

无机化学实验

(供药学类专业用)

主 编 林德昌(第二军医大学)
编 者 吴志勤(复旦大学药学院)
周长江(第二军医大学)
任宏斌(第二军医大学)
主 审 宋纯义(复旦大学药学院)
参 审 魏 红(第二军医大学)

第二军医大学出版社

内 容 提 要

本书可作为高等医药院校药学类卫生部规划教材《无机化学》的配套实验教材使用。全书共分三个部分:第一部分介绍了与实验有关的基础知识;第二部分共编入了 30 个实验;第三部分收录了实验中常用的一些数据。

本教材融入了编者多年的教学经验和教改成果,不仅注重理论联系实际和化学实验技能在医药卫生领域中的应用,而且特别注重学生综合能力的培养,在内容编排上由浅入深,由易到难;在编写形式上力求少一些验证式、注入式,多一些研究式、启发式,以加强对学生学习能力、动手能力、创新能力及分析和解决问题能力的培养。

本书可作为药学、医技、检验等专业的本、专科学生的无机化学实验教材,也可作为相关专业的中专、职校和技校等学生学习无机化学实验之用。

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/林德昌主编.-上海:第二军医大学出版社,2000.10

ISBN 7-81060-106-7

无... .林... 无机化学-化学实验-高等学校-教材 .061-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2000)第 40767 号

无 机 化 学 实 验

主 编:林德昌

责任编辑:尹 茶

第二军医大学出版社出版发行

(上海翔殷路 800 号 邮政编码:200433)

全国各地新华书店经销

上海长阳印刷厂印刷

开本:787×1092 1/16 印张:6.5 字数:156 000

2000 年 10 月第 1 版 2000 年 10 月第 1 次印刷

印数:1~4 000 册

ISBN 7-81060-106-7/O·001

定价:10.00 元

编写说明

本书由第二军医大学药学院无机化学教研室和复旦大学药学院药物分析教研室共同编写而成,可作为高等医药院校药学类卫生部规划教材《无机化学》的配套实验教材使用,既可作为药学、医技、检验等专业本、专科学生的实验教材,也可作为相关专业中专、职校和技校等师生的实验用书。

无机化学实验是无机化学教学的重要环节,通过实验学生可在获得对物质变化的感性认识的同时,加深对理论知识的理解;通过实验可规范地掌握无机化学实验的基本操作和基本技能,掌握常数的测定、无机物性质实验及无机定性分析的一般方法,以及无机物的制备、分离和提纯的一般方法;在实验过程中学习观察、记录和解释实验现象,处理实验数据,完成实验报告,培养一丝不苟、严谨、求实的科学作风,以及综合运用知识分析和解决问题的能力等。

本书分三个部分,第一部分为无机化学实验基础,主要介绍无机化学实验课的基本知识、常用仪器基本操作及基本技能等;第二部分为实验内容,共编写了 30 个实验,包括基本操作、无机物的制备、常数测定、元素及其化合物的性质和常见离子混合溶液的定性分析等;第三部分为附录,收录了常用的一些数据和有关资料,以便于在学习中查阅。

本书在指导思想注重理论联系实际,包括了化学原理和实验技术在生物医药方面的一些应用,融入了我们多年的教学经验和教改成果,体现了既传授知识又培养能力的教学思想和教改意图,以适应现代药学教育重素质教育、重创新能力培养的趋势。本书在内容编排上由浅入深,由易到难,既有传统的无机化学实验以加强基本操作、基本技能的训练,又有综合性较强、有一定难度的实验以满足不同层次的教学需求;在编写形式上力求文字流畅,便于自学,力求少一些验证式、注入式,多一些研究式、讨论式和启发式,以调动学生的主观能动性,体现能力培养、素质教育的教改宗旨。因此,本教材最显著的特点是打破了以往教材中对实验的各个方面从头至尾逐一叙述的格式,而是根据实验内容的难度变化和实现三期训练能力的培养目标的要求来安排。前期实验原理、步骤都给予详细叙述,目的是加强基础训练和规范基本操作;中期对实验原理、步骤的叙述相对简略,目的是给学生提供一些思考的空间;后期的实验,原理、步骤则大多不予列出或只给予简要提示,要求学生通过课前预习自行设计并通过实验加以验证,目的是培养学生查阅文献、自学及综合运用知识解决问题的能力。本书中的综合性及研究性实验为选做实验,可视实验教学需要选择。

本书由林德昌、吴志勤、周长江和任宏斌编写,由宋纯义和魏红审定。由于编者水平有限,书中难免有不妥和错误之处,敬请读者批评指正。

编者

2000 年 6 月

目 录

第一部分 无机化学实验基础

基本知识	(1)
一、无机化学实验课的目的	(1)
二、无机化学实验课的学习方法	(1)
三、实验规则	(2)
四、实验室的安全	(2)
(一) 安全守则	(2)
(二) 意外事故的紧急处理	(3)
常用仪器	(3)
一、简介	(3)
二、洗涤和干燥	(7)
(一) 仪器的洗涤	(7)
(二) 仪器的干燥	(8)
三、使用方法	(8)
(一) 煤气灯	(8)
(二) 托盘天平	(9)
(三) 温度计	(9)
基本操作	(10)
一、玻璃管(棒)的简单加工	(10)
(一) 截断玻管(棒)	(10)
(二) 弯曲玻管	(10)
(三) 玻管拉细	(11)
二、试剂的取用	(11)
(一) 固体试剂的取用	(11)
(二) 液体试剂的取用	(12)
(三) 量筒的使用	(12)
(四) 移液管和吸量管的使用	(13)
(五) 容量瓶的使用	(13)
(六) 滴定管的使用	(14)
三、试纸的使用	(16)
四、加热、蒸发与浓缩	(16)
(一) 加热	(16)

