



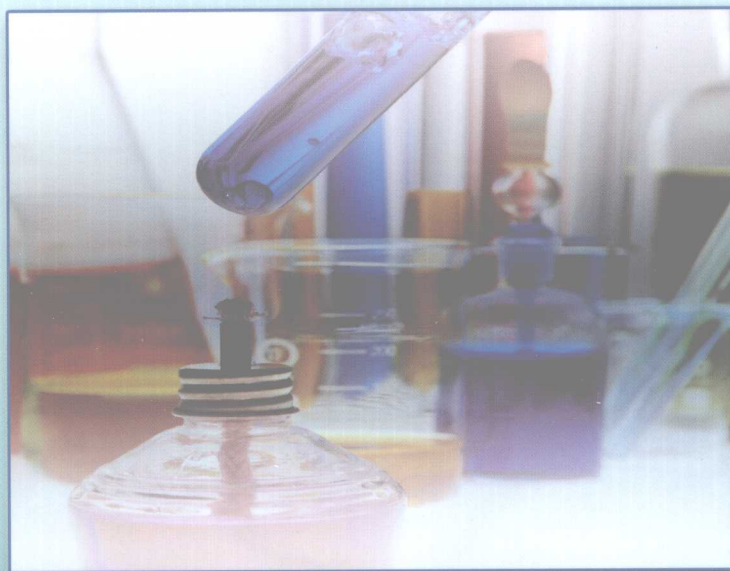
普通高等教育“十一五”国家级规划教材

基础化学实验

BASIC CHEMICAL EXPERIMENTS

(第二版)

孟长功 辛 剑 主编



高等教育出版社
HIGHER EDUCATION PRESS

普通高等教育“十一五”国家级规划教材

基础化学实验

Basic Chemical Experiments

(第二版)

孟长功 辛 剑 主编

高等教育出版社

内容提要

本书为普通高等教育“十一五”国家级规划教材,是世行贷款 21 世纪初高等教育教学改革项目“化学实验课程体系和教学模式的创新与实践”课题的研究成果,亦是国家实验教学示范中心的建设成果之一。

本书是新体系基础化学实验教材,渗透着实验课程体系和教学内容不断深化的改革,实验内容贯穿一条主线:物质的制备、提纯—性质及其参数测定—组分分析与结构表征,将原无机化学、分析化学、有机化学、物理化学实验重新整合成一门具有独立体系的基础化学实验,精选了 81 个实验,包括基本实验、综合性实验、设计性及研究性实验。以本校优秀的科研成果移植的部分研究性实验具有“点睛”之笔,有利于激发学生的创新思维和培养其创新能力。

本书可作为高等学校化学化工类、材料类、环境科学类、生命科学类及有关专业的基础化学实验课教材。

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验/孟长功,辛剑主编. —2版. —北京:高等教育出版社,2009.2

ISBN 978-7-04-025762-5

I. 基… II. ①孟…②辛… III. 化学实验—高等学校—教材 IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 003630 号

策划编辑 翟 怡 责任编辑 刘 佳 封面设计 于 涛 责任绘图 尹 莉
版式设计 王 莹 责任校对 胡晓琪 责任印制 韩 刚

出版发行 高等教育出版社

社 址 北京市西城区德外大街 4 号

邮政编码 100120

总 机 010-58581000

经 销 蓝色畅想图书发行有限公司

印 刷 北京鑫丰华彩印有限公司

购书热线 010-58581118

免费咨询 800-810-0598

网 址 <http://www.hep.edu.cn>

<http://www.hep.com.cn>

网上订购 <http://www.landaco.com>

<http://www.landaco.com.cn>

畅想教育 <http://www.widedu.com>

开 本 787×1092 1/16

印 张 24.75

字 数 610 000

版 次 2004 年 6 月第 1 版

2009 年 2 月第 2 版

印 次 2009 年 2 月第 1 次印刷

定 价 29.10 元

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 25762-00

参加本书修订、编写人员

主 编 孟长功 辛 剑

副主编 田福平 韩 梅 徐铁齐 王春燕

其他参加编写人员

薛冬峰 段春迎 胡 涛 刘瑞斌 张丽慧

第二版前言

化学实验课程是对化学化工类本科生实施科学教育的重要组成部分。化学实验教学不仅传授化学知识,还培养学生的科学思维和方法、科学精神和品德。通过实验教学,培养学生掌握基本的实验操作和技能,能够正确使用仪器设备获得可靠的实验数据,认真观察并准确记录实验现象,科学处理实验数据并正确表达实验结果,培养学生严谨、认真、诚实的良好品质。通过选择实验题目,利用现有的实验条件进行实验设计,使学生逐步掌握化学科学研究问题的实验方法,培养学生解决实际问题的能力。通过查阅文献、工具书及其他信息源,培养学生获得和使用信息的能力,并养成自我提高、终生学习的习惯。在实验教学中,不但要注重学生基本实验技能的训练和研究方法的掌握,而且要注重培养学生实事求是的科学态度、勤俭节约的优良作风、相互协作的团队精神、勇于开拓的创新意识,并以这些良好的习惯生活、工作、服务社会。

