

化学实验基本操作

日本《化学同人编辑部》编

陈 琼 译

广西人民出版社

封面设计及绘图 何伟平

化学实验基本操作

日本《化学同人编辑部》编

陈 琼 译

☆

广西人民出版社出版

(南宁市河堤路14号)

广西新华书店发行 桂林市印刷厂印刷

开本 $787 \times 1092 \frac{1}{32}$ 3.25印张 73,000字
1980年9月第1版 1980年9月第1次印刷
印数1—6,000册

书号: 7113·324 定价: 0.36元

译者说明

本书系根据日本《化学》杂志一九七七年第一期至第八期连载的《続・実験を安全に行うために》(化学同人編集部编)一书译出。本书对化学实验最常用到的基本操作及其注意事项,作了比较系统的叙述,操作比较细致严密,安全事项阐述详细,文字简明扼要,并附有实验装置及操作要领插图,以便读者加深领会。本书内容为从事化学专业人员进行实验时所必须具备的基本知识和技能,它适合大专院校化学专业师生、中学化学教师、实验室化验员及其他化学工作者阅读参考。

当前我国正在加速向四个现代化进军,科技工作要大干快上,教育战线正在大力加强基础理论、基础知识及基本操作技能的教学,不断提高教学质量,以适应四个现代化的迫切要求。为此,特将本书译出,以供广大化学工作者,在加强化学基本操作训练、提高实验操作技能时,借鉴参考。

本书承蒙我院化学系主任郑显通教授详细审定,万仲文教授帮助校对,并得到薛万川、黄文榜、刘达元、张金海等同志协助校阅,何伟平同志帮助绘图,在此一并衷心致谢。但由于译者水平所限,书中错漏,在所难免,欢迎读者批评指正。

译者

一九七九.九于广西师范学院

目 录

实验应注意的基本

事项……………(1)

第一章 实验仪器……………(3)

1.1 玻璃仪器……………(3)

A. 玻璃仪器的洗涤
方法……………(3)

B. 玻璃仪器的干燥
方法……………(5)

C. 启开试剂瓶的
方法……………(5)

D. 磨口仪器的处理
方法……………(6)

E. 玻璃仪器的保管
方法……………(7)

1.2 塞与管……………(8)

A. 橡皮塞……………(8)

B. 软木塞……………(10)

C. 聚乙烯薄膜……………(11)

D. 橡皮管……………(11)

E. 聚乙烯塑料管……………(11)

F. 聚四氟乙烯管……………(12)

1.3 电气器具……………(12)

第二章 玻璃细工……………(14)

2.1 作玻璃细工应注

意的事项……………(14)

A. 玻璃的种类……………(14)

B. 工具……………(15)

C. 拿玻璃管的方法
与旋转方法……………(15)

D. 踩皮老虎的方法……………(16)

E. 加热玻璃管的方法……………(16)

2.2 基本操作……………(17)

A. 玻璃管的切断
方法……………(17)

B. 拉长玻璃管的方法……………(18)

C. 弯曲玻璃管的方法……………(18)

D. 使玻璃管鼓胀的
方法……………(19)

E. 同径管的熔接
方法……………(19)

F. 异径管的熔接
方法……………(20)

G. T形管的制法……………(21)

2.3 简单器具的制作

方法……………(23)

A. 匙子····· (23)	①加热到100°C的 场合····· (37)
B. 滴管····· (23)	②加热到200°C的 场合····· (38)
C. 滤纸支承器····· (24)	③加热到200°C以 上的场合····· (40)
D. 减压蒸馏用的毛 细管····· (24)	
E. 测定熔点用的细 玻璃管····· (25)	
F. 流量计用的细玻 璃管····· (26)	
第三章 抽真空····· (28)	第六章 冷却····· (41)
A. 喷水泵····· (28)	一般应注意的事项·· (41)
B. 连接真空管系统·· (29)	操作方法····· (41)
C. 旋转式真空泵···· (29)	A. 冰—食盐冷却 系统····· (41)
D. 扩散泵····· (30)	B. 干冰—甲醇冷却 系统····· (42)
E. 真空旋塞····· (30)	C. 液氮····· (43)
F. 真空度的测量···· (31)	D. 反应体系的冷却·· (43)
第四章 粉碎····· (33)	低于室温以下的恒 温器····· (44)
一般应注意的事项·· (33)	第七章 溶解和熔化·· (45)
操作方法····· (33)	7.1 溶解····· (45)
A. 用研钵粉碎····· (33)	7.2 伴有化学反应的 溶解····· (47)
B. 用球磨机粉碎···· (34)	7.3 熔化····· (48)
C. 具有吸潮性或氧 化性物质的粉碎···· (34)	A. 碱性助熔剂····· (49)
因撞击而易于着火的 物质····· (35)	B. 酸性助熔剂····· (50)
第五章 加热····· (36)	C. 氧化性助熔剂···· (50)
一般应注意的事项·· (36)	白金器具的使用 方法····· (51)
沸石的制作方法···· (37)	第八章 搅拌····· (53)
操作方法····· (37)	操作方法····· (53)

