纯	181
实验二	硫酸亚铁铵的制备	182
实验三	化学平衡常数的测定	184
实验四	铅、铋含量的连续测定	188
实验五	多种金属离子溶液中 Cu^{2+} 的测定	189
实验六	钙盐中钙的测定 (KMnO_4 法)	191
实验七	化学耗氧量的测定	193

实验八 铝合金中铝含量的测定	195
实验九 邻二氮菲吸光光度法测定铁	196
实验十 差示分光光度法测定铁	198
实验十一 离子选择性电极法测定水中氟离子	200
实验十二 火焰原子吸收光谱法测定水中钙含量	202
实验十三 气相色谱法测定白酒中甲醇的含量	203
实验十四 环己烯的制备	204
实验十五 1-溴丁烷的制备	205
实验十六 叔丁基氯的制备	207
实验十七 二苯甲醇的制备	207
实验十八 2-甲基-2-己醇的制备	208
实验十九 乙醚的制备	209
实验二十 苯乙醚的制备	211
实验二十一 正丁醛的制备	211
实验二十二 苯乙酮的制备	212
实验二十三 苯甲酸的制备	213
实验二十四 乙酸乙酯的制备	214
实验二十五 乙酸异戊酯的制备	215
实验二十六 硝基苯的制备	217
实验二十七 邻硝基苯酚、对硝基苯酚的制备	218
实验二十八 乙酰苯胺的制备	219
实验二十九 甲基橙的制备	220
实验三十 苯甲酸和苯甲醇的制备	222
实验三十一 乙酰乙酸乙酯的制备	223
实验三十二 肉桂酸的合成	224
实验三十三 乙酰水杨酸的合成	225
实验三十四 己内酰胺的制备	226
实验三十五 有机染料对位红的制备	228
实验三十六 己二酸的制备	230
实验三十七 茶叶中提取咖啡因	232
实验三十八 从黄连中提取黄连素	234
实验三十九 水蒸气蒸馏法提取花椒挥发油	235
实验四十 绿色植物中叶绿素的提取与分离	236
实验四十一 肥皂的制备	237
实验四十二 差热分析	239
实验四十三 二组分金属相图的绘制	242
实验四十四 电导法测定表面活性剂的临界胶束浓度	244
实验四十五 乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定	246
实验四十六 复杂反应——丙酮碘化速率常数、反应级数测定	249
实验四十七 表面吸附量的测定	252
实验四十八 循环伏安研究电极过程	255
实验四十九 络合物磁化率的测定	258
知识扩展：顺磁化率与分子结构	261

实验五十 筛板塔精馏过程实验	261
实验五十一 填料塔吸收传质系数的测定	266

第五篇 设计实验

实验一 HCl 和 NH_4Cl 混合液中各组分含量测定	272
实验二 NaH_2PO_4 和 Na_2HPO_4 混合液中各组分含量测定	272
实验三 洗衣粉中活性组分与碱度的测定	273
实验四 活性炭吸附法处理工业含酚废水	273
实验五 碱式碳酸铜的制备	274
实验六 由铝土矿制备聚碱式氯化铝	274
实验七 由废电池锌皮制备硫酸锌	275
实验八 汽车抗震剂——甲基叔丁基醚的制备	276
实验九 从番茄中提取番茄红素及 β -胡萝卜素	276
实验十 洗发香波的配制	277
实验十一 实用香料——乙基香兰素的合成	278
实验十二 防腐剂——对羟基苯甲酸乙酯的合成	279
实验十三 双酚 A 的制备	279

附 录

附录一 常用元素的元素符号及其相对原子质量	281
附录二 常用缓冲溶液的配制方法	281
附录三 常用干燥剂及应用范围	284
附录四 常用有机化合物的物理常数	285
附录五 化学试剂纯度等级和适用范围	289
附录六 不同温度下水的饱和蒸汽压	289
附录七 不同温度下水的表面张力 σ	290
附录八 气体钢瓶使用注意事项	291
附录九 甘汞电极的电极电势与温度的关系	292
附录十 常用参比电极电势及温度系数	292
附录十一 KCl 溶液的电导率	292
附录十二 在 298K 的水溶液中, 一些电解质的离子平均活度系数 (活度因子) $\gamma_{\pm}$	293
附录十三 乙醇-水气液相平衡数据	293
附录十四 乙醇水溶液折射率 (20℃)	294
附录十五 乙醇水溶液在常温常压下的物性数据	294
附录十六 乙醇-水溶液密度 (20℃) 与质量分数关系	295
参考文献	296