为了能够更有效地实现化学实验的教学目标,在本书的再版修订中,注重了化学基本技术、化学常用仪器、装置、化学信息等资源和研究方法的系统性介绍,使学生能够对化学科学解决实际问题的方法和手段有一个清晰明了的印象。在实验项目的选编方面,增加了部分与工程实际、科学前沿以及社会生活密切相关的实验项目,使学生能够更深刻地体会到化学在服务于社会和推动科学发展中所发挥的重要作用。为激发学生主动学习和获取知识的兴趣,每一个实验项目都增加了简短的实验背景知识介绍。本次修订,在每个实验项目中增加预习要求部分,以突出实验之前预习的重要性,使学生逐渐体会到“预则立,不预则破”的道理,养成严格制订计划去行事的良好习惯。

为了让教材内容体系更加完整有条理,此次修订针对第一章的内容和结构进行了调整,为使学生对化学实验基本操作和技术加深理解,又调动人人力物力录制了化学基本操作录像,作为教材内容的补充,夯实了学生的化学实验操作基本能力。为了紧跟化学学科发展,做到教材内容与时俱进,在第五章又增加了9个与最新科研成果密切相关的综合性、研究性实验,其他章节中对实验题目和内容作了增删调整,使得原有实验数目由75个增加至81个,为培养学生创新能力创造了更好的条件。在附录中,附录1的所有内容和插图做了较大改动,并增加了附录2.1、附录3、附录4、引入了大型仪器的介绍,同时完善和补充了一些重要的理化数据,使教材内容体系更加完整,实用性更强。

参加本次修订工作的有:孟长功(第一章),王春燕、徐铁齐(第二章),田福平(第三章),韩梅(第四章),辛剑(附录部分)。上述人员及薛冬峰、段春迎、胡涛、刘瑞斌共同修订了第五章。全书由辛剑、孟长功修改统稿。与本书配套的电子版教学材料由胡涛策划完成。在教材修订中,得到了大连理工大学化学系各教研室和基础化学实验中心各位老师的大力支持与协助,也得到了本书第一版编者的大力支持,在此一并表示衷心感谢。

由于编者学识水平有限,疏漏及不妥之处在所难免,恳请读者批评指正。

编者

2008年10月

第一版前言

本书是教育部世行贷款新世纪高等教育教学改革项目“化学实验课程体系和教学模式的创新与实践”的研究成果,也是国家工科化学教学基地(大连理工大学)的建设成果之一。

基础化学实验教学在培养学生的实践能力、科学思维与方法、创新意识与能力等各方面都有重要的意义,而为适应化学科学的迅速发展,满足培养新世纪人才的需要,急需改革高等教育化学实验的教学体系和教学内容。1996年至2003年间,大连理工大学化学系先后承担了教育部“面向21世纪工科(化工类)化学系列课程改革的研究与实践”项目,国家工科化学教学基地建设项目及“世行贷款新世纪高等教育教学改革项目”。改革之初,本校将四大化学实验课程整合成一门基础化学实验课程。广大教师齐心协力,按照新的实验课程体系实施实验内容的更新,保留并改造教学效果好的经典的实验内容,开发新的实验内容,并先编写成讲义,经过教师试做,三届学生试用,几经研讨修改,精选了75个实验,汇编成这本教材。

本教材的特点:

1. 突破原无机、有机、分析和物化实验课程依附理论课程教学的传统框架和原有实验体系,构筑了相对独立和完整的基础化学实验新体系。

2. 实验内容贯穿一条主线:物质的制备、提纯—性质及其参数测定—组分分析与结构表征。将原无机、有机、分析与物化的实验内容整合,将基本操作技术单列一章,同时又渗透穿插在各个实验项目之中,这样既便于学生纵观全貌,又有利于学生得到基本技能的强化训练。

3. 教材选择了部分与工业生产、人类生活、环境保护、材料科学密切相关的内容,体现了应用性、趣味性,也反映了现代化学的新进展、新技术,如“乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备与有效成分的测定”,“紫菜中碘的提取及其含量的测定”,“改性活性硅酸的制备及其水处理性能测定”,以及“水热法制备 SnO_2 纳米粉”等。体现化学在当今世界的重要地位,激发学生的兴趣和社会责任感。

4. 第五章“综合性、设计性和研究性实验”中,综合性实验有较为详细的操作步骤,使学生综合运用基础知识、实验技术和测试方法,培养分析和解决较复杂问题的能力;设计性实验对学生提出实验要求,提示实验关键和参考文献,要求学生独立设计方案,完成实验;研究性实验仅提供实验背景,提供关键词,让学生自行查阅文献,参照实验提示,根据实验要求进行相关实验研究,写出小论文,这将有助于培养学生的创新意识和能力。这部分实验多是根据本校科研成果提炼而成。

5. 教材尽量引用先进的技术、仪器和方法,如电子天平,数字型压力计,微波辐射加热技术,计算机在线控制读数、绘图,以及大型现代分析仪器。但是,当前高校、企业尚用的仪器、方法也做了部分保留,以满足不同类学校的需求。