(二) 蒸发与浓缩	(17)
五、结晶和重结晶	(17)
六、固液分离	(18)
(一) 倾析法	(18)
(二) 过滤法	(18)
(三) 离心分离	(19)
七、半微量定性分析	(20)
基本技能	(21)
一、纳氏比色管的使用	(21)
二、分光光度计的使用	(21)
三、pH 计的使用	(22)
(一) pHB-4 型便携式酸度计	(22)
(二) Orion 828 型 pH 测试仪	(23)
四、有效数字、误差及实验数据的处理	(24)
(一) 有效数字及其有关规则	(24)
(二) 误差	(25)
(三) 实验数据图解法	(25)
实验报告的格式示例	(26)
一、制备实验	(26)
二、常数测定实验	(27)
三、性质实验	(28)
四、定性分析实验	(29)

第二部分 实验内容

基本操作练习实验	(30)
实验一 仪器洗涤、玻工操作及溶液的配制	(30)
实验二 五水硫酸铜的制备及粗硫酸铜的提纯	(31)
实验三 药用氯化钠的制备及杂质限度检验	(32)
实验四 葡萄糖酸锌(亚铁)的制备	(34)
无机化学基本原理实验	(35)
实验五 稀溶液的依数性	(35)
实验六 缓冲溶液及盐类水解	(37)
实验七 难溶电解质	(39)
实验八 氧化还原反应	(40)
实验九 配位化合物	(43)
实验十 化学反应焓变的测定	(45)
实验十一 反应速率和速率常数的测定	(47)
实验十二 醋酸电离常数和电离度的测定	(51)

实验十三 碘酸铜溶度积常数的测定	(53)
实验十四 银氨配离子配位数及稳定常数的测定	(54)
元素化学及半微量定性分析实验	(56)
实验十五 卤素和氧、硫	(56)
实验十六 氮、磷、碳、硼	(60)
实验十七 砷分族、锡、铅、铝	(61)
实验十八 碱金属与碱土金属	(63)
实验十九 铬、锰、铁、钴、镍	(64)
实验二十 铜、银、锌、汞	(66)
实验二十一 阴离子混合溶液的分析	(68)
实验二十二 已知阳离子混合溶液的分析	(69)
实验二十三 未知阳离子混合溶液的分析	(70)
实验二十四 简单无机物的分析	(71)
综合性及研究性实验	(73)
实验二十五 醋酸亚铬的制备	(73)
实验二十六 钴-甘氨酸配合物的合成及异构现象	(74)
实验二十七 叶绿素的分离及有关性质的研究	(76)
实验二十八 从废定影液中回收金属银	(77)
实验二十九 高锰酸钾的制备	(78)
实验三十 活性氧化锌的制备	(79)

第三部分 附录

一、常用酸、碱的相对密度、质量分数、质量浓度和物质的量浓度	(81)
二、一些弱酸、弱碱在水中的电离常数	(82)
三、一些难溶化合物的溶度积	(82)
四、一些配离子的稳定常数	(83)
五、常用酸碱指示剂的变色范围及颜色	(84)
六、常用标准电极电势表	(84)
七、各种盐类溶解情况表	(86)
八、20 种常见阴离子初步试验分组	(88)
九、常见阳离子初步试验分组	(89)
十、常见阴、阳离子的鉴定反应	(90)

第一部分 无机化学实验基础

. 基本知识

一、无机化学实验课的目的

无机化学实验课的主要目的是:通过仔细观察实验现象,直接获得化学感性认识,巩固和扩大课堂中获得的理论知识;正确掌握无机化学实验的基本操作和技能,正确使用常见仪器;培养实事求是的科学态度和独立思考、独立分析问题和解决问题的能力,为学习后继课程及将来参加生产、科研实践打下基础。

二、无机化学实验课的学习方法

为了达到上述目的,不仅要有正确的学习态度,还要有正确的学习方法,学习无机化学实验的一般方法如下:

1. 预习

(1)认真阅读实验教材和教科书的有关内容,必要时查阅有关参考资料;

(2)明确实验目的,透彻理解实验原理,熟悉实验的内容、步骤,对实验过程中的注意事项做到心中有数;

(3)预习或复习相关的基本操作及仪器使用;

(4)完成预习报告(可参考实验报告格式示例部分)。

2. 讨论

(1)实验前以提问和讲解相结合的方式,师生共同讨论,明确实验原理,操作要点及注意事项等问题;

(2)教师或学生示范操作,使基本操作规范化;

(3)实验后,可根据需要组织学生讨论,加强对实验现象的理解。

3. 实验

(1)按拟定的实验内容独立操作,严格按照要求取用试剂,注意仔细观察现象,认真测定数据,边实验,边思考,并及时如实记录;

(2)在实验中深入思考,如对实验现象或结果有怀疑,首先应在尊重实验事实的基础上加以分析和检查原因,同时可做对照实验、空白实验或自行设计实验进行核对。如经思考和实验仍得不出正确答案时,可与指导教师讨论,决不能主观臆断或按理论结果随意修改实验记录和数据;

