

高·等·学·校·教·材

Gaodeng Xuexiao Jiaocai

无机化学实验



周 朵 王敬平 主编

WUJI HUAXUE SHIYAN



化学工业出版社

高等学校教材

无机化学实验

周 朵 王敬平 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书是编者在总结多年教学经验的基础上,结合理科和工科学生的特点,选择并更新了相关实验内容编写而成的。全书包括七部分,共43个实验。第一部分全面、翔实地介绍了无机化学实验涉及的基础知识和基本操作内容,力争使学生通过实验训练而掌握规范、系统的基本操作,为后续的化学实验打下坚实的基础。第二至第六部分涉及的实验内容注重知识性、趣味性和实用性,同时注重培养学生独立思考和解决问题的能力,并针对实验产生的尾气和废液增加了相应的处理方法,以培养学生的环保和绿色化学理念。附录给出了常用仪器使用规则、常用物理化学常数、常见离子及化合物颜色、实验室常用试剂配制方法等,以便学生查找和使用。

本书可作为高等师范、理工科院校化学、化工专业以及相关专业的无机化学实验教材,也可供其他化学教育工作者参考。

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/周朵,王敬平主编. —北京:化学工业出版社,2010.8
高等学校教材
ISBN 978-7-122-08934-2

I. 无… II. ①周… ②王… III. 无机化学-化学实验-高等学校-教材 IV. 061-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2010)第121165号

责任编辑:成荣霞
责任校对:郑捷

文字编辑:孙凤英
装帧设计:王晓宇

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
印 装:北京市兴顺印刷厂
787mm×1092mm 1/16 印张12 字数301千字 2010年9月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:26.00元

版权所有 违者必究

前 言

无机化学实验是化学、化工、应用化学、环境化学等多种学科学生必修的第一门基础化学实验课，它既是一门独立的课程，又与相应的理论课相互配合，集知识传授、能力培养和素质教育于一体。无机化学实验的教与学是加强大学生基础知识和基本技能的学习，是帮助大学新生转变学习方法和学习思维的学习，是强化学科理论与实践的学习，是培养学生动手能力、创新精神以及科学素养的学习；同时也是激发学生对无机化学实验学习兴趣的关键步骤。

本书是编者在多年讲授、研究无机化学实验的基础上，结合理论课所选用的《无机化学》教材以及理科和工科学生的特点，总结多年的教学经验，选择并更新了相关实验内容编写而成的。

本书分七部分，共收录了 43 个实验，选编的内容具有以下特点。

(1) 涉及的基础知识和基本操作内容全面、翔实，利于学生主动灵活地在各个实验中反复训练，使学生的基本操作规范化、系统化，提高学生的实验技能。对实验仪器和设备的介绍都配有插图，并详细地介绍了使用方法和使用时注意事项，以便学生尽快掌握正确的使用方法和操作技能。

(2) 在实验内容的选择上，注重实验的知识性、趣味性和实用性，使实验更加贴近生活、贴近社会，更符合大学新生的认知规律。同时也没有选择那些过时、陈旧、实验时间过长和一般实验室难以进行的实验。

(3) 探索无机化学实验的绿色化。在实验设计上，尽量使用无毒或低毒试剂，试剂的浓度和用量也尽可能减少，并对实验产生的尾气和废液设计了相应的处理方法，以培养学生的环保理念。

(4) 对各部分实验内容合理编排，减少不必要的重复，注重与中学教学的衔接和提高，每个实验都附有思考题，有些实验还在“附注”中增加了一些必要的知识，引导学生在课后进行思维和研究。

(5) 实验内容包括基础实验、基本化学原理实验、无机化合物制备实验、元素性质实验、综合及设计实验，内容比较广泛。选取的实验内容除传统、经典实验之外，也注重反映最新的化学前沿信息，以开阔学生的视野。

本书由周朵（第五部分实验 26~29；第六部分实验 36、37）、王子梁（第一部分一至七；第六部分实验 43）、赵俊伟（第一部分八至十五；第六部分实验 42）、刘保林（第二部分；第六部分实验 41）、张武（第三部分；第七部分）、柏葵（第四部分；第六部分实验 40）、杨立荣（第五部分实验 30~35；第六部分实验 38、39）编写，最后由周朵、王敬平修改，定稿。

本书在编写过程中，参考了兄弟院校出版的实验教材和有关著作、文献，在此向有关作者深表谢意。

受编者水平和时间所限，在选材和编写中虽然尽了最大努力，但书中的错误和不当之处在所难免，敬请读者批评指正。

编者
2010 年 6 月

目 录

第一部分 化学实验基础知识和基本操作 1

一、实验室基本常识 1	(三) 结晶与重结晶 25
(一) 实验室规则 1	(四) 固液分离 26
(二) 实验室安全 1	(五) 液液分离 31
二、仪器的洗涤和干燥 3	九、试纸的使用 34
(一) 玻璃仪器的洗涤 3	(一) 石蕊试纸 34
(二) 玻璃仪器的干燥 5	(二) 酚酞试纸 35
三、加热方法 6	(三) pH 试纸 35
(一) 加热设备 6	(四) 碘化钾-淀粉试纸 35
(二) 加热方式 8	(五) 醋酸铅试纸 36
(三) 冷却 10	十、其他仪器的使用 36
四、液体体积的度量仪器及使用 10	(一) 温度计的使用 36
(一) 量筒 10	(二) 气压计的使用 37
(二) 移液管和吸量管 10	(三) 比重计的使用 38
(三) 容量瓶 11	(四) 秒表的使用 39
(四) 滴定管 13	十一、坩埚、干燥器、研钵的使用 40
五、化学试剂的取用 16	(一) 坩埚的使用 40
(一) 固体试剂的取用 16	(二) 干燥器的使用 41
(二) 液体试剂的取用 16	(三) 研钵的使用 42
六、天平和称量 17	十二、光电仪器的使用 43
(一) 台秤(托盘天平) 17	(一) 酸度计(pH 计) 43
(二) 分析天平 18	(二) 分光光度计 46
(三) 电子天平 20	(三) 电导率仪 48
(四) 称量方法 21	(四) 电磁搅拌器 50
七、气体的发生、净化、干燥与收集 22	十三、实验数据的记录与处理 51
(一) 气体的发生 22	(一) 实验数据的记录 51
(二) 气体的净化与干燥 23	(二) 实验数据的处理 51
(三) 气体的收集 24	十四、实验报告 56
八、溶解、蒸发、结晶、固液分离与液 液分离 24	(一) 无机化学制备实验报告 57
(一) 溶解与熔融 25	(二) 无机化学测定实验报告 58
(二) 蒸发与浓缩 25	(三) 无机化学性质实验报告 59
	十五、化学实验课的要求 60

