

工科基础化学 系列教材

工科大学化学实验

刘秉涛 主编

哈尔滨工业大学出版社

工科基础化学系列教材

工科大学化学实验

主 编 刘秉涛
副主编 王海荣 梅崇珍
邵 坚 李新宝

哈尔滨工业大学出版社

内 容 提 要

本书是集新颖性、实用性和综合性为一体的化学实验教科书。其新颖性表现在对化学实验基本操作、基本仪器的介绍和实验数据图表的处理上结合现代实验技术,反映了先进的科研手段;其实用性和综合性表现在全书共编入 49 个实验,涉及无机及普通化学、分析化学、有机化学和物理化学的典型实验,并编入 7 个综合性实验。本书内容全面,可操作性强。

本书是工科院校本科生的化学实验用书,特别适合于材料、水利、环境、农林、地矿、生命科学等专业使用,同时也可作为各类成人和专科院校的化学实验用书。本书对有志于对化学及化学实验课进行教学改革的院校,更是一本不可多得的教材。

图书在版编目(CIP)数据

工科大学化学实验/刘秉涛主编. —哈尔滨:哈尔滨工业大学出版社,2006.11

ISBN 7-5603-2429-0

I.工… II.刘… III.化学实验-高等学校-教材 IV.06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 130596 号

策划编辑 张秀华

责任编辑 杨明蕾

封面设计 卞乘利

出版发行 哈尔滨工业大学出版社

社 址 哈尔滨市南岗区复华四道街 10 号 邮编 150006

传 真 0451-86414749

网 址 <http://hitpress.hit.edu.cn>

印 刷 哈尔滨市工大节能印刷厂

开 本 787 mm × 1 092 mm 1/16 印张 12.75 字数 289 千字

版 次 2006 年 12 月第 1 版 2006 年 12 月第 1 次印刷

印 数 1~3 000 册

定 价 16.00 元

(如因印装质量问题影响阅读,我社负责调换)

前 言

《工科大学化学实验》一书是作者在原普通化学实验讲义、分析化学实验讲义和化学综合实验讲义的基础上,经过多个教学实践环节后改编扩充而成的。

化学实验课的主要任务是使学生通过大量的具体实验,进一步加深对化学基本原理和基本分析方法的理解,掌握化学实验的基本操作技能,以及对实验结果进行分析和处理的方法,为在将来工作中提高解决实际问题的能力打下基础。通过化学实验课的严格训练,使学生进一步建立起准确的“量”等一些基本的概念,进一步培养良好的工作态度和严谨细致的工作作风。通过基本操作训练,通过具体分析实验、研究实验和设计实验等形式的训练,提高学生观察问题、分析问题和解决问题的能力,培养其实事求是的科学态度和认真负责的精神,为学习后续课程和学习其他知识打下良好的基础。通过本门课程的学习,能使学生具有解决化学实际问题的能力,以及进行简单化学实验的能力,为培养学生的综合素质打下坚实的基础。

本书由三部分组成。第一部分为实验基础,介绍化学实验的基本知识、基本操作、常见仪器使用及实验数据处理方法,编写中注意结合现代先进的实验仪器的使用,以及用计算机处理实验数据图表的方法,体现了教材的新颖性。第二部分为实验内容,共编入 49 个实验。考虑到四大化学的相容性,提高实验仪器的使用效率,同时便于实验室的管理,统一了四大化学的基础实验。内容涉及无机及普通化学、分析化学、有机化学和物理化学的典型实验,其中无机及普通化学实验 13 个,有机化学实验 7 个,分析化学实验 17 个,物理化学实验 5 个,并编入 7 个可操作的综合实验,很多实验引入了教学和科研中的最新成果,以培养学生的科学思维能力和自主创新能力。第三部分为附录。

本书由刘秉涛任主编,王海荣、梅崇珍、邵坚和李新宝任副主编。第 1 部分实验基础 1.1、1.2 及 1.4 由刘秉涛编写;王海荣负责编写第 2 部分实验 1~实验 13、实验 38~实验 42;梅崇珍负责编写实验 21~实验 37;邵坚负责编写实验 14~实验 20、实验 46~实验 48;李新宝负责编写实验基础 1.3、实验 43~实验 45、实验 49 及附录;刘秉涛对实验内容进行了增删并负责全书的统稿。

