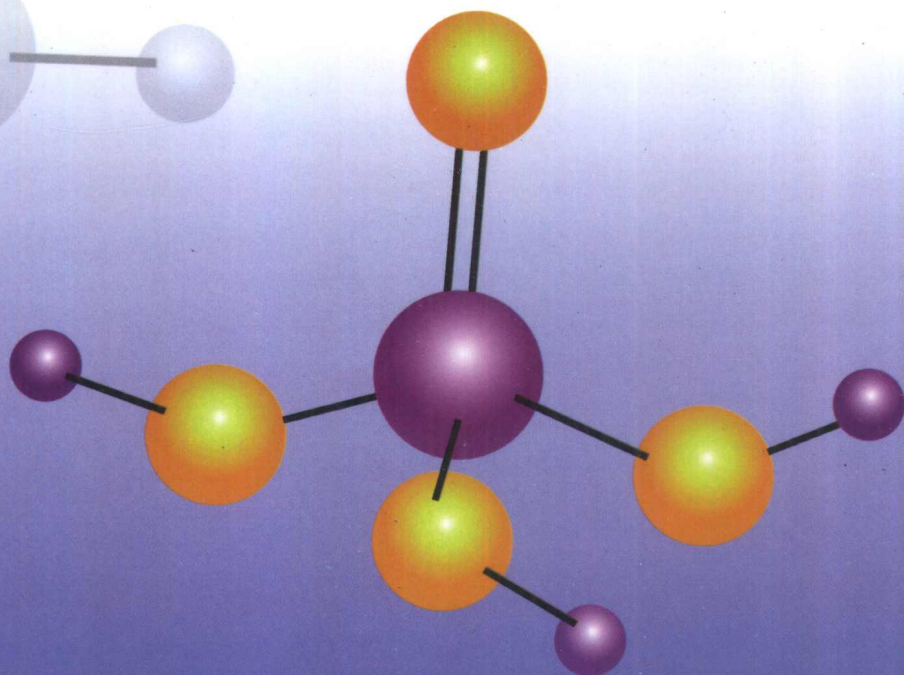


大学基础化学实验

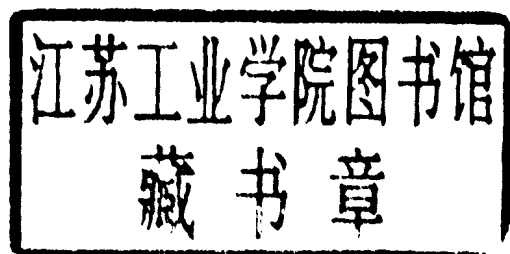
魏文珑 主编



兵器工业出版社

大学基础化学实验

主 编 魏文珑
副主编 谢鲜梅



兵器工业出版社

内 容 简 介

本书是一本大学基础化学实验用教材。全书共分6节,主要包括实验基础知识、基本技能与操作实验、化学与仪器分析实验、物质合成实验、化学与物理参数测定实验、综合及设计实验等。

本书可供大专院校化工类及相关教师、学生和科研人员学习和参考。

图书在版编目(CIP)

大学基础化学实验/魏文琬主编. —北京:兵器工业出版社, 2001.3
ISBN 7-80132-926-0

I.大… II.魏… III.基础-实验-化学-高等教育 IV.O6-31

中国版本图书馆CIP数据核字(2001)第06107号

出版发行:兵器工业出版社

责任编辑:李翠兰

社 址:100089 北京市海淀区车道沟10号

经 销:各地新华书店

印 刷:华北工学院印刷厂印刷

版 次:2001年3月第1版第1次印刷

印 数:1—1000册

封面设计:底晓娟

责任校对:谢鲜梅

责任印制:莫丽珠

开 本:787×1092 1/16

印 张:20.125

字 数:500千字

定 价:26.00元

(版权所有 翻印必究 印装有误 负责调换)

前 言

化学是一门实验科学。大学基础化学实验是基础化学课程体系的重要组成部分，是构筑化工人才知识、能力、素质结构的必然途径。

本书根据化学科学相互渗透、交叉、融合发展的现状，21世纪化工人才培养目标的要求和基础化学实验教学在高等化工教育中的地位、性质和任务编写而成。

本书以加强基础训练，强化能力和素质培养，精练与革新传统知识，拓宽实验内容为原则，力求提高基础化学实验内容的科学性、系统性、先进性和适用性。内容编排上将传统的无机化学、分析化学、有机化学和物理化学实验内容重组为一门大学基础化学实验，并增加了综合及设计实验和部分生物化学实验内容。在实践中可作为一门独立的必修课而单独设置。

