

中国矿业大学新世纪教材建设工程资助教材

应用化学专业实验

Yingyong Huaxue Zhuanye Shiyan

主 编 王兴涌

副主编 李小兵 杨爱华

0-33
03

中国矿业大学出版社

China University of Mining and Technology Press

O69-33
W903

要 献 各 校

应用化学专业实验

主 编 王兴涌
副主编 李小兵 杨爱华



1519302

中国矿业大学出版社

1243183

内 容 提 要

应用化学专业实验是在无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验、物理化学实验等实验课程学习的基础上开设的一门应用化学专业的必修课程,其目的是通过开设应用化学实验,进一步加强实验技能训练,以全面提高学生的综合实验能力,加强对各科基础知识的巩固,培养学生良好的科学素养、严谨的学风和实验研究创新能力,为做好毕业论文打下基础。本书共分三部分:化学实验基础、综合性实验和研究创新实验。选材内容涵盖了精细有机合成、应用电化学、近代化学分析测试方法、精细化学品分离与鉴定、有机合成新方法、催化剂的制备与性能表征、材料化学等,注重加强基础知识和基本技能的训练,加强对学生进行合成、分离、分析、表征等各种实验技术的综合训练。实验内容的编排由浅入深、由简到繁、循序渐进、逐步提高,以解决实际问题为主。本书可作为综合性大学、工科院校、高等职业技术学院应用化学及相关专业的教材,也可供从事相关专业的研究人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

应用化学专业实验/王兴涌主编. —徐州:中国矿业大学出版社,2009.6

ISBN 978-7-5646-0303-8

I. 应… II. 王… III. 应用化学—化学实验—高等学校—教材 IV. O69-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 046007 号

书 名 应用化学专业实验

主 编 王兴涌

责任编辑 周 红

责任校对 何晓惠

出版发行 中国矿业大学出版社

(江苏省徐州市中国矿业大学内 邮编 221008)

网 址 <http://www.cumtp.com> E-mail: cumtpvip@cumtp.com

排 版 中国矿业大学出版社排版中心

印 刷 徐州中矿大印发科技有限公司

经 销 新华书店

开 本 787×960 1/16 印张 9.25 字数 171 千字

版次印次 2009 年 6 月第 1 版 2009 年 6 月第 1 次印刷

定 价 13.00 元

(图书出现印装质量问题,本社负责调换)

前 言

“应用化学专业实验”是应用化学专业学生必修的实验课程,是培养创新人才的一个重要教学环节。应用化学专业实验是在无机与分析化学实验、有机化学实验、物理化学实验等实验课程的基础上,为应用化学专业高年级学生开设的实验课程。通过对本门实验课程的学习,可进一步增强学生的化学实验技能,提高学生的动手能力,树立严谨的科学作风,使学生具有独立实验、综合应用基础知识进行科学研究、分析问题和解决问题的能力,能加强对各科基础知识的巩固,开拓学生的思维,为做好毕业论文打下坚实的基础。

《应用化学专业实验》一书是在我校使用了多年的应用化学专业实验讲义的基础上,在总结多年专业实验教学改革和实践,借鉴和吸收了其他高校在专业实验教学方面的经验编写而成的。该讲义已被我校7届学生使用,学生反映良好,同时也受到同行专家的好评。

本书共分化学实验基础、综合性实验、研究创新实验三大部分。其中化学实验基础部分着重介绍了化学实验的基础知识、化学实验基本仪器和操作技术;综合性实验部分选材内容较广,包括了有机合成、材料化学、高分子化学及天然产物化学等领域的内容,在强调综合性的同时,注重专业实验的先进性和实用性;研究创新实验部分选材既体现各二级或三级学科专业方向的特色和优势,又涵盖多个二级或三级学科的知识点,大多数研究创新实验是从科研成果设计出来的新实验,其中有教师承担的“973”国家重大基础研究项目、国家自然科学基金及世行贷款建设专项和应用开发等研究课题。实验内容的编排由浅入深、由简到繁、循序渐进、逐步提高,以解决实际问题为主,力求提高学生的实际动手能力和创新能力。

本书可作为高等学校应用化学专业及材料化学、精细化工、化学

工程与工艺、制药工程和工业分析等相关专业的本科生教学使用,也可作为应用化学研究生及相关专业人员的在职培训教材和参考书。

本教材得到“中国矿业大学新世纪教材建设基金”资助,对此表示真诚的感谢!

