

绪 论

0.1 现代化学基础实验的目的、学习方法和要求

0.1.1 现代化学基础实验的目的

现代化学基础实验是基础化学教学不可缺少的重要组成部分。通过学生独立地进行实验操作、观察和记录实验现象、分析问题、归纳知识、撰写报告等多方面的训练,不仅可以使学生在课堂中学到的基本知识、基本理论得到验证、巩固、深化和提高,使学生掌握正确的实验操作性能,还可以培养学生严谨求实的工作作风和科学态度,培养学生独立思考和分析问题、解决问题的能力。

0.1.2 现代化学基础实验的学习方法

要很好地完成实验的任务,达到教学大纲的要求,除了应有正确的学习态度外,还要有正确的学习方法。

(1)认真预习 实验之前应认真阅读实验教材,明确实验目的;了解实验内容、原理和方法;清楚实验操作方法及注意事项,估计实验中可能发生的现象和预期结果;明了实验数据处理方法和有关计算公式;思考实验中应该注意的问题,在此基础上按指导老师的要求写好实验预习报告。

(2)认真实验 按照实验教材的内容、方法、步骤、要求及药品用量进行实验,做到遵守实验操作规程,仔细观察实验现象,认真分析实验结果,如实而详细地记录实验现象和数据。有实验现象与理论不符者应重作,有疑问可相互讨论或询问教师。

(3)写实验报告 做完实验后要撰写实验报告并交教师评阅。各种类型的实验报告包括如下内容:

a. 测量实验 实验目的、测量的简单原理、实验方法、数据记录及处理、误差及误差分析。

b. 制备实验 实验目的、制备方法(流程)、实验步骤、产品性质、纯度检验(检验方法、反应方程式、现象、结果)、讨论。

c. 性质实验 实验目的、内容、现象、解释(反应方程或文字叙述)、必要的结论。

0.1.3 现代化学基础实验的要求

(1)实验前预习实验教材内容,并提前 10 分钟进入实验室,在指定位置进行实验。

(2)严格遵守实验室工作规则,接受教师指导。操作过程中注意安全、爱护仪器、节约试剂、有条不紊,保持实验室的整洁和安静。

(3)实验完毕清洗用过的仪器,整理好试剂架上的试剂瓶及其他物品,摆放好仪器,清洁桌面、地面和水槽,经老师允许后离开实验室。

(4)按时交实验报告,要求报告文字简明,记录清楚,结论明确,书写整洁,不合格者老师可退回学生要求重写。

0.2 化学实验室规则和事故处理

为确保实验顺利进行和实验室安全,进实验室的操作人员必须知道并遵守实验室工作规则和安全守则,懂得常见事故的简单处理。

0.2.1 实验室工作规则

(1)在实验室操作的人员必须遵守纪律,保持肃静,集中思想,认真操作,仔细观察,积极思考,如实记录。

(2)爱护国家财物,正确使用实验仪器、设备。若损坏了仪器、设备要向教师报告,填写报损单后按规定手续到实验室换取新仪器。

(3)精密仪器应严格按照操作规程操作使用,发现仪器有故障应立即停止使用,及时向教师报告。

(4)药品应按规定的量取用,已取出的试剂不能再放回原试剂瓶中以免带入杂质。取用药品的用具应保持清洁、干燥,以保证试剂的纯洁和浓度。取用药品后应立即盖上瓶盖,以免放错瓶塞,污染药品

(5)实验前要检查所需仪器是否齐全,有无破损,以便及时补齐、更换。实验中要保证器皿清洁,保持实验台面清洁整齐,实验后仪器、药品放回原处。

(6)废的固体、纸、玻璃渣、火柴梗等应倒入废品篮内;废液倒入指定的废液回收桶,不得倒入水槽流入下水道,剧毒废液由实验室统一处理;未反应完的金属洗净后回收。

(7)实验完后由学生轮流打扫实验室,检查水、电、气安全,关好门窗。

(8)实验室一切物品不得私自带出室外。

0.2.2 实验室安全守则

化学实验中使用水、电、气和易燃易爆有毒或腐蚀性的药品，存在着不安全因素，如果使用不当会给国家财产和个人造成危害。凡在实验室操作的人员必须重视安全问题，遵守操作规程，努力提高安全操作的自觉性，绝不可以麻痹大意，严格遵守实验室安全守则，以避免事故的发生。