本书的编写得到了华北水利水电学院重点学科建设的资助,华北水电学院环境与市政工程学院的朱灵峰教授对本书的编写提供了帮助和指导,在此表示衷心的感谢。

由于编写人员水平有限,书中疏漏、不妥之处在所难免,敬请读者批评指正。

编 者

于华北水利水电学院

2006 年 7 月

目 录

第 1 部分 实验基础	(1)
1.1 实验室基础知识	(1)
1.1.1 实验目的及要求	(1)
1.1.2 实验室规则	(2)
1.1.3 实验室安全知识	(2)
1.1.4 化学试剂的规格、常用灭火器介绍	(4)
1.2 化学实验基本操作	(5)
1.2.1 化学实验用水的要求及制备	(5)
1.2.2 化学实验常用玻璃仪器的洗涤和干燥	(6)
1.2.3 加热设备及使用方法	(8)
1.2.4 称量技术	(11)
1.2.5 常见度量仪器的使用	(19)
1.2.6 试剂的取用	(25)
1.2.7 干燥器的使用方法	(27)
1.2.8 常用器皿的加热方法及注意事项	(27)
1.2.9 固液分离	(28)
1.2.10 离子交换分离	(33)
1.2.11 有机实验常用的玻璃仪器	(34)
1.2.12 回流和蒸馏装置	(37)
1.2.13 萃取	(39)
1.3 常见仪器使用简介	(42)
1.3.1 酸度计	(42)
1.3.2 单盘天平、电子天平	(44)
1.3.3 分光光度计	(45)
1.3.4 电导率仪	(47)
1.3.5 精密电位差计	(49)
1.3.6 数显恒温槽装置	(49)
1.3.7 阿贝折光仪	(50)
1.4 实验数据处理方法	(52)
1.4.1 有效数字	(52)
1.4.2 实验数据的记录	(53)

1.4.3 实验数据处理	(54)
第2部分 实验内容	(57)
2.1 无机及普通化学实验	(57)
实验1 天平的构造及使用	(57)
实验2 化学反应热效应的测定	(60)
实验3 摩尔气体常数的测定	(62)
实验4 酸碱滴定	(65)
实验5 沉淀反应和沉淀溶解平衡	(67)
实验6 配位反应和配位平衡	(69)
实验7 氧化还原反应和氧化还原平衡	(71)
实验8 pH计法测定醋酸解离度和解离常数	(73)
实验9 电导率法测醋酸的解离常数	(75)
实验10 铁氧体法处理含铬废水	(77)
实验11 去离子水的制备及水质检验	(79)
实验12 钢铁零件氧化发蓝处理	(81)
实验13 由废铜渣制备硫酸铜	(83)
2.2 有机化学实验	(84)
实验14 芳香烃的性质	(84)
实验15 官能团的性质(一)	(87)
实验16 官能团的性质(二)	(91)
实验17 乙酸乙酯的制备	(94)
实验18 甲基橙的制备	(96)
实验19 无水乙醇的制备	(98)
实验20 未知有机物的鉴定	(99)
2.3 分析化学实验	(100)
实验21 水的碱度的测定(酸碱滴定法)	(100)
实验22 混合碱中碳酸钠与碳酸氢钠质量分数的测定	(102)
实验23 EDTA标准溶液的配制与标定	(104)
实验24 水的硬度的测定(配位滴定法)	(105)
实验25 水中氯离子质量浓度的测定(沉淀滴定法)	(108)
实验26 氯化钡中钡的质量分数的测定(重量法)	(110)
实验27 高锰酸钾标准溶液的配制与标定	(112)
实验28 水中高锰酸盐指数的测定(高锰酸钾法)	(113)
实验29 水中化学需氧量(COD)的测定(重铬酸钾法)	(115)
实验30 碘和硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	(118)
实验31 水中溶解氧(DO)的测定(碘量法)	(121)
实验32 吸收光谱曲线的绘制	(123)
实验33 邻二氮菲显色反应测定水中铁的质量浓度	(125)

实验 34	离子选择电极法测定水中氟离子的物质的量浓度	(127)
实验 35	原子吸收光谱法测定水中镁的质量浓度	(130)
实验 36	紫外吸收光谱法测定水中的总酚	(135)
实验 37	溶剂萃取气相色谱法测定饮用水中的氯仿	(137)
2.4	物理化学实验	(141)
实验 38	液相反应实验平衡常数的测定	(141)
实验 39	溶胶的制备及其性质的测定	(143)
实验 40	原电池电动势和电极电势的测定	(147)
实验 41	溶液吸附法测定固体吸附量和比表面积	(152)
实验 42	乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定	(155)
2.5	综合实验	(157)
实验 43	化学反应速率常数和活化能的测定	(157)
实验 44	水热法制备纳米氧化铁材料	(160)
实验 45	水泥中 SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO 和 MgO 的测定	(162)
实验 46	常见阴离子的未知液分析	(166)
实验 47	菠菜色素的提取和色素分离	(171)
实验 48	壳聚糖的制备和壳聚糖脱乙酰度、粘度的测定	(173)
实验 49	电催化氧化法处理有机废水	(177)
第 3 部分	附录	(179)
附录 1	国际相对原子质量表	(179)
附录 2	常见化合物的摩尔质量表	(180)
附录 3	常用基准物	(183)
附录 4	常用指示剂	(184)
附录 5	常用缓冲溶液	(189)
附录 6	常用标准缓冲溶液	(190)
附录 7	常用酸、碱的质量浓度、质量分数、物质的量浓度	(190)
附录 8	常见难溶化合物的溶度积常数	(191)
参考文献		(193)

第 1 部分 实验基础

1.1 实验室基础知识

1.1.1 实验目的及要求

化学课是理工科院校和水利院校的一门重要基础课,对培养学生深入掌握本专业的基本理论和基本技能,具有重要作用。化学实验课的教学质量直接影响着理论课的教学质量,影响着学生的学习兴趣和求知欲。化学实验课的目的是使学生直接获得化学的感性认识,了解化学已广泛地渗透到生命科学、环境科学、材料科学、能源科学、安全科学等众多领域。化学实验课不仅是对化学理论课的巩固,更重要的是培养学生的动手能力,培养学生观察问题、分析问题和解决问题的能力,为后续的专业理论课程的学习打下良好的基础。化学实验的程序和要求如下。

