

重 庆 科 技 大 学

《化学实验基本技能训练》

实验指导书

化学教研室编

化学化工学院化学系

2022 年 9 月

目 录

前 言	1
《化学实验基本技能训练》课程目标	1
《化学实验基本技能训练》课程要求	1
实验 1 化学实验基本知识	3
实验 2 玻璃仪器的洗涤与干燥	8
实验 3 试剂的取用及加热与冷却操作	12
实验 4 固液分离及蒸发与结晶	17
实验 5 基本度量玻璃仪器的使用	22
实验 6 天平的使用及称量操作	25
实验 7 溶液的配制	33

前言

《化学实验基本技能训练》是本科化学专业学生的一门专业教育必修基础课程,也是后续学习四大化学实验的重要基础。化学实验是一门实践性很强的学科,通过本课程的学习,使学生正确、规范、熟练地掌握有关化学实验的基本方法和基本操作技能,培养学生仔细观察实验现象、认真记录实验结果、独立分析和处理实验数据的实践操作能力和创新能力;培养学生实事求是、严肃认真的科学态度,促进学生知识、能力、素质等综合协调发展,为后续课程的学习和科学研究打下良好的基础。

《化学实验基本技能训练》课程目标

目标 1: 熟悉实验室安全规则及实验事故的处理方法;了解化学试剂的规格、实验结果的处理过程与表达。

目标 2: 掌握常用玻璃仪器的洗涤和干燥方法。

目标 3: 正确、规范地掌握化学试剂的取用、加热和冷却、蒸发和结晶、液体和固体的分离等化学实验的基本方法与基本操作技能。

目标 4: 正确、规范、熟练地掌握移液管、容量瓶等基本度量玻璃仪器的使用方法。

目标 5: 掌握台秤及电子天平的使用方法,能准确称取一定质量的物质。

目标 6: 掌握溶液的配制方法及操作技能,会配制一定浓度的试剂溶液及标准溶液,熟练掌握溶液配制的有关计算。

目标 7: 培养学生实事求是的科学态度、认真细致的优良作风、相互协作的团队精神和创新精神等科学品质。

《化学实验基本技能训练》课程要求

(1) 开出实验课前,由指导老师制定实验教学进度,每个实验提前一周备课,明确实验的目的、要求和有关注意事项,做好记录。

(2) 每次实验,指导老师提前进入实验室,检查实验设施,熟悉药品摆放情况,准备试剂、仪器等。

(3) 实验过程中,教师应注意巡视观察,认真辅导,随时纠正学生不规范的操作。实验结束后,检查学生的数据记录和实验台卫生情况,提醒学生检查水、电、门窗等是否关好,经检查合格后方可允许学生离开。

(4) **要求学生**课前必须认真预习。理解实验原理,了解实验步骤,探寻影响实验结果的关键环节,做好必要的预习笔记。**未预习者不得进行实验。**

(5) **要求学生**的所有实验数据,尤其是各种测量的原始数据,必须随时记录在专用的、预先编好页码的实验记录本上。**不得记录在其他任何地方,不得涂改原始实验数据。**

(6) **要求学生**认真阅读“实验室安全制度”和“化学实验课学生守则”,遵守实验室的各项规章制度。了解消防设施和安全通道的位置。树立环境保护意识,尽量降低化学物质(特别是有毒有害试剂以及洗液、洗衣粉等)的消耗。

(7) **要求学生**保持实验室内安静、实验台面清洁整齐。爱护仪器和公共设施,树立良好的公德。

(8) **要求学生**每次实验不得迟到。因病、因事缺席，必须请假。**事后必须自己到实验室找老师补上所缺实验。**

(9) **要求学生**实验后能够正确分析和处理实验中的相关数据，合理表达和解释实验结果，并能给出合格的实验报告。特别欢迎提出宝贵的意见和建议。

总之，强调良好的化学实验习惯的养成。

- (1) 预习在先、成竹在胸
- (2) 胆大心细、操作规范
- (3) 善于观察、多思好问
- (4) 勤学苦练、科学认真
- (5) 实事求是、学有所成。

实验1 化学实验基本知识

一、实验目的

1. 熟悉实验室安全规则及实验事故的处理方法。
2. 了解化学试剂的规格、实验结果的表达和处理过程，会正确、规范、完整地书写实验报告。

二、实验步骤

(一) 实验室规则

进入实验室后，一切都要遵照实验室规则，应做到：

1. 遵守纪律，保持肃静，集中思想，认真操作。
2. 仔细观察实验现象，并及时做好记录。
3. 实验时应保持实验室和桌面清洁整齐，废渣和废液等严禁倒入水槽内，碎玻璃应放在废玻璃箱内回收。
4. 爱护国家财物，小心使用仪器和实验室设备，注意节约水和电。
5. 使用药品时应注意下列几点：
 - (1) 药品应按规定量取用，如果实验指导书中未规定用量，应注意节约，尽量少用。
 - (2) 取用固体药品时，注意勿使其撒落在实验台上。
 - (3) 药品自瓶中取出后，不能倒回原瓶中。
 - (4) 试剂瓶用过后，应立即盖上塞子，并放回原处，绝不允许将各试剂瓶塞子互换使用。
 - (5) 同一滴管在未洗净时，不应在不同的试剂瓶中吸取溶液。
 - (6) 实验教材中规定在实验完成后要回收的药品，都应倒入回收瓶中。
6. 使用精密仪器时，必须严格按照操作规程进行操作，细心谨慎，避免粗枝大叶而损坏仪器。如发现仪器有故障，应立即停止使用并报告指导教师，及时排除故障。
7. 实验结束后，应将玻璃仪器洗涤干净，放回规定的位置、整理好桌面，把实验台擦净，并打扫地面，最后检查水龙头是否关紧，电源是否断开。实验室内一切物品(仪器药品和产物等)不得带离实验室。离开实验室前，需经指导教师签字确认。

(二) 实验室安全守则

在实验过程中，每个人都应注意安全，具体做到：

1. 一切产生有毒气体及挥发性、刺激性毒物的实验，都应在通风橱内进行。
2. 一切易燃、易爆物质的实验，都应在离火较远的地方进行，并应尽可能在通风橱内进行。
3. 使用酒精灯，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别的酒精灯，以免酒精溢出而失火。
4. 加热试管时，不要将试管口指向自己和别人，也不要俯视正在加热的液体，以免溅出的液体把人烫伤。
5. 在闻瓶中气体的气味时，鼻子不能直接对着瓶口(或管口)，而应用手把少量气体轻轻扇向自己的鼻孔。

6. 浓酸、浓碱等具有强腐蚀性的试剂，切勿溅在衣服、皮肤和眼睛上。稀释浓硫酸时，应将浓硫酸慢慢地注入水中，并不断搅动，**切勿将水注入浓硫酸中**，以免产生局部过热，使浓硫酸溅出，引起灼伤事故。

7. 绝不允许将各种化学药品随意混合，以防发生意外。

(三) 实验中意外事故的处理

在实验中如果不慎发生意外事故，不要慌张，应沉着、冷静，迅速处理。具体如下：

1. 割伤：应立即用药棉揩净伤口，涂上紫药水（或红汞、碘酒），必要时撒些消炎粉，再用纱布包扎。如果伤口较大，应立即到医务室医治。

2. 烫伤：可用高锰酸钾溶液洗涤受伤处，再涂上烫伤药膏。

3. 受强酸腐蚀致伤：应立即用大量水冲洗，再用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水冲洗，然后再用水冲洗。

4. 受浓碱腐蚀致伤：应立即用大量水冲洗，然后用柠檬酸或硼酸饱和溶液冲洗，最后再用水冲洗。

5. 溴灼伤：立即用大量水冲洗，再用酒精擦至无溴存在为止；或用苯或甘油冲洗，然后用水冲洗。

6. 磷灼伤：用 1%硝酸银、1%硫酸铜或浓高锰酸钾溶液冲洗，然后包扎。

7. 吸入溴蒸气、氯气、氯化氢：可吸入少量酒精和乙醚的混合气体；若吸入硫化氢气体而感到不适时，应立即到室外呼吸新鲜空气。

8. 毒物不慎进入口中：用催吐剂(约 30 克硫酸镁溶于 1 杯水中)，并用手指伸进咽喉部，促使呕吐，然后立即送医院治疗。

9. 火灾：如酒精、苯或醚等引起着火时，应立即用湿布或沙土等扑灭；如火势较大，可使用 CCl_4 灭火器或 CO_2 泡沫灭火器，但不可用水扑救，因水能和某些化学药品(如金属钠)发生剧烈的反应而引起更大的火灾。如遇电气设备着火，必须使用 CCl_4 灭火器，绝对不可用水或 CO_2 泡沫灭火器。

10. 触电：首先应切断电源，然后在必要时，进行人工呼吸。

(四) 常用试剂的规格及试剂的使用和保存

1. 化学试剂的分类

化学试剂产品已有数千种，而且随着科学技术和生产的发展，新的试剂种类还将不断产生，现在还没有统一的分类标准，本书只简要地介绍标准试剂、一般试剂、高纯试剂和专用试剂。

(1) 标准试剂

标准试剂是用于衡量其它（欲测）物质化学量的标准物质，习惯称之为基准试剂，其特点是主体含量高，使用可靠。我国规定滴定分析第一基准和滴定分析工作基准的其主体含量分别为 $100 \pm 0.02\%$ 和 $100 \pm 0.05\%$ 。主要国产标准试剂的种类及用途见表 1.1。

表 1.1 主要国产标准试剂的规格与用途

类 别	主 要 用 途
滴定分析第一基准试剂	工作基准试剂的定值
滴定分析工作基准试剂	滴定分析标准溶液的定值
滴定分析标准溶液	滴定分析法测定物质的含量
杂质分析标准溶液	仪器及化学分析中作为微量杂质分析的标准
一级 pH 基准试剂	pH 基准试剂的定值和高精密度 pH 计的校准
pH 基准试剂	pH 计的校准（定位）
热值分析试剂	热值分析仪的标定
气相色谱分析标准试剂	气相色谱法进行定性和定量分析的标准
临床分析标准溶液	临床化验
农药分析标准试剂	农药分析
有机元素分析标准试剂	有机物元素分析

（2）一般试剂

一般试剂是实验室最普遍使用的试剂，其规格是以其中所含杂质的多少来划分，包括通用的一、二、三、四级试剂和生化试剂等。一般试剂的分级、标志、标签颜色和主要用途列于表 1.2。

表 1.2 一般化学试剂的规格及选用

级别	中文名称	英文符号	适用范围	标签颜色
一级	优级纯（保证试剂）	G R	精密分析实验	绿色
二级	分析纯（分析试剂）	A R	一般分析实验	红色
三级	化学纯	C P	一般化学实验	蓝色
四级	实验试剂	L R	一般化学实验辅助试剂	棕色或其它颜色
生化试剂	生化试剂 生物染色剂	B R	生物化学及医用化学实验	咖啡色 玫瑰色

（3）高纯试剂

高纯试剂其最大的特点是其杂质含量比优级或基准试剂都低，用于微量或痕量分析中试样的分解和试液的制备，可最大限度地减少空白值带来的干扰，提高测定结果的可靠性。同时，高纯试剂的技术指标中，其主体成分与优级或基准试剂相当，但标明杂质含量的项目则多 1~2 倍。