(1) 易燃的试剂如乙醚、乙醇、丙酮、苯等，使用时应远离火源，用完后立即塞紧瓶塞。

(2) 酒精灯要用火柴点燃，添加酒精时要先熄灭火焰，待稍冷后再加，熄灭酒精灯应用灯帽罩住。加热、浓缩液体时试管口要朝向无人处并防止液体冲出容器。

(3) 产生有刺激性气味和有毒气体的实验要在通风橱中进行，嗅气体的气味时只能用手轻轻地煽动空气，使少量气体进入鼻孔。

(4) 使用有毒试剂如铬盐、钡盐、砷化物、汞及其化合物、氰化物等，要严格防止进入口内和伤口内，废液严禁排入水道。

(5) 浓酸、碱液不能溅在皮肤或衣物上，尤其不能溅入眼里。稀释它们的溶液时应将浓溶液倒入稀释剂中，并不断搅拌，尤其是浓硫酸的稀释，决不可将水倒入浓硫酸中。

(6) 湿手不要接触电器插头，人体不能与导电物体直接接触。实验完毕要拔下电器插头。

(7) 禁止随意混合各种化学试剂，以避免发生意外事故。

(8) 严禁在实验室内饮食、吸烟，不得把食物或餐饮具带进实验室，实验后要洗净双手。

0.2.3 常见事故的简单处理

因各种原因而发生事故后，千万不要慌张，应冷静沉着，立即采取有效措施处理事故。

(1) 起火 有机物着火应立即用湿布或砂扑灭，火势太大则用泡沫灭火器扑灭。电器设备起火，应先切断电源，再用四氯化碳或二氧化碳灭火器扑灭，不能用泡沫灭火器。

(2) 触电 首先拉开电闸切断电源，或尽快地用绝缘物（干燥的木棒、竹竿等）将触电者与电源隔开，必要时再进行人工呼吸。

(3) 割伤 先将在伤口中的异物取出，不要用水洗伤口，伤轻者可涂以紫药水（或红汞、碘酒）；伤势较重时先用酒精清洗消毒，再用纱布按住伤口，压迫止血，立即送医院治疗。

(4) 烫伤 被火、高温物体或开水灼烫后，不要用冷水冲洗或浸泡，若伤处皮肤

未破可涂擦饱和 NaHCO_3 溶液或以 NaHCO_3 调成糊状敷于伤处，也可用 10% 的高锰酸钾溶液或苦味酸溶液揩洗灼伤处，涂上凡士林或烫伤药膏。

(5)酸、碱腐蚀 首先用大量水冲洗，然后，酸腐蚀用饱和 NaHCO_3 溶液(或稀氨水,肥皂水)冲洗,碱腐蚀用 1%柠檬酸或硼酸溶液冲洗，再用清水冲洗，涂上凡士林。若受氢氟酸腐伤，应用水冲洗后再以稀苏打溶液冲洗，然后浸泡在冰冷的饱和硫酸镁溶液中半小时，最后再敷以 20%硫酸镁、18%甘油、1.2%盐酸普鲁卡因和水配成的药膏。若酸、碱溅处眼内，应立即用多量水冲洗（可用自来水），然后再分别用稀的碳酸氢钠溶液或硼酸饱和溶液冲洗，最后滴入蓖麻油。

(6)吸入刺激性或有毒气体 吸入 Br_2 、 Cl_2 或 HCl 气体时，可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气，使之解毒。吸入 H_2S 或 CO 气体而感到不适者，应立即到室外呼吸新鲜空气。

(7)毒物进入口内将 5~10mL 稀硫酸铜溶液加入一杯温开水中，内服，然后用手指伸入咽喉部，促使呕吐，再立即送医院治疗。

(8)伤势严重者立即送医院诊治。

第一章 现代化学基础基本实验仪器及基本操作

1.1 基本实验仪器

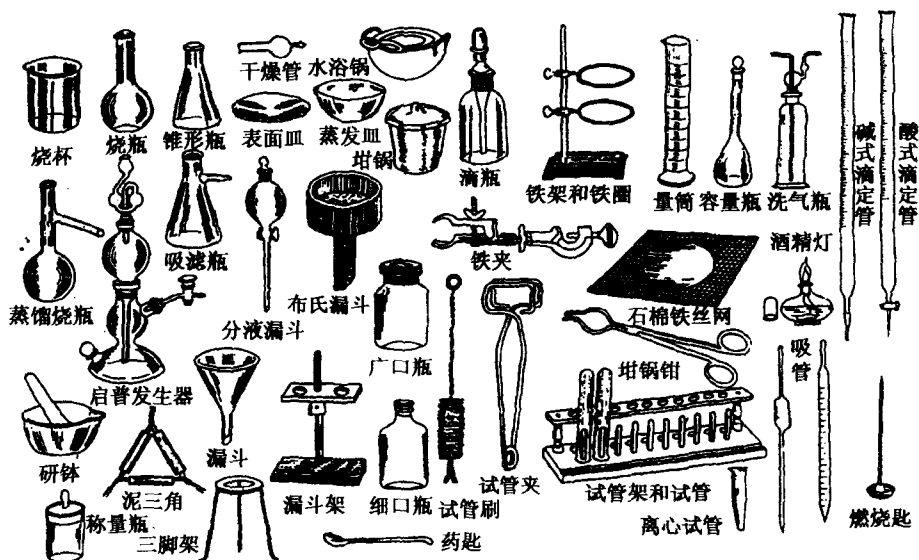


图 1-1 实验常用基本仪器

1.2 基本操作

1.2.1 玻璃仪器的洗涤

化学实验中经常会用到玻璃仪器，为保证实验取得理想的效果，必须将仪器清洗干净。根据实验要求的污物性质和污染程度选择洗涤方法。

(1)水洗 用水刷洗能洗去仪器上的尘土、可溶性物质和对器壁附着力不强的不溶性物质。洗涤时，先用少量水润湿仪器，再根据仪器口径大小，选用合适的毛刷刷洗，然后用自来水冲洗，直至面壁透明而不粘附水珠即为洗净，最后用蒸馏水滴洗 1~2 次即可。洗试管时，应注意将毛刷伸入试管底部，再用手指握住近口处的刷柄，另一只手食指抵住试管底部，以避免穿破试管。

(2)合成洗涤剂刷洗 用去污粉、肥皂粉或合成洗涤剂能除去仪器沾有的油污或其他污迹。洗涤时可用毛刷沾取少量洗涤剂于润湿的仪器从外向内刷洗,然后用自来水冲洗干净,最后用蒸馏水淌洗 1~2 次。