第一篇 化学化工实验室安全守则

进入化学化工实验室，每个人务必要重视安全问题，决不能麻痹大意。这就要求进入化学化工实验室的每一个人，都必须十分熟悉实验室的一般安全守则；熟悉易燃、易爆、具有腐蚀性的药物及毒物的使用规则；熟悉化学化工实验意外事故的处理及急救措施。在做每一个实验前都应充分了解该实验的有关安全注意事项，在整个实验过程中，都应集中注意力，严格遵守操作规程和各项安全守则，避免事故的发生。

第一节 实验室的一般安全守则

(1) 师生务必了解实验室内及周围环境各项灭火和救护设备(如沙箱、灭火器、急救箱等)及安放的位置，以及水、门、电闸的位置；熟悉各类灭火器的性能和使用方法。

(2) 遵守纪律，保持肃静，集中思想，认真操作。仔细观察各种现象，并如实地详细记录在实验报告中。严禁在实验室内饮食、吸烟。

(3) 使用电器时，要谨防触电。不要用湿手、湿物接触电器设备。实验后应随手关闭电器开关。

(4) 加热试管时，试管口不要对着自己和别人，也不要俯视正在加热的液体，以免液体溅出而受到伤害。

(5) 使用药品时应注意下列几点：

① 药品应按规定量取用，如果书中未规定用量，应注意节约，尽量少用。

② 取用固体药品时，注意勿使其洒落在实验台上。

③ 药品自瓶中取出后，不应倒回原瓶中，以免带入杂质而引起瓶中药品变质。

④ 试剂瓶用过后，应立即盖上塞子并放回原处，以免和其他瓶上的塞子弄错，混入杂质。

⑤ 同一滴管在未洗净时，不应在不同的试剂瓶中吸取溶液。

⑥ 实验教材中规定在做完实验后要回收的药品，都应倒入回收瓶中。

(6) 不要直接用手触及毒物。实验时应保持实验室和桌面清洁整齐，废纸、火柴梗和废液等应倒在废物缸内，严禁倒入水槽内，以防水槽堵塞和腐蚀，碎玻璃应放在废玻璃箱内回收。

(7) 使用精密仪器时，严格按照操作规程进行操作，细心谨慎，避免粗枝大叶而损坏仪器。如发现仪器有故障，应立即停止使用并报告指导教师，及时排除故障。

(8) 实验后，应将仪器洗刷干净，放回指定的位置，整理好桌面，把实验台擦干净，并打扫地面，最后检查水龙头是否关紧。实验室内一切物品(仪器、药品和产物等)不得带离实验室。离开实验室前，需经指导教师签字。实验完毕，洗净双手方可离开实验室。

(9) 根据原始记录数据，认真地写出实验报告，按时交给实验指导教师。

第二节 事故的预防

(1) 涉及氢气的实验，操作时要远离明火，点燃氢气前，必须先检查氢气的纯度。

(2)银氨溶液久置后会变成氮化银而发生爆炸,因此,用剩的银氨溶液必须酸化后回收。

(3)某些强氧化剂(如氯酸钾、过氧化钠、硝酸钾、高锰酸钾)或其混合物(如氯酸钾与红磷、碳、硫等的混合物)不能研磨,以防爆炸。

(4)钾、钠暴露在空气中或与水接触易燃烧,应保存在煤油中,并用镊子取用。

(5)白磷在空气中易自燃且有剧毒,能灼伤皮肤,切勿与人体接触,应保存在水中,在水下切割并用镊子取用。

(6)实验室中使用的有机溶剂大多是易燃的,因此,着火是有机实验中常见的事故。防火的基本原则是使火源与溶剂尽可能离得远些。易燃、易挥发药品不能放置在敞口容器中。盛有易燃有机溶剂的容器不得靠近火源,数量较大的易燃有机溶剂应放在危险药品橱柜内。

