



普通高等教育“十一五”国家级规划教材配套教材
普通高等教育“十三五”规划教材



大学化学实验

李泽全 余丹梅 主编



科学出版社

普通高等教育“十一五”国家级规划教材配套教材
普通高等教育“十三五”规划教材

大学化学实验

李泽全 余丹梅 主编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书为《大学化学》(甘孟瑜、张云怀,科学出版社,2017年)的配套实验教材,在保持主要框架体系和特点的基础上,嵌入了20余个数字资源,读者可以通过移动终端进行辅助学习,实现学习时空的延伸,体验不一样的学习模式。

全书共6章,内容包括绪论、基础知识、基本实验、综合应用及设计实验、开放实验、研究性实验。

本书可作为高等学校本、专科非化学化工类专业大学化学实验课程配套教材,也可供职业大学、函授大学、网络学院师生使用。

图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验 / 李泽全,余丹梅主编. —北京:科学出版社,2017
普通高等教育“十一五”国家级规划教材配套教材 普通高等教育“十三五”规划教材

ISBN 978-7-03-054080-5

I. ①大… II. ①李… ②余… 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(2017)第185634号

责任编辑:赵晓霞 周岳峰 / 责任校对:何艳萍
责任印制:霍 兵 / 封面设计:陈 敬

科学出版社 出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

北京市密东印刷有限公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2017年8月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2017年8月第一次印刷 印张:11

字数:255 000

定价:39.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

前 言

实验教学是传授化学知识的重要环节。作为大学化学系列课程的重要组成部分,“大学化学实验”是高等学校非化学化工类专业学生的一门重要基础课程。学习“大学化学实验”不仅可以使学生进一步巩固、扩展和加深对化学基本理论和基本知识的认识和理解,更重要的是能有效地培养学生独立思考、观察、动手、综合分析问题的能力,使学生的自主学习能力和创新能力得到锻炼和提高。

目前我国的高等教育正处于以教育供给侧改革为主线的发展时期。随着数字化技术和网络技术的飞速发展,现代教育工作者不仅关注教学体系和课程内容的改革,更重视互联网、大数据与教育的融合。教材是教学内容和课程体系改革的重要载体。因此,借助互联网与教育的深度融合,实现“互联网+教育”的教育理念和教学新形态,是我国高校教材改革的迫切需要。《大学化学实验》数字化教材正是诞生于这样的时代背景,为实现课程教学的信息化、在线化、功能化,为构建学生个性化成长和自主学习平台奠定了基础。

本书在编写时着重体现了以下几个特点:

- (1) 注重基本原理、基本操作及紧密联系实际;
- (2) 严格贯彻《量和单位》系列国家标准计量;
- (3) 高度重视培养学生的创新思维 and 创新能力;
- (4) 重视实验内容的科学性、应用性、创新性等特点。

为顺应时代的需求,并结合教育部高等学校化学基础课程教学指导委员会拟定的《化学基础课教学基本要求》精神,本书重点做了两方面的工作,一是紧密配合《大学化学》(甘孟瑜、张云怀,科学出版社,2017年)的教学内容,使学生巩固和加深理论知识,培养学生理论联系实际的能力;二是在实验基本知识、基本操作、数据处理和基础实验部分嵌入了20余个数字资源,借助互联网技术实现教材的信息化、立体化,使学生可以随时随地进行学习,实现学习时空的延伸,带给师生全新的体验,同时也使非化学化工类专业高等化学教育迈上新台阶。

全书共6章。第1章是绪论,包括大学化学实验课程的目的和要求,实验室安全守则及“三废”处理,研究性实验的基本要求。以使学生在开始课程学习之前,明确学习的目的和要求,做到心中有数,有的放矢。第2章是基础知识,系统介绍了化学试剂、实验基本操作、常用仪器及使用方法和实验结果的处理,并将这些内容分散到各个具体实验中,学生在完成每个实验的过程中,经反复使用和练习掌握一定的化学实验技能。在实验结果处理中特别增加了实验报告示例,为学生正确规范书写实验报告提供参考。第3章编有16个基本实验,针对重要的基本原理、基本知识都设计了相应的实验。第4章是综合应用及设计实验,共11个,内容设计紧密联系工程技术和热点社会问题,使学生了解和学习运用化学知识解决实际问题的方法。第5章设计了11个开放实验,可供不同年级、不同专业的学生根据自己的兴趣选做,也可供大

