



高等学校教材

普通化学实验

主编 贺拥军 赵世永

西北工业大学出版社

高等学校教材

普通化学实验

General Chemistry Experiment

主编 贺拥军 赵世永

西北工业大学出版社

【内容简介】 本书主要包括 5 个部分:普通化学实验的基础知识和化学实验基本操作,普通化学实验中的数据表达与处理方法,普通化学实验中一些常用的精密仪器的使用方法,30 个基础性实验和 8 个综合性实验以及附录。

本书可作为高等学校“普通化学实验”教材,并可作为化工企业技术人员的参考资料。

图书在版编目(CIP)数据

普通化学实验/贺拥军,赵世永主编. —西安:西北工业大学出版社,2007.9

ISBN 978-7-5612-2293-5

I. 普… II. ①贺… ②赵… III. 化学实验 IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 136934 号

出版发行:西北工业大学出版社

通信地址:西安市友谊西路 127 号,邮编:710072

电 话:(029)88493844 88491757

网 址:www.nwpup.com

印刷者:陕西友盛印务有限责任公司

开 本:787 mm×1 092 mm 1/16

印 张:8.75

字 数:209 千字

版 次:2007 年 9 月第 1 版 2007 年 9 月第 1 次印刷

定 价:15.00 元

前 言

“普通化学实验”是非化工化学专业大学普通化学课程的重要组成部分,旨在为大学生提供宝贵的实践机会和空间。当前,培养“厚基础、宽口径、高素质”的创新型、应用型人才已成为高等院校人才培养的共同目标。“普通化学实验”尤其注重培养学生独立思考、设计实验方案等实验技能和科学素养,使学生得到全面的化学素质教育。

本书分5个部分。第1章为普通化学实验基础,介绍普通化学实验的基础知识和化学实验基本操作。第2章为普通化学实验中的数据表达与处理,包括实验及计算中的有效数字、平均偏差、样本偏差、化学实验中数据的作图法处理以及计算机在化学实验数据处理中的应用等内容。第3章介绍普通化学实验精密仪器的使用,包括分析天平、酸度计、电导率仪、分光光度计、奥氏气体分析仪和WZZ—2型自动旋光仪等。第4章介绍实验内容,包括30个基础性实验和8个综合性实验。最后一部分为附录。

参加本书编写工作的有:于春霞(第1章的“普通化学实验的一般知识”,第2章),张亚婷(第1章的“普通化学实验基本操作”),赵世永(第3章、第4章的“基础性实验”16~30,第4章的“综合性实验”,附录),贺拥军(第4章的“基础性实验1~15”)。全书由贺拥军和赵世永担任主编。

本书在编写过程中,得到西安科技大学化学与化工系蔡会武、李侃社、李天良、郭晓滨、闫兰英、黄婕、刘向荣、冯爱红、曲建林、梁耀东、赵小玲、杨建利、章结兵、张润兰、杨兵乾、康洁等老师的大力帮助以及周安宁等老师的热心指导,在此表示衷心感谢!

由于编者水平有限,书中难免存在错误和不妥之处,希望读者批评指正。

编 者

2007年6月

目 录

第 1 章 普通化学实验基础.....	1
1.1 普通化学实验的一般知识	1
1.2 普通化学实验基本操作	6
第 2 章 普通化学实验中的数据表达与处理.....	19
2.1 实验及计算中的有效数字、平均偏差、样本偏差.....	19
2.2 化学实验中数据的作图法处理.....	20
2.3 计算机在化学实验数据处理中的应用.....	23
第 3 章 普通化学实验精密仪器的使用	26
3.1 分析天平的使用方法.....	26
3.2 酸度计的使用.....	30
3.3 电导率仪的使用.....	34
3.4 可见分光光度计的使用.....	37
3.5 奥氏气体分析仪的使用.....	40
3.6 旋光仪的使用.....	42
第 4 章 实验部分	45
4.1 基础性实验	45
实验 1 分析天平的使用	45
实验 2 化学反应焓变的测定	46
实验 3 液体饱和蒸气压的测定	48
实验 4 凝固点降低法测摩尔质量	51
实验 5 电离平衡与沉淀反应	53
实验 6 甲基红的酸离解平衡常数的测定	56
实验 7 有机酸摩尔质量的测定	58
实验 8 乙酸解离度和解离常数的测定	59
实验 9 化学反应速度、反应级数和活化能的测定	61
实验 10 原电池电动势和电极电势的测定	64

实验 11	乙酰苯胺的重结晶	69
实验 12	海带中提取碘	70
实验 13	溶胶聚沉值的测定	72
实验 14	金属元素化学	74
实验 15	非金属元素化学	76
实验 16	葡萄糖含量的测定	80
实验 17	药片中 Vc 含量的测定	81
实验 18	硫酸亚铁铵的制备	82
实验 19	粗食盐的提纯	84
实验 20	紫外分光光度法测定饮料中的防腐剂——苯甲酸	85
实验 21	可见分光光度法测定铁	87
实验 22	食用白醋中 HAc 浓度的测定	89
实验 23	从茶叶中提取咖啡因	90
实验 24	己二酸的制备	91
实验 25	蛋壳中碳酸钙含量的测定	92
实验 26	酸碱标准溶液的配制及滴定练习	93
实验 27	混合碱的测定	94
实验 28	铵盐中含氮量的测定	96
实验 29	工业乙醇的蒸馏与分馏	97
实验 30	配合物的性质	99
4.2	综合性实验	104
实验 31	离子鉴定和未知物的鉴别	104
实验 32	水的软化和净化处理	107
实验 33	菠菜色素的提取和分离	111
实验 34	含铬废液的处理(铁氧体法)	113
实验 35	三氯化六氨合钴(Ⅲ)配合物的合成和组成测定	115
实验 36	纳米级磁性 Fe_3O_4 粒子的制备及铁含量的测定	117
实验 37	水泥中铁、铝、钙、镁的测定	119
实验 38	储藏环境中氧气和二氧化碳气体的测定	124
附录		127
附录 1	洗涤液的配制及使用	127
附录 2	市售酸碱试剂的浓度及密度	127
附录 3	常用指示剂	128
附录 4	不同温度下稀溶液体积对温度的补正值	131
附录 5	元素的相对原子质量表(1989 年).....	132
参考文献		133