回流或蒸馏液体时应放沸石,以防溶液因过热暴沸而冲出。若在加热后发现未放沸石,则应停止加热,稍冷却后再放。否则在过热溶液中加入沸石会导致液体迅速沸腾,冲出瓶外而引起火灾。不要用火焰直接加热烧瓶,而应根据液体沸点高低采用相应的加热方法(如水浴加热)。冷凝水要保持畅通,以免大量蒸汽来不及冷凝就逸出而造成火灾。

(7)浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿使其溅在皮肤或衣服上,尤其要注意保护眼睛。稀释时(特别是浓硫酸),应将它们慢慢倒入水中而不能相反进行,以避免迸溅。

(8)实验中用的有些有毒物质会渗入皮肤,因此,在接触固体或液体有毒物质时,必须戴橡胶皮手套,操作后应立即洗手。切勿让毒品触及五官或伤口,例如氰化钠触及伤口后就会随着血液循环遍及全身,严重者会造成中毒死亡事故。能产生有毒、有刺激性恶臭气体(如硫化氢、氯气、一氧化碳、二氧化碳、二氧化氮、二氧化硫、溴等)的实验,都要在通风橱或台面通风口下面进行操作,并且实验开始后不要将头伸进橱内,器皿使用后应立即清洗。

(9)嗅闻气体时,用手轻拂气体,把少量气体扇向自己的鼻孔,决不能将鼻子直接对着瓶口。

(10)可溶性汞盐、铬(VI)的化合物、氰化物、砷盐、铋盐、镉盐和钡盐都有毒,不得进入口内或接触伤口,其废液也不能倒入下水道,应集中统一处理。

(11)金属汞易挥发,它在人体内会累积起来引起慢性中毒。一旦把汞洒落在桌上或地面,必须尽可能收集起来,并用硫黄粉盖在洒落的地方,使汞转变成不挥发的硫化汞。

(12)有些有机物遇到强氧化剂时会发生猛烈爆炸或燃烧,操作时应特别小心。存放药品时,应将氯酸钾、过氧化物、浓硝酸等强氧化剂和有机药品分开。

第三节 意外事故的处理及救护措施

(1)割伤。在伤口上抹红药水或紫药水,撒些消炎粉并包扎,或贴上止血贴。如被玻璃扎伤,应先挑出伤口里的玻璃碎片再包扎。

(2)烫伤。切勿用水冲洗,在烫伤处抹上烫伤膏或万花油。

(3)受酸腐蚀。先用大量水冲洗,再用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水洗,最后再用水洗。如果酸溅入眼内也用此法处理。

(4)受碱腐蚀。先用大量水冲洗,再用醋酸($20\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)洗,最后再用水冲洗。如果碱溅入眼中,可用硼酸溶液洗,再用水洗。

(5)受溴腐蚀。用苯或甘油洗,再用水洗。

(6)受白磷灼伤。用1%(质量分数)硫酸银溶液、1%(质量分数)硫酸铜溶液或浓高锰酸钾溶液洗后进行包扎。

(7)吸入刺激性气体。吸入氯、氯化氢气体时,可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气解毒。吸入硫化氢气体而感到不适时,立即到室外呼吸新鲜空气。

(8)毒物进入口内。把5~10mL 5%(质量分数)稀硫酸铜溶液加入一杯温水中,内服后,用手指伸入咽喉部,促使呕吐再送医院治疗。

(9)触电。首先切断电源,然后在必要时进行人工呼吸。

(10)起火。起火后,要立即一面灭火,一面防止火势扩展(如采取切断电源,停止加热,停止通风,移走易燃、易爆物品等措施)。灭火方法要根据起火原因采取扑灭的方法。

①一般的小火可用湿布、石棉布或沙土覆盖在燃烧物上。

②火势大时可用泡沫灭火器喷射起火处。

③由电器设备引起的火灾,不能用泡沫灭火器扑救(以免触电),只能用四氯化碳气体或二氧化碳灭火器扑灭。

④某些化学药品(如金属钠)和水反应引起的火灾,应用沙土来灭火。

⑤实验人员衣服着火时,切勿惊慌乱跑,应立即脱下衣服,或用石棉布覆盖着火处,或就地卧倒打滚。伤势重者,立即送医院。

第二篇 化学化工实验基本知识

第一节 化学化工实验的目的

化学化工实验是化学工程与工艺、高分子材料、轻化工程、环境工程、生物工程等各有关专业学生必修的一门重要基础实验课，它为学生学习专业基础课、专业课以及从事相关工作奠定必要的基础。该课程的目的主要是培养学生理论联系实际的工作作风，严谨的科学态度，良好的实验工作习惯，细致的观察能力、思维能力，综合分析问题和解决问题的能力。