本教材的第一章由程文堂、任玉杰编写,第二章由牟文生、高占先、姜文凤、陈宏博、王艳华、许维波编写,第三章由林青松编写,第四章由赵常志、肖光、崔丽钧编写,第五章由辛剑、于永鲜、林青松、高占先、赵常志、韩梅、王慧龙、辛钢等编写,附录部分由刘志广、林青松、辛剑编写。辛

剑、孟长功参加本教材的策划,最终由辛剑和孟长功完成统稿、定稿。杨敏霞、顾士芳、陈静、宋志玉、贾翠英、潘玉珍、杨从贵、张雷、于丽梅也参加了部分工作。本教材是几十位甘为化学实验教学埋头苦干的教师们集体耕耘的结晶。

全书由袁履冰和傅玉普教授主审,二位教授提出了详实的修改意见。高等教育出版社化学室朱仁、岳延陆编审一直给予关注与指导,这里一并表示感谢。

为了便于基础化学实验的开放运行,刘志广等编制了与此书配套的“基础化学实验网络教学平台”,并配有多媒体光盘。

本教材内容涉及多学科的知识和各种较先进的实验技术,由于编者水平有限,不妥和错误之处在所难免,诚请有关专家及读者指正。

编者

2003年7月

目 录

第一章 化学实验基本知识与技术	1	1.14 分离与提纯	35
I 化学实验基本知识	1	1.14.1 溶液的蒸发	35
1.1 实验室规则	1	1.14.2 固体的过滤和洗涤	35
1.2 实验室安全与事故处理	1	1.14.3 固体的烘干和灼烧	40
1.3 三废处理	2	1.14.4 蒸馏	41
1.4 化学实验所用的水和试剂	2	1.14.5 分馏	49
1.5 化学实验常用的玻璃(瓷质)仪器	3	1.14.6 萃取	51
1.5.1 量器	3	1.14.7 重结晶	53
1.5.2 容器	10	1.14.8 干燥	54
1.5.3 滤器	12	1.14.9 薄层色谱法	56
1.5.4 其他玻璃仪器	13	1.14.10 柱色谱法	58
1.5.5 玻璃仪器的清洗和干燥	15	1.14.11 纸色谱法	59
1.6 实验数据的读取与可疑数据的取舍	16	1.15 常用实验装置的装配	60
1.6.1 有效数字	16	1.15.1 简单玻璃仪器的加工	60
1.6.2 数据读取	16	1.15.2 玻璃仪器的连接与装配	62
1.6.3 可疑值的取舍	17	第二章 物质的制备、提纯和性质	66
1.6.4 测量结果的表示	17	实验1 氯化钠的提纯	66
1.7 误差与数据处理	18	实验2 硫酸铜的提纯(微型实验)	69
1.7.1 误差种类、起因和特点	18	实验3 酸碱反应与缓冲溶液	72
1.7.2 误差的表示法	19	实验4 配合物与沉淀-溶解平衡	74
1.7.3 作图法	20	实验5 氧化-还原反应	78
1.8 实验预习、实验记录和实验报告	21	实验6 p区非金属化合物的性质(一) (硼、碳、硅、氮、磷)	81
1.8.1 实验预习	21	实验7 p区重要金属化合物的性质 (锡、铅、铋、铊)	84
1.8.2 实验记录	21	实验8 p区非金属化合物的性质(二) (氧、硫、氯、溴、碘)	87
1.8.3 实验报告	22	实验9 d区元素化合物的性质(一) (铬、锰、铁、钴、镍)	90
II 化学实验的基本技术	28	实验10 d区元素化合物的性质(二) (铜、银、锌、镉、汞)	94
1.9 物料的量取	28	实验11 无水乙醇的制备	97
1.9.1 固体物料的量取	28	实验12 萘的精制	98
1.9.2 液体物料的量取	30	实验13 环己烯的制备	99
1.10 溶解与溶液的配制	30	实验14 1-溴丁烷的制备	101
1.11 搅拌与振荡	31	实验15 乙酸异戊酯的制备	103
1.12 加热	32		
1.12.1 煤气灯加热	32		
1.12.2 热浴加热	33		
1.12.3 电热设备加热	34		
1.13 冷却	35		