1. 课前预习

认真预习化学实验课内容是学好化学实验课的第一步。预习时应认真阅读实验教材和有关教科书;明确实验目的和基本原理;了解实验内容及实验难点;熟悉安全注意事项;认真准备预习思考题,写出实验预习笔记。教师若发现学生预习不够充分,应对其提出批评和警告。

2. 认真做实验

学生在教师指导下独立地进行实验是实验课的主要教学环节,也是训练学生正确掌握实验技能,达到培养能力目的的重要手段。原则上实验应按教材上所提示的步骤、方法和试剂用量进行,若提出新的实验方案,应经教师批准后方可进行。实验课要求做到下列几点:

(1)认真操作,细心观察现象,并及时地、如实地做好详细记录。

(2)如果发现实验现象不符合实验理论,应尊重实验事实,认真分析和检查原因,也可以通过对照试验、空白试验或自行设计实验来核对,必要时应多次重做验证,从中得到有益的结论。

(3)实验过程中应勤于思考,仔细分析,力争自己解决问题,当遇到疑难问题自己难以解决时,可请教师指点。

(4)在实验过程中应保持肃静,严格遵守实验室规则。

3. 完成实验报告

完成实验报告是对所学知识进行归纳和提高的过程,也是培养严谨的科学态度和实

事求是精神的重要措施。实验报告的内容包括实验目的、原理与技能、内容、现象、结果及讨论等栏目。实验报告的书写要字迹端正,简明扼要,整齐清洁,决不允许草率应付或抄袭编造。

1.1.2 实验室规则

(1)学生在参加实验前,必须认真预习实验指导讲义,明确实验目的、原理、步骤及操作规程,未做好预习者,教师应对其提出批评和警告。

(2)学生进入实验室后,未经教师准许不得随意开始实验,不得乱动仪器、药品或其他设备用具;教师讲授完毕,凡有不明确的问题,应及时向教师提出;在完全明确本次实验各项要求,并经教师同意后,方可进行实验。

(3)学生做实验时要严格按照规定的步骤和要求进行操作,按规定的量取用药品。如称取药品后,应及时盖好原瓶盖并放回原处,不得做规定以外的实验,凡遇疑难问题应及时向教师,不得自行其是。

(4)学生做实验时应按照要求,仔细观察实验现象,并正确地进行记录;实验所得数据与结果,不得涂改或弄虚作假,必须如实地记在记录本上。

(5)学生进行实验时要注意安全,爱惜仪器和试剂,如仪器有损坏,必须及时登记补领。

(6)实验中必须保持肃静,不准大声喧哗,不得到处乱走。

(7)实验中要注意实验室及实验台的卫生,实验台上的仪器应整齐地放在一定的位置上,并保持台面的清洁;废纸、火柴梗和碎玻璃等应倒入垃圾箱内;酸、碱废液倒入水槽后立即用水冲洗(浓酸和浓碱废液应倒入废液桶,经处理后再倒入水槽)。

(8)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,报告教师。使用后必须自觉填写仪器使用登记本。

(9)实验结束时将所用仪器洗净并整齐地放回柜内,实验台及试剂架必须擦净,经教师或实验员检查实验记录和实验台合格后方可离开实验室。

(10)实验后学生轮流负责打扫和整理实验室,并检查水龙头、煤气开关、门、窗是否关紧,电闸是否关闭,以保持实验室的整洁和安全。

1.1.3 实验室安全知识

很多化学药品是易燃、易爆、有腐蚀性和有毒的,因此重视安全操作,熟悉一般的安全知识是非常必要的。

首先,需要从思想上重视安全工作,决不能麻痹大意;其次,在实验前应了解仪器的性能和药品的性质以及本实验中的安全事项;第三,要学会一般救护措施,一旦发生意外事故,可进行及时处理。实验室的废液必须按要求进行处理,不能随意乱倒,以保持实验室环境不受污染。

1. 实验室安全守则

(1)严格按实验步骤及要求做实验,绝对不允许随意更改实验步骤或混合各种化学药

品,以免发生意外事故。

(2)不要用湿手、物接触电源。水、电、煤气(液化气)一经使用完毕,应立即关闭水龙头、电闸和煤气(液化气)开关。点燃的火柴用后立即熄灭,不得乱扔。

(3)严禁在实验室内饮食、吸烟,或把食物、餐具带进实验室。实验完毕必须洗净双手后才能离开实验室。

(4)浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿使其溅在皮肤或衣服上,尤其是应注意眼睛的防护。稀释浓酸、浓碱(特别是浓硫酸)时应将它们慢慢倒入水中,而不能相反进行,以避免迸溅。

(5)实验室所有药品不得带出实验室,用剩的有毒药品应如数还给教师。

(6)洗涤过的仪器严禁用手甩干,以防未洗净容器中含有的酸碱液等伤害他人身体或衣物。

(7)倾注药剂或加热液体时,不要俯视容器,以防溅出。试管加热时切记不要使试管口向着自己或别人。

(8)不要俯向容器去嗅药品气味,闻气味时,应该是面部远离容器,用手把离开容器的气流慢慢地扇向自己的鼻孔。做产生有刺激性或有毒气体(如 H_2S , HF , Cl_2 , CO , NO_2 , Br_2 等)的实验必须在通风橱内进行。