在编排风格上，充分考虑了工科院校化工类专业学生获取实验知识的渐进性和基础化学实验基本内容的有机衔接。全书内容由浅入深、知识结构严谨，每一实验后增加了思考题。为了适应化工类专业的不同要求以及为扩大学生知识面而引入的一些较复杂实验内容，实验中可根据实际情况进行选择。本书由太原理工大学魏文珑、谢鲜梅、梁镇海、周亚樵、常瑜、武正簧参加编写，由魏文珑、谢鲜梅统编定稿。

本书在编写过程中，得到了太原理工大学化学工程与技术学院王志忠教授、李瑞丰教授的指导和郑州工程学院李和平副教授的大力支持，并提出了不少宝贵意见和建议，在此表示衷心的感谢。

限于作者水平和能力，书中缺点和不足在所难免，恳请读者予以指正。

编者

2001年1月

目 录

第一部分 化学实验基础知识	(1)
1.1 实验室安全须知	(1)
1.2 化学实验用纯水的制备及检验	(2)
1.3 化学试剂常识	(3)
1.4 玻璃器皿的洗涤、干燥及常用洗涤剂	(4)
1.5 滤纸和滤器	(6)
1.6 溶液的浓度及其配制方法	(8)
1.7 常用玻璃仪器	(10)
1.8 关于有毒化学药品的知识	(12)
第二部分 基本技能与操作	(15)
2.1 分析天平及称量	(15)
2.2 滴定分析基本操作	(22)
2.3 质量(俗称重量)分析基本操作	(27)
2.4 磨口仪器的连接与装配	(33)
2.5 加热、冷却与搅拌	(35)
2.6 常用反应装置	(37)
2.7 萃取与洗涤	(39)
2.8 干燥与干燥剂	(40)
2.9 普通蒸馏	(42)
2.10 减压蒸馏	(44)
2.11 水蒸汽蒸馏	(48)
2.12 分馏与精馏	(50)
2.13 重结晶与过滤	(52)
2.14 升华	(55)
2.15 熔点、沸点的测定	(55)
2.16 密度的测定	(57)
第三部分 实验部分	(60)
3.1 基础实验	(60)
实验 1 灯的使用和玻璃管加工	(60)
实验 2 分析天平的称量练习	(64)
实验 3 化学反应速率和化学平衡	(65)
实验 4 离解平衡和沉淀平衡	(68)
实验 5 氧化还原反应	(70)

实验 6	络合物	(73)
实验 7	IA、II A 族元素	(76)
实验 8	III A、IV A 族元素	(78)
实验 9	V A 族元素	(81)
实验 10	VI A 族元素	(84)
实验 11	VII A 族元素	(87)
实验 12	过渡元素 (一)	(89)
实验 13	过渡元素 (二)	(95)
实验 14	液体粘度和密度的测定	(99)
实验 15	固体在溶液中的吸附	(102)
实验 16	液体表面张力的测定	(103)
实验 17	二元液系相图	(106)
3.2 分析实验	(109)
实验 18	酸溶液浓度的标定及混合碱的分析	(109)
实验 19	碱溶液浓度的标定及铵盐中氨的测定	(110)
实验 20	EDTA 溶液浓度的标定及试液中铅、铋的连续测定	(112)
实验 21	络合掩蔽法测定铜离子含量	(114)
实验 22	摩尔法 (Mohr) 测定氯含量	(116)
实验 23	KMnO ₄ 溶液浓度的标定及过氧化氢含量的测定	(117)
实验 24	Na ₂ S ₂ O ₃ 浓度的标定及铜含量的测定	(118)
实验 25	Ba Cl ₂ ·2H ₂ O 中钡含量的测定	(120)
实验 26	邻二氮菲分光光度法测定铁	(122)
实验 27	水中微量氟的测定 (离子选择电极法)	(125)
实验 28	氯化钠与碘化钠混合物的电位连续滴定	(127)
实验 29	佛尔哈德 (Volhard) 法测定氯含量	(129)
实验 30	法杨司 (Fajans) 法测定氯含量	(130)
实验 31	磷矿石中磷含量的测定	(131)
实验 32	硅钼杂多酸蓝光光度计测定硅含量	(133)
实验 33	气相色谱定性、定量分析	(135)
实验 34	取代基及溶剂对紫外光谱的影响	(137)
实验 35	氯霉素眼药水的高效液相色谱分析法	(139)
3.3 物理与化学参数的测定实验	(141)
实验 36	气体常数的测定	(141)
实验 37	弱酸电离常数的测定	(143)
实验 38	溶解热的测定	(144)
实验 39	液体饱和蒸气压的测定	(146)
实验 40	凝固点降低法测摩尔质量	(149)
实验 41	二组分合金相图	(152)
实验 42	三组分系统等温相图	(155)