(3)洗液洗 对容量仪器形状特殊或对仪器洁净程度要求较高的精确容量分析的仪器,常用铬酸洗液(25g $K_2Cr_2O_7$ 溶于 50mL 热水中,冷却后缓缓加入 450mL 浓硫酸即得深褐色铬酸洗液)洗。洗涤时,尽量抖去容器中的水后注入少量洗液,然后让仪器倾斜并慢慢转动,让洗液润湿仪器内壁,稍后将洗液倒回原瓶,再用自来水将仪器内壁残留的洗液洗去,最后用蒸馏水淌洗 1~2 次即可。洗液具有强酸性、强氧化性和腐蚀性,使用时要特别小心,切忌将洗液溅在皮肤和衣服上,以避免造成伤害。

(4)某些特殊处理 根据污物的性质,通过试剂间的相互作用,将附在器壁的污物转化为水溶性的物质而除去。如铁盐引起的黄色污染,可用少量盐酸或稀硝酸浸泡后再洗;附在器壁的铜或银,可用稀硝酸并加热后除去;使用高锰酸钾后带来的器壁污染,可用草酸溶液浸泡洗涤干净;器壁沾有碘时,可用碘化钾溶液浸泡,或以热的氢氧化钠溶液洗涤。

洗净的仪器不能再和布或纸擦拭内壁,以免布或纸的纤维沾污仪器。宜将洗净的仪器倒置,让水流出,待用。

1.2.2 干燥

1.仪器的干燥

仪器的干燥就是把粘附在仪器上的水分除去。对洗净的仪器,可采用以下方法干燥:

(1)自然干燥 对于不急于使用的仪器可将其倒置在干净的仪器架上,让沾附在仪器中的水分自然蒸发而干燥。

(2)烘干 对于需要迅速干燥的仪器,可将其放在电热干燥箱(烘箱)或红外干燥箱内烘干。仪器烘干前应尽量倒尽水,以免水珠淌下损坏炉丝。有刻度的容器不宜在烘箱中烘干。

(3)烤干 烧杯、蒸发皿等可直接在石棉网上用小火烤干。试管可在灯焰上烤干,操作开始时,管口向下,先均匀预热,从底部逐渐向管口移动,至管内不见水珠后,将管口向上,赶尽水汽。

(4)有机溶剂干燥 对简易、移液后等不能加热的有容量刻度的仪器,可采用有机溶剂干燥。在仪器内加入少量易挥发的有机溶剂(如酒精、丙酮等),倾斜并转动仪器,然后倒出少量残留在仪器内的溶剂混合物会很快挥发而干燥,用电吹风向仪器内吹风,可加速干燥。

2. 干燥用仪器

电热恒温干燥箱(烘箱)用于烘干玻璃仪器和固体试剂,采用电热丝隔层加热而使物体干燥。适用于在 $5\sim 200^{\circ}\text{C}$ 范围内适用于对物品进行干燥和烘烤。它借助自动控制系统(热胀式控制器)使温度恒定。箱内装有鼓风机,促使箱内空气对流,温度均匀。工作室设有二屋网搁板以放置被干燥物,若干燥物太大,可抽去上屋搁板(见图 1-2)。

使用时接通电源,开启两组加热开关,调节温度旋钮,使箱内温度上升,这时红色指示灯发亮,同时开放鼓风机。当温度升至所需工作温度(从插入箱顶排气阀的温度计上观察)时,将控温器旋钮逆时针慢慢旋回即为所需温度的恒定点。之后须再作几次小微调,使工作温度恒定在需要值。

恒温时可关闭一组加热开关,以免加热功率过大,影响温度控制的灵敏度。

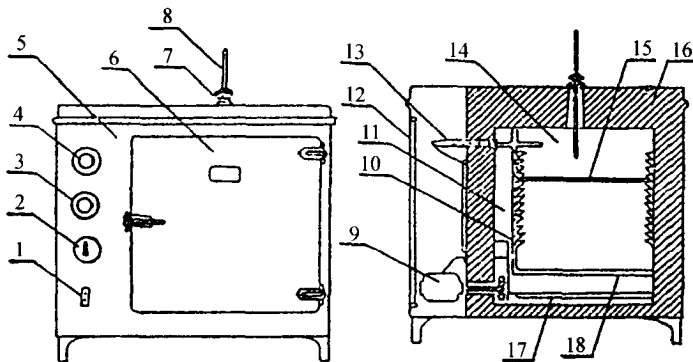


图 1-2 电热鼓风干燥箱

- 1—鼓风开关;2—加热开关;3—指示灯;4—控温器旋钮;5—箱体;6—箱门;7—排气阀;
8—温度计;9—鼓风电动机;10—搁板支架;11—风道;12—侧门;13—温度控制器;
14—工作室;15—试样搁板;16—保温层;17—电热器;18—散热板

使用时注意:

①洗净的仪器尽量把水沥干后放入,并使口朝下,烘箱下层放一搪瓷盘承接从仪器上滴下的水,使水不滴到电热丝上。

②升温时不能无人照看,以免温度过高。应定期检查烘箱的自动控温系统,若自动控温系统一旦失效,会造成箱内温度过高,导致水银温度计炸裂。

③易燃、挥发物不得进入烘箱,以免发生爆炸。

电吹风 用于局部加热的快速干燥仪器(见图 1-3)。

使用时注意:

①开关分三档,最下位置为停档,中间为冷风档,最上为热风档。

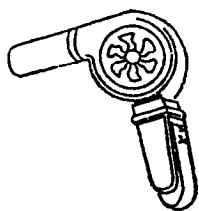


图 1-3 电吹风

②使用时先开冷风档，如马达不转应立即切断电源排除故障。

电吹风是冷、热两用，一些不能高温加热的仪器，如吸管、容量瓶、比重瓶等，可使用冷风吹干。

干燥器及使用 干燥器是保持物品干燥的仪器。对已经干燥但又易吸水的物品或需较长时间以保持干燥的物品，应放在干燥器内保存。

干燥器由厚壁玻璃制成，其结构如图 1-4。上部是一个边缘磨口的盖子，使用前，应在磨口边涂上一层薄薄的类似凡士林的密封油膏。下部装有干燥的氯化钙或变色硅胶等干燥剂，中部有一个可取的带孔的圆形瓷板，以承放装有待干燥物品的容器。

打开干燥器时，不能将盖子直接上提，而应以一手扶住干燥器，另一手握手盖的圈顶沿水平方向移动盖子，如图 1-5；打开盖子后，应将盖翻过来放在桌面上，放取物品后，必须随即盖好盖子。此时也应把盖子沿水平方向推移到盖子的磨口边与干燥器吻合。搬动干燥器时，用两手拇指压住盖子以防滑落而打碎。



图 1-4 打开干燥器



图 1-5 搬移干燥器

温度较高的物品应冷却至略高于室温后，再放入干燥器内。否则器内空气受热膨胀可能将盖子冲开，或因干燥器内的空气冷却使其压力降低而难以打开盖子。

1.2.3 加热

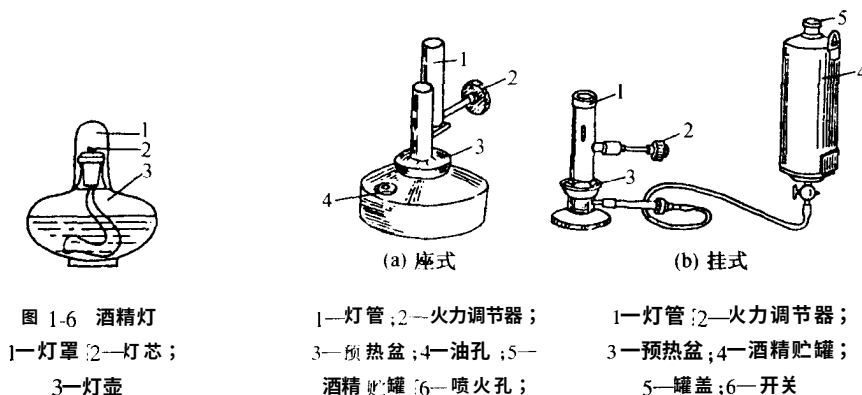
1. 加热装置及其使用

实验室中常用的加热方式有直接加热和间接加热。直接加热常用的装置有酒精灯、喷灯、煤气灯、电炉、马福炉等 间接加热的装置有水浴、油浴、砂浴、盐浴等。

(1)酒精灯 加热温度不高（400~500℃）时可用酒精灯(图 1-6)。使用酒精灯应注意：壶内酒精容量不能少于容积的 $1/2$ ，多于 $2/3$ ；添加酒精时要先熄灭火焰，稍冷后通过漏斗加入；点燃酒精灯只能用火燃点，决不允许酒精灯之间相互燃

点；灯罩要竖立放在桌上；熄灭灯焰应用灯罩盖熄，切不可用嘴吹熄；夏天或长期未用的酒精灯，开罩后要将灯盖上下提放几次，以放出灯壶内的酒精蒸气，然后再点燃，不用时必须盖好灯罩，以免酒精挥发。

(2)酒精喷灯 需 $700 \sim 1000^{\circ}\text{C}$ 的高温加热时可用酒精喷灯。酒精喷灯的类型较多，有座式、挂式、沸腾式等，一般由铜或其他金属制成。常用的座式和挂式喷灯的构造如图 1-7，它们的结构原理相同，都是先将酒精气化后与空气混合再燃烧，因此酒精燃烧速度快、单位时间发热多温度高。它们的区别仅在于座式灯的酒精贮存在下面的空心灯座内，挂式灯贮存在悬挂于高处制定罐内。



使用时首先在预热盆中贮满酒精并点燃，使灯管温度足够高时，开启灯管处的火力调节器，让酒精蒸气与来自喷火孔的空气混合并由管口喷出，点燃酒精蒸气，火焰温度可由上下移动火力调节器来控制。使用完毕，座式喷灯用金属片或木板盖住灯管口，挂式喷灯关闭贮罐开关，火焰熄灭。

必须注意：座式喷灯酒精贮量只能是贮器容量的 $1/3 \sim 1/2$ ，连续使用的时间一般不超过半小时，若需更长时间的加热则中途需添加酒精，此时应先熄灭火焰，稍冷后再加酒精，重新燃点；挂式喷灯要在保证灯管充分灼热后才开启酒精贮罐开关并点燃酒精蒸气，此时应控制酒精的流入量，不要太多，等火焰正常后再调大酒精流量，否则酒精在灯管内不能完全气化，有液态酒精从管口喷出，从而形成“大雨”甚至引起火灾。

(3)煤气灯 煤气灯以可燃气为燃料，燃烧速度快，火焰温度高且稳定。煤气灯的构造如图 1-8，由灯管和灯座两部分组成。灯管下部有几个进入空气的圆孔并带有螺口，灯管和灯座以螺口相连，旋转灯管调节灯管的高低，可控制空气的进入量，直至完全关闭。

