

高·等·学·校·教·材

无机、分析和 物理化学实验

高明慧 ◎ 编著

Inorganic, Analytical and
Physical Chemistry Experiment



化学工业出版社

013034265

06-3
263

高等学校教材

无机、分析和物理化学实验

Inorganic, Analytical and Physical Chemistry Experiments

高明慧 编著



化学工业出版社

· 北京 ·



北航

C1641542

06-3
263

013034582

本教材是在《无机化学实验》、《分析化学实验》和《物理化学实验》基础上进行改革与重组后合并的一本实验教材,它既保留了经典重要的实验内容,又吸收了近年来化学研究和实验教学改革的最新成果。全书由8章正文、58个精选实验和10个附录组成。内容包括:化学实验基础知识、常用仪器设备使用方法、无机化学基本原理的基础实验、无机化学元素化合物性质实验、物质分离鉴定与提纯制备实验、分析化学定量基础实验、分析化学定量综合实验和物理化学实验。

本教材不仅适用于综合性大学、理工院校和高等师范院校类化学专业本科生使用,而且也适用于与化学密切相关的交叉学科如生物、医药、冶金、轻工、食品、农林、材料科学与工程、环境科学与工程等各专业本科生的化学实验教材,同时也可供研究人员、相关教师和实验室人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

无机、分析和物理化学实验/高明慧编著. —北京:化学工业出版社, 2013.3
高等学校教材
ISBN 978-7-122-16593-0

I. ①无… II. ①高… III. ①无机化学-化学实验-高等学校-教材②分析化学-化学实验-高等学校-教材③物理化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①O6-3

中国版本图书馆CIP数据核字(2013)第031951号

责任编辑:杨菁
责任校对:蒋宇

文字编辑:刘莉珏
装帧设计:关飞

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)

印刷:北京市振南印刷有限责任公司

装订:三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张15½ 字数403千字 2013年6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:34.00元

版权所有 违者必究

前言

我国著名化学家戴安邦院士指出,通过实验,可以更好地掌握化学知识和技能,训练科学思维,培养科学精神和品德,适应化学学科的发展,满足培养应用型人才的需要。本教材是实验教学改革成果,改革是一个不断完善的过程,希望通过实验教学改革,实验教材建设,提高高等院校的实验教学水平,培养更多综合素质好,实验技能高的化学专业人才。

全书由八章正文、58个精选实验和10个附录组成。各学校可根据教学大纲进行取舍。正文按照化学实验基础知识、常用仪器设备使用方法、无机化学基本原理的基础实验、无机化学元素化合物性质实验、物质分离鉴定与提纯制备实验、分析化学定量基础实验、分析化学定量综合实验和物理化学实验的顺序编写。第一章化学实验基础知识涵盖了10个方面,是学生必须了解掌握的基础化学实验知识。第二章常用仪器设备使用方法移至正文,作为单独章节,有利于学生提前预习,介绍了12种无机化学实验、分析化学实验和物理化学实验中使用的实验仪器设备。第三章~第八章将58个难易程度不同的实验融会贯通,实验内容按照由浅入深、循序渐进的原则编写,更注重系统性、规范性和通用性,有利于培养学生的实验操作能力,开拓学生的视野和知识面的扩大,提高学生综合分析问题、解决问题和创新思维能力的培养。10个附录是最新版的常用数据附录,数据全面准确,能满足学生在实验中随时查阅。本教材突出的特色是:

1. 编著者根据实验教学经验编写完成,所编的58个实验是在多年实验教学中选用或试用过的内容,教学效果良好。编著者对每个实验都进行了研究、试做和改进,讲解得清晰透彻,说出了实验重点,实验内容新颖、新意,有许多创新。

2. 按照实验目的→实验原理→仪器、药品及材料→实验步骤→思考题→注意事项等顺序编写。物理化学实验还增加了数据处理和教学讨论。注意事项是实验内容的精华,将每个实验学生易混淆、不清楚和常犯的错误都做了强调,这样可避免学生实验失败,提前掌握实验的关键。

