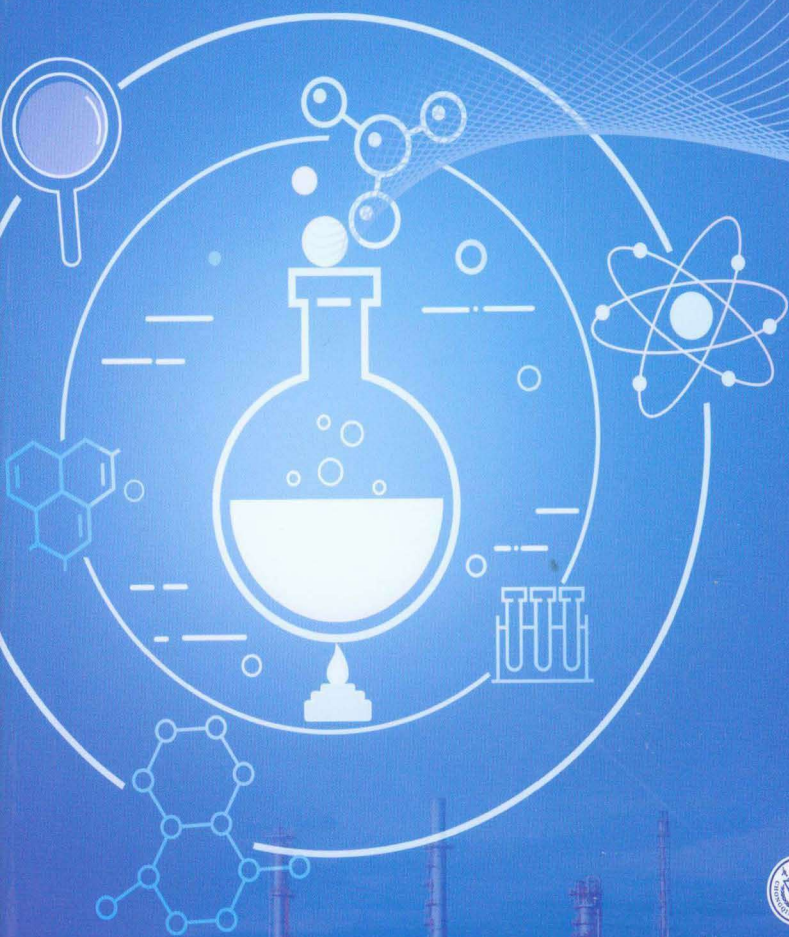


HUAXUE

GONGKE JICHU HUAXUE SHIYAN HUIBIAN

工科基础化学 实验汇编

陈 志 王 敏 葛淑萍 林 勇 王胜胜◎编



重庆大学出版社

内容提要

本书根据化工、应用化学、生物、药学、材料及相关专业工科基础化学实验课程教学大纲的要求,以实验小量化、微型化和绿色环保为指导思想编写而成。全书共分6章,涵盖了基础化学中无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验和物理化学实验的一般知识、基本操作、物质制备、化学分析方法、物质性质、基本物理量及物理化学参数的测定等,书末还有相关附录。全书充分考虑了化学基础实验与其他专业课程的衔接与联系。

本书可作为工科院校化学、化工及其他相关专业的本科实验教材与参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

工科基础化学实验汇编 / 陈志等编. -- 重庆 :
重庆大学出版社, 2018. 8

新工科系列. 化学工程类教材

ISBN 978-7-5689-1257-0

I. ①工… II. ①陈… III. ①化学实验—高等学校—
教材 IV. ①O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2018)第 186329 号

工科基础化学实验汇编

陈 志 王 敏 葛淑萍

林 勇 王胜胜 编

策划编辑:范 琪 何 梅

责任编辑:张红梅 版式设计:范 琪 何 梅

责任校对:谢 芳 责任印制:张 策

*

重庆大学出版社出版发行

出版人:易树平

社址:重庆市沙坪坝区大学城西路 21 号

邮编:401331

电话:(023)88617190 88617185(中小学)

传真:(023)88617186 88617166

网址:<http://www.cqup.com.cn>

邮箱:fxk@cqup.com.cn(营销中心)

全国新华书店经销

重庆市国丰印务有限责任公司印刷

*

开本:787mm×1092mm 1/16 印张:14.5 字数:364 千

2018 年 8 月第 1 版 2018 年 8 月第 1 次印刷

印数:1—3 500

ISBN 978-7-5689-1257-0 定价:38.00 元

本书如有印刷、装订等质量问题,本社负责调换

版权所有,请勿擅自翻印和用本书

制作各类出版物及配套用书,违者必究

前言

化学是一门以实验为基础的学科,通过实验,既能发现和发展理论,又能检验和评价理论。随着科学技术的不断发展,各个学科的相互交叉渗透极大地促进了化学实验技术的进步。

化学实验的教学目的,是加强学生对化学实验仪器和实验装置的认知,使其掌握基础化学实验技术、规范化学实验操作,从而培养和提高学生的动手能力及发现问题、分析问题和解决问题的能力,让学生养成实事求是的科学态度、严谨细致的工作作风以及勇于探索的创新精神,为进一步应用化学知识和实验技术打下坚实的基础。为此,重庆理工大学基础化学实验教研组的老师结合多年的实际教学经验和教学改革需要,参考国内外相关化学实验教材和文献,结合实际,编写了本书。