（4）专用试剂

专用试剂顾名思义是指专门用途的试剂。例如在色谱分析法中用的色谱纯试剂、色谱分析专用载体、填料、固定液和薄层分析试剂，光学分析法中使用的光谱纯试剂和其它分析法中的专用试剂。专用试剂除了符合高纯试剂的要求外，更重要的是在特定的用途中、其干扰的杂质成分不产生明显干扰的限度之下。

2. 使用试剂注意事项

- (1) 打开瓶盖(塞)取出试剂后,应立即将瓶盖(塞)好,以免试剂吸潮、沾污和变质。
- (2) 瓶盖(塞)不许随意放置,以免被其它物质沾污,影响原瓶试剂质量。
- (3) 试剂应直接从原试剂瓶取用,多取试剂不允许倒回原试剂瓶。
- (4) 固体试剂应用洁净干燥的小勺取用。取用强碱性试剂后的小勺应立即洗净,以免腐蚀。
- (5) 用吸管取用液态试剂时,决不允许用同一吸管同时吸取两种试剂。
- (6) 盛装试剂的瓶上,应贴有标明试剂名称、规格及出厂日期的标签,没有标签或标签字迹难以辨认的试剂,在未确定其成份前,不能随便使用。

3. 试剂的保存

试剂放置不当可能引起质量和组分的变化,因此,正确保存试剂非常重要。一般化学试剂应保存在通风良好、干净的房子,避免水分,灰尘及其它物质的沾污,并根据试剂的性质采取相应的保存方法和措施。

(1) 容易腐蚀玻璃影响试剂纯度的试剂,应保存在塑料或涂有石蜡的玻璃瓶中。如:氢氟酸、氟化物(氟化钠、氟化钾、氟化铵)、苛性碱(氢氧化钾、氢氧化钠)等。

(2) 见光易分解、遇空气易被氧化和易挥发的试剂应保存在棕色瓶里,放置在冷暗处。如过氧化氢(双氧水)、硝酸银、焦性没食子酸、高锰酸钾、草酸、铋酸钠等属见光易分解物质;氯化亚锡,硫酸亚铁,亚硫酸钠等属易被空气逐渐氧化的物质;溴、氨水及大多有机溶剂属易挥发的物质。

(3) 吸水性强的试剂应严格密封保存。如:无水碳酸钠、苛性钠、过氧化物等。

(4) 易相互作用、易燃、易爆炸的试剂,应分开贮存在阴凉通风的地方。如:酸与氨水、氧化剂与还原剂属易相互作用物质;有机溶剂属易燃试剂;氯酸、过氧化氢、硝基化合物属易爆炸试剂等。

(5) 剧毒试剂应专门保管,严格取用手续,以免发生中毒事故。如:氰化物(氰化钾、氰化钠)、氢氟酸、二氯化汞、三氧化二砷(砒霜)等属剧毒试剂。

(五) 实验记录、结果处理和实验报告

1. 实验记录

实验人员要有专门的实验记录本,标上页数,不得撕去任何一页。绝不允许将实验数据或实验结果记在单页纸上、小纸片上,或随意记在其它地方。**实验数据或结果应按要求记录在实验记录本上。**

实验过程中的各种测量数据及有关现象,应及时、准确而清楚地记录下来,记录实验数据时,要有严谨的科学态度,要实事求是,切忌夹杂主观因素,**决不能随意拼凑和伪造数据。**

实验过程中涉及到的各种特殊仪器的型号和标准溶液浓度等,也应及时准确记录下来。记录实验数据时,应注意其有效数字的位数。用分析天平称量时,要求记录至 0.0001 g,滴定管及移液管的读数,应记录至 0.01 mL,量杯、量筒应记录至 0.1 mL,台秤记录至 0.1 g。

实验中的每一个数据,都是测量结果,在重复测量时,即使数据完全相同,也应记录下来。在实验过程中,如果发现数据算错、测错或读错而需要改动时,可将数据用一横线划去,并在其上方写上正确的数字。

2. 实验数据记录与结果的处理

(1) 列表

做完实验后, 应该将获得的大量数据, 尽可能整齐地有规律地列表表达出来, 以便处理运算。列表时应注意以下几点:

每一个表都应有简明完备的名称; 在表的每一行或每一列的第一栏, 要详细地写出名称、单位等; 在每一行中数字排列要整齐, 位数和小数点要对齐, 有效数字的位数要合理; 原始数据可与处理的结果写在一张表上, 在表下注明处理方法和选用的公式。

(2) 结果计算

先列出公式, 再代入数据并计算结果。

3. 实验报告

实验完毕后, 要及时而认真地写出实验报告, 并在离开实验室前或指定时间交给老师。实验报告一般包括以下内容:

(1) 实验名称和日期。

(2) 实验目的。

(3) 实验原理: 简要地用文字和化学反应说明, 如标定和滴定反应的方程式或基准物和指示剂的选择, 试剂浓度和分析结果的计算公式等。

(4) 实验步骤: 简明扼要写出。

(5) 数据记录。

(6) 实验数据处理。用文字、表格、图形, 将数据表示出来, 根据实验要求计算出分析结果、实验误差大小。

(7) 结果分析与问题讨论。对实验教材上的思考题和实验中观察到的现象, 以及产生误差的原因应进行讨论和分析, 以提高自己分析问题和解决问题的能力。

上述各项内容的繁简取舍, 应根据各实验的具体情况而定, 以清楚、简练、整齐为原则。实验报告中的有些内容, 如原理、表格、计算公式等, 要求在实验预习时准备好, 其它内容则可在实验过程中以及实验完成后填写、计算和撰写。

实验2 玻璃仪器的洗涤与干燥

一、实验目的

1. 正确、规范、熟练掌握常见玻璃仪器的洗涤及干燥方法。
2. 会根据实际情况选择合适的方法洗涤和干燥仪器。

二、实验原理

(一) 玻璃仪器的洗涤

在化学实验中, 洗涤玻璃仪器不仅是一个实验前的准备工作, 也是一个技术性的工作。仪器洗涤是否符合要求, 对分析结果的准确度和精确度均有影响。常见的洗涤方法有: (1) 水洗和刷洗法; (2) 合成洗涤剂法; (3) 铬酸洗液(或其它洗液)法; (4) 通过试剂的相互作用将附在器壁上的物质转化为水溶性物质。不同分析工作(如工业分析、一般化学分析和微量分析等)有不同的仪器洗涤要求, 我们以一般定量化学分析为基础介绍玻璃仪器的洗涤方法。

洗涤仪器的一般步骤:

1. 用水刷洗: 选择适用于各种形状仪器的毛刷, 如试管刷、瓶刷、滴定管刷等。用毛刷蘸水刷洗仪器, 用水冲去可溶性物质及刷去表面粘附灰尘。
2. 用合成洗涤剂刷洗: 市售合成洗涤剂是以表面活性剂为主要活性成分的物质, 可配制成 1~2% 的水溶液, 也可用 5% 的洗衣粉水溶液, 它们都有较强的去污能力, 必要时可温热或短时间浸泡玻璃仪器。

洗涤干净的玻璃仪器在倒置时, 水流出后, 器壁内壁应不挂水珠。然后再用少许纯水或蒸馏水润洗仪器内壁三次, 洗去自来水带来的杂质。

注意:

(1) 洗刷仪器时, 应首先将手用肥皂洗净, 以免手上的油污附在仪器上, 增加洗刷的困难。

(2) 一般的玻璃仪器(如烧杯、锥形瓶、试管及离心试管等)洗涤:

先用自来水冲洗一下, 然后用毛刷蘸洗涤剂溶液刷洗, 再用自来水清洗掉残留的洗涤剂, 最后用纯水润洗仪器内壁 3 次(应顺壁冲洗并充分振荡, 以提高冲洗效果)。

(3) 滴定管、移液管、吸量管和容量瓶等具有精密刻度的玻璃量器, 不宜用刷子刷洗, 可用洗涤液润洗, 或者先浸泡一段时间, 再用自来水冲洗干净。普通洗涤液无法洗涤干净的仪器, 可用铬酸或其它专用洗液洗涤。用铬酸洗液洗涤的方法是:

先用自来水洗去尘土和水溶性污物, 然后尽可能倾掉残留液, 再在仪器中加入少量的铬酸洗液, 慢慢地转动仪器, 使仪器内壁全部浸润(注意不能让洗液流出来), 旋转几周后, 把洗液倒回原瓶, 最后用自来水冲洗干净, 再用纯水或蒸馏水润洗仪器内壁 3 次。

(4) 及时洗涤玻璃仪器, 有些化学实验的残液, 搁置一段时间后, 挥发性溶剂逸去, 就有残留物附着到仪器内壁, 使洗涤变得困难; 还有一些物质, 能与仪器的本身部分发生反应, 若不及时洗涤将使仪器受损, 甚至报废。

(5) 切不可盲目地将各种试剂混合作洗涤剂使用, 也不可以任意使用各种试剂来洗涤玻璃仪器。

（二）玻璃仪器的干燥

有一些无水条件的实验必须在干净、干燥的仪器中进行。常用的干燥方法有如下几种：

- （1）晾干 在空气中自然干燥，叫又风干。
- （2）烤干 将仪器外壁擦干后用小火烘烤（不停转动仪器，使其受热均匀）。适用于试管、烧杯、蒸发皿等仪器的干燥。
- （3）烘干 将仪器放在金属托盘上置于烘箱中，控制温度在 105°C 左右烘干。
- （4）吹干 用电吹风或气流干燥器吹干。

一般带有刻度的计量仪器，如滴定管、移液管和容量瓶等不能用加热的方法干燥，以免热胀冷缩影响这些仪器的精度。

三、实验仪器及试剂

仪器：滴管、离心试管、烧杯、量杯、容量瓶、移液管、吸量管、酸/碱滴定管、洗瓶等。

试剂：合成洗涤剂、铬酸洗液等。

四、实验步骤

（一）认领仪器

按仪器清单逐个领取和认识化学实验中常用的仪器并熟悉其名称、规格、用途、性能及其使用方法与注意事项。

一般包括：试管、离心试管及试管架、烧杯、锥形瓶、容量瓶、滴管、洗耳球、玻璃棒、量杯、量筒、移液管、吸量管、酸/碱滴定管、洗瓶等。

（二）洗涤仪器

根据仪器的污染情况，选用不同的方法将所领仪器洗涤干净，抽取两件交给老师检查，并按科学方法将仪器在仪器柜中排列整齐。

1. 试管、烧杯、锥形瓶、量杯等一般玻璃仪器

按照前面“洗涤仪器的一般步骤”进行洗涤。

2. 容量瓶

- （1）检验容量瓶是否有漏液，如有，则换取一个无漏液的容量瓶；
- （2）向容量瓶中倒入 $10\text{mL}\sim 20\text{mL}$ 的铬酸洗液，旋转容量瓶同时将瓶口倾斜，直至铬酸洗液布满全部内壁，放置几分钟；
- （3）将铬酸洗液由上口倒出（放回原瓶中）同时旋转，使洗液布满容量瓶的瓶颈；
- （4）将瓶塞放入管口转动洗涤，倒出洗液；
- （5）使用毛刷蘸洗涤液刷洗外壁，用自来水将容量瓶冲洗干净，最后用纯水润洗容量瓶内壁 3 次备用。