第二部分 基础实验 61

实验 1 玻璃工操作及塞子钻孔 61	实验 5 二氧化碳相对分子质量的测定 68
实验 2 天平和台秤的使用 64	实验 6 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 的分离 70
实验 3 溶液的配制 65	实验 7 摩尔气体常数的测定 72
实验 4 海盐的提纯 66	实验 8 水的净化——离子交换法 74

第三部分 基本化学原理实验 77

实验 9 化学反应速率与活化能的测定	77	实验 13 氧化还原平衡和电化学	85
实验 10 醋酸电离度和电离常数的测定	80	实验 14 水溶液中的解离平衡	87
实验 11 碘化铅溶度积的测定	82	实验 15 配合物的生成与性质	88
实验 12 硫酸铜结晶水的测定	83	实验 16 沉淀的生成与溶解平衡	91

第四部分 无机化合物的制备实验 93

实验 17 转化法制硝酸钾	93	实验 21 重铬酸钾的制备	99
实验 18 硫酸铜晶体的制备、提纯及大晶体的 培养	95	实验 22 一种钴(Ⅲ)配合物的制备	101
实验 19 碳酸钠的制备	96	实验 23 醋酸铬(Ⅱ)水合物的制备	103
实验 20 硫代硫酸钠的制备	98	实验 24 十二钨硅酸的制备	105
		实验 25 四氨合铜(Ⅱ)硫酸盐的制备	107

第五部分 元素性质实验 108

实验 26 p 区非金属元素(一) (卤素、氧、硫)	108	实验 31 ds 区金属元素(铜、银、锌、镉、 汞)	118
实验 27 p 区非金属元素(二)(氮、磷、 硅、硼)	111	实验 32 常见阳离子的分离与鉴定(一)	121
实验 28 常见非金属阴离子的分离与鉴定	113	实验 33 d 区金属元素(一)(钛、钒、铬、 锰)	127
实验 29 s 区金属元素(碱金属、碱土 金属)	116	实验 34 d 区金属元素(二)(铁、钴、镍)	130
实验 30 p 区金属元素(铝、锡、铅、铋、 铊)	118	实验 35 常见阳离子的分离与鉴定(二)	132

第六部分 综合及设计实验 135

实验 36 硫酸亚铁铵的制备——设计实验	135	实验 40 环境化学实验——水中溶解氧及大气 中二氧化硫含量的测定	140
实验 37 离子鉴定和未知物的鉴别——设计 实验	136	实验 41 含 Cr(VI)废水的处理	143
实验 38 海带中提取碘	137	实验 42 微波辐射法制备磷酸锌	144
实验 39 柠檬酸的提取——柠檬酸钙的 制备	139	实验 43 水热法制备 SnO ₂ 纳米粉	145

附 录 147

1 无机化学实验常用仪器介绍	147	9 常见沉淀物的 pH	162
2 国际相对原子质量表	152	10 某些离子和化合物的颜色	163
3 不同温度下水的饱和蒸汽压	153	11 标准电极电势	165
4 一些无机化合物的水中溶解度	154	12 常见配离子的稳定常数	176
5 气体在水中的溶解度	157	13 常见无机阳离子的定性鉴定方法	177
6 常见酸、碱的浓度	158	14 常见无机阴离子的定性鉴定方法	180
7 弱电解质的解离常数	158	15 某些试剂溶液的配制	182
8 溶度积常数	160		

参考文献 184

第一部分 化学实验基础知识和基本操作

一、实验室基本常识

化学实验室是开展实验教学的主要场所。实验中经常用到水、电、各种容易损坏的玻璃仪器和具有腐蚀性、易燃、易爆、有毒的化学药品，而且实验中经常会产生某些有毒的气体、液体和固体，都需要及时正确地处理和排弃。而化学实验教学中，学生是实验的主要完成者，教师起指导性作用。为使学生适应这种教学方式，确保实验的顺利完成和人身安全，同时保证实验设备的完好及有效地保护环境，必须制定相应的规章制度，并应严格遵守。

（一）实验室规则

（1）实验前做好预习和准备工作，认真阅读实验教材中的有关内容。明确实验目的，了解实验原理；掌握实验内容、实验步骤及操作过程中应当注意的问题；了解实验所需的药品和仪器；写出预习报告，包括实验名称、简要原理、重点操作和实验的详细步骤。

（2）实验开始前应认真听讲并记录任课教师提及的实验注意事项、操作重点及难点。

（3）不得迟到和无故缺席，有事预先向任课教师请假。因故缺席未做的实验应补做。

（4）实验过程中应保持安静，集中精力，认真操作，细心观察，如实记录实验现象和数据，不许到处走动，不准大声喧哗。当实验现象出现异常时，要认真检查原因，尽可能重做实验；若有无法解决的疑难问题时，应向指导教师请教。

（5）实验中要节约药品，按要求的量取用药品，称完后应及时盖好瓶盖，并放回原处。实验过程中产生的废纸屑和火柴等应及时倒入垃圾箱内。注意加强环境保护，规定回收的废液要倒入回收瓶中、毒性较大的废液应倒入废液缸内，以便统一处理。充分利用现有的条件和技术处理反应后的产物，严禁直接倒入水池，以防堵塞或锈蚀下水管道或污染水体。

（6）爱护公共财物，小心使用各种仪器和实验室设备，尤其是精密仪器，必须严格按照操作规程进行操作，避免粗心大意而损坏仪器。若发现仪器有故障，应停止使用，报告指导教师，及时排除故障。

（7）一人拥有一个实验柜，每人应取用自己的仪器，不得动用他人的仪器；公用仪器和试剂架上的药品在实验中应保持整洁有序，用完后立即放回原处，不得乱拿乱放；实验结束后自己的仪器和公用仪器应刷洗干净送回原处并根据仪器的特点排放整齐，自己的实验台及附近的试剂架应擦拭干净。实验过程中仪器若有损坏，应登记补领并按照规定赔偿。

（8）实验结束后，为保持实验室的整洁和安全，值日生必须打扫公共卫生和整理实验室，并检查水、电、门、窗是否关好，教师检查合格后方可离去。

（二）实验室安全

1. 安全守则

（1）水、电使用完毕，应立刻关闭水龙头、拉掉电闸。点燃的火柴用后立即熄灭，扔到垃圾桶中。

（2）严禁用湿的手、物接触电源；禁止在实验室内饮食、吸烟、或把食具带进实验室。

(3) 加热器不能直接放在木质台面或地板上, 应放在石棉板、耐火砖或水泥地板上, 加热期间要有人看管。加热后的坩埚、蒸发皿等应放在石棉网或石棉板上, 以免烫坏实验台的面板, 引起火灾, 更不能与湿的物体接触, 以防炸裂。