3. 实验内容选择编排更为科学合理。它不是各部分简单组合,而是在充分优化实验内容基础上,注重各部分联系渗透,减少重复。删除一些过时、陈旧、重复性差、现象不明显和实验室很难操作实现的实验。

4. 精选的实验都是为学生开出的实用性实验,内容贴近生产、生活和科研实际,充分考虑到学生今后的发展。基础实验为学生打下夯实基本实验操作技能,综合性实验为学生今后的学习、科研乃至走向社会奠定基础。

感谢南京航空航天大学薛建军教授、姬广斌教授、曹洁明教授、佟浩博士和黄现礼博士对本书出版给予的支持和帮助,并提出了许多宝贵的意见。

由于编著者学术水平有限和撰写时间仓促,不周及不当之处在所难免,恳请同行专家批评指正。

编著者

2012年9月

于南京航空航天大学

目 录

第一章 化学实验基础知识	1
一、实验室安全知识	1
二、实验室“三废”处理	2
三、实验室用水的质量要求、制备和检验	3
四、玻璃仪器的洗涤和使用	4
五、化学试剂的规格和取用	9
六、定量和定性分析滤纸的规格	10
七、重量分析五个步骤的操作技术	11
八、蒸发和浓缩、结晶和重结晶	15
九、误差和数据处理	15
十、实验目的、方法和要求	20
第二章 常用仪器设备使用方法	23
一、TG328B 半自动电光分析天平	23
二、FA1604 型电子天平	25
三、pHS-3C 型酸度计	26
四、721 型分光光度计	27
五、DDS-307 型电导率仪	28
六、SWC-II 数字贝克曼温度计	30
七、DP-AW 精密数字压力计	31
八、2XZ-1 型旋片式真空泵	32
九、KWL-08 可控升降温电炉	33
十、SWKY 型数字控温仪	33
十一、WZZ-2B 型自动旋光仪	34
十二、SDC-II 数字电位差综合测试仪	35
第三章 无机化学基本原理基础实验	37
实验 1 Zn 和 CuSO_4 反应热的测定	37
实验 2 摩尔气体常数 R 的测定	40
实验 3 固体氯化铵标准摩尔生成焓的测定	42
实验 4 化学反应速率与活化能的测定	45
实验 5 醋酸标准溶液浓度标定及解离常数的测定	49
实验 6 分光光度法测定碘化铅溶度积常数	52
实验 7 银氨配离子配位数和稳定常数的测定	54
实验 8 酸碱平衡	56

实验 9	配位化合物性质和沉淀溶解平衡	58
实验 10	电化学基础——氧化还原反应	61
第四章	无机化学元素化合物性质实验	65
实验 11	s 区元素 (碱金属和碱土金属)	65
实验 12	p 区元素 I (卤素和氧族元素)	67
实验 13	p 区元素 II (硼族、碳族和氮族元素)	71
实验 14	主族金属元素 (锡、铅、铋、铊)	74
实验 15	d 区元素 I (铬、锰、铁、钴、镍)	77
实验 16	d 区元素 II (铜、银、锌、镉、汞)	81
第五章	物质分离鉴定与提纯制备实验	85
实验 17	纸色谱法分离鉴定 Cu^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Co^{2+} 和 Ni^{2+}	85
实验 18	植物色素的提取和薄层色谱分析	87
实验 19	混合阴离子未知溶液的定性鉴定	89
实验 20	混合阳离子未知溶液的定性鉴定	93
实验 21	粗盐的提纯及检验	99
实验 22	工业硫酸铜的提纯及产品等级检验	100
实验 23	硫酸亚铁铵的制备及含量测定	103
实验 24	过氧化钙的制备及含量测定	106
第六章	分析化学定量基础实验	109
实验 25	分析天平称量练习	109
实验 26	容量分析仪器的校准	111
实验 27	盐酸溶液和氢氧化钠溶液的配制与标定	114
实验 28	碱灰中总碱量的测定 (酸碱滴定法)	117
实验 29	碱液中 NaOH 与 Na_2CO_3 含量的测定 (双指示剂酸碱滴定法)	119
实验 30	洗衣粉中聚磷酸盐含量的测定 (双指示剂酸碱滴定法)	121
实验 31	铵盐中铵态氮的测定 (甲醛-酸碱滴定法)	123
实验 32	饮用水总硬度的测定 (配位滴定法)	125
实验 33	铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定 (配位滴定法)	128
实验 34	胃舒平药片中 Al_2O_3 及 MgO 含量的测定 (配位滴定法)	130
实验 35	高锰酸钾法测定过氧化氢含量	132
实验 36	无汞重铬酸钾法测定铁矿石中铁含量	135
实验 37	维生素 C 片剂中维生素 C 含量的测定	137
实验 38	氯化物中氯含量的测定	142
实验 39	邻二氮杂菲分光光度法测定铁	147
实验 40	钡盐中钡含量的测定 (硫酸钡重量法)	149
第七章	分析化学定量综合实验	153
实验 41	电位滴定法测定 H_3PO_4 的 K_{a1} 和 K_{a2}	153
实验 42	HCl 和 HAc 混合溶液的电位滴定	156