学化学开放实验课程使用。第6章主要是为非化学化工类专业高年级学生中对化学实验特别感兴趣的同学设计的研究性实验,也可用于大学化学开放实验课程。

全书由余丹梅负责统稿,由下列人员合作完成:余丹梅(主编,执笔第1章,2.1.1,2.1.2,2.2.6,2.2.7,2.3.7,2.3.8,2.4.4,3.1,3.4,3.15,3.16,4.2,4.7,5.2,5.7,5.11,6.1,6.3及附录),李泽全(主编,执笔2.4.1~2.4.3,3.9,3.10,4.1,4.9,5.1,5.3,5.9,5.10),曹渊(执笔2.3.6,4.3,4.5,4.6,4.8,5.5),徐红(执笔2.2.5,3.3,3.13,3.14,4.4,4.10,5.6),罗平(执笔2.2.1,2.2.2,3.2,3.7,3.8,4.11),胡宝山(执笔2.3.3,2.3.4,5.4,5.8,6.2,6.4),法焕宝(执笔2.2.3,2.3.1,2.3.2,3.5,3.6),罗志勇(执笔2.2.4,2.3.5,3.11,3.12)。

全书由重庆大学化学化工学院陈昌国教授审定,陈教授对本书的编写提出了中肯的意见与建议。本书是重庆大学大学化学教学团队全体教师和实验室工作人员多年教学实践与教学成果的结晶,同时也借鉴了许多兄弟院校的宝贵经验。在此一并致以衷心感谢。最后,特别感谢张晓慧、刘楠、谭云妃和金燕老师为制作实验数字资源做出的贡献!

由于编者经验和水平所限,书中难免存在不当或疏漏之处,恳请读者批评指正。

编 者

2017年5月

目 录

前言

第 1 章 绪论	1
1.1 大学化学实验目的	1
1.2 大学化学实验课程的要求	1
1.3 学生实验规则	2
1.4 实验室安全守则及意外事故的处理	2
1.5 实验室“三废”的处理	3
1.6 研究性实验的基本要求	3
第 2 章 基础知识	5
2.1 化学试剂	5
2.2 实验基本操作	7
2.3 常用仪器及使用方法	22
2.4 实验结果的处理	34
第 3 章 基本实验	43
3.1 摩尔气体常量的测定	43
3.2 化学反应焓变的测定	46
3.3 化学反应速率与活化能	49
3.4 过氧化氢催化分解	52
3.5 乙酸电离常数的测定	56
3.6 电离平衡与沉淀反应	59
3.7 氧化还原与电化学	63
3.8 金属的腐蚀与防腐	66
3.9 铝合金中铁含量的测定(邻二氮菲分光光度法)	68
3.10 空气中氮氧化合物的测定(盐酸萘乙二胺分光光度法)	71
3.11 配合物组成及稳定常数的测定	74
3.12 水质检验	78
3.13 维生素 C 含量的测定	83
3.14 电导率法测定 BaSO_4 的溶度积	86
3.15 胶体电泳速率及双电层 ζ 电势的测定	88
3.16 五水硫酸铜晶体的制备及表征	90
第 4 章 综合应用及设计实验	94
4.1 电抛光	94

4.2 金属电镀	96
4.3 金属铝的阳极氧化及着色	98
4.4 碘盐的制备及检验	100
4.5 蛋白质的沉淀反应及等电点测定	104
4.6 材料的表面处理技术——发蓝、磷化	107
4.7 茶叶中微量元素的鉴定与定量测定	109
4.8 综合设计实验(I)——化学基本原理的应用	113
4.9 综合设计实验(II)——化学平衡及含铬废液的处理	114
4.10 综合设计实验(III)——印刷电路板及废液的回收利用	117
4.11 综合设计实验(IV)——生活中的化学	118
第5章 开放实验	121
5.1 工业用油酸值、碘值、燃点、闪点的测定	121
5.2 氯化物中氯离子含量的测定	126
5.3 煤中主要成分的测定	128
5.4 塑料电镀	132
5.5 食品中微量元素的鉴定	136
5.6 明矾的制备及其单晶的培养	139
5.7 石灰石中钙的测定	142
5.8 凝固点降低法测定尿素相对分子质量	144
5.9 纳米 TiO_2 材料的制备	147
5.10 107 建筑涂料和胶黏剂的制备及应用	148
5.11 废铝箔制备硫酸铝	152
第6章 研究性实验	155
6.1 废弃干电池的回收利用	155
6.2 染发剂中有害成分的测定	156
6.3 植物中色素的分离和提取	158
6.4 离子交换树脂法制备纳米金属氧化物微粒及性质研究	160
主要参考文献	162
附录	163

第1章 绪 论

1.1 大学化学实验目的

化学是一门以实验为基础的自然科学。实验是大学化学课程的重要环节。实验课要达到的目的如下所述:

- (1) 巩固和扩展课堂所学的理论知识, 培养理论联系实际和分析、解决问题的能力。
- (2) 加强化学实验基本操作技能的训练, 初步学会常用仪器的使用, 培养独立动手操作的能力。
- (3) 通过对实验现象的观察、分析, 对测试数据的处理并撰写报告, 培养科学的思维方法。通过自拟实验方案的综合设计实验的训练, 进一步培养独立思考、独立工作的科学实验能力。通过研究性实验, 提高独立完成科学实验的能力。
- (4) 培养严格认真、实事求是的科学态度和准确细致、整齐清洁的良好习惯。

1.2 大学化学实验课程的要求

为保证实验课的质量, 达到实验课的预期目的, 提出以下要求:

1) 课前预习

课前要认真阅读实验教材、有关教科书和参考资料, 查阅有关数据, 明确实验目的和基本原理, 了解实验内容和实验时应注意的问题, 写出实验预习报告。预习报告的内容包括实验题目、实验目的、基本原理、主要步骤及实验记录等。设计实验, 则应自行拟订实验方案、实验步骤, 列出所需仪器药品, 预测实验现象。上课前, 经教师提问, 检查预习报告, 合格者方可进行实验。

2) 认真实验

在教师指导下, 独立进行实验。原则上应按实验教材上提供的方法、步骤及试剂和用量进行; 若提出新的实验方案, 应经教师同意后方可进行实验。实验过程中, 要认真操作、仔细观察、勤于思考, 如实记录实验现象和数据, 得出正确的结论。若发现实验现象与理论不符合, 应尊重实验事实, 并认真分析和检查原因, 或与教师讨论后重做实验。

严格遵守实验室规则, 注意安全。

3) 写好报告

根据实验观察的现象和测试的数据, 写出简明扼要、条理清晰的实验报告。撰写实验报告要有严谨的科学态度, 报告内容要实事求是, 绝不允许编造、修改数据和抄袭报告。实验报告的书写要整齐、清洁, 按时交给指导教师评阅。

1.3 学生实验规则

- (1) 在实验过程中要集中注意力, 认真操作, 仔细观察, 如实记录。
- (2) 保持严肃、安静的实验室气氛, 不得高声谈话、嬉笑打闹。
- (3) 注意安全, 爱护仪器和设备。使用精密仪器应格外小心, 严格按操作规程进行。若发生故障, 要及时报告指导教师。若损坏仪器, 需按规定赔偿。
- (4) 节约试剂, 按实验教材规定用量取用试剂。从试剂瓶中取出的试剂不可再倒回瓶中, 以免带进杂质。取用试剂后立即盖上瓶塞, 切忌张冠李戴污染试剂。试剂瓶应及时放回原处。
- (5) 随时保持实验室和桌面的整洁。火柴梗、废纸屑、金属屑等固体废物应投入废纸篓内, 废液倒入废液缸内, 严禁投入或倒入水槽, 以防堵塞、腐蚀管道。
- (6) 实验完毕, 须将玻璃仪器洗涤干净, 放回原位。清洁并整理好桌面, 打扫干净水槽、地面。检查并关闭电源和水源。
- (7) 实验室的一切物品(仪器、药品等)均不得带离实验室。

1.4 实验室安全守则及意外事故的处理

1) 安全守则

- (1) 加热试管时, 不要将试管口指向自己或他人。不要俯视正在加热的液体, 以免液体溅出, 受到伤害。
- (2) 嗅闻气体时, 应用手轻拂气体, 扇向自己后再嗅。
- (3) 使用酒精灯时, 应随用随点, 不用时盖上灯罩。不要用已点燃的酒精灯去点燃其他酒精灯, 以免酒精溢出而失火。
- (4) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性, 切勿溅在衣服、皮肤上, 尤其勿溅到眼睛内。稀释浓硫酸时, 应将浓硫酸慢慢倒入水中, 而不能将水倒入浓硫酸中, 以免迸溅。
- (5) 乙醚、乙醇、丙酮、苯等有机易燃物质, 存放和使用时必须远离明火, 取用完毕后应立即盖紧瓶盖。
- (6) 会产生刺激性或有毒气体的实验, 应在通风橱内(或通风处)进行。
- (7) 有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物等, 特别是氰化物)不得进入口内或接触伤口, 也不能将有毒药品随便倒入下水管道。
- (8) 实验室内严禁饮食和吸烟。实验完毕, 应洗净双手后, 才可离开实验室。

2) 意外事故的处理

- (1) 若因乙醇、苯或乙醚等引起着火, 应立即用湿布或砂土等扑灭。若遇电器设备着火, 必须先切断电源, 再用泡沫灭火器或四氯化碳灭火器灭火(实验室应备有灭火设备)。
- (2) 若遇烫伤事故, 可用高锰酸钾溶液或苦味酸溶液揩洗灼伤处, 再搽上凡士林或烫伤油膏。