(3)实验完毕,应自觉清洗、整理好仪器和试剂,擦净实验台面,检查水、电、煤气开关是否关好,将实验记录交指导教师审阅。

4. 实验报告

实验报告应写得简明扼要,结论明确,书写整洁。实验报告一般包括以下几部分:

(1)实验名称,实验日期,如非独立完成的实验,应注明合作者;

(2)实验目的;

- (3)实验原理;
- (4)实验步骤(尽量以简图、表格、化学式、符号等表示);
- (5)实验现象的记录及其解释,或实验数据的测定及其处理;
- (6)实验总结与讨论。

无机化学实验大致可分为无机物制备、常数测定、性质实验和定性分析实验四种类型,请参考后文中介绍的几种报告格式。

三、实验规则

(1)实验前认真预习并做好预习报告,经教师检查通过后开始实验。未预习者,不得进行实验;

(2)听从教师指导,严守安全守则;

(3)遵守纪律,保持肃静,规范操作,细致观察,如实记录实验现象和数据,不得涂改和伪造;

(4)爱护公物,节约使用水、电、煤气和药品试剂;实验前若发现有仪器破损短缺应及时报告;实验中应按教师提出的注意事项及操作说明小心使用仪器和实验设备,如有仪器破损,应及时报告,登记后领取,并按规定赔偿;

(5)保持室内、台面整洁,废纸、火柴梗、碎玻璃等应放入烧杯或其他回收容器内,实验结束后倒入指定的垃圾桶,切不可丢入水槽,以免水槽堵塞;剧毒或腐蚀性废液应倒入指定的废液缸后统一处理,产生有毒气体的实验应在通风橱中进行;

(6)公用仪器及药品等应就地使用,不准拿走、移动;取用试剂时,应注意滴管、移液管等不可混用,以免药品试剂被污染;

(7)实验完毕后,应将器皿刷洗干净,放回原位,整理好药品试剂,擦净实验台面,清理水槽,最后检查水、电、煤气等的开关是否关好,经教师同意后方可离开实验室。实验报告一般在课堂上完成,部分难以当堂完成的实验报告由教师另定时间交纳。值日生负责打扫整个实验室,并协助教师做好实验室的安全检查工作。

四、实验室的安全

化学药品多是易燃、易爆、有腐蚀性或有毒的物质,如果不严格遵守操作规程,就有可能造成烫伤、烧伤、失火和中毒等事故。因此,参加实验的每个同学必须在思想上十分重视安全问题,应在实验前充分了解实验过程中的安全注意事项,在实验时集中注意力,严格遵守操作规程,以避免事故的发生。若发生意外事故,应立即进行紧急处置。

(一)安全守则

(1)一切易燃易爆物质(如酒精、乙醚、丙酮、苯等)的操作都要在远离火源的地方进行;

(2)有毒、有刺激性气体的实验要在通风橱内进行,若需借助嗅觉判别少量气体时,不可将鼻子对着瓶口或管口,而应用手轻拂,仅使少量气体进入鼻内;

(3)加热或浓缩液体时要十分小心,不能俯视正被加热的液体,进行加热时试管管口不可指向自己或别人;

(4)浓酸、浓碱具有强腐蚀性,在使用时注意不要溅在皮肤和衣服上,特别要注意保护眼睛;稀释浓 H_2SO_4 时,应在不断搅动下将浓 H_2SO_4 慢慢注入水中,切不可将水倒入浓硫酸中,以免出现局部过热使浓酸溅出引起烧伤;

(5)未经许可不得随意进行化学实验或随便混合化学试剂;仪器和药品不得带出实验室;

- (6)实验室内严禁饮食、抽烟;严格预防有毒药品(如重铬酸盐、钡盐、铅盐、砷化合物、汞及其化合物和氰化物等)入口或接触伤口;剩余废液不允许随便倒入下水道,应回收后集中处理;
- (7)不能用湿手操作电器设备,以防触电;
- (8)实验完毕后,应将实验台整理干净,洗净双手,确定水、电、煤气开关和门窗都关好后方可离开实验室。

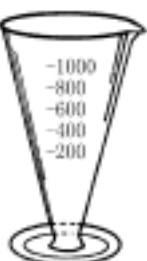
(二)意外事故的紧急处理

- 1 .烫伤 轻度烫伤可立即用冷水冲洗或浸泡伤处,然后在烫伤处搽上苦味酸或高锰酸钾溶液,再涂上烫伤药膏(如 ZnO 药膏、万花油、凡士林、京万红等)。
- 2 .强酸腐蚀伤 先用大量自来水冲洗伤处,再涂上 NaHCO₃ 油膏,如眼睛受伤,应立即用大量水冲洗,再用 NaHCO₃ 和蒸馏水冲洗,然后送医院治疗。
- 3 .浓碱腐蚀伤 先用大量水冲洗,再用硼酸饱和溶液或醋酸溶液冲洗,如皮肤受伤可再涂凡士林,如眼睛受伤则应在冲洗后立即送医院治疗。
- 4 .割伤 如伤口较浅、较小,可先将伤口擦净,伤口内若有玻璃碎片等异物应取出,然后涂上 PVP 碘或红药水,并用无菌纱布包扎。伤口较大、较深或流血不止时,应以无菌纱布压迫包扎后,立即送医院救治。
- 5 .吸入有毒气体 如误吸入氯气、氯化氢等有毒气体,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气解毒;误吸入硫化氢而感到不适时,立即到室外呼吸新鲜空气。
- 6 .起火 发现起火时切勿惊慌,应根据着火的不同情况采取不同的灭火措施:一般小火可用湿布或细沙土覆盖扑灭;如火势较大,立即用四氯化碳灭火器或 CO₂ 泡沫灭火器扑救;如是电气设备起火,应立即切断电源,并用四氯化碳灭火器或干粉灭火器灭火;有机试剂、能与水发生剧烈反应的某些药品(如金属钠)以及电气设备起火时,切不可用水灭火。
- 7 .触电 立即切断电源,必要时用人工呼吸等急救措施抢救触电者。