实验 43	化学反应平衡常数的测定	(157)
实验 44	电导法的应用	(160)
实验 45	原电池热力学	(163)
实验 46	蔗糖水解	(168)
实验 47	反应速率常数及活化能的测定	(170)
实验 48	磺基水杨酸合铁(Ⅲ)络合物的组成及稳定常数的测定	(173)
实验 49	酯化反应平衡常数的测定	(176)
3.4	合成实验	(178)
实验 50	硫酸铜的制备与提纯	(178)
实验 51	二氧化铅的制备	(180)
实验 52	高锰酸钾的制备	(181)
实验 53	乙苯的制备	(183)
实验 54	乙酰苯胺的制备	(187)
实验 55	己内酰胺的制备	(191)
实验 56	苯甲酸甲酯的制备	(193)
实验 57	4-硝基-2-氨基苯甲醚的制备	(195)
实验 58	双酚 A 的制备	(198)
实验 59	己二酸的制备	(200)
实验 60	重氮盐的制备及其反应	(201)
实验 61	肉桂酸及氢化肉桂酸的制备	(203)
实验 62	扁桃酸(苦杏仁酸)的合成与拆分	(207)
实验 63	邻氨基苯甲酸的制备	(209)
实验 64	2-甲基-2-丁醇的制备	(211)
实验 65	7.7-二氯双环[4、1、0]庚烷的合成	(214)
3.5	综合及设计实验	(216)
实验 66	混合负离子的分析	(216)
实验 67	金属各类化合物性质	(219)
实验 68	铁-镍蓄电池的制备	(222)
实验 69	离子鉴定和未知物的鉴定	(226)
实验 70	硫酸亚铁铵的制备及铁含量的测定	(227)
实验 71	聚碱式氯化铝的制备及水的净化处理	(229)
实验 72	乙酸乙酯的合成及皂化常数的测定	(231)
实验 73	环己烯的合成及燃烧热的测定	(234)
实验 74	环己酮的制备及含量测定	(240)
实验 75	催化剂的制备及其性能的测定	(243)
实验 76	胡萝卜籽中挥发油的提取、分离	(246)
实验 77	核糖核酸(RNA)的制备及鉴定	(248)
实验 78	大肠杆菌感受态细胞的制备及载体 DNA 分子导入原核细胞	(251)
实验 79	环境因素对蛋白质的变性作用	(255)

第四部分 附录和附表	(257)
附录 1 SP-2305 型气相色谱仪	(257)
附录 2 721 及 751G 型分光光度计	(259)
附录 3 PHS-2C 型酸度计	(263)
附录 4 气压计的使用及校正	(264)
附录 5 水银温度计的校正	(267)
附录 6 贝克曼温度计	(268)
附录 7 热电偶温度计	(269)
附录 8 热敏电阻温度计	(270)
附录 9 常用压缩气体钢瓶的使用	(271)
附录 10 阿贝折光计	(272)
附录 11 旋光仪	(274)
附录 12 电导仪	(277)
附录 13 电位差计	(278)
附录 14 标准电池	(280)
附录 15 粘度计	(282)
附录 16 检流计	(284)

附表:

附表 1 相对原子质量表	(285)
附表 2 化合物式量表	(285)
附表 3 常用酸碱的密度和浓度	(288)
附表 4 常用有机溶剂的沸点、相对密度	(289)
附表 5 水的饱和蒸气压	(289)
附表 6 易燃物质的闪点和爆燃极限	(290)
附表 7 常用指示剂	(291)
附表 8 常见有机物的英文名称及缩写	(294)
附表 9 常见含碳基团的中英文名称及缩写	(295)
附表 10 常用希腊字母读音	(296)
附表 11 常用缓冲溶液的配制	(296)
附表 12 常用基准物质的干燥条件及应用	(297)
附表 13 水的绝对粘度 ($\times 10^3 \text{Pa}\cdot\text{s}$)	(298)
附表 14 水的表面张力 (N/m)	(298)
附表 15 水的折射率	(298)
附表 16 不同温度下液体的密度 ($\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	(299)
附表 17 某些液体密度与温度的函数式	(299)
附表 18 不同温度下 KCl 的溶解热	(300)
附表 19 凝固点降低和沸点升高常数	(300)
附表 20 常用热电偶在不同温度下的电动势 (mV)	(300)
附表 21 KCl 溶液的电导率 ($\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$)	(301)

附表 22	无限稀释离子摩尔电导率 ($10^{-4}\text{S}\cdot\text{m}^2\cdot\text{mol}^{-1}$)	(301)
附表 23	标准电极电势 (18~25℃)	(302)
附表 24	强电解质离子平均活度系数 (25℃)	(304)
附表 25	金属络合物的稳定常数	(305)
附表 26	金属离子与氨羧络合剂形成的络合物的稳定常数 ($\lg K_{MY}$)	(307)
附表 27	弱酸和弱碱的离解常数	(308)
附表 28	难溶化合物的溶度积常数 (18℃)	(310)
参考文献		(312)

