

DANGDAI

HUAXUESHIYANJIBENCAOZUO

HEJISHU

当代 化学实验基本操作 与技术

李继平 主编



大连海事大学出版社

当代化学实验基本操作与技术

李继平 主编



大连海事大学出版社

(辽)新登字 11 号

当代化学实验基本操作与技术

(大连市凌水桥 邮政编码 116024)

丹东太平洋印刷中心印刷 大连海事大学出版社发行

责任编辑 海初 封面设计 冀贵收

1996 年 6 月第 1 版 1996 年 6 月第 1 次印刷

开本:850×1168 毫米 1/32 印张:12.07

字数:311 千 印数:0001~2600

ISBN 7-5632-0965-4/0·59

定价:13.80 元

前 言

化学实验是化学教学与科学研究的基础,化学实验基本操作与技术是保证化学实验正常进行的基本条件。

近半个世纪来,化学研究的各个领域都获得显著进展,特别是各种有效测试仪器的开发,使化学各分科的界限越来越模糊。化学实验所使用的主要装置和技术已成为共用,要求每个化学科学工作者尽可能掌握各个领域的实验操作与技术。面对这种要求,我们把各分科的实验基本操作与技术汇编在一起,而且为适应化学的发展水平,又把有机金属化学实验中的无水无氧基本操作与技术和表征与分离基础实验技术也归入本书,目的是强调实验基本操作与技术的内涵也在变化。总之,希望本书成为化学专业的教师、学生和其他从事化学科学研究人员实验桌旁的一本方便的实验指导书。

本书参考了同类教材和其他有关资料,并凝集了参编者多年的教学与科研实践积累的经验和教训。在本书的出版过程中,得到了许多人士的热情帮助和鼓励,在此一并表示谢意!

由于水平所限,加之是集体撰稿,风格各异,难免会有不妥之处,诚望广大读者不吝赐教。

编者

1996年1月

编者名单

主 编:李继平

副主编:姚志强 杨俊成 刘成雁 刘宗瑞 李青仁

编 者:(按姓氏笔画序)

王化南	付兴吉	田国金
冯卓夫	刘成雁	刘宗瑞
冯春梁	李成如	孙连云
李青仁	孙素琴	李继平
汪秀玲	谷源鹏	周丹红
杨俊成	范荫恒	张淑敏
赵永魁	赵玉莲	姚志强
徐永廷	郭庆绂	徐淑玉

目 录

第一章 无机化学实验	(1)
一、实验教学目的和要求	(1)
二、实验基本操作与技术	(2)
(一)无机化学常用仪器简介	(2)
(二)玻璃仪器洗涤和干燥	(15)
1. 玻璃仪器洗涤和干燥	(15)
(1)毛刷的种类	(15)
(2)毛刷的选取	(15)
(3)仪器附着污物种类	(15)
2. 仪器的干燥法	(18)
(1)晾干法	(18)
(2)烤干法	(18)
(3)烘干法	(18)
(4)快干法	(18)
(三)煤气灯的使用	(19)
1. 煤气灯构造	(19)
2. 灯焰性质	(19)
3. 使用方法	(19)
4. 安全指南	(20)
(四)玻璃管的切割与熔光	(21)
1. 玻璃管的切割	(21)
2. 玻璃管的弯曲	(21)

3. 注意安全	(21)
(五) 塞子的选择和钻孔	(22)
1. 塞子的选择	(23)
2. 塞子的钻孔	(23)
(六) 托盘天平的使用	(25)
1. 托盘天平的种类	(25)
2. 托盘天平的构造	(26)
3. 称量操作	(27)
(七) 试剂的取用操作	(27)
1. 取用试剂的一般规则	(28)
2. 固体试剂的取用	(28)
3. 液体试剂的取用	(29)
(1) 倾注法	(29)
(2) 滴管转移法	(30)
4. 试剂取用的估量	(31)
(八) 试管操作	(32)
1. 试管的振荡	(32)
2. 试管的加热	(32)
(九) 沉淀与过滤操作	(33)
1. 固体的溶解	(33)
2. 沉淀操作	(34)
3. 沉淀的过滤与洗涤操作	(35)
(1) 倾泻法	(35)
(2) 过滤法	(36)
(十) 气体的制备、净化、干燥和收集操作	(40)
1. 气体的制备	(40)
(1) 固体加热制气装置使用操作	(41)
(2) 启普发生器的构造及使用	(42)

(3)分液漏斗与烧瓶组装的加热制气装置	(45)
2. 气体的净化与干燥	(46)
(1)气体洗涤剂、干燥剂和仪器的选择 ...	(46)
(2)洗气瓶、干燥管和干燥塔的使用	(48)
3. 气体的收集	(49)
(1)排气(空气)集气法.....	(49)
(2)排水集气法.....	(50)
第二章 化学分析实验	(51)
一、实验教学目的和要求.....	(51)
二、实验基本操作与技术.....	(51)
(一)半微量定性分析的试剂、仪器和操作技术.....	(51)
1. 试剂	(52)
2. 试液	(52)
3. 几种主要仪器	(52)
(1)离心管.....	(52)
(2)点滴板.....	(52)
(3)表皿.....	(53)
(4)滴管、毛细管和搅棒	(53)
(5)离心机.....	(54)
4. 半微量定性分析操作技术	(54)
(1)仪器的洗涤.....	(55)
(2)试剂的取用和滴加.....	(55)
(3)离心沉降.....	(55)
(4)沉淀和溶液的分离.....	(56)
(5)沉淀的洗涤.....	(57)
(6)沉淀的移取.....	(57)
(7)沉淀的溶解.....	(58)