注意：若容量瓶已经使用过且比较干净，则按照“洗涤仪器的一般步骤”进行洗涤。

3. 移液管、吸量管

- （1）吸取 $1/3$ 或 $1/2$ 的铬酸洗液，用食指堵住移液管上口，离开铬酸洗液瓶，将移液管用手指水平托住，轻轻地转动吸量管，使铬酸溶液均匀分布在内壁。
- （2）将洗液从吸量管的尖端放出，流回原铬酸洗液瓶中。
- （3）反复吸取自来水洗涤，洗净后再用蒸馏水进行润洗 3 次备用。

注意：洗涤干净的移液管、吸量管在使用前应用所需移取的溶液润洗 2~3 次，以确保实验时所取用溶液的浓度一致。

4. 酸/碱滴定管

- (1) 先检查活塞上的橡皮圈是否扣牢，防止洗涤时滑落破损；
- (2) 检验酸/碱滴定管是否有漏液，如有漏液则需涂凡士林或换取另一支不漏液的酸/碱滴定管；
- (3) 向酸/碱滴定管加入 2~3mL 的铬酸溶液，慢慢倾斜滴定管至水平，缓慢转动滴定管，使内壁全部被洗涤液浸润；
- (4) 将酸/碱滴定管固定在铁架台上，旋开活塞，使铬酸洗液从滴定管的尖嘴放出，流回原铬酸洗液瓶；
- (5) 向酸/碱滴定管中倒入自来水进行冲洗，干净后再用蒸馏水润洗内壁 3 次，备用。

注意：洗涤干净的酸/碱滴定管在使用前应用待装入的滴定液润洗 2~3 次，以确保实验时所取用溶液的浓度一致。

(三) 仪器的干燥

1. 将上面洗净的 100mL 烧杯，用小火烤干；
2. 将洗净的试管抽取一支，用试管夹夹持，小火烤干；
3. 将移液管、容量瓶自然晾干。

完毕交给老师检查

五、实验注意事项

1. 清点仪器时，有损坏的报告老师；
2. 使用铬酸洗液要注意安全，不要碰到皮肤和衣服上；
3. 严格按操作要求规范进行实验。

思考题：

1. 简述玻璃仪器的一般洗涤过程及其是否洗净的检验方法。
2. 容量瓶、移液管适宜用什么方法干燥？
3. 烤干试管时，为什么试管口要略向下倾斜？

附：各种洗涤液的配制与使用

针对仪器沾污物的性质，采用不同洗涤液能有效地洗净仪器。各种洗涤液及其使用方法见附表 2.1。要注意在使用各种性质不同的洗液时，一定要把上一种洗涤液除去后再用另一种，以免相互作用生成的产物更难洗净。

附表 2.1 常用洗涤液及其使用方法

洗涤液及其配方	使用方法
(1) 铬酸洗液：研细的重铬酸钾 20g 溶于 40mL 水中，慢慢加入 360mL 浓硫酸。	用于去除器壁残留油污，用少量洗液刷洗或浸泡一夜，洗液可重复使用。
(2) 工业盐酸（浓或 1:1）	用于洗去碱性物质及大多数无机物残渣。
(3) 碱性洗液：10%氢氧化钠水溶液或乙醇溶液。	水溶液加热（可煮沸）使用，其去油效果较好。注意：煮的时间太长会腐蚀玻璃，碱-乙醇洗液不要加热。
(4) 碱性高锰酸钾洗液：4g 高锰酸钾溶于水，加入 10g 氢氧化钠，用水稀释至 100mL。	洗涤油污或其他有机物，洗后容器沾污处有褐色二氧化锰析出，再用浓盐酸或草酸洗液、硫酸亚铁、亚硫酸钠等还原剂去除。
(5) 草酸洗液：5~10g 草酸溶于 100mL 水中，加入少量浓盐酸。	洗涤高锰酸钾洗液后产生的二氧化锰，必要时加热使用。
(6) 有机溶剂：苯、乙醇、二氯乙烷等。	可洗去油污或可溶于该溶剂的有机物质，使用时要注意其毒性及可燃性。 用乙醇配制的指示剂干渣，比色皿，可用盐酸-乙醇（1:2）洗液洗涤。
(7) 乙醇、浓硝酸： 注意：不可事先混合！	用一般方法很难洗净的少量残留有机物，可用此法：于容器内加入不多于 2mL 的乙醇，加入 10mL 浓硝酸，静置即发生激烈反应，放出大量热及二氧化氮，反应停止后再用水冲，此操作应在通风橱中进行，不可塞住容器，作好防护。

实验3 试剂的取用及加热与冷却操作

一、实验目的

1. 了解化学试剂的规格及取用方法，正确、规范地取用固体及液体化学试剂。
2. 了解各种加热和冷却等操作技术；能够根据实际情况选择合适的加热与冷却操作方法。

二、实验原理

(一) 试剂的取用

1. 固体试剂的取用

固体试剂需用清洁干燥的药匙取用；药匙的两端为大小两个匙，取大量固体时用大匙，取少量固体时用小匙（取用的固体要放入小试管时用小匙）。用过的药匙必须洗净擦干后方可再使用。

2. 液体试剂取用

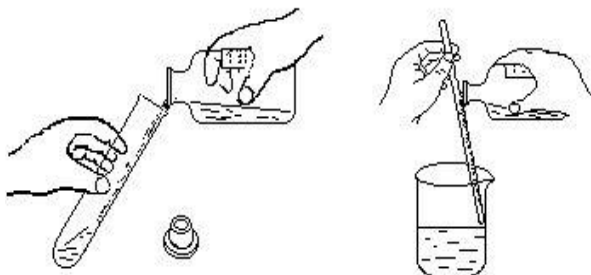


图 3.1 液体试剂取用

(1) 从试剂瓶中取用试剂

用左手持干净的量筒(或试管)，并用大姆指指示所需体积刻度处。右手持试剂瓶(注意：试剂标签应向手心避免试剂沾污标签)，慢慢将液体注入量筒到所指刻度（图 3.1）。读取刻度时，视线应与液体凹面的最低处保持水平（图 3.2）。倒完后，应将试剂瓶口在容器壁上靠一下，再将瓶子竖直，以免试剂流至瓶的外壁。如果是平顶塞子，取出后应倒置桌上，如瓶塞顶不是扁平的，可用食指和中指（或中指和无名指）将瓶塞夹住（或放在洁净的表面皿上），切不可将它横置桌上。取用试剂后应立即盖上原来的瓶塞，把试剂瓶放回原处，并使试剂瓶上的标签朝外。应根据所需用量取用试剂，不必多取，如不慎取出了过多的试剂，不得倒回原瓶，以免沾污试剂。

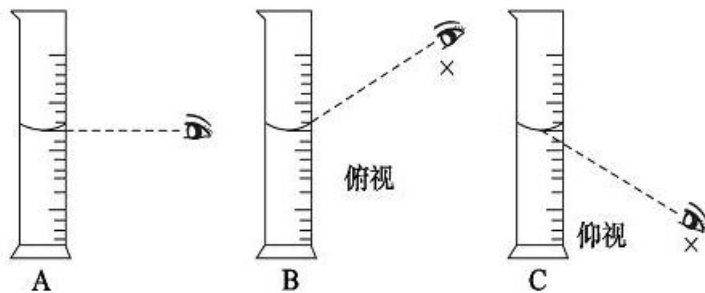


图 3.2 量筒的读数方法

(2) 从滴瓶中取用少量试剂

使用时，提起滴管，使管口离开液面，用手指紧捏滴管上部的橡皮头，以赶出滴管中的空气，然后把滴管伸入试剂瓶中，放开手指，吸入试剂。再提起滴管将试剂滴入试管或烧杯中。

使用滴瓶时，必须注意以下几点：

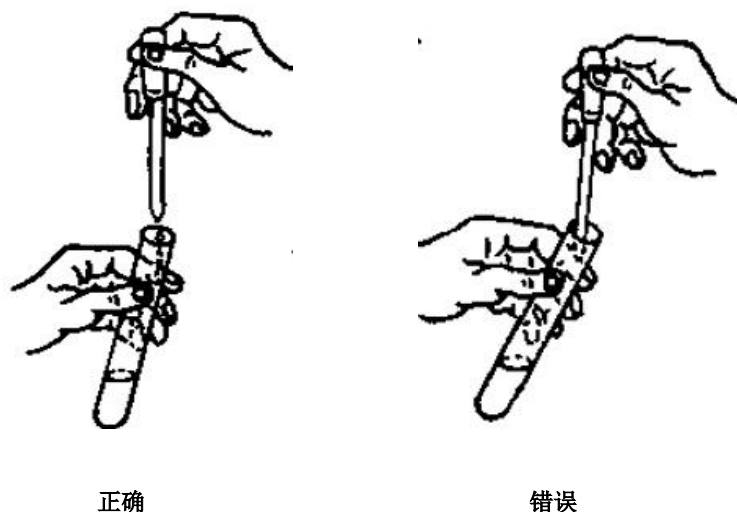


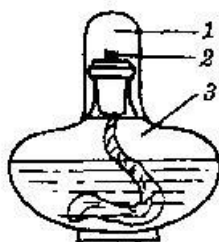
图 3.3 用滴管将试剂加入试管中

① 将试剂滴入试管中时，可用无名指和中指夹住滴管被胶管套住部分，将它悬空地放在靠近试管口的上方（1 cm 左右高度）（图 3.3），然后用大拇指和食指捏挤橡皮头，使试剂滴入试管中。不能将滴管伸入试管中，以防试剂被污染。

② 滴瓶中的滴管只能专用，不能和其它滴瓶上的滴管混用。使用后，应立即将滴管插回原来的滴瓶中。

③ 滴管从滴瓶中取出试剂后，应保持橡皮头在上，不要平放或斜放，以免试液流入滴管的橡皮头中被污染。

(二) 酒精灯的使用



1.灯帽；2.灯芯；3.灯壶

图 3.4 酒精灯

酒精灯的温度，可达 400~500℃（如图 3.4）；外焰温度最高。

酒精灯的用法：酒精灯一般是玻璃制的，其灯罩带有磨口；不用时，必须将灯罩罩上，以免酒精挥发。酒精易燃，使用时必须注意安全。

点燃时，应该用火柴点燃，**切不可用燃着的酒精灯直接去点燃**，否则灯内的酒精可能会洒出，引起燃烧而发生火灾。熄灭酒精灯的火焰时，切勿用嘴去吹，只要将灯罩盖上即可

使火焰熄灭，然后再提起灯罩；待灯口稍冷再盖上灯罩，这样可以防止灯口破裂。

酒精灯内酒精快用完时，必须及时添加。酒精灯内需要添加酒精时，应先把火焰熄灭，然后再把酒精加入灯内，但应注意灯内酒精不能装得太满，一般不超过其总容量的 $\frac{2}{3}$ 。

（三）加热方法

1. 液体加热

当加热液体时，被加热液体不宜超过容器总容量的一半。一般加热方式有两种：

（1）直接加热

加热试管中的液体时，一般可直接在火焰上加热（图 3.5）。在火焰上加热试管时，应注意以下几点：

- ① 应该用试管夹夹持试管的中上部，试管与桌面约成 60° 倾斜。
- ② 应使液体各部分受热均匀，先加热液体的中上部，再慢慢往下移动，同时不停地上下移动，不要集中加热某一部分，否则将使液体局部沸腾而冲出管外。
- ③ 不要将试管口对着别人或自己，以免溶液溅出时把人烫伤。