实验 43	石灰石 (鸡蛋壳) 中钙含量的测定	158
实验 44	复方黄连素片中盐酸小檗含量的测定 (氧化还原滴定法)	162
实验 45	水泥熟料中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定	164
实验 46	高锰酸盐指数的测定	169
实验 47	挥发酚的测定 (4-氨基安替比林萃取分光光度法)	173
实验 48	甲醛的测定 (乙酰丙酮分光光度法)	175
第八章 物理化学实验		180
实验 49	ZnO 与 HCl 溶解焓的测定	180
实验 50	液体饱和蒸气压的测定	184
实验 51	凝固点降低法测定摩尔质量	187
实验 52	部分互溶双液系的液-液相图	192
实验 53	二组分合金体系相图的绘制	194
实验 54	蔗糖的转化	198
实验 55	乙酸乙酯皂化反应	201
实验 56	电导法测定乙酸解离常数	205
实验 57	电动势的测定及其应用	206
实验 58	溶液表面吸附的测定	211
附录		217
附录一	市售常用酸碱试剂的浓度和含量	217
附录二	酸、碱解离常数	218
附录三	化合物溶度积常数	222
附录四	配合物稳定常数	223
附录五	标准电极电势表 (25°C , 101.325kPa)	230
附录六	酸碱指示剂	236
附录七	氧化还原指示剂	237
附录八	沉淀与金属指示剂	237
附录九	常用缓冲溶液的配制	238
附录十	元素的相对原子质量	239
参考文献		240

第一章

化学实验基础知识

一、实验室安全知识

在化学实验中,常常会使用一些易燃、易爆、有腐蚀性和剧毒的化学药品,以及时刻都要接触水、火和电,所以实验安全非常重要,决不能麻痹大意。实验前一定要预习,充分了解每次实验中所用到的化学药品的性能以及可能存在的各种各样的危险。实验过程中要集中精力,将安全放在首要位置,经常保持警惕,消灭各种不安全的因素和隐患,并及时妥善地处理所发生和发现的各种意外事故,把损失减小到最低程度。请同学们严格遵守以下操作规程和安全守则。

(1) 实验室内严禁吸烟、饮食和打闹。

(2) 水、电、气使用完毕立即关闭。实验室所有药品、仪器不得带出室外。

(3) 洗液、浓酸、浓碱具有强腐蚀性,应避免溅落在皮肤、衣服和书本上,更应防止溅入眼睛里。

(4) 能产生有刺激性或有毒气体(如 H_2S 、 Cl_2 、 SO_2 等)的实验应在通风橱内进行。有机溶剂(如苯、丙酮、乙醚等)易燃,使用时要远离火源,最好在通风橱内进行操作。

(5) 加热、浓缩液体时要十分小心。加热试管时,不要将试管口对着自己或别人,也不要俯视正在加热的液体,以免液体溅出。浓缩液体时,特别是有晶体出现之后,要不停地搅拌,不能离开。