使用时先将灯管向下旋转，以关闭空气入口，然后把针阀向外旋转以开放煤气

人口,再慢慢打开煤气开关,用火柴在灯管口点燃煤气,将灯管向上旋转,逐渐增大空气进入量,使煤气完全燃烧,产生不明亮的蓝色火焰(图 1-9(a)),温度可达 1200~1380℃。如果空气和煤气的进入量比例不合适,会产生不正常火焰(图 1-9(b))。若空气和煤气的量都大,会使火焰离开灯管口,称为临空火焰,此时火焰不稳或者熄灭;若空气量多而煤气量少,此时燃烧在灯管内进行,火焰大部分在灯管内,灯管口火焰消失或者只见一细长的绿色火焰,称为侵入火焰,灯管烧得很烫且有“嘘嘘”声,此时应立即关闭煤气灯管阀门,重新调节和点燃。煤气灯使用完毕后,煤气入口和煤气开关必须关好,以防煤气逸散造成事故。

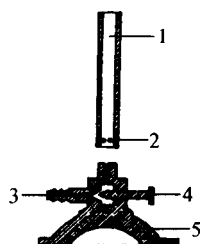


图 1-8 煤气灯构造

1—灯管;2—空气入口;3—煤气入口;
4—针阀;5—灯座

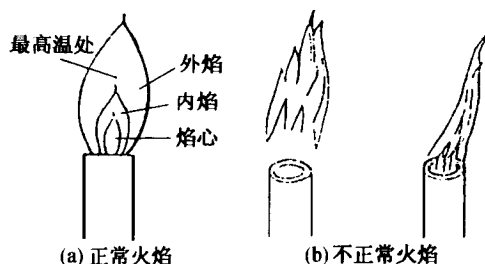


图 1-9 煤气灯火焰

煤气易燃且有毒,煤气灯用毕,必须随手关闭煤气管阀门,以免发生意外事故。

(4) 电炉 电炉可以代替酒精灯或煤气灯加热容器中的液体,根据发热量不同有不同规格,如 500W、800W、1000W 等,温度的高低可以通过调压变压器来控制(如图 1-10),使用时应注意:

- ①电源电压与电炉本身规定电压要相符。
- ②连续使用时间不宜过长,否则会缩短电炉寿命。
- ③加热容器和电炉产果放一块石棉网,以使加热均匀。
- ④耐火炉盘的凹渠中要经常保持清洁,及时清除烧灼焦糊杂物(断电操作),以保持炉丝传热良好,延长使用寿命。

(5) 电热板 电炉做成封闭式称电热板。其加热面积比电炉大,多用于加热体积较大或数量较多的试样,但电热板升温速度较慢,且加热是平面的,不适合加热圆底容器。

(6) 电加热套(电热包)是专为加热圆底容器而设计,电热面为凹的半球面的电加热设备(如图 1-11)可取代油浴、沙浴对圆底容器加热,有 50mL、100mL、250mL 等各种规格。使用时应根据圆底容器的大小选用合适的型号。受热容器应悬置在加热套的中央,不能接触包的内壁。电加热套相当于一个均匀加热的空

气浴。为有效地保温，可在包口和容器之间用玻璃布围住。最高温度可达 $450 \sim 500^{\circ}\text{C}$ 。



图 1-10 电炉

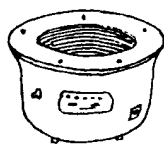


图 1-11 电加热套

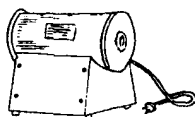


图 1-12 管式炉

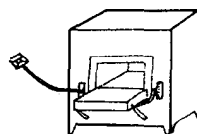


图 1-13 马福炉

(7) 管式炉 管式炉有一管状炉膛，利用电热丝或硅碳棒加热，温度可达 1000°C 以上，炉膛中插入一根瓷管或石英管，管内放入盛有反应物的反应舟（如图 1-12）。反应物可在空气或其他气氛中加热反应。一般用来焙烧少量物质或对气氛有一定要求的试样。

(8) 箱式炉（或马福炉）箱式炉有一个长方形炉膛，与管式炉一样，也用电阻丝或硅碳棒加热，打开炉门就可放入各种要加热的器皿和样品（如图 1-13）。

管式炉和马福炉的炉温由高温计测量，由一对热电偶和一只毫伏表组成温度控制装置，可以自动调温和控温。

使用时应注意：

①查明高温炉所接电源电压是否与电炉所需电压相符。热电偶是否与测量温度相符，热电偶正负极是否接反。

②调节温度控制器的定温调节螺丝使定温指针指示所需温度处。打开电源开关升温，当温度升至所需温度时即能恒温。

③灼烧结束，先关电源，不要立即打开炉门，以免炉膛骤冷碎裂。一般温度降至 200°C 以下方可打开炉门，用坩埚钳取出样品。

④高温炉应置于水泥台面上，不可放置在木质桌面上，以免过热引起火灾。

⑤炉膛内应保持清洁，炉周围不要放置易燃物品，也不要放精密仪器。

2. 加热方法

(1) 常用的加热器皿 实验中常用来加热的玻璃器皿有试管、烧杯、烧瓶、锥形瓶，其他还有蒸发皿，各种坩埚等。表面皿、集气瓶、细口瓶等不能作为直接加热器皿。量器（量筒、量杯、容量瓶、移液管、滴定管等）不能作为加热器皿。

