

(第二版)

大学化学实验

基础化学实验 I

(上册)

兰州大学化学化工学院 编著
大学化学实验中心



兰州大学出版社



图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验. 基础化学实验. 1 / 兰州大学化学化工
学院大学化学实验中心编著. —2 版. —兰州: 兰州
大学出版社, 2011. 9

ISBN 978-7-311-02458-1

I. ①大… II. ①兰… III. ①化学实验—高等学
校—教材 IV. ①06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 182183 号

策划编辑 张爱民
责任编辑 郝可伟
封面设计 刘 杰

书 名	大学化学实验——基础化学实验 I (下册)
作 者	兰州大学化学化工学院大学化学实验中心 编著
出版发行	兰州大学出版社 (地址: 兰州市天水南路 222 号 730000)
电 话	0931-8912613 (总编办公室) 0931-8617156 (营销中心) 0931-8914298 (读者服务部)
网 址	http://www.onbook.com.cn
电子信箱	press@lzu.edu.cn
印 刷	兰州残联福利印刷厂
开 本	787×1092 1/16
印 张	35.25
字 数	803 千
版 次	2011 年 9 月第 2 版
印 次	2011 年 9 月第 2 次印刷
书 号	ISBN 978-7-311-02458-1
定 价	50.00 元 (上、下册)

(图书若有破损、缺页、掉页可随时与本社联系)

前 言

《大学化学实验》自出版以来一直受到广大读者的肯定及好评，不仅是兰州大学化学化工学院本科生的实验教材，也是兰州大学生命科学技术学院、兰州大学资源环境学院等院系本科生开设化学课程的实验教材。为满足现行实验教学的需求，适应新时期实验教学形势，决定修订再版。本次修订将原《大学化学实验——基础知识与技术》、《大学化学实验——基础化学实验 I》、《大学化学实验——附录》三本书的内容整合为《大学化学实验——基础化学实验 I（上册）》、《大学化学实验——基础化学实验 I（下册）》，分别对应本科一年级、二年级的实验内容。同时，删去了部分陈旧、过时的内容、一些实验课程中相近的内容以及极少开设的实验，并根据近年来实验教学过程中存在的问题对教材内容进行了改进，对部分图示加以更新，使本教材更加符合现行实验教学，使学生使用也更为方便。

本教材是在《大学化学实验——基础知识与技术》、《大学化学实验——基础化学实验 I》、《大学化学实验——附录》的基础上修订而成的，特别感谢参与以上教材编写的姚卡玲、吴集贵、何疆、焦天权、武小莉等老师的大力支持。衷心感谢黄国生、何疆、姚卡玲、胡秀琴、王薇老师在本书修订过程中给予的指导和帮助。鉴于编者水平有限，疏漏欠妥之处在所难免，恳请读者批评指正。

编 者

2011 年 7 月

目 录

(上册)

第一章 化学实验基础知识	(1)
1.1 实验须知	(1)
1.2 实验室安全常识及事故的应急处理	(2)
1.2.1 实验室安全常识	(2)
1.2.2 实验室一般伤害的救护	(3)
1.2.3 灭火常识	(3)
1.3 仪器的洗涤和干燥	(5)
1.3.1 仪器的洗涤	(5)
1.3.2 仪器的干燥	(8)
1.4 试剂的等级、选取及取用	(9)
1.4.1 试剂的分类和等级	(9)
1.4.2 试剂的选取和取用	(10)
1.5 溶液的配制	(11)
1.5.1 一般溶液的配制	(11)
1.5.2 基准溶液的配制	(12)
1.5.3 标准溶液的配制	(12)
1.5.4 饱和溶液的配制	(12)
1.6 有效数字和数据处理	(13)
1.6.1 有效数字	(13)
1.6.2 测量误差	(15)
1.6.3 数据表达与处理	(16)
1.7 气体的获得、纯化与收集	(18)
1.7.1 制备少量气体的实验装置	(18)
1.7.2 气体的纯化	(19)
1.7.3 气体的收集	(20)
1.7.4 气体钢瓶的使用	(21)
1.8 加热与冷却	(21)
1.8.1 加热仪器	(21)
1.8.2 加热方法	(23)
1.8.3 冷却	(25)