第一部分 化学实验基础知识

1.1 实验室安全须知

安全守则

实验室安全包括人身安全及实验室、仪器、设备的安全。进行化学实验,经常要使用有毒药品、易燃易爆的气体和溶剂以及有腐蚀性的浓盐酸、浓硫酸等。若这些药品使用不当,则可能会发生中毒、烧伤等各种事故。除此之外,由于玻璃仪器、电器设备等的违规操作,也会造成人身伤害及仪器设备的损坏。为此,必须树立安全第一的思想,严格遵守实验室安全规则,高度重视安全操作,预防这些事故的发生。

(1)实验室内严禁吸烟、饮食和戏闹喧哗,切勿以实验用容器代替水杯、餐具使用,防止化学试剂入口,实验结束后要细心洗手。

(2)水、电、气使用完毕及时关闭。

(3)剧毒品和危险品要有专人管理,使用时要特别小心,必须记录用量。用过的废物、废液不可乱扔、乱倒,要进行回收或特殊处理。

(4)使用浓酸、浓碱及其它有强烈腐蚀性的试剂时应避免溅落在皮肤、衣服或书本上。易挥发的有毒或有强烈腐蚀性的液体和气体的使用,应在通风柜或密封良好条件下进行。

(5)使用高压气体钢瓶时,要严格按操作规程进行操作。

(6)使用可燃性有机试剂时,要远离火焰及其它热源,尽可能在通风柜中进行。用后盖紧瓶塞,置阴凉处存放。低沸点、低闪点的有机溶剂不要在明火上直接加热,而应在水浴或电热套中加热。

(7)估计可能发生危险的实验,在操作时应使用防护眼镜、面罩、手套等防护用具。

(8)使用大型或较为贵重仪器前,要认真阅读仪器操作规程,经教师讲解后再动手操作。不要随意拨弄仪器,以免损坏或发生其他事故。

事故的处理和急救

倘遇事故应立即采取适当措施并报告教师。

实验中发生事故后的紧急处置和应急处理办法:

(1)酸或碱产生腐伤时,应先用大量水冲洗,再用饱和碳酸氢钠溶液或2%的硼酸溶液洗涤,最后用蒸馏水冲洗。

(2)烫伤勿用水冲洗,在灼伤处抹上黄色苦味酸溶液,高锰酸钾溶液或凡士林、烫伤膏、红花油均可。严重者应尽快去医院进行医治。

(3)创伤,用药棉花揩净伤口,搽上龙胆紫药水、再用纱布包扎,若伤口较大应立即去医院治疗。

(4)吸入刺激性或有毒气体,如 Br_2 蒸气、 Cl_2 气、 HCl 气等,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气使之解毒,吸入 H_2S 气体感到不舒服时,应立即到室外呼吸新鲜空气。

(5)实验过程中万一发生火灾,不要惊慌,应尽快切断电源或燃气源,用石棉布或湿抹布熄灭(盖住)火焰。密度小于水的非水溶性有机溶剂着火时,不可用水浇,以防止火势蔓延。电器着火时,不可用水冲,以防触电,应使用干冰或干粉灭火器。着火范围较大时,应立即用灭火器灭火,必要时拨打火警,呼叫电话 119。

1.2 化学实验用纯水的制备及检验

纯水是化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤剂。根据分析的任务和要求不同,对水的纯度要求也有所不同。一般的分析工作,采用蒸馏水或去离子水即可;超纯物质的分析,则需纯度较高的“超纯水”。在一般的分析实验中,离子选择电极法、络合滴定法和银量法用水的纯度较高。

纯水常用以下三种方法制备:

(1)蒸馏法:蒸馏法能除去水中的非挥发性杂质,但不能除去易溶于水的气体。同是蒸馏而得到的纯水,由于蒸馏器的材料不同,所带的杂质也不同。通常使用由玻璃、铜和石英等材料制成的蒸馏器。

(2)离子交换法:这是应用离子交换树脂分离出水中的杂质离子的方法。因此用此法制得的水通常称为“去离子水”。此法的优点是容易制得大量纯度高的水而成本较低。

(3)电渗析法:这是在离子交换技术基础上发展起来的一种方法。它是在外电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而使杂质离子自水中分离出来的方法。

纯水并不是绝对不含杂质,只是杂质的含量极微少而已。随制备方法和所用仪器的材料的不同,其杂质的种类和含量也有所不同。用玻璃蒸馏器蒸馏所得的水含有较多的 Na^+ 、 SiO_3^{2-} 等离子;用铜蒸馏器制得的水则含有较多的 Cu^{2+} 离子;用离子交换法或电渗析法制备的水则含有微生物和某些有机物等。