(8)加热	(58)
(9)气体的鉴定	(58)
(10)纸上点滴反应	(59)
(11)显微结晶反应	(59)
(二)分析天平和称量	(59)
1. 天平的种类	(60)
2. 称量方法	(63)
3. 试样的称取方法	(66)
4. 分析天平常见故障的排除	(67)
(三)重量分析基本操作	(68)
1. 溶液的蒸发	(68)
2. 沉淀	(68)
3. 过滤	(69)
4. 沉淀的洗涤	(70)
5. 沉淀的烘干和灼烧	(71)
6. 灼烧后沉淀的称量	(74)
(四)滴定分析仪器和基本操作	(74)
1. 滴定管的校正及使用	(74)
(1)滴定管的洗涤	(75)
(2)活塞涂油	(75)
(3)操作液的装入	(76)
(4)滴定管的读数	(77)
(5)滴定操作	(78)
(6)滴定管的校正	(79)
2. 容量瓶的相对校准和使用	(81)
3. 移液管、吸量管的使用	(82)
4. 溶液的配制和标定	(84)
(五)基准物或固体样品的干燥处理	(85)

1. 基准物应具备的条件	(85)
2. 常用基准物的干燥处理	(85)
3. 电热干燥箱的使用	(86)
第三章 基础仪器分析实验	(88)
一、实验教学目的和要求	(88)
二、实验基本操作与技术	(88)
(一)光化学分析法	(88)
1. 可见分光光度法	(88)
(1)721 型分光光度计	(89)
2. 原子吸收光谱分析法	(91)
(1)WYX—401 型原子吸收分光光度计	(92)
3. 原子发射光谱分析法	(94)
(1)31WI 平面光栅摄谱仪	(95)
(2)8WWIY 型光谱投影仪	(100)
(3)9W(WCD 型)测微光度计	(102)
(二)电化学分析法	(104)
1. 电位分析法	(104)
(1)电动势的测定	(105)
(2)PH 计	(107)
(3)PHS—2 型酸度计	(107)
(4)酸度计的性能检验	(111)
(5)维护与保养	(113)
(6)注意事项	(113)
(7)常见故障及其排除方法	(114)
2. 电导分析法	(115)
(1)DDS—11A 型电导率仪使用方法	(115)

(2) 注意事项	(115)
3. 库仑分析法	(116)
(1) 控制电位库仑分析法的操作	(116)
(2) 恒电流库仑滴定法的操作	(118)
(3) 自动滴定微库仑计	(120)
4. 极谱分析法	(122)
(1) 极谱分析实验的准备工作	(122)
(2) 安全用汞的操作规定	(128)
(3) 883 型笔录式极谱仪	(128)
(4) 手工式极谱仪	(132)
(5) JP-2 型示波极谱仪	(134)
第四章 有机化学实验	(138)
一、实验教学目的和要求	(138)
二、实验基本操作与技术	(138)
(一) 熔点的测定	(138)
1. 具体要求	(138)
2. 仪器装置	(139)
3. 安装规范	(141)
4. 操作规范	(141)
5. 注意事项	(143)
(二) 蒸馏	(143)
1. 常压蒸馏	(143)
2. 分馏	(149)
3. 减压蒸馏	(152)
4. 水蒸汽蒸馏	(158)
(三) 回流	(162)
1. 普通回流装置	(162)

2. 带有干燥管的回流	(164)
3. 带有气体吸收装置的回流	(165)
4. 带有搅拌器和滴加液体反应物装置 的回流	(166)
5. 带有油水分离器的回流	(168)
(四) 萃取	(169)
1. 仪器装置	(170)
2. 安装要点	(170)
3. 操作方法	(171)
4. 安全指南	(174)
(五) 干燥和干燥剂的选用	(174)
1. 仪器装置	(175)
2. 安装要点	(176)
3. 操作方法	(176)
4. 安全指南	(178)
(六) 重结晶	(179)
1. 重结晶的一般过程	(179)
2. 重结晶的装置	(180)
3. 热过滤	(180)
4. 安装规范	(181)
5. 操作规范	(182)
(1) 溶剂的选择	(182)
(2) 样品的溶解	(183)
(3) 除杂质	(184)
(4) 晶体的析出	(184)
(5) 结晶的收集和洗涤	(185)
(6) 溶剂的回收	(185)
6. 注意事项	(185)