(4) 不许随意混合各种化学药品或试剂, 以免发生意外事故。实验室所有药品和试剂不准私自带出室外。

(5) 易燃、易爆物质要正确地存放和操作。 CCl_4 、乙醚、乙醇、丙酮、苯等一些有机溶剂十分易燃, 使用时一定远离明火和热源, 使用完后及时盖紧瓶塞, 放在阴凉处保存; 含氧气的氢气遇火易爆炸, 使用时应远离明火, 点燃氢气前, 必须先检验纯度是否符合要求; 热、浓的 HClO_4 遇有机物易发生爆炸。若试样为有机物, 先用浓硝酸加热, 有机物被破坏后再加入 HClO_4 ; 氯酸钾、硝酸钾、高锰酸钾等强氧化剂或其混合物不能研磨, 否则将引起爆炸; 金属钾、钠和白磷等固体等在空气中非常易燃, 所以钾、钠应保存在煤油中, 白磷保存在水中, 使用时用镊子夹取。

(6) 在闻瓶中气体的气味时, 鼻子不能直接对着瓶口去嗅放出的气体, 而是面部稍微靠近容器, 用手轻轻把气体扇向自己的鼻孔。对于产生有刺激性或有毒气体的实验应在通风橱内进行, 如 Cl_2 、 Br_2 、 H_2S 、 NO 和 NO_2 等气体。

(7) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性, 切勿使其溅在眼睛、皮肤或衣服上。稀释酸、碱尤其是浓硫酸时, 应将浓硫酸慢慢注入水中, 同时用玻璃棒不停地搅拌, 切勿将水倒入浓硫酸中。

(8) 加热试管时, 试管口应朝向没有人的地方如墙壁或天花板。切勿朝向着自己或别人。

(9) 氰化物、砷化物、汞的化合物、重铬酸钾等剧毒物品使用时应特别小心, 不得进入口内或接触伤口, 废液也不能随便倒入下水道, 应倒入废液缸或指定的容器中。做金属汞的实验时一定不要把汞洒落在桌上或地面上。一旦洒落, 应立即收集, 并用硫黄粉撒在上面, 使金属汞转变成硫化汞, 最后收集起来埋于地下, 因为金属汞易挥发, 人体吸入后, 会逐渐积累引起慢性中毒。

2. 实验室事故的处理

(1) 创伤 伤势较轻时可涂些 1% 的高锰酸钾溶液或碘酒, 或贴上“创可贴”。伤势较重时应立即送医院治疗。

(2) 烫伤 不要用水冲洗。若伤处皮肤未破时, 可涂擦饱和苦味酸溶液或碳酸氢钠溶液, 或用碳酸氢钠粉调成的糊, 也可涂万花油或烫伤膏; 若伤处皮肤已破, 可擦 1% 高锰酸钾溶液。重者应立即送医院治疗。

(3) 受浓酸腐蚀致伤 先用大量水清洗, 然后用饱和碳酸氢钠溶液或肥皂水或稀氨水洗, 最后再用水冲洗。如果酸液不慎溅入眼内, 先用实验室中安装的洗眼器冲洗, 再用 3% 碳酸氢钠溶液冲洗, 然后送医院治疗。

(4) 受浓碱腐蚀致伤 先用大量水清洗, 然后用 3% 醋酸溶液或饱和硼酸溶液冲洗, 最后用水冲洗。如果碱液不慎溅入眼中, 先用实验室中安装的洗眼器冲洗, 再用 3% 硼酸溶液冲洗, 然后送医治疗。

(5) 吸入氯化氢或氯气气体 可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气解毒; 吸入硫化氢或一氧化碳气体而感到不适时, 应到室外呼吸新鲜空气。严重者立即送医院治疗。

(6) 触电 应迅速切断电源, 必要时进行人工呼吸。严重者立即送医院治疗。

(7) 起火 首先根据起火原因选用正确的灭火方法和灭火设备。一般的起火可用湿布、石棉或沙子覆盖燃烧物, 即可灭火; 火势较大时可使用水和泡沫灭火器灭火; 电器设备引起

的火灾,先切断电源后使用防火布、砂土、二氧化碳或四氯化碳灭火,而不能使用水和泡沫灭火器,以免触电;活泼金属如 Na、K、Mg 引起的火灾,不能用水、泡沫灭火器、二氧化碳灭火器灭火,只能用砂土、干粉灭火器灭火;有机溶剂着火,不能使用水、泡沫灭火器灭火,只能使用二氧化碳灭火器、专用防火布或砂土等灭火;当身上衣服着火时,不要惊慌乱跑,应赶快脱下衣服或就地卧倒翻滚。

3. 实验室废液的处理

(1) 废酸、碱液 可先过滤出其中的不溶物(不溶物可集中回收处理),滤液加入相应的碱或酸调 pH 至 7 左右后排放。

(2) 铬酸废液 可用高锰酸钾氧化法使其再生,重复使用。氧化方法:先在 110~130℃ 下不断搅拌,加热、浓缩,除去水分后,冷却至室温,慢慢加入高锰酸钾粉末。每 1000mL 加入 10g 左右,边加边搅拌至溶液呈深褐色或微紫色,停止加入。然后加热至有三氧化硫出现,停止加热。稍冷,通过砂芯漏斗过滤,除去沉淀;冷却后析出红色三氧化铬沉淀,再加适量硫酸使其溶解即可使用。少量的铬酸废液可加入废碱液或石灰使其生成 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 沉淀,过滤,沉渣可埋于地下。为了保护环境和地下水资源,当前大多实验室都不再使用铬酸洗液。

(3) 含氰废液 由于氰化物是剧毒物质,含氰废液必须认真处理。对于少量的含氰废液可先加氢氧化钠调至 $\text{pH} > 10$,再加入几克高锰酸钾使 CN^- 氧化分解;大量的含氰废液可用碱性氯化法处理。先用碱将废液调至 $\text{pH} > 10$,再加入漂白粉,使 CN^- 氧化成氰酸盐,并进一步分解为二氧化碳和氮气,最后将溶液 pH 调到 6~8 排放。