本书由陈志总体规划和审阅。参与本书编写的有王敏(第1章、第2章、第5章),葛淑萍(第3章),林勇(第4章),王胜胜(第6章)。最后由陈志和王敏进行统稿和定稿。第1章介绍化学实验基础知识,第2章介绍化学实验基本操作,第3章到第6章,分别介绍无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验和物理化学实验的相关具体实验项目。本书在汇编的过程中得到了学院领导与同事的大力支持,在此一并表示衷心的感谢。

由于编者水平有限,书中难免存在疏漏和不当之处,恳请专家同行及读者批评指正。

编 者

2018年4月

目 录

第 1 章 化学实验基础知识	1
1.1 化学实验室规则	1
1.2 化学实验室安全知识	2
1.3 化学仪器介绍	5
1.4 实验数据的处理	10
1.5 实验预习、实验记录和实验报告的基本要求	12
1.6 化学实验文献和手册的查阅	13
第 2 章 化学实验基本操作	16
2.1 试剂的取用	16
2.2 称量	17
2.3 滴定	18
2.4 加热与冷却	21
2.5 溶解与结晶	22
2.6 固液分离	25
2.7 干燥	27
2.8 萃取	30
2.9 蒸馏	32
2.10 升华	34
2.11 色谱	35
第 3 章 无机化学实验	38
实验 1 玻璃管(棒)的加工及塞子钻孔	38
实验 2 粗食盐的提纯	41
实验 3 硝酸钾的制备与提纯	43
实验 4 碱式碳酸铜的制备	46
实验 5 硫酸亚铁铵的制备与分析	48
实验 6 离子交换法制备纯水	51
实验 7 醋酸标准解离常数和解离度的测定	53
实验 8 醋酸银溶度积常数的测定	55
实验 9 化学反应速率和化学平衡	58
实验 10 电离平衡与沉淀平衡	61
实验 11 非金属(一)(卤素、氧、硫)的性质鉴定	64
实验 12 常见阳离子未知液的定性分析	67
实验 13 常见阴离子的分离与鉴定	70
实验 14 碱金属、碱土金属的性能分析	73
实验 15 铜、银、锌、镉、汞元素的分析	75

实验 16	氮、磷的性质分析	77
实验 17	氧化还原反应	80
实验 18	钢样中锰含量的测定	83
第 4 章	分析化学实验	85
实验 1	电子分析天平的操作及称量练习	85
实验 2	滴定分析量器的使用及滴定基本操作	87
实验 3	氢氧化钠标准溶液的配制与标定	90
实验 4	盐酸标准溶液的配制与标定	92
实验 5	铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	94
实验 6	混合碱中碳酸钠和碳酸氢钠含量的测定(双指示 剂法)	96
实验 7	EDTA 标准溶液的配制与标定	99
实验 8	自来水总硬度及钙、镁含量的测定(络合滴定法)	102
实验 9	铅铋混合液中 Bi^{3+} 、 Pb^{2+} 含量的连续测定(络合 滴定法)	105
实验 10	高锰酸钾标准溶液的配制与标定	108
实验 11	双氧水中过氧化氢含量的测定(高锰酸钾法)	111
实验 12	重铬酸钾法测定铁矿石中铁的含量(无汞法)	113
实验 13	碘和硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	116
实验 14	铜盐中铜含量的测定(间接碘量法)	119
实验 15	可溶性氯化物中氯离子含量的测定(莫尔法)	121
实验 16	邻菲罗啉分光光度法测定微量铁	124
第 5 章	有机化学实验	128
实验 1	熔点的测定	128
实验 2	正溴丁烷的制备	131
实验 3	乙醚的制备	133
实验 4	苯甲酸的制备	134
实验 5	乙酸乙酯的制备	136
实验 6	间硝基苯胺的制备	137
实验 7	甲基橙的制备	138
实验 8	呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	140
实验 9	乙酰水杨酸的制备	141
实验 10	乙酰苯胺的制备	143
实验 11	肉桂酸的制备	145
实验 12	从茶叶中提取咖啡因	147

实验 13	绿色植物色素的提取	148
实验 14	果胶的提取	150
实验 15	安息香衍生物二苯基乙二酮的合成	152
实验 16	微波法制备对苯二甲酸	153
实验 17	生物柴油的制备	155
第 6 章	物理化学实验	158
实验 1	燃烧热的测定	158
实验 2	静态法测定液体饱和蒸气压	162
实验 3	二组分金属相图的绘制	165
实验 4	界面移动法测定离子迁移数	169
实验 5	电极制备及原电池电动势的测定	171
实验 6	电导的测定及其应用	176
实验 7	溶液中的吸附作用和表面张力的测定	179
实验 8	黏度法测定高聚物的平均相对分子质量	184
实验 9	恒电位法测定阳极极化曲线	188
实验 10	旋光法测定蔗糖转化反应的速率常数	191
附录		195
附录 1	国际相对原子质量表	195
附录 2	实验室常用有机溶剂的沸点、相对密度	199
附录 3	实验室常用酸、碱溶液的浓度	199
附录 4	常用酸、碱、盐溶液的配制方法	200
附录 5	常用指示剂的配制方法	203
附录 6	常用缓冲溶液的配制方法	206
附录 7	部分特殊试剂的配制方法	207
附录 8	常用洗液的配制和应用	208
附录 9	常见阴离子、阳离子的鉴定方法	208
附录 10	常用基准物质的干燥条件和应用	210
附录 11	常见混合物的分离和提纯方法	211
附录 12	弱电解质的解离常数	212
附录 13	常用有机溶剂的处理	214
附录 14	危险化学品的使用知识	217
参考文献		220