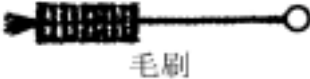
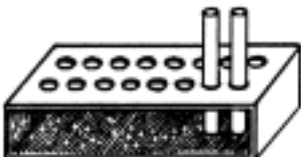
常用仪器

- 一、简介
- 无机化学实验中常用仪器的规格、主要用途及注意事项见表 1。

表 1 无机化学实验常用仪器			
仪 器	规 格	主 要 用 途	注 意 事 项
 试管	分硬质试管、软质试管,有刻度、无刻度等;无刻度试管一般以管口直径(mm)×长度(mm)表示,如 10 × 100、15 × 150 等;有刻度试管按容量表示,如 5 ml、10 ml、15 ml 等	少量试剂的反应器,便于操作和观察;收集少量气体的容器;具支试管可用于装配气体发生器、洗气装置和检验气体产物	可直接用火加热,当需加强热时要选用硬质试管;加热后不能骤冷(特别是软质试管),否则容易破裂;盛试液一般不超过试管的 1/3 ~ 1/2

仪 器	规 格	主 要 用 途	注 意 事 项
 离心试管	分有刻度和无刻度 2 种;有刻度的以容量表示,如 5 ml、10 ml、15 ml 等	用作少量试剂的反应器,还可用于沉淀的分离	不可直接加热,只能用水浴加热;把离心试管插入离心机的套管内进行离心分离时应注意受力平衡,取出时要用镊子
 烧杯	分硬质、软质、有刻度、无刻度;以容量大小表示,如 50 ml、100 ml、250 ml、500 ml、1000 ml 等	作反应器,反应物易混和均匀;配制溶液;物质的加热溶解;蒸发溶剂或从溶液中析出晶体、沉淀	加热前要将烧杯外壁擦干,加热时下垫石棉网使受热均匀;反应液体不得超过烧杯容量的 $\frac{2}{3}$,以免液体外溢
 锥形瓶	分有塞、无塞;按容量表示,如 50 ml、100 ml、1000 ml 等	作反应器,振荡方便,适用于滴定反应;装配气体发生器	盛液不宜太多,以免振荡时溅出;加热时下垫石棉网或置于水浴中
 容量瓶	按颜色分棕色和无色两种;以刻度以下的容量大小表示并注明温度,如 50 ml、100 ml、250 ml、500 ml 等	配制标准溶液、配制试样溶液或作溶液的定量稀释	不能加热;磨口瓶塞是配套的,不能互换(也有配塑料塞的);不能代替试剂瓶用于存放溶液
 量杯  量筒	按能够量出的最大容量表示,如 10 ml、50 ml、100 ml、500 ml 等	量取液体	不能加热,不能用作反应容器,不能用作配制溶液或稀释酸、碱的容器;不可量热的液体
 滴瓶  细口瓶  广口瓶	按颜色分无色、棕色,按瓶口大小分细口瓶、广口瓶;瓶口上沿磨砂而不带塞的广口瓶叫集气瓶;按容量表示,如 60 ml、125 ml、250 ml 等	滴瓶、细口瓶用于盛放液体试剂;广口瓶盛放固体试剂;棕色瓶盛放见光易分解或不太稳定的试剂;不带塞子的广口瓶可作集气瓶	滴管及瓶塞均不得互换;盛放碱液时,细口瓶要用橡皮塞,滴瓶要改用套有滴管的橡皮塞;浓酸、浓碱或其他会腐蚀胶头的试剂(如溴等)不能长期存放在滴瓶中;具有磨口塞的试剂瓶不用时洗净后在磨口处垫上纸条

仪 器	规 格	主 要 用 途	注 意 事 项
	吸量管有分刻度,按刻度的最大标度表示,如 1 ml、2 ml、5 ml、10 ml 等	用于精确移取一定体积的液体	用前先以少量要移取的液体润洗 3 次;一般吸量管残留的最后一滴液体不要吹出,但管壁刻有“吹”字的完全流出式吸量管例外
	普通漏斗按口径大小表示,如 40 mm、60 mm;漏斗的锥形底角为 60°	用于过滤或往口径小的容器里注入液体	不能用火直接加热
	布氏漏斗为瓷质,以直径大小表示;吸滤瓶为玻璃制品,以容量大小表示,如 250 ml、500 ml 等	两者配套用于无机制备中晶体或沉淀的减压过滤	不能直接加热;滤纸要略小于漏斗的内径,但又要底部小孔全部盖住,以免漏滤;先抽气,后过滤,停止过滤时要先放气,后关泵
	以口径大小表示,如 60 mm、80 mm、95 mm,也有以容量大小表示的;常用的为瓷质制品	用于溶液蒸发、浓缩或结晶,根据液体性质不同可选用不同质地的蒸发皿	能耐高温,但不能骤冷;蒸发溶液时,一般放在石棉网上加热,以使受热均匀,也可直接用火加热
	以直径大小表示,如 45 mm、65 mm、75 mm、90 mm 等	盖在烧杯上以防液体在加热时迸溅或晾干晶体等	不能用火直接加热
	以容积 (ml) 表示,有瓷、石英、铁、镍或铂等不同质地	用于灼烧固体,随固体性质不同可选用不同质地的坩埚	可直接用火灼烧,耐高温,但不宜骤冷;灼热的坩埚不要直接放在桌上(可放在石棉网上)
	由铁丝编成,中间涂有石棉,有大、小之分	加热时,垫上石棉网能使受热物体均匀受热,不致造成局部过热;还可支承受热容器	不能与水接触,以免石棉脱落或铁丝锈蚀