(9)有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物,特别是氰化物)不得进入口内或接触伤口,剩余的废液也不能随便倒入下水道。

(10)易燃、易爆及有毒试剂必须在掌握其性质及使用方法后方可使用。

2. 实验室三废的处理方法

产生少量有毒气体的实验应在通风橱内进行,通过排风设备将少量毒气排到室外(使排出气体在外面大量空气中稀释),以免污染室内空气。产生毒气量较大的实验必须备有吸收或处理装置,如 N_2 , SO_2 , Cl_2 , H_2S , HF 等可用导管通入碱液中使其大部分被吸收后排出; CO 可点燃转化成 CO_2 。含有少量有毒物质的废渣应掩埋于指定地点。一般酸碱废液可稀释后排放。对含重金属离子或汞盐的废液可加碱使其 pH 值变为 $8 \sim 10$ 后再加硫化物处理,使其有毒成分转变成难溶于水的氢氧化物或硫化物沉淀,沉淀分离后残渣掩埋于指定地点,清液达到环保排放标准后方可排放。废铬酸洗液可加入 $FeSO_4$, 使六价铬还原为无毒的三价铬后,按普通重金属离子废液处理。含少量氰废液时可先加 $NaOH$ 使其 pH 值大于 10 , 再加适量 $KMnO_4$ 使 CN^- 氧化并分解除去;量多时则在碱性介质中加 $NaClO$ 使 CN^- 氧化并分解成 CO_2 和 N_2 。做涉及金属汞的实验时应特别小心,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的地方上,使汞转变成不挥发的硫化汞。

3. 实验室事故的处理方法

(1)创伤。皮肤被玻璃戳伤后,不能用手抚摸或用水洗涤伤处,应先把碎玻璃从伤口处挑出。轻伤可涂以紫药水(或红汞、碘酒),必要时撒些消炎粉或敷些消炎膏,并用绷带包扎,重伤时则应及时就医。

(2)烫伤。不要用冷水洗涤伤处,伤处皮肤未破时可涂上饱和 $NaHCO_3$ 溶液或用

NaHCO₃粉调成糊状敷于伤处,也可抹獾油或烫伤膏;如果伤处皮肤已破,可涂些紫药水或质量分数为10%的KMnO₄溶液。

(3)酸腐蚀致伤。先用大量水冲洗,再用饱和NaHCO₃溶液(或稀氨水、肥皂水)洗,最后再用水冲洗,如果酸溅入眼内,用大量水冲洗后,送医院诊治。

(4)碱腐蚀致伤。先用大量水冲洗,再用质量分数为2%的醋酸溶液或饱和硼酸溶液清洗,最后用水冲洗。如果碱溅入眼中,应立刻用硼酸溶液清洗。

(5)吸入刺激性或有毒气体。吸入氯、氯化氢气体时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气以解毒。吸入硫化氢或一氧化碳气体而感到不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气,但应注意氯、溴中毒不可进行人工呼吸,一氧化碳中毒不可使用兴奋剂。

(6)溴腐蚀致伤。用苯或甘油清洗伤口,再用水冲洗。

(7)被磷灼伤。用质量分数为1%的硝酸银或质量分数为5%的硫酸铜清洗伤口,然后包扎。

(8)毒物进入口内。把5~10 mL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,吐出毒物,然后立即送医院。

(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,一面防止火势蔓延(如采取切断电源、移走易燃药品等措施)。应针对起因选用合适的方法灭火,一般的小火用湿布、石棉布或沙子覆盖燃烧物,即可灭火。火势大时应使用泡沫灭火器,但电器设备所引起的火灾,应使用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火,不能使用泡沫灭火器,以免触电。活泼金属如钠、镁以及白磷等着火,宜用干沙灭火,不宜用水、泡沫灭火器以及四氯化碳等。实验人员衣服着火时,切勿惊慌乱跑。赶快脱下衣服或用石棉布覆盖着火处。

为了对实验室意外事故进行紧急处理,实验室须配备常用急救药品和物品,如红药水、碘酒(质量分数为3%)、烫伤膏、消炎粉、消毒纱布、消毒棉、剪刀等。

1.1.4 化学试剂的规格、常用灭火器介绍

1. 化学试剂的规格

化学试剂按杂质含量的多少,通常分为四个等级,如表1.1所示。

表 1.1 我国的化学试剂等级

等级	一级试剂 (保证试剂)	二级试剂 (分析试剂)	三级试剂 (化学纯试剂)	四级试剂 (实验试剂)
符号	GR	AR	CP	LR
标签的颜色	绿色	红色	蓝色	黄色或棕色
适用范围	精密分析	一般的分析	定性分析、制备	化学制备

此外,根据专用试剂的用途,还有色谱试剂、光谱试剂、生物试剂等。这些试剂不能认为是化学分析的基准试剂,因为化学试剂的级别不同,价格相差很大,所以只要与实验的要求相适应即可,应避免不必要的浪费。