第 1 章 普通化学实验基础

1.1 普通化学实验的一般知识

1.1.1 普通化学实验目的

普通化学是一门实验性科学,只有进行实验,才能很好地领会和牢固地掌握化学的基本理论和基础知识。其主要目的是:

(1) 通过实验使学生正确地掌握化学实验的基本操作方法、技能和技巧,学会使用化学实验的仪器,具备安装设计简单实验装置的能力。

(2) 通过实验使学生了解一些常见无机物的制备、分离和提纯方法;通过验证无机化学的基本反应规律及基本理论,加深对基本概念的理解。

(3) 通过实验培养学生正确观察、记录和分析实验现象,合理处理实验数据,规范绘制仪器装置图,撰写实验报告,查阅文献资料等方面的能力。

(4) 通过实验培养学生实事求是的科学态度,准确、细致、整洁的良好实验习惯,科学的思维方法以及处理实验中一般事故的能力。

1.1.2 普通化学实验方法

为了达到上述目的,要求学生必须有正确的学习态度和学习方法。教师要在启发学生自觉的基础上进行严格要求。为了完成好普通化学实验,必须认真做到以下几点:

(1) 充分预习。充分预习实验教材、教科书及其他参考资料是保证做好实验的重要环节。预习时要明确实验目的,知晓实验原理,了解实验的内容、步骤、操作过程和实验时应注意的事项。要写好预习笔记,做到心中有数。实验开始前,教师要检查学生的预习情况。若发现学生预习不够充分,应要求该学生掌握实验内容之后再继续进行实验。

(2) 认真实验。学生应在预习的基础上,按照实验步骤、试剂用量和仪器的使用方法严肃认真地进行实验,做到规范操作、细致观察、如实记录。如发现实验现象与理论不符时,应对实验过程一步一步地核查,找出失败的原因,提出改进的措施,重新操作,以便得出有益的结论或采取相应的补救措施。如有新的见解和建议,须在征得老师同意后,方可改变实验方案进行实验。在实验过程中应保持肃静,并严格遵守实验室的各项规章制度。

(3) 做好总结。实验结束后,要对实验进行全面总结,写出实验报告。应根据实验现象进行分析、解释,写出有关的反应方程式,或根据实验数据进行计算,并将计算结果与理论值进行

比较、分析,从而得出结论。实验报告应简明扼要,书写工整,不要随意涂改,更不能相互抄袭、马虎行事。

1.1.3 普通化学实验课学生守则

(1) 上实验课前,必须预习实验指导书,了解实验的目的、原理、步骤和注意事项。实验前必须按清单清点所用仪器,如发现有破损或缺少,应立即报告指导教师。

(2) 实验时,必须认真地按照实验方法和步骤进行,勤于思考,仔细分析,力争自己解决问题。做好原始数据的记录。原始数据要用钢笔或圆珠笔书写,并经过老师签字。禁止穿拖鞋、背心进入实验室,树立良好的风气和秩序。

(3) 保持实验室安静、清洁和整齐。火柴梗、废纸屑、残渣等固体废弃物应丢入废物桶中,废液应倒入指定的废液缸中,严禁倒入水槽内,以防水槽和水管堵塞或腐蚀。

(4) 使用精密仪器时,必须严格按照操作规程进行操作,细心谨慎,避免因粗心大意而损坏仪器。如发现仪器有故障,应立即停止使用,报告老师,及时排除故障。使用后必须自觉填写使用登记本。

(5) 药品应按规定量取用,自瓶中取出药品后,不应将药品倒回原瓶中,以免带入杂质。取用药品后,应立即盖上瓶塞,以免搞错瓶塞,玷污药品,并随即将药品瓶放回原处。

(6) 实验完毕,必须将玻璃仪器洗涤干净,放回原处。值日生应整理好其他实验仪器,搞好实验台面、地面、水槽和周边的清洁卫生,关好水龙头、煤气、电源和门窗。得到指导教师允许后,方可离开实验室。

(7) 实验课后,理论联系实际,认真处理数据,分析问题,写出实验报告,按时交给老师批阅。

1.1.4 危险品的分类

根据危险品的性质,常用的一些化学药品可大致分为易燃、易爆和有毒三大类。

1. 易燃化学药品

(1) 可燃气体有 NH_3 , $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{NH}_2$, Cl_2 , $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{Cl}$, C_2H_2 , H_2 , H_2S , CH_4 , CH_3Cl , O_2 , SO_2 和煤气等。

