

第1章

绪 论

1.1 实验内容及形式

本书的系列实验是以新型无机非金属材料为研究对象的全过程训练。课程内容涉及新型无机非金属材料粉体合成、成型、烧结,以及结构和性能的测试和表征技术。在整个实验过程中,学生需要在各个阶段使用包括颗粒尺寸测试、烧结体密度测试、显微组织观察、物理性能检测等在内的多种材料检测手段,对所设计的材料制备工艺以及所制备的材料进行评价。

实验由基础实验和综合实验两个方面组成。基础实验通过教师讲解和演示制备某种材料,了解材料制备工艺、结构和性能表征方法及原理,以及材料制备常用仪器设备基本操作和基本技能,并能规范操作材料合成制备中常用仪器和设备。在完成以上基础实验的基础上,进行综合性研究型实验,由学生独立设计实验内容、制定实验方案、完成实验操作、整理分析实验结果、进行答辩并撰写出论文形式的综合实验报告。

1.2 课程要求

1.2.1 预习

实验课要求学生既动手做实验,又动脑思考问题,因此实验前必须做好预习。对实验过程心中有数,使实验顺利进行,达到预期的效果。预习时应做到:认真阅读实验教材及有关参考资料,查阅相关数据;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地方。

综合实验要求完整的实验方案。实验方案的拟定是根据所选择的专题搜集阅读文献资料,在综合文献基础上拟订实验方案,通过小组讨论,在与指导教师充分讨论的基础上形成《实验方案设计报告》。

实验方案设计基本要求：①科学性(首要原则)：实验原理、操作程序和方法应该正确。②安全性：避免使用有毒药品和进行具有危险性实验操作。③可行性：选用的药品、仪器、设备和方法在现有的实验条件下能够满足。④简约性：简单的装置、较少的步骤和药品、较短的时间。

《实验方案设计报告》内容应该包括：文献综述、研究内容、实验原理(拟采取的技术路线)、需要的实验条件(仪器、药品及规格)、实验步骤(包括仪器装配和操作)、实验安排(时间安排)以及人员分工等内容。

1.2.2 实验

基础实验：在教师的指导下进行实验是实验课的主要教学环节,也是训练学生正确掌握实验技术达到培养能力目的的重要手段。实验原则应按教材所提示的步骤、方法和试剂用量进行,若提出新的实验方案,应经教师的批准方可实验。

综合实验：按照《实验方案设计报告》开展实验。

1.2.3 研究笔记

科学论据和实验结果的交流是一项重要的任务。交流链条上的第一个环节就是将实验情况精确而详细地记录下来。做这种记录的目的是使你或其他人能从你的实验工作中学到东西并帮助你或他们重复你的成功,避免你的失败。实验中的详细资料是为那些希望重复你的实验的人所极为珍视的。记录应包括足以使你或者其他入顺利重复你的实验更为详细的内容。如果实验失败应把过程详细地记录,使你能对实验步骤做出明智的纠正,以增加下次实验成功的机会。由于这些原因,你的记录中应有实验仪器的附图、实验观察情况,如颜色变化、反应温度等。所有实验细节都应记录下来。

1.2.4 团队配合

由于实验是分组实验,这有别于个人作业,实验需要一组人配合完成。如何统筹安排每个人的工作和时间、提高实验效率是一个需要解决的问题。在安排每个人各尽所能的同时,又能让每个人都能了解实验的全过程。这是一个团队配合的问题,需要大家的互相协作、体谅和帮助,这对将来从事无论怎样的工作都是相当有帮助的。

1.3 实验安全规程

进入实验室首先要考虑的是人身安全,其次是仪器设备安全,然后再开始进行实验。必须遵守实验安全规程:

- (1) 禁止用湿手接触电器及开关;电器使用完毕立即关闭电源;水龙头应随手关闭。
- (2) 一切涉及有毒、有害和刺激性气体的实验,应在通风橱内进行。
- (3) 使用易燃物(如乙醇、丙酮等)应远离火源、热源,用毕应立即盖紧瓶塞,防止泄漏。