(1)使学生通过实验获得感性知识，巩固和加深对化学基本理论、基础知识的理解。

(2)对学生进行严格的化学实验基本操作和基本技能的训练，使其学会使用一些常用仪器。

(3)培养学生独立进行实验、组织与设计实验的能力。例如，细致观察与记录实验现象的能力，正确测定与处理实验数据的能力，正确阐述实验结果的能力等。

(4)培养学生严谨的科学态度、良好的实验作风和环境保护意识。

化学化工实验课还为学生学习后续课程、参与实际工作和科学研究打下良好的基础。

第二节 化学化工实验的学习方法

要达到实验目的，不仅要有正确的学习态度，还需要有正确的学习方法。做好化学化工实验必须掌握如下几个环节。

1. 实验前的预习

学生在实验前应认真仔细阅读实验内容，预先了解实验的目的，了解所用仪器的构造和使用方法，了解实验操作过程。并结合实验教材及有关资料，全面了解实验方法，掌握实验原理，在全面预习的基础上写出实验预习报告。每人准备一个记录本写预习报告。预习报告要求写出实验目的、实验所用仪器和试剂、实验步骤，并列出实验时所要记录的数据表格。

2. 仔细实验，如实记录，积极思考

在实验操作过程中，应严格按照规范进行操作，并且随时注意观察记录实验现象，特别是有一些反常的现象出现时，不但要认真记录，而且要相信自己，不轻易放弃正在进行的实验，一定要进行到底并完整记录。记录实验数据必须完整、准确，不得随意更改或删减、修整实验数据，实验数据应清楚、整齐地记录在预习报告本已画好的数据表格中。同时要勤于思考分析问题，培养良好的实验习惯和科学作风。

3. 认真写好实验报告

写实验报告是化学化工实验课程的基本训练，书写实验报告时，要求开动脑筋、探讨钻研问题、认真计算。通过写实验报告，学生在实验数据处理、作图、误差分析、逻辑思维等方面都能得到训练和提高，达到加深理解实验内容、提高写作能力和培养严谨的科学态度的目的，为今后写科学论文打下良好基础。

4. 严格遵守实验室规则, 注意安全

保持实验室内安静、整洁。实验台面保持清洁, 仪器和试剂按照规定摆放整齐有序。爱护实验仪器设备, 实验中如发现仪器工作不正常, 应及时报告教师处理。实验中要注意节约。安全使用电、水和有毒或腐蚀性的试剂。每次实验结束后, 应将所用的试剂及仪器复原, 清洗好用过的器皿, 整理好实验室。

第三节 化学化工实验的基本操作

一、玻璃仪器的洗涤、干燥与存放

1. 玻璃仪器的洗涤

洗涤仪器是保证实验顺利完成的重要环节, 应当养成良好的习惯, 每次实验完成后, 应及时正确将仪器洗涤干净, 否则久置会使污垢不易洗掉, 洗涤时应注意:

①实验完毕后应趁热将仪器拆开, 以防仪器出现热套死现象。

②洗涤仪器时应在仪器冷却至室温后进行。如果仪器用水洗刷不干净, 需用毛刷蘸取少量去污粉擦洗器壁, 直至污垢去掉后再用自来水冲洗干净, 最后用蒸馏水漂洗 1~2 次。玻璃洗涤干净的标准是器壁能均匀地被水所润湿而不沾附水珠。

③对一些容积精确、形状特殊、不便刷洗的仪器中不易洗去的脏物, 应视脏物的性质, 用少量回收的有机溶剂洗涤, 或用少量稀酸、碱处理, 也可用铬酸洗液清洗。方法是往仪器内加入少量洗液, 将仪器倾斜慢慢转动, 使内壁全部为洗液湿润, 反复操作数次后, 把洗涤后的废液倒回回收瓶中, 然后用自来水清洗, 最后用蒸馏水漂洗两次。