(2) 易燃液体可分为一级、二级、三级。一级易燃液体有丙酮、乙醚、汽油、环氧丙烷、环氧乙烷等;二级易燃液体有甲醇、乙醇、吡啶、甲苯、二甲苯、正丙醇、异丙醇、二氯乙烯、丙酸戊酯等;三级易燃液体有火柴、煤油、松节油等。

(3) 易燃固体可分为无机物和有机物两大类,无机物类如红磷、硫磺、 P_2S_5 、镁粉和铅粉等;有机物类如硝化纤维、樟脑等。

(4) 自燃物质有白磷。

(5) 遇水燃烧的物品有 K , Na , CaC_2 等。

2. 易爆化学药品

H_2 , C_2H_2 , CS_2 和乙醚及汽油的蒸气与空气或 O_2 混合,皆可因火花导致爆炸。

单独可爆炸的有硝酸铵、雷酸铵、三硝基甲苯、硝化纤维、苦味酸等。

混合发生爆炸的有 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 加浓 HNO_3 ; KMnO_4 加甘油; KMnO_4 加 S ; HNO_3 加 Mg 和 HI ; NH_4NO_3 加锌粉和水滴;硝酸盐加 SnCl_2 ;过氧化物加 Al 和 H_2O ; S 加 HgO ; Na 或 K 加

H₂O 等。

氧化剂与有机物接触,极易引起爆炸,故在使用 HNO₃, HClO₄, H₂O₂ 等时必须注意。

3. 有毒化学药品

(1) Br₂, Cl₂, F₂, HBr, HCl, HF, SO₂, H₂S, COCl₂, NH₃, NO₂, PH₃, HCN, CO, O₃ 和 BF₃ 等均为有毒气体,具有窒息性或刺激性。

(2) 强酸和强碱均会刺激皮肤,有腐蚀作用,会造成化学烧伤。强酸、强碱可烧伤眼睛角膜,其中强碱烧伤后 5min,可使角膜完全毁坏。HF, PCl₃, CCl₃COOH 等也有强腐蚀性。

(3) 高毒性固体有无机氰化物、As₂O₃ 等砷化物、HgCl₂ 等可溶性汞化合物、铊盐、Se 及其化合物和 V₂O₅ 等。

(4) 有毒有机物有苯、甲醇、CS₂ 等有机溶剂,芳香硝基化合物、苯酚、硫酸二甲酯、苯胺及其衍生物等。

(5) 已知的危险致癌物质有联苯胺及其衍生物、β-萘胺、二甲氨基偶氮苯、α-萘胺等芳胺及其衍生物, N-四甲基-N-亚硝基苯胺、N-亚硝基二甲胺、N-甲基-N-亚硝基脲、N-亚硝基氢化吡啶等 N-亚硝基化合物,双(氯甲基)醚、氯甲基甲醚、碘甲烷、β-羟基丙酸丙酯等烷基化试剂,硫代乙酰胺硫脲等含硫化合物,石棉粉尘等。

(6) 具有长期积累效应的毒物有苯、铅化合物,特别是有机铅化合物;汞、二价汞盐和液态的有机汞化合物等。

1.1.5 易燃、易爆和腐蚀性药品的使用规则

(1) 绝不允许把各种化学药品任意混合,以免发生意外事故。

(2) 使用氢气时,要严禁烟火。点燃氢气前,必须检查氢气的纯度。进行有大量氢气产生的实验时,应把废气通至室外,并须注意室内通风。

(3) 可燃性试剂均不能用明火加热,必须用水浴、油浴、沙浴或可调电压的电热套加热。使用和处理可燃性试剂时,必须在没有火源且通风的实验室中进行,试剂用毕要立即盖紧瓶塞。

(4) 钾、钠和白磷等暴露在空气中易燃烧,所以钾、钠应保存在煤油中,白磷则可保存在水中。取用此类物质时应使用镊子。

(5) 取用酸、碱等腐蚀性试剂时,应特别小心,不要洒出。废酸应倒入废酸缸,但不要往废酸缸中倾倒碱液,以免因酸碱中和放出大量的热而发生危险。浓氨水具有强烈的刺激性,一旦吸入较多氨气,可能导致头晕甚至昏倒;若氨水溅入眼内,严重时可能造成失明。所以,在热天取用浓氨水时,最好先用冷水浸泡氨水瓶使其降温后再开盖取用。

(6) 对某些强氧化剂(如 KClO₃, KNO₃, KMnO₄ 等)或其混合物,不能研磨,否则将引起爆炸;银氨溶液不能留存,因其久置后会生成 Ag₃N 而容易发生爆炸。

1.1.6 有毒、有害药品的使用规则

(1) 有毒药品(如铅盐、砷的化合物、汞的化合物、氰化物和 K₂Cr₂O₇ 等)不得进入口内或接触伤口,也不能随便倒入下水道。

(2) 金属汞易挥发,并通过呼吸道而进入人体内,会逐渐积累而造成慢性中毒,所以取用时特别小心,不得把汞洒落在桌上或地上。一旦洒落,必须尽可能收集起来,并用硫磺粉盖

在洒落汞的地方,使汞转变成不挥发的 HgS ,然后清除掉。

(3) 制备和使用具有刺激性、恶臭和有害气体(如 H_2S , Cl_2 , COCl_2 , CO , SO_2 , Br_2 等)及加热蒸发浓 HCl , HNO_3 , H_2SO_4 等时,应在通风橱内进行。