第 1 章

化学实验基础知识

1.1 化学实验室规则

在化学实验中,经常会使用易燃、易爆、有毒或有腐蚀性的药品以及易碎的玻璃器材,如果处理不当,就容易发生各种事故。为了保证化学实验正常安全地进行,培养良好的实验习惯,学生必须严格遵守以下化学实验室规则。

(1) 必须按实验室要求着装,不得穿拖鞋、背心、短裤等,长头发必须盘起来。

(2) 切实做好实验前的准备工作。实验前的准备工作包括实验预习和检查所需要的器材。

(3) 进入实验室后,应熟悉实验室中灭火器材、急救药箱的放置地点和使用方法。严格遵守实验室的安全守则和具体实验操作中的安全注意事项。若发生意外,应及时处理并报请教师进一步处理。

(4) 实验时应遵守纪律,保持安静,不随意走动。实验过程中应集中精神、认真操作、细致观察、积极思考、如实记录。

(5) 遵从教师指导,按照实验教材规定的步骤、仪器及试剂的规格和用量进行实验。若要更改,须征求教师同意。

(6) 保持实验室的整洁。不要将暂时不用的器材放在桌面上。液体废液应倒入指定的容器中;固体垃圾和玻璃碎片等应放在指定的地点,不得随意丢弃。

(7) 爱护公共仪器和设备,并在指定的地点使用,节约用水、电和药品。如有仪器损坏,要及时报告老师,并办理登记换领手续。

(8) 实验完毕,值日生打扫实验室,关好水、电、门、窗,在教师指导下妥善处理废物,经同意后方可离开实验室。

1.2 化学实验室安全知识

化学实验室中存在着一系列不安全因素,在进行化学实验时,若粗心大意就容易发生事故,如割伤、烧伤、中毒、爆炸等。因此,实验人员必须认识到化学实验室的潜在危险并重视安全问题、提高警惕,实验时严格遵守操作规程,加强安全措施。下面介绍实验室的安全守则和实验室事故的预防和处理。

1.2.1 实验室的安全守则

(1) 实验室内严禁吸烟、吃东西、大声喧哗和打闹。

(2) 实验开始前检查仪器是否完整无损、装置是否正确,在征得教师同意后,才可进行实验。

(3) 实验进行中,不得离开实验操作台,要注意观察实验进行的情况以及装置有无漏气或破裂等现象。

(4) 进行有可能发生危险的实验时,要根据实验情况采取必要的安全措施,如戴防护眼镜、面罩、橡皮手套等。

(5) 使用易燃、易爆药品时,应远离火源。实验试剂不得入口,实验结束后要仔细洗手。

(6) 熟悉安全用具,如灭火器材、沙箱及急救药箱的放置地点和使用方法,并妥善管理。安全用具和急救药品不能挪作他用。

(7) 禁止随意混合各种试剂,以免发生安全事故。

1.2.2 实验室安全事故的预防与处理

1) 火灾

实验室中使用的有机试剂大多是易燃的,着火是有机实验室最容易发生的事故之一。防火的基本原则有下列几点:

(1) 使用易燃试剂时要特别注意:

① 远离火源。

② 勿将易燃试剂放在敞口容器(如烧杯)中直接加热;加热必须在水浴中进行,且勿使容器密闭,否则,易造成爆炸。

③ 附近有露置的易燃试剂时,切勿点火。

(2) 在进行明火加热实验时,应养成先将酒精一类易燃物质移开的习惯。

(3) 有机试剂的蒸馏装置不能漏气,若发现漏气,应立即停止加热,查找原因。若因塞子被腐蚀而漏气,则待装置冷却后更换塞子。接收瓶不宜用敞口容器,如广口瓶、烧杯等,而应用窄口容器,如三角烧瓶等。从接收瓶出来的尾气的出口应远离火源。

(4) 回流或蒸馏低沸点易燃液体时应注意:

① 向蒸馏瓶中加入数粒沸石或素烧瓷片或一端封口的毛细管,以防止暴沸。若加热时发现未放这类物质,不能立即揭开塞子补放,而应停止加热,待被蒸馏的液体冷却后再加入。

② 严禁直接加热。

③瓶内液体体积不能超过瓶容积的 $2/3$ 。

④加热速度宜慢,不宜快,以免局部过热。

总之,回流或蒸馏易燃低沸点液体时,一定要谨慎小心,不能粗心大意。

(5)油浴加热蒸馏或回流时,必须注意避免由于冷凝用水溅入热油浴中致使油外溅到热源上而引起火灾的危险。通常发生危险的原因是橡皮管未紧密套上冷凝管而漏水,或开水阀过快,水流过猛将橡皮管冲出来。所以,橡皮管要紧密套入冷凝管,开水阀时动作也要慢,使水流慢慢流入冷凝管内。