A. 用电磁搅拌器 搅拌····· (53)	第十一章 干燥····· (70)
B. 用搅拌棒进行 搅拌····· (53)	11.1 液体的干燥····· (70)
搅拌棒····· (56)	一般应注意事项····· (70)
特殊的搅拌方法····· (56)	干燥剂····· (70)
第九章 萃取····· (58)	A. 粒状氢氧化钾····· (70)
A. 用分液漏斗萃取····· (58)	B. 无水硫酸钠····· (71)
一般应注意事项····· (58)	C. 无水硫酸镁····· (71)
事项····· (58)	D. 作干燥用的氯化钙····· (71)
操作方法····· (58)	E. 钠····· (71)
B. 连续萃取····· (59)	F. 分子筛····· (72)
C. 对固体物进行 萃取····· (60)	11.2 固体的干燥····· (73)
第十章 过滤和离心 分离····· (61)	A. 风干····· (73)
10.1 过滤····· (61)	B. 用干燥器干燥····· (73)
A. 自然过滤····· (62)	C. 加热干燥····· (75)
1. 四折滤纸····· (62)	D. 氯化钙管····· (75)
2. 折叠滤纸····· (62)	
3. 加热过滤····· (63)	
B. 抽滤····· (64)	
1. 结晶量较多的场合····· (64)	
2. 少量结晶的场合····· (66)	
3. 微量结晶的场合····· (67)	
4. 微粒状沉淀的过滤····· (67)	
5. 玻璃过滤器的使用 方法····· (68)	
10.2 离心分离····· (69)	
	第十二章 蒸馏和浓 缩····· (77)
	一般应注意事项····· (77)
	操作方法····· (78)
	A. 常压蒸馏····· (78)
	B. 利用蒸馏进行 浓缩····· (79)
	C. 用蒸发皿进行 浓缩····· (79)
	D. 减压蒸馏····· (79)
	E. 减压浓缩····· (81)
	F. 精密分馏····· (82)
	G. 特殊的蒸馏场合····· (83)
	H. 水蒸汽蒸馏····· (84)

第十三章 重结晶和脱色……………(87)

13.1 重结晶……………(87)

A. 利用溶解度随温度变化的方法……………(87)

B. 利用浓缩的方法…(89)

C. 采用复合溶剂的方法……………(89)

D. 加入诱导物质的结晶析出法……………(90)

13.2 脱色……………(90)

一般应注意的事项……………(90)

操作方法……………(91)

分步结晶……………(91)

第十四章 称量……………(93)

A. 天平的操作……………(93)

B. 药品的称量……………(94)

C. 砝码……………(94)

D. 空气浮力对称量的影响……………(95)

第十五章 温度的测量……………(96)

A. 水银玻璃温度计……………(96)

B. 测量低温、高温用的温度计……………(97)

C. 热电偶温度计…(97)

D. 电阻温度计……………(97)

E. 热敏温度计……………(97)

F. 伯克曼温度计…(97)

G. 光学温度计……………(98)

实验应注意的基本事项

大凡高明的实验方法，都是根据过去很多人的设计、实践而传授过来，逐步达到安全、正确以及效果良好的实验方法。初学者必须首先领会、熟习这些方法。但在实验时，研究者往往有其秘传的要领，而所用的方法也因人而异。因此，在本书里所叙述的，乃是通常进行的一般方法，当然不能说全都是最完善的方法。研究者重要的任务，是根据自己的经验，选择较好的方法并加以改进。