(4) 含汞废液 应先将废液 pH 值调至 8~10,然后加入适当过量的硫化钠转化为硫化汞沉淀,并加硫酸亚铁生成硫化亚铁沉淀,将硫化汞吸附下来。静置并让沉淀物沉降后,上层清液排放。少量沉渣可埋于地下,大量沉渣可在通风橱内用焙烧法回收汞。

(5) 含其他重金属离子的废液 加碱或加硫化钠把重金属离子变为难溶性的氢氧化物或硫化物沉淀,过滤分离,清液排放,残渣集中回收处理。

(6) 无机、有机混合物 应萃取分离出有机物,采用蒸馏法回收,重复使用。无机物可参照上述方法根据具体情况处理。

总之,无论采用物理法、化学法还是微生物法,处理后的污泥最好再进行附加处理。特别是无机毒物含量较高的污泥,可先采用固化的方法使其成为稳定的固体,不再渗透和扩散,然后再进行土地填埋。这种做法是目前较常用的化学污染物的处理方法。

二、仪器的洗涤和干燥

化学实验中使用的各种仪器,必须洗涤干净,否则仪器上的杂质或者污物将会对实验的结果产生不利影响,甚至会导致实验彻底失败。每次实验结束后应及时清洗仪器,否则仪器经长期放置洗涤会更加困难。另外有些仪器洗涤干净后直接可用来做实验,但有一些实验必须使用干燥的仪器,因此对洗涤干净的仪器有时还需要进行干燥。否则由于水的存在,而影响实验结果的准确性。

(一) 玻璃仪器的洗涤

实验室最常用的洗涤剂有去污粉、洗衣粉和洗液等。去污粉和洗衣粉,多用于毛刷直接刷洗的仪器,如试管、烧杯、锥形瓶和试剂瓶等一般玻璃仪器;洗液多用于不使用毛刷刷洗的仪器,如酸碱滴定管、移液管、吸量管和容量瓶等特殊形状的玻璃仪器,另外长久不用的器皿和不易刷的污垢也可用洗液洗涤,洗液洗涤仪器是利用洗液本身与污物起化学反应,而将污物除去。

通常附着在仪器上的污物,既有可溶性的物质,也有尘土及其他难溶性的物质,还可能有油污等有机物质。洗涤时应根据实验的要求、污物的性质、污染的程度和仪器的特点分别选择合适的洗涤和干燥方法。

1. 普通玻璃仪器的洗涤

普通玻璃仪器主要指烧杯、试管、锥形瓶、量筒、表面皿和试剂瓶等一般玻璃仪器。

(1) 水洗 选用大小合适的毛刷,拉动、转动毛刷洗涤仪器内、外壁(注意:洗涤试管时要防止毛刷底部的铁丝将试管捅破)。然后用自来水冲洗干净,最后用少量蒸馏水涮洗干净。

(2) 洗涤剂洗 若仪器上粘有油污或难以用水冲洗掉的灰尘,先用自来水洗,然后选用大小合适的毛刷蘸少许去污粉、洗衣粉或合成洗涤剂在仪器内外壁上刷洗,再用自来水冲洗干净,最后用蒸馏水涮洗干净。

(3) 铬酸洗液(简称洗液)洗 仪器先用水冲洗并把仪器中残留的水尽量倒净,防止把洗液稀释,然后将少量洗液倒入仪器中,慢慢转动并倾斜仪器使仪器的内壁全部被洗液润湿,重复2~3次即可。若使洗涤效果更好,可用洗液将仪器浸泡一段时间,或者用热的洗液洗。用完后的洗液倒回原瓶。洗液洗过的仪器先用自来水冲洗干净,再用蒸馏水涮洗干净。

铬酸洗液具有强酸性、强腐蚀性和强氧化性,溶液呈暗红色,对具有强还原性的有机物、油污的去污能力特别强。但是洗液易吸潮而降低去污能力,所以装洗液的瓶子用完应及时盖好。另外,洗液经多次使用后变为绿色时(主要是 Cr^{3+}),就失去了去污能力,不能继续使用。但是不要倒掉,失效的洗液还可以重复利用。再生方法:首先将失效的洗液在 $110\sim 130^{\circ}\text{C}$ 下进行浓缩,除去其中的水分,当水分除完后,让其冷却至室温,然后向浓缩液中慢慢加入 KMnO_4 粉末($10\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$),边加边搅拌,直至溶液呈深褐色或微紫色,加热洗液至刚有 CrO_3 沉淀出现,停止加热。稍微冷却后用砂芯漏斗过滤,除去沉淀。滤液冷却后即析出红色 CrO_3 沉淀。在含有 CrO_3 沉淀的溶液中加入适量浓 H_2SO_4 使其溶解即成洗液,可继续使用。

(4) 超声波清洗 选择合适的洗涤剂配成溶液放入清洗槽内,然后将待洗的玻璃仪器放在清洗网架内,再把清洗网架放入清洗槽中,接通超声波清洗器的电源,利用超声波产生的振动,将仪器清洗干净。最后用自来水冲洗干净,再用蒸馏水涮洗干净。

2. 度量仪器的洗涤

度量仪器主要指移液管、吸量管和容量瓶等度量溶液体积的玻璃仪器。此类仪器比较精密,洗涤程度要求较高,仪器形状又特殊,不宜用毛刷刷洗,常用洗液进行洗涤。

(1) 移液管和吸量管的洗涤 先用自来水冲洗,用洗耳球吹去管中残留的水,然后将移液管或吸量管插入铬酸洗液瓶内,用洗耳球吸取洗液,吸入约 $1/5$ 容积,用右手食指按住移液管(或吸量管)上口,将移液管横置过来,左手托住下端没有洗液的地方,右手食指轻轻松开,慢慢转动移液管或吸量管,使洗液充分润洗内壁,然后倒出洗液。如果移液管太脏,可在移液管上端接一段橡胶管,再用洗耳球吸取洗液至橡胶管内,然后用自由夹夹紧橡胶管上端,让洗液在移液管内浸泡一段时间,最后松开自由夹,让洗液放回原洗液瓶中,拔掉橡皮管,最后分别用自来水和蒸馏水洗净即可。

(2) 容量瓶的洗涤 先用自来水冲洗,再加入适量洗液,盖上瓶塞,转动容量瓶,使洗液充分润洗内壁,如果容量瓶太脏,可加洗液于容量瓶中浸泡一段时间,然后将洗液倒回原瓶。最后依次用自来水和蒸馏水洗净即可。