由于编者水平有限,不当之处在所难免,恳请读者不吝赐教。

编者

2008年12月

目 录

第一部分 化学实验基础

19	化学实验室规则	1
20	化学实验的安全知识	1
30	实验预习、实验记录和实验报告的基本要求	5
40	基本仪器介绍	6

第二部分 综合性实验

1	有机合成实验	23
1	实验一 抗光晕染料 1,2-二萘胺-5,7-二磺酸络铁的合成	23
11	实验二 乙酰水杨酸在微波辐射下的合成和水解	28
11	实验三 2-甲基-5-氯-1,4-对苯二胺的合成	31
11	实验四 具有抗癌活性的金属有机化合物的合成	34
15	实验五 抗抑郁药物文拉法新盐酸盐的合成	37
15	实验六 生物还原法制备(S)-戊环烯内酯	40
21	材料化学实验	43
15	实验七 纤维素柱填料的制备及其在超氧化物歧化酶提纯中的应用	43
15	实验八 纳米 TiO_2 、 Fe_2O_3 的制备、表征及在降解环境污染物中的应用	50
13	实验九 光折变多功能化高分子材料的合成	56
13	实验十 酞菁铁(II)的制备及光电导性能测试	59
31	高分子化学实验	66
13	实验十一 环氧树脂的制备	66
13	实验十二 高吸水性树脂的合成与吸水性能的测定	69
14	实验十三 水热合成 5A 沸石分子筛	72
13	实验十四 聚苯乙烯的合成及表征	74

4	天然产物化学实验	78
实验十五	黄杨叶中天然色素的提取、分离和测定	78
实验十六	从茶叶中提取咖啡因	82
实验十七	微波法萃取橘皮中果胶的研究	84
5	手性化合物的合成、鉴定与拆分	86
实验十八	外消旋体的合成及拆分——(±)- α -苯乙胺的制备和拆分	86
实验十九	非对映异构体衍生物—— ^1H NMR 法分析镇痛剂布洛芬中的 R/S 光学活性成分	89
实验二十	羰基还原的立体化学——樟脑的还原	91
实验二十一	外消旋体的拆分和鉴定	94
实验二十二	对映纯(S)-(-)-和(R)-(+)-1,1'-联-2-萘酚的制备	97
实验二十三	高效毛细管电泳拆分心得安手性对映体	102
6	催化剂的制备、表征与应用	105
实验二十四	顺酐均相催化加氢制琥珀酸酐	105
实验二十五	流动法研究氧化锌的催化活性	107
实验二十六	催化剂活性和选择性的测定	110

第三部分 研究创新实验

1	生物催化羰基不对称还原反应的研究	114
实验二十七	面包酵母催化不对称合成 4-氯-(R)-3-羟基丁酸乙酯	117
实验二十八	酵母细胞催化不对称合成 D-扁桃酸甲酯	119
2	分子煤化学与煤衍生物的定向转化	122
实验二十九	煤显微组分分级萃取物的 GC/MS 分析	123
实验三十	微波辐射下神府煤 CS_2 萃取物的组成结构分析	126
实验三十一	煤基活性炭的制备及其比表面积的测定	127
3	复杂系统非线性化学动力学的研究	132
实验三十二	高碘酸盐氧化硫脲的非线性动力学行为	133
实验三十三	AMP- Cu^{2+} -脱氧胆酸—凝胶体系的时空图案	135
实验三十四	分子蒸馏技术提纯分离玫瑰精油	136
实验三十五	亮菌甲素的合成	138