常用的洗涤剂如下。

(1) 铬酸洗液 配制方法是: 称取 10g $K_2Cr_2O_7$ (工业级即可) 于烧杯中, 加入约 20mL 热水溶解后, 在不断搅拌下, 缓慢加入 200mL 浓 H_2SO_4 , 冷却后, 转入玻璃瓶中, 备用。铬酸洗液具有强氧化性, 能除去无机物、油污和部分有机物。其溶液呈暗红色, 可反复使用, 当溶液呈绿色时, 表示已经失效, 须重新配制。铬酸洗液腐蚀性很强, 且对人体有害, 使用时应特别注意安全, 切不可将其倒入水池中。

(2) 合成洗涤剂 主要是洗衣粉、洗洁精等, 适用于去除油污和某些有机物。

(3) 盐酸-乙醇溶液 盐酸-乙醇溶液是化学纯盐酸和乙醇(1:2)的混合溶液, 用于洗涤被有色物污染的比色皿、容量瓶和移液管等。

(4) 有机溶剂洗涤液 常用的有机溶剂洗涤液有丙酮、乙醚、苯或 NaOH 的饱和乙醇溶液, 用于洗去聚合物、油脂及其他有机物。

2. 仪器的干燥与存放

化学化工实验常需使用干燥的仪器以保证反应不受到水的干扰, 特别是一些要求绝对无水的实验更应如此, 因此仪器的干燥是不能忽视的基本工作。实验中, 如能合理利用时间净化、干燥仪器, 随用随取, 无疑可提高实验质量, 节约实验时间。

最简单的办法是晾干法, 即将洗净的仪器, 如烧杯、量筒等, 倒净水滴(器壁应不挂水珠)倒置或将管形仪器开口端向下竖立于柜内, 几天后即阴干。若仪器急需干燥, 可使用气流烘干机、干燥电烘箱及有机溶剂干燥法等来实现。

气流烘干机上斜立着粗细不同的若干带孔的管子, 热风经过管孔吹入套在这些管上的仪

器中,吹干后再换冷风吹冷,效果良好,最适于管状仪器如冷凝管、量筒、分液漏斗(拔开活塞)等的吹干。

烘箱容积大,适用于干燥体积较大的仪器。烧杯、烧瓶等仪器尽量倒净水后,开口朝上放入箱内,烘干后放石棉网上冷却后使用。

厚壁仪器如量筒、抽滤瓶等以及普通冷凝管等不宜用烘箱烘干;分液漏斗、滴液漏斗宜沥干,若急用,烘干时要拔开活塞、盖子,去掉橡皮筋或连带的橡皮塞等附件后再烘。

3. 玻璃仪器的保养

鉴于标准磨口仪器较精密,价格较高,因此,在使用标准磨口仪器时应特别小心,并应做到以下几点。

①始终保证磨口表面清洁,一旦沾有固体杂质,磨口处就不能紧密连接,硬质沙粒还会造成磨口表面永久性的损伤,严重破坏磨口的严密性。因此,标准磨口仪器使用后,应立即洗涤干净,在洗涤时,不许使用秃顶的毛刷,以免划伤磨口表面。

②在装配仪器时,要先选定主要仪器(如圆底烧瓶)的位置,用烧瓶夹夹牢,再逐个连接上其他配件,并按其自然位置夹紧,勿使仪器的磨口连接处受到应力,以免仪器的磨口处受到损坏。实验完毕,拆卸仪器时则应按与安装相反的顺序,由后往前逐个拆除,在拆开一个夹子时,必须先用手托住所夹的部件,特别是倾斜安装的部件,决不能使仪器的重量对磨口施加侧向压力,否则仪器容易破损。

③磨口仪器使用完毕后,必须立即拆卸、洗净,各个部件一一分开存放,决不允许将连接在一起的磨口仪器长期放置,这样会使磨口仪器的磨口连接处黏结在一起。特别需注意的是无机盐或碱溶液会渗入磨口连接处,蒸发后析出固体物质,更易使磨口处黏结在一起,很难分开。

④在常压下使用时,磨口处一般不需润滑,为防止磨口连接处黏结,可在磨口靠粗端涂敷少量凡士林、真空活塞脂或硅脂。而要从这个内磨口涂有润滑脂的仪器中倒出物料时,则需用脱脂棉或滤纸蘸取少量易挥发溶剂(乙醚、丙酮等)将磨口表面的润滑脂擦净,以免污染样品。