3. 特殊污垢的去除

- (1) 二氧化锰可用少量草酸加水并加几滴浓硫酸处理。
- (2) 黏附在器壁上的硫黄用石灰水煮沸即可洗去。
- (3) 沾附在器壁上的煤焦油用浓碱浸泡一段时间后即可洗去。
- (4) 沾附在器壁上的铜或银用硝酸处理。难溶的银盐可用硫代硫酸钠溶液洗涤。
- (5) 沾附在器壁上的铁锈用盐酸或稀硝酸浸泡后，再用水洗。
- (6) 研钵内的污迹可加入少量饱和食盐水研磨，倒出食盐水后，再用水洗。
- (7) 蒸发皿和坩埚上的污迹可用浓硝酸或王水洗涤。

玻璃仪器是否洗涤干净的判断标准是玻璃仪器壁上不挂水珠，而是一层均匀的水膜。否则，说明仪器没有洗涤干净，仍需继续洗涤。一般而言，无机化学实验对仪器干净程度要求不十分高，仪器只要求洗刷干净，不一定严格要求玻璃仪器的壁上不挂水珠，而在定性、定量分析实验中，杂质会影响实验的准确性，则对仪器干净的程度要求较高。凡是已洗净的仪器，决不能用布或纸擦拭，否则，布或纸的纤维会留在器壁上。

(二) 玻璃仪器的干燥

1. 晾干

对于实验时不急用的仪器，将仪器洗净后倒置在适当的装置上，通过空气对流自然干燥。

2. 烤干

实验室常用于烤干的设备有酒精灯、电炉等。试管在烤干时应使试管口略向下倾斜，以免水珠倒流而使试管破裂（图 I-2-1）。锥形瓶、烧杯烤前应先擦去仪器外壁的水珠，然后放于石棉网上用小火烤干。但是，对于移液管、吸量管、容量瓶等量器不能用加热的方法干燥。否则，会影响这些仪器的精密度。

3. 烘干

对于实验时急需用的玻璃仪器，可放烘箱内烘干，烘箱带有自动控温装置，可根据需要选用不同的温度。烘箱温度最高可达 220°C ，一般控制在 $105\sim 110^{\circ}\text{C}$ ，烘 1h 左右。烘干方法是：先将仪器洗净后尽量沥干多余的水，然后口朝上平放于烘箱内，带塞的瓶子应打开瓶塞。关住烘箱的门，调节控温旋钮使温度控制在 $105\sim 110^{\circ}\text{C}$ 。仪器烘干后切断烘箱电源，等降至室温后再取出仪器（图 I-2-2）。如果仪器热时需要取出，应注意用干布垫住手，以防止烫伤。此法只适用于一般的玻璃仪器。

4. 吹干

急于使用的仪器和一些不适用于烘箱烘干的仪器可选用吹干的办法，包括电风吹干和气流干燥器吹干。电风吹干时（图 I-2-3），为了加快吹干的速度，可先用少量乙醚或乙

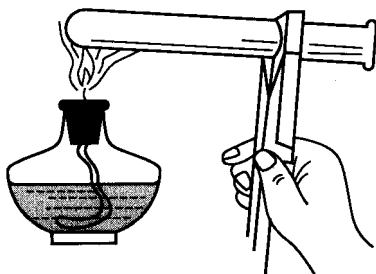


图 I-2-1 烤干

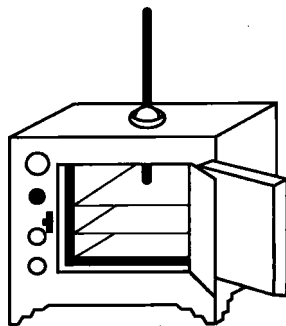


图 I-2-2 电热恒温干燥箱



图 I-2-3 电吹风吹干

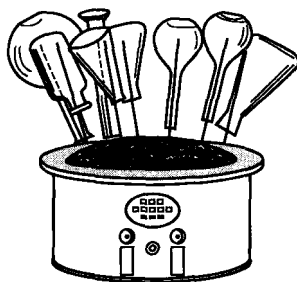


图 I-2-4 气流干燥器吹干

醇等有机溶剂倒入玻璃仪器内润洗一遍，先用冷风吹 2min 使大部分溶剂挥发后再用热风吹干，若玻璃仪器内不加有机溶剂润洗，须直接用热风吹干；用气流干燥器吹干时，将玻璃仪器倒置于带孔的金属杆上用热风吹干（图 I-2-4）。

三、加热方法

实验中常使用的加热方法有三种：酒精灯加热、电炉和电热恒温水浴锅加热。根据加热方式可分为直接加热和间接加热，下面对它们的加热原理、使用方法及加热方式分别介绍如下。

（一）加热设备

1. 酒精灯

酒精灯（图 I-3-1）是实验室常用的加热仪器，通常是玻璃制品，由灯帽、灯芯和灯壶三部分组成，其火焰温度通常可达 $300\sim 500^{\circ}\text{C}$ ，焰心最低，内焰较高，外焰最高。酒精灯一般用于加热温度不太高的实验，加热时须用酒精灯的外焰加热（图 I-3-2）。为了避免发生意外事故，注意：点燃时，必须用火柴点燃，不准用点燃的酒精灯直接点火；添加酒精时，须将火焰熄灭，且加入的酒精量最多不超过酒精灯容量的三分之二；熄灭酒精灯时，应用灯帽将其盖灭，严禁用嘴吹灭。长期未用的酒精灯重新使用时，需要先打开灯帽，将灯芯上下提几次，并用洗耳球吹去灯内聚集的酒精蒸气，灯芯用剪刀剪平，然后再点燃。

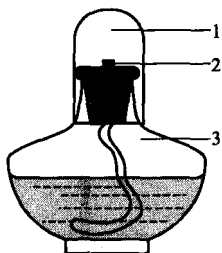


图 I-3-1 酒精灯

1—灯帽；2—灯芯；3—灯壶

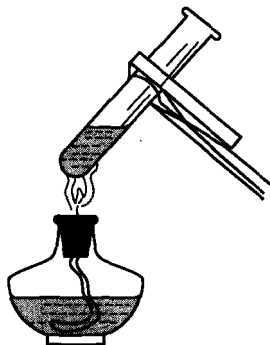


图 I-3-2 酒精灯外焰加热

2. 酒精喷灯

酒精喷灯也是实验中常用的加热仪器，主要用于需要加强热的实验、玻璃加工等。其火焰温度在 800°C 左右，最高可达 1000°C 。常用的酒精喷灯有座式和挂式两种类型，一般由铜质或其他金属制成。座式喷灯的酒精贮存在灯座贮罐内，挂式喷灯的酒精贮存于悬挂在高处