II 基础化学实验

实验 16	乙酰苯胺的制备	105	实验 44	离子选择电极法测定饮用水中氟的含量	190
实验 17	肉桂酸的制备	108	实验 45	电位滴定法连续测定工业废水中碘和氯的含量	193
实验 18	3-丁酮酸乙酯的制备	109	实验 46	钢材中锰含量的测定	196
实验 19	β -萘乙醚的制备(微量合成)	111	实验 47	邻二氮菲分光光度法测定铁含量	198
实验 20	喹啉的制备	112	实验 48	差值吸收光谱法测定废水中的微量苯酚含量	201
实验 21	扁桃酸(苦杏仁酸)的制备	114	实验 49	紫外分光光度法测定苹果醋饮料中维生素 C 的含量	203
实验 22	2,6-二叔丁基-4-甲苯酚的制备	116	实验 50	原子吸收分光光度法测定生活中用水中钙和镁的含量	205
实验 23	巴比妥酸的制备	118	实验 51	醇系物的气相色谱法分析	208
第三章 物理化学量的测定		120	实验 52	毛细管气相色谱法测定轻质重整石脑油中芳烃含量	213
实验 24	燃烧热的测定	120	实验 53	高效液相色谱法分析磺胺类药物成分	215
实验 25	溶解热的测定	123	实验 54	绿茶中儿茶素的高效液相色谱法分析	217
实验 26	液体饱和蒸气压的测定	127	实验 55	有机化合物结构的红外光谱测定和分析	220
实验 27	化学反应的平衡常数及热力学函数[变]的测定(氨基甲酸铵的热分解)	130	实验 56	毛细管区带电泳分离检测甘草中的甘草酸和甘草次酸	223
实验 28	凝固点降低法测定非挥发性溶质的摩尔质量	132	第五章 综合性、设计性和研究性实验		227
实验 29	完全互溶双液系沸点-组成图的测定	135	综合性实验		227
实验 30	二组分金属相图的测定	138	实验 57	硫酸亚铁铵的制备及质量检验	227
实验 31	一级反应动力学—— H_2O_2 催化分解速率常数的测定	141	实验 58	三草酸合铁(III)酸钾的制备、组成测定及表征	229
实验 32	乙酸乙酯皂化反应速率常数及活化能的测定	145	实验 59	铬(III)配合物的制备和分裂能的测定(微型实验)	233
实验 33	溶液表面张力及吸附分子横截面积的测定	150	实验 60	含铁化合物的制备及含量测定	235
实验 34	溶液吸附法测定固体吸附剂的比表面积	153	实验 61	含锌药物的制备及含量测定	238
实验 35	胶体的制备及性质研究	156	实验 62	镀镍液分析	241
实验 36	黏度法测定高聚物的黏均分子量	159	实验 63	水泥熟料中重要氧化物含量的测定	246
实验 37	强、弱电解质的摩尔电导率与浓度关系的对比研究	164	实验 64	乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备与有效成分的测定	251
实验 38	原电池电动势的测定及应用	167	实验 65	乙酰基二茂铁的制备	253
实验 39	差热分析法研究物质热稳定性及固相反应	171	实验 66	Y 型沸石分子筛的水热法制备及结构表征	256
实验 40	分子介电常数和偶极矩的测定	173			
第四章 物质的定量分析与结构表征		179			
实验 41	碱灰中总碱度的测定	179			
实验 42	钙盐中钙含量的测定	184			
实验 43	铁矿石中铁含量的测定	187			

设计性实验	258	附录 1.5 磁天平	303
实验 67 常见阴离子未知液的定性分析	258	附录 1.6 表面张力测定仪	307
实验 68 常见阳离子未知液的定性分析	261	附录 1.7 旋转黏度计	309
实验 69 微波辐射法制备 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	265	附录 1.8 阿贝折射仪	312
实验 70 从废定影液中回收银	267	附录 1.9 电位差计	314
实验 71 1,4-二苯基-1,3-丁二烯的制备	268	附录 1.9.1 UJ-25 型电位差计	314
实验 72 水杨酸甲酯(冬青油)的制备	270	附录 1.9.2 数字式电子电位差计	316
实验 73 香豆素的制备	271	附录 1.10 电导率仪	318
研究性实验	272	附录 1.10.1 DDS-11A 型电导率仪	318
实验 74 改性活性硅胶(PSA)的制备及其水处理性能的研究	272	附录 1.10.2 DDS-12A 型数字电导率仪	319
实验 75 水热法制备 SnO_2 纳米粉	273	附录 1.11 分光光度计	321
实验 76 凝胶法制备尖晶石型 LiMn_2O_4 纳米颗粒	275	附录 1.11.1 测定原理	321
实验 77 B-Z 振荡反应	277	附录 1.11.2 721 型分光光度计	321
实验 78 镍的阳极极化曲线的影响因素研究	279	附录 1.11.3 722 型分光光度计	323
实验 79 Salen-Mn(III) 的合成与催化性能研究	282	附录 1.11.4 紫外可见分光光度计	325
实验 80 溶液法生长晶体的形貌控制	283	附录 1.12 原子吸收分光光度仪	326
实验 81 手性配合物的合成与自发拆分	286	附录 1.13 气相色谱仪	329
附录 1 化学实验常用仪器、装置及使用	289	附录 1.13.1 基本原理与仪器结构	329
附录 1.1 酸度计	289	附录 1.13.2 气相色谱仪的使用方法	331
附录 1.1.1 基本原理	289	附录 1.14 高效液相色谱仪	333
附录 1.1.2 pHS-3C 酸度计	291	附录 1.14.1 仪器结构	333
附录 1.1.3 梅特勒-托利多 Delta 320-S pH 计	293	附录 1.14.2 HP1100 液相色谱仪的使用	335
附录 1.2 温度计与恒温槽	294	附录 1.15 红外光谱仪	336
附录 1.2.1 水银-玻璃温度计	294	附录 1.16 真空装置	338
附录 1.2.2 贝克曼温度计	295	附录 1.17 常用压缩气体钢瓶	342
附录 1.2.3 热电偶温度计	296	附录 1.18 DX-2000 型 X 射线衍射仪	343
附录 1.2.4 恒温槽	298	附录 2 重要理化数据	346
附录 1.3 熔点的测定仪器与装置	299	附录 2.1 中华人民共和国法定计量单位	346
附录 1.3.1 双浴式熔点测定器	299	附录 2.1.1 国际单位制的基本单位	346
附录 1.3.2 显微熔点测定仪	300	附录 2.1.2 国家选定的非国际单位制单位	346
附录 1.4 压力计	301	附录 2.1.3 国际单位制的辅助单位	347
附录 1.4.1 福廷式大气压力计	301	附录 2.1.4 国际单位制中具有专门名称的导出单位	347
附录 1.4.2 数字式压力测试仪	303	附录 2.1.5 用于构成十进倍数和分数单位的词头	347
		附录 2.2 元素的相对原子质量	348
		附录 2.3 常用化合物的摩尔质量	349
		附录 2.4 常用酸碱试剂浓度及密度	352
		附录 2.5 常用指示剂	352