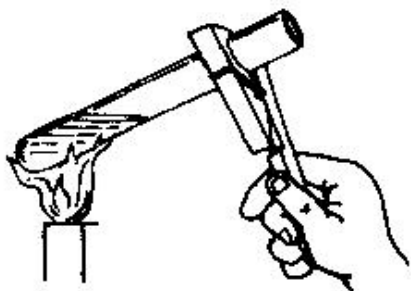


图 3.5 直接加热试管中的液体

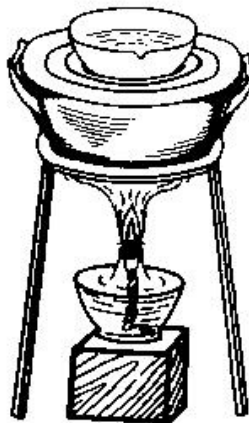


图 3.6 水浴加热

在烧杯、烧瓶等玻璃仪器中加热液体时，玻璃仪器必须放在石棉网上，否则容易因受热不均而破裂。

（2）水浴加热

如果要在一定范围温度下进行较长时间的加热，则可使用水浴（图 3.6）、蒸气浴或砂浴等。水浴或蒸气浴是具有可移动的同轴圆盖的铜制水锅[也可用烧杯代替水浴锅]。砂浴是盛有细砂的铁盘。

注意：离心试管由于管底玻璃较薄，不宜直接加热，应在热水浴中加热。

2. 固体加热

（1）加热试管中的固体

加热试管中的固体时，必须使试管口稍微向下倾斜，以免凝结在试管上的水珠流到灼热的管底而使试管炸裂。试管可用试管夹夹持后加热，有时也可用铁夹固定后加热（图 3.7）。

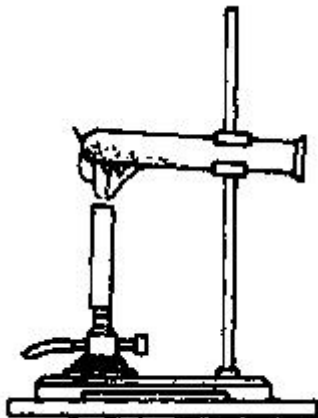


图 3.7 加热试管中的固体

(2) 加热蒸发皿、坩埚中的固体

加热较多量的固体时,可把固体放在蒸发皿、坩埚中进行,但应注意充分搅拌,使固体受热均匀。蒸发皿、坩埚灼热时,可放在泥三角上。如需移动,则必须用坩埚钳夹取。

注意:试管、烧杯、烧瓶、瓷蒸发皿等器皿能承受一定的温度,但不能骤冷或骤热、因此,加热前必须将器皿外壁的水擦干,加热后,不能立即与潮湿的物体接触。

(四) 冷却方法

在化学实验中,有些反应、分离、提纯要求在低温下进行,这就需要选择合适的制冷技术。

(1) 自然冷却 热的物质在空气中放置一定时间,会自然冷却至室温。

(2) 吹风冷却 当实验需要快速冷却时,可用吹风机或鼓风机吹冷风冷却。

(3) 水冷 最简便的冷却方法是将盛有被冷却物的容器放在冷水浴中。如果要求在低于室温下进行,可用水和碎冰的混合物作冷却剂,效果比单独用冰块要好,因为它能和容器更好地接触。如果水的存在不妨碍反应的进行,则可将碎冰直接投入反应物中,这能更有效地利用低温。

实验室中常用冰(雪)盐冷却剂(见表 3.1)来维持 0°C 以下的低温。制冰(雪)盐冷却剂时,应把盐研细,将冰用刨冰机刨成粗砂糖状,然后按一定比例均匀混合。

附表 3.1 常用冰盐冷却剂

盐 类	100 g 碎冰(或雪)中加入盐的质量(g)	混合物能达到的最低温度/ $^{\circ}\text{C}$
NH_4Cl	25	-15
NaNO_3	50	-18
NaCl	33	-21
$\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	100	-29
$\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	143	-55

用干冰(固体二氧化碳)和乙醇、乙醚或丙酮的混合物,可以达到更低的温度($-50\sim-80^{\circ}\text{C}$),见表 3.2。操作时,先将干冰放在浅木箱中用木槌打碎(注意带防护手套,

以免冻伤），装入杜瓦瓶中至 2/3 处，逐次加入少量溶剂，并快速搅拌成粥状。注意：一次加入溶剂过多时，干冰气化会把溶剂溅出。由于干冰易气化跑掉，必须随时加以补充。另外干冰本身有相当的水分，加之空气中水的进入，溶剂使用一段时间后就变成粘结状而难以使用。

附表 3.2 制冷溶剂和制冷温度

溶 剂	制冷最低温度/°C
乙 醇	-86
乙 醚	-77
丙 酮	-86

三、实验仪器及试剂

仪器：试管、滴瓶、试剂瓶、量杯、量筒、移液管、吸液管、烧杯、容量瓶、锥形瓶、洗耳球、水浴锅、电炉等。

试剂：氢氧化钠、盐酸、氯化钠等。

四、实验步骤

1. 固体试剂的取用练习

按照固体试剂的正确取用方法，从广口瓶中取一定量（黄豆大小、1g）的氯化钠固体，放入试管中。

2. 滴瓶的使用及溶液的取用

按照液体试剂的正确取用方法，从滴瓶中取一定体积（0.5mL、3mL）的液体试剂，放入试管中。

3. 试剂瓶、量杯的使用及溶液的取用练习

按照试剂瓶的使用及液体试剂的取用方法，用量筒（量杯）取一定体积（5mL、30mL）的溶液，将量取的溶液放入烧杯中。

4. 液体试剂的估量、加热和冷却练习

取 3mL 液体于试管中，进行直接加热和水浴加热，然后用流水冷却。

反复练习以上操作，直至熟练。

五、实验注意事项

1. 取用试剂要看清标签。
2. 滴管与滴瓶一一对应，不要放错。
3. 加热液体时，注意安全。
4. 所取试剂放到指定的容器内。

思考题：

1. 量杯、量筒在使用前是否需要用待取溶液润洗？
2. 对试管中的液体试剂进行加热时，需要注意的问题有哪些？
3. 实验室中最普遍使用的一般试剂分为几个等级？如何选用化学试剂？

实验4 固液分离及蒸发与结晶

一、实验目的

1. 掌握固液分离的规范操作方法。
2. 掌握蒸发与结晶的规范操作方法。

二、实验原理

(一) 固液分离

固液分离方法有三种：倾析法、过滤法、离心分离法。

1. 倾析法

当沉淀的相对密度较大或晶体的颗粒较大，静置后能很快沉降至容器的底部时，常用倾析法分离或洗涤（图4.1）。先让烧杯中的沉淀充分沉降，然后将上层清液沿玻璃棒小心倾入另一容器中。由洗瓶吹入蒸馏水，并用玻璃棒充分搅动，然后让沉淀沉降，用上面同样的方法将清液倾出，让沉淀仍留在烧杯中。这样重复数次，即可将沉淀分离并洗净。



图4.1 倾析法

2. 过滤法

过滤法是最常用的固液分离方法之一，常用的过滤法有常压过滤、减压过滤等。

(1) 常压过滤（普通过滤）

常压过滤中最常用的过滤器是贴有滤纸的玻璃漏斗。先将滤纸对折两次（若滤纸不是圆形的，此时应剪成扇形）拨开一层即成圆锥形，内角恰成 60° （标准的漏斗内角为 60° ，若漏斗角度不合适适当改变滤纸折叠的角度，使能配合所用漏斗），一面是三层，一面是一层（图4.2）。再把这圆锥形滤纸平整地放入干净的漏斗中（漏斗宜干，可先用水洗涤干净后，自然晾干或烘干），使滤纸与漏斗壁靠紧，用左手食指按住滤纸，右手持洗瓶挤出少量水使滤纸湿润，然后用清洁玻璃棒轻压，使之紧贴在漏斗壁上，此时滤纸与漏斗应当密合，其间不应留有空气泡。一般滤纸上沿应低于漏斗上沿 $0.5\sim 1\text{cm}$ ，将漏斗放在漏斗架上，下面承以接受滤液的容器，使漏斗颈末端与容器内壁接触。过滤时采用倾析法（图4.3），即过滤前不要搅拌溶液，过滤时先将烧杯中上层清液分多次沿着玻璃棒靠近三层滤纸这一边（注意玻璃棒末端不接触滤纸）慢慢倾入漏斗中，然后用少量洗涤液将烧杯中沉淀进行初步洗涤，静置待沉淀下沉后，转移上层清液于漏斗中，如此反复 $3\sim 5$ 次，最后用少量洗涤液将沉淀搅拌后，把沉淀转移到滤纸上，这样不使沉淀物堵塞滤孔，可节省过滤时间。倾入溶液时，应注意使液面低于滤纸边缘约1厘米，切勿超过滤纸边缘。过滤完毕后，从洗瓶中挤出少量水

吹洗烧杯内壁（图 4.4）及玻璃棒（玻璃棒未洗前不能随便放在桌子上），洗涤液也必须全部滤入接受器中。最后，再将滤纸上的沉淀用少量洗涤液洗涤干净（图 4.5）。

如果需过滤的混合物中含有能与滤纸作用的物质（如浓硫酸），则可用石棉或玻璃丝在漏斗中铺成薄层作为滤器。

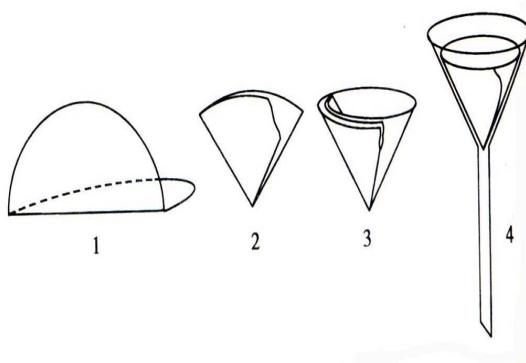


图 4.2 滤纸的折叠和安放

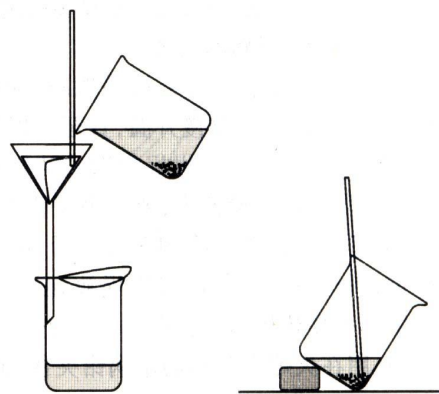


图 4.3 倾析法过滤操作和倾斜静置

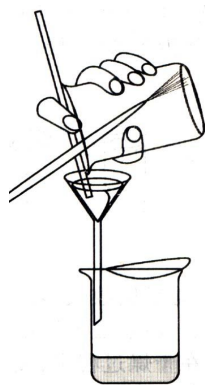


图 4.4 沉淀转移操作



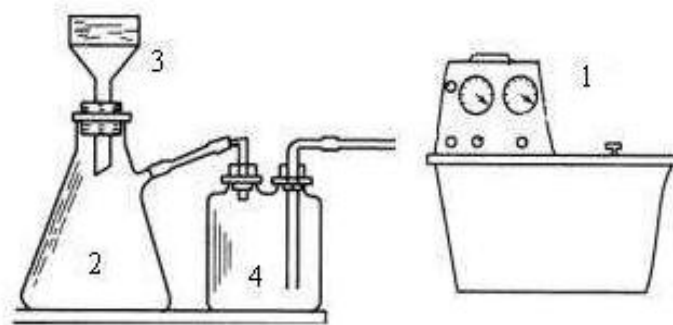
图 4.5 在滤纸上洗涤沉淀

（2）减压过滤（吸滤或抽滤）

为了加速过滤，常用吸滤法过滤。吸滤装置如图 4.6 所示。

布氏漏斗是瓷质的，中间为具有许多小孔的瓷板，以便使溶液通过滤纸从小孔流出。布氏漏斗必须装在橡皮塞上，橡皮塞的大小应和吸滤瓶的口径相配合，橡皮塞塞进吸滤瓶的部分一般不超过整个橡皮塞高度的 $1/2$ 。如果橡皮塞太小而几乎能全部塞进吸滤瓶，则在吸滤时整个橡皮塞将被吸进吸滤瓶而不易取出。