的贮存罐内。下面介绍座式酒精喷灯的构造及使用方法。

座式酒精喷灯由油孔、酒精贮罐、引火碗、灯管、喷火孔和空气调节器构成(图 I-3-3)。使用前,先拧开添加酒精的油孔盖,通过漏斗把酒精倒入酒精贮罐内,酒精的量不能超过贮罐容积的 $\frac{2}{3}$,随即将盖拧紧,避免漏气。然后将灯身慢慢倾斜 70° ,使灯管内的灯芯湿润,以免灯芯烧焦。检查酒精蒸气的喷口是否堵塞,如发现堵塞,可以用钢针把喷口通透。先向引火碗内注入 $\frac{2}{3}$ 容量的酒精,用火柴将酒精点燃,对灯管加热,同时要转动空气调节器把入气孔调到最小。待碗中酒精将近燃完时,逆时针旋转开启灯管上的喷火孔开关。来自贮罐的酒精在灯管内受热并气化,从喷孔喷出时,引火碗内燃烧的火焰便可把喷出的酒精蒸气点燃

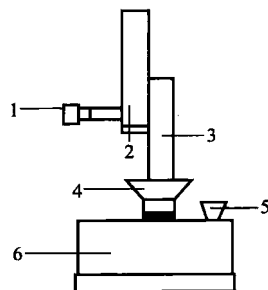


图 I-3-3 座式酒精喷灯

- 1—空气调节器; 2—喷火孔;
3—灯管; 4—引火碗;
5—油孔; 6—酒精贮罐

(若不能点燃,可用火柴点燃),就可以产生高温火焰。通过调节空气调节器可以控制火焰的温度,调节器上升,进入的空气多,酒精燃烧充分,火焰集中,则温度高。反之,温度就低。但是调节器不可以调节过高,否则进入的空气量太大,容易将火焰冲灭。用完后,用石棉网盖住管口熄灭喷灯火焰,同时用湿抹布盖在灯座上,使它降温。

注意:喷灯工作时,灯座下不能有任何热源,周围环境温度一般应在 35°C 以下,周围不能有任何易燃物;在打开开关、点燃管口气体前必须充分加热灯管,否则酒精不能完全气化,就会有液态酒精从管口喷出,可能形成“火雨”(尤其是挂式喷灯),甚至引起火灾;当罐内酒精还剩有大约 20mL 时,应停止使用,若继续使用,需要把喷灯熄灭后重新添加酒精,不能在喷灯燃着时向贮罐内加注酒精,以免引燃罐内的酒精蒸气;使用喷灯时如发现罐底凸起,要立即停止使用,检查喷口有无堵塞、酒精有无溢出等,待查明原因并排除故障后再使用;每次连续使用的时间不宜过长,并且喷灯使用一段时间后,应清洗酒精贮罐,更换灯芯。

3. 电炉

电炉(图 I-3-4)是一种通过电阻丝将电能转化为热能的装置,加热温度可通过调节电阻控制。电炉加热的速度很快,温度也很高,不易控制。使用电炉加热时,容器和电炉之间通常要垫上石棉网,以使受热均匀。为了防止发生意外事故,做实验时一定要集中精力,时刻注意控制反应温度。

4. 电热恒温水浴锅

电热恒温水浴锅(图 I-3-5)有两孔、四孔、六孔、多孔等不同规格,电热恒温水浴锅为水槽式,其构造分内外两层。内层用铝板或不锈钢板制成,外层用薄钢板制成。槽底安装有铜管,内装电炉丝用瓷接线柱连通双股导线至控制器,控制器表面有电源开关、温度调节器和指示灯,水浴锅左下侧有放水口。电热恒温水浴锅适用于受热温度不高的蒸发或恒温加

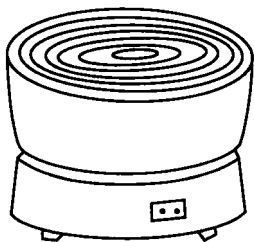


图 I-3-4 电炉

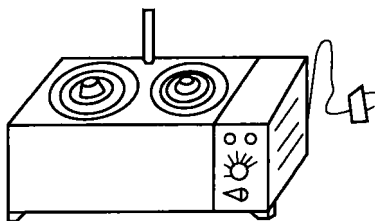


图 I-3-5 两孔电热恒温水浴锅

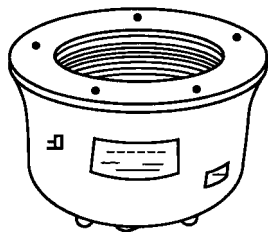


图 I-3-6 电热套

热的实验，加热温度可从室温直到 100°C ，电源电压为 220V 。使用时，水位不要溢出水浴锅，但也不能低于电热管，否则会烧坏电热管。电热恒温水浴锅加热的速度较慢，但是受热均匀恒定。

5. 电热套

电热套是由玻璃纤维包裹着电热丝织成的碗状半圆形的加热装置（图 I-3-6），且具有控温装置。因玻璃纤维包裹着电热丝，它不是明火加热，故可以加热或蒸馏易燃的有机物，也可以加热沸点较高的化合物，使用方便且适用范围较广。

6. 其他加热设备

其他的加热设备还有马弗炉（图 I-3-7）或管式炉（图 I-3-8）等，具体加热原理和使用方法可参考说明书，它们均可以加热到 1000°C 左右，且可以接控温装置，自动地控制加热的温度。

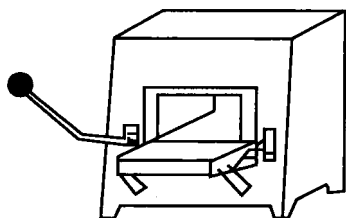


图 I-3-7 马弗炉

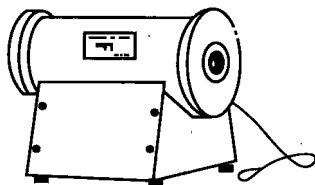


图 I-3-8 管式炉

（二）加热方式

1. 直接加热

将被加热物直接放在热源上进行加热，如用酒精灯加热试管、蒸发皿，电炉加热烧杯等。

（1）液体的加热 主要用于较高温度下不发生分解且不易燃的溶液或纯液体。对于少量的液体可以装在试管里直接加热，加热时应注意试管中所盛液体量不要太大，一般不超过试管高度的 $1/3$ ；不准用手捏住试管加热，须用试管夹夹住试管的中上部加热（图 I-3-2）；加热时试管口应向上稍倾斜，且朝向没人的地方，如墙壁或天花板，不准朝向别人或自己，以免溶液沸腾时发生事故。开始先加热液体的中上部，慢慢向下移动试管，加热下部，然后来回移动试管使液体各部分受热均匀，防止试管内液体局部受热暴沸而迸溅。