附录 2.5.1 酸碱指示剂	352	(298.15K)	359
附录 2.5.2 氧化还原指示剂	353	附录 2.11 标准电极电势(298.15 K)	360
附录 2.5.3 沉淀及金属指示剂	353	附录 2.12 水的物性数据	364
附录 2.6 常用缓冲溶液	354	附录 2.13 几种常用液体的折射率	364
附录 2.6.1 常用 pH 标准缓冲 溶液的配制方法	354	附录 2.14 常用溶剂的物性常数	365
附录 2.6.2 常用缓冲溶液的配制	354	附录 2.15 不同温度下液体的密度	367
附录 2.7 常用基准物及其干燥条件	355	附录 2.16 几种液体的黏度	367
附录 2.8 酸、碱的解离常数	356	附录 2.17 常见基团的化学键的红外 吸收特征频率	368
附录 2.8.1 弱酸的解离常数 (298.15K)	356	附录 3 常见化合物的溶解性	371
附录 2.8.2 弱碱的解离常数 (298.15K)	357	附录 4 常见离子及化合物的颜色	375
附录 2.9 溶度积常数	357	附录 5 常见阳离子的鉴定	377
附录 2.10 某些配离子的标准稳定常数	357	附录 6 常见阴离子的鉴定	382
		主要参考书目	384

第一章 化学实验基本知识与技术

I 化学实验基本知识

1.1 实验室规则

化学实验室是进行科学实验及对学生进行科学训练的场所,进入实验室做实验的学生都应遵守以下规则:

- (1) 实验室要保持安静,不要大声喧哗。
- (2) 实验台面要保持清洁,台面及实验柜内的仪器要摆放整齐。实验完毕,应及时洗净所用仪器。
- (3) 保持水槽干净,切勿往水槽中乱抛杂物。火柴头、废纸片、碎玻璃应投入垃圾桶。废酸和废碱应小心倒入废液缸内。
- (4) 公共药品用后随时放回原处。所有配好的试剂都要贴上标签,注明名称、浓度及配制日期。注意节约药品、水、电和煤气。
- (5) 爱护仪器,使用精密仪器时,应严格遵守操作规程,不得任意拆装和搬动,用毕应登记。
- (6) 实验完毕,值日生要认真清扫地面,检查每个桌面是否整洁,最后检查水、电、煤气、窗户等是否关好。

1.2 实验室安全与事故处理

为了确保操作者及其身边人员、仪器设备及实验室的安全,每个进入实验室进行实验的学生,都应遵守有关规章制度,并对一般的安全常识有所了解。

- (1) 避免浓酸、浓碱等腐蚀性试剂溅在皮肤、衣服或鞋袜上。
- (2) 实验中使用性质不明的物料时,要先用极小的量预试,不得直接去嗅,以免发生危险。
- (3) 产生有毒气体、腐蚀性气体的实验,均应在通风橱中进行。操作时头部应在通风橱外面,以免中毒。
- (4) 使用有毒试剂时应当小心,应事先熟悉操作中的有关注意事项。氰化物、 As_2O_3 等剧毒试剂及汞盐都应特殊保管,不得随意放置。使用剧毒试剂的实验完毕后,应当及时妥善处理,避免自己或他人中毒。
- (5) 使用 CS_2 、乙醚、苯、酒精、汽油和丙酮等易燃物品时,附近不能有明火或热源。
- (6) 易燃或有毒的挥发性有机物用后都应收集于指定的密闭容器中。
- (7) 防止煤气、氢气等可燃性气体泄漏在室内,以免发生煤气中毒或引起爆炸。
- (8) 特殊仪器及设备应在熟悉其性能及使用方法后方可使用,并严格按照说明书操作。当情况不明时,不得随便接通仪器电源或扳动旋钮。

(9) 普通的玻璃瓶和容量器皿均不可加热,也不可倒入热溶液以免引起破裂或使容量不准。

(10) 灼热的器皿应放在石棉网或石棉板上,不可和冷物体接触,以免破裂;也不要用手接触,以免烫伤;更不要立即放入柜内或桌面上,以免引起燃烧或烙坏桌面。

(11) 加热试管时,管口不能对着自己或他人。不要俯视正在加热的液体。

实验过程中如发生意外事故,可采取下列相应措施:

(1) 玻璃割伤:伤口内若有玻璃碎片或污物,应立即清除干净,然后涂红药水并包扎。

(2) 烫伤或火伤:切勿用水冲洗。应在伤处抹上苦味酸溶液、万花油或烫伤膏。

(3) 酸碱伤眼:立即用水冲洗,然后用碳酸氢钠溶液或硼酸溶液冲洗,再用水冲洗。

(4) 起火:不要惊慌。小火用湿布、石棉布或沙子覆盖燃物;大火使用泡沫灭火器;电器设备发生火灾时,应首先立即切断电源,然后用 1211 灭火器灭火。

(5) 触电:立刻切断电源,救护伤员。

(6) 毒气侵入:吸入有毒气体(如煤气、氯气、硫化氢等)而感到不舒服时,应及时到窗口或室外呼吸新鲜空气。

1.3 三废处理

在化学实验中可能会产生各种有毒的废气、废液和废渣。为了减少对环境的污染,要对三废进行处理。实验过程中所产生的一般的废弃物应统一回收在废液缸或废料桶中,由实验室统一回收处理,特殊的有毒有害物质应作特殊处理。

(1) 有毒气体的排放:做少量有毒气体产生的实验,应在通风橱中进行。通过排风设备把有毒废气排到室外,利用室外的大量空气来稀释有毒废气。如果实验产生大量有毒气体,应该安装气体吸收装置来吸收这些气体,例如,产生的二氧化硫气体可以用氢氧化钠水溶液吸收后排放。

(2) 有毒的废渣的处理:应埋在指定的地点,但是溶解于地下水的废渣必须经过处理后才能深埋。

(3) 有毒废液的处理:

① 含六价铬的化合物(致癌) 加入还原剂(如 FeSO_4 、 Na_2SO_3 等)使之还原为三价铬后,再加入碱(NaOH 或 Na_2CO_3),调 pH 至 6~8,使之形成氢氧化铬沉淀除去。

② 含氰化物的废液 方法有二,一是加入硫酸亚铁,使之变为氰化亚铁沉淀除去;二是加入次氯酸钠,使氰化物分解为二氧化碳和氮气而除去。

③ 含汞化合物的废液 加入 Na_2S 使之生成难溶的 HgS 沉淀而除去。

④ 含砷化物的废液 加入 FeSO_4 ,并用 NaOH 调 pH 至 9,以便使砷化物生成亚砷酸钠或砷酸钠与氢氧化铁共沉淀而除去。

⑤ 含铅等重金属的废液 加入 Na_2S ,使之生成硫化物沉淀而除去。

1.4 化学实验所用的水和试剂

不同的化学实验对水的要求不同,要根据实验的需要,选用适当级别的水。化学实验室提供的去离子水一般是经过离子交换而得到的,基本能满足一般实验的要求。去离子水在 298 K 时的电导率为 $0.1 \text{ mS}\cdot\text{m}^{-1}$ 。如果需要更高纯度的电导水,则应特殊制备。具体制备方法如下:在一套石英材质的蒸馏器中装入去离子水,加入少量高锰酸钾固体,经蒸馏除去水中的有机物,得

重蒸馏水。再将重蒸馏水装入另外一套石英材质的蒸馏器中,加入少许硫酸钡和硫酸氢钾固体,进行蒸馏,弃去馏头和馏后各 10 mL,取中间馏分即得电导水。电导水在 298K 时的电导率可达到 $0.01 \text{ mS} \cdot \text{m}^{-1}$ 。电导水应保存在带有碱石灰吸收管的硬质玻璃瓶内,不能储存太长时间,一般在两周以内。

实验室所用的固体和液体试剂,常按其纯度分为若干等级(见表 1-1)。在实验中应根据具体要求,选择适当等级的试剂。

表 1-1 试剂的规格和适用范围

等级	名称	英文名称	符号	适用范围	标签标志
一级品	优级纯 (保证试剂)	guarantee reagent	GR	纯度很高,适用于精密化学实验	绿色
二级品	分析纯 (分析试剂)	analytical reagent	AR	纯度仅次于一级品,适用于多数化学实验	红色
三级品	化学纯	chemically pure	CP	纯度次于二级品,适用于一般化学实验	蓝色
四级品	实验试剂 (医用)	laboratorial reagent	LR	纯度较低,适用于作实验辅助试剂	棕色或其他颜色

除表中所列的之外,通常还有:① 基准试剂,主要用于直接配制或标定标准溶液。② 光谱纯试剂,主要用作光谱分析中的标准物质。③ 色谱纯试剂,主要用作色谱分析中的标准物质。

实验室使用的气体,除特殊的气体需要自行制备外,一般都可以用气体钢瓶提供。有关气体钢瓶的标识和使用可参见本书附录 1。

化学实验还经常用到一类特殊的试剂——试纸。试纸是为了使用上的方便,把所需的一种或几种试剂溶于溶剂中后再浸渍到纸上晾干而制得的。主要包括:① 用来定性检验溶液酸碱性的石蕊试纸和酚酞试纸。② 用于定量检验溶液酸度的 pH 试纸,包括广泛 pH 试纸和精密 pH 试纸,前者只能粗略地估计溶液的 pH,而后者则能较精确地估计出溶液的 pH。③ 用于定性检验氧化性气体的淀粉碘化钾试纸,湿润的淀粉碘化钾试纸遇到 Cl_2 、 Br_2 等氧化性气体变为蓝色。④ 用来定性检验硫化氢气体的醋酸铅试纸,湿润的醋酸铅试纸遇到硫化氢气体变为黑色。