(4) 使用强酸、强碱等腐蚀性试剂,切勿溅在人体、衣物上,特别注意保护眼睛;一旦发生以上意外,应立即用大量清水冲洗,必要时应及时到医务部门做进一步处理。

(5) 使用有毒试剂(如汞、砷、铅等化合物,氰化物等),不得接触皮肤和伤口;实验后的废液应倒入指定的容器内集中处理。

(6) 稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢注入水中,并不断搅拌。切勿将水倒入浓硫酸中,以免溅出,造成灼伤。

(7) 严禁做未经教师允许的实验和任意混合各种药品,以免发生意外事故。

(8) 切勿直接俯视容器中的化学反应或正在加热的液体。

(9) 严禁在实验室内饮食、抽烟或把食具带入实验室。

(10) 实验室所有药品、仪器不得带出室外。

(11) 离开实验室前应检查确保关闭电源、水龙头、门窗。

1.4 良好实验室工作习惯

良好的工作作风和习惯不仅是做好实验、搞好学习和工作所必要的,而且也反映一个人的修养和素质。通过本实验的培养和训练,要逐步养成以下几项实验室工作的良好习惯。

(1) 初步养成认真、仔细、紧张、有序地进行实验的习惯。

(2) 养成节约药品、水、电和爱护仪器的习惯。进入实验室后首先要熟悉实验室环境、布置和各种设施的位置,清点仪器。实验中要用的大多数仪器设备其他学生在课程进行中的某个时候也要使用,所以在每个实验告一段落时务必保证所有的仪器设备处于良好的状态。如损坏了任何仪器设备必须立即向教师报告。

(3) 养成保持整洁实验工作环境的习惯。保持实验室卫生、整洁,不得乱扔纸屑、瓶罐。实验结束后,应将台面清理干净,将仪器洗刷干净,放回原来位置,并将所有实验用品整理好,以免影响后续实验进行。手洗净后再离开实验室。

1.5 危险品的管理

1.5.1 实验室内常见危险品

实验室危险品是指具有毒害、腐蚀、爆炸、燃烧、助燃等性质,对人体、设施、环境具有危害的物品。实验室常见危险品有:

(1) 爆炸品:当受到高热摩擦、撞击、震动等外来因素的作用或其他性能相抵触的物质接触,就会发生剧烈的化学反应,产生大量的气体和高热,引起爆炸。例如,三硝基甲苯、苦味酸、硝酸铵、叠氮化物、雷酸盐及其他超过三个硝基的有机化合物等。

(2) 氧化剂:具有强烈的氧化性,按其不同的性质遇酸、碱、受潮、强热或与易燃物、有机物、还原剂等性质有抵触的物质混存能发生分解,引起燃烧和爆炸。例如,碱金属和碱土金属的氯酸盐、硝酸盐、过氧化物、高氯酸及其盐、高锰酸盐、重铬酸盐、亚硝酸盐等。

(3) 压缩气体和液化气体:气体压缩后储于耐压钢瓶内,具有危险性。钢瓶如果在太

阳下曝晒或受热,当瓶内压力升高至大于容器耐压限度时,即能引起爆炸。

(4) 自燃物品: 此类物质暴露在空气中,依靠自身的分解、氧化产生热量,使其温度升高到自燃点即能发生燃烧。如白磷等。

(5) 遇水燃烧物品: 遇水或在潮湿空气中能迅速分解,产生高热,并放出易燃易爆气体,引起燃烧爆炸。如金属钾、钠、电石等。

(6) 易燃液体: 这类液体极易挥发成气体,遇明火即燃烧。可燃液体以闪点作为评定液体火灾危险性的主要根据,闪点是在液体表面能产生足够的蒸气与空气形成可燃混合物的最低温度。依此定义,可燃液体在闪点以下,如遇到很小的火星时它不会燃烧,且闪点越高则越不易燃烧。反之,闪点越低越易引起燃烧。闪点在 45°C 以下的称为易燃液体,在 45°C 以上的称为可燃液体(可燃液体不纳入危险品管理)。易燃液体根据其危险程度分为:

一级易燃液体试剂: 闪点在 -4°C 以下,如汽油;

二级易燃液体试剂: 闪点在 $-4\sim 21^{\circ}\text{C}$,如乙醇、甲醇;

三级易燃液体试剂: 闪点在 $21\sim 45^{\circ}\text{C}$,如柴油、松节油、煤油。

(7) 易燃固体: 此类物品着火点低,如受热、遇火星、受撞击、摩擦或氧化剂作用等能引起急剧的燃烧或爆炸,同时放出大量毒害气体。如赤磷、硫磺、萘、硝化纤维素等。固体试剂分为两级:

一级易燃固体试剂: 在常温或遇水后就能自燃的物质,如钾、钠、黄磷等;

二级易燃固体试剂: 一般不自燃,但遇火后就能迅速燃烧的物质,如硫磺、红磷等。

(8) 毒害品: 具有强烈的毒害性,少量进入人体或接触皮肤即能造成中毒甚至死亡。例如,汞和汞盐、砷和砷化物、磷和磷化物、铝和铝盐、氢氰酸(HCN)和氰化物(NaCN , KCN),以及氟化钠、四氯化碳、三氯甲烷等。有毒气体,如醛类、氨气、氢氟酸、二氧化硫、三氧化硫和铬酸等。

(9) 腐蚀性物品: 具强腐蚀性,与人体接触会引起化学烧伤。有的腐蚀物品有双重性和多重性。如苯酚既有腐蚀性又有毒性和燃烧性。腐蚀物品有硫酸、盐酸、硝酸、氢氟酸、氟酸、冰醋酸、甲酸、氢氧化钠、氢氧化钾、氨水、甲醛、液溴等。

1.5.2 化学危险品的储存及管理

(1) 危险化学品应储存在专用储存室或储存柜内,并应设专人管理。

(2) 危险化学品应当分类分项存放,相互之间保持安全距离。

(3) 所有危险化学品的容器上都应有正确的标签,并保持标签完整,不能撕掉或毁损,当危险化学品转移到新容器后,要在新容器上粘贴正确标签。

(4) 遇火、遇潮容易燃烧、爆炸或产生有毒气体的危险化学品,不得在露天、潮湿、漏雨或低洼容易积水的地点存放。

(5) 受阳光照射易燃烧、爆炸或产生有毒气体的危险化学品和桶装、罐装等易燃液体、气体应当在阴凉通风地点存放。

(6) 化学性质、防护和灭火方法相互抵触的危险化学品,不得在同一储存柜存放。



1.5.3 化学易燃试剂的保管及使用

在本实验中较多地使用到化学易燃试剂,其保管及使用注意如下:

(1) 挥发性易燃试剂应放在通风良好的地方或放在冰箱内。如汽油、乙醚、丙酮、二硫化碳、苯、乙醇及其他低沸点的物质。

(2) 当室温过高时,开启试剂瓶时应事前冷却。尤其在夏季,不可使瓶口对准自己和他人。

(3) 排除易挥发的有机溶剂时,加热应在水浴锅或电热煲中缓慢进行,严禁用火焰或在电炉上直接加热。

1.6 实验室事故急救处理

(1) 创伤:一般轻伤应及时挤出污血,并用消过毒的镊子从伤口中取出异物,用蒸馏水洗净伤口,涂上碘酒,再用创可贴或绷带包扎;大伤口应立即用绷带扎紧伤口上部,使伤口停止流血,急送医院就诊。

(2) 烫伤:应立即将伤口处用大量水冲洗或浸泡,从而迅速降温避免温度烧伤。若起水泡则不宜挑破,应用纱布包扎后送医院治疗。对轻微烫伤,可在伤处涂些鱼肝油或烫伤油膏或万花油后包扎。