(3) 若眼睛或皮肤上溅到强酸或强碱,应立即用大量水冲洗,然后用碳酸氢钠溶液或硼酸溶液冲洗(若溅在皮肤上,最后还可搽些凡士林)。

(4) 若吸入氯气、氯化氢等气体,可立即吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气以解毒;若吸入硫化氢气体,会感到不适或头晕,应立即到室外呼吸新鲜空气。

(5) 被玻璃割伤时,伤口内若有玻璃碎片,须先挑出,再行消毒、包扎。

(6) 遇有触电事故,首先应切断电源,必要时应进行人工呼吸。

(7) 伤势较重者应立即送医院救治,任何延误都可能使治疗复杂和困难。

1.5 实验室“三废”的处理

在化学实验过程中,产生废液、废渣及废气(俗称“三废”)是不可避免的,如果处理不当就会污染环境而造成公害,因此“三废”处理是非常重要的。

(1) 废气的排放。当有少量废气产生时,实验可以在通风橱中进行,通过通风设备将废气排到室外,利用室外的大气将废气稀释。当会产生大量废气时,实验室应该配备装置来吸收这些废气。例如,酸性气体可以用氢氧化钠水溶液吸收,然后再进行恰当的回收处理;碱性气体可以用酸性水溶液吸收后再回收。

(2) 废液的排放。废酸和废碱溶液经过中和处理,使其 $\text{pH}=6\sim 8$ 才可以排放;含 Cd、Hg、Pb 及 Cr 等重金属离子的废液,须将重金属离子转化成难溶的氢氧化物除去,使其离子含量达到国家标准后方能排放;含有氰化物的废液,可以向其中加入硫酸亚铁,使其生成氰化亚铁沉淀而除去;含砷的废液,可以向其中加入硫化钠,使其生成硫化砷沉淀而除去。

(3) 废渣的处理。因为废渣中有害的可溶成分会溶解于地下水而使水源污染,所以实验产生的废渣应该经过处理后深埋在指定的地点。而且,在处理废渣时应尽量回收其有用成分。

1.6 研究性实验的基本要求

开展研究性实验应完成以下几方面的任务:

1) 查阅文献资料

根据选定的研究项目查阅相关的文献资料,了解项目研究的背景、现状及意义,并收集研究可能涉及的实验方法和分析技术,为设计实验方案做准备。文献资料可以包括科技论文、教科书、各类化学手册、有关部门出版的分析操作规程及中华人民共和国国家标准等。

2) 拟订实验方案

在查阅文献资料的基础上,对收集的资料进行整理、分析和比较,然后拟订出恰当的实验方案,并按实验目的、原理、试剂(需说明规格、浓度及配制方法)、仪器、步骤、处理实验数据的相关计算、分析方法的误差来源及采取的措施、参考文献的顺序,将实验方案撰写成文。

3) 实验方案的审核与完善

将拟订的实验方案提交指导教师审阅。如果方案合理,实验室条件具备,就按设计好的实验方案进行。如果实验室条件不具备,或者方案设计不合理、不完善,教师将退回实验方案。然后,根据教师的建议进行修改或重新设计方案后,再提交老师审阅,待方案设计成熟后方能进行实验。

4) 独立实施和完成实验

独立实施和完成实验时应包括以下几方面内容:①配制实验中涉及的所有试剂;②在实验过程中,要保持规范的操作和良好的实验素养;③实验中要仔细地观察实验现象,及时客观地记录(包括现象、试剂和用量、实验条件、测量数据等),认真地思考、分析和总结;④在实验中,当发现实验方案不完善,或者出现新问题时,应认真思考和分析,找出改进和解决的方法,以便获得预期的实验结果;⑤整理实验结果,完成实验报告。

5) 实验的分析和总结

分析实验所采用的方法、仪器设备、过程及成本,并与文献报道或实验室内课题相同但采用不同方法的同学的实验结果进行比较。了解采取不同的实验方案,在实验条件、仪器设备、能源消耗、环境污染、效率、质量和成本上的差异;了解不同方案在误差来源及消除、分析结果的准确性上的差异,总结提出最佳的实验方案。