纯水的质量可以通过检验来了解。检验的项目很多,现仅结合一般分析实验室的要求简介主要的检查项目如下:

(1)电阻率:25℃时电阻率为 $(1.0-10) \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水为纯水, $>10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水为超纯水。

(2)酸碱度:要求 pH 值为 6~7。取 2 支试管,各加被检查的水 10mL,一管加甲基红指示剂 2 滴,不得显红色,另一管加 0.1% 溴麝香草酚蓝(溴百里酚蓝)指示剂 5 滴,不得显蓝色。

在空气中放置较久的纯水,因溶解有 CO_2 ,pH 值可降至 5.6 左右。

(3)钙镁离子:取 10mL 被检查的水,加氨水-氯化铵缓冲溶液(pH \approx 10),调节溶液 pH 值至 10 左右,加入铬黑 T 指示剂 1 滴,不得显红色。

(4)氯离子:取 10mL 被检查的水,用 HNO_3 酸化,加 1% AgNO_3 溶液 2 滴,摇匀后不得有浑浊现象。

分析用的纯水必须严格保持纯净,防止污染。聚乙烯容器是贮存纯水的理想容器之一。

1.3 化学试剂常识

化学试剂的规格是以其中所含杂质的多少来划分的。一般可分为四个等级,其规格和适用范围见表 1-1。

此外,还有光谱纯试剂、基准试剂、色谱纯试剂等。

光谱纯试剂(符号 S.P.)的杂质含量用光谱分析法已测不出或者其杂质的含量低于某一限度,这种试剂主要用作光谱分析中的标准物质。

基准试剂的纯度相当于或高于保证试剂。基准试剂用作滴定分析中的基准物质是非常方便的,也可用于直接配制标准溶液。

在分析工作中,选用的试剂纯度要与所用方法相当,实验用水、操作器皿等要与试剂的等级相适应。若试剂都选用 G.R. 级的,则不宜使用普通的蒸馏水或去离子水,而应使用经两次蒸馏制得的重蒸馏水。此时所用器皿的质地也要求较高,使用过程中不应有物质溶解,以免影响测定的准确度。

选用试剂时,要注意节约原则,不要盲目追求纯度高,应根据具体要求取用。优级纯和分析纯试剂,虽然是市售试剂中的纯品,但有时由于包装或取用不慎而混入杂质,或运输过程中可能发生变化,或贮藏日久而变质,所以还应具体情况具体分析。对所用试剂的规格有所怀疑时应该进行鉴定。在特殊情况下,市售的试剂纯度不能满足要求时,分析者应自己动手精制。

表 1-1 试剂规格和适用范围

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)	guarante reagent	G.R.	纯度很高,适用于精密分析工作和科学研究工作	绿色
二级品	分析纯 (分析试剂)	analytical reagent	A.R.	纯度仅次于一级品,适用于多数分析工作和科学研究工作	红色
三级品	化学纯	chemical pure	C.P.	纯度较二级差些,适用于一般分析工作	蓝色
四级品	实验试剂 医 用	laboratori- al reagent	L.R.	纯度较低,适用作实验辅助试剂	棕色或其他颜色
	生物试剂	biological reagent	B.R. 或 C.R.		黄色或其他颜色

化学试剂中,指示剂纯度往往不太明确。除少数标明“分析纯”“试剂四级”外,经常遇到只写明“化学试剂”“企业标准”“部颁暂行标准”“生物染色素”等等。常用的有机溶剂、掩蔽剂等,也经常见到级别不明的情况,平常只可作为“化学纯”试剂使用,必要时需进行提纯。例如,三乙醇胺中,铁含量较大,而又常用来掩蔽铁,因此使用该类试剂时,必须注意。

生物化学中使用的特殊试剂,纯度表示和化学中一般试剂表示也不相同。例如,蛋白质类试剂,经常以含量表示,或以某种方法(如电泳法等)测定杂质含量来表示。再如,酶是以每单

位时间能酶解多少物质来表示其纯度的,就是说,它是以其活力来表示纯度的。

在一般分析工作中,通常要求使用 A.R. 级的分析纯试剂。

1.4 玻璃器皿的洗涤、干燥及常用洗涤剂

洗涤方法

一般是先用适当的洗涤液浸泡或涮洗后,用自来水冲净,此时器皿应透明并无肉眼可见的污物,内壁不挂水珠。最后用少量纯水涮洗内壁 2~3 遍,以除去残留的自来水,然后放洁净处备用。

较精密的玻璃量器(如滴定管、移液管、容量瓶等),由于它们形状的特殊而且容量精确,不宜用刷子机械地摩擦其内壁。通常是用铬酸洗液浸泡内壁后再依次用自来水和纯水洗净,其外壁可用洗衣粉进行刷洗。