吸滤瓶的支管用橡皮管和安全瓶的短管相连接，而安全瓶的长管则和水泵相连接，安全瓶的作用是防止水泵中的水产生溢流而倒灌入吸滤瓶中。这是因为在水泵中的水压有变动时，常会使水溢流出来，在发生这种情况时，可将吸滤瓶和安全瓶拆开，将安全瓶中的水倒出，再重新把它们连接起来。如不要滤液，也可不用安全瓶。



1. 抽气泵 2. 吸滤瓶 3. 布氏漏斗 4. 安全瓶

图 4.6 减压过滤

吸滤操作，必须按照下列步骤进行：

① 做好吸滤前准备工作，检查装置。

安全瓶的长管接水泵，短管接吸滤瓶；布氏漏斗颈下方的斜口应对着吸滤瓶的支管口，便于吸滤。

② 贴好滤纸。滤纸的大小应比布氏漏斗的内径略小，又能恰好盖住瓷板上的所有小孔为度。先由洗瓶挤出少量蒸馏水润湿滤纸，打开电源开关，抽气使滤纸紧贴在漏斗的瓷板上。

③ 过滤时，应该用倾析法。先将澄清的溶液沿玻璃棒倒入漏斗中，滤完后再将沉淀移入滤纸的中间部分。

④ 过滤时，吸滤瓶内的滤液面不能达到支管的水平位置，否则滤液将被水泵抽出。因此，当滤液快上升至吸滤瓶的支管处时，应拔去吸滤瓶上的橡皮管，取下漏斗，从吸滤瓶的上口倒出滤液后再继续吸滤，但须注意，从吸滤瓶的上口倒出滤液时，吸滤瓶的支管必须向上。

⑤ 在吸滤过程中不得突然关闭电源开关。如欲取出滤液，或需要停止吸滤，应先将吸滤瓶支管的橡皮管拔去，然后再关闭电源，否则水将倒流而进入安全瓶。

⑥ 在布氏漏斗内洗涤沉淀时，应停止吸滤，让少量洗涤剂缓慢通过沉淀，然后进行吸滤。

⑦ 结束工作。

过滤完后，应先将吸滤瓶支管的橡皮管拔去再关闭电源开关，然后取下漏斗；将漏斗的颈口朝上，轻轻敲打漏斗边缘，即可使沉淀脱离漏斗，落入预先准备好的滤纸上或容器中。

3. 离心分离法

少量溶液与沉淀的混合物可用电动离心机（图 4.7）进行离心分离，此操作简单而迅速。

将盛有溶液和沉淀的混合物的离心管放入离心机的试管套筒内，再在此离心管的对面位置上，放一同样大小的离心管，管中装有与混合物等体积的水，以保持平衡。然后缓慢起动，逐渐加快，1~2min 后，停止转动，让离心机自然停下。不可用外力强制停止，否则易损坏离心机，且易发生危险。离心时一般用中速。



图 4.7 电动离心机

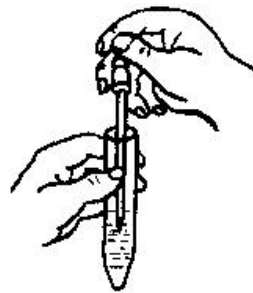


图 4.8 用滴管吸出沉淀上的溶液

离心操作完毕后，从套管中取出离心管，再取一小滴管或毛细吸管，先捏紧其橡皮头，然后插入试管中，插入的深度以尖端不接触沉淀为限（图 4.8），然后慢慢放松捏紧的橡皮头，吸出溶液（也可将其倾出）。这样反复数次，尽可能把溶液移去，留下沉淀。

如要洗涤离心管中存留的沉淀，可由洗瓶挤入少量蒸馏水，用玻璃棒搅拌，再进行离心沉降后按上法将上层清液尽可能地吸尽。重复洗涤沉淀 2~3 次。

（二） 蒸发（浓缩）

当溶液很稀而欲制备的无机物质的溶解度又较大时，为了能从溶液中析出该物质的晶体，就需要对溶液进行蒸发、浓缩。在无机制备、提纯实验中，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比较好时，可先放在石棉网上用酒精灯（或电炉）直接加热蒸发。常用的蒸发容器是蒸发皿，蒸发皿内所盛放的液体体积不应超过其容积的 $\frac{2}{3}$ 。在石棉网上或直火加热前应把外壁水擦干，水分不断蒸发，溶液逐渐浓缩，当蒸发到一定程度后冷却，就可以析出晶体。蒸发浓缩的程度与溶质溶解度的大小和对晶粒大小的要求以及有无结晶水有关。若溶质的溶解度越大，要求的晶粒越小，晶体不含结晶水，则蒸发、浓缩的时间要长些，蒸得要干一些。反之则短些、稀些。

（三） 结晶与重结晶

晶体从溶液中析出的过程称为结晶。

结晶是提纯固态物质的重要方法之一，结晶时要求溶质的浓度达到饱和。要使溶质的浓度达到饱和程度，通常有两种方法，一种是蒸发法，即通过蒸发、浓缩或汽化，减少一部分溶剂使溶液达到饱和而结晶析出。此法主要用于溶解度随温度改变而变化不大的物质（如氯化钠）。另一种是冷却法，即通过降低温度使溶液冷却达到饱和而析出晶体。此法主要用于溶解度随温度下降而明显减小的物质（如硝酸钾）。有时需将两种方法结合使用。

晶体颗粒的大小与结晶条件有关，如果溶质的溶解度小，或溶液的浓度高，或溶剂的蒸发速度快，或溶液冷却快，析出的晶粒就细小。反之，就可得到较大的晶体颗粒。实际操作中，常根据需要，控制适宜的结晶条件，以得到大小合适的晶体颗粒。

当溶液发生过饱和现象时，可以振荡容器、用玻璃棒搅动或轻轻地摩擦器壁，或投入几粒晶种，来促使晶体析出。

当第一次得到的晶体纯度不符合要求时，可将所得的晶体溶于少量试剂中，再进行蒸发（或冷却）、结晶、分离。如此反复操作称为重结晶。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改变而有显著变化的物质的提纯。有些物质的纯化，需经过几次重结晶才能完成。

三、实验仪器及试剂

仪器：烧杯、量筒（杯）、普通漏斗、布氏漏斗、吸滤瓶、真空泵、蒸发皿、石棉网、酒精灯、电炉、台秤。

试剂：粗食盐， BaCl_2 ($1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)， HAc ($6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)， $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ ($0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)。

四、实验步骤

1. 粗食盐的溶解

称取 4g 粗食盐，放入小烧杯中，加入 30 mL 蒸馏水，用玻璃棒搅拌，并加热使其溶解。

2. 用倾析法分离和洗涤沉淀

用倾析法进行分离，洗涤干净后弃去沉淀，保留溶液。

3. 用常压过滤法分离沉淀

将步骤 2 中的溶液加热至沸腾，在不断搅拌下缓慢逐滴加入 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 BaCl_2 溶液 2 mL。然后用小火加热 5 min，用常压过滤法进行分离，洗涤后弃去沉淀，保留滤液。

4. 蒸发、浓缩、结晶

将步骤 3 中的滤液置于蒸发皿中，用小火加热蒸发，浓缩至稀糊状，冷却到室温，析出晶体。

5. 用减压过滤法分离出食盐晶体

将步骤 4 中析出晶体后的溶液用布氏漏斗抽滤，尽量抽干。

6. 干燥

将晶体重新置于干净的蒸发皿中，用小火加热烘干。

7. 离心分离操作练习

取少许干燥后的固体置于离心试管中，加入 2 滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HAc 溶液，再加入 2 滴 $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液，进行离心分离，并洗涤沉淀。

五、注意事项

1. 布氏漏斗中放滤纸时，应先将滤纸湿润并抽紧后再抽滤。
2. 抽滤完毕时应先拔去与布氏漏斗相连接的橡皮管，再关电源。
3. 少量溶液与沉淀的分离用离心分离法时，注意离心试管的对称放置。

思考题

1. 在常压过滤操作中，应注意哪些问题？
2. 在减压过滤操作中，应注意哪些问题？
3. 什么是重结晶？

实验5 基本度量玻璃仪器的使用

一、实验目的

1. 熟练掌握量筒和量杯的使用方法，正确、规范地掌握移液管、吸量管、容量瓶等基本度量玻璃仪器的使用方法。

2. 能准确地量取或移取一定体积的溶液；能使用容量瓶准确地配制一定体积的溶液。

二、实验原理

量筒、量杯量度体积时准确度不高，不能用作精密测定，只能用来测量液体的大致体积。当要求准确量度体积时一般使用移液管、吸量管、容量瓶和滴定管等，容积在 100 毫升以下的这些仪器的精度一般可到 0.01 毫升。这些仪器在制造时都要进行校正再标上刻度，但校正时所标的刻度有两种不同涵义，一种是指“排出”（to deliver, 简写 TD），另一种指“装盛”（to Contain, 简写 TC）。装盛体积和排出的体积是不一样的。校正时还标明校正时的温度。通常，容量瓶是指 TC 体积，滴定管和移液管是指 TD 体积。还有，从移液管放出溶液至完毕时，末端留下一滴溶液，通常不要吹下。但也有一些仪器厂在校正时说明要吹的，则应按要求的操作去做。以上各种量具在使用前都必须合理选择，有破损的不能使用。

（一）量筒和量杯

量筒、量杯是化学实验室中度量液体最常用的仪器。它有各种不同的容量，可根据不同需要选用。读取刻度时，视线应与液体凹面的最低处保持水平。量筒和量杯不能做反应器用，不能装热的液体。

（二）移液管

1. 单标移液管

用以准确移取固定体积的溶液，有各种不同的规格，如：50mL、25mL、20mL、15mL、10mL、5mL、2mL、1mL 等，可根据实验的要求进行选用。这种移液管一般使用的较多，习惯称之为单标移液管。

2. 移液管的使用操作

（1）洗涤

使用前必须用洗涤剂溶液或铬酸洗液洗涤（若用铬酸洗液，则用完后应放回原装洗液瓶内），然后用自来水冲洗数次后再用蒸馏水润洗内壁 3 次至干净。此外，移液管还需用少量被移取的液体润洗内壁 3 次。可先慢慢地吸入少量洗涤液至移液管中（球形部分的 1/3~1/2），用右手食指按住管口，然后将移液管平持，松开食指，转动移液管，使洗涤液与管口以下的内壁充分接触，再将移液管持直，让洗涤液流出，如此反复洗涤数次。