1.9 固体物质的纯化	(26)
1.9.1 固液分离	(26)
1.9.2 重结晶	(29)
1.10 干燥	(33)
1.10.1 干燥用仪器	(33)
1.10.2 干燥剂	(34)
1.10.3 干燥方法	(36)
1.11 容量器皿的校正和使用	(38)
1.11.1 容量器皿的允差和校正	(38)
1.11.2 容量器皿的使用	(40)
1.12 分析试样的准备和分解	(47)
1.12.1 试样的采集和处理	(47)
1.12.2 分析试样的分解	(51)
1.13 重量分析基本操作	(55)
1.13.1 样品的溶解	(55)
1.13.2 沉淀	(56)
1.13.3 过滤和洗涤	(56)
1.13.4 干燥和灼烧	(59)
1.14 蒸馏	(60)
1.14.1 简单蒸馏	(60)
1.14.2 分馏	(62)
1.14.3 减压蒸馏	(65)
1.14.4 水蒸气蒸馏	(68)
1.15 萃取	(70)
1.15.1 萃取原理	(70)
1.15.2 液—液萃取	(71)
1.16 色谱分离技术	(73)
1.16.1 薄层色谱	(74)
1.16.2 柱色谱	(78)
1.16.3 纸色谱	(82)
1.16.4 离子交换色谱	(83)
1.17 部分常用仪器及应用	(85)
1.17.1 电子天平及其称量方法	(85)
1.17.2 酸度计及 pH 值的测定	(88)
1.17.3 电导率仪及电导率的测定	(91)
1.17.4 分光光度计及其应用	(93)
1.17.5 岛津 UV-240 型自动扫描紫外—可见分光光度计	(96)
1.17.6 熔点仪及熔点的测定	(98)

1.17.7 折射率仪及折射率的测定	(102)
第二章 基本操作训练	(105)
实验 1 仪器的认领、洗涤和干燥	(105)
实验 2 天平称量练习	(106)
实验 3 溶液的配制和滴定操作练习	(108)
实验 4 容量器皿的校正	(111)
实验 5 玻璃工操作和塞子钻孔	(113)
实验 6 氯化钠的提纯	(117)
实验 7 硝酸钾的制备及其溶解度的测定	(120)
实验 8 硫酸铜的提纯	(122)
实验 9 硫酸铜结晶水的测定	(123)
实验 10 蒸馏和沸点的测定	(125)
实验 11 重结晶提纯法	(127)
实验 12 甲醇与水的分馏	(129)
实验 13 减压蒸馏	(130)
实验 14 薄层色谱和柱色谱	(132)
实验 15 纸色谱法分离 Fe^{3+} 、 Co^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Cu^{2+} 离子	(134)
实验 16 液—液萃取分离铁(Ⅲ)、铝(Ⅲ)离子	(136)
第三章 化学原理及常数测定	(139)
实验 17 摩尔气体常数的测定	(139)
实验 18 二氧化碳相对分子质量的测定	(141)
实验 19 镁和盐酸反应热的测定	(143)
实验 20 化学反应速度常数和活化能的测定	(146)
实验 21 酶催化反应——尿素水解反应速率的测定	(149)
实验 22 醋酸解离常数和解离度的测定	(151)
实验 23 光度法测定弱酸的解离常数	(155)
实验 24 离子交换法测定二氯化铅的溶度积	(157)
实验 25 磺基水杨酸铁配位数和稳定常数的测定	(160)
实验 26 平衡移动法测定 $\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$ 的稳定常数	(163)
实验 27 胶体的制备及性质	(166)
实验 28 溶液中的解离平衡	(169)
实验 29 配合物的生成和性质	(174)
实验 30 氧化还原反应与电化学	(177)
第四章 元素及化合物的性质	(182)
实验 31 碱金属和碱土金属	(182)
实验 32 卤素	(186)
实验 33 氧族元素	(190)
实验 34 氮族元素	(195)

实验 35	碳族元素	(201)
实验 36	硼族元素	(207)
实验 37	钛、钒、铬、钼、钨、锰	(211)
实验 38	铁、钴、镍	(219)
实验 39	铜族、锌族元素	(225)
实验 40	阳离子的鉴定	(232)
实验 41	阴离子的鉴定	(237)
第五章	无机制备及反应	(243)
实验 42	碳酸钠的制备及总碱度的测定	(243)
实验 43	四碘化锡的制备及其最简式的确定	(245)
实验 44	硫代硫酸钠的制备	(247)
实验 45	无机颜料的制备	(249)
实验 46	B-Z 振荡反应	(254)
实验 47	硫酸亚铁铵的制备及纯度测定	(256)
实验 48	明矾的制备及其单晶的培养	(258)
实验 49	金属配合物的热色性(Thermochromizm)	(260)
实验 50	铁氧体法处理含铬废水	(262)
实验 51	二草酸合铜酸钾的制备及组成测定	(265)
实验 52	过碳酸钠的合成及活性氧的分析	(267)
实验 53	糖精钴的合成和化学式的测定	(270)
附录	(273)
附录 1	能量换算单位	(273)
附录 2	压力单位换算表	(273)
附录 3	一些重要的物理常数	(274)
附录 4	常用酸、碱的浓度	(274)
附录 5	弱电解质的解离常数	(275)
附录 6	几种电解质水溶液的摩尔电导	(275)
附录 7	实验室中一些试剂的配制方法	(276)
附录 8	不同温度下液体的密度	(279)
附录 9	不同温度下水的蒸气压	(280)
附录 10	不同温度下常见无机化合物的溶解度	(281)
附录 11	难溶电解质的溶度积常数	(284)
附录 12	配离子的稳定常数	(285)
附录 13	常用玻璃仪器及器皿	(286)