仪 器	规 格	主 要 用 途	注 意 事 项
 药匙	由牛角或塑料制成	取固体药品时用,药匙两端各有一个勺,一大一小,可根据取药量大小选用	大小的选择应以盛取试剂后能放进容器口为准;取用一种药品后,必须洗净并用滤纸擦干药匙后才能取用另一种药品
 试管夹	有木制和金属制品	用于加热时夹持试管	夹在试管上端(离管口约 2 cm 处);要从试管底部套上或取下试管夹,不得横着套进套出;加热时手握试管夹的长柄,不要同时握住长柄和短柄,注意不要烧损
 坩埚钳	铁或钢合金制品,表面常镀镍或铬	在灼烧或加热坩埚时,用于夹持热的坩埚	不要和化学药品接触,以免腐蚀;放置时应将钳的尖端向上,以免沾污;使用铂坩埚时,所选用的坩埚钳的尖端要包有铂片
 毛刷	以洗刷对象的名称表示,如试管刷、瓶刷、滴定管刷等	用于洗刷玻璃器皿	应小心刷子顶端的铁丝不要捅破玻璃器皿底部
 泥三角	由铁丝弯成,套有瓷管	放置灼烧时坩埚	
 试管架	有木质、铝质、塑料等制品,有不同的形状	放置试管	
 单爪夹 铁圈 铁架台	铁制品,铁夹也有铝制的,夹口常套橡皮或塑料;铁圈以直径大小表示,如 6 cm、9 cm、12 cm 等	装配仪器时,用于固定仪器;铁圈还可代替漏斗架使用	仪器固定在铁架台上时,仪器和铁架台的重心应落在铁架台底盘中心;用铁夹夹持玻璃仪器时,不宜过紧,以免碎裂

仪 器	规 格	主 要 用 途	注 意 事 项
 漏斗架	木制,有螺丝可固定于铁架台或木架之上	过滤时支持漏斗	可活动的有孔板不能倒放
 三角架	铁制品,有大小、高低之分;圆圈直径为 50 mm、80 mm	支承较大或较重的加热容器	

二、洗涤和干燥

(一) 仪器的洗涤

为使实验结果正确,所用实验仪器必须十分干净。仪器上附着的污物一般有可溶性物质、尘土、不溶性物质、有机物和油污等几种。洗涤仪器时,应根据实验的要求、污物的性质和仪器被沾污的程度等选用适当的方法洗涤。

1. 用水刷洗 先将仪器用水淋湿,再用毛刷刷洗,可除去可溶物、尘土和不溶物。最后用少量蒸馏水荡洗 2~3 次,可除去自来水带来的钙、镁、铁、氯等离子污染。但此法无法洗去有机物和油污。

2. 用洗涤剂刷洗 先用水将仪器润湿或注入少量水,加入适量洗涤剂(去污粉、洗衣粉或洗洁精等),后选用大小合适的毛刷反复刷洗,再用自来水冲洗干净,最后用蒸馏水荡洗 2~3 次。此法可除去有机物和油污。

3. 用铬酸洗液洗 铬酸洗液由重铬酸钾和浓硫酸配制而成,配制方法是:称取 5 g 重铬酸钾加于 10 ml 水中,加热溶解,冷却后在不断搅拌下缓缓加入 90 ml 浓硫酸。铬酸洗液呈深红棕色,具有强氧化性,对有机物和油污的去污能力极强,主要用于洗涤定量实验所用的一些口径较小的仪器(如滴定管、移液管、容量瓶等)、形状特殊的仪器或沾污严重、用上述方法不能洗净的仪器。

用洗液洗涤时,先向仪器中加入少量洗液,倾斜仪器并慢慢转动使其内壁全部为洗液润湿,稍等片刻,将洗液倒回原瓶中,用自来水将仪器冲洗干净,再用蒸馏水荡洗 2~3 次。若用洗液将仪器浸泡一段时间或用热洗液洗涤,去污效率更高。

以铬酸洗液洗涤仪器时应注意以下几个问题: 洗液成本高且 Cr()有毒,如能用其他方法洗净的仪器尽量不用洗液洗; 使用洗液前应尽量除去仪器内的水,以免洗液被稀释而影响洗涤效果; 洗液可反复使用,但当洗液由原来的深红棕色变为绿色时则表明其去污能力已失; 铬酸洗液具有强腐蚀性,使用时应注意安全,如不慎洒在皮肤、衣物或实验台上,应立即用水冲洗; 该洗液具有强吸水性,注意不用时盖紧瓶塞。