(2) 直接加热 对在较高温度时没有燃烧危险的液体或固体加热，可用灯或电热设备直接加热。加热时应注意：

①用试管、烧杯、烧瓶等玻璃器皿加热物质前，应将容器表面的水擦干。

②除试管可直接在火焰上加热外，其余的玻璃器皿都要垫上石棉网，使其受热均匀。

③加热后的器皿不能立即放在湿的或过冷的地方，以免玻璃因膨胀不均匀而破裂。

④加热试管时要用试管夹夹持在离管口 $1/3$ 处，先预热试管体的中下部，再集中加热物品所在位置。

⑤用玻璃器皿加热液体时，液体量不能超过容器容积的一半，对试管中的液体加热时，液体沸腾后要不时地离开火源以防爆沸，管口不要向着有人的地方。

⑥在试管中加热固体药品时管口应稍向下倾斜，以防止凝结在管壁的水倒流入试管的底部引起试管炸裂（如图 1-14,1-15,1-16）。

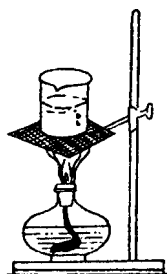


图 1-14 烧杯加热



图 1-15 试管中液体加热

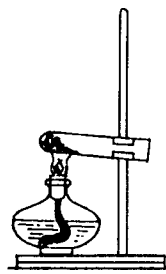


图 1-16 试管中的固体加热

蒸发皿因其表面积大而常用于溶液的浓缩或结晶。使用时盛液体的量不宜超过容积的 $2/3$ ，留于外壁的水应擦干，逐渐升温至液体沸腾并保持沸腾状态，以蒸发溶剂，浓缩溶液。如果需结晶时，一般浓缩到溶液表面有晶膜时再冷却，即析出晶体。

(3)间接加热 当被加热的物体要求受热均匀而且要保持在一一定的温度范围内时，可用各种浴间接加热。若需 100°C 以下温度的加热，可用水浴； 100°C 以上可用油浴、砂浴或盐浴。

①液浴：将水或油盛入水浴锅中，液体量约为浴锅容积的 $2/3$ ，以灯焰或电炉加热浴中的液体至所需温度。水浴锅是一种有可移动的同心圆盖的铜制容器，也可以用烧杯代替，如图 1-17。加热时保持受热容器底部有最大的受热面积（用热液或蒸气使其加热），但容器不能接触浴锅的底部。油浴温度可达 250°C 左右，使用时应注意油着火，一旦着火，首先要撤去热源，立即用木盖盖住油浴，断绝空气而灭火。

②砂浴 温度较高时可使用砂浴(如图 1-18)。以干燥洁净的细砂平铺在铁盘内，受热容器的下部埋在砂中，用煤气灯加热铁盘和砂，测量温度时须将温度计的水银球部分埋在靠近受热容器的砂中。

(4)固体物质的干燥和灼烧 干燥固体物质时要选择合适的加热温度，以防止

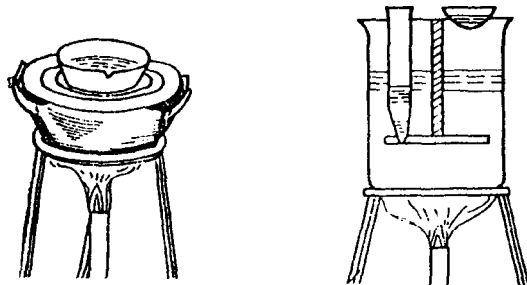


图 1-17 水浴加热

固体物质分解。加热温度在 100°C 以下的,可用水浴加热。加热温度超过 100°C 以上的,可用干燥箱(烘箱)加热干燥。

固体物质需要高温灼烧时,先把固体放在坩埚中用低温烘烧,然后用氧化焰灼烧或在马福炉或管式炉中灼烧(图 1-19)。

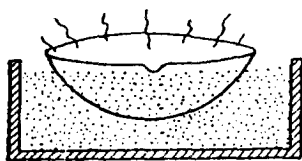


图 1-18 砂浴加热

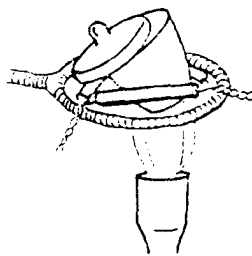


图 1-19 坩埚的灼烧

1.2.4 溶解、蒸发和结晶

1. 溶解与熔融

将固体物质转化为液体,通常采用溶解与熔融两种方法。

(1) 溶解 把固体物质溶于水、酸、碱等溶剂中制备成溶液称溶解。因此溶解固体时,要根据固体物质的性质选择适当的溶剂,并用加热、搅拌等方法促使溶解。

(2) 熔融 将固体物质与某种固体熔剂混合,在高温下加热,使固体物质转化为可溶于水或酸的化合物叫熔融。根据所用熔剂性质不同可分为酸熔法和碱熔法。酸熔法是用酸性熔剂分解碱性物质;碱熔法是用碱性熔剂分解酸性物质。熔融一般在高温下进行,根据熔剂的性质和温度选择合适的坩埚(如铁坩埚、镍坩埚、

白金坩埚、刚玉坩埚等），将固体物质与熔剂在坩埚中混匀后，送入高温炉中灼烧熔融，冷却后用水或酸浸取溶解。

2. 蒸发与浓缩

当溶液很稀或物质的溶解度较大时，为了能从中析出该物质的晶体或增大浓度，需对溶液进行蒸发、浓缩。水溶液的蒸发一般用蒸发皿，蒸发有机溶剂则在锥形瓶中进行。

在无机制备中，蒸发、浓缩一般在水浴上进行。若溶液很稀，物质对热的稳定性又较好时，可先放在低温电炉上或在石棉网上用煤气灯直接加热蒸发，然后再放在水浴上加热蒸发。蒸发皿内所盛放的液体不应超过其容量的 $2/3$ 。当水分不断蒸发，溶液就不断浓缩，蒸发到一定程度后冷却，就可析出晶体。