2. 常用灭火器介绍

实验过程中若不慎起火,不要惊慌,可用灭火器灭火,常用灭火器介绍见表1.2。

表 1.2 常用灭火器介绍

灭火器类型	灭火剂成分	适用范围
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 NaHCO_3	适用于油类起火
二氧化碳灭火器	液态 CO_2	适用于扑灭忌水的火灾,如电器设备和小范围油类火灾等
酸碱式灭火器	H_2SO_4 和 NaHCO_3	非油类和非电器的一般火灾
干粉灭火器	碳酸氢钠等盐类物质与适量的润滑剂和防潮剂	适用于不能用水扑灭的火灾,如精密仪器、油类、可燃性气体、电器设备、图书文件和遇水易燃物品的初起火灾
四氯化碳灭火器	液态 CCl_4	适用于扑灭电器设备和小范围的汽油、丙酮等火灾
1211 灭火剂	CF_2ClBr 液化气体	特别适用于不能用水扑灭的火灾,如精密仪器、油类、有机溶剂、高压电气设备的失火等

1.2 化学实验基本操作

1.2.1 化学实验用水的要求及制备

1. 化学实验用水的要求

自来水中常含有 K^+ , Na^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} 等金属离子的碳酸盐、硫酸盐、氯化物及某些气体等杂质。用之配制溶液时,这些杂质可能会与溶液中的溶质起化学反应而使溶液变质失效,也可能对实验现象或结果产生不良的干扰和影响,因此做化学实验时,溶液的配制一般要用纯水,即经过提纯的水。

我国已建立了实验室用水规格的国家标准(GB 6682—92),规定了实验室用水的技术指标、制备方法及检验方法。中国国家实验室用水标准见表 1.3。

表 1.3 实验室用水的级别及主要指标

指标名称	一 级	二 级	三 级
pH 范围(298 K)	—	—	5.0~7.5
电导率(298 K)/($\text{mS}\cdot\text{m}^{-1}$) \leq	0.01	0.10	0.50
吸光度(254 nm, 1 cm 光程) \leq	0.001	0.01	—
可溶性硅质量浓度(以 SiO_2 计)/($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$) $<$	0.01	0.02	—

纯水的要求:定性检验无 Ca^{2+} , Mg^{2+} , Cl^- , SO_4^{2-} 等离子。实验室常用的纯水有蒸馏水、去离子水和电导水,它们在 298 K 时的电导率分别为 $1 \text{ mS}\cdot\text{m}^{-1}$ 、 $0.1 \text{ mS}\cdot\text{m}^{-1}$ 、 $0.1 \text{ mS}\cdot\text{m}^{-1}$ 。

2. 化学实验用水的制备方法

(1) 蒸馏水。将自来水经过蒸馏器蒸馏,所产生的蒸汽经冷凝即得蒸馏水。由于绝大部分无机盐都不挥发,因此蒸馏水虽较纯净,但其中溶解的气体杂质不能完全被除去,适

用于一般溶液的配制。此外,一般蒸馏装置所用材料是不锈钢、纯铝或玻璃,所以可能会带人金属离子。

(2)去离子水。离子交换树脂由高分子骨架、离子交换基团和孔三部分组成。离子交换基团上具有的 H^+ 和 OH^- 与水中阳、阴离子杂质进行交换,将水中的阳、阴离子杂质截留在树脂上,进入水中的 H^+ 和 OH^- 重新结合成水而达到纯化水的目的。能与阳离子起交换作用的树脂称为阳离子交换树脂,与阴离子起交换作用的树脂则称为阴离子交换树脂。将自来水依次通过阳离子树脂交换柱,阴离子树脂交换柱,阴、阳离子树脂混合交换柱后所得到的纯水为去离子水,其纯度比蒸馏水高,但不能除去非离子型杂质,常含有微量的有机物。

(3)电导水。在第一套蒸馏器(最好是石英制作的,其次是硬质玻璃制作的)中装入蒸馏水,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。再将重蒸馏水注入第二套蒸馏器中(最好也是石英制作的),加入少许硫酸钡和硫酸氢钾固体,进行蒸馏。弃去馏头、馏后各 10 mL,收取中间馏分。电导水应收集保存在带有碱石灰吸收管的硬质玻璃瓶内,时间不能太长,一般在两周以内。

采用蒸馏或离子交换法制备的纯水一般为三级水。将三级水再次蒸馏后所得纯水一般为二级水,常含有微量的无机、有机或胶态杂质。将二级水再进一步处理后所得纯水一般为一级水。用石英蒸馏器将二级水再次蒸馏所得水,基本上不含有溶解或胶态离子杂质及有机物。

1.2.2 化学实验常用玻璃仪器的洗涤和干燥

1. 玻璃仪器的洗涤

化学实验使用的玻璃仪器,常沾有可溶性化学物质、不溶性化学物质、灰尘及油污等污物,为了得到准确的实验结果,实验前必须将实验仪器洗涤干净。玻璃仪器的洗涤方法很多,常用的有冲洗、刷洗、药剂洗涤等方法。下面简要介绍一般的洗涤方法。

(1)冲洗。在玻璃仪器内注入约占总体积 $1/3$ 的自来水,用力振荡片刻,倒掉,照此连洗数次,可洗去粘附的易溶物和部分灰尘。

(2)刷洗。用水不能清洗干净时,可用毛刷由外到里刷洗干净。刷洗时须选用合适的毛刷。毛刷可按所洗涤仪器的类型、规格(口径)大小来选择。洗涤试管和烧瓶时,端头无直立竖毛的秃头毛刷不可使用。刷洗后,再用水连续振荡洗涤数次,每次用水量不要太多。刷洗数次后,检查是否干净。若不干净,须用毛刷蘸少量去污粉(或肥皂粉洗衣粉等)再进行刷洗,然后用水冲去去污粉,直到洗净为止。冲洗或刷洗后,一般还应用蒸馏水淋洗 2~3 次。