参考文献	141
------	-----

第一部分 化学实验基础

1 化学实验室规则

为了保证化学实验教学正常、安全、有序地进行,应遵守如下规则:

(1) 进入实验室前,应认真预习,对实验内容、原理、目的、意义、实验步骤、仪器装置、实验安全方面的问题有比较清楚的了解,做到心中有数、思路明晰,以避免实验时因准备不充分而手忙脚乱。

(2) 仪器安装要按自下而上、从左到右的顺序,经指导老师检查合格,方可进行下一步操作。

(3) 实验中要严守规程,认真操作,仔细观察,如实记录,不准高声喧哗,保持实验室安静,使实验过程秩序井然。

(4) 对于可能发生的安全隐患要采取严格的防范措施,应将易燃易爆物品隔绝火源。实验中严禁吸烟和进食。

(5) 公用实验台面的药品和器械不得随意挪动、带走、丢弃,以免影响别的同学取用。不相干的仪器应装入仪器箱中,实验台面应始终保持整洁有序。

(6) 熟悉水、电、气和灭火器的正确使用方法及摆放位置,掌握灭火、防护和急救的相关知识。严禁将废酸、废碱、废弃固体物弃入水槽,废液应倒入指定的回收容器,积累到一定量后统一处理和回收。

(7) 认真整理实验记录,如实填写实验报告,附上原始记录一并交教师批阅。

(8) 实验结束后,安排值日生清理公共卫生和实验台面,关好水、电、门、窗,经实验室管理人员检查后方可离开。

2 化学实验的安全知识

化学实验尤其是有机化学实验,经常使用易燃、有毒和腐蚀性试剂,例如乙醚、丙酮、乙醇和苯等属易燃溶剂;甲醇、硝基苯、有机磷化合物、有机锡化合物、氰化物等属有毒药品;氢气、乙炔、金属有机试剂和干燥的苦味酸等属易燃易爆气体和药品;氯磺酸、浓硫酸、浓硝酸、浓盐酸、烧碱及溴等属强腐蚀性药品。同时,化学实验中常使用的玻璃仪器易碎、易裂,容易引发伤害、火灾等事故。电器

设备和煤气等,如果使用不当易引起触电或火灾。因此,进行基础化学实验必须树立安全第一的思想,切忌麻痹大意。只有充分预习,认真操作,严格遵守实验规则,加强安全管理,树立环保意识,并熟悉实验中用到的药品和仪器的性能,才能有效地避免事故的发生,维护人身和实验室的安全,确保顺利完成实验。

2.1 实验室安全守则

(1) 实验开始前,必须认真预习,理清实验思路,了解实验中使用的药品的性能、有可能引起的危害及相应的注意事项。

(2) 实验前应仔细检查仪器是否有破损。实验中经常注意反应过程是否正常,仪器有无碎裂和漏气的情况,及时消除各种事故隐患。

(3) 有可能发生危险的实验,应采用防护措施进行操作,如戴防护手套、眼镜、面罩等,有的实验应在通风橱内进行。

(4) 常压蒸馏、回流和反应,禁止在密闭体系中操作,一定要保持与大气相通。

(5) 易燃、易挥发的溶剂不得在敞口容器中加热,该用水浴加热的不得直接用明火加热,加热时玻璃仪器外壁不得有水珠,也不能用厚壁玻璃仪器加热,以免破裂引起火灾。

(6) 各种药品需要妥善保管,不得随意丢弃和丢失。对于实验中的废气、废渣、废液,要按环保规定处理,不能随意排放。有机废液应收集以集中处理,尽可能回收利用。树立环境保护意识和绿色化学理念。