光度分析用的吸收池,容易被有色溶液或有机试剂染色,通常用盐酸-乙醇洗涤液浸泡内外壁后再用水洗净。

仪器分析,尤其是微量、痕量分析实验所用的器皿,常用 1+1 或 1+2 的盐酸或硝酸溶液浸泡,有时需要加热,以除去微量的杂质。石英器皿还可使用 HF-HNO₃ 洗涤液进行洗涤,有利于洗净微量的金属离子。

带有微孔玻璃砂滤板的过滤器不宜用洗衣粉及强碱性洗涤液洗涤,其洗涤方法见“1.5”。

洗涤过程中,纯水应在最后使用,即仅用它洗掉残留的自来水。还应强调一点,洗涤过程中自来水及纯水都应按少量多次的原则使用,不应灌满容器或用很多的水,这样既浪费水又浪费时间,每次用水一般为总容量的 5%~20%。

以上所述仅是一般的洗涤方法,实际工作中还有许多特殊的洗涤方法。基本的原则是根据污物及器皿本身的化学或物理性质,有针对性地选用洗涤剂。这样既可通过化学或物理的作用有效地除去污物及干扰离子,又不致于腐蚀器皿材料。

带旋塞和磨口的玻璃仪器,洗净后擦干,在旋塞和磨口之间垫上纸片。

仪器的干燥

在有机化学实验中往往需要用干燥的仪器。因此在仪器洗净后,还应进行干燥。事先把仪器干燥好,就可以避免使用时才临时进行干燥。下面介绍几种简单的干燥仪器的方法。

(1)晾干:在有机化学实验中,应尽量采用晾干法于实验前使仪器干燥。仪器洗净后,先尽量倒净其中的水滴,然后晾干。例如,烧杯可倒置于柜子内;蒸馏烧瓶、锥形瓶和量筒等可倒套在试管架的小木桩上;冷凝管可用夹子夹住,竖放在柜子里。放置一两天后,仪器就晾干了。

应该有计划地利用实验中的零星时间,把下次实验需用的仪器洗净并晾干,这样在做下一个实验时,就可以节省很多时间。

(2)在烘箱中烘干:一般用带鼓风机的电烘箱。烘箱温度保持在 100~120℃。鼓风可以加速仪器的干燥。仪器放入前要尽量倒净其中的水。仪器放入时口应朝上。若仪器口朝下,烘干的仪器虽可无水渍,但由于从仪器内流出来的水珠滴到别的已烘热的仪器上,往往易引起后者炸裂。用坩埚钳子把已烘干的仪器取出来,放在石棉板上冷却;注意别让烘得很热的仪器

骤然到冷水或冷的金属表面,以免炸裂。厚壁仪器如量筒、吸滤瓶、冷凝管等,不宜在烘箱中烘干。分液漏斗和滴液漏斗,则必须在拔去盖子和旋塞并擦去油脂后,才能放入烘箱烘干。

(3)用气流干燥器吹干:在仪器洗净后,先将仪器内残留的水分甩尽,然后把仪器套到气流干燥器(图 1-1)的多孔金属管上。要注意调节热空气的温度。气流干燥器不宜长时间连续使用,否则易烧坏电机的电热丝。

(4)用有机溶剂干燥:体积小的仪器急需干燥时,可采用此法。洗净的仪器先用少量酒精洗涤一次,再用少量丙酮洗涤,最后用压缩空气或吹风机(不必加热)把仪器吹干。用过的溶剂应倒入回收瓶中。

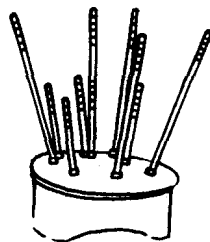


图 1-1 气流干燥器

常用洗涤剂

(1)铬酸洗液

称取 25g 工业用或化学纯 $K_2Cr_2O_7$ 置于烧杯中,加 50mL 水,加热并搅拌使之溶解,随即在搅动下缓慢沿壁加入约 450mL 工业用浓 H_2SO_4 (注意:刚开始加 H_2SO_4 要特别缓慢,防止剧烈放热而溅出,最好带上橡胶手套操作),冷却后移入细口瓶中,盖紧。

铬酸洗液具有强氧化性和强酸性,适于洗去无机物和某些有机物。使用时应注意:

①太脏或盛过有机物的仪器应先用自来水洗一遍。加洗液前要尽量去掉仪器内的水,以减少对洗液的稀释(过度的稀释,会使其失效,可在加热蒸去大部分水分后继续使用)。

②洗液应反复使用,用后倒回原瓶并随时盖严,以防吸水。当洗液由棕红色变为绿色(Cr^{3+} 色)时,即已失效。可再加入适量 $K_2Cr_2O_7$ 加热溶解后继续使用。