(3)药剂洗涤。对准确度较高的量器和更难洗去的污物,或因仪器口径较小、管细长等不便刷洗的仪器可用铬酸洗液或王水洗液,也可针对污物的化学性质选用其他适当的药剂洗涤(即利用酸碱中和反应、氧化还原反应、配位反应等,将不溶物转化为易溶物再进行清洗。如银镜反应粘附的银及沉积的硫化银可加入硝酸生成易溶的硝酸银;未反应完的二氧化锰及反应生成的难溶氢氧化物、碳酸盐等可用盐酸处理生成可溶氯化物;沉积在器壁上的银盐,一般用硫代硫酸钠溶液洗涤,生成易溶配合物;沉积在器壁上的碘可用硫

代硫酸钠溶液清洗,也可用碘化钾或氢氧化钠溶液清洗;碱、碱性氧化物、碳酸盐等可用 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 HCl 溶解)。用铬酸洗液或王水洗涤时,先往仪器内注入少量洗液,使仪器倾斜并缓慢转动,让仪器内壁全部被洗液润湿。再转动仪器,使洗液在内壁流动,经转动几圈后,把洗液倒回原瓶(不可倒入水池或废液桶,铬酸洗液变暗,绿色失效后可另外回收再生使用)。对严重污染的仪器可用洗液浸泡一段时间,或者用热洗液洗涤。

用洗液洗涤时,决不允许将毛刷放入洗液中,倾出洗液后,再用水冲洗或刷洗,最后用蒸馏水淋洗。

铬酸洗液的配制方法如下。

称取 10 g 工业级重铬酸钾固体放入烧杯中,加入 20 mL 热水溶解,冷却后在不断搅拌下慢慢加入 200 mL 浓硫酸,即得暗红色铬酸洗液,将之储存于细口玻璃瓶中备用。取用后要立即盖紧瓶塞。

仪器是否洗净可通过器壁是否挂水珠来检查。将洗净后的仪器倒置,如果器壁透明,不挂水珠,则说明已洗净;如器壁有不透明处或附着水珠或有油斑,则未洗净,应予重洗。洗净后的仪器,不可用布或纸擦拭,而应晾干或烘烤使之干燥。

2. 玻璃仪器的干燥

实验所用的仪器,除必须清洗外,有时还要求干燥。干燥的方法有图 1.1 中所示几种。

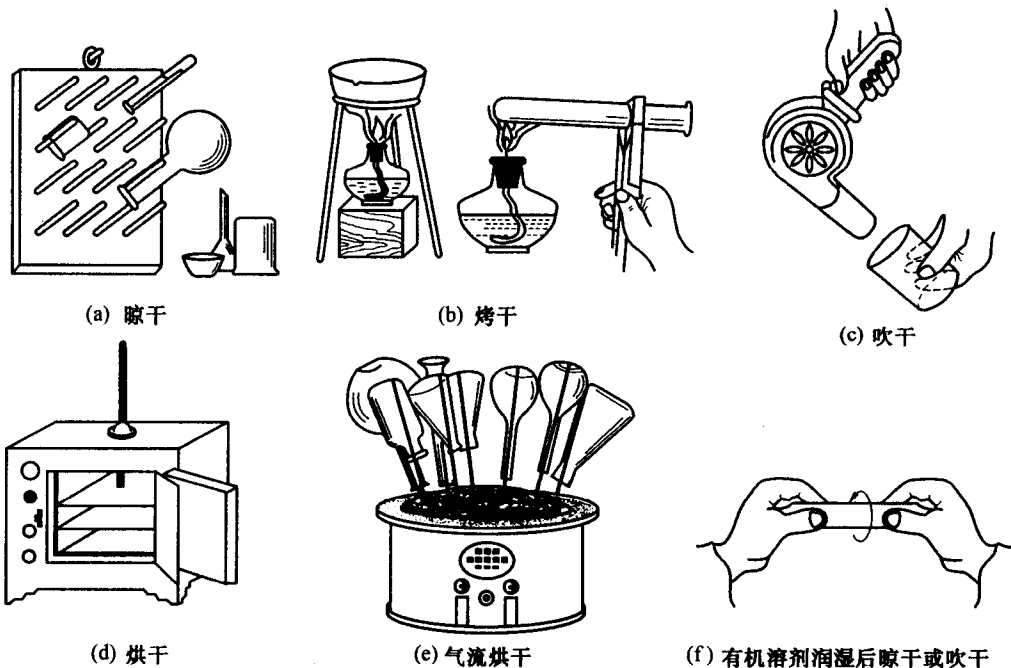


图 1.1 玻璃仪器的干燥方法

(1) 晾干。让残留在仪器内壁的水分自然挥发而使仪器干燥。一般是将洗净的仪器倒置在干净的仪器柜内或滴水架上,任其滴水晾干。属于这样干燥的仪器主要是需要干燥的容量仪器、加热烘干时容易炸裂的仪器,以及不需要将其所沾水完全排除以至恒重的仪器。

(2)热(冷)风吹干。洗净的仪器若急需干燥,可用电吹风直接吹干,或倒插在气流烘干机。若在吹风前先用易挥发的有机溶剂(如乙醇、丙酮、石油醚等)淋洗一下,则干得更快。