(4) 对一些有机溶剂如苯、甲醇、硫酸二甲酯等,使用时应特别注意。因这些有机溶剂均为脂溶性液体,不仅对皮肤及黏膜有刺激作用,而且对神经系统也有损伤。生物碱大多具有强烈毒性,皮肤亦可吸收,少量即可导致中毒甚至死亡。因此,使用这些试剂时,均须穿上工作服、戴手套和口罩等。

(5) 必须了解哪些化学药品具有致癌作用。在取用这些药品时应特别注意,以免侵入人体内。

1.1.7 意外事故的预防和处理

1. 意外事故的预防

(1) 防火。

1) 在操作易燃溶剂时,应远离火源,切勿将易燃溶剂放在敞口容器内用明火加热或放在密闭容器中加热。

2) 在进行易燃物质实验时,应与酒精等易燃物质隔离开。

3) 蒸馏易燃物质时,装置不能漏气,接受器支管应与橡皮管相连,使余气通往水槽或室外。

4) 回流或蒸馏液体时应放沸石,不要用火直接加热烧瓶,而应根据液体沸点高低使用石棉网、油浴、沙浴或水浴、冷凝水等,要保持畅通。

5) 切勿将易燃溶剂倒入废液缸中,更不能用敞口容器盛放易燃液体。倾倒易燃液体时应远离火源,最好在通风橱中进行。

6) 油浴加热时,应绝对避免水滴溅入热油中。

7) 酒精灯用毕应立即盖火。避免使用灯颈已破损的酒精灯。切忌斜持一只酒精灯到另一只酒精灯上去接火。

(2) 爆炸的预防。

1) 蒸馏装置必须安装正确。常压操作时,切勿造成密闭体系;减压蒸馏时,要用圆底烧瓶或吸滤瓶作接受器,不可用锥形瓶,否则可能会发生爆炸。

2) 使用易燃易爆气体如氢气、乙炔等时,要保持室内空气畅通,严禁明火,并应防止一切火星的产生。有机溶剂如乙醚和汽油等的蒸气与空气相混时极为危险,可能会由一个热的表面或者一个火花、电花而引起爆炸,应特别注意。

3) 使用乙醚时,必须检查有无过氧化物存在,如果发现有过氧化物,应立即用 FeSO_4 除去过氧化物后才能使用。

4) 对于易爆炸的固体,或遇氧化剂会发生猛烈爆炸或燃烧的化合物,或可能生成有危险性的化合物的实验,都应事先了解其性质、特点及注意事项,操作时应特别小心。

5) 开启储有挥发性液体的试剂瓶时,应先充分冷却,开启时瓶口必须指向无人处,以免由于液体喷溅而导致伤害。当瓶塞不易开启时,必须注意瓶内储物的性质,切不可冒然用火加热或乱敲瓶塞等。

(3) 中毒的预防。

1) 对有毒药品应小心操作,妥为保管,不许乱放。实验中所用的剧毒物质应由专人负责收发,并向使用者说明的操作规程。对实验后的有毒残渣必须做妥善有效的处理,不准随意丢弃。

2) 某些有毒物质会渗入皮肤,因此,使用这些有毒物质时必须穿工作服,戴手套,操作后立即洗手,切勿让有毒药品沾染五官或伤口。

3) 在反应过程中可能生成有毒或腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行,实验过程中,不要把头探入橱内,使用后应及时清洗器皿。

(4) 触电的预防。

使用电器时,应避免人体与电器导电部分直接接触,不能用湿手或手握湿的物体接触电插头。装置和设备的金属外壳等都应先连接地线。实验后应切断电源,再将电器连接总电源的插头拔下。

2. 意外事故的处理

(1) 起火。起火时,要立即一面灭火,一面防止火势蔓延(如采取切断电源、移去易燃药品等措施)。灭火要针对起因选用合适的方法:一般的小火可用湿布、石棉布或沙子覆盖燃烧物;火势大时可使用泡沫灭火器;电器失火时切勿用水泼救,以免触电;若衣服着火,切勿惊慌乱跑,应赶快脱下衣服,或用石棉布覆盖着火处,或立即就地卧倒打滚,或迅速以大量水扑灭。

(2) 割伤。伤处不能用手抚摸,也不能用水洗涤。应先取出伤口中的玻璃碎片或固体物,用3% H_2O_2 洗后涂上碘酒,再用绷带扎住。大伤口则应先按紧主血管以防大量出血,急送医务室。

(3) 烫伤。不要用水冲洗烫伤处。烫伤不重时,可涂抹甘油、万花油,或者用蘸有酒精的棉花包扎伤处;烫伤较重时,立即用蘸有饱和苦味酸溶液或饱和 KMnO_4 溶液的棉花或纱布贴上,再送医务室处理。

(4) 酸或碱灼伤。酸灼伤时,应立即用水冲洗,再用3% NaHCO_3 溶液或肥皂水处理;碱灼伤时,水洗后用1% HAc 溶液或饱和 H_3BO_3 溶液洗。

(5) 酸或碱溅入眼内。酸液溅入眼内时,立即用大量自来水冲洗眼睛,再用3% NaHCO_3 溶液洗眼;碱液溅入眼内时,先用自来水冲洗眼睛,再用10% H_3BO_3 溶液洗眼。最后均用蒸馏水将余酸或余碱洗净。