1.5 化学实验常用的玻璃(瓷质)仪器

化学实验中常用的玻璃(瓷质)仪器包括定量取用液体试剂的量器、作为反应物存放和反应器皿的容器、用于固液分离的滤器,以及用于搅拌、冷凝、萃取、加料、连接等其他玻璃仪器。

1.5.1 量器

量器是带有一定精确程度刻度的玻璃仪器,用于定量取用液体试剂。所有量器都不能取用热的液体,更不能用作容器被加热。除量筒以外的精密量器在使用前应进行校正。

精密容量器皿上常标有符号 E 或 A。E 表示“量入”容器,即溶液充满至标线后,量器内溶液的体积与量器上所标明的体积相等。A 表示“量出”容器,即溶液充满至刻度线后,将溶液自量器

中倾出,体积正好与量器上标明的体积相等,有些容量瓶用符号“*In*”表示“量入”,“*Ex*”表示“量出”。

量器按其容积的准确度分为 A、A₂、B 三种等级,A 级的准确度比 B 级高一倍,A₂ 级介于 A 级与 B 级之间,过去量器的等级用“一等”、“二等”,“I”、“II”,或(1)、(2)等表示,分别相当于 A、B 级。

1.5.1.1 量筒与量杯

量筒[见图 1-1(a)]是一种外部有容积刻度的玻璃仪器,量筒的精度比锥形的量杯[如图 1-1(b)]好,二者都不能用于精确取用液体试剂,只能用来测量液体的大致体积,也用来配制大量溶液。

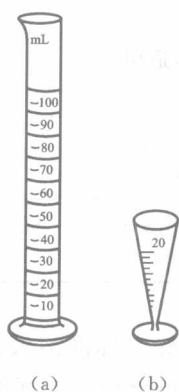


图 1-1 量筒和量杯
(a) 量筒;(b) 量杯

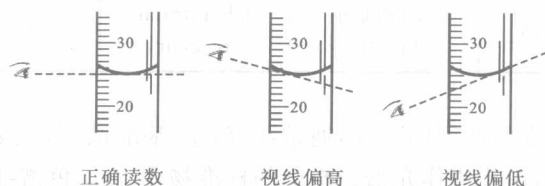


图 1-2 观看量筒内液体的容积

市售量筒(杯)以所能量取的最大容积(mL)表示,有 5 mL、10 mL、25 mL、50 mL、100 mL、500 mL、1000 mL、2000 mL 等,可根据需要来选用。

量液体时,眼睛要与液面取平,即眼睛置于与液面最凹处(弯月面底部)同一水平面上进行观察,读取弯月面底部的刻度(见图 1-2)。

量筒内不能用来稀释硫酸或溶解氢氧化钠。用量筒量取不润湿玻璃的液体(如水银)时,应读取液面最高部位。量筒易倾倒而损坏,用完后应放在平稳之处。

1.5.1.2 移液管与吸量管

移液管是用来准确移取一定量液体的量器[见图 1-3(a)]。它是一根细长而中部膨大的玻璃管,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。常用的移液管容积有 5 mL、10 mL、25 mL 和 50 mL 等。

吸量管是具有分刻度的玻璃管[见图 1-3(b)],用以准确吸取所需不同体积的液体。常用的吸量管有 1 mL、2 mL、5 mL 和 10 mL 等规格。

(1) 洗涤和润冲:移液管和吸量管在使用前要洗至内壁不挂水珠。先用自来水洗涤。在烧杯中盛自来水,将移液管或吸量管下部伸入水中,右手拿住管颈上部,用洗耳球轻轻将水吸入至管内容积的一半左右,用右手食指按住管口,取出后把管横放,左右两手的拇指和食指分别拿住

管的上、下两端,转动使水布满全管,然后直立,将水放出。如果用水洗不净,则用洗耳球吸取铬酸洗液洗涤。也可以将移液管或吸量管放入盛有洗液的大量筒或高型玻璃筒内浸泡数分钟至数小时,取出后用自来水洗净,再用去离子水润冲,方法同前。