(3)加热烘干。如需同时干燥较多的仪器,可使用电热鼓风干燥箱烘干。将洗净的仪器倒置稍沥去水滴后,放在干燥箱的隔板上,关好门。控制箱内温度在 105°C 左右,恒温烘干半小时即可。对可加热或耐高温的仪器,如试管、烧杯、烧瓶等还可利用加热的方法使水分迅速蒸发干燥。加热前先将仪器外壁擦干,然后用小火烤干,烤干时应注意不时转动以使仪器受热均匀。

干燥仪器时需要注意带有刻度的计量仪器不能用加热的方法进行干燥,以免影响仪器的精度。刚烤烘完毕的热的仪器不能直接放在冷的,特别是潮湿的桌面上,以免因局部骤冷而破裂。

1.2.3 加热设备及使用方法

1. 酒精灯

酒精灯是实验室常用的加热工具,其加热温度为 $400 \sim 500^{\circ}\text{C}$,适用于温度不需要太高的实验。酒精灯由灯帽、灯芯(以及瓷质套管)和盛酒精的灯壶三部分组成,如图 1.2(a)。

正常使用时酒精灯的火焰可分为焰心、内焰和外焰三部分,如图 1.2(b)所示。外焰的温度最高,往内依序降低。故加热时应调节好受热器与灯焰的距离,用外焰来加热,如图 1.2(c)所示。

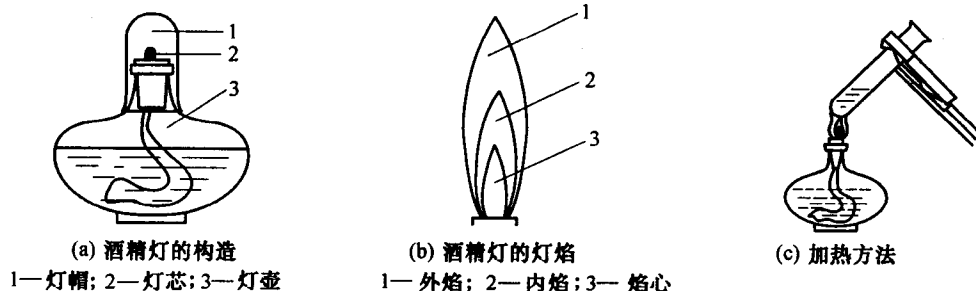


图 1.2 酒精灯的构造及其使用

使用酒精灯的注意事项。

(1)点燃酒精灯之前,先使灯内的酒精蒸气排出,防止灯壶内酒精蒸气因燃烧受热膨胀而将瓷管连同灯芯一并弹出,从而引起燃烧事故。

(2)灯芯不齐或烧焦时,应用剪刀修整为平头等长。

(3)新换的灯芯应让酒精浸透后才能点燃,否则一点燃就会烧焦。

(4)不能拿燃着的酒精灯去引燃另一盏酒精灯。

(5)不能用嘴吹灭酒精灯,而应用灯帽罩上,使其缺氧后自动熄灭,片刻后再把灯帽提起一下,然后再罩上(想想这是为什么?)。

(6)添加酒精时应先熄灭灯焰,然后借助漏斗把酒精加入灯内。灯内酒精的储量不能超过酒精灯容积的 $2/3$ 。

酒精易挥发、易燃烧,使用时须注意安全,万一洒出的酒精在灯外燃烧,可用湿布或石棉布扑灭。

2. 电热恒温干燥箱

电热恒温干燥箱是利用电热丝隔层加热使物体干燥的设备。它适用于比室温高 5 ~ 200℃ 范围的恒温烘焙、干燥、热处理等,灵敏度通常为 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。电热恒温干燥箱一般由箱体、电热系统和自动恒温控制系统三部分组成。其电热系统一般由两组电热丝构成,一组为辅助电热丝,用于短时间内急剧升温和 120℃ 以上恒温时辅助加热。另一组为恒温电热丝,受温度控制器控制。