第一章 化学实验基础知识

1.1 实验须知

化学是一门实践性很强的学科。而基础化学实验在培养未来化学工作者的化学学科大学本科教育中,具有特别重要的作用,其教学目的是训练学生正确、熟练地掌握化学实验的基本操作方法、技能和技巧;加深学生对化学基本理论和基础知识的理解和掌握;培养学生独立工作和独立思考的能力,如独立准备和进行实验的能力及细致地观察和记录现象,正确地归纳、综合处理数据的能力,分析和用语言表达实验结果的能力以及一定的组织实验、研究实验的能力;培养学生实事求是、细致严谨的科学态度,形成良好的科学习惯及科学的思维方法,从而逐步使学生掌握科学研究的方法。

保障安全是化学实验的基本要求。因此,每位学生都必须认真阅读本书第一章 1.2 “实验室安全常识及事故的应急处理”。掌握实验室安全及急救常识;熟悉实验室水及煤气阀门、电路开关、消防器材及紧急淋浴器的位置及使用方法、实验室安全出口和紧急情况下的逃生路线。

实验前要认真阅读实验教材、教科书和参考资料中的有关内容,明确实验目的,领会实验原理,了解实验步骤、操作过程和注意事项,理清实验思路,了解实验中主要试剂的性质和物理化学常数,并在此基础上写好预习报告。

进入实验室必须遵守下列实验室规则:

1. 进入实验室应穿实验服,不得穿拖鞋、短裤及其他裸露皮肤的服装。
2. 实验时应遵守操作规则,保证实验安全,如果要做实验内容以外的实验,需经教师同意,以免发生意外。万一发生意外,要保持镇静,及时采取应急措施,并立即报告老师。
3. 遵守纪律,不迟到、早退,保持室内安静,不要大声喧哗。实验进行时应集中思想、认真操作,不得擅自离开,要合理安排时间,按时结束实验。
4. 要节约使用药品、水、电和煤气,要爱护仪器和实验室设备。
5. 实验台上的仪器应整齐地放在一定的位置上,并随时注意保持工作区的整洁。火柴、纸屑、废品等只能丢入废物缸内,不能丢入水槽,以免堵塞水槽。
6. 按规定取用药品,注意节约。称取药品后,应及时盖好瓶盖,放在指定位置,不能擅自拿走。公用试剂不得拿到个人的实验台上。标准试剂只可用滴定管或专用吸量管(移液管)取用。
7. 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。若发现仪器有故障,应立即停止使用,报告教师,及时排除故障。

8. 认真做好实验记录,所有数据均用钢笔或圆珠笔准确及时地记在记录本上,禁止用铅笔或纸片作记录,绝不允许伪造数据。

9. 实验完毕后,应将实验桌、仪器和药品整理干净,关好水、电和煤气开关。

10. 每次实验后由学生轮流值日,负责打扫实验室卫生,加蒸馏水,倒垃圾,检查水龙头、煤气开关、门窗是否关好,电闸是否拉掉,以保证实验室的整洁和安全。

实验过程中必须遵守操作规程,进行规范操作;仔细观察实验现象,并及时、如实、详细地记录实验现象和有关数据;实验过程中要善于思考,要学习用有关的理论解释实验中的问题,如有疑问,可与指导教师讨论,或写入实验报告中。实验结束后应将记录本交与指导教师核查、签字。

实验报告是实验结束后对实验过程的总结、归纳和整理,是对实验现象、实验结果及实验中存在问题的分析和讨论,是对实验过程从感性认识到理性认识的必要步骤,同时也是整个实验的组成部分之一,必须认真完成。

实验报告的书写要求整洁、条理清晰、简明扼要。实验报告应包括:

- (1)实验题目、日期;
- (2)实验的简单原理;
- (3)原料及产物的物理、化学数据和主要试剂及浓度;
- (4)实验装置图;
- (5)实验步骤;
- (6)实验数据及结果;
- (7)思考题:正确、简明地回答实验的思考题;
- (8)实验讨论:分析实验结果的误差来源,提出建议,总结经验教训或心得体会等。

1.2 实验室安全常识及事故的应急处理

1.2.1 实验室安全常识

实验室安全包括人身安全及实验室仪器、设备的安全。化学实验室主要应预防化学药品中毒,操作过程中的烫伤、割伤、腐蚀等人身安全和燃气、高压气体、高压电源、易燃易爆化学品可能产生的火灾、爆炸事故及跑水等事故。

1. 了解实验室水、煤气管道及阀门(一般水管及水龙头为绿色,煤气管道及煤气阀门为黄色)的位置及开关方法,电闸的位置及电路的走向。

2. 实验室内禁止饮食、吸烟,切勿以实验用容器代替水杯、餐具使用,防止化学品入口,实验结束后要洗手。

3. 使用氰化钾、氧化砷、氯化汞等剧毒品时要特别小心,用过的废物、废液不可乱扔、乱倒,要回收或加以特殊处理。

4. 使用浓酸、浓碱及其他具有腐蚀性的试剂时,操作要小心,防止腐蚀皮肤、衣物等。稀释浓硫酸时,要把酸注入水中,而不可把水注入酸中。易挥发的有毒或有强烈腐蚀性液体和气体,要在通风柜中操作(尤其是用它们热分解试样时)。浓酸、浓碱如果溅到实验台