(3) 皮肤被酸灼伤:立即用大量流动清水冲洗(皮肤被浓硫酸沾污时切忌先用水冲洗,以免硫酸水合时强烈放热而加重伤势,应先用干抹布吸去浓硫酸,然后再用清水冲洗),彻底冲洗后可用 2wt%~5wt% 的碳酸氢钠溶液或肥皂水进行中和,最后用水冲洗,涂上药品凡士林。若创面起了水泡,不宜把水泡挑破。重伤者经初步处理后,急送医务室。

(4) 皮肤被碱液灼伤:立即用大量流动清水冲洗,再用 2wt% 醋酸或 3wt% 硼酸溶液进一步冲洗,最后用水冲洗,涂上药品凡士林。若创面起了水泡,不宜把水泡挑破。重伤者经初步处理后,急送医务室。

(5) 酸液、碱液或其他异物溅入眼中:①酸液溅入眼中,立即用大量清水冲洗,再用 1wt% 碳酸氢钠溶液冲洗。②碱液溅入眼中,立即用大量清水冲洗,再用 1wt% 硼酸溶液冲洗。洗眼时要保持眼皮张开,可由他人帮助翻开眼睑,持续冲洗 15min。重伤者经初步处理后立即送医院治疗。③若木屑、尘粒等异物入眼,可由他人翻开眼睑,用消毒棉签轻轻取出异物,或任其流泪,待异物排出后,再滴入几滴鱼肝油。若玻璃屑进入眼睛内,绝不可用手揉擦,也不要让别人翻眼睑,尽量不要转动眼球,可任其流泪,有时碎屑会随泪水流出。用纱布,轻轻包住眼睛后,立即将伤者急送医院处理。

(6) 固体或液体毒物中毒:误食碱者,先饮大量水,然后服用醋或酸果汁,再喝些牛奶。误食酸者,先喝水,再服 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 乳剂,最后饮些牛奶。不要用催吐药,也不要服用碳酸盐或碳酸氢盐。重金属盐中毒者,喝一杯含有几克 MgSO_4 的水溶液,立即就医。不要服催吐药,以免引起危险或使病情复杂化。砷和汞化合物中毒者,必须紧急就医。

(7) 吸入刺激性或有毒气体:吸入氯气、氯化氢气体时,可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气使之解毒。吸入硫化氢或一氧化碳气体而感到不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气。

但应注意氯、溴中毒不可进行人工呼吸，一氧化碳中毒不可使用兴奋剂。

(8) 毒物进入口内：把 10~15mL 稀硫酸铜溶液加入一杯温水后，内服，然后用手指伸入咽喉部，促使呕吐，吐出毒物，然后送医院诊治。

(9) 触电：首先切断电源，必要时进行人工呼吸并送医院治疗。

(10) 起火：如不慎起火，首先立即切断室内一切火源和电源，然后根据具体情况正确地进行抢救和灭火，实验室常用的灭火器及其适用范围见表 1-6-1。衣服着火时，应立即用石棉布或厚外衣盖熄，或者迅速脱下衣服，火势较大时，应卧地打滚以扑灭火焰。电器设备导线等着火时，应用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火，不能用水及泡沫灭火器，以免触电。汽油、乙醚、甲苯等有机溶剂着火时，应用石棉布或干砂扑灭，绝对不能用水，否则反而会扩大燃烧面积。金属钾、钠或锂着火时，绝对不能用水、泡沫灭火器、二氧化碳、四氯化碳等灭火，可用干砂、石墨粉扑灭。如火势较大难以控制时，应及时打 119 报警。

表 1-6-1 实验室常用的灭火器及其适用范围

灭火器种类	主要成分	适用范围
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 NaHCO_3	适用于非油类起火
二氧化碳灭火器	液态 CO_2	适用于电器起火，油类及忌水化学品失火
干粉灭火器	NaHCO_3 等盐类物质与适量的润滑剂和防潮剂	油类、可燃性气体、电器、精密仪器、图书及遇水易燃物品引起的火灾