（2）移取溶液

移取溶液前，先移取少量该溶液润洗移液管以保证所移取溶液的浓度不变，润洗与洗涤方法相同。然后，将移液管尖端插入所移取溶液的液面下约 1~2cm 深度中（图 5.1），用洗耳球（预先压瘪，排除空气）吸取溶液至刻度线以上，立即用右手食指按紧移液管口，将移液管取出离开溶液液面，并将移液管的尖端停靠在所移取溶液的器皿内壁瓶口旋转一周，使其尖端外壁的溶液流回原瓶中；然后轻微减轻食指压力并转动移液管使溶液慢慢流出，同时观察液面，当溶液弯月面达到与标线相切时，立即按紧食指，将移液管垂直插入接受器，使

移液管下端与接受器瓶内壁接触并将接受器稍倾斜（图 5.2），放开食指让溶液自由流下，待溶液完全流出后，再停靠 15~20 秒才取出移液管（移液管体积越大，停靠的时间越长，可至 30s）。

注意：在整个移取和放出溶液的过程中，只有移液管的尖端接触到溶液或器皿，以保证所取溶液的纯度，重复操作时，该移液管方可继续使用。

（3）移液管使用完毕用自来水和蒸馏水洗净，放回仪器架上。

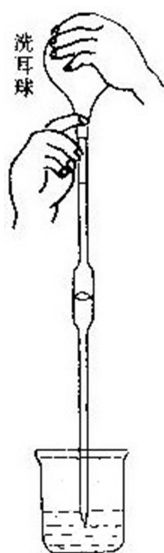


图 5.1 移液

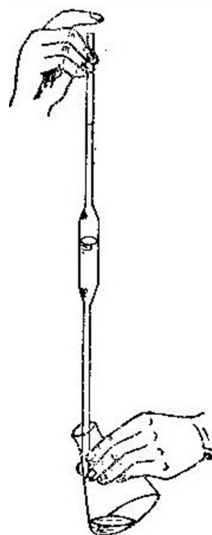


图 5.2 放液

3. 吸量管

带有刻度的移液管称之为吸量管，一般用于 10mL 以下溶液体积的移取。可以根据需要移取吸量管刻度上的任何体积。吸量管规格常用的有 0.1~10mL 等。吸量管的基本操作与移液管同。

（三）容量瓶

容量瓶主要是用来精确地配制一定体积或一定浓度的溶液的量器。容量瓶使用之前，应检查塞子是否与瓶配套。将容量瓶盛水后塞好，左手按紧瓶塞，右手托起瓶底使瓶倒立，如不漏水方可使用。瓶塞应用细绳系于瓶颈，不可随便放置以免沾污或错乱。

如果是用固体溶质配制溶液，应先将固体溶质放入烧杯中，用少量去离子水或其它溶剂溶解，然后将杯中的溶液沿玻璃棒小心地注入容量瓶中（图 5.3）。溶液转移后，应将烧杯沿玻璃棒微微上提、同时使烧杯直立，避免沾在杯口的液滴流到杯外，再把玻璃棒放回烧杯。然后从洗瓶中挤出少量水或其它洗涤液吹洗烧杯及玻璃棒 3~5 次，并将每次洗涤液全部注入容量瓶中。以上过程，称为“定量转移”操作。定量转移后，加入水或其它溶剂至约 2/3 容量时，先将瓶摇动（不盖瓶塞，也不能倒置）使溶液初步混匀。接着继续加水至离刻度线约 0.5 cm 处，改用滴管逐滴加入蒸馏水或其它溶剂至液面与标线完全相切，盖好瓶塞，将容量瓶倒转（此时必须用手指压紧瓶塞，以免脱落），使瓶内气泡上升至顶部，并在倒转时加以摇荡 5~10 s，再倒转过来，如此反复十次以上，以保证瓶内溶液浓度充分混匀（图 5.4）。

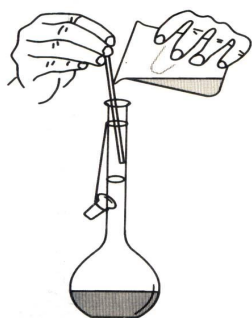


图 5.3 转移溶液入容量瓶

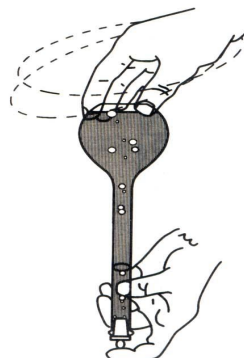


图 5.4 混匀

三、实验仪器及试剂

仪器：小烧杯、量筒（杯）、容量瓶、试剂瓶、洗瓶等。

试剂：水。

四、实验步骤

1. 移液管和容量瓶的使用练习

(1) 用 5 mL 吸量管、25 mL 移液管反复练习吸液、准确体积放液与移液，熟练为止。

(2) 取 100 mL 容量瓶检查是否漏水，用自来水练习定容（需检查），并练习振荡混匀操作。

2. 分别移取 5.00 mL、25.00 mL 上述溶液于 50 mL 的容量瓶中。

五、注意事项

1. 要反复练习移液管、容量瓶等量器的使用，直至熟练。
2. 玻璃仪器易碎，使用时要小心。
3. 配好的溶液应转移到试剂瓶中保存，并及时贴上标签，注明溶液的名称、浓度、配制日期。

思考题

1. 使用移液管的操作要领是什么？最后留于管尖的液体应如何处理？
2. 配制溶液时为何要用蒸馏水，而不用自来水？
3. 用固体溶质配制溶液时，如何定量转移溶液？
4. 在化学实验使用的玻璃仪器中，哪些玻璃仪器在用蒸馏水淋洗后，还要用待装溶液淋洗？

实验 6 天平的使用及称量操作

一、实验目的

了解台秤及电子天平的结构和称量原理，掌握直接称量和差减称量方法，能够准确称取一定质量的物质。

二、实验原理

（一）台秤的使用法

台秤的构造如图 6.1 所示。

1. 使用前的检查工作

先将游码拨至游码标尺左端“0”处，观察指针摆动情况。如果指针在刻度尺的左右摆动距离几乎相等，即表示台秤可以使用；如果指针在刻度的左右摆动的距离相差很大，则应将调节零点的螺丝加以调节后方可使用。

2. 物品称量

（1）称量的物品放在左盘，砝码放在右盘；

（2）先加大砝码，再加小砝码，最后（在 10g 以内）用游码调节，至指针在刻度尺左右两边摇摆的距离几乎相等时为止。

（3）记下砝码和游码的数值至小数点后第一位，即得所称物品的质量。



图 6.1 台秤的构造

（4）称固体药品时，应在两盘内各放一张重量相仿的称量纸，然后用药匙将药品放在左盘的纸上（称 NaOH、KOH 等易潮解或有腐蚀性的固体时，应衬以玻璃器皿）。称液体药品时，要用已称过重量的容器盛放药品，称法同前（注意：台秤不能称量热的物体）。

3. 称量后的结束工作

称量后，把砝码放回砝码盒中，将游码拨到刻度“0”处、取下盘上的物品。

注意：

（1）台秤应保持清洁，如果不小心把药品撒在台秤上，必须立即清除。

（2）要用镊子取砝码，不要用手直接拿取。

（二）电子天平

1. 称量原理及特点

电子天平是目前最新一代的天平，有顶部承载式（吊挂单盘）和底部承载式（上皿式）两种。电子分析天平是电子天平的一类，但读数更为精确，一般可达到 $\pm 0.1\text{mg}$ 。通常电子分析天平外面都有框罩包围以保证精确度。

电子天平一般采用应变式传感器、电容式传感器、电磁平衡式传感器。目前实验室主要采用的是电磁平衡传感器的电子天平，其特点是称量准确可靠、显示快速清晰，并且具有自动检测系统、简便的自动校准装置以及超载保护等装置。下面主要介绍这种电子天平。

电子天平是根据电磁力补偿工作原理，使物体在重力场中实现力的平衡；或通过电磁力矩的调节，使物体在重力场中实现力矩的平衡，整个称量过程均由微处理器进行计算和调控。当称盘上加载后，即接通了补偿线圈的电流，计算器就开始计算冲击脉冲，达到平衡后，显示屏上即自动显示出载荷的质量值。

电子分析天平的特点是：通过操作者触摸按键可自动调零、自动校准、扣除皮重、数字显示、输出打印等功能等，同时其重量轻、体积小、操作十分简便，称量速度也很快。

2. 电子天平及其分类

按电子天平的精度可分为以下几类：

（1）超微量电子天平：超微量天平的最大称量是 2 至 5g，其标尺分度值小于（最大）称量的 10^{-6} ，如 Mettler 的 UMT2 型电子天平等属于超微量电子天平。

（2）微量天平：微量天平的称量一般在 3 至 50g，其分度值小于（最大）称量的 10^{-5} ，如 Mettler 的 AT21 型电子天平以及 Sartorius 的 S4 型电子天平。

（3）半微量天平：半微量天平的称量一般在 20 至 100g，其分度值小于（最大）称量的 10^{-5} ，如 Mettler 的 AE50 型电子天平和 Sartorius 的 M25D 型电子天平等均属于此类。

（4）常量电子天平：此种天平的最大称量一般在 100 至 200g，其分度值小于（最大）称量的 10^{-5} ，如 Mettler 的 AE200 型电子天平和 Sartorius 的 A120S、A200S 型电子天平均属于常量电子天平。

（5）分析天平：电子分析天平，是常量天平、半微量天平、微量天平和超微量天平的总称。

（6）精密电子天平：这类电子天平是准确度级别为Ⅱ级的电子天平的统称。

3. 外型及基本部件（以 Sartorius110s 电子天平（德国赛多利斯公司）为例）

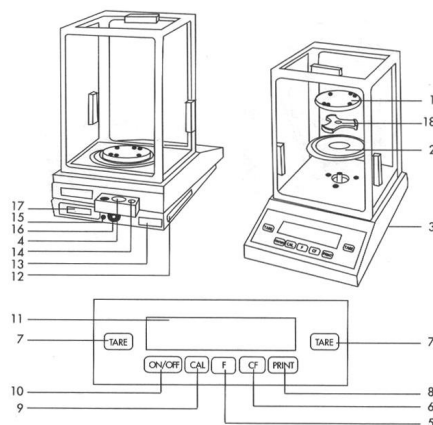


图 6.2 电子天平

1. 秤盘； 2. 屏蔽环；
3. 地脚螺旋； 4. 水平仪；
5. 功能键； 6. CF清除键；
7. 去皮键； 8. 打印键；
9. 调较键； 10. 开/关；
11. 显示器； 12. CMC标签；
13. 具有 $\text{c} \epsilon$ 标记的型号牌；
14. 防盗装置；
15. 菜单-去联锁开关；
16. 电源接口；
17. 数据接口；

4. 操作方法

(1) 调水平

天平开机前,应观察天平后部水平仪内的水泡是否位于圆环的中央,否则通过天平的地脚螺栓调节,左旋升高,右旋下降。无论哪一种天平,在开始称量前,都必须使天平处于水平状态才可以进行称量,调整水平的方法基本相同。