4. 沉淀垢迹的洗涤 实验后,一些不溶于水的垢迹常牢固地粘附在容器的内壁上,洗涤时

应根据其性质选用合适的化学试剂。

粘附在器壁上的 MnO_2 、 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 、碱土金属的碳酸盐沉淀等可用盐酸除去,其中 MnO_2 需用浓度大于 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的盐酸才能除去。沉积在器壁上的银和铜可用硝酸除去。难溶性银盐一般可用硫代硫酸钠溶液洗涤除去, Ag_2S 则需用热的浓 HNO_3 在通风橱中处理。硫磺应用煮沸的石灰水或硫化钠溶液处理。还应注意的是,必须在实验后及时洗涤除去这些沉淀垢迹。

将洗涤后的仪器倒置,如仪器内壁有一层薄而均匀的水膜而不是水珠残挂,就说明仪器已洗涤干净;若有水珠残挂,应重新洗涤直至干净为止。洗净的仪器不能用布或纸擦拭。

(二) 仪器的干燥

实验用的仪器有时还要求干燥。干燥仪器可采用下列方法:

1. 晾干 不急等用的仪器洗净后可倒置于干净的仪器架上或实验柜内,任其自然晾干。
2. 烤干 烧杯和蒸发皿可放在石棉网上用小火烤干;试管可直接用小火烤干,烤时应注意将试管口略微倾斜,管口向下,并不时转动试管,最后将管口朝上加热片刻。
3. 吹干 洗净的仪器可用吹风机(冷风或热风)直接吹干,或用酒精、丙酮等淋洗一遍,则干得更快。
4. 烘干 将洗净的仪器放在电烘箱内烘干,温度应控制在 373 K 以下,仪器在放入烘箱前应尽量把水倒净,并使管口朝上,以免水滴在电炉上损坏炉丝。
5. 有机溶剂干燥 带有刻度的仪器(如移液管、容量瓶、滴定管等)不能用高温加热的方法干燥,否则将会影响仪器的精密度。可用易挥发的有机溶剂(如酒精或酒精与丙酮体积比为 1:1 的混合液)荡洗后晾干。

三、使用方法

(一) 煤气灯

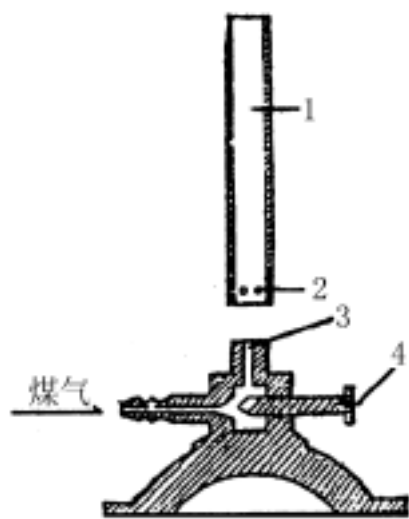


图 1 煤气灯的构造

1. 灯管; 2. 空气入口; 3. 煤气出口; 4. 调节螺丝

煤气灯是化学实验室中最常用的加热器具,有多种式样,但其构造原理是一致的。它由灯管和灯座二部分组成(图 1),灯管下部的几个圆孔是空气的入口,旋转灯管可完全关闭或不同程度地开放空气入口,借以调节空气进入的量。灯座的侧面有煤气入口,接上橡皮管可把煤气导入灯内,灯座侧面或底部有一螺旋形针阀,用以调节煤气的进入量。

当空气入口完全关闭时,点燃煤气灯产生的火焰为黄色,此时煤气燃烧不完全,火焰温度不高;逐渐加大空气的进入量至煤气完全燃烧,其火焰为正常火焰,可分为三层(图 2):内层为焰心,由未燃烧的煤气和空气组成,温度低,约为 573 K 左右;中层为还原焰,呈淡蓝色,煤气不完全燃烧并分解为含碳的产物,具有还原性,温度较高;外层为氧化焰,呈淡紫色,煤气完全燃烧,过剩的空气使这部分火焰具有氧化性,温度约为 1173 K 。还原焰顶端上部的氧化焰处温度最高,可达 1773 K 。

当空气或煤气和进入量调节不当时,会产生不正常火焰。如煤气和空气进入量都很大,火焰产生于灯管上空,称为“临空火焰”,如图 3 a 所示,当引燃用的火柴熄灭时,它也马上熄灭。当煤气进入量很小而空气进入量很大时,火焰在灯管内燃烧,呈绿色,并发出特殊的嘶嘶声,这种火焰称为“侵入火焰”,如图 3 b 所示。

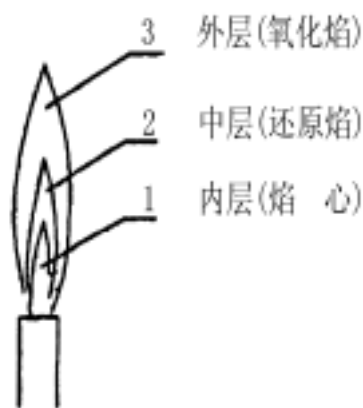


图2 正常火焰



图3 不正常火焰

a. 临空火焰; b. 侵入火焰

点燃煤气灯的正确方法是:先关闭空气入口,将煤气调节针阀开到适当位置,划燃火柴后打开煤气开关,将火柴移近管口点燃,然后调节空气进入量,并按实验需要调节火焰大小和强弱。