上要用水稀释后擦掉。

5. 要特别注意煤气的正确使用,严防泄露。在使用煤气灯加热过程中,火源要与其他物品保持适当距离,人不得长时间离开,防止熄火漏气。用后务必关闭煤气龙头及燃气管道上的小阀门,离开实验室前还要再查看一遍,以确保安全。

6. 使用可燃性有机试剂时,要远离火焰及其他热源,敞口操作并有挥发时应在通风柜中进行,用后盖紧瓶塞,置阴凉处存放。低沸点、低闪点的有机溶剂不得在明火或电炉上直接加热,而应在水浴、油浴或电热套中加热。

7. 使用高压气体钢瓶时,要严格按操作规程进行操作。例如乙炔钢瓶应存放在远离明火、通风良好、温度低于 $35\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的地方。钢瓶在更换前仍应保持一部分压力。

8. 使用自来水后要及时关闭阀门,遇停水时要立即关闭阀门,以防来水后发生跑水事故,离开实验室之前应再检查自来水阀门是否完全关闭。

9. 使用单质汞时应避免泼洒在实验台或地面上,使用后的汞应收集在专用的回收容器中,切不可倒入下水道或污物箱内。万一发生少量汞洒落或打破水银温度计,应尽量将汞收集干净,然后在可能洒落的区域洒一些硫黄粉,最后清扫干净,并集中作固体废物处理。

1.2.2 实验室一般伤害的救护

1. 割伤。先取出伤口内的异物,用蒸馏水洗净伤口,涂上红药水或紫药水,然后贴上“创可贴”或用纱布包好。

2. 烫伤。不要用水冲洗,也不要弄破水泡。在烫伤处涂以烫伤膏或正红花油,也可用风油精涂抹。如果伤处皮肤已破,可涂紫药水或 $10\%\text{KMnO}_4$ 。

3. 酸、碱腐伤。先用干净的干布或吸水纸揩干,再用大量水冲洗。酸腐伤用 $1\%\text{NaHCO}_3$ 溶液或稀氨水冲洗;碱腐伤用约为 2% 的 HAc 溶液或 1% 的 H_3BO_3 溶液冲洗,最后再用水冲洗,必要时送医院治疗。

4. 任何药品溅入眼内,立即用大量水长时间冲洗;若是酸(碱)溅入眼内,应用清水冲洗后再用 $3\%\sim 5\%$ 的碳酸氢钠溶液(或 2% 的硼砂溶液)冲洗,然后立即到医院治疗。

5. 被溴灼伤。立即用 2% 的 Na_2SO_3 溶液洗至伤处发白,再涂甘油加以按摩,最后用水洗。

6. 被磷灼伤。用 1% 的硝酸银、 5% 的硫酸铜或浓高锰酸钾洗濯伤口,然后包扎。

7. 吸入 Br_2 蒸气、 Cl_2 、 HCl 等气体时,可吸入少量乙醇和乙醚混合蒸气来解毒。如吸入 H_2S 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;一氧化碳中毒不可施用兴奋剂。

8. 遇毒物进入口时,可将 $5\sim 10\text{ mL}$ 稀硫酸铜溶液加入一杯温水中,内服后,用手伸入咽喉部,促使呕吐,吐出毒物,然后送医院治疗。

9. 触电。首先切断电源,然后在必要时进行人工呼吸。

1.2.3 灭火常识

着火是化学实验室,特别是有机化学实验室里最容易发生的事故。多数着火事故是

由于加热或处理低沸点有机溶剂时操作不当引起的,常见有机液体的易燃性列于表 1-1 中。由表 1-1 看出,二硫化碳、乙醚、石油醚、苯和丙酮等的闪点都比较低,即使存放在普通电冰箱内(冰室最低温 -18°C ,无电火花消除器),也能形成可以着火的气氛,故这类液体不得贮于普通电冰箱内。另外,低闪点液体的蒸气只需接触红热物体的表面便会着火。其中,二硫化碳尤其危险,即使与暖气散热器或热灯泡接触,其蒸气也会着火,应该特别小心。

表 1-1 常见有机液体的易燃性

名 称	沸点/ $^{\circ}\text{C}$	闪点/ $^{\circ}\text{C}$	自燃点/ $^{\circ}\text{C}$
石油醚	40~60	-45	240
乙 醚	34.5	-40	180
丙 酮	56	-17	538
甲 醇	65	10	430
乙醇(95%)	78	12	400
二硫化碳	46	-30	100
苯	80	-11	—
甲 苯	111	4.5	550
乙 酸	118	43	425