4. 磨口玻璃仪器粘连后的处理方法

在使用磨口玻璃仪器时,由于操作不慎或加热温度较高,或磨口处有碱性物质及无机盐等,几个有磨口的配件长期连接在一起,都可使两个磨口粘连在一起很难打开。遇此情况,可视不同成因采取不同的措施处理。具体做法如下。

①若粘连时间不长,粘连不太牢,可用小木块自上而下轻轻敲击外面配件的边缘,通常即可打开。但决不允许用力过猛或用金属物敲击,以免损坏仪器。

②如果是由于沾有无机盐或碱性物质,致使两个有磨口的配件粘连在一起,可将它们一起放入水中浸泡一段时间,或放到水浴中加热煮沸一段时间,冷却后,稍用力旋转亦可打开。

③如果粘连不太牢,也可将磨口仪器竖立起来,往连接处滴入少许乙醇或甘油水溶液,待乙醇或甘油水溶液渗入磨口处,再稍用力旋转也可将两配件打开。

④用电吹风加热粘连处外面,在外配件受热、内配件未受热时,稍用力旋转也可打开(注意加热时间不可太长,以免内配件也热起来)。如果粘连时间很长,粘连又太牢,以上各方法也不能打开时,要请有经验的玻璃工师傅进行处理,以免损坏仪器。

以上所述都是被动的,最好的预防方法是:在使用磨口仪器时,要切实养成良好的习

惯，每做完一个实验都要及时地将所有仪器清洗干净。

二、加热方法

许多实验需要对流体加热，一般方法是，将盛有液体的加热容器置于热源中，通过热传递实现加热目的。此外，在实验室有时也需给固体加热。因此，正确使用加热工具，掌握加热方法，是一项基本的实验操作技能。

1. 常用的加热工具

在实验室，常用的加热工具有酒精灯、电炉等。

(1)酒精灯 酒精灯一般是玻璃制的，其灯罩带有磨口，由灯体、灯帽、灯芯管和灯芯组成。灯体内盛有适量酒精，一般要求所盛酒精不超过其总容量的 $2/3$ ，也不宜少于灯体容量的 $1/4$ 。点燃酒精灯时，应该用火柴，切不可用燃着的酒精灯直接去点燃另一盏酒精灯，否则灯内的酒精会洒出，引起燃烧而发生火灾。熄灭酒精灯时，切勿用嘴去吹，只要将灯帽盖上即可使火焰熄灭，然后再提起灯帽；待灯口稍冷再盖上灯帽，这样可以防止灯口破裂。

酒精灯内酒精快用完时，必须及时添加。酒精灯内需要添加酒精时，应把火焰熄灭，然后再把酒精加入灯内。酒精灯的火焰由内至外分别为焰心、内焰和外焰，焰心温度最低，内焰温度稍高，外焰温度最高，加热时应根据具体情况选择火焰。

(2)电炉 电炉由底盘和在其上盘绕的电阻丝以及电源进线等组成。电炉生热面较大，温度较高，适合给盛有较多流体的横截面积较大的容器加热。使用电炉应注意用电安全，进线应能承受较大电流容量，电炉与所置平面接触物以及容器间应绝缘。另外，使用电炉加热时，电炉四周要留有足够的空间，远离易燃物，炉盘与容器间应加石棉网，其一能防止漏电伤人，其二能使加热均匀。

(3)电热套 电热套是用玻璃纤维包裹着的电热丝组成的帽状加热器，由于不是使用明火，因此不易着火，并且热效应高，加热温度用调压变压器控制，最高温度可达 400°C 左右，是有机实验室中常用的一种简便、安全的加热装置。需要强调的是，当一些易燃液体（如酒精、乙醚等）洒在电热套上时，仍有引起火灾的危险。

实验室使用的加热工具还很多，有时使用自制的加热工具，但无论使用哪一种，都应注意安全，防止触电，烫伤。操作时应根据加热工具的特点、加热原理、加热液体的性质等进行处置。