使用煤气灯时应注意以下几点: 煤气中含有毒气体 CO , 如果它在空气中的浓度达到 30%, 12 ~ 15 分钟内可致人死亡, 故使用中要严防煤气散逸室内, 使用完毕立即关好煤气开关, 煤气中的硫醇具有特殊的臭味, 有利于及时发现煤气泄漏, 从而避免事故的发生; 点燃煤气灯时如出现“临空火焰”或“侵入火焰”, 应立即关闭煤气, 重新按正确操作方法调节煤气和空气的进入量后再点燃, 侵入火焰会将灯管烧得很烫, 切勿立即用手去碰, 以免烫伤, 可待其冷却后或用湿抹布包裹灯管调节空气进入量; 实验中如不慎将试剂药品洒在煤气灯上或灯管内, 应立即关闭煤气, 将煤气灯拆开, 并用自来水冲洗干净, 以防煤气灯被锈蚀。

(二) 托盘天平

托盘天平又称台秤(图4), 用于精确度要求不高的称量, 能准确称量到 0.1 g。在称量前先将游码放在游码标尺刻度为零处, 并检查台秤的指针是否停在刻度中间的位置, 如不在中间, 可调节托盘下面的螺丝, 使指针停在中间即零点。称量时左盘放称量物, 右盘放砝码, 5 g (有的台秤为 10 g) 以上的砝码在砝码盒内, 5 g 以下的砝码则通过移动游码来添加。当台秤两边平衡即指针停在中间位置时, 砝码所示重量就是称量物的重量。

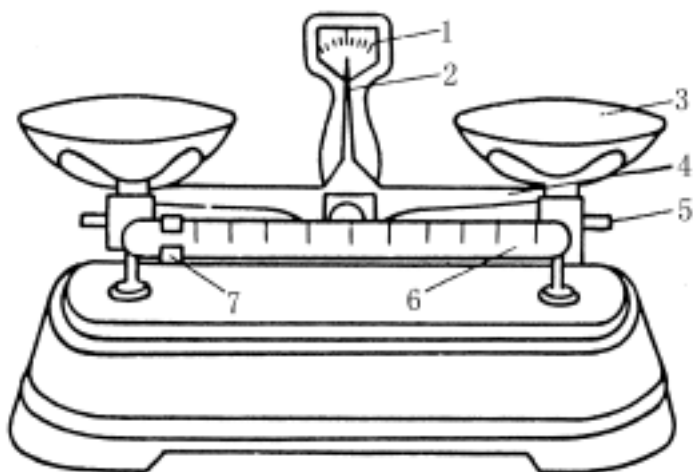


图4 台秤

1. 刻度盘; 2. 指针; 3. 托盘; 4. 横梁; 5. 平衡调节螺丝; 6. 游码标尺; 7. 游码

称量时应注意以下几点: 台秤不能用于称量热的物品; 称量物不能直接放在托盘上, 一般在两盘内放在重量相仿的包药纸(或称量纸)上, 具有吸湿性或具有腐蚀性的药品, 如 KSCN 、 NaOH 等, 必须放在表面皿、烧杯等玻璃容器内称量; 称量完毕, 应将砝码放回砝码盒, 使台秤恢复原状, 保持台秤整洁, 如有药品或其他污物洒在台秤上, 应立即清除; 砝码须用小镊子夹取或垫绸布取用, 不准直接用手拿。

(三) 温度计

普通温度计一般是用玻璃制成, 下端有一个水银球与一根内径均匀的厚壁毛细管相连通, 管外有温度刻度, 分格值为 1 或 2 的温度计一般可估计到 0.1 或 0.2 ; 分格值为 0.1

的温度计可估计到 0.01 。每支温度计都有一定的测温范围,通常以最高刻度表示,如 150 、250 、360 等。任何温度计都不允许测量超过它最高刻度的温度。

温度计的水银球壁很薄,容易破碎,使用时要轻拿轻放,不能作搅拌棒使用。在测量正在加热的液体的温度时,最好将温度计悬挂起来。测量时水银球应完全浸没在被测液体中,注意勿使银球接触容器的底部或容器壁,刚测量过高温物体的温度计不能立即遇冷,以免水银球炸裂。

温度计被损坏导致水银洒落时,要立即将水银收集起来,并在洒落处覆盖上硫磺粉或铁盐,以防止汞挥发后使人中毒。

基本操作

一、玻璃管(棒)的简单加工

(一)截断玻管(棒)

将玻管放在实验台上,量好所需长度,在要截断处的下面垫上小木块,用小砂轮片或三角钢锉的棱在要截断处锉出一道凹痕(图 5)。注意应向一个方向锉,不可来回锉,挫出的凹痕应与玻管垂直,这样才能保证折断后的玻管截面是平整的。然后双手持玻管,凹痕向外,用拇指在凹痕处轻轻外推,同时食指和拇指把玻管外拉(图 6),折断玻管。截断玻璃棒的操作与截断玻管相似。