俗话说：“实验要用脑！”按照实验指导书机械地去进行实验，那是不可能做得很好的。即便是很简单的实验，在进行时也必须遵守下面的规则。

1. 实验前必须有周详的计划

实验之前，必须很好地调查、选定实验方法，熟悉其操作程序。并在实验的前一天晚上，把实验的全部过程在头脑中试行演习一遍。

2. 实验的准备工作，必须件件做好，以期周全

对于必须准备的工作，要认真做好。稍一疏忽就会发生障碍，甚至招致事故。同时，要用正规的器材，严格按照操作步骤去进行实验。

3. 实验过程中要集中注意力

为使实验能安全、顺利地进行，要开动脑筋，仔细观察，那怕是一点儿危险预兆也不能放过，这是最为重要的。在实验

过程中，如不得已要离开现场时，也要留心挂记着。

4. 必须详细记录实验情况

实验时把笔记本放在旁边，尽量把实验经过及结果详细记录下来，存在的问题与设想等，每件都要即时记上。

5. 实验时必须时常预想到可能发生的灾害事故，并预先制订好相应的预防措施

实验事故常常是由于粗心大意所引起。因此，为了防止事故的发生，必须不厌其烦地认真做好各项操作。

第一章 实验仪器

实验时，常常组合很多仪器使用。对这些仪器若不充分了解其性能，并采用恰当的使用方法，就不能妥善地进行实验，甚至还会发生危险。熟练的操作者，根据其经验，掌握着正确的操作方法，所以能良好地完成任务。因此，熟习各种仪器的性能及其操作要领是十分重要的。

1.1 玻璃仪器

玻璃仪器容易破碎，往往会使人受伤。有人说要受点伤才能学会熟练的操作。然而，最为重要的，乃是首先谨慎的练习各种基本的操作方法。

A. 玻璃仪器的洗涤方法

实验用过的仪器要立刻洗涤干净。洗涤时，应先了解由哪些污物弄脏，然后决定采取相应的洗涤方法。同时，还要考虑洗涤废液的处理事宜。

1. 一般污秽物的洗涤方法

仪器先用水洗涤，然后把水甩干。接着把洗涤剂或重碱（即碳酸氢钠）涂在刷子上搓擦仪器，其后用水充分洗涤。若器壁上沾有水珠，说明洗涤还不干净，必须再次洗涤。如果这样洗涤还不奏效，或者对移液管之类用刷子难于洗涤的仪器，可把它放在洗液中，浸泡较长时间之后，再进行水洗。

① 仪器的外部同样也要洗涤干净。

② 为了节省洗涤剂,可在大型容器中配制洗液,以便反复使用。

③ 抛光粉或去污粉含重金属等杂质较多,会沉积堵塞排水管道。因此,最好用碳酸氢钠代替进行洗涤。

2. 难于洗净的污秽物的洗涤方法

对粘稠的油脂或矿物油等污秽物,可先用苯之类溶剂溶解,然后再按前述方法进行洗涤。再者,如果碰到仍然难于清除的树脂或焦油之类污秽物时,可根据污秽物的种类和性质,选用下述洗液进行处理。

洗涤玻璃仪器用的主要洗液

种 类	成 分	特 点
钾碱醇液	KOH(或NaOH)的甲醇饱和溶液。	水解能力强,适合于洗涤油脂、树脂类物质。但易燃,保存时要加盖密封,并注意防火。
硝酸—过氧化氢混合液	15~20% HNO_3 + 5% H_2O_2	用于洗涤特别坚固的污秽物,效果良好。洗液要在临用前配制。使用时由于产生中和作用,故其分解产物无害。洗液要避免阳光照射。
铬酸混合液	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 饱和水溶液 + 50% 容积的浓硫酸	混合液的配制方法是在不断搅拌下,边冷却边将浓硫酸徐徐加入 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液中。此种洗液,对坚固的污秽物有良好的溶解作用。但溶解后,需用水充分洗涤。混合液一经变成绿色就失去效力。其废液不要随意排放,需集中加以处理。