(6)当处理大量的可燃性液体时,应在通风橱中或在指定地点进行,室内应无火源。

(7)不得将燃着的或带有火星的火柴梗或纸条等乱抛乱扔。否则,易发生危险。

实验室一旦失火,室内全体人员应积极而有秩序地灭火:一方面防止火势蔓延,即立即关闭煤气灯,熄灭其他火源,断开总电闸,搬开易燃物质;另一方面立即灭火。有机化学实验室灭火,常采用使燃着的物质隔绝空气的办法,通常不能用水,否则,会引起更大火灾。在失火初期,不能用口吹,必须使用灭火器、沙、毛毡等灭火器材。具体措施举例如下:

①若仪器着火且火势小,可用数层湿布把着火的仪器包裹起来。

②如果在小器皿内着火(如烧杯或烧瓶内),可盖上石棉板或瓷片等,使之隔绝空气而灭火,绝不能用口吹。

③如果油类着火,用沙或灭火器灭火,也可撒上干燥的固体碳酸氢钠粉末。

④如果电器着火,应切断电源,然后用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器灭火(注意,四氯化碳蒸气有毒,故在空气不流通的地方使用有危险)。另外,绝不能用水或泡沫灭火器处理电器着火。

⑤如果衣服着火,切勿奔跑,应立即就地打滚,邻近人员可用毛毡或棉胎一类东西盖在身上,使之隔绝空气而灭火。

总之,失火时,应根据起火的原因和火场周围的情况,采取不同的灭火方法。若采用灭火器灭火,则将灭火器的喷射口对准火焰根部,从火的四周开始向中心扑灭。在灭火过程中切勿犹豫。

2) 爆炸

化学实验室里的一般防爆措施如下:

(1)蒸馏装置必须正确,不能造成密闭体系,应使装置与大气连通;减压蒸馏时,要用圆底烧瓶作接收器,不可用三角烧瓶。否则,易发生爆炸。

(2)切勿使易燃易爆的气体接近火源,有机溶剂(如醚类和汽油一类)的蒸气与空气相混时极为危险,可能会因一个热的表面或者一个火花、电花而引起爆炸。

(3)使用乙醚等醚类时,必须检查有无过氧化物存在,如果有,则应立即用硫酸亚铁除去(除去乙醚中过氧化物的方法详见附录13)。同时,使用乙醚时应在通风较好的地方或在通风橱内进行。

(4)对于易爆炸的固体,如重金属乙炔化物、重氮化合物、三硝基甲苯等都不能重压或撞击,以免引起爆炸,对于这些易爆物的残渣必须小心处理。例如,重金属乙炔化物可用浓盐酸或浓硝酸分解,重氮化合物可加水煮沸使其分解,等等。

(5)卤代烷勿与金属钠接触,因二者反应剧烈易发生爆炸。钠屑须放在指定的地方。

3) 中毒

(1) 剧毒物质应妥善保管,不准乱放,实验中所用的剧毒物质应由专人负责收发,并向使用剧毒物质者提出必须遵守的操作规程。实验后的有毒残渣必须作妥善而有效的处理,不能乱丢。

(2) 有些剧毒物质会渗透皮肤,因此,接触这些物质时必须戴橡皮手套,操作后立即洗手,切勿让该类物质沾及五官或伤口。例如,氰化钠沾及伤口后就会随血液循环至全身,严重时会造成中毒死亡事故。

(3) 在反应过程中可能生成有毒或有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行,实验开始后不要把头伸入橱内。使用后的器皿应及时清洗。

溅入口中但尚未咽下的有毒物质应立即吐出来,并用大量水冲洗口腔;如已吞下,则应根据有毒物质的性质服用解毒剂,并立即送医院救治。

① 腐蚀性有毒物质:对于强酸,先饮大量的水,再服氢氧化铝膏等;对于强碱,同样先饮大量的水,然后服用醋、酸果汁等。不论是酸中毒还是碱中毒都需灌服牛奶,注意不要服用呕吐剂。

② 刺激性及神经性中毒先服牛奶或鸡蛋白缓和,再服用硫酸铜溶液(0.5% ~ 1%)催吐,有时也可以用手指伸入喉部催吐,之后立即到医院就诊。

③ 气体中毒时,应立即将中毒者移至室外,解开衣领及纽扣,吸入少量氯气或溴气者,还可使用碳酸氢钠溶液漱口。

4) 触电

在化学实验中,经常使用烘箱、搅拌器、电吹风、电加热水浴锅、电热套等各种带电设备,若使用不当,则易发生触电事故。使用电器时,应防止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。为了防止触电,设备的金属外壳都应连接地线,实验结束后应先切断电源,再拔下插头。

遇人触电,应先切断电源再行救助,以防止自身触电。若不能切断电源时,要用干木条、干布带或戴上绝缘手套等,将触电者拉离电源,并迅速转移到附近适当的地方,适当解开衣服,使其全身舒展。无论有无外伤,都要立即找医生处理,如果触电者处于休克状态,并且心脏停搏或停止呼吸,则要先进行人工呼吸或心肺复苏。