对于大量的液体，需要放在烧杯或锥形瓶等容器中，先将器皿的外壁擦干，然后垫上石棉网，用酒精灯或电炉等直接加热即可。加热时先使底部受热均匀，防止加热的容器破裂。溶液沸腾后应把酒精灯或电炉火焰调小，防止飞溅（可以结合玻璃棒搅拌）。有时溶液需要加热浓缩，可将溶液放入蒸发皿内，下面垫上泥三角，用酒精灯直接加热，加热时应注意蒸发皿内的液体量不要太多，一般不超过蒸发皿容积的 $2/3$ ；蒸发皿上面一般还要盖上一个表面皿，防止液体溅出或空气中的尘埃落入蒸发皿。当溶液蒸发至较少时，应不断搅动溶液，以免发生飞溅，直至有大量固体物质出现时应立即撤去酒精灯，利用余热把溶液蒸干。

（2）固体的加热（图 I-3-9） 对于少量的固体，可用试管加热，加入固体的量不要超过试管容积的 $1/3$ 。块

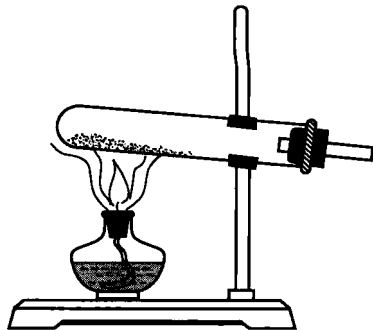


图 I-3-9 少量固体加热

状或粒状固体先用研钵研细，小心地将固体顺着试管壁滑下或用纸槽将固体平铺于试管底部。用试管夹住试管的中上部加热或把试管固定在铁架台上，试管口略向下倾斜，防止凝结在试管口的水珠倒流而使试管破裂。先来回加热试管使之受热均匀，然后集中加热试管底部。

对于大量的固体，可用蒸发皿加热。加入固体的量不要超过蒸发皿容积的 $2/3$ 。固体颗粒加热前先用研钵研细，充分搅拌使固体受热均匀，然后集中加热。

(3) 固体的灼烧 需要在高温下加热固体时，可以把固体放在坩埚中灼烧。根据物质性质的不同可选用不同的坩埚，如铁坩埚、瓷坩埚、镍坩埚或铂坩埚等。将坩埚放在泥三角上，用酒精灯外焰加热。加热前先用小火使坩埚受热均匀，然后用大火集中加热。灼烧完毕后，先撤去酒精灯，再用干净的坩埚钳夹取坩埚，坩埚钳使用前先在火焰上预热。热的坩埚取下后应放在石棉网上，防止烫坏实验台台面。坩埚钳应平放在石棉网上或桌面上，尖端向上，以保证坩埚钳尖端洁净。

一般固体的灼烧常使用马弗炉或管式炉，它们均可以加热到 1000°C 左右，且可以接控温装置，更好地控制加热的温度。

2. 间接加热

先将某些介质加热，介质再将热量传递给被加热物。这种方法又称为热浴。根据选用的介质不同，分为水浴、沙浴和油浴等。热浴的优点是升温缓慢稳定、受热均匀。

(1) 水浴 水浴是选用水作为加热介质的一种热浴。水浴加热常在电热恒温水浴锅或普通水浴锅中进行。使用水浴锅（图 I-3-10）加热时，可根据被加热容器的大小选用合适的圆环，即增大容器的受热面积而又防止器皿掉进水浴锅中。利用热水或产生的蒸汽加热器。加热过程中注意及时补充水浴锅中的水，防止烧干。

(2) 油浴 油浴是选用油作为加热介质的一种热浴（加热方式与水浴加热一样）。

油浴加热的温度比水浴更高。所用油的种类不同，油浴的最高温度也不一样。石蜡可加热至 200°C ，温度再高也不发生分解，但是容易燃烧；甘油可加热至 $140\sim 150^{\circ}\text{C}$ ，温度再高会发生分解；植物油能加热到 220°C ，常加入 1% 的对苯二酚等抗氧化剂，增长使用寿命；硅油加热到 250°C 时仍然稳定，只是成本高，温度过高时也会发生分解，达到闪点可能燃烧，使用时一定要小心。由于油在高温下易燃，所以使用油浴时要十分谨慎，密切注意温度，随时调整火焰。一旦发现严重冒烟时，要立即停止加热。目前油浴加热已经由传统的用酒精灯或电炉加热改为自动控温装置加热，安全系数大大提高，而且操作变得更加简单。

(3) 沙浴 沙浴是选用沙子作为加热介质的一种热浴。先在铁盘中放入均匀的细沙，再将加热器皿的下半部分埋入细沙中用电炉加热（图 I-3-11）。沙浴升温过程比较缓慢，停

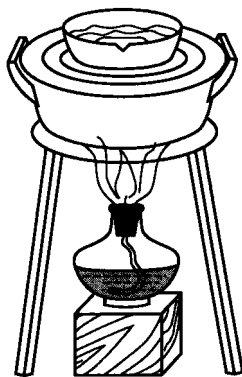


图 I-3-10 水浴加热

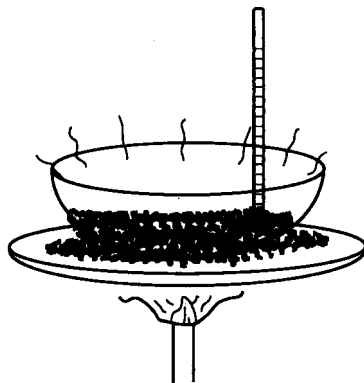


图 I-3-11 沙浴加热

止加热后，散热也比较慢，因此温度不易控制。为了控制温度，细沙中通常插入一支温度计，温度水银球要与被加热器皿的底部处于同一高度，但是注意温度计的水银球千万不要接触铁盘，否则温度超过温度计的量程，温度计会发生破裂。使用沙浴时，沙浴盘下面的桌面上要垫石棉板，以防过热的容器烤焦桌面。