(6) 皮肤被溴或苯酚灼伤。应立即用大量有机溶剂如酒精或汽油洗去溴或苯酚,最后在受伤处涂抹甘油。

(7) 吸入刺激性或有毒气体。吸入 Cl_2 或 HCl 气体时,可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气使之解毒;吸入 H_2S 或 CO 气体而感到不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气。应注意, Cl_2 或 Br_2 中毒时不可进行人工呼吸, CO 中毒时不可使用兴奋剂。

(8) 毒物进入口内。把5~10 mL 5% CuSO_4 溶液注入一杯温水中,内服后,把手指深入咽喉部,促使呕吐,吐出毒物,然后立即送医务室。

(9) 触电。首先切断电源,然后在必要时进行人工呼吸。

1.2 普通化学实验基本操作

1.2.1 常用玻璃仪器的洗涤和干燥及简单的玻璃加工

1. 仪器的洗涤

洗涤仪器的方法很多,应当根据实验的要求、污物的性质和沾污的程度来选择。一般有下列几种洗涤方法:

(1)用水刷洗。此法既可洗去溶于水的物质,又可使附着在仪器上的尘土和不溶性物质脱落下来,但对油污效果并不好。洗刷时,要选用合适的刷子,若刷子顶端无毛,则不宜使用,防止损坏玻璃器皿。

(2)用去污粉或合成洗涤剂刷洗。去污粉中含有碳酸钠、白土和细沙,具有去油污和摩擦作用,适宜用于一般油污及不溶物黏附较牢的器皿的刷洗。合成洗涤剂则适用于油污较多的器皿刷洗。经去污粉或合成洗涤剂刷洗的器皿,必须要用自来水将残存的去污粉或合成洗涤剂冲洗干净才能使用。

(3)还原性洗涤液。这类洗涤液有粗盐酸、草酸、 $\text{HCl}-\text{H}_2\text{O}_2$ 、亚硫酸钠、酸性硫酸亚铁等洗涤液。它们主要是用于洗一些不溶性的固体氧化剂如 MnO_2 等。

(4)浓硫酸-重铬酸钾洗涤液(又称铬酸洗涤液)。这种洗液具有很强的氧化性,对有机物和油污的去污能力特别强,适宜于一些对洁净程度要求较高的定量器皿(如滴定管、容量瓶、移液管等),以及一些形状特殊、不能用刷子刷洗的仪器。

浓硫酸-重铬酸钾洗涤液的具体配制方法:称取 10g 研细的重铬酸钾固体,加热溶于 20 mL 水中,待冷却后,边搅拌边缓慢地加入 180 mL 浓 H_2SO_4 (切勿将溶液加入浓 H_2SO_4),冷却后,移入磨口瓶中保存。

使用该洗液时注意如下几点:

1) 使用洗液前,应先用水刷去外层污物,并用水冲内层污物。冲洗完毕后应将仪器内的残存水控干,避免水把洗液冲稀,降低其氧化能力。

2) 用洗液时,首先将洗液倒入仪器中 $1/5$ 至 $1/4$ 的容积,然后慢慢地将仪器倾斜旋转,使仪器的内壁全部为洗液润湿,反复操作一两次;然后将洗液倒回储存瓶中,倒置一会儿,让残存的洗液流尽,然后用水将附着在内壁的洗液冲洗干净;最后用少量蒸馏水或离子水洗去残存在自来水中的 Ca^{2+} , Mg^{2+} , Cl^- 等离子,反复此操作三次左右。若仪器较脏,可将洗液充满整个仪器,浸泡一段时间,或用热洗液洗,去污能力更强。

3) 洗液可重复使用,直至洗液变绿色(重铬酸根被还原成 Cr^{3+}),才会失效报废。

4) 洗液变稀时,将会有重铬酸钾析出,氧化能力将有所降低,但仍可使用。也可将其蒸浓后再用。

洗液具有很强的腐蚀性,会灼伤皮肤和破坏衣物。如不慎把洗液洒在衣物上,应立即用水冲洗;若洒在桌上,应立即用抹布揩去,然后抹布用水洗净。

5) Cr(VI) 有毒,清洗残留在仪器上的洗液时,前两遍水不要倒入下水道,而应倒入废液缸中统一处理,以免污染环境。

(5)氢氧化钠-高锰酸钾洗涤液。此类洗液适宜用于洗油腻及有机物较多的仪器。此液的

配制方法:称取 4g 高锰酸钾溶于少量水中,缓慢地加入 100 mL 10% NaOH 溶液即成。此类洗液腐蚀玻璃,不宜用于清洗定量精密仪器,且洗后会有二氧化锰沉淀,可用浓盐酸或亚硫酸钠溶液洗去。

以上介绍了几种洗涤方法,可根据不同的要求进行选择。洗净的仪器,应不挂水珠,将仪器倒置时,水会顺着器壁流下,器壁上只留下一层既薄又均匀的水膜。注意,若手上有汗或油脂,拿洗净的仪器时应捏上口边缘,否则仪器外壁易挂水珠。外壁水珠用手或滤纸可抹去或移位,但内壁水珠不可抹去或移位。

2. 仪器的干燥

仪器的干燥一般有以下几种方法:

(1)晾干。不急等使用的、要求一般干燥的仪器洗净后倒置于干净的实验柜内或仪器架上让其自然干燥。

(2)吹干。用吹风机或气流烘干器(见图 1-1)将洗净的仪器吹干。有时为了加快吹干速度,先用少量酒精或丙酮与仪器内的水互溶,倒出,然后用冷风吹干。

(3)烘干。将洗净的仪器倒置或平放于搪瓷盘中,放入烘箱(见图 1-2)中烘干。使用时注意以下几点:

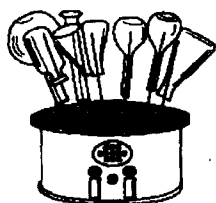


图 1-1 气流烘干器

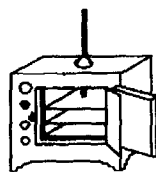


图 1-2 烘箱

1) 烘箱内温度一般控制在 $110\sim 120^{\circ}\text{C}$, 烘干一小时。

2) 带有刻度的计量仪器不能用加热的方法进行干燥。

3) 烘干前要倒去积存的水。

4) 对厚壁的仪器和实心玻璃塞烘干时升温要慢。

5) 带有玻璃塞的仪器要拔出塞一同干燥,但木塞和橡胶塞不能放入烘箱,应在干燥器中干燥。

(4)烤干。将洗净的蒸发皿或烧杯之类大口器皿(耐热玻璃制作的)在石棉网上用小火加热烤干。试管可直接用小火来回移动烤干,使其受热均匀,但管口要比底略低呈倾斜状,防止回流水珠流入加热区而使试管破裂。

1.2.2 基本度量仪器及其使用方法

此处着重介绍液体体积的度量仪器。

(1)量杯和量筒。量杯和量筒都是精度要求不太高的量取液体体积的度量仪器。一般容量有 5 mL, 10 mL, 25 mL, 50 mL, 100 mL, 250 mL, 500 mL, 1 000 mL 等,可根据需要选用,切勿用大容量的量杯和量筒量取小体积,这样会使精度下降。

量取液体时,应让量筒放平稳,且停留 15 s 以上待液面平静后,使视线与量筒(杯)内液体

的弯月面最低处保持水平,偏高或偏低都会因读数不准而造成较大的误差。一般来讲,量筒比量杯精度高一些。

(2)移液管和吸量管。移液管和吸量管(见图 1-3)都是准确量取一定体积液体精密度量仪器。移液管是定容量的大肚管,只有一条刻度线,无分度刻度线,所以到了刻度线即为定温下的规定体积,一般容量有 1 mL, 2 mL, 5 mL, 10 mL, 20 mL, 25 mL, 50 mL, 100 mL 等规格。吸量管是一种直线型的带分度刻度的移液管,管上标量为最大容量。一般有 0.1 mL, 0.2 mL, 0.5 mL, 1 mL, 2 mL, 5 mL, 10 mL 等规格。移液管和吸量管的使用方法见图 1-4。

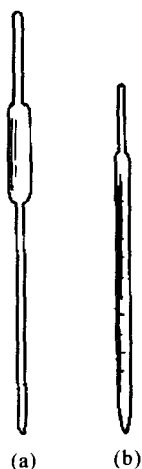


图 1-3
(a) 移液管; (b) 吸量管

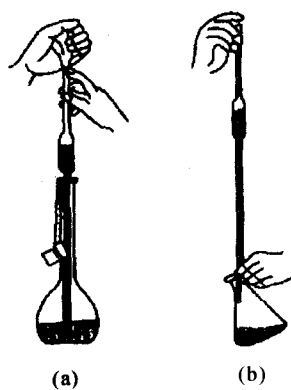


图 1-4 移液管的操作
(a) 吸取溶液; (b) 排放溶液

右手拇指和中指捏住移液管上端,将其下端伸入液面下约 1cm 处,左手用洗耳球(先排出其中空气)将液体吸入移液管至刻度线以上 3~4 cm,立即用右手食指按住管口,然后以拇指和中指转动管身,使管中液面平稳下降,直至液面弯月面最低处与刻度线水平相切时,立即按紧食指,取出移液管至容器中。将移液管尖端紧靠盛器内壁,使盛器稍倾斜而移液管保持直立,放开食指使液体自然流下,待液体流完后,停留 15s 再移开移液管。注意若移液管上标有“吹”或“快”字样,则应将留在管端的液体吹入盛器。

移取少量或非整数体积液体时,可用标有分刻度的吸量管。使用方法与单刻度移液管相同。移液管和吸量管在使用前应依次用洗液、自来水、蒸馏水洗至内壁不挂水珠,再用少量被取溶液洗 2~3 次。如果实验要求更高的精度,还需要对移液管进行校正。

(3)容量瓶。容量瓶是一种为配制准确浓度溶液的液体度量仪器,它在一定温度时刻度线内容积为规定体积:一般容量为 10 mL, 25 mL, 50 mL, 100 mL, 200 mL, 250 mL, 500 mL, 1 000 mL, 2 000 mL 等规格。

容量瓶分磨口塞和塑料塞两种,使用方法如下:

1) 检查瓶塞是否漏水。在瓶中加入部分水,塞紧塞子,左手拿瓶,右手顶住塞子,将瓶倒立,观察瓶塞是否有漏水或渗水现象。若不漏也不渗,则将瓶塞旋转 180°再塞紧,重复上述操作,如不漏也不渗,则此瓶可用。