为了对实验室意外事故进行紧急处理，实验室应配备急救药箱。常备药品如下：

(1) 医用酒精、碘酒、红药水、紫药水、止血粉，凡士林、烫伤油膏(或万花油)，1wt% 硼酸溶液或 2wt% 醋酸溶液，1wt% 碳酸氢钠溶液等。

(2) 医用镊子、剪刀、纱布、药棉、棉签、创可贴、绷带等。

1.7 实验报告要求

完成实验报告是对所学知识进行归纳提高的过程，也是培养严谨的科学态度、实事求是精神的重要措施。实验报告包括基础实验报告、综合实验报告、实验方案设计报告。基础实验：要求以论文的形式写出。字数不少于 1500，以实验内容、步骤和结果及讨论为主。综合实验：要求以论文的形式写出。字数不少于 4000 字，内容包括研究背景、实验原理、实验内容及步骤、实验结果及讨论、结论、参考文献。撰写时可根据自己的兴趣和具体的实验情况进行侧重和处理。

参考文献

- [1] 吴泳. 大学化学新体系实验[M]. 北京：科学出版社，1999.
- [2] 徐如人，庞文琴. 无机合成与制备化学[M]. 北京：高等教育出版社，2002.
- [3] 刘祖武. 现代无机合成[M]. 北京：化学工业出版社，1999.
- [4] 浙江大学，等. 综合化学实验[M]. 北京：高等教育出版社，2001.
- [5] 郑春生. 基础化学实验[M]. 天津：南开大学出版社，2001.
- [6] 周健儿. 高技术陶瓷产业发展前景与热点技术[J]. 中国陶瓷工业，2010，17(4)：50-54.

第2章

基本实验技术及相关实验训练

从事材料制备的研究工作者,除了深入掌握材料的物理化学特点、合成反应的原理等理论知识,必须具有熟练的实验技能和技巧,掌握一般材料制备实验仪器的使用方法。本章由操作练习材料合成与制备中常用的仪器设备组成。通过基本操作和基本技能的训练,使学生能规范操作这些材料合成制备中常用的仪器和设备。仪器设备的操作将贯穿于相关的一系列实验过程中。

2.1 常用玻璃仪器的使用、洗涤及干燥

2.1.1 常用玻璃仪器及使用

1. 反应类常用玻璃仪器及使用

1) 烧杯

烧杯通常为玻璃质,分硬质和软质,有一般型和高型,有刻度和无刻度的几种。一般情况下,烧杯用做常温或加热情况下配制溶液、溶解物质和较大量物质的反应容器。在操作时,经常会用玻璃棒或者磁力搅拌器来进行搅拌。

使用注意事项: ①反应液体不得超过烧杯容量的 $2/3$,防止搅动时或沸腾时液体溢出。②加热前要将烧杯外壁擦干,烧杯底要垫石棉网,防止玻璃受热不均匀而破裂。③加热腐蚀性药品时,可将一表面皿盖在烧杯口上,以免液体溅出。④不可用烧杯长期盛放化学药品,以免落入尘土和使溶液中的水分蒸发。⑤不能用烧杯量取液体。⑥用玻璃棒搅拌时,不要触及杯底或杯壁。

2) 烧瓶

烧瓶为玻璃质,从形状分,有圆形、茄形、梨形,有细口、厚口、磨口,平底、圆底,短颈、长颈等。圆底烧瓶因受热面积大、耐压大,在常温或加热条件下通常用作反应容器。平底烧瓶通常用于配制溶液、作洗瓶或代替圆底烧瓶用于化学反应,它因平底而放置平稳。它不耐

压,不能用于减压蒸馏。

使用注意事项:①使用时为防止受热破裂或喷溅,一般要求盛放液体量为 $1/3 \sim 2/3$ 。②加热前要固定在铁架台上,不能直接加热,应当下垫石棉网等软性物。③放在桌面上时,下面要有木环或石棉环。