(7) 严禁在实验室中吸烟、进食。

(8) 正确使用温度计、玻璃棒和玻璃管,以免因玻璃管、玻璃棒折断或破裂而划伤皮肤。

(9) 熟悉灭火消防器材的存放位置和正确使用方法。

(10) 实验结束后,要仔细检查是否关闭好水、电、气及实验室门窗,防止其他意外事故的发生。

2.2 实验中事故的预防、处理和急救

2.2.1 割伤

造成割伤,一般有下列几种情况:

(1) 装配仪器时用力过猛或装配不当。

(2) 装配仪器用力处远离连接部位。

(3) 仪器口径不合而勉强连接。

(4) 玻璃折断面未烧圆滑,有棱角。

预防玻璃割伤,要注意以下几点:正确掌握仪器操作技术,注意仪器的配套使用,玻璃管(棒)切割后,断面应在火上烧熔以消除棱角。如果不慎发生割伤事故要及时处理,先将伤口处的玻璃碎片取出。若伤口不大,用蒸馏水洗净伤口,再涂上红药水,撒上止血粉后用纱布包扎好;伤口较大或割破了静动脉血管,流血不止时,应先止血,具体操作方法是:在伤口上方约5~10 cm处用绷带扎紧或用双手掐住,然后再进行处理或送往医院。

2.2.2 防火

预防着火要注意以下几点:

(1) 不能用烧杯或敞口容器盛装易燃物,加热时,应根据实验要求及易燃烧物的特点选择热源,注意远离明火。

(2) 尽量防止或减少易燃的气体外逸,倾倒时要熄灭火源,且注意室内通风,及时排出室内的有机物蒸气。

(3) 易燃及易挥发的液体,不得倒入废液缸内,量大的要专门回收处理,量少的可倒入水槽用水冲走(与水有猛烈反应者除外,金属钠残渣要用乙醇销毁)。

(4) 实验室不准存放大量易燃、易挥发性物质。

(5) 有煤气的实验室,应经常检查管道和阀门是否漏气,并使之保持完好。

实验室如果发生了着火事故,应沉着、镇静,及时采取有效措施,防止事故的扩大。首先,应立即熄灭附近所有火源,切断电源,移开未着火的易燃物。然后,根据易燃物的性质和火势设法扑灭。

常用的灭火器有二氧化碳、四氯化碳和泡沫灭火器等。石砂和石棉布也是实验室经常用的灭火材料。二氧化碳灭火器是基础化学实验室最常用的灭火器。灭火器内贮存压缩的二氧化碳,使用时,一手提灭火器,另一手握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上(不能手握喇叭筒,以免冻伤)打开开关,二氧化碳即可喷出。这种灭火器灭火后的危害小,特别适用于油脂、电器及其他较贵重的仪器着火时灭火。四氯化碳和泡沫灭火器,虽然也都具有比较好的灭火性能,但由于存在一些问题,如四氯化碳在高温下能生成剧毒的光气,而且与金属钠接触会发生爆炸;泡沫灭火器灭火时喷出大量的硫酸氢钠、氢氧化铝,污染严重,给后处理带来麻烦,因此,这两种灭火器一般不用。不管使用哪一种灭火器都是从火的周围开始向中心扑灭。地面或桌面着火,如火势不大,可用淋湿的抹布来灭火;反应瓶内有机物的着火,可用石棉板盖住瓶口,火即熄灭;身上着火时,切勿在实验室内乱跑,应就近在地上滚动以熄灭火焰。

2.2.3 防爆

在实验室中,发生爆炸事故一般有两种情况:

(1) 某些化合物容易发生爆炸,如过氧化物、芳香族多硝基化合物等,在受

热或受到碰撞时,均会发生爆炸。含过氧化物的乙醚在蒸馏时,也有发生爆炸的危险。乙醇和浓硝酸混合时,会引起极强烈的爆炸。

(2) 仪器安装不正确或操作不当时,也会引起爆炸。例如蒸馏或反应时实验装置被堵塞,减压蒸馏时使用不耐压的仪器等。为了防止爆炸事故,应注意以下几点:

① 常压操作时,切勿在封闭系统内进行加热或反应,在反应进行时,必须经常检查仪器装置的各部分有无堵塞现象。

② 减压蒸馏时,不能用平底烧瓶、锥形瓶、薄壁试管等不耐压的容器作为接收瓶或反应瓶。

③ 使用易燃易爆物(如氢气、乙炔和过氧化物)或遇水易燃烧爆炸的物质(如钠、钾等)时,应严格按操作规程操作,要特别小心。

④ 当反应过于猛烈时,应适当控制加料速度和反应温度,必要时采取冷却措施等。

⑤ 无论是常压蒸馏还是减压蒸馏,均不能将液体蒸干,以免局部过热或产生过氧化物而发生爆炸,必要时可设置防爆屏。

2.2.4 防中毒

大多数化学药品都具有不同程度的毒性。中毒主要是通过皮肤或呼吸道接触有毒药品所引起的。要防止中毒,应切实做到以下几点:

(1) 预先查阅有关资料,对所使用的试剂的毒性尽可能详尽地了解。

(2) 称量任何药品都应使用工具,不得用手直接接触,尤其是剧毒的药品。实验完毕后,应洗手后再吃东西。任何药品都不得与嘴接触。

(3) 使用和处理有毒或腐蚀性物质时,应在通风柜中进行,并戴上防护用品,尽可能避免有机物蒸气外逸,以防造成污染。

(4) 对沾染过有毒物质的仪器和用具,实验完毕后应立即采取适当方法处理以消除其毒性。

如果已经发生了中毒事故,应视不同情况分别处理:

(1) 腐蚀性毒物:对于强酸,先饮大量水,然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白;对于强碱,也应先饮大量水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白;不论酸或碱中毒皆灌注鲜牛奶,不要吃呕吐剂。

(2) 刺激性及神经性毒物:先给中毒者饮用牛奶或鸡蛋白使之立即冲淡和缓解,再用硫酸镁(约 30 g 溶于一杯水中)催吐。

不论何种情况,都应让中毒者及时离开现场,到空气新鲜的地方休息,最好平卧,出现其他较严重的症状,如斑点、头昏、瞳孔放大时应及时送往医院。

2.2.5 防灼伤

强酸、强碱、溴等腐蚀性物质,高温物体如火焰、蒸气,低温物体如固体二氧化碳、液体氮等物质都会造成皮肤灼伤。因此,实验时要避免皮肤与上述能引起灼伤的物质接触。取用有腐蚀性化学药品时,应戴上橡皮手套和防护眼镜。发生灼伤时应按下列要求处理:

(1) 被酸或碱灼伤时,应立即用大量水冲洗。酸灼伤用1%碳酸氢钠溶液清洗并涂上烫伤膏;碱灼伤则用1%~2%的乙酸或硼酸溶液冲洗,然后再用水冲洗。严重者要消毒灼伤面,并涂上软膏,送医院就医。

(2) 被溴灼伤时,应立即用大量的水冲洗,再用酒精擦洗或2%硫代硫酸钠溶液洗至伤处呈白色,然后用甘油加以按摩。

(3) 如被热水或灼热的玻璃烫伤,应在患处涂以红花油,然后擦一些烫伤软膏。

(4) 除金属钠外的任何药品溅入眼内,都要立即用大量水冲洗,并及时送医院就医。

2.2.6 事故处理

为处理事故需要,实验室应备有常用的急救药品,如生理盐水、医用酒精、红药水、止血粉、龙胆紫、凡士林、玉树油或鞣酸油青、烫伤膏、硼酸或乙酸溶液(1%~2%)、碳酸氢钠溶液(1%)、硫代硫酸钠溶液(2%)等,还应备有镊子、剪刀、纱布、药棉、绷带等。

3 实验预习、实验记录和实验报告的基本要求

3.1 实验预习

实验预习是化学实验的重要环节,对实验成功与否、收获大小起着十分关键的作用。为了避免照方抓药,可以积极主动、准确地完成实验,必须认真做好实验预习。教师可以拒绝那些未进行预习的学生进行实验。预习的具体要求如下:

(1) 实验目的:心中明确实验要达到的主要目的。

(2) 反应及操作原理:用反应式写出主反应和副反应,并写出反应机理,简单叙述操作原理。

(3) 实验用的仪器试剂及药品:了解其规格、型号、数量,并按报告要求填写主要试剂及产物的物理和化学性质。

(4) 画出主要反应的仪器装置图,并标明仪器名称。

(5) 列出粗产物纯化过程及原理。

(6) 列出实验步骤。开始时步骤写得详细一些,以后逐步简化。这样在实验前可以形成一个操作步骤,使实验有条不紊地进行。

3.2 实验记录

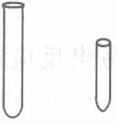
实验记录是科学研究的第一手资料,是培养学生实事求是、认真严谨的科学素养的重要环节。实验者要认真观察实验中的各种现象,如实记录所用物料的数量、浓度和反应中的温度变化、颜色变化、放热情况、形态特征以及测定的各种数据。记录时要做到简明、扼要,字迹整洁,条理清楚。记录直接写在预习报告本上,不要随处乱记。

3.3 实验报告

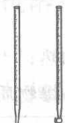
实验报告就是在实验完成之后,对实验进行总结。即讨论观察到的实验现象,分析实验中出现的问题和找到解决办法,整理归纳实验数据,写出做实验的体会,对实验提出建设性的建议等。这是完成整个实验的又一个重要环节。一份完整的实验报告可以充分体现学生对实验理解的深度、综合分析问题和解决问题的能力及文字表达的能力。

4 基本仪器介绍

4.1 常用的实验室仪器(表 1-1)

表 1-1	常用实验仪器	
仪器名称	规 格	使用时注意事项
 烧杯 锥形瓶(磨口)	以容积(单位:mL)表示,一般有 50、100、150、200、400、500、1 000、2 000 等规格	加热时烧杯应置于石棉网上,使其受热均匀,所盛反应液体一般不能超过烧杯容积的 2/3
 试管 离心试管	普通试管是以管外径×长度(单位:mm)表示,一般有 12×150、15×100、30×200 等规格;离心试管以容积(单位:mL)表示,一般有 5、10、15 等规格	(1) 防止振荡或受热时液体溅出; (2) 加热后不能骤冷,以防炸裂; (3) 反应液体一般不能超出试管容积的 1/2,加热时不能超过 1/3; (4) 离心试管不能用火直接加热; (5) 普通试管可直接加热,加热时应用试管夹夹持

续表 1-1

仪器名称	规格	使用时注意事项
 量筒 量杯	以容积(单位:mL)表示,有 10、20、50、100、200 等规格;精密度如 10 mL 为 0.1 mL、100 mL 为 1 mL	不能量取热的液体,不能加热,不可用作反应容器
 吸量管 移液管	以容积(单位:mL)表示,有 1、2、5、10、25、50 等规格;精密度如 50 mL 一般约为 0.2%	(1) 管口上无“吹出”字样者,使用时末端的溶液不允许吹出; (2) 不能加热
 酸式 碱式	以容积(单位:mL)表示,常用酸式、碱式滴定管的容积为 50 mL;精密度如 50 mL 一般约为 0.2%	(1) 量取溶液时应先排除滴定管尖端部分的气泡; (2) 不能加热以及量取热的液体,酸、碱滴定管不能互换使用
 容量瓶	以容积(单位:mL)表示,有 50、100、250、1 000 等规格;精密度如 100 mL 一般约为 0.2%	(1) 不能加热,不能量热的液体; (2) 瓶的磨口瓶塞配套使用不能互换
 长颈漏斗 普通漏斗	以口径(单位:mm)表示	(1) 不能用火加热; (2) 过滤用
 热水漏斗	以口径(单位:mm)表示	(1) 热过滤法选用的玻璃漏斗,其颈的外露部分要短,切勿未加水就加热,以免焊锡熔化损坏热水漏斗; (2) 热过滤
 吸滤瓶 布氏漏斗	吸滤瓶以容积(单位:mL)表示,布氏漏斗或玻璃砂芯漏斗以容积或口径(单位:mm)表示	(1) 不能用火加热; (2) 抽气过滤
 蒸发皿	以口径(单位:mm)或容积(单位:mL)表示,材质有瓷质、石英或金属	(1) 能耐高温,但不能骤冷; (2) 蒸发溶液时一般放在石棉网上,也可直接用火加热