(2) 接通电源、预热(0.5h)。天平在初次接通电源或长时间断电后开机时,至少需要30分钟的预热时间。因此,实验室电子天平在通常情况下,不要经常切断电源。

(3) 按开关键(ON/OFF 键),直至全屏自检。

(4) 校准

按校正键(CAL 键),天平将显示所需校正砝码质量(如100g)。放上100g标准砝码,直至显示100.0g,校正完毕,取下标准砝码。

(5) 零点显示(0.0000g)稳定后即可进行称量。

(6) 称量

在天平托盘上放置称量纸,按显示屏两侧的Tare(TARE)键去皮,待显示器显示零时,在称量纸上放置所要称量的试剂瓶及试剂进行称量,并记录。

称量完毕,按ON/OFF 键,关断显示器。

注意:使用除皮键TARE,可消去不必记录的数字如承载瓶的质量等。根据实验要求,选用一定的称量方法进行称量。

(7) 关机

称量完毕,记下数据后将重物取出,天平自动回零。天平应一直保持通电状态(24小时),不使用时将开关键关至待机状态,使天平保持保温状态,可延长天平使用寿命。

5. 电子天平的校准方法

不同类型、不同厂家生产的电子天平,其校准方法有所不同。

(1) 以上海天平仪器厂JA1203型电子天平为例说明如何对天平进行外校准。

方法:轻按CAL键当显示器出现CAL-时,即松手,显示器就出现CAL-100其中“100”为闪烁码,表示校准砝码需用100g的标准砝码。此时就把准备好“100g”校准砝码放上称盘,显示器即出现“----”等待状态,经较长时间后显示器出现100.000g,拿去校准砝码,显示器应出现0.000g,若出现不是为零,则再清零,再重复以上校准操作。(注意:为了得到准确的校准结果最好重复以上校准操作步骤两次。)

(2) 以瑞士MettlerToledo AG系列电子天平为例说明如何进行天平内校准。

方法如下:天平置零位,然后持续按住“CAL”键直到CAL int出现为止,下述情况将在校准时显示:天平置零、内部校准砝码装载完毕、天平重新检查零位、天平报告校准过程、天平报告校准完毕、天平自动回复到称重状态。

备注:有的人认为在电子天平量程范围内称量的物体越重对天平的损害也就越大。这种认识是不完全正确的。一般衡器最大安全载荷是它能够承受的、不致使其计量性能发生永久性改变的最大静载荷。由于电子天平采用了电磁力自动补偿电路原理,当秤盘加载时(注意不要超过称量范围),电磁力会将秤盘推回到原来的平衡位置,使电磁力与被称物体的重力相平衡,只要在允许范围内称量大小对天平的影响是很小的,不会因长期称重而影响电子

天平的准确度。

6. 电子天平使用注意事项

(1) 为正确使用天平, 请您熟悉天平的几种状态:

显示器右上角显示 O: 表示显示器处于关断状态;

显示器左下角显示 O: 表示仪器处于待机状态, 可进行称量;

显示器左上角出现菱形标志: 表示仪器的微处理器正在执行某个功能, 此时不接受其他任务。

(2) 天平在安装时已经过严格校准, 故不可轻易移动天平, 否则校准工作需重新进行。

(3) 严禁不使用称量纸直接称量!

(4) 每次称量后, 请清洁天平, 避免对天平造成污染而影响称量精度, 以及影响他人的工作。

(三) 分析天平的使用规则

分析天平的使用应遵守“分析天平的使用规则”, 以电子天平为例其使用规则如下:

1. 称量前检查天平是否水平, 框罩内外是否清洁。

2. 天平的上门仅在检修时使用, 不得随意打开。

3. 开关天平两边侧门时, 动作要轻、缓(不发出碰击声响)。

4. 称量物的温度必须与天平温度相同, 有腐蚀性或者吸湿的物质必须放在密闭容器中称量。

5. 不得超载称量。

6. 读数时必须关好侧门。

7. 如发现天平工作不正常, 及时报告教师或实验室工作人员, 不要自行处理。

8. 称量完毕, 天平复位后, 应清洁框罩内外, 盖上天平罩, 并作好使用纪录, 长时间不使用时, 应切断天平电源。

(四) 称量方法

通常在分析测试工作中使用的玻璃或陶瓷器皿, 它的表面都会吸附大气中的水分, 粉末固体试样或试剂尤其会吸附更多的水分, 这种吸附着的水分含量会随大气温度而改变, 为了避免水分含量对测量结果的影响, 在称取所用器皿或试样的质量时, 必须保持它们处于完全干燥状态。为此, 在称量一个物体或称取试样时, 必须采取相应合适的天平、器皿和注意规范操作。



a. 装干燥剂的方法

b. 干燥器的开启方法

c. 干燥器的搬动方法

图 6.3 干燥器及使用方法

1. 称量瓶和干燥器

固体试剂或试样一般都装入称量瓶再进行称量,称量瓶具有磨口玻璃盖以保持密封,为保持其干燥,再将称量瓶置于干燥器中。干燥器内常放入无水氯化钙或变色硅胶或浓硫酸作为干燥剂,干燥器及其使用方法参见图 6.3。

干燥器是一种具有磨口盖子的容器,其中部有一块带孔瓷板以便放置重量分析用的坩埚。磨口盖的磨口面涂一层凡士林,当盖子盖上时,可以保持隔绝空气。在打开或盖回盖子时,要使盖子向平面滑动而不是向上拨或向下压。在移动干燥器时要用双手扶好盖子以免滑下打破。灼热的物体不要放入干燥器,因为灼热的东西会使干燥器内的空气膨胀,凡士林融化、致使盖子滑下。同时,如果将太热的物体放入干燥器,冷却后,会造成干燥器内形成真空而难以打开。

2. 称量方法

使用分析天平进行称量的方法有:直接称量法、指定准确质量称量法(也称为加重称量法)、指定一定质量范围称量法(也称为减重法或递减法)三种。

下面分别进行介绍。

(1) 直接称量法

欲知道某一未知质量物体的质量,可将此物体直接放在天平上进行称量,从而获得该物体准确质量的方法,称之为直接称量法。

(2) 固定质量称量法(加重法,见图 6.4)

在分析实验中,有时要求称取某特定质量的试样或基准物,而这些试剂是吸湿性不大的粉末状物质时,可以采用此称量法称取。

基本操作方法是:使用一干燥的器皿(小烧杯、表面皿)或一张称量纸(将其叠成小铲)放在天平盘上并称取其质量,然后用药匙先加入比所需质量略少的试样,按不同型号的天平操作,直至加入的试样质量与所指定的质量数值相等。

药匙加入试样或基准物的具体操作:将药匙柄端顶在掌心,用拇指和中指拿稳药匙后并将其伸向承接试样的器皿或称量纸小铲的中心部位上方约 1~2cm 处,将药匙微微倾斜,并用食指轻轻弹动药匙柄使试样慢慢落下,直至天平显示所需的数字。所加入试样的质量即为指定称取的质量。



图 6.4 指定质量称量法

a. 拿取称量瓶的方法

b. 将试样从称量瓶转移入接收器的操作

图 6.5 指定一定质量范围称量法(减重法或递减法)

(3) 指定一定质量范围称量法(也称为减重法或递减法,见图 6.5)

基本操作方法:用一纸条套住称量瓶(内盛有所需试样)并将其从干燥器中取出,放在天平盘中直接称取其质量,记为 $m_{总}$ 。用同样的方法将称量瓶取出并移至试样接受器上方,用纸片夹着瓶盖柄,轻轻敲击瓶口外缘使试样缓慢逐步少量地落入到接受器内。当倾出的试

样接近所需称取的质量时，一边轻轻敲击瓶口边缘，一边慢慢将瓶身竖直，使粘在瓶口的试剂落回称量瓶内。盖好称量瓶瓶盖，称取倾出试样后称物瓶的质量。若倾出的量与所需试样质量相差较远，则重复上述操作直至倾出的试样接近所需的量时，准确称出称物瓶的质量记为 m_1 。

$$m_{\text{试样1}} = m_{\text{总}} - m_1$$

同样的操作，可以连续称取第二、第三、第四份试样。所以，当需称取多份在一定质量范围的试样、而且试样又较易吸湿、易氧化或挥发时，即可采用此称量法—递减法进行称量。

三、实验仪器及试剂

1. 仪器：

台秤、电子分析天平、称量瓶、100 mL 烧杯、表面皿、药匙等。

2. 试剂：

氯化钠（工业纯）等。

四、实验步骤

（一）台秤的称量练习

用台秤称取 1g 的氯化钠于一只洁净干燥的小烧杯中。

（二）电子分析天平的称量练习

1. 称量前准备

（1）了解电子分析天平的构造。扫、擦净天平称盘和底盘。

（2）调水平

天平开机前，应观察天平后部水平仪内的水泡是否位于圆环的中央，否则通过天平的地脚螺栓调节，左旋升高，右旋下降。无论哪一种天平，在开始称量前，都必须使天平处于水平状态才可以进行称量，调整水平的方法基本相同。

（3）接通电源、预热（0.5h）。天平在初次接通电源或长时间断电后开机时，至少需要 30 分钟的预热时间。因此，实验室电子天平在通常情况下，不要经常切断电源。

（4）按开关键（ON/OFF 键），直至全屏自检。

（5）校准

按校正键（CAL 键），天平将显示所需校正砝码质量（如 100 g）。放上 100g 标准砝码，直至显示 100.0g，校正完毕，取下标准砝码。

（6）零点显示（0.0000g）稳定后即可进行称量。

2. 固定质量称量法称量练习

取一只洁净干燥的表面皿，放在称盘上，按下 TARE 键，显示 0.0000 后，将要称量的试样加到表面上，准确称取 0.5000g 试样（ $\Delta m \leq \pm 0.0001g$ ），将称好的试样定量完全地转移到一只洁净的小烧杯中。

3. 直接称量法称量练习

取一只洁净干燥的小烧杯，放在称盘上，按下 TARE 键，显示 0.0000 后，从试剂瓶内用药匙转移 0.13~0.15g 试样于烧杯中，此时显示屏上会显示加入试样的质量，记录试样的质量 m_0 。

4. 减量称量法称量练习

(1) 取三只洁净的小烧杯并编号。

(2) 用一纸条套住称量瓶（内盛有所需试样）并将其从干燥器中取出，放在称盘中直接称取其质量，记为 $m_{\text{总}}$ 。用同样的方法将称量瓶取出并移至试样接受器（1 号小烧杯）上方比较中心的位置，用纸片夹着瓶盖柄，轻轻敲击瓶口内缘使试样缓慢逐步少量地落入到接受器（1 号小烧杯）内。当倾出的试样接近所需称取的质量（0.13~0.15 g）时，一边轻轻敲击瓶口边缘，一边慢慢将瓶身竖直，使粘在瓶口的试剂落回称量瓶内。盖好称量瓶瓶盖，称取倾出试样后称量瓶的质量。若倾出的量与所需试样质量相差较远，则重复上述操作直至倾出的试样质量符合称量范围时，准确记录称量瓶的质量 m_1 。倾出至 1 号小烧杯中试样的质量 $m_{\text{试样1}}$ 为：

$$m_{\text{试样1}} = m_{\text{总}} - m_1$$

同样的操作，可以称取第二、第三份试样。

5. 称量后工作

(1) 取出天平盘上物品，清理天平称盘和底盘，关严天平门。

(2) 按开关键，使天平处于待机状态。

(3) 桌面清理干净。

(4) 在“仪器使用登记本”上记录仪器运行情况，并签上班级、姓名、使用日期。

五、数据记录与处理

电子分析天平称量记录表

电子分析天平	质量/g			
固定质量称量法, m/g				
直接称量法, m/g				
减量称量法		I	II	III
	$m_{\text{称量瓶+试剂}}$ (倾出前) /g			
	$m_{\text{称量瓶+试剂}}$ (倾出后) /g			
	$m_{\text{试剂}}$ /g			