6) 撰写小论文

根据研究的结果撰写小论文,建议论文包括:①前言;②实验;③结果与讨论;④结论;⑤参考文献。

第2章 基础知识

2.1 化学试剂

2.1.1 化学试剂的规格及选用

化学试剂是进行化学实验不可缺少的物质，试剂质量的优劣及选用是否恰当，将直接关系到整个实验能否顺利进行及最后实验结果的成败。因此，我们应对化学试剂的规格等级、性能、质量、应用范围等有所了解，以便合理地选用化学试剂，保证化学实验的顺利进行。化学试剂等级规格的划分，各国均不一样，特别是进口试剂。在国外，甚至一个国家内各个厂家的规格等级也常不一致，这就给购买和选用带来一定的困难。按照《中华人民共和国国家标准》(GB)，化学试剂按其纯度分4个等级，具体见表2.1.1。

表 2.1.1 全国统一化学试剂规格等级质量标准

等级 内容	一级品	二级品	三级品	四级品
我国习惯上的等级及其符号	保证试剂(G.R.)	分析试剂(A.R.)	化学纯(C.P.)	实验试剂(L.R.)
质量	纯度很高	纯度较高	纯度不高	纯度较差
使用范围	精确分析及研究用	一般分析及研究用	工业分析及化学实验用	化学实验可用
瓶签标志颜色	绿色	红色	蓝色	黑(黄)色

需要指出的是，化学试剂并非越纯越好，因为级别不同的化学试剂价格相差很大，应选择与实验要求相适应的化学试剂，避免浪费。

2.1.2 试剂的取用

通常，固体试剂装在广口瓶内，液体试剂盛在细口瓶或滴瓶中，见光易分解的试剂(如硝酸银、碘化钾等)应装在棕色试剂瓶内，盛碱液的瓶子不要用玻璃塞，要用橡皮塞或软木塞。所用试剂瓶都应贴有标签，标明试剂的名称和规格。取用时应注意：①不能沾污试剂瓶中的试剂；②要按需取用，杜绝浪费；③不能腐蚀称量工具；④要注意安全。

1) 液体试剂的取用

(1) 从平顶塞试剂瓶中取用试剂时，先取下瓶塞并将其倒放在实验台上，以免沾污。拿试剂瓶时注意让瓶上的标签贴着手心，倒出的试剂应沿试管壁或玻璃棒流入容器(图2.1.1和图2.1.2)，然后缓慢竖起试剂瓶，将瓶塞盖好，并将试剂瓶放回原处。

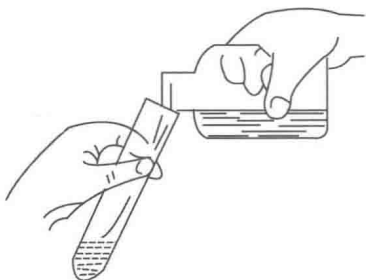


图 2.1.1 向试管中倒液体试剂

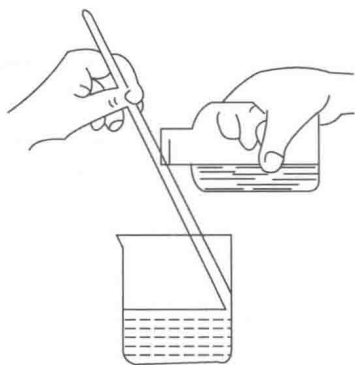


图 2.1.2 向烧杯中倒液体试剂

(2) 从滴瓶中取用试剂时,要用滴瓶中的滴管,不允许用其他滴管。取用时提起滴管,使管口离开液面,用手指捏紧滴管上部的橡皮帽排除空气,再把滴管伸入试剂瓶中吸取试剂。向试管中滴加试剂时,切勿使滴管伸入试管中,以免污染滴管(图 2.1.3)。滴加完毕,应立即将滴管插回原滴瓶内。此时,如果需要估计取用量,可通过计算滴下的滴数来估计,一般 20~25 滴为 1 mL。

(3) 用量筒量取液体时,应左手持量筒,并以大拇指指示所需体积的刻度处,右手持试剂瓶(试剂标签应向手心处),瓶口紧靠量筒口边缘,慢慢注入液体到所指刻度(图 2.1.4)。读取刻度时,视线应与液面在同一水平面上。如果不小心倾出了过多的液体,只能把它弃去或给他人用,不得倒回原瓶。

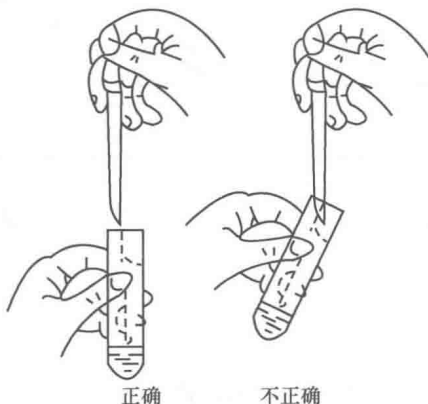


图 2.1.3 往试管中滴加液体



图 2.1.4 用量筒取液体

2) 固体试剂的取用

取用固体试剂一般用牛角匙。牛角匙的两端为大小两个匙,取大量固体试剂时用大匙,取少量固体时用小匙,牛角匙必须干净且应专匙专用。向湿的或口径小的试管中加入固体试剂时,可将试剂放在事先用干净白纸折成的角形纸条上(纸条以能放入试管且长于试管为宜),然后小心送入试管底部,直立试管,再轻轻抽出纸条。