续表 1-1

仪器名称	规格	使用时注意事项
  坩埚 泥三角	以容积(单位:mL)表示, 材质有瓷、石英、铁、铂、镍等; 泥三角有大小之分,用铁丝弯 成套上瓷管	(1) 依试样性质选用不同材料 的坩埚; (2) 瓷坩埚加热后不能骤冷; (3) 泥三角铁丝如果断裂就不 能再使用
 干燥器	以外径(单位:mm)表示	不得放入过热物体,温度较高物 体放入后,在短时间内应把干燥器盖 打开一两次,以免器内产生负压
 研钵	以口径(单位:mm)表示, 材质有瓷、玻璃、玛瑙等	(1) 视固体性质选用不同材质 的研钵; (2) 不能用火加热; (3) 不能研磨易爆物质
 分液漏斗	以容积(单位:mL)表示	(1) 不能加热,玻璃活塞不能互 换; (2) 用作分离和滴加

4.2 玻璃仪器的洗涤和干燥

4.2.1 玻璃仪器的洗涤方法

(1) 用水刷洗:可以洗去可溶性物质,又可将附着在仪器上的尘土等清洗下来。

(2) 用去污粉或合成洗涤剂洗:能除去仪器上的油污。

(3) 用浓盐酸洗:可以洗去附着在器壁上的氧化剂,如 MnO_2 。

(4) 铬酸洗液:将 8 g 研细的工业 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 粉末加入到温热的 100 mL 浓硫酸中,小火加热,切勿加热到冒白烟。边加热边搅动,冷却后储存于细口瓶中。洗涤方法如下:

- ① 先将玻璃器皿用水或洗衣粉洗刷一遍;
- ② 尽量把器皿内的水去掉,以免冲稀洗液;
- ③ 用毕将洗液倒回原瓶内,以便重复使用。

洗液有强腐蚀性,切勿溅在衣物、皮肤上。铬酸洗液有强酸性和强氧化性,去污能力强,适用于洗涤油污及有机物。当洗液颜色变成绿色时,洗涤效能下降,应重新配制。

(5) 含 KMnO_4 的 NaOH 水溶液: 将 10 g KMnO_4 溶于少量水中, 向该溶液中注入 100 mL 10% NaOH 溶液即成。该溶液适用于洗涤油污及有机物。洗后在玻璃器皿上留下的 MnO_2 沉淀, 可用浓盐酸或 Na_2SO_3 溶液将其洗掉。

(6) 盐酸—酒精(1:2)洗涤液: 适用于洗涤被有机试剂染色的比色皿。比色皿应避免使用毛刷和铬酸洗液。

(7) 草酸洗液: 将 5~10 g 草酸溶于 100 mL 水中, 加入少量浓盐酸。此溶液用于洗涤 KMnO_4 , 洗后产生二氧化锰。

(8) 碘—碘化钾洗液: 将 1 g 碘和 2 g 碘化钾溶于水中, 用水稀释至 100 mL 而成。用于洗涤硝酸银黑褐色残留污物。

(9) 有机溶剂: 苯、乙醚、丙酮、二氯乙烷、氯仿、乙醇等可洗去油污或溶于该溶剂的有机物。使用时注意安全, 注意溶剂的毒性和可燃性。

(10) 工业盐酸(1:1)或硝酸(1:1): 用于洗去碱性物质及大多数无机物残渣, 采用浸泡与浸煮器具的方法。

(11) 磷酸钠洗液: 将 57 g 磷酸钠和 285 g 油酸钠溶于 470 mL 水中稀释而成。用于洗涤残碳, 先浸泡数分钟之后再刷洗。洗净的仪器器壁应能被水均匀润湿, 不挂水珠。