(6) 当需要借助于嗅觉判别气体时,决不能用鼻子直接对着试剂瓶口或试管口嗅闻气体,应用手轻拂气体,把少量气体煽向自己再闻。更不允许用手直接拿取固体药品。

(7) 有毒试剂(如氰化钾、汞盐、铅盐、钡盐、重铬酸钾等)不得入口或接触伤口,也不能随便倒入下水道,应统一回收处理。在不了解化学药品性质时,禁止任意混合各种试剂药品,以免发生意外事故。

(8) 实验完毕,应将实验室整理干净,检查水、电、气等是否关闭,洗净双手后才能离开实验室。

(9) 灭火常识。物质燃烧需要空气和一定的温度,所以通过降温或者将燃烧的物质与空气隔绝,能达到灭火的目的。可采取:

① 停止加热和切断电源,防止火势蔓延。

② 用湿布、石棉布或沙子灭火。

③ 使用灭火器等器具灭火。

(10) 实验室中一般伤害的简单救护。

① 割伤:首先挑出伤口异物,然后涂上红药水或紫药水,再用纱布包扎,必要时送医

院诊治。

② 烫伤：切忌用水冲洗，可在烫伤处涂抹烫伤药（如红花油），不要把烫的水泡挑破，严重者送医院治疗。

③ 酸伤：先用大量水冲洗，然后用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水冲洗，最后再用水冲洗。

④ 碱伤：先用大量水冲洗，然后用 3%~5% 醋酸溶液或 3% 硼酸溶液冲洗，最后再用水冲洗。

⑤ 吸入溴蒸气、氯气、氯化氢、硫化氢、一氧化碳等有毒气体后，应立即离开实验室，转移到空气新鲜的地方。

⑥ 触电：迅速切断电源，如不能切断电源，要用木棍挑开电线或戴上绝缘橡皮手套，使触电者脱离电源，切不可用手去拉触电者。把触电者转移到空气新鲜的地方，解开衣服，使其全身舒展，必要时进行人工呼吸等急救措施。

⑦ 中毒：误吞毒物，最常用的急救方法是给中毒者先服催吐剂如肥皂水，或给予面粉和水、鸡蛋白、牛奶、食用油等缓和刺激，然后用手指伸入喉部以促使呕吐，立即送医院治疗。若有毒物质溅入眼睛或皮肤上，都要用大量水冲洗。

二、实验室“三废”处理

实验室实际上是一个典型的小型污染源，尤其是城区和居民区附近的实验室对环境危害特别大。因为很多实验室的下水道与居民的下水道相通，实验中产生的污染物常有腐蚀性、剧毒性和致癌性物质的存在，这类污染物直接通过下水道排放会形成交叉污染，最后流入河中或者渗入地下，危害人体健康和环境安全，所以实验室的“三废”处理工作是实验室的重要组成部分。实验室的污染物种类复杂、品种多、毒害大，应根据具体情况，分别制订处理方案。污染物的一般处理原则是：分类收集、存放，分别集中处理。尽可能采用废物回收或固化、焚烧处理。在实际工作中选择合适的方法进行检测，尽可能减少废物量、减少污染。最终废弃物排放应符合国家有关环境排放标准。

（一）废气处理

产生少量有毒气体的实验应在通风橱内进行，通过排风设备排到室外，避免污染室内空气。通风橱排气口应保证对外排气不影响附近居民的身心健康为原则，排气口朝向应避开居民点并有一定的高度，使之易于扩散。产生毒气量大的实验必须备有吸收或处理装置，如二氧化碳、氮氧化物、二氧化硫、氯气、硫化氢、氟化氢等可用导管通入碱液中，使其大部分被吸收后再排出，一氧化碳可点燃转成二氧化碳，可燃性有机废液可在燃烧炉中通入氧气使之完全燃烧。