有机溶剂的蒸发应在通风橱中进行，视溶剂的沸点和易燃性，注意选用合适的温度。最常用的是水浴，切不可用煤气灯直接加热有机溶剂。蒸发时须用沸石，以防止暴沸。

3. 结晶与重结晶

晶体析出的过程称为结晶。当溶液蒸发到一定浓度后冷却，即有晶体析出。结晶时要求物质溶液的浓度达到饱和程度。物质在溶液中的饱和程度与物质的溶解度和温度有关。晶体的大小与溶质的溶解度、溶液浓度、冷却速度等因素有关。如果希望得到较大颗粒状的晶体，则不宜蒸发至太浓，此时溶液的饱和程度较低，结晶的晶核少，晶体易长大。反之，溶液饱和程度较高，结晶的晶核多，晶体快速形成，得到的是细小晶体。从纯度来看，缓慢生长的大晶体纯度较低，而快速生成的细小晶体，纯度较高。因为大晶体的间隙易包裹母液或杂质，因而影响纯度；但晶体太小且大小不均匀时，易形成糊状物，夹带母液较多，不易洗净，也影响纯度。因此晶体颗粒要求大小适中且应均匀，才有利于得到纯度较高的晶体。

如果第一次结晶所得物质的纯度不符合要求时，可进行重结晶。其方法是在加热的情况下使被纯化的物质溶于尽可能少的水中，形成饱和溶液，并趁热过滤，除去不溶性杂质，然后使滤液冷却，被纯化物质即结晶析出，而杂质则留在母液中，过滤便得到较纯净的物质。若一次重结晶还达不到要求，可以再次重结晶。重结晶是提纯固体物质常用的重要方法之一，它适用于溶解度随温度有显著变化的化合物的提纯。

1.2.5 液体体积的量度

实验室中常用来量度液体体积的量器有量杯、量筒、容量瓶、移液管、吸量管、滴定管等。量筒、量杯可量取体积较大但体积不太准确的液体体积，其余的量器量

取液体可准确到 0.01mL ，应根据实验对液体体积准确性的要求不同而选用各种量器。

1. 量筒、量杯

量筒、量杯是有刻度的玻璃圆筒或圆锥体，是实验中常用来量取液体体积的仪器。有 10 、 20 、 50 、 100 、 500 、 1000mL 等各种规格供选用。要使量取的液体体积准确，正确的方法是使量器内的液面保持水平，视线与液体弯月面的底部在同一平面上，如图 1-20。

对液体体积要求不严格的定性实验，可用数滴数的方法取少量液体，一般滴管取水溶液 $18\sim 20$ 滴约 1mL 。

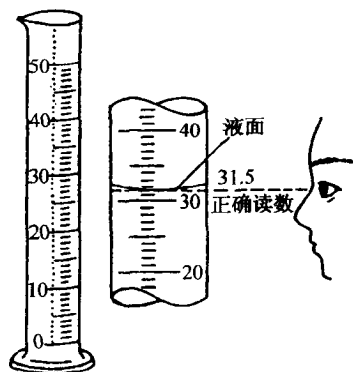


图 1-20 量筒及其读数方法

2. 移液管和吸量管

移液管和吸量管用于量取需准确体积的液体，它们都是有刻度的玻璃仪器，如图 1-21。它们的区别仅在于移液管只有一条刻度线，量取液体的体积固定，常用的有 1 、 5 、 10 、 25 、 50mL 等规格，吸量管像量筒一样有分刻度，可量取非整数体积的液体。

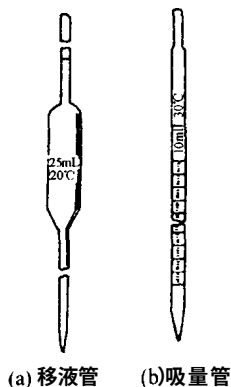


图 1-21 移液管和吸量管



图 1-22 用洗耳球吸溶液



图 1-23 放液体法

取液的方法是：用大拇指、食指、中指握持住管的刻度线的上端，下端深深地伸入待取液面下，另一只手手持洗耳球（吸气橡皮球），排除球中空气后将球的尖口插入移液管上端孔内，慢慢将手指松开，使液体吸入管内。当移液管内液面上升到刻度线上（约 2cm ）以后，立即用食指按住管口（如图 1-22），然后，用拇指和中指转动移

液管并使按住的食指稍微松动，慢慢地让液体流下，直至液体弯月面的底部与刻度线相切，再压紧食指，不让液体继续流下。取出移液管，置于盛液器内，让移液管尖端紧靠盛液器内壁，然后松开食指让液体自然流完再停留约 15s,再把移液管拿开。此时移液管下端出口处剩余的少量溶液，切不可吹入盛液器内。注意，在移取溶液前，应用少量待取溶液滴取 2~3 次，以保证取出溶液浓度不变（如图 1-23）。吸量管的操作与移液管相同，只是在放取所需体积的液体后，要用食指立即按住管口，使液体停止流出。但初学操作吸量管的人，最好是需多大体积的液体就吸取多少体积，不要取多量液体而放出所需的体积，以免因控制不好而造成取量误差。