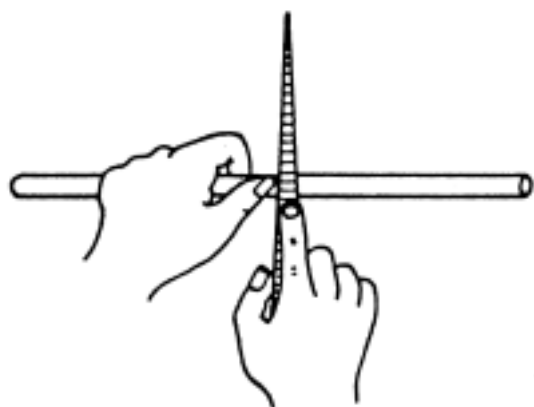


图 5 玻璃管的锉痕



图 6 玻璃管的折断

玻管(棒)截断后,截面外缘很锋利,应在煤气灯的氧化焰中熔烧圆口。具体方法是:把截断面斜插入氧化焰中,缓慢转动玻管(棒)熔烧至截面光滑(图 7)。熔烧后灼热的玻管(棒)应放在石棉网上冷却,不可直接放在桌上;不要用手去摸,以免烫伤。制作搅拌棒时,玻棒两端均应熔烧成半圆形。

(二)弯曲玻管

先用小火将玻管预热一下,然后双手持玻管将要弯曲的部分斜插入氧化焰中加热,以增大玻管的受热面积。缓慢而均匀地转动玻管,同时左右移动(图 8),两手转动的速度要一致,用力大小相仿,以避免玻管在火焰中扭曲。加热到玻管变软发黄时将玻管移离火焰。

玻管离开火焰后,应稍等一、二秒钟,使各部分温度均一,然后准确地把它弯到所需的角(图 9)。注意弯管时不要太急,用力应平稳而均匀,以避免弯管处皱褶、压扁或整个玻管不在同一平面上。玻管弯好后应待其冷却变硬定形后,才可放在石棉网上。



图 7 玻璃管截断面的熔烧

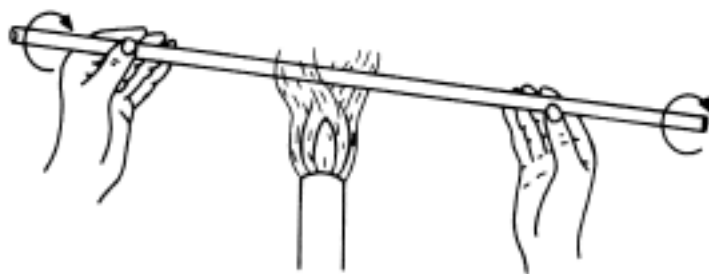


图 8 玻璃管的加热

若需要弯成 120° 上的角度, 可以一次弯成, 较小的锐角则可分几次弯成。先弯成一个较大的角度然后在第一次受热部位偏左、偏右处进行第二次、第三次加热和弯曲, 直到弯成所需的角为止。

(三) 玻管拉细

拉玻管时玻管的加热方法与弯管时基本上一样, 只是将玻管熔烧得更软一些, 受热面积也不必那么大。待玻管烧到红黄色时, 离开火焰, 双手稍向内压挤以使细管部分具有一定的厚度, 然后沿水平方向边拉边转动玻管(图 10), 拉到所需要的细度后, 改用一只手持玻管, 使其垂直向下, 等变硬定形后放在石棉网上冷却, 最后按需要将拉好的玻璃管截成滴管或毛细管。滴管小口熔烧时不能将其长时间放在火焰上, 以免口径缩小甚至封死。烧熔大口端时则要充分烧软, 然后在石棉网上垂直加压翻口, 以便套上橡皮滴头。

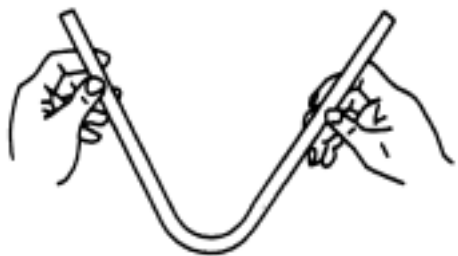


图 9 玻璃管的弯曲



图 10 玻璃管的拉细

二、试剂的取用

常用的化学试剂根据其纯度不同可分成优级纯(G.R.)、分析纯(A.R.)、化学纯(C.P.)和实验纯(L.P.)几种规格, 在化学基础实验中, 一般化学纯试剂即可满足要求, 只有少数实验需用分析纯试剂。通常, 固体试剂装在广口瓶内, 液体试剂或配制的溶液则盛放在易于倒取的细口瓶或带有滴管的滴瓶中, 其中见光易分解的试剂(如硝酸等)应盛放在棕色瓶内。盛碱液的瓶子不能用玻璃塞, 而应用橡皮塞或软木塞。每个试剂瓶都应贴上标签, 上面写明试剂名称、浓度和配制日期, 最好在标签上涂薄薄一层蜡。

(一) 固体试剂的取用

(1) 要用清洁、干燥的药匙取试剂。一般在药匙的两端有一大一小两个匙, 可根据取用量的多少来选用。用过的药匙必须洗净和擦干后才能再次使用, 以免沾污试剂。

(2) 取用试剂时, 扁平的瓶盖要倒置在实验台上, 若不是扁平的瓶盖, 可用食指和中指将瓶盖夹住(或放在清洁表面皿上)以免污染。试剂取用后应立即盖紧瓶盖, 注意避免盖错。

(3) 取药不要超过指定的用量, 多取的试剂不能倒回原瓶, 可放在指定容器中供他人使用。

(4) 要求在取用一定质量的固体试剂时, 把固体放在称量纸上称量, 而具有腐蚀性或易潮