六、实验注意事项

1. 天平需防潮、防震、防压、清洁干净。
2. 在开关门，放取称量物时，动作要轻、缓。
3. 保持天平的整洁，称盘上有污物时应立即清除。
4. 称量物不能直接放在称盘上，视情况决定称量物放在纸上、表面皿上、或放在玻璃容器内。
5. 拿、放称量瓶时，都需要用纸条套住瓶身，用小纸片包住盖子柄。
6. 称量时不准同时打开侧门，读数时要关好天平门。称量读数要立即记录。

思考题

1. 称量结果应记录至几位有效数字？为什么？
2. 称量时，应每次将物体放在天平盘的中央，为什么？
3. 试样的称量方法有几种？
4. 称量时什么情况用直接法称量？什么情况用减量法称量？
5. 在用减量称量时，怎样操作才能保证准确无误？
6. 在减量法称量时，若称量瓶内的试样吸湿，对称量结果有无影响？若试样倒入承接的容器后再吸湿，对称量结果有无影响？

实验 7 溶液的配制

一、实验目的

1. 学会台秤以及量筒等仪器的使用方法。
2. 掌握一般溶液的配制方法和基本操作。
3. 学会移液管、吸量管、容量瓶的使用方法，掌握准确配制一定浓度溶液的方法和操作。

二、实验原理

在化学实验中，常常需要配制各种溶液来满足不同实验的要求。如果实验对溶液浓度的准确性要求不高，一般利用台秤、量筒、带刻度烧杯等低准确度的仪器配制就能满足需要。如果实验对溶液浓度的准确性要求较高，这就需要使用分析天平、移液管、容量瓶等高准确度的仪器配制溶液。

对于易水解的物质，在配制溶液时还要考虑先用相应的酸溶解易水解的物质，再加水稀释。无论是粗略配制或准确配制一定体积、一定浓度的溶液，首先要计算所需试剂的用量，包括固体试剂的质量或液体试剂的体积（称量或量取），然后再进行配制。

不同浓度的溶液在配制时的具体计算及配制步骤如下：

（一）固体试剂配制溶液

1. 质量分数(百分浓度)

$$\text{因为: } x = \frac{m_{\text{溶质}}}{m_{\text{溶液}}}$$

$$\text{所以: } m_{\text{溶质}} = \frac{x \cdot m_{\text{溶剂}}}{1-x} = \frac{x \cdot \rho_{\text{溶剂}} \cdot V_{\text{溶剂}}}{1-x}$$

$$\text{如果溶剂为水 (4℃时, } \rho_{\text{溶剂}} = 1.000 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1} \text{), 则: } m_{\text{溶质}} = \frac{x \cdot V_{\text{溶剂}}}{1-x}$$

式中: x — 溶质质量分数; $m_{\text{溶质}}$ — 固体试剂的质量, g; $m_{\text{溶液}}$ — 溶液质量, g;

$m_{\text{溶剂}}$ — 溶剂质量, g; $V_{\text{溶剂}}$ — 溶剂体积, mL; $\rho_{\text{溶剂}}$ — 溶剂的密度, $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

计算出配制一定质量分数的溶液所需固体试剂质量，用台秤称取，倒入烧杯，再用量筒取所需去离子水倒入烧杯，搅动，使固体完全溶解即得所需溶液，将溶液倒入干净的试剂瓶中，贴上标签备用。

2. 物质的量浓度（摩尔浓度）

$$m_{\text{溶质}} = c \cdot V \cdot M$$

式中: c — 物质的量浓度，单位为 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$; V — 溶液体积，单位为 L;

M — 固体试剂摩尔质量，单位为 $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ 。

（1）粗略配制

计算出配制一定体积溶液所需固体试剂的质量，用台秤称取所需试剂，倒入带刻度烧杯中，加入少量去离子水搅动使固体全部溶解，用去离子水稀释至所需刻度，即得所需溶液。然后将溶液移入试剂瓶中，贴上标签，备用。

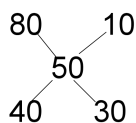
(2) 准确配制

计算出配制一定体积准确浓度溶液所需固体试剂的质量,并在电子分析天平上准确称出它的质量,放在洁净的小烧杯中,加适量蒸馏水(或其它溶剂)搅动使固体全部溶解。将溶液转移到容量瓶(与所配溶液体积相应)中,用少量去蒸馏水(或其它溶剂)洗涤烧杯 2~3 次,冲洗液也移入容量瓶中,再加蒸馏水(或其它溶剂)至标线处,盖上盖子,将溶液摇匀即得所配溶液,然后将溶液移入干燥洁净(预先用已经配制好的溶液润洗干净)的试剂瓶中,贴上标签,备用。

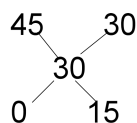
(二) 由液体试剂(或浓溶液)配制溶液

1. 质量分数(百分浓度)

(1) 混合两种已知浓度的溶液,配制所需浓度溶液的计算方法是:把所需的溶液浓度放在两条直线的交叉点上(即中间位置),已知溶液的浓度放在两条直线的左端(较大的在上,较小的在下)。然后在每条直线两个数字相减,差额写在同一直线的另一端(右边的上、下),这样就得到所需的已知溶液浓度的份数。如,由 80%和 40%的溶液混合,配制 50%的溶液:见图(1),需取 10 份 80%的浓溶液和 30 份 40%的稀溶液混合。



图(1)



图(2)

配制时应先加水或稀溶液,然后加浓溶液。搅动均匀,将溶液转移到试剂瓶中,贴上标签,备用。

2. 物质的量浓度(摩尔浓度)

(1) 计算

由已知物质的量浓度溶液稀释:

$$V_{\text{稀释前}} = \frac{c_{\text{稀释后}} \cdot V_{\text{稀释后}}}{c_{\text{稀释前}}}$$

式中: $c_{\text{稀释后}}$ — 稀释后溶液的物质的量的浓度; $c_{\text{稀释前}}$ — 稀释前溶液的物质的量的浓度;

$V_{\text{稀释后}}$ — 稀释后溶液的体积; $V_{\text{稀释前}}$ — 稀释前溶液的体积。

(2) 粗略配制

当用较浓的溶液配制较稀的溶液时,先计算所需体积,然后用洗涤干净的量杯量取所需浓溶液倒入装有少量水的带刻度烧杯中,如果溶液放热,需冷却至室温,再加蒸馏水稀释至刻度处,搅拌均匀后移入试剂瓶中,贴上标签备用。

(3) 准确配制

当用较浓的准确浓度的溶液配制较稀的准确浓度的溶液时,先计算所需体积,然后用处理好的移液管吸取所需溶液注入到给定体积的洁净的容量瓶中,再加蒸馏水至标线处,摇匀,

用所配制溶液润洗试剂瓶后，再将溶液倒入处理过的试剂瓶中，贴上标签备用。

3. 体积比浓度溶液的配制

按体积比，用量筒量取液体（或浓溶液）试剂和溶剂的用量，在烧杯中将两者混合，搅动，使其均匀，即成所需的体积比溶液，将溶液转移到试剂瓶中，贴上标签备用。

注意：浓硫酸、浓硝酸、浓盐酸等强酸在稀释时，应将量取的浓酸缓慢倒入已装有少量蒸馏水的烧杯中（切记不可反向操作！），边倒入边搅拌溶液散热，以防止由于大量热量的散发而引起溶液溅出！

三、实验仪器及试剂

仪器：烧杯、量杯、量筒、容量瓶、试剂瓶、洗瓶等。

试剂：氢氧化钠固体、氯化钠固体、浓盐酸、HAc 等。

四、实验步骤

（一）一般溶液的粗略配制

1. 配制 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaOH 溶液 50 mL

（1）计算配制 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaOH 溶液 50 mL 需要固体 NaOH（分子量 40.02）多少克？

（2）用台秤称取所需的固体 NaOH 于 100 mL 烧杯中，加入 20mL 蒸馏水，用玻璃棒搅拌使其溶解并冷却，再加蒸馏水稀释至 50 mL；

（3）将所配制的溶液回收指定容器中。

2. 用 $1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 HCl 溶液配制浓度为 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl 溶液 50 mL

（1）计算配制 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl 溶液 50 mL 需要 $1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 HCl 溶液多少毫升？

（2）用量筒量取所需的 $1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl 溶液倒入盛有少量水的小烧杯中，然后加蒸馏水稀释至刻度并搅匀。

（3）将所配制的溶液回收指定容器中。

（二）标准溶液的准确配制

1. 配制浓度为 $0.10\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 HAc 溶液 50 mL

准确移取 $1.00\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 HAc 标准溶液，放入 50mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释到刻度，摇匀。将所配制的溶液回收指定容器中。

2. 配制 $0.1000\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 NaCl 溶液 50 mL

准确称取所需的固体 NaCl（分子量 58.44）于干净的小烧杯中，加适量的蒸馏水溶解，定量转入 50mL 容量瓶中，稀释定容，摇匀。将所配制的溶液回收指定容器中。

五、数据记录与处理

1. 称取固体 NaOH 的质量计算： $m_{\text{溶质}} = c \cdot V \cdot M$

2. 量取盐酸体积的计算： $V_{\text{稀释前}} = \frac{c_{\text{稀释后}} \cdot V_{\text{稀释后}}}{c_{\text{稀释前}}}$

3. 移取 HAc 体积的计算： $V_{\text{稀释前}} = \frac{c_{\text{稀释后}} \cdot V_{\text{稀释后}}}{c_{\text{稀释前}}}$

4. 准确配制氯化钠溶液的浓度计算： $m_{\text{溶质}} = c \cdot V \cdot M$

六、注意事项

1. 仪器的选择要适当。
2. 注意试剂的取用方法，并要看清标签。
3. 注意分析天平、移液管、容量瓶的使用方法。
4. 浓酸、浓碱具有强腐蚀性，使用时要特别小心。
5. 配制碱溶液时要用洁净干燥的小烧杯或表面皿称取药品，溶解时边加水边搅拌。
6. 配制硫酸等强酸溶液时必须将浓酸沿玻璃棒慢慢倒入水中，并不断搅拌，**切不可将水倒入浓硫酸中！**
7. 配好的溶液应转移到试剂瓶中保存，并及时贴上标签，注明溶液的名称、浓度、配制日期。

思考题

1. 在本实验中，哪些试剂的用量要比较准确，而哪些试剂的用量不必准确量度？
2. 配制溶液或量取溶液时，哪些玻璃仪器要用标准溶液淌洗？为什么？
3. 如何定量转移溶液？
4. 用容量瓶配制溶液时，要不要把容量瓶干燥？能否用量筒量取溶液？
5. 配制 50 mL 3 mol·L⁻¹ H₂SO₄ 溶液时应注意些什么问题？
6. 怎样保存溶液？