用以上方法洗涤后的仪器, 经自来水冲洗后, 还残留有 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等, 如需除掉这些离子, 还应用去离子水洗 2~3 次, 每次用水量一般为所洗涤仪器容积的 $1/4 \sim 1/3$ 。

4.2.2 玻璃仪器的干燥

洗净的仪器可用以下方法干燥:

(1) 晾干

将洗净的玻璃仪器倒置, 使其在空气中自然晾干。在实验室中只要不是急用或要求绝对干燥, 一般均用该法干燥。

(2) 加热烘干

烘箱是实验室必备的干燥设备, 用以干燥玻璃仪器或烘干无腐蚀性、热稳定性好的药品。

烘箱按其结构和加热方式的不同有普通电热恒温干燥箱、电热鼓风干燥箱、红外恒温干燥箱、真空恒温箱等。使用烘箱时应注意:

① 不得将挥发性易燃物或用酒精、丙酮淋洗过的玻璃仪器放入烘箱内, 以免发生火灾或爆炸。

② 干燥玻璃仪器时, 应先将水沥干, 然后自上而下依次放入, 以免水滴流下将已烘热的玻璃仪器炸裂。

③ 注意温度的调节与控制。其调温方法是：接通电源后，控温旋钮顺时针旋至最高点。此时箱内开始升温，当温度升至所需温度时，立即将旋钮向逆时针方向慢慢旋回至红色指示灯灭而黄色指示灯亮，此处即为该温度的恒温控制点，玻璃仪器烘干温度一般控制在 $100\sim 120\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；药品的烘干，其温度控制视药品的熔点、性状而定。

气流烘干机(见图 1-1)是实验室干燥玻璃仪器的常用设备，具有干燥速度快，干燥后仪器内不留水渍的特点。使用时将玻璃仪器倒置在风管上，打开热风开关，经过过滤的洁净热风便被送到玻璃仪器的内壁，5~10 min 即可干燥完毕，然后用冷风迅速冷却，取下待用。



洗净仪器，把水倒尽后方可放在电烘箱内烘干或放在气流烘干器上用热风吹干(温度控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右)。放在烘箱内的仪器，口应朝上，以免水珠掉入烘箱内损坏电炉丝。木塞、橡皮塞不能与仪器一同干燥，玻璃塞虽可同时加热干燥，但应从仪器上取下来，放在一旁，否则烘干后容易卡住，取不下来。

烧杯、蒸发皿等可放在石棉网上，用小火烤干。试管可以用试管夹夹住后，在火焰上来回移动，直至烤干，但必须使管口低于管底，以免水珠倒流至灼热部位，使试管炸裂，待烤到不见水珠后，将管口朝上散尽水气。

(3) 用有机溶剂干燥

加一些易挥发的有机溶剂(常用乙醇和丙酮)到干净的仪器中，将仪器倾斜并转动，使器壁上的水和有机溶剂互相溶解、混合，然后倒出有机溶剂，少量残留在仪器中的混合物很快挥发而干燥。如用电吹风往仪器中吹风，则干燥得更快。

有刻度的计量仪器，不能用加热的方法进行干燥，因为加热会影响这些仪器的准确度。

4.3 化学试剂的取用

化学试剂是纯度较高的化学物质，化学试剂的纯度级别及其类别和性质，一般在标签的左上方用符号注明，规格则在标签的右端，并用不同颜色的标签加以区别。

按照药品中杂质含量的多少，我国生产的化学试剂(通用试剂)的等级标准基本上可分为五级，级别的代表符号、规格及适用范围见表 1-2。