吸取试液前,要用滤纸擦去管外的水,并用少量待取试液润冲 2~3 次,方法同上述水洗操作。

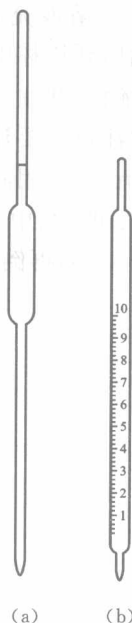


图 1-3 移液管和吸量管
(a) 移液管;(b) 吸量管

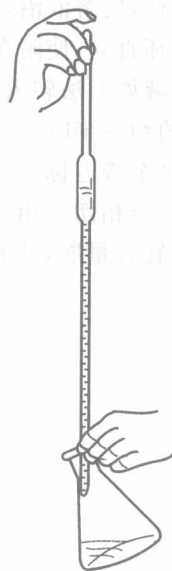


图 1-4 移取溶液姿势

(2) 溶液的移取:用移液管移取溶液时,右手大拇指和食指拿住管颈标线上方,将管下部插入溶液中。左手拿洗耳球把溶液吸入,待液面上升到标线稍高时,迅速用右手稍微润湿的食指压紧管口,大拇指和中指垂直拿住移液管,管尖离开液面,但仍靠在盛溶液器皿的内壁上。稍微放松食指使液面缓缓下降,至溶液弯月面与标线相切时(眼睛与标线处于同一水平面上观察),立即用食指压紧管口。然后将移液管移入预先准备好的器皿(如锥形瓶)中。移液管应垂直,锥形瓶稍倾斜,管尖靠在瓶内壁上,松开食指让溶液自然地沿器壁流出(见图 1-4)。待溶液流毕,等 15 s 后,取出移液管。残留在管尖的溶液切勿吹出,因校准移液管时已将此考虑在内。

吸量管的用法与移液管基本相同。使用吸量管时,通常是使液面从它的最高刻度降至另一刻度,使两刻度间的体积恰为所需的体积。在同一实验中应尽可能使用同一吸量管的同一部位,且尽可能用上面部分。如果吸量管的分刻度一直刻到管尖,而且又要用到末端收缩部分时,则要把残留在管尖的溶液吹出。若用非吹出式的吸量管,则不能吹出管尖的残留液。

移液管和吸量管用毕,应立即用水洗净,放在管架上。

1.5.1.3 容量瓶

容量瓶主要用来把精确称量的物质准确地配成一定体积的溶液,或将浓溶液准确地稀释成一定体积的稀溶液。容量瓶的形状如图 1-5 所示,瓶颈上刻有环形标线,瓶上标有它的容积和

标定时的温度,通常有 25 mL、50 mL、100 mL、250 mL、500 mL、1000 mL 等规格。

容量瓶使用前同样应洗到不挂液珠,用去离子水冲洗。使用中,瓶塞要用橡皮筋或细绳系在瓶颈上,以免弄错,引起漏水。

当用固体配制一定体积的准确浓度溶液时,通常将固体准确称量后放入烧杯中,用少量去离子水使其溶解,然后尽可能完全转入容量瓶内。转移时,烧杯嘴紧靠玻璃棒,玻璃棒下端靠着瓶颈内壁,慢慢倾斜烧杯,使溶液沿玻璃棒顺瓶壁流下(见图 1-6)。溶液流完后,将烧杯沿玻璃棒轻轻上提,同时将烧杯直立,使附在玻璃棒与烧杯嘴之间的液滴回到烧杯中。用去离子水冲洗烧杯壁几次,每次洗涤液如上法转入容量瓶内。然后用去离子水稀释,并注意将瓶颈附着的溶液洗下。当加水至容积的约一半时,摇荡容量瓶使溶液均匀混合,但注意不要让溶液接触瓶塞及瓶颈磨口部分。继续加水至接近标线。稍停,待瓶颈上附着的液体流下后,用滴管仔细加去离子水至弯月面下沿与环形标线相切。用一只手的食指压住瓶塞,另一手的大、中、食三个指头顶住瓶底边缘(见图 1-7),倒转容量瓶,使瓶内气泡上升到顶部,振摇 5~10 s,再倒转过来,如此重复十次以上,使溶液充分混匀。

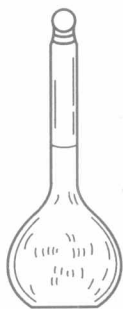


图 1-5 容量瓶

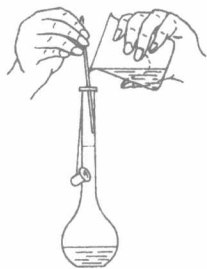


图 1-6 向容量瓶转移溶液



图 1-7 溶液的混匀

当用浓溶液配制稀溶液时,则用移液管或吸量管取准确体积浓溶液放入容量瓶中,按上述方法冲稀至标线,摇匀。

若操作失误,使液面超过标线而仍欲使用这些溶液时,可用透明胶布在瓶颈上另作一标记与弯月面相切。摇匀后把溶液转移。加水至刻度,再用滴定管加水至所作标记处。则此溶液的真实体积应为容量瓶容积与另加入的水的体积之和。这只是一补救措施,在正常操作中应避免出现这种情况。

长期使用的溶液不要放置于容量瓶内,而应转移到洁净干燥或经该溶液润冲过的贮藏瓶中保存。

1.5.1.4 滴定管

滴定管是进行滴定分析时准确量度溶液体积的量器。常用的滴定管容积为 50 mL 和 25 mL,其最小刻度是 0.1 mL,在最小刻度之间可估计读出 0.01 mL,一般读数误差为 ± 0.02 mL。除此之外,还有 10 mL 及容积更小的微量滴定管。

滴定管可分为酸式和碱式两种。

酸式滴定管(如图 1-8 所示)下端有一玻璃旋塞。开启旋塞时,溶液即自管内滴出。酸式滴定管用来装酸性及氧化性溶液,但不宜装碱液,因玻璃塞易被碱性溶液腐蚀而粘住,以致无法转动。