第五章 物理化学实验	(186)
一、实验教学目的和要求	(186)
二、实验基本操作与技术	(186)
(一)实验室的安全用电	(186)
(二)常用电器的使用规则	(189)
1. 验电笔	(189)
2. 万用电表	(190)
3. 调压器	(191)
(三)常用压缩气体钢瓶的使用及注意事项	(191)
(四)氢气发生器的使用	(193)
1. 原理和仪器结构	(193)
2. 使用方法	(193)
3. 使用注意事项	(194)
(五)气体压力的测量	(195)
1. 福廷式(Fortin)气压计	(195)
2. U型管水银压力计	(197)
(六)温度计的使用和选择	(198)
1. 水银温度计	(198)
2. 贝克曼温度计	(201)
3. 热电偶温度计	(204)
4. 铂电阻温度计	(205)
5. 氧蒸气压温度计	(205)
(七)控温技术	(206)
1. 相变点恒温介质浴	(207)
2. 恒温槽	(207)
3. 比例—积分—微分温度控制	(210)
(八)液体密度的测定	(212)
1. 比重天平	(213)

2. 比重管和比重瓶	(213)
(九)量热技术——用氧弹卡计测定燃烧热	(215)
1. 仪器和原理	(215)
2. 燃烧热的测定方法	(216)
(十)电学测量技术	(218)
1. 电位差计测电动势	(218)
(1)电位差计	(218)
(2)标准电池	(220)
(3)检流计	(221)
2. 电导率仪测定溶液电导	(223)
(1)DDS—11A 型电导率仪的使用方法	(223)
(2)注意事项	(225)
3. 小电容仪测定液体电容	(225)
(1)CC—6 型小电容测量仪的使用方法	(226)
(2)注意事项	(227)
(十一)光学测量技术	(228)
1. 阿贝折射仪测定溶液折光率	(228)
2. 旋光仪测定溶液旋光度	(231)
第六章 有机金属化学实验	(236)
一、实验教学目的和要求	(236)
二、实验基本操作与技术	(236)
(一)危险物品的使用	(236)
1. 钠	(236)
2. 钠汞齐	(237)
3. 钾	(237)
4. 锂	(237)

5. n—丁基锂	(237)
6. 烷基铝	(239)
7. 氢化锂铝	(239)
(二)溶剂的精制	(239)
1. 实验室中常用溶剂精制方法	(239)
(1)己烷	(239)
(2)环己烷	(240)
(3)苯	(240)
(4)甲苯	(240)
(5)甲醇	(240)
(6)乙醇	(241)
(7)2—丙醇(异丙醇)	(241)
(8)2—甲基—2—丙醇(叔丁醇)	(241)
(9)乙醚	(241)
(10)1,2—二甲氧基乙烷	(242)
(11)四氢呋喃	(242)
(12)丙酮	(242)
(13)乙酸乙酯	(243)
(14)二氯甲烷	(243)
(15)氯仿	(243)
(16)四氯化碳	(243)
(17)乙腈	(244)
(18)吡啶	(244)
(19)N,N—二甲基甲酰胺	(244)
(20)二硫化碳	(244)
(21)二甲亚砜	(245)
2. 溶剂精制典型装置	(245)
(三)常用气体的净化	(245)

1. 净化方法	(245)
(1)H ₂	(245)
(2)O ₂	(245)
(3)N ₂	(245)
(4)CO	(247)
(5)CO ₂	(247)
(6)NO	(247)
2. 净化装置	(247)
(四)真空的获得和真空线	(248)
1. 真空的产生	(248)
2. 真空的测量	(249)
3. 真空线的连接	(253)
4. 真空系统的操作	(254)
(五)Schlenk 技术	(255)
1. Schlenk 管	(255)
2. 液体的转移	(255)
3. 过滤	(256)
4. 固体的转移	(257)
5. 升华	(258)
6. 色谱分离	(259)
7. 重结晶和单晶培养	(259)
(六)有机金属化合物的表征技术	(260)
1. 元素分析	(260)
2. 红外光谱分析	(261)
3. 分子量测定	(262)
4. 质谱分析	(262)
5. X—射线衍射分析	(262)
6. 核磁共振光谱分析	(263)

7. 电子自旋共振光谱分析	(264)
8. 电子吸收光谱分析	(264)
9. 光电子光谱分析	(265)
第七章 表征和分离基础实验技术	(268)
一、实验教学目的和要求	(268)
二、实验基本操作与技术	(268)
(一)元素分析——电感耦合等离子体原子发射光谱 (简称 ICP—AES)	(268)
1. ICP—AES 分析的特点	(272)
2. ICP—AES 仪器结构	(274)
3. ICP—AES 方法的应用	(275)
4. 结语	(278)
(二)紫外—可见吸收光谱	(278)
1. 概述	(278)
2. UV—240 岛津自动记录分光光度计 结构原理	(279)
3. 操作方法	(285)
4. 注意事项	(286)
(三)红外光谱	(287)
1. 概述	(287)
2. 双原子分子的振动光谱	(287)
3. 多原子分子的振动光谱	(289)
4. 红外光谱仪器简介	(291)
5. 样品处理	(293)
6. PE1730FT—IR 光谱仪操作	(295)
7. 谱图解析	(297)
(四)核磁共振波谱	(299)
1. 基本原理	(299)