[注]: 洗涤玻璃仪器用的碱性试剂,在市上有出售。

注意事项

① 使用钾碱醇液时,一定要戴眼镜。此种洗液溅入眼

睛往往会引起失明。万一溅入时，要用水长时间洗涤眼睛，并马上找医生治疗。

② 除特殊场合外，一般要尽量避免使用铬酸混合液。若使用了，必须把洗液集中起来加以处理。

③ 仪器的污秽物较多时，可把它放入上述洗液中浸泡数日，然后用水洗涤。除特殊情况外，一般不加热洗液。

④ 若用上述洗液洗涤还不能将污秽物洗去，或者仪器为碳化物质所沾污时，就只能用机械的方法把它磨掉。如（图1）用洗干净的链条（铝或黄铜制成）去磨擦即行。

B. 玻璃仪器的干燥方法

玻璃仪器常用的干燥方法是把它倒置于晾干架上，让其自然干燥。

但急用时，可按下述方法处理。

① 放入烘箱干燥。取放时要戴干净的手套或使用扁夹。若用手直接去拿，不但会弄脏仪器，而且常常还因仪器灼热而使其跌落打破。

② 适当离开喷灯的火焰，边加热边用接于吸气瓶上的玻璃管，抽出容器中的湿空气进行干燥。

③ 于容器中加入少量丙酮或甲醇之类溶剂，然后再倒出，即可达到干燥的目的。但此时必须回收溶剂。

C. 启开试剂瓶的方法

对于氨水或过氧化氢之类有压力的试剂瓶，当将其启开时，常因喷出试剂而发生事故。

① 将有压力的试剂瓶，用冰水冷却后，裹上湿布，塞子也包上布，瓶塞要向着没有人的方向，然后才启开。



图 1

② 启开用安瓿类包装(日本试剂包装规格之一——译注)的试剂瓶,要将其冷却,再用锉刀或刻刀锉出凹痕。然后,对小号的安瓿把它折断;对大号的安瓿,则用烧热的玻璃棒放在凹痕上,使玻璃破裂而打开(参照第二章“玻璃细工”中玻璃的切断方法)。