1. 火灾的预防

防患于未然才是对待事故较积极的态度。为预防火灾,应切实遵守以下各点:

(1) 严禁在开口容器或密闭体系中用明火加热有机溶剂,当用明火加热易燃有机溶剂时,必须有蒸气冷凝装置或合适的尾气排放装置。

(2) 废溶剂严禁倒入污物缸,剩余量较少时可用水冲入下水道,量大时应倒入回收瓶内再集中处理。燃着的或引燃的火柴梗不得乱丢,应放在表面皿中,实验结束后一并投入废物缸。

(3) 金属钠严禁与水接触,废钠通常用乙醇淬灭。

(4) 不得在烘箱内存放、干燥、烘焙有机物。

(5) 使用氧气钢瓶时,不得让氧气大量溢入室内。在含氧量约 25% 的大气中,物质燃烧所需的温度要比在空气中低得多,且燃烧剧烈,不易扑灭。

2. 灭火

实验过程中万一不慎起火,切不要惊慌失措,应立即采取如下灭火措施:

(1) 防止火势蔓延。关闭附近所有火源,切断电源,移走一切可燃物质(特别是有机溶剂和易燃易爆物质)。

(2) 灭火。灭火的方法一是降温;二是使燃烧物质与空气隔绝。

灭火最常用的物质是水,它使燃烧区的温度降低而灭火。但在化学实验室里常常不能用水灭火。例如,水能和某些化学药品(如金属钠)发生剧烈反应,会引起更大的火灾。又如,当有的有机溶剂(如苯、汽油)着火时,因水与它们互不相溶,有机溶剂比水轻而浮在水面上,不仅不能灭火,反而使火场扩大。下面介绍化学实验室常用的灭火方法。

①一般小火可用湿布、石棉布或砂土覆盖着火的物体(实验室都应备有砂箱和抹布)。

②火势较大时要用灭火器灭火。实验室常备的灭火器主要有:

A. 泡沫灭火器:药液成分为 NaHCO_3 和 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, 它们相互作用产生 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 和 CO_2 泡沫, 泡沫把燃烧物包住与空气隔绝而灭火。泡沫灭火器可用于一般的起火, 但不适用于电器和有机溶剂起火。

B. 二氧化碳灭火器: 内装液态 CO_2 , 是实验室最常用的灭火器。适用于油类、电器以及忌水化学物质的起火, 但不适用于一些轻金属(如 Na 、 K 、 Al 等)起火。

C. 干粉灭火器: 干粉灭火器是利用二氧化碳气体或氮气气体作动力, 将筒内的干粉喷出灭火的。干粉是一种干燥的、易于流动的微细固体粉末, 由能灭火的基料和防潮剂、流动促进剂、结块防止剂等添加剂组成。主要用于扑救石油、有机溶剂等易燃液体、可燃气体和电气设备的初起火灾。

活泼金属如 K 、 Na 、 Al 、 Mg 等引起的着火, 不能用水、泡沫灭火器、二氧化碳灭火器灭火, 通常用干燥的细沙覆盖。

③当身上衣服着火时, 切勿惊慌乱跑, 以免风助火势。化纤织物最好立即脱除。一般小火可用湿抹布、灭火毯等包裹使火熄灭。若火势较大, 可就近用水龙头浇灭。必要时可就地卧倒打滚, 一方面防止火焰烧向头部, 另一方面在地上压住着火处, 使其熄灭。

1.3 仪器的洗涤和干燥

1.3.1 仪器的洗涤

化学实验中经常使用各种仪器。如用不干净的仪器进行实验, 往往由于污物和杂质的存在, 而得不到准确的结果。因此, 在进行化学实验时, 必须把仪器洗涤干净。在实验中洗涤仪器的方法, 要根据实验的要求、污物的性质、弄脏的程度来选择。在定性、定量实验中, 由于杂质的引进影响实验的准确性, 对仪器洗净的要求比较高, 除一定要求器壁上不挂水珠外, 还要用蒸馏水荡洗三次。在有些情况下, 如一般无机物、有机物制备, 仪器的洗净要求可低一些, 只要没有明显的脏物存在就可以了。

一般说来, 附着在仪器上的污物有尘土、可溶性物质、有机物和油垢以及其它不溶性物质。针对这些不同污物, 可以分别用不同的洗涤方法和洗涤剂(表 1-2)进行洗涤。

1. 用水刷洗

用水和试管刷刷洗, 除去仪器上的尘土、不溶性物质和可溶性物质。

2. 用去污粉、洗衣粉和合成洗涤剂洗

用洗涤剂可以洗去油污和有机物质。若油污和有机物质仍然洗不干净, 可用热的碱液进行洗涤。

3. 用洗液洗

坩埚、称量瓶、吸量管、滴定管、容量瓶等宜用洗液洗涤, 必要时可加热洗液。洗液是浓硫酸和饱和重铬酸钾溶液的混合物, 有很强的氧化性和酸性, 常用来洗涤不宜用毛刷刷洗的器皿, 可洗去油脂及还原性污垢。