2) 用硫酸-重铬酸钾洗液、自来水、蒸馏水将容量瓶及塞子洗净。

3) 配溶液操作。将称量好的固体放在烧杯中,倒入部分水溶解,溶完后,转移到容量瓶中,再用少量蒸馏水洗涤烧杯 3~5 次,洗涤液合并到容量瓶中,加蒸馏水至 3/4 左右,先摇匀一下,再加水至刻度,塞紧塞子,用一手的食指顶住瓶塞,另一手握住瓶底(小容量瓶只要一只手即可),将瓶横放摇动,倒转摇动数次,使瓶内溶液混合均匀(见图 1-5)。

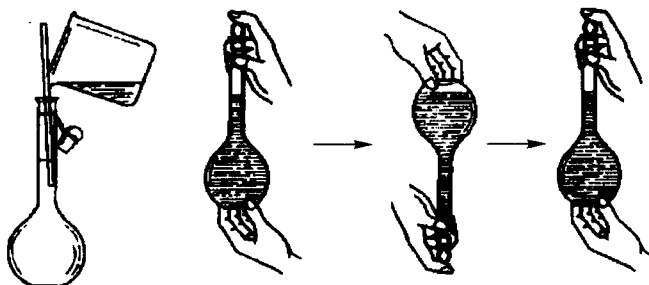


图 1-5 容量瓶操作

(4) 滴定管。滴定管分酸式和碱式两种,除了碱溶液放在碱式滴定管中进行外,其他溶液都在酸式滴定管中进行。

酸式滴定管下端为一玻璃活塞,它的使用方法如下:

1) 涂凡士林操作(见图 1-6)。将活塞取下,用滤纸揩干,然后揩干活塞槽;在活塞的两头涂上一层很薄的凡士林,在活塞上小孔两侧的垂直方向用手指各拉上两道很薄的凡士林(切勿涂多,否则会堵塞小孔),将活塞紧塞在活塞槽中,转动活塞,使活塞与塞槽接触处呈透明状态且活塞转动灵活为止。若接触处有不透明的拉丝,需要重新进行涂油。套上橡皮圈,保护活塞不滑出塞槽。

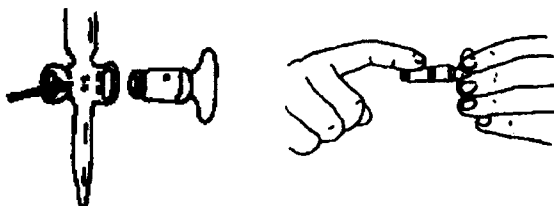


图 1-6 滴定管活塞涂凡士林的操作

2) 检查是否漏水。往滴定管中加水至零刻度附近,垂直架在滴定台上,观察滴定管口是否滴水,活塞与塞槽间隙处是否漏水。若不漏,则将活塞旋转 180°后再行检查。若不漏水即可进行下步操作,若漏水需重新涂凡士林后再检查。

3) 洗涤方法。倒入硫酸-重铬酸钾洗液约 1/4 容积,慢慢倾斜旋转滴定管,使管壁全部沾上洗液,然后打开活塞让洗液充满下端,再关闭活塞,将洗液从管口倒回储存瓶,打开活塞,让洗液全部倒回储存瓶中。用自来水洗去残存洗液,用蒸馏水洗 3~4 次,洗去 Ca^{2+} , Mg^{2+} , Cl^- 等离子,最后用滴定液洗 3 次,即可装滴定液。

4) 装溶液及赶气泡。将溶液加到零刻度以上,将活塞开到最大,放出一些溶液,依靠重力使溶液充满活塞下端,赶去气泡,关上活塞。检查下端是否还是有气泡,若还有气泡,可重新打

开活塞,将滴定管由上向下加一下加速度,即可赶去气泡,关上活塞。

5) 读数操作。滴定管是一种精密的液体度量仪器,因此,读数是一个非常重要的操作。滴定管应垂直架于滴定台上,读数时,视线应与液体弯月面下部实线的最低点保持在同一水平面上,偏高或偏低都会带来误差。若滴定台太高,可将滴定管取下,用左(或右)手的拇指和食指轻轻握住滴定管上部,让滴定管依靠重力自然成垂直状态,移至弯月面下部实线最低点与视线在同一水平面上读数(见图 1-7)。50 mL, 25 mL 滴定管可读至小数点后两位。

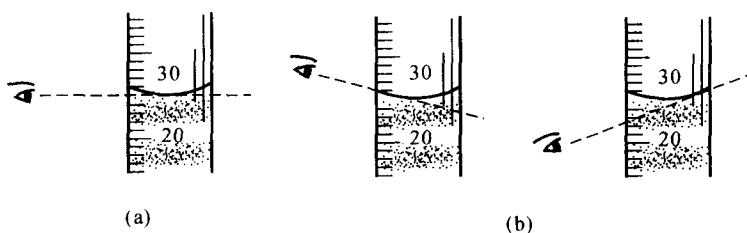


图 1-7 滴定管读数方法

(a) 正确; (b) 错误

为了便于读数,可制作“读数卡”。在一张白卡中贴一张 $3\text{ cm} \times 1.5\text{ cm}$ 的黑纸(或用黑墨水涂)即成读数卡。读数时,手持读数卡放在滴定管背后,使黑色部分在弯月面下 1 mm 左右,则弯月面反射成黑色,读此弯月面的最低点。像高锰酸钾这样的深色溶液,则读取液面的最高点。