3. 酒精喷灯

酒精喷灯有挂式与座式两种,其构造如图 1.3 所示。挂式喷灯的酒精储存在悬挂于高处的储罐内,而座式喷灯的酒精则储存于作为灯座的酒精壶内。

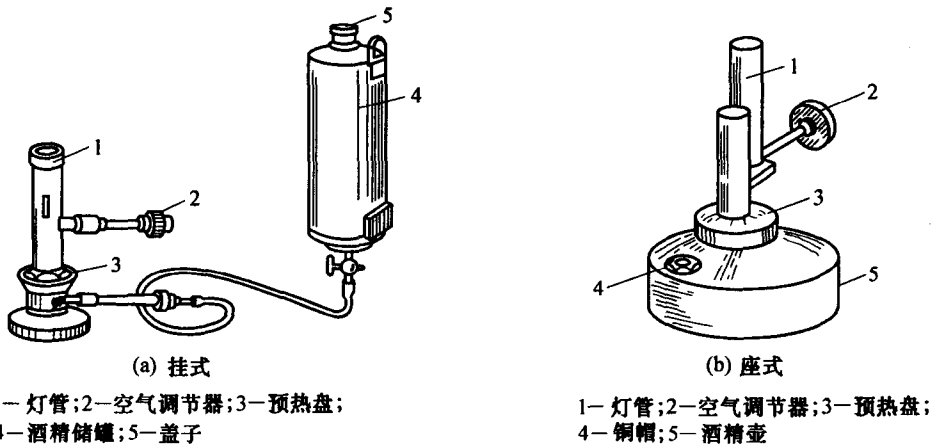


图 1.3 酒精喷灯的类型和构造

使用挂式喷灯时,打开挂式喷灯酒精储罐下口开关,并先在预热盘中注入适量的酒精,然后点燃盘中的酒精,以加热灯管,待盘中酒精将近燃完时,开启空气调节器,这时由于酒精在灼热的灯管内汽化,并与来自气孔的空气混合,燃烧并形成高温火焰(温度可达 700 ~ 1 000℃)。调节空气调节器阀门可以控制火焰的大小。用毕时,关紧调节器即可使灯熄灭,此时酒精储罐的下口开关也应关闭。座式喷灯使用方法与挂式喷灯基本相同,但熄灭时需要用盖板将灯焰盖灭,或用湿抹布将其闷灭。

使用酒精喷灯的注意事项。

(1) 在开启调节器、点燃管口气体以前,必须充分地灼热灯管,否则酒精不能全部汽化,会有液体酒精由管口喷出,导致“火雨”(尤其是挂式酒精喷灯)。这时应关闭开关,并用湿抹布熄灭火焰,重新向预热盘添加酒精,重复上述操作点燃,但若连续两次预热后仍不能点燃,则需要用探针疏通酒精蒸气出口,让出气顺畅后,方可再预热。

(2) 座式酒精喷灯灯内酒精储量不能超过酒精壶体积的 2/3,当连续使用时间较长(一般在半小时以上),酒精用完时应暂时熄灭喷灯,待冷却后,添加酒精,再继续使用。

(3) 挂式酒精喷灯酒精储罐出口至灯具进口之间的橡皮管应连接好,不能有漏液现

象,否则容易失火。

4. 电炉、电加热套、电加热板

电炉可以代替酒精灯或酒精喷灯用于一般加热。加热时,容器和电炉之间应隔一层石棉网,保证受热均匀。

电加热套(图 1.4(a))和电加热板的特点是有温度控制装置,能够缓慢加热和控制温度,适用于分析试样的处理。

5. 管式电炉与箱式电炉

实验室进行高温灼烧或反应时,常用管式电炉和箱式电炉,如图 1.4(b)和图 1.4(c)所示。管式电炉有一个管状炉膛,内插一根耐高温瓷管或石英管,瓷管内再放入盛有反应物的瓷舟,反应物可在真空、空气或其他气氛下受热,温度可从室温到 1 000℃以上。箱式电炉一般用电炉丝、硅碳棒或硅、硅钼棒做发热体,温度可调节控制,最高使用温度分别可达 950℃、1 300℃和 1 500℃左右。温度测量一般用热电偶。

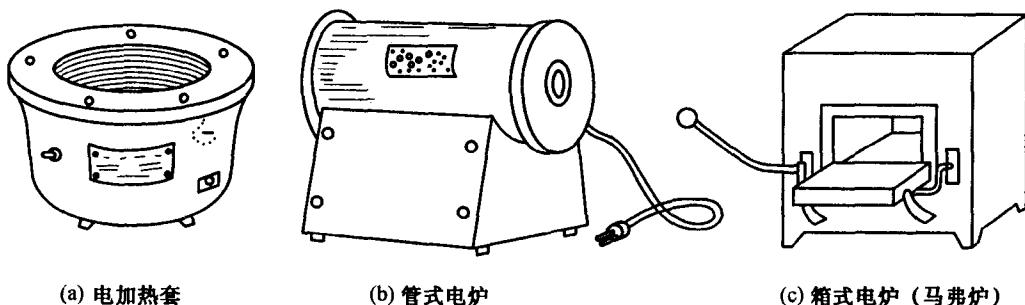


图 1.4 高温电炉

6. 微波炉

(1)微波炉的工作原理。微波炉的加热完全不同于常见的明火加热或电加热。工作时,微波炉的主要部件磁控管辐射出 2 450 MHz 的微波,在炉内形成微波能量场,并以 24.5 亿次/s 的速度不断地改变着正、负极性。当待加热物体中的极性分子,如水、蛋白质等吸收微波能后,也以高频率改变着方向,使分子间相互碰撞、挤压、摩擦而产生热量,将电磁能转化成热能。可见工作时微波炉本身不产生热量,而是待加热物体吸收微波能后,内部的分子相互摩擦而自身发热,简单地讲是摩擦起热。

微波是一种高频率的电磁波,它具有反射、穿透、吸收三种特性。微波碰到金属会被反射回来,而对一般的玻璃、陶瓷、耐热塑料、竹器、木器则具有穿透作用,它会被碳水化合物(如各类食品)吸收。由于微波的这些特性,微波炉在实验室中可用于干燥玻璃仪器,加热或烘干试样,如用重量法测定可溶性钡盐中的钡时,可用微波干燥恒重玻璃坩埚及沉淀,亦可用于有机化学中的微波反应。

微波炉加热有快速、能量利用率高、被加热物体受热均匀等优点,但不能恒温,不能准确控制所需的温度,因此,只能通过试验决定所要用的功率、时间,以达到所需的加热程度。