由于铬酸洗液是一种酸性很强的强氧化剂,腐蚀性很强,易烫伤皮肤,烧坏衣物,且含铬化合物是强致癌物,所以,应尽可能少用或不用。

失效的洗液不能倒入下水道,以免造成环境污染。

表 1-2 常用洗涤剂的使用方法

名 称	用 途
合成洗涤剂	用于一般洗涤
皂角水	同上
铬酸洗液	用于洗涤油污及有机物,使用时防止被水稀释。用后倒回原瓶,可反复使用,直至溶液变回绿色。
KMnO ₄ 碱性洗液	用于洗涤油污及有机物,洗后玻璃壁上附着的 MnO ₂ 沉淀,可用粗亚铁盐或 Na ₂ SO ₃ 溶液洗去
碱性酒精溶液	用于洗涤油污
酒精—浓硝酸洗液	用于洗涤沾有有机物或油污的结构比较复杂的仪器。洗涤前先加入少量酒精于脏仪器中,再加入少量浓硝酸,将有机物氧化而破坏

4. 用超声波清洗器洗

超声波清洗是靠超声波的汽化作用完成的。当超声波传入液体内部时,液体中会出现快速形成和快速破坏微小气泡的过程,这种过程会产生强大的机械洗擦作用,将物品上的污垢去除并清洗干净,对于几何形状比较复杂、带有各种小孔及不便拆开部件的物件,清洗效果更为显著。

5. 特殊物质的去除

应该根据沾在器壁上的各种物质的性质,采用适当的方法或药品来处理它。例如:

沾在器壁上的二氧化锰用浓盐酸来处理时,就很容易除去。也可用酸性硫酸亚铁溶液、稀 H₂O₂ 溶液或草酸的 HCl 溶液(10 g 草酸溶于 100 mL 20% 的 HCl 溶液中)洗涤。

附在器壁上的硫黄用煮沸的石灰水清洗;附在器壁上的铜或银,可用硝酸处理。

难溶的银盐可用硫代硫酸钠溶液洗。

残留在容器内的硫酸钠或硫酸氢钠的固体,可加水煮沸使它溶解,趁热倒出。因此,某些试验中有这两种物质生成时,就要在实验完毕后趁热倒出来,否则冷却后结成硬块,不容易洗去。

煤焦油污迹可用浓碱浸泡一段时间(约一天),再用水冲洗。

瓷研钵内的污物,可取少量食盐放在研钵内研磨,倒去食盐,再用水洗。

蒸发皿和坩埚上的污迹,可用浓硝酸、王水或重铬酸盐洗液洗涤。

有机实验中不易洗净的黏稠、焦油状物,可用回收溶剂浸泡。绝大多数不溶于水的有机残渣,都可用从该实验中回收到的少量废溶剂、酸、碱溶液洗去。污物干结后,很难洗净,因此仪器用后应马上清洗才易洗净。浸泡时,溶剂应少量多次加入,每次充分振荡后弃去,必要时可置热水中加热,加速溶解。重复 2~3 次后,一般即可见效。

特别顽固的结块和碳化物,可用铬酸洗液洗涤。为防止意外,先加入少量铬酸洗液,

观察有无剧烈反应。若有,洗液也只能分批、少量添加,即使无剧烈反应,也要尽量节约洗液。

王水为一体积浓硝酸和三体积浓盐酸的混合液,王水不稳定,使用时应现用现配。

用以上各种方法洗涤后的仪器,都需经自来水冲洗,必要时用热水清洗,不得残留洗液或其他物质。

6. 特殊仪器的洗涤

在定量分析实验中,常使用量度溶液体积的玻璃器皿(简称容量器皿),如容量瓶、滴定管、移液管、吸量管等。为了保证容积的准确性,不宜用刷子刷洗,应选用适当的洗液(通常用铬酸洗液)来洗,具体办法如下:

(1) 移液管和吸量管的洗涤

为了使量出的溶液浓度准确,要求管内壁和下部的内壁不挂水珠。先用自来水冲洗,再用洗耳球吹出管内残留的水,然后将移液管尖插入洗液瓶内,再用洗耳球将洗液缓缓吸入移液管球部或吸量管全管 $1/4$ 处,用右手食指堵住移液管上口,将移液管横置,左手托住没沾洗液的下端,右手指松开,平转移液管,使洗液润洗内壁,然后将洗液由上口放回原瓶,再用自来水充分冲洗,最后从洗瓶中挤出少量蒸馏水涮洗内壁 2~3 次即可。

(2) 容量瓶的洗涤

先用自来水涮洗内壁,倒出水后,内壁若不挂水珠,即可用蒸馏水涮洗内壁备用,否则必须用洗液洗。用洗液洗之前,将瓶内残留的水倒出,装入少量洗液,转动容量瓶,使洗液润洗内壁后,稍停一会儿,将其倒回原瓶,用自来水充分冲洗,最后从洗瓶中挤出少量蒸馏水涮洗 2~3 次即可。