要求称取一定量的固体时,用牛角匙取出的固体应放在纸上或表面皿上,根据要求在台秤或天平上称量。易潮解或具有腐蚀性的固体只能放在玻璃容器中称量。

所有取出的试剂都不能再倒入原试剂瓶中，应放入回收瓶。

应养成用毕即盖好瓶塞或瓶盖并恢复原来位置的好习惯，特别是在多人共用多种试剂时。

2.2 实验基本操作

2.2.1 加热

常用的加热仪器有烧杯、烧瓶、锥形瓶、蒸发皿、坩埚、硬质试管等，而有刻度的仪器、试剂瓶、广口瓶、抽滤瓶、各种容量瓶和表面皿等则不准加热。加热仪器一般不能骤热，加热后也不能立即与潮湿的或过冷的物体接触，以免由于骤热骤冷而破裂。加热液体时，液体的体积一般不应超过容器容积的 $1/3$ ，在加热前必须将容器外壁擦干。

1) 液体的加热

(1) 直接加热：被加热液体在较高温度下稳定又无燃烧危险时，可以将盛有液体的器皿放在石棉网上用酒精灯直接加热。盛有液体的试管也可以直接放在火焰上加热(图 2.2.1)。

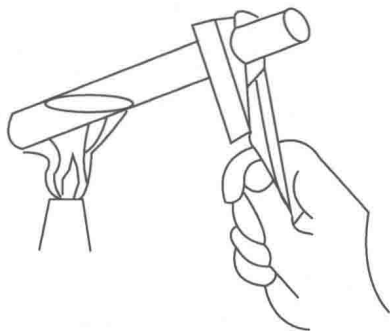


图 2.2.1 加热试管中液体

(2) 水浴、砂浴和油浴间接加热：被加热的物质需要均匀受热时，可根据受热温度不同选用水浴(不超过 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$)、砂浴或油浴(温度高于 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$)间接加热(图 2.2.2、图 2.2.3)。

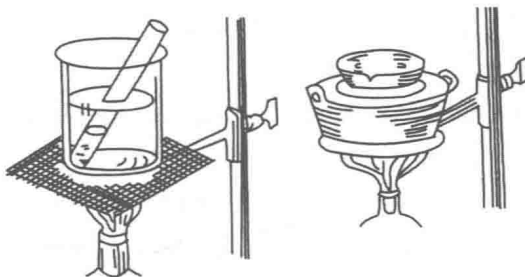


图 2.2.2 水浴加热

对于低沸点易燃物质如乙醇、乙醚、丙酮等，必须用水浴加热。用水浴加热时，水浴

锅内盛水量不要超过其容量的 $2/3$ ，加热过程中要注意补充水，切勿烧干。

2) 固体的加热

(1) 在试管中加热：当需要加热少量固体时，可用试管直接加热。为避免凝结在试管口的水珠回流至灼热的管底，使试管炸裂，应将试管口向下倾斜，如图 2.2.4 所示。

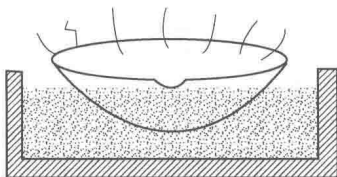


图 2.2.3 砂浴加热

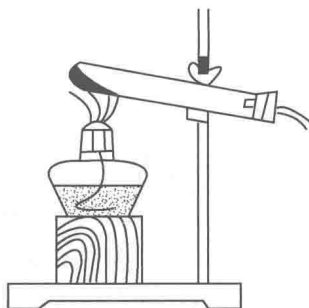


图 2.2.4 加热试管中的固体

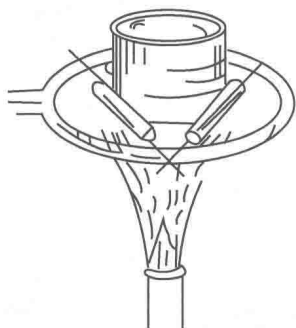


图 2.2.5 坩埚的灼烧

(2) 在坩埚中灼烧：当需要高温加热固体时，可将固体放在坩埚中灼烧(图 2.2.5)。用酒精灯的氧化焰加热坩埚，不要让还原焰接触坩埚底部，以免结成炭黑。开始加热时，火不要太大，应先使坩埚均匀受热，然后逐渐加大火焰，灼烧完毕，用坩埚钳夹取坩埚。当坩埚处于高温时，须将坩埚钳尖端在火焰中预热后方能夹取坩埚。坩埚钳用后应将其尖嘴向上平放在石棉网上或干燥器中。