③洗液具强腐蚀性,使用时要避免溅到手上、衣服上、实验台上及地上,一旦溅上应立即用水稀释并擦净。

④由于六价铬的毒性较大,大量使用会污染环境,所以凡没必要使用铬酸洗液的仪器则应选用其他洗涤剂。本书实验中该洗液主要用于容量瓶、移液管、吸量管及滴定管的洗涤。

(2)洗衣粉

洗衣粉也是实验室最普通的洗涤剂,一般的器皿都可用它洗涤,但一定要用毛刷反复刷洗。

(3)盐酸-乙醇洗液

将化学纯的盐酸和乙醇按 1+2 的体积比混合即可。此液主要用于洗涤被染色的吸收池、比色管、吸量管等。

(4)盐酸

化学纯的盐酸与水以 1+1 的体积比混合(亦可加入少量草酸)。此液为还原性强酸洗涤剂,可洗去多种金属氧化物及金属离子。

(5)氢氧化钠-乙醇洗液

将 120gNaOH 溶于 150mL 水中,用 95% 乙醇稀释至 1L。此液主要用于洗去油污及某些有机物。用它洗涤精密玻璃量器时,要注意它对玻璃的腐蚀性。

(6)硝酸-氢氟酸洗液

将 50mL 氢氟酸、100mL HNO_3 、350mL 水相混合,贮于塑料瓶中盖紧。这种洗液能有效地

去除器皿表面的金属离子,较脏的器皿应先用其他洗液及自来水洗涤后再用此洗液洗一遍。这种洗涤剂对玻璃、石英器皿洗涤效果好,但同时可对器皿表面起腐蚀作用。因此,精密量器、小容量吸量管、标准磨口、活塞、玻璃砂板漏斗、吸收池及其他光学玻璃等都不宜使用这种洗液。这种洗液对人体腐蚀性很强,操作时要带橡皮手套。

1.5 滤纸和滤器

滤纸

化学实验中常用的滤纸分为定量滤纸和定性滤纸两种,按过滤速度和分离性能的不同又可分为快速、中速和慢速三类。

我国国家标准(GB1514 和 GB1515)对定量滤纸和定性滤纸产品规定的主要技术指标列于表 1-2 和表 1-3。

表 1-2 定量滤纸

项 目	单位	规 定			
		快速	中速	慢速	
		201	202	203	
质 量	$\text{g}\cdot\text{m}^{-2}$	80 ± 4.0	80 ± 4.0	80 ± 4.0	
分离性能(沉淀物)		氢氧化铁	碳酸锌	硫酸钡	
过滤速度	不大于	s	30	60	120
湿耐破度(水柱)	不小于	mm	120	140	160
灰份	不大于	%	0.01	0.01	0.01
标志(盒外纸条)			白色	蓝色	红色
圆形纸直径	mm	55、70、90、110、125、180、230、270			

表 1-3 定性滤纸

项 目	单位	规 定			
		快速	中速	慢速	
		101	102	103	
质 量	$\text{g}\cdot\text{m}^{-2}$	80 ± 4.0	80 ± 4.0	80 ± 4.0	
分离性能(沉淀物)		氢氧化铁	碳酸锌	硫酸钡	
过滤速度	不大于	s	30	60	120
灰份	不大于	%	0.15	0.15	0.15
水溶性氟化物	不大于	%	0.02	0.02	0.02
含铁量	不大于	%	0.003	0.003	0.003
标志(盒外纸条)			白色	蓝色	红色
圆形纸直径	mm	55、70、90、110、150、180、230、270			
方形纸尺寸	mm	600×600、300×300			

定量滤纸的特点是灰份很低。以 $\phi 125\text{mm}$ 定量滤纸为例,每张纸的质量约 1g,灼烧后其

灰份的质量不超过 0.1mg(小于分析天平的感量),在重量(规范称谓质量)法分析实验中,可以忽略不计,所以通常又称为无灰滤纸。定量滤纸中其他杂质的含量也比定性滤纸低,其价格比定性滤纸高。在实验工作中应根据实际需要,合理地选用滤纸。

除定量、定性滤纸外,有的实验还要使用一定孔径的金属网或高分子材料制成的网、膜等进行过滤。和滤纸一样,这些材料用于过滤时都需和适当的滤器(如布氏漏斗、玻璃漏斗等)配合使用。

实验室用烧结(多孔)过滤器

这一类过滤器是指通过高温烧结玻璃、石英、陶瓷、金属或塑料等材料的颗粒使之粘接在一起的方法所制造的几种微孔滤器,其中最常用的是玻璃滤器。

(1)分级、牌号及用途

这类滤器的分级和牌号见表 1-4。

过滤器的牌号规定以每级孔径的上限值前置以字母“P”表示。

表 1-4 过滤器的分级、牌号*

牌 号	孔径分级(μm)	
	>	\leq
P1.6		1.6
P4	1.6	4
P10	4	10
P16	10	16
P40	16	40
P100	40	100
P160	100	160
P250	160	250