D. 磨口仪器的处理方法

磨口仪器价钱昂贵,在磨口部位一划有伤痕就不能使用。因此,操作必须谨慎。

① 经干燥的磨口仪器不要随便乱动。不使用时,要在磨砂面垫上纸片。

② 在磨口部位,用两个以上夹子夹住相连接的仪器时,不要夹得过紧。

③ 若需要在磨口部位涂上黄油之类润滑剂时,要一次涂上,并薄薄的涂擦均匀。

④ 磨口仪器用后要立即洗净,否则磨砂面之间会牢固粘结起来。尤其在使用碱性液的场合,更是如此。

⑤ 磨口部位牢固粘着时,可采用下述方法将其启开。

方法一 在磨口外面裹上布,淋热水(图2)。

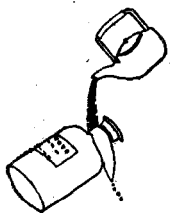


图 2

方法二 用小型燃烧器的火焰,加热磨口的外部(图3)。

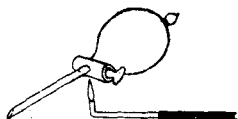


图 3

方法三 将磨口的外管
夹在两块木板上，在内管垫
上木片 用木锤轻轻敲打
(图4)。

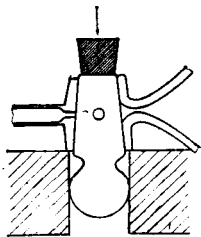


图 4

方法四 将磨口
部位放在水或浓硫酸
等液体中长时间的浸
泡(图5)。

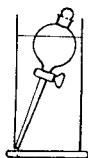


图 5

方法五 用木锤
心地轻轻敲打塞子
(图6)。



图 6

方法六 有螺纹的塞子，可将其
放入门孔内，用布包裹瓶子，由门背
后慢慢地旋转瓶子(图7)。

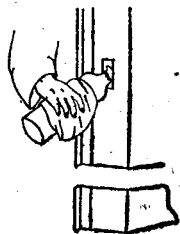


图 7

方法七 在磨口部位滴数滴乙醚、
丙酮或甲醇之类溶剂(图8)。

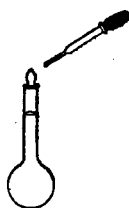


图 8

E. 玻璃仪器的保管方法

玻璃仪器随便放在实验桌上，或者交还仓库时，往往会搞
乱或碰坏。因此，保管玻璃仪器时，要采取以下措施。

- ① 玻璃仪器彼此重叠放置时，其间要垫上纸片。
- ② 要将配套的仪器放在一起。容量瓶和分液漏斗之类的
盖与旋塞等，要用细绳把它们与仪器连结起来。

③ 对圆底烧瓶之类放不稳的仪器，要制备合适的座架使其固定。

用绳或带条做成圆圈，或用木片、金属片之类东西卷成圆环（图9）。

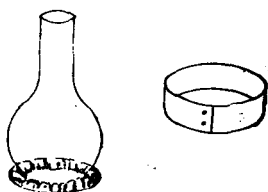


图9

在铁圈上包布，塞子用细绳连结起来（图10）。

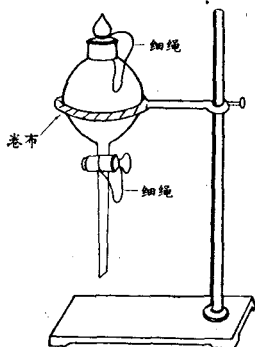


图10

1.2 塞与管

A. 橡皮塞

① 选用塞子时，所用的塞子必须有一半左右露出瓶口外的。尤其做减压实验时，若塞子进入过深，即会发生泄漏。

② 为了防止塞子的碎屑落入容器中，或者要避免容器中的蒸气接触塞子时，可在塞子上包上蜡纸或铝箔之类东西。

③ 橡皮受有机溶剂的影响虽然随其质量不同而异，但是，通常橡皮塞接触有机溶剂会发生膨胀。因此，不可使橡皮塞长时间接触有机溶剂蒸气。

④ 通常橡皮塞受热即变软。因此，在加热部位不能使用

在铁圈上包上三个橡皮管也行（图11）



图11

橡皮塞。

1. 橡皮塞的钻孔方法

① 橡皮塞打孔时，选择钻孔器的外径与所要钻的孔的直径大致相同。如（图12）所示，操作时将钻孔器垂直对准塞子中央，一面注意保持垂直，一面使钻孔器及橡皮塞互相以相反方向转动。同时注意钻孔器不要偏离中心，且不宜过于用力挤压，而使两者很好地旋转。

如果过于用力挤压钻孔器，则打成的孔就小了。

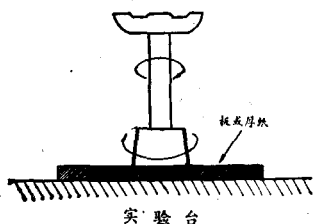


图12

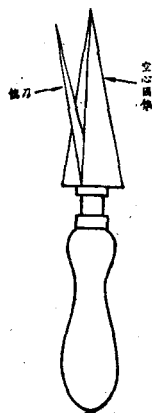


图13

② 在钻孔即将穿透橡皮塞时，钻孔器一碰到柔软の木片或厚纸，孔就钻成了。

在孔钻成功之前，由于橡皮塞有弹性会膨胀，所以若钻孔器不触及木片等物，则钻成的孔就小了。

③ 在钻孔器中积留橡皮而难于钻入时，可将它置于喷灯上灼烧，同时用内径小的钻孔器把橡皮挤出。

不能用锉刀的尖端等东西强行乱挖，否则，钻孔器的刀口

会变形而受损坏。

④ 钻孔器的刀口钝了的时候，可用如（图13）所示的磨削器将其磨利。

2. 玻璃管连接橡皮塞的方法

① 将端头经烧钝的玻璃管包上毛巾，如（图14）所示，两手分别拿住玻璃管和橡皮塞，并保持两手之间的距离不超过1~2厘米，小心地边旋转玻璃管边钻进去。

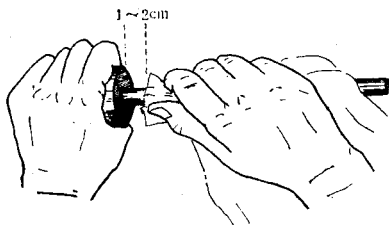


图14

若用腕力强行压入，则会折断玻璃管，其锋利的断口即会将手刺破。由于容易发生事故，故操作时要特别小心。

② 若玻璃管难于穿过橡皮塞时，可在玻璃管上沾些水或甘油加以润滑。

B. 软木塞

① 软木塞在使用之前，要先用压塞器很好地辗压变软。使用压塞器不要急剧地施加强力，而应边旋转软木塞，边慢慢地用力辗压。如果软木塞在打孔之后才用压塞器辗压，则会发生破裂。

② 软木塞打孔或连接玻璃管的方法。与橡皮塞的操作方法相同，但还要注意以下两点：

a. 钻孔器的外径，最好选用比要钻的孔的外径稍为小些的。