3) 试管

试管用作少量试剂的反应容器,也可用于收集少量气体。试管根据其用途常分为平口试管、翻口试管和具支试管等。平口试管适宜于一般化学反应,翻口试管适宜加配橡胶塞,具支试管可作气体发生器,也可作洗气瓶或少量蒸馏用。试管的大小一般用管外径与管长的乘积来规定,常用为 $10\text{mm} \times 100\text{mm}$ 、 $12\text{mm} \times 100\text{mm}$ 、 $15\text{mm} \times 150\text{mm}$ 、 $18\text{mm} \times 180\text{mm}$ 、 $20\text{mm} \times 200\text{mm}$ 和 $32\text{mm} \times 200\text{mm}$ 等。

使用注意事项:①使用试管时,应根据不同用量选用大小合适的试管。徒手使用试管应用拇、食、中三指握持试管上沿处。振荡时要腕动臂不动。②反应液体不应超过容积的 $1/2$,加热时不超过 $1/3$,并与桌面成 45° 角,管口不要对着自己或别人。若要保持沸腾状,可加热液面附近。③盛装粉末状试剂,要用纸槽送入管底,盛装粒状固体时,应将试管倾斜,使粒状物沿试管壁慢慢滑入管底。④夹持试管应在距管口 $1/3$ 处。加热时试管外部应擦干水分,不能手持试管加热。加热后,要注意避免骤冷以防止炸裂。⑤加热固体试剂时,管口略向下倾斜,完毕时,应继续固定或放在石棉网上,让其自然冷却。

4) 锥形瓶

锥形瓶通常为玻璃质,分硬质和软质、有塞(磨口)和无塞、广口和细口等几种。可用作反应容器、接收容器、滴定容器(便于振荡)和液体干燥等。

使用注意事项:①反应液体不得超过锥形瓶容量的 $2/3$,以防振荡时溅出。②加热前锥形瓶底要垫石棉网,防止玻璃受热不均匀而遭破裂。③锥形瓶塞子及瓶口边缘的磨砂部分注意勿擦伤,以免产生漏隙。④滴定时打开塞子,用蒸馏水将瓶口塞子上的液体洗入瓶中。

5) 坩埚

坩埚为瓷质,也有石英、石墨、氧化锆、铁、镍、银或铂制品。用于高热、灼烧固体,根据固体的性质选用不同质地的坩埚。

使用注意事项:①灼烧时放在泥三角上或马弗炉中强热。②加热后应用坩埚钳取下(出),以防烫伤;热坩埚取出后应放在石棉网上,防止骤冷破裂或烫坏桌面。

2. 计量类常用玻璃仪器及使用

1) 量筒

量筒通常为玻璃质,是量度液体体积的仪器。通常有 10mL 、 25mL 、 50mL 、 100mL 、 250mL 、 500mL 、 1000mL 等规格。向量筒里注入液体时,应用左手拿住量筒,使试剂略倾斜,右手拿试剂瓶,使试剂瓶口紧挨着量筒口,使液体缓缓流入。待注入的量比所需要的量稍少时,应把量筒水平正放在桌面上,并改用胶头滴管逐滴加入到所需要的量。注入液体后,等 $1 \sim 2\text{min}$,使附着在内壁上的液体流下来,再读出刻度值。否则,读出的数值偏小。读取液体的体积数,应把量筒放在平整的桌面上,观察刻度时,视线与量筒内液体的凹液面的最低处保持水平,再读出所取液体的体积数,如图 2-1-1 所示。否则,读数会偏高或偏低。量筒越大,管径越粗,其精确度越小,由视线的偏差所造成的读数误差也越大。此外,分次量

取也能引起误差。所以,实验中应根据所取溶液的体积,尽量选用能一次量取的最小规格的量筒。量筒面的刻度是指温度在 20°C 时的体积数。温度升高,量筒发生热膨胀,容积会增大。由此,量筒是不能加热的,也不能用于量取过热的液体,更不能在量筒中进行化学反应或配制溶液。