5) 玻璃割伤

玻璃割伤是常见的事故,受伤后要仔细查看伤口内有没有玻璃碎粒,若有,则应先取出玻璃碎粒。若伤势不重,则可先进行简单的急救处理,如涂上万花油后用纱布包扎;若伤口严重、流血不止,则可在伤口上部约 10 cm 处用纱布扎紧,压迫止血,并随即到医院救治。

6) 药品灼伤

(1) 酸灼伤。

① 溅到皮肤上:立即用大量水冲洗,然后用 5% 的碳酸氢钠溶液洗涤,之后涂上油膏,并将伤口包扎好。

② 溅到眼睛上:擦去眼睛外面的酸,立即用水冲洗,用洗眼杯或将橡皮管套接到水龙头上用慢水对准眼睛冲洗后,立即到医院就诊,或者再用稀碳酸氢钠溶液洗涤,最后滴入少许药用蓖麻油。

③ 溅到衣服上:依次用水、稀氨水和水冲洗。

④溅到地板上:撒上石灰粉,再用水冲洗即可。

(2)碱灼伤。

①溅到皮肤上:先用水冲洗,然后用饱和硼酸溶液或1%的醋酸溶液洗涤,再涂上油膏,并包扎好。

②溅到眼睛上:擦去眼睛外面的碱,用水冲洗,再用饱和硼酸溶液洗涤,然后滴入药用蓖麻油。

③溅到衣服上:先用水洗,然后用10%的醋酸溶液洗涤,再用氢氧化铵中和多余的醋酸,然后用水冲洗。

(3)溴灼伤。如溴溅到皮肤上,应立即用水冲洗,涂上甘油,敷上烫伤油膏,将伤处包扎好。如眼睛受到溴蒸气刺激,暂时不能睁开,可对着盛有酒精的瓶口尽力注视片刻。

上述各种急救法仅为暂时减轻疼痛的措施。若伤势较重,在急救之后,应立即送医院诊治。

1.2.3 急救用具

消防器材:泡沫灭火器、四氯化碳灭火器(弹)、二氧化碳灭火器、沙、石棉布、毛毡、棉胎和淋浴用的水龙头。

急救用品:碘酒、双氧水、饱和硼酸溶液、1%的醋酸溶液、5%的碳酸氢钠溶液、70%的酒精、玉树油、烫伤油膏、万花油、药用蓖麻油、硼酸膏或凡士林、磺胺药粉、洗眼杯、消毒棉花、纱布、胶布、绷带、剪刀、镊子、橡皮管等。

1.3 化学仪器介绍

1.3.1 常用玻璃仪器及器材

化学实验中常用玻璃仪器及器材如图1-1所示。

1.3.2 标准磨口玻璃仪器

在化学实验中,常用到由硬质玻璃制成的标准磨口玻璃仪器,部分常用标准磨口玻璃仪器见图1-2。常用的标准磨口玻璃仪器按磨口最大端直径分为10、14、16、19、24、29 mm等多种。有的磨口玻璃仪器也常用两个数字表示磨口大小,例如14/23表示此磨口最大处直径为14 mm,磨口长度为23 mm。相同编号的内外磨口可以紧密相连,不需要木塞或橡皮塞,连接简便,又能避免反应物或产物被塞子污染,而且气体通道较大。

磨口玻璃仪器使用后,应尽快清洗并分开放置,否则可能造成磨口接头的黏结。非标准磨口玻璃仪器的塞子不能随意调换,应垫上纸片配套存放。常压下使用磨口玻璃仪器时一般不涂润滑剂,以免污染反应物或产物。但是,当反应物中有强碱存在时,最好在磨口处涂抹润滑剂。减压蒸馏使用的磨口玻璃仪器需涂润滑剂。在涂润滑剂之前,应将玻璃仪器清洗干净,磨口表面一定要干燥。从涂有润滑剂的磨口玻璃仪器中倾出物料前,应先将磨口表面的润滑剂擦拭干净,以免物料受污染。