2. 热浴

在实验室常用的热浴方法有水浴、油浴、沙浴等。

(1)水浴 水浴就是用水作为热浴物质的热浴方法。由于水温在标准大气压下，最高为 100°C ，所以水浴最高温度为 100°C 。应用水浴的方法是：将需水浴的容器浸没在盛有水的较大容器中，且不得与较大容器直接接触，再将较大容器置于热源上加热，至适当温度时停止加热，待冷却后取出水浴容器即可。

(2)油浴 油浴就是用油作为热浴物质的热浴方法。当加热温度在 $100\sim 200^{\circ}\text{C}$ 时，宜使用油浴，优点是使反应物受热均匀，反应物的温度一般低于油浴温度 20°C 左右。油浴常用的热浴物质有以下几种。

①甘油。可以加热到 $140\sim 150^{\circ}\text{C}$ ，温度过高时则会炭化。

②植物油。如菜油、花生油等，可以加热到 220°C 左右，常加入 1% 的对苯二酚等抗氧化剂，便于久用。温度过高时分解，达到闪点时可能燃烧起来，所以使用时要小心。

③石蜡油。可以加热到 200°C 左右, 温度稍高并不分解, 但较易燃烧。

④硅油。硅油在 250°C 时仍较稳定, 透明度好, 安全, 是目前实验室里较为常用的油浴之一, 但其价格较贵。

使用油浴加热时要特别小心, 防止着火, 当油浴受热冒烟时, 应立即停止加热, 油浴中应挂一温度计, 可以观察油浴的温度和有无过热现象, 同时便于调节控制温度, 温度不能过高, 否则受热后有溢出的危险。使用油浴时要防止产生可能引起油浴燃烧的因素。

加热完毕取出反应容器时, 仍用铁夹夹住反应器离开油浴液面悬置片刻, 待容器壁上附着的油滴完后, 再用纸巾或干布擦干器壁。

(3)沙浴 沙浴就是用沙石作为热浴物质的热浴方法。沙浴一般使用黄沙, 沙浴温度可达 350°C 以上。沙浴操作方法与水浴基本相同, 一般用铁盆装干燥的细海沙(或河沙), 把反应器埋在沙中, 特别适用于加热温度在 220°C 以上者。但沙浴传热慢, 升温较慢, 且不易控制。因此, 沙层要薄一些, 沙浴中应插入温度计, 温度计水银球要靠近反应器。

三、加热操作与温度测量

1. 加热操作

实验室常用的加热容器有试管、烧杯、烧瓶、坩埚和蒸发皿等, 使用不同加热容器其加热操作方法不同。

使用试管加热液体时, 试管内液体的体积应不超过试管容积的 $1/3$, 为防止振动搅拌时, 液体外溅, 应用试管夹夹住试管的上半部。手持试管加热液体时, 还应注意: 试管口不能对着别人或自己, 以免溶液溅出时把人烫伤; 试管外壁受热应尽可能均匀, 搅拌时用力不要过猛。

使用烧杯、烧瓶加热液体时, 应采用方座支架, 烧杯、烧瓶置于方座支架的铁环上, 底部要垫有石棉网, 使火焰不直接作用于烧杯、烧瓶上, 并使加热均匀。

使用坩埚或蒸发皿加热时, 首先将坩埚或蒸发皿置于泥三角上, 再放置于三脚架或方座支架的铁环上。加热结束, 移取坩埚或蒸发皿时, 应采用坩埚钳, 以防止烫伤。

通常在实验室进行加热, 都要求均匀。所以在加热过程中, 应不断用玻璃棒进行搅拌。搅拌时应使玻璃棒在液体中均匀缓慢转动, 并尽可能避免玻璃棒与容器壁碰撞。

注意: 试管、烧杯、烧瓶、瓷蒸发皿等器皿能承受一定的温度, 但不能骤冷或骤热、因此, 加热前必须将器皿外壁的水擦干, 加热后, 不能立即与潮湿的物体接触。

2. 温度测量

在实验中, 需要对加热物质的温度进行测量, 通常使用的是水银温度计和酒精温度计。它们是根据物质的热胀冷缩特性制作的, 因此, 使用这类温度计测量温度时, 要使其与被测物质有足够长的接触时间和足够大的接触面积。

使用温度计测定温度时, 应注意以下几点:

①被测物质的温度不得高于温度计的测量上限, 否则会损坏温度计。

②在加热过程中, 温度计的感温泡不得与加热容器底部接触, 以避免误测。

③不得将温度计从被测物质中取出读数, 否则读数有误差。

四、试剂的取用

1. 固体试剂的取用

固体试剂需用清洁干燥的药匙取用。药匙的两端为大、小两个匙, 取大量固体时用大匙, 取少量固体时用小匙(取用的固体要放入小试管时, 必须用小匙)。

2. 液体试剂的取用

①从试剂瓶取用试剂，用左手持量筒(或试管)，并用大拇指指示所需体积刻度处。右手持试剂瓶(注意：试剂标签应向着手心，避免试剂沾污标签)，慢慢将液体注入量筒到所指刻度。读取刻度时，视线应与液体凹面的最低处保持水平。倒完后，应将试剂瓶口在容器壁上靠一下，再将瓶子竖直，以免试剂流至瓶的外壁。如果是平顶塞子，取下后应倒置桌上，如瓶塞顶不是扁平的，可用食指和中指(或中指和无名指)将瓶塞夹住(或放在洁净的表面皿上)，切不可将它横置桌上。取用试剂后应立即盖上原来的瓶塞，把试剂瓶放回原处，并使试剂标签朝外，应根据所需用量取用试剂，不必多取，如不慎取出了过多的试剂，只能弃去，不得倒回或放回原瓶，以免沾污试剂。

②从滴瓶中取用少量试剂。瓶上装有滴管的试剂瓶称作滴瓶。滴管上部装有橡皮头，下部为细长的管子。使用时，提起滴管，使管口离开液面，用手指紧捏滴管上部的橡皮头，以赶出滴管中的空气，然后把滴管，伸入试剂瓶中，放开手指，吸入试剂。再提起滴管将试剂滴入试管或烧杯中。

使用滴瓶时，需注意下列各点：

①将试剂滴入试管中时，可用无名指和中指夹住滴管，将它悬空地放在靠近试管口的上方，然后用大拇指和食指捏橡皮头，使试剂滴入试管中。绝对禁止将滴管伸入试管中，否则，滴管的管端将很容易碰到试管壁上而沾附的其他溶液，以致使试剂被污染。

②滴瓶上的滴管只能专用，不能和其他滴瓶上的滴管搞错。因此，使用后，应立即将滴管插回原来的滴瓶中。

③滴管从滴瓶中取出试剂后，应保持橡皮头在上，不要平放或斜放，以免试液流入滴管的橡皮头。

五、塞子的钻孔和玻璃管的简单加工

在化学化工实验特别是制备实验中，常常要用到各种不同规格和形状的玻璃管和塞子等配件，才能将各种玻璃仪器正确地装备起来。因此，掌握玻璃管的加工和塞子的选用及钻孔方法，是进行化学化工实验必不可少的基本操作。

1. 塞子的钻孔

化学化工实验室常用的塞子有软木塞和橡皮塞两种。软木塞的优点是不易和有机化合物作用，但易漏气和易被酸、碱腐蚀。橡皮塞虽然不漏气和不易被酸、碱腐蚀，但易被有机物所侵蚀或溶胀。两种塞子各有优缺点，究竟选用哪一种塞子合适要看具体情况而定。如有机化学实验，比较多地使用软木塞，因为在有机化学实验中接触的主要是有机化合物。不论使用哪一种塞子，塞子大小的选择和钻孔的操作，都是必须掌握的。

(1)塞子大小的选择 选择一个大小合适的塞子，是使用塞子的起码要求，塞子的大小应与仪器的口径相适合，塞子进入瓶颈的部分不能少于塞子本身高度的 $1/2$ ，也不能多于 $2/3$ ，否则，就不合用。使用新的软木塞时只要能塞入 $1/3 \sim 1/2$ 时就可以了，因为经过压紧后就能塞入 $2/3$ 左右了。

(2)钻孔器的选择 有机化学实验往往需要在塞子内插入导气管、温度计、滴液漏斗等，这就是为何要在塞子上钻孔的原因。钻孔用的工具叫钻孔器(也叫打孔器)，这种钻孔器是靠手来钻孔的。也有把钻孔器固定在简单的机械上，借助机械力来钻孔的，这种机械叫打孔机。每套钻孔器约有五、六支直径不同的钻嘴，以供选择。