2) 容量瓶

容量瓶通常为玻璃质,主要用于准确地配制一定浓度的溶液。它是一种细长颈、梨形的平底玻璃瓶,配有磨口塞。瓶颈上刻有标线,瓶上标有它的容积和标定时的温度。当瓶内液体在所指定温度下达到标线处时,其体积即为瓶上所注明的容积数。使用容量瓶配制溶液的方法是:

(1) 使用前检查瓶塞处是否漏水(新购入清洗后检查)。具体操作方法是:在容量瓶内装入半瓶水,塞紧瓶塞,用右手食指顶住瓶塞,另一只手五指托住容量瓶底,将其倒立(瓶口朝下),观察容量瓶是否漏水。若不漏水,将瓶正立且将瓶塞旋转 180° 后,再次倒立,检查是否漏水,若两次操作,容量瓶瓶塞周围皆无水漏出,即表明容量瓶不漏水。经检查不漏水的容量瓶才能使用。

(2) 把准确称量好的固体溶质放在烧杯中,用少量溶剂溶解。然后把溶液转移到容量瓶里。为保证溶质能全部转移到容量瓶中,要用溶剂多次洗涤烧杯,并把洗涤溶液全部转移到容量瓶里。转移时要用玻璃棒引流。方法是将玻璃棒一端靠在容量瓶颈内壁上,注意不要让玻璃棒其他部位触及容量瓶口,防止液体流到容量瓶外壁上。加入适量溶剂后,振摇,进行初混。

(3) 向容量瓶内加入的液体液面离标线 $0.5\sim 1\text{cm}$ 时,应改用滴管小心滴加,最后使液体的弯月面与标线正好相切。若加水超过刻度线,则需重新配制。

(4) 盖紧瓶塞,用倒转和摇动的方法使瓶内的液体混合均匀。静置后如果发现液面低于刻度线,这是因为容量瓶内极少量溶液在瓶颈处润湿所损耗,所以并不影响所配制溶液的浓度,故不要在瓶内添水,否则将使所配制的溶液浓度降低。

(5) 开盖回流:混合后,小心打开容量瓶盖,让瓶盖与瓶口处的溶液流回瓶内,再盖好瓶盖,再用倒转和摇动的方法使瓶内的液体混合均匀。在处理小体积样品时此点非常重要。

使用注意事项:①容量瓶购入后都要清洗后进行校准,校准合格后才能使用。②易溶解且不发热的物质可直接在容量瓶中溶解,其他物质应将溶质在烧杯中溶解后再转移到容量瓶里。③对于水与有机溶剂(如甲醇等)混合后会放热、吸热或发生体积变化的溶液要注意,对于发热的要加入适量溶剂(距瓶刻线约 0.5cm 处),放冷至室温再定容至刻度;对于体积发生变化的要加入适量溶剂(不要加至细颈处,以方便振摇),振摇,再加入至距瓶刻线约 0.5cm 处,放置一段时间后再次定容至刻度。④容量瓶不能进行加热。如果溶质在溶解过程中放热,要待溶液冷却后再进行转移,因为一般的容量瓶是在 20°C 的温度下标定的,若将温度较高或较低的溶液注入容量瓶,容量瓶则会热胀冷缩,所量体积就会不准确,导致所配制的溶液浓度不准确。⑤容量瓶只能用于配制溶液,不能长时间储存溶液,因为溶液可能会对瓶体进行腐蚀(特别是碱性溶液),从而使容量瓶的精度受到影响。⑥容量瓶用完后,应立即用水洗净。若长期不用,磨口处应洗净擦干,并用纸将磨口隔开。