图 1-1 化学实验常用玻璃仪器及器材

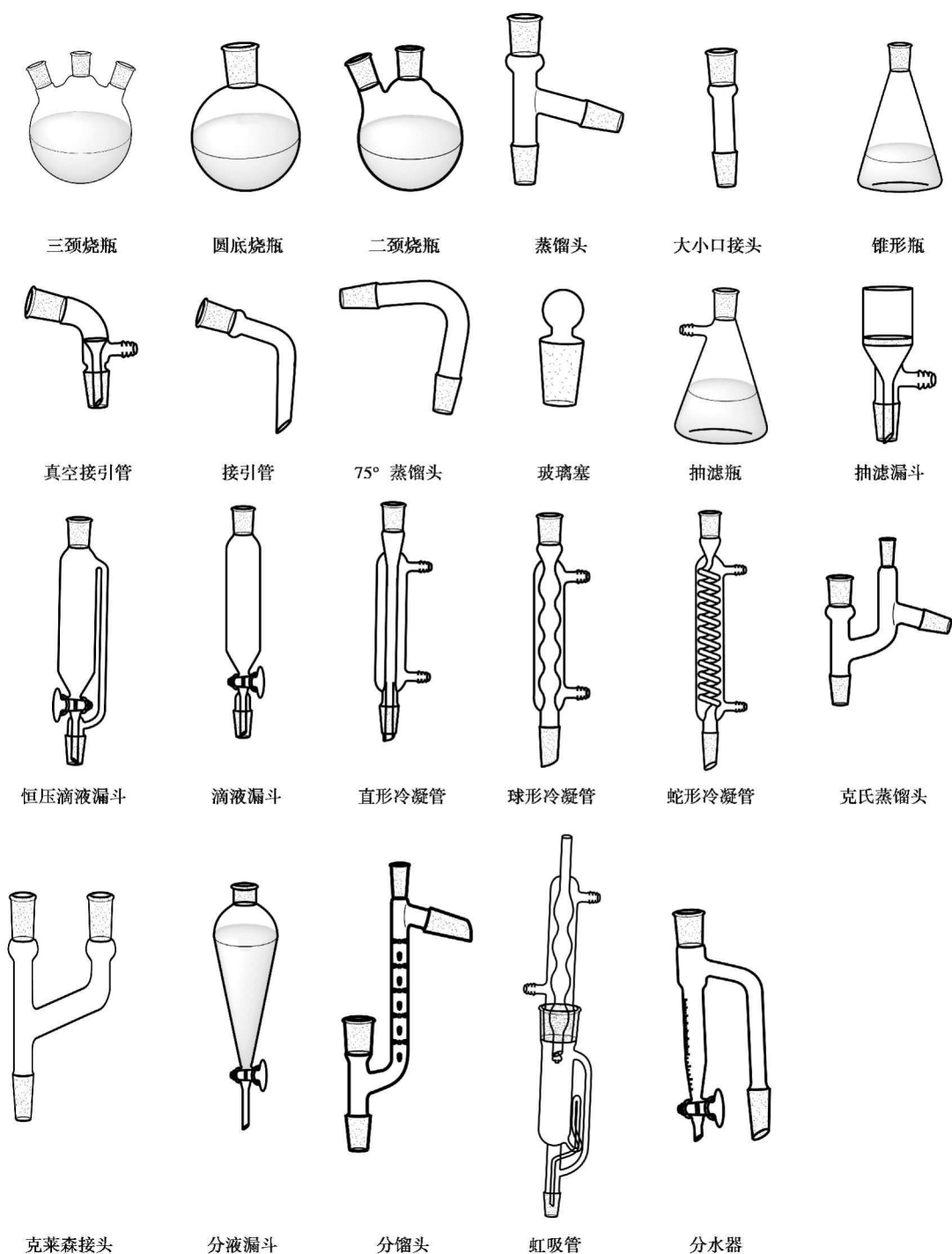


图 1-2 部分常用标准磨口玻璃仪器

1.3.3 玻璃仪器的使用注意事项

化学实验室中,各种常用玻璃仪器的性能是不同的,只有根据它们的性能,掌握它们的洗

涤方法和保养方法,才能正确使用,提高实验成功率,避免不必要的损失。

下面介绍几种常用玻璃仪器的保养方法和洗涤方法。

(1) 水银温度计

水银温度计的水银球部位容易破损,使用时要特别小心:①不能将温度计作搅拌棒使用;②所测温度不能超过温度计的量程;③不能将温度计长时间放在高温溶剂中,否则,会使水银球变形,读数不准。

水银温度计测温后,特别在测量高温之后,切不可立即用冷水冲洗,否则,会造成温度计破裂或水银柱断裂。正确的操作是:将温度计悬挂在铁架台上,待冷却后将其洗净擦干,放回温度计盒内(盒底要垫上一小块棉花,如果是纸盒,放回温度计时要检查盒底是否完好)。

(2) 冷凝管

冷凝管分为直形冷凝管、空气冷凝管、球形冷凝管和蛇形冷凝管。冷凝管通水后很重,所以连接冷凝管时应将铁夹夹在冷凝管的重心处,以免翻倒。洗刷冷凝管时要用特制的长毛刷,如用洗涤剂或有机溶液洗涤,则用软木塞塞住一端,从另一端伸入长毛刷刷洗,之后取下软木塞,用水清洗干净。冷凝管不用时,应直立放置,使之易干。

(3) 圆底烧瓶

圆底烧瓶一般用作反应容器,在连接时,铁夹应当夹在瓶颈磨砂处。在蒸馏操作时,禁止将烧瓶中的液体蒸干。其洗涤方法参见玻璃器皿的洗涤。

(4) 分液漏斗

分液漏斗的活塞和盖子都是磨砂的,若非原配,就可能不严密,所以,使用时要注意保护它们。分液漏斗洗干净后,要将塞子拿下来,不要插在分液漏斗上,尤其是进烘箱时;对于长期不用的分液漏斗,应在活塞面加夹一纸条以防粘连,并用一橡筋套住活塞,以免失落。