2.2.2 玻璃仪器的洗涤和干燥

化学实验经常使用各种玻璃仪器，而这些仪器干净与否，往往会影响实验结果的准确性。因此，实验前首先应将仪器洗涤干净，实验后也应立即洗净。洗涤玻璃仪器的方法很多，应根据实验要求、污物的性质和污染的程度选择适宜的洗涤方法。

1) 一般污物的洗涤方法

(1) 用水刷洗：可以洗去可溶性物质和附着在仪器上的尘土及不溶性物质。对于试管、烧杯、锥形瓶、量筒等口径较大的仪器，可先向其中注入少量水，选用大小合适的毛刷刷洗，然后用水冲洗。如将水倾出后，内壁能被水均匀润湿而不黏附水珠，即算洗净。最后用蒸馏水冲洗 2~3 次即可。

(2) 用合成洗涤剂刷洗：如仪器沾有油污或其他污迹，可用刷子蘸少量洗涤剂刷洗，再用自来水冲洗干净，最后用蒸馏水冲洗 2~3 次。

用毛刷洗涤试管时，须注意毛刷顶端的毛必须顺着伸入试管，并用食指抵住试管底部，以免穿破试管。另外，应一支一支地洗，不可同时洗涤多支试管。

(3) 用洗液洗：精确定量实验对仪器的洁净程度要求更高，或所用容量仪器形状特殊时，不宜用洗涤剂刷洗，常用洗液洗涤。常用的铬酸洗液是将 10 g $K_2Cr_2O_7$ 溶于 30 mL 热水中，冷却后加浓 H_2SO_4 至 200 mL。这种洗液具有很强的氧化性和去污能力。洗涤仪器

时,先向仪器中注入少量洗液,然后将仪器倾斜并缓慢转动,使仪器内壁全部被洗液浸润,稍后将洗液倒回原瓶(不可倒入水池或废液桶,铬酸洗液变成暗绿色失效后可另外回收再生使用),再用自来水将仪器壁上残留的洗液洗去,最后用蒸馏水冲洗2~3次。

铬的化合物有毒,用洗液洗涤过的容器表面常残留微量的含铬化合物。因此,近年来建议用王水洗涤仪器,效果很好。但王水不稳定,应现用现配(1体积浓 HNO_3 和3体积浓 HCl 混合)。

2) 特殊污物的洗涤方法

某些污物用常规的方法不能洗涤除去,则可通过化学反应将黏附在器壁上的物质转化为水溶性物质。例如,铁盐引起的黄色污物可加入稀硼酸或稀硝酸浸泡片刻除去;接触、盛放高锰酸钾后的容器可用草酸溶液淌洗(沾在手上的高锰酸钾也可同样清洗);沾在器壁上的二氧化锰用浓盐酸处理使之溶解;沾有碘时,可用碘化钾溶液浸泡片刻,或加入稀的氢氧化钠溶液温热之,或用硫代硫酸钠溶液除去;银镜反应后黏附的银或有铜附着时,可加入稀硝酸,必要时可稍微加热,以促进溶解。

用自来水洗净的仪器,还需要用蒸馏水或去离子水淋洗2~3次,洗净的玻璃仪器壁上不能挂有水珠。

3) 玻璃仪器的干燥

实验中经常要用到的仪器应在每次实验完毕后洗净、干燥备用。不同实验对干燥有不同要求,一般定量分析用的烧杯、锥形瓶等仪器洗净即可使用,而很多用于食品分析的仪器要求干燥,应根据不同要求进行仪器的干燥。

(1) 晾干:不急用的仪器可在蒸馏水冲洗后在无尘处倒置控去水分,然后自然干燥。

(2) 烘干:洗净的仪器控去水分,放在烘箱内烘干,烘箱温度为 $105\sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$,烘1 h左右,也可放在红外干燥箱中烘干。此方法适用于一般仪器。称量瓶烘干后要放在干燥器中冷却保存。带实心玻璃的仪器及壁厚的仪器在烘干时要注意慢慢升温并且温度不可过高,以免破裂,量器不可以放入烘箱中烘干。