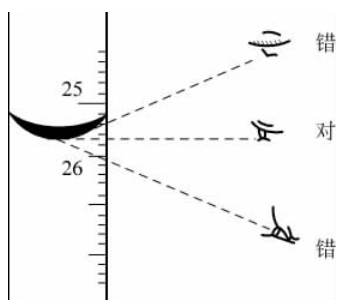


图 2-1-1 量筒读数视线位置



3) 滴定管

滴定管为玻璃质,用于滴定分析或量取较准确体积的液体,属量出式量器,分碱式和酸式两种。碱式滴定管(无阀滴定管):用于盛装碱性溶液,滴定管的下部用一小段橡胶管将管身与滴头连接,在橡胶管内放入一个外径大于橡胶管内径的玻璃珠,起封闭液体的作用。酸式滴定管(有阀滴定管):用于盛装酸性溶液,滴定管的下部带有磨砂活动玻璃阀(常称活塞)。所有滴定管的分度表数值都是由上而下均匀地递增排列在表的右侧,零刻度在上方,最大容积值在下方,每10条分度线有一个数字。常用25mL和50mL两种规格。

使用注意事项:①酸式滴定管可盛除碱性及对玻璃有腐蚀作用以外的液体,碱式滴定管只盛碱液。②滴定管在使用之前应检查玻璃活塞是否转动良好,玻璃珠挤压是否灵活。有无漏液现象及阻塞情况。③滴定管在注入溶液时,应用所盛的溶液润洗2~3次,以保证其浓度不被稀释。注入溶液后,管内不能留有气泡。若有气泡,必须排除。其方法是:打开酸式滴定管活塞,让溶液急速下流冲出气泡,或将碱式滴定管的橡胶管向上弯曲、挤压玻璃珠,使溶液从滴头喷出而排出气泡。④操作酸式滴定管阀门的标准手法,是手放置在阀门旋钮对侧,用手指绕过整个阀门去旋动旋钮。旋动旋钮的时候,应该同时施加一个让活塞塞紧的力。不得双手操作活塞。

4) 移液管

移液管又叫吸管或吸量管,玻璃质,它是用来准确移取一定体积液体的量器,属量出式量器,比量筒和滴定管的精度要高。根据移液管有无分度,可将其分为无分度吸管和分度吸管两类。无分度吸管常用为大肚吸管,它只有一条位于吸管上方的环形标线,标志吸管的最大容积量。它属于完全流出式。分度吸管常为直形,它有完全流出式、不完全流出式和吹出式三种,分度表的刻法也不尽相同。其中不完全流出式的分刻表与滴定管相似,而吹出式的管上标有“吹”字,只有吹出式移液管在溶液放尽后,才须将尖嘴部分残留液吹入容器内。完全流出式移液管,其规格以最大吸液容积量区分,常用2mL、5mL、20mL等多种。

使用注意事项:①使用前需用移取液润洗2~3次。②移取液体时,管尖应插入液面下,并始终保持在约1cm。用嘴或吸气橡皮球(又称洗耳球)抽吸液体至刻度线以上2cm处时,迅速用食指按住上口,辅以拇指和中指配合,保持吸管垂直,并左旋动或右旋动同时稍松食指,使液面下降至所需刻度(弯月面底部与标线相切)。若管尖挂有液滴,可使其与容器壁接触让其落下。③放出液体时,保持吸管垂直,其下端伸入倾斜的容器内,管尖与容器内壁接触。放开食指,使液体自然流出,除吹出式吸管外,残留在管尖的液滴均不能用外力使之移入容器内。④移液管用后,若短期内不再使用它吸取同一溶液,应及时用水洗净并上下各加一纸套后存放在架上。

3. 分离类常用玻璃仪器及使用

1) 吸滤瓶

吸滤瓶又称抽滤瓶,玻璃质,用于减压过滤。

使用注意事项:①不能直接加热。②和布氏漏斗配套使用,其间应用橡皮塞连接,确保密封性良好。

2) 漏斗

漏斗多为玻璃质,分短颈与长颈两种。用于过滤或倾注液体。

使用注意事项:①不可直接加热。②过滤时漏斗颈尖端应紧靠承接滤液的容器壁。