* 资料引自 GB11415-89

上述分级、牌号是我国 1990 年开始实施的新标准。过去多年来玻璃滤器一般分为六种或十种型号,现将过去使用较多的鹿头牌玻璃滤器的旧牌号及孔径列于表 1-5。

表 1-5 滤器的旧牌号及孔径范围

旧牌号	G_{00}	G_0	G_1A	G_1	G_2
滤板孔径 (μm)	160-160	100-160	70-100	50-70	30-50
旧牌号	G_3	G_4	G_4A	G_5	G_6
滤板孔径 (μm)	16-30	7-16	4-7	2-4	1.2-2.0

分析化学实验中常用 P40(G_3)和 P16(G_4)号玻璃滤器,例如,过滤金属采用 G_3 号,过滤 KMnO_4 溶液用 G_4 号漏斗式,重量法测定镍用 G_4 号坩埚式过滤器。

(2)玻璃滤器的种类及规格

上述滤器的牌号、分级均指滤器中的多孔滤板而言。实际产品一般为焊有滤板的不同形

状和不同规格的滤器,两种常用的玻璃滤器见图 1-2。
各种过滤器都有不同的规格,例如容量、高度、直径、滤片
牌号等。

(3) 洗涤方法及使用注意事项

新的滤器用前要经酸洗、抽滤、水洗、抽滤、晾干或烘
干。使用后的滤器为防止残留物堵塞微孔,应及时清洗。
清洗的原则是选用能溶解或分解残留物的洗涤液进行浸
泡,抽滤,最后用水洗净。例如过滤 KMnO_4 溶液后要用
盐酸或草酸溶液浸洗残留的 MnO_2 、过滤 AgCl 后,要用
氨水或 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液浸洗、过滤丁二酮肟镍沉淀后可用
温热的盐酸浸洗等。

玻璃滤器不宜过滤较浓的碱性溶液、热浓磷酸溶液
及氢氟酸溶液。加热干燥时,升温 and 冷却过程都要缓慢
进行,干燥后在烘箱中降至温热后再取出,以防裂损或滤片脱落。

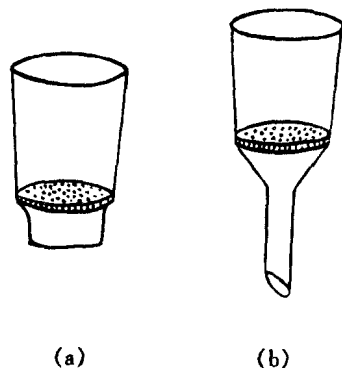


图 1-2 两种常用的玻璃滤器
(a) 坩埚式; (b) 漏斗式

1.6 溶液的浓度及其配制方法

基础化学实验大多数是在水溶液中进行,因此,正确地配制和合理的保存溶液是很重要的。学生应在实验中得到这方面的训练。

标准溶液的浓度及配制方法

滴定分析中常要使用标准溶液。先要明确标准溶液浓度的正确表示方法,才能准确地配制溶液。溶液的浓度通常用物质的量浓度表示。吸光光度分析中绘制标准曲线时的标准溶液常用 $\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 等表示。配制方法主要分两种:

(1) 直接法

根据所需浓度和误差的要求,合理地选择试剂规格,称量器皿和方法,装盛溶液的器皿等。例如,配制 $0.1000\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液作为氧化-还原法的滴定剂,需要配制 500mL 时,可用小烧杯或表面皿在分析天平上准确称取基准物质 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 14.7095g,加少量水使之溶解,定量转入 500mL 容量瓶中,加水稀至刻度。

例如,吸光光度分析中,需用标准铁溶液 $100\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 100mL。计算得知须准确称取 10mg 纯金属铁,但在一般分析天平上无法称准,因量太少,称量误差大。常常采用先配制储备标液,然后再稀释至所要求的标液。可在分析天平上准确称取高纯(99.99%)金属铁 1.0000g,称量的器皿可用铝铲、表面皿或小烧杯,然后在小烧杯中加入约 30mL 浓盐酸使之溶解,定量转入 1L 容量瓶中,用 $1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸稀至刻度。此标液含铁 $1.0\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。移取此标液 10.0mL 于 100mL 容量瓶中,用 $1.0\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸液稀至刻度,摇匀,此标液含铁 $100\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。

光度分析中所使用的标准溶液均采用纯金属或基准物质先配制成储备液,然后稀释十倍得到所要配制的操作溶液。由储备液配制成操作溶液时,原则上只稀释一次,必要时可稀释二次。稀释次数太多累积误差太大,影响分析结果的准确度。