(3) 滴定管的洗涤

滴定管分酸式和碱式两种。一般用自来水冲洗,零刻度以上部位可用毛刷蘸洗涤剂刷洗,零刻度以下部位如不干净,则采用洗液洗(碱式滴定管应除去乳胶管,用橡胶乳头将滴定管下口封住)。少量的污垢可装入 10 mL 洗液,双手平托滴定管的两端,不断转动滴定管内壁,操作时管口对准洗液瓶口,以防洗液外流。洗完后,将洗液分别由两端放出。如果滴定管太脏,可将洗液装满整根滴定管浸泡一段时间。为防止洗液漏出,在滴定管下方可放一烧杯。洗液洗完后,再用自来水、蒸馏水洗净。

(4) 比色皿的洗涤

光度法中所用的比色皿,是用光学玻璃制成的,不能用毛刷刷洗,通常用合成洗涤剂或 (1:1) 硝酸洗涤后,再用自来水冲洗干净,然后用蒸馏水润洗 2~3 次。也可采用高锰酸钾—盐酸羟胺氧化还原法洗涤,即用含 0.1% KMnO_4 的 1% H_2SO_4 溶液浸泡比色皿 3~5 min,使有色物质被氧化而破坏。取出用水冲洗后置于 2% 盐酸羟胺溶液浸泡,或用棉球蘸此溶液擦洗以除去表面生成的 MnO_2 ,再用水冲洗。

(5) 玻璃滤器的洗涤

可将需要洗涤的滤器倒置,在沉淀物相反方向用水反复冲洗,以洗去沉淀物。也可针对不同的沉淀物,采用相应的洗涤液先行处理,然后依次用自来水和蒸馏水抽洗干净。常见的洗涤液见表 1-3。

表 1-3 玻璃滤器洗涤液

过滤沉淀物	有效洗涤液及洗涤方法
脂肪, 脂膏	CCl_4 或适当的有机溶剂
黏胶、葡萄糖	盐酸、热氨水、5%~10% 碱液、热硫酸和硝酸的混合酸
有机物质	热铬酸洗液, 或含有少量 KNO_3 和 KClO_4 的浓硫酸放置过夜
BaSO_4	100℃ 浓硫酸, 或含 EDTA 的氨溶液浸泡
丁二酮肟镍	温热盐酸
KMnO_4 溶液(残留 MnO_2)	盐酸或草酸溶液
AgCl	氨水或 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液
汞渣	热浓硝酸
HgS	热王水
AgCl	$\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 或 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液
铝和硅化合物残渣	先用 2% 氢氟酸洗涤, 然后用浓硫酸洗涤, 立即用水洗, 再用丙酮重复漂洗, 至无酸痕为止

已洗净的仪器壁上, 不应附着不溶物、油垢。把仪器倒转过来, 如果水沿仪器壁流下, 器壁上只留下一层既薄而又均匀的水膜, 而不挂水珠, 则表示仪器已经洗净。

已洗净的仪器不能再布或纸擦, 因为布或纸的纤维会留在器壁上而弄脏仪器。

不得将手指伸进已洗净的仪器的内壁去挪动或搬移仪器, 以免手指上附有的污物或其他杂质再次污染已洗净的仪器。

1.3.2 仪器的干燥

在实验中, 经常需用干燥的仪器, 特别是在一些有机实验中, 水是大多数有机反应的有害杂质, 极微量的水分有时都会完全阻止反应, 这些实验的成败往往决定于仪器的干燥程度。可根据不同的情况, 采用不同的仪器或方法将洗净的仪器进行干燥。

1. 干燥用的仪器

(1) 电热鼓风干燥箱(烘箱)

电热鼓风干燥箱用于烘干玻璃仪器和固体试剂。工作温度由高于室温 10℃ 起至最高工作温度(一般不超过 300℃)。在此范围内加热温度可由控制器设定, 任意选择, 借助自动控制系统使温度恒定。箱内有鼓风机, 促使箱内空气对流, 温度均匀。使用时不可将易燃、易挥发物放入烘箱, 以免爆炸。

(2) 气流烘干机

气流烘干机是烘干玻璃仪器的专用设备, 它由风扇和加热电阻丝构成; 外面装有外壳, 上面装有若干不同口径的出气管。准备干燥的仪器可插在出气管上, 热空气可直接进入仪器内部将仪器吹干。气流烘干器的干燥效果较好, 优于烘箱和电吹风。

2. 干燥方法

(1) 晾干

实验结束后,可将洗净的仪器倒置在干燥的实验柜内或仪器架上(倒置后不稳定的仪器应平放),让其自然干燥。此法简单、经济,仪器不急用时多用此法,能符合大多数实验的干燥要求。