(三) 冷却

实验中有些过程、反应、分离或结晶等要求在较低的温度下进行，通常根据不同的要求采取不同的冷却方法，常见的冷却方法如下。

1. 自然冷却

将加过热的物质直接放在空气中放凉。这种方法冷却速率慢，需要的时间较长。

2. 自来水冲洗冷却

为了加快冷却速度，有些实验加热后，可直接打开水龙头，然后将容器倾斜直接用自来水冲洗容器外表面进行冷却，为了使冷却效果更好，冲洗的同时要不断地摇动容器。

3. 冰水冷却

若某些过程、反应、分离或结晶需在较低的温度下进行（0℃左右），可直接将反应容器放在冰水混合物中冷却。

4. 制冷剂冷却

若某些过程、反应、分离或结晶需在更低的温度下进行（低于0℃），可用制冷剂冷却。制冷剂主要是冰盐或水盐的混合物，冰盐的比例及盐的种类决定制冷温度的高低（见表I-3-1）。

表 I-3-1 一些常见的制冷剂和制冷的温度

制 冷 剂	制冷温度 T/K	制 冷 剂	制冷温度 T/K
30 份 NH_4Cl + 100 份水	270	100 份 NH_4NO_3 + 100 份水	261
4 份 $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 100 份碎冰	264	100 份 NH_4NO_3 + 100 份 NaNO_3 + 冰水	238
125 份 $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 100 份碎冰	233	干冰 + 乙醇	201
150 份 $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 100 份碎冰	224	干冰 + 乙醚	196
29g NH_4Cl + 18g KNO_3 + 冰水	263	干冰 + 丙酮	195

四、液体体积的度量仪器及使用

根据移取一定体积溶液的准确度，溶液体积的度量仪器可分为粗量仪器和精密仪器，粗量仪器如量筒、烧杯等，精密仪器如移液管、吸量管和容量瓶等，现就它们的规格和使用方法介绍如下。

(一) 量筒

量筒容量有 10mL、25mL、50mL、100mL 和 250mL 等，它常用来量取对体积精度要求不太高的液体。实验中可根据所取液体的体积来选用合适的量筒，读数时视线应与仪器内液体的弯月面最低处水平相切（图 I-4-1）。

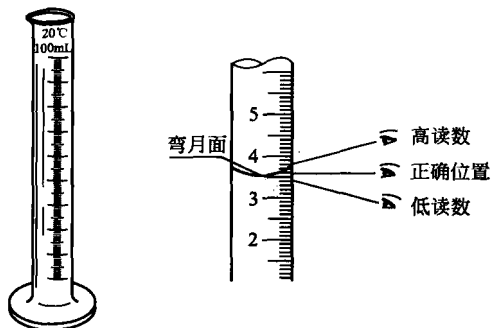


图 I-4-1 量筒及读数方法

求不太高的液体。实验中可根据所取液体的体积来选用合适的量筒，读数时视线应与仪器内液体的弯月面最低处水平相切（图 I-4-1）。

(二) 移液管和吸量管

要求精确量取一定体积的液体时，可用移液管或吸量管，移液管有 1mL、2mL、5mL、10mL、25mL 和 50mL 等；吸量管有 1mL、2mL、5mL 和 10mL。移液管是中上部有一“鼓肚”的玻璃管，管的上部有一个标明总体积的

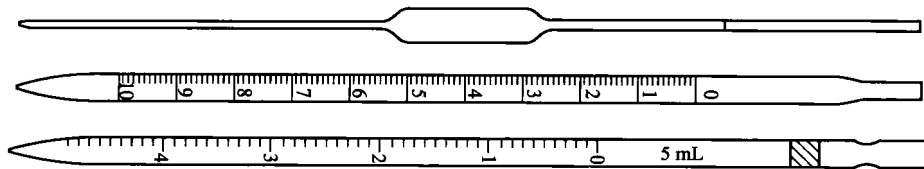


图 I-4-2 移液管和吸量管

刻度线，量取的液体体积与管上所标注的体积相同。吸量管管上带有分刻度，可以用来量取不同体积的液体（图 I-4-2）。

移液管和吸量管的使用方法如下。

1. 洗涤

移液管、吸量管和容量瓶是特殊的度量仪器，不易于毛刷刷洗，使用前先用少量洗液洗涤干净，然后用自来水冲净，使整个内壁和外壁不挂水珠。最后用蒸馏水润洗三次。移取溶液前必须用少量待取液润洗三次。方法是：为避免溶液被稀释或玷污，可将少量待取液倒入小烧杯中，然后吸入少量（3~5mL）溶液至移液管中，慢慢放平移液管并旋转，使液体慢慢流遍移液管内壁。再将移液管竖直，将管中液体放出到另外一个小烧杯中，然后再将该液体沿移液管的外壁下部冲洗、弃去，反复操作三次即可。注意最后一次操作后要用吸水纸将移液管尖端内外的液体吸去。

2. 吸取

用右手大拇指和中指捏住移液管标线以上的部位，将移液管垂直插入液面下 1~2cm，不要插入太深，否则外壁会沾有太多液体，但也不要插入太浅，否则液面下降时会吸空。左手拿住洗耳球，先把球内空气挤压出去，再将洗耳球的尖嘴插入移液管的上口后慢慢松开左手手指，液体就被吸入管内，随着液面的下降，须将移液管逐渐下移。当移液管中的液面升至刻度线以上时，迅速移去洗耳球，立即用右手食指按住管口，将移液管从溶液中取出，并使移液管的下端靠在器壁上，稍微放松食指，用拇指和中指轻轻转动移液管，让液面缓慢下降至溶液的弯月面与刻度线相切时，立刻用食指按紧管口使溶液不再流出，然后从容器中取出移液管，进行转移操作。

3. 转移

将移液管竖直向下其尖嘴紧靠接收器内壁，让接收容器倾斜（图 I-4-3）。松开食指，让溶液慢慢顺管壁流下，待溶液留尽后再将移液管的尖嘴在内壁上划几下，让溶液完全流出，取出移液管。最后尖嘴内余下的少量溶液，是否吹入接收器中，必须看移液管上是否标注“吹”字，若有“吹”字，一定要将尖嘴内余下的少量溶液吹入接收容器中；否则，不必吹入接收器中，因为标定移液管体积时，已经忽略了尖嘴内余下的少量溶液的体积。

（三）容量瓶

容量瓶是用于配制准确浓度溶液的容器。细颈平底，配有磨口玻璃塞，瓶颈上刻有标线，容量瓶的下部标注有使用的温度和容积。

1. 检漏

在容量瓶内加适量自来水，塞紧瓶塞，右手食指按住瓶塞，其余手指拿住瓶颈标线以上部分，左手指尖托住瓶底边缘，将瓶倒置一会儿，观察是否漏水；如不漏水，再将瓶直立，瓶盖转动 180°后再次检漏，两次均不漏水才能使用（图 I-4-4）。容量瓶的塞子是配套使用的，为避免塞子打破或遗失，应用橡皮筋把塞子系在瓶颈上。