目前还有一种蓝线滴定管,即滴定管内有一整条白色不透明玻璃,中间有一条蓝线,则液体有两个弯月面相交于滴定管蓝线的某一点。读数时,视线应与此点处于同一水平面上。如为有色溶液,应使视线与液面两侧的最高点相切。

6) 滴定操作(见图 1-8)。滴定时,最好每次都从 0.00 mL 开始,或接近于 0.00 mL 的某一刻度开始,这样可减少滴定管刻度不均匀带来的误差。滴定最好在锥形瓶中进行,必要时可在烧杯内进行。滴定管垂直地夹在滴定管夹上,下端伸入到锥形瓶口约 1 cm 左右,左手控制滴定管活塞,大拇指在前,食指和中指在后,手指略微弯曲,手心空握,轻轻向内扣住启开活塞,以免活塞松动,甚至于顶出活塞。右手握持锥形瓶,边滴边摇动,且向一方向作圆周旋转,不能前后或上下振动,这样易溅出溶液。开始滴定速度可快些,一般控制在每分钟 10 mL 左右,每秒约 $3 \sim 4$ 滴,即一滴接着一滴,或成滴不成线。临近滴定终点时,应一滴或半滴地加入,即加入一滴或半滴后用洗瓶吹入少量水洗锥形瓶壁,摇匀,再加入一滴或半滴,摇匀,直至指示剂变色而不再变化为止,即可认为终点到达。

碱式滴定管与酸式滴定管略有不同,其使用方法如下:

1) 洗涤方法。由于橡皮会被氧化剂腐蚀,所以用洗液洗时,将滴定管上口倒置于盛有洗液的烧杯中,将尖嘴口接在抽水泵上。打开抽水泵,轻捏玻璃球,待洗液徐徐上升到接近橡皮管处放开玻璃球,待洗液浸泡一段时间后,脱离抽水泵,拔去橡皮管,让洗液流尽,然后用自来水冲洗,再用蒸馏水洗数次,装上橡皮管和洗净的玻璃球及尖嘴玻璃管,再用滴定液洗 3 次。

2) 装液和赶气泡(见图 1-9)。装入滴定液至零刻度以上,将橡皮管向上弯曲,轻轻捏玻璃球,使液体慢慢上升到连通器而赶走气泡,充满橡皮管和尖嘴玻璃管。

3) 捏滴定管的姿势。左手拇指在前,食指在后,捏橡皮管中部玻璃球所在部位稍上一些

的地方,向右捏挤橡皮管,使橡皮管与玻璃球之间形成一条缝隙,溶液即可流出。但注意不能捏挤玻璃球下方的橡皮管,否则空气进入,易形成气泡。

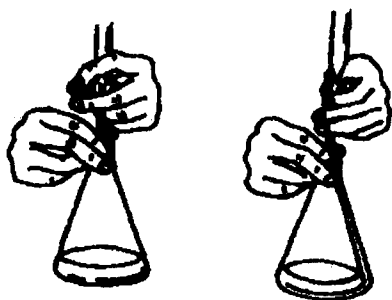


图 1-8 滴定操作



图 1-9 赶气泡操作

1.2.3 试剂及其取用

1. 试剂的级别

化学试剂一般是按杂质含量的多少而分成四个级别:

实验试剂:缩写为 LR,又称四级试剂。

化学纯试剂:缩写为 CP,又称三级试剂,一般瓶上用深蓝色标签。

分析纯试剂:缩写为 AR,又称二级试剂,一般瓶上用红色标签。

保证试剂:缩写为 GR,又称一级试剂,一般瓶上用绿色标签(又称优级纯)。

除了上述四个级别外,目前市场上尚有以下几种:

基准试剂:专门作为基准物用,可直接配制标准溶液。

光谱纯试剂:缩写为 SP,表示光谱纯净。但由于有机物在光谱上显示不出,所以有时主成分达不到 99.9% 以上,使用时必须注意,特别是作基准物时,必须进行标定。

由于化学试剂级别之差,在价格上相差极大。因此,使用时,必须根据实验要求,选用合适的级别,以免浪费。

2. 试剂的取用方法

(1) 固体试剂的取用方法。固体试剂一般用牛角匙或塑料匙取用。取用试剂时,牛角匙或塑料匙必须洗净擦干才能用,以免沾污试剂。并且每种试剂设置一个专用牛角匙或塑料匙。

取用试剂时,一般是用多少取多少,取好后立即把瓶盖盖严,需要蜡封的,必须立即重新蜡封,随手将试剂瓶放回原处,以免搞错位置被人误用或因查找而造成时间浪费。

若要求称取一定量的固体试剂时,可先在台秤盘上放纸或表面皿,使台秤平衡,然后将固体试剂放在纸上或表面皿上称量。易潮解或有腐蚀性的物质可改用烧杯或锥形瓶来称量。

若要求准确称取一定重量的固体试剂作基准物或配制溶液,一般采用减量法或固定重量法在分析天平上称量。

(2) 液体试剂取用法。取用液体试剂一般采用的方法有如下两种。

1) 用倾注法取液体操作。打开试剂瓶盖,反放于桌上,以免瓶塞沾污造成试剂级别下降。用右手手掌对着标签握住试剂瓶,左手拿住容器,缓慢地竖起试剂瓶,使液体试剂成细流流入容器内(见图 1-10)。易挥发嗅味的液体试剂(如浓 HCl),应在通风橱内进行。易燃烧、易挥