(2) 烤干

烧杯和蒸发皿等擦干外壁后,可以放在石棉网上用小火烤干。试管可直接用小火烤干,操作时应将管口向下,并不时来回移动试管,待水珠消失后,将管口朝上,以便水蒸气逸去。

(3) 烘干

将洗净的仪器套在气流烘干器的出气管上或放进烘箱中(控制在 105°C 左右)烘干,放进烘箱前要尽量先把水沥干。冷热仪器应尽量隔开,以免玻璃因局部过冷、过热而炸裂。厚壁玻璃仪器(如干燥器、研钵)不能用烘箱烘干。严禁将刚用有机溶剂荡洗过的仪器放入烘箱。

(4) 用有机溶剂干燥

在洗净的仪器内加入少量有机溶剂(最常用的是酒精和丙酮),转动仪器使仪器中的水与其混合,倾出混合液(回收),晾干或用电吹风将仪器吹干(不能放烘箱内干燥)。

(5) 电风吹干

当急需干燥小型仪器时可用电风吹干。为迅速见效,常和有机溶剂干燥法结合使用。

带有准确刻度的容量器皿(如滴定管、移液管、容量瓶等)不能用加热的方法进行干燥,一般可采用晾干或有机溶剂干燥的方法,吹风时宜用冷风。

1.4 试剂的等级、选取及取用

1.4.1 试剂的分类和等级

通常将化学试剂分为标准试剂、一般试剂、高纯试剂、专用试剂四大类。

1. 标准试剂

标准试剂是用于衡量待测物质化学量的标准物质,也叫基准试剂。标准试剂的特点是主体含量高而且准确可靠,其产品一般由大型试剂厂生产,并严格按国家标准进行检验。标准试剂的纯度相当于或高于优级纯,主要用作滴定分析中的基准物质,也可用于直接配制标准溶液。

2. 一般试剂

一般试剂是实验室最普遍使用的试剂,包括通用的一、二、三级试剂及生化试剂等。一般试剂的分级、标志、标签颜色及主要用途列于表 1-4。表中所列标签颜色为化工部标准《化学试剂包装及标志》所规定,另外还规定标准试剂标签使用浅绿色,其他类别的试剂均不得使用这五种颜色。

表 1-4 一般试剂

级别	中文名称	英文名称	标签颜色	主要用途
一级	保证试剂 优级纯	GR(Guaranteed reagent)	绿色	纯度很高,适用于精密分析实验
二级	分析纯	AR(Analytical reagent)	红色	纯度仅低于一级试剂,适用于多数分析实验
三级	化学纯	CP(Chemically pure)	蓝色	纯度仅低于二级试剂,适用于一般化学实验
四级	实验试剂	LR(Laboratorial reagent)	棕色	纯度较低,适用于作实验辅助试剂

指示剂属于一般试剂。

按规定,试剂瓶的标签上应标示试剂名称、化学式、摩尔质量、级别、技术规格、产品标准号、生产许可号、生产批号、厂名等,危险品和毒品还应给出相应的标志。

3. 高纯试剂

高纯试剂的特点是杂质含量低(比优级纯或标准试剂都低),主体含量一般与优级纯试剂相当,而且规定检测的杂质项目比同种优级纯或标准试剂多一至二倍。高纯试剂主要用于微量分析中试样的分解及试液的制备。

高纯试剂多属于通用试剂(如 HCl , $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, Na_2CO_3 , H_3BO_3 等)。目前只有 8 种高纯试剂颁布了国家标准,其他产品一般执行企业标准。各厂家对这类试剂的叫法也不一致,有的标签上写“特纯试剂”或“超纯试剂”等。选用时应注意产品标签上标示的杂质含量。

4. 专用试剂

专用试剂是指具有特殊用途的试剂。与高纯试剂相似之处是专用试剂不仅主体含量较高,而且杂质含量很低。它与高纯试剂的区别是,在特定的用途中(如发射光谱分析)有干扰的杂质成分只须控制在不致产生明显干扰的限度以下。专用试剂的品种很多,还有生产金属氧化物半导体电路用的“MOS”级试剂,生产光导纤维用的光导纤维试剂等,后两类试剂的杂质含量更低,单项指标为 $10^{-2}\% \sim 10^{-7}\%$ 。光谱纯试剂(SP)和色谱纯试剂可分别作为光谱分析和色谱分析的基准物质,但不能当做滴定分析的基准物质使用。

1.4.2 试剂的选取和取用

1. 试剂的选取

在实验当中,要根据所做实验的具体情况,如分析方法的灵敏度与选择性,分析对象的含量及对分析结果准确度的要求等,合理地选用相应级别的试剂。在能满足实验要求的前提下,选取试剂的级别应就低而不就高,试剂的选用应考虑以下几点:

(1) 滴定中常用的标准溶液,一般应选用分析纯试剂配制,再用工作基准试剂进行标定。在某些情况下(例如对分析结果要求不很高的实验)也可以用优级纯试剂或分析纯试剂代替工作基准试剂。滴定分析中所用的其他试剂一般为分析纯。