3. 容量瓶

容量瓶用来配制一定体积准确浓度的溶液，也可用来准确地稀释溶液。容量瓶只有一个刻度。当以固体溶质配制溶液时，首先将已准确称量的溶质放在烧杯中以少量水将其完全溶解，用玻棒引流转入洗净的容量瓶中，再以少量去离子水冲洗烧杯和玻棒，液体转入容量瓶中，如此反复 2~3 次，然后再加水稀释，近刻度线时改用滴管逐滴加至刻度，以免加水过量（如图 1-24）。最后塞紧瓶塞，用左手握住瓶颈，食指压住瓶塞，右手托住瓶底将容量瓶倒转并振荡液体后竖立，反复数次，以保证溶液混合均匀。以浓溶液配稀溶液时，用移液管（或吸量管）准确量取溶液后放入容量瓶中，再以去离子水稀释至刻度。但用浓硫酸配稀硫酸时，应先在烧杯中以适量的水稀释成较稀硫酸并冷却后，再转入容量瓶，再用水稀释至刻度摇匀。

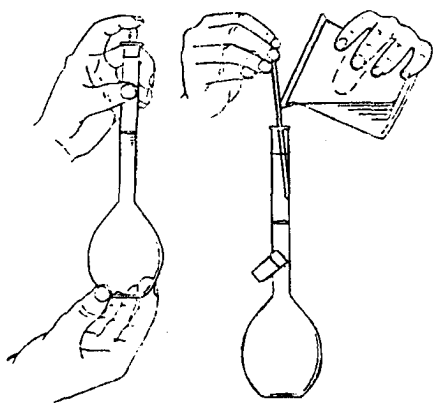
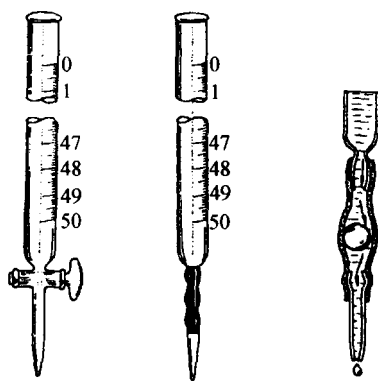


图 1-24 容量瓶的使用



(a)酸式滴定管 (b)碱式滴定管 (c)玻璃管嘴

图 1-25 滴定管

4. 滴定管

滴定管是容量分析中用来准确测量管中流出的液体体积的量器。它的刻度由上而下地读数，与量筒相反，常用的滴定管最大容量为 50mL,每大格为 1mL,1 小

格为 0.1mL ,可估计读到 0.01mL ,是常用的定量分析仪器。

滴定管分为酸式和碱式两种,如图 1-25 ,下端有玻璃活塞的是酸式滴定管,用于装酸性或氧化性溶液;下端橡皮管内装有玻璃小球,尖端有玻璃嘴的是碱式滴定管,用于装碱性或非氧化性溶液。可根据以取液的量和液体的性质选择滴定管的容量和类型。

滴定操作包括如下几个方面:

(1)检查 滴定管在使用前要检查是否漏液,酸管还要检查旋塞转动是否灵活。酸式滴定管漏水或转动不自如,可先取下旋塞,洗净并用滤纸擦干旋塞和旋槽,在旋槽小口端的内壁和旋塞大头端的表面均匀地涂上一薄层凡士林,将旋塞装好转动旋塞,使旋塞与塞槽接触处从外面看完全呈透明状,使用时转动灵活且不漏水。碱式滴定管使用前,应检查乳胶管及管段中装的玻璃球大小是否合适,玻璃球太小,易漏液 太大则不易操作。

(2)装液和排气泡 洗净的滴定管在装液前还应用滴定液清洗 $2\sim 3$ 次,并直接向滴定管内注入溶液。而装管时溶液先要装到管的零刻度线以上,然后转动活塞或挤压橡皮,让液体流出一部分,观察下端尖端部分有无气泡。若有气泡,一定要排除,其方法是 酸管则将管体倾斜约 30° ,然后迅速打开活塞,让溶液冲出而排尽气泡;碱管则将乳胶管向上弯曲,用手挤压乳胶管,让液体冲出而排气,如图 1-26。

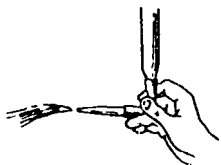


图 1-26 逐去气泡

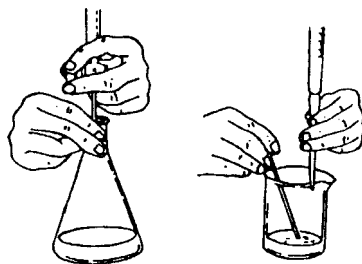


图 1-27 滴定操作

(3)滴定 装好溶液的滴定管竖直地夹在滴定管夹上,在铁台上放一张白纸或一块白瓷板,便于更清楚地观察到滴定过程中的颜色改变。滴定前调节管内液面在 $0.00\sim 1.00\text{mL}$ 范围内的某一刻度。读数时,视线必须与液面在同一水平上,准确读到小数点后两位数字。为便于读数,可在滴定管刻度面的对面衬一张白纸。读数时滴定管尖端应无液滴悬挂,若有则应除去后再读数。滴定操作:在左手拇指、食指和中指旋转活塞或挤压玻璃球,让溶液逐渐滴处被滴液,右手握住锥形瓶颈并不断转动,或用玻璃棒不断搅拌盛于烧杯中的被滴定液(如图 1-27),使滴定