硬质试管可用酒精灯加热烘干,要从底部烘起,把管口向下,以免水珠倒流使试管炸裂,烘到无水珠后把试管口向上赶净水汽。

(3) 热(冷)风吹干:对于急于干燥的仪器或不适合放于烘箱的较大的仪器可用吹干的办法。通常用少量乙醇、丙酮(或最后再用乙醚)倒入已经控去水分的仪器中摇洗,然后用电风吹,开始用冷风吹1~2 min,当大部分溶剂挥发后吹入热风至完全干燥,再用冷风吹去残余蒸气,不使其冷凝在容器内。

2.2.3 溶液的配制及浓度标定

通常,在开始实验前需要配制一种或多种溶液,这些溶液可以分为一般溶液和标准溶液两类。

1) 溶液的配制

对于一般溶液,如果是用固体试剂来配制,则要先计算出所需固体试剂的质量。然后用台秤或天平准确称量,并放入烧杯中用少量溶剂(常用蒸馏水)溶解,待固体试剂完全溶解,稀释至所需体积,最后移至试剂瓶中,贴上标签备用。如果固体试剂溶解时释

放热量, 或者为了促进溶解进行了加热处理, 则必须等溶液冷却后才能进行稀释。另外, 如果固体试剂易于水解, 配制溶液时需要加入适量的酸或碱抑制水解。而易于氧化或还原的试剂, 需要采取适当的措施防止氧化或还原。当溶液的配制需要用液体试剂或浓溶液时, 首先要根据液体的密度或浓溶液的浓度, 计算出配制一定体积和浓度的溶液所需要的液体或浓溶液的体积, 然后用量筒或移液管准确量取, 放入烧杯中加入溶剂稀释至所需体积, 搅拌均匀。如果稀释过程中伴有放热现象, 则需要等溶液冷却至室温后, 才能移入试剂瓶中备用。

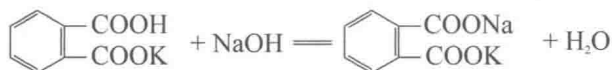
2) 标准溶液的配制及浓度标定

标准溶液是已知确定主体物质浓度或其他特性量值的溶液。常用的标准溶液有滴定分析用标准溶液、仪器分析用标准溶液和 pH 测量用标准溶液。标准溶液的配制方法主要有以下两种。

(1) 直接配制法: 准确称取一定质量的物质放入烧杯中, 待其完全溶解后转入容量瓶中, 加溶剂稀释至刻度, 摇匀。根据所称取物质的质量和容量瓶的体积即可计算该标准溶液的准确浓度。只有基准物质才能采用直接法配制标准溶液。基准物是已知确定一种或几种特性, 用于校准测量器具、评价测量方法或确定材料特性量值的物质。作为基准物的试剂必须满足: ①实际组成与化学式完全相符; ②纯度高(大于 99.9%); ③性质稳定; ④参加化学反应时, 应按化学方程式进行, 没有副反应。

因此, 常用化学试剂中能用作基准物的并不多。

(2) 间接配制法: 对于大多数非基准物的化学试剂, 不宜采用直接法配制标准溶液, 而要用间接的方法, 即先配制成近似所需浓度的溶液, 再用基准物或已知浓度的标准溶液来确定其准确浓度, 这样的操作称为标定。所以, 配制标准溶液的间接法也称标定法。例如, 配制浓度在 0.1 mol/L 左右的 NaOH 标准溶液, 可先配制 0.1 mol/L 的 NaOH 溶液, 然后准确称取适量的基准物邻苯二甲酸氢钾, 加水溶解, 以酚酞为指示剂, 用 NaOH 溶液滴定至终点, 其反应为



根据基准物的质量和消耗的 NaOH 溶液的体积, 利用下式可计算出 NaOH 溶液的准确浓度。

$$c(\text{NaOH}) = \frac{W_{\text{基}} / M_{\text{基}}}{V(\text{NaOH})}$$

式中, 浓度的单位是 mol/L, 体积的单位是 L, 质量的单位是 g, 摩尔质量的单位是 g/mol。

3) 容量瓶、滴定管、移液管的洗涤和使用

除量筒外, 常用的量器还有容量瓶、滴定管和移液管等。量筒只能用来量取对体积不需十分精确的液体, 而容量瓶、滴定管和移液管则有较高的精确度, 容积在 100 mL 以下的这些量器的精确限度一般可到 0.01 mL。

(1) 容量瓶: 主要是用来精确地配制一定体积和一定浓度的溶液的量器。如果是用浓溶液(尤其是浓硫酸)配制稀溶液, 应先在烧杯中加入少量去离子水, 将一定体积的浓溶液沿玻璃棒分数次慢慢地注入去离子水中, 每次加入浓溶液后, 应搅拌之; 如果是用固体溶质配制溶液,