(5) 砂芯漏斗

砂芯漏斗在使用后应立即用水冲洗,不然,难以洗净。滤板不太稠密的漏斗可用强烈的水流冲洗,如果是较稠密的,则用抽滤法冲洗。必要时用有机溶剂洗涤。

(6) 滴定管

滴定管分为碱式滴定管和酸式滴定管。滴定管下端不能有气泡。快速放液,可赶走酸式滴定管中的气泡;轻轻抬起尖嘴玻璃管,并用手指挤压玻璃珠,可赶走碱式滴定管中的气泡。酸式滴定管不得装碱性溶液,因为玻璃的磨口部分易被碱性溶液腐蚀,使塞子无法转动。碱式滴定管不宜装对橡皮管有腐蚀作用的溶液,如碘溶液、高锰酸钾溶液、硝酸银溶液和盐酸溶液等。滴定管不同于量筒,其读数自上而下逐渐变大。滴定管用后应立即洗净。

(7) 移液管或吸量管

移液管或吸量管是用来准确移取一定体积的溶液的量器,可准确到 0.01 mL。移液管或吸量管不能在烘箱中烘干,使用时需用待吸液润洗 2~3 次。读数时,将溶液的弯月面底线放至与刻度线上缘相切,视线和刻度线保持水平。使用吸量管时,为了减少测量误差,每次都应以最上面的刻度(0 刻度处)为起始点,往下放出所需体积的溶液,而不是需要多少就吸取多少。用完后立即用自来水及蒸馏水冲洗干净,置于移液管或吸量管架上。

1.3.4 玻璃仪器的洗涤及干燥

1) 玻璃仪器的洗涤

在实验中,洗涤玻璃仪器是一项技术性的操作。不同的分析实验对玻璃仪器有不同的洗净要求。若玻璃仪器的洗涤不符合要求,则对仪器的精密度和实验结果的准确性均有影响。实验操作人员应养成实验用过的玻璃仪器立即洗涤的习惯,因为污垢的性质在当时是最清楚的,用适当的方法进行洗涤是最容易办到的,但若放置时间久了,则会增加洗涤的难度。

洗涤玻璃仪器最常用的洁净剂是肥皂、肥皂液(特制商品)、洗衣粉、去污粉、洗液、有机溶剂等。肥皂、肥皂液、洗衣粉、去污粉等用于可用刷子直接刷洗的玻璃仪器,如量杯、量筒、烧杯、三角烧瓶、试剂瓶等。洗液多用于不使用刷子刷洗的玻璃仪器,如滴定管、移液管、容量瓶、蒸馏器等特殊形状的玻璃仪器,也用于洗涤长时间不用的玻璃仪器和刷子刷不掉的结垢。用洗液洗涤玻璃仪器是利用洗液本身与污物起化学反应而将污物去除,因此需要浸泡一定的时间使其充分作用。有机溶剂是针对污物所具有的某种油腻性,而借助相似相溶原理将油腻性污物洗去;或借助某些有机溶剂能与水混合且挥发快的特殊性将玻璃仪器洗净,如甲苯、二甲苯、汽油等可以洗油垢,酒精、乙醚、丙酮可以冲洗刚洗净而带水的玻璃仪器。

下面介绍几种常用洗液。

(1) 铬酸洗液

通常所说的铬酸洗液是指重铬酸钾和浓硫酸的混合水溶液,这种洗液氧化性很强,对有机污垢破坏力很强。使用时倾去器皿内的水,慢慢倒入洗液,转动器皿,使洗液充分浸润不干净的器壁,数分钟后把洗液倒回洗液瓶中,用自来水冲洗。若壁上粘有少量炭化残渣,可再加入少量洗液,浸泡一段时间后在小火上加热,直至冒出气泡,炭化残渣即可被除去。铬酸洗液可重复利用,但当洗液颜色变绿时,则表示失效,应该弃去。

(2) 盐酸

浓盐酸可以洗去附着在器壁上的二氧化锰或碳酸盐等污垢。

(3) 碱液和合成洗涤剂

将碱液或合成洗涤剂配成浓溶液即可,用于洗涤油脂和一些有机物(如有机酸)。

(4) 有机溶剂洗涤剂

当胶状或焦油状的有机污垢用上述方法不能洗去时,可选用丙酮、乙醚、苯或 NaOH 的乙醇溶液浸泡(要加盖以免溶剂挥发)。有机溶剂洗涤剂可重复使用。

用于精制或有机分析的仪器,除用上述方法处理外,还须用蒸馏水冲洗。

玻璃仪器洗净的标志是:加水倒置,水顺着器壁流下,内壁被水均匀润湿,有一层既薄又均匀的水膜,不挂水珠。

2) 玻璃仪器的干燥

化学实验中经常要使用干燥的玻璃仪器,故应在每次实验后立即将玻璃仪器洗净并使之干燥,以便下次实验时使用。干燥玻璃仪器的方法有下列几种:

(1) 自然风干

自然风干是指将已洗净的仪器放在干燥架上使其自然干燥,这是简单、常用的方法。但必须注意,若玻璃仪器洗得不够干净,水珠便不易流下,干燥就会较为缓慢。

(2) 烘干

将玻璃器皿按顺序从上层往下层放入烘箱烘干,放入烘箱中干燥的玻璃仪器,一般要求不带有水珠。器皿口向上,带有磨砂口玻璃塞的仪器,必须取出活塞后,才能进行烘干操作。烘箱内的温度保持在 $100 \sim 105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。烘干后,需待烘箱内的温度降至室温时才能取出玻璃仪器,切不可把很热的玻璃仪器取出,以免破裂。当烘箱已工作时则不能往上层放入湿的器皿,以免水滴下落,使下层热的器皿骤冷而破裂。

(3) 吹干

有时仪器洗涤后需立即使用,此时则可用吹干的方法(即用气流干燥器或电吹风)使仪器干燥。将水尽量沥干后,加入少量丙酮或乙醇摇洗并倾出,先通入冷风吹 $1 \sim 2\text{ min}$,待大部分溶剂挥发后,再吹入热风至完全干燥为止,最后吹入冷风使仪器冷却。

(4) 有机溶剂干燥

对于急需干燥使用的仪器,将洗净的仪器沥去水分后,加入少量丙酮或者乙醇,转动仪器,使器壁上的水珠与有机溶剂互相溶解,然后将混合液倒入专用的回收瓶中,少量残留在仪器内的混合液,很快挥发而使仪器干燥。

1.4 实验数据的处理

由于实验方法的可靠程度、所用仪器的精密度以及实验者自身原因等的限制,化学实验所得的测量值和真实值之间就会存在一定差异,即实验误差。因此,了解实验误差产生的原因和规律,并对实验数据进行合理的分析和处理,方可获得可靠的实验结果。

1) 准确度与误差

准确度是指测量值 x 与真实值 T 之间的接近程度。一般以误差来衡量,误差分为绝对误差(E)和相对误差(E_r)两种。

(1) 绝对误差

绝对误差是指测量值和真实值之间的差值,即

$$E = x - T$$

当测量值大于真实值时,误差为正(实验结果偏高);当测量值小于真实值时,误差为负(实验结果偏低)。

(2) 相对误差

相对误差是指绝对误差与真实值之比,即

$$E_r = \frac{E}{T} \times 100\%$$

在定量分析中,由各种原因造成的误差,按照性质可分为系统误差、偶然误差和过失误差三类。

①系统误差,又称可测误差,是实验方法、所用仪器、试剂、实验条件的控制以及实验者本身的一些主观因素造成的误差。这类误差具有重复性、单向性和可测性,即在多次测定中会重复出现;测定结果或者都偏高,或者都偏低;数值大小有一定的规律。

②偶然误差,又称随机误差或未定误差,是由一些偶然因素造成的,如测量时温度、气压的

微小变化。由于来源于随机因素,因此,这类误差数值不定,且方向也不固定(有时为正误差,有时为负误差)。系统误差在实验中无法避免,从表面看,也没有什么规律,但从多次测量的数据中可以找到它的统计规律。

③过失误差。这是实验者粗枝大叶、不按操作规程办事、过度疲劳或情绪不好等造成的。这类误差有时无法找到原因,但却是可以避免的。

2) 精密度与偏差

精密度是指多次平行测量结果的接近程度,一般以偏差来衡量。

(1) 偏差(绝对偏差)(d_i)

偏差是单次测量值 x_i 与平均值 $\bar{x}$ 之间的差值,也称单次测量值的绝对偏差,即

$$d_i = x_i - \bar{x}$$

(2) 平均偏差($\bar{d}$)

平均偏差是指各次测量偏差绝对值的平均值,即

$$\bar{d} = \frac{\sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}|}{n}$$

(3) 相对平均偏差($\bar{d}_r$)

相对平均偏差是指平均偏差与测量平均值的比值,即

$$\bar{d}_r = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\%$$

(4) 标准偏差(S)

标准偏差是指各次测量偏差的平方和的平均值再开方,即

$$S = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2}$$

标准偏差比平均偏差更灵敏地反映偏差的存在,在统计学上更有意义。

3) 有效数字

(1) 概念

有效数字是实际能够测量到的数字。物理量的测量结果到底应保留几位有效数字,应根据测量仪器的精度和观察的准确度来决定。把测量结果中能够反映被测量大小的带有一位存疑数字的全部数字称为有效数字。数字“0”在数字后面时是有效数字,若数字“0”在数字前面则只起定位作用,不能算作有效数字。在数学中,有效数字是指在一个数中,从该数的第一个非零数字起,到末尾数字止的数字,如 0.618 的有效数字有 3 个,分别是 6,1,8。

(2) 运算法则

在进行数字的运算之前要先确定应保留的有效数字位数,并对数字位数进行舍入,舍入采用“四舍六入五留双”的原则,即末位小于 4 则舍弃,末位大于 6 则进位,末位是 5 时,若进位后为偶数则进位,若进位后为奇数则舍弃。另外,不可采取递阶进位的办法对数字进行处理。如 12.545 68,若要求保留 3 位,则应为 12.5,而不是 12.6。

① 加减法。

加减运算中,所得结果的小数点后面的位数应以各加、减数小数点后位数最少的(绝对误差最大)为准,先舍入再加减。如: $28.3 + 0.18 + 6.58 = 28.3 + 0.2 + 6.6 = 35.1$ 。