（二）废液处理

（1）低浓度含酚废液加次氯酸钠或漂白粉使酚氧化为二氧化碳和水。高浓度含酚废液用乙酸丁酯萃取，重新蒸馏回收酚。

（2）浓度较稀的氰化物废液，先用氢氧化钠溶液调节 pH 值在 10 以上，再加入 3% 的高锰酸钾使氰化物氧化分解。氰化物含量高的废液用碱性氧化法处理，即 pH 值在 10 以上再加入次氯酸钠使氰化物氧化分解。

（3）含汞盐的废液先调节 pH 值在 8~10，加入过量硫化钠，使其生成硫化汞沉淀，再加入共沉淀剂硫酸亚铁，硫酸亚铁将水中的悬浮物硫化汞微粒吸附而共沉淀，排除清液，残渣再制成汞盐或深埋。但需要注意的是该操作一定要在通风橱内进行。

（4）铬酸洗液如失效变绿，可浓缩冷却后加入高锰酸钾粉末氧化，用砂芯漏斗滤去二氧化锰沉淀后即可重新使用。失效的废洗液用废铁屑还原残留的 Cr^{6+} 为 Cr^{3+} ，再用废碱液中

和成低毒的 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 沉淀。

(5) 含砷废液中加入氧化钙, 调节 pH 值为 8, 生成砷酸钙和亚砷酸钙沉淀, 或调节 pH 值在 10 以上, 加入硫化钠与砷反应, 生成难溶、低毒的硫化物沉淀。

(6) 含铅、镉的废液, 用消石灰将 pH 值调至 8~10, 使 Pb^{2+} 、 Cd^{2+} 生成 $\text{Pb}(\text{OH})_2$ 和 $\text{Cd}(\text{OH})_2$ 沉淀, 再加入硫酸亚铁作为共沉淀剂, 产生的残渣深埋于地下。

(7) 综合废水处理。互不作用的废液混合后可用铁粉处理, 调节 $\text{pH}=3\sim4$, 加入铁粉, 搅拌 30min, 再用碱调节 $\text{pH}\approx 9$, 继续搅拌 10min, 加入高分子混凝剂进行沉淀。排放清液, 沉淀物按废渣处理。

(8) 有机溶剂的回收。实验用过的有机溶剂有些可以回收。回收有机溶剂通常先在分液漏斗中洗涤, 将洗涤后的有机溶剂进行蒸馏或分馏处理加以精制、纯化。整个回收过程应在通风橱中进行。回收所得有机溶剂纯度较高, 可供实验室重复使用。如乙醚, 将乙醚废液置于分液漏斗中, 先用水洗一次、中和后用 0.5% 高锰酸钾溶液洗至紫色不褪, 再用水洗, 接着用 0.5%~1% 硫酸亚铁溶液洗涤, 以除去过氧化物。水洗后用氯化钙干燥、过滤、蒸馏, 收集 33.5~34.5℃ 馏分使用。其他废液, 如氯仿、乙醇、四氯化碳等都可以通过水洗后再用试剂处理, 最后通过蒸馏收集沸点附近的馏分, 得到可再用的溶剂。

(三) 固体废物处理

实验中出现的固体废物不能随便乱扔, 以免发生事故。能放出有毒气体或能自燃的危险废物不能丢进废品箱内或排入下水管道中。不溶于水的固体废物不能直接倒入垃圾桶, 必须将其在适当的地方烧掉或用化学方法处理成无害物。碎玻璃和其他有棱角的锐利废料, 不能丢进废纸篓内, 应收集于特殊废品箱内处理。

(四) 国外实验室污染治理现状

在国外有专门的实验室废弃物处理站来集中收集处理, 实验室废弃物集中处理站的管理严格、规范, 安全环保意识极强。专门地点集中、专门房间、专门容器存放, 专门人员管理, 严格分区、分类, 集中送特殊废品处理场处理。各种废弃物由各实验室分类上交后, 处理站要对上交来的废弃物称重后将信息存入计算机, 再分类放到规定地方。例如, 报废放射源、废机油、废化学试剂、化学合成“三废物”、化学品废弃容器等都分类存放。废弃物集中处理站设施完备、先进, 安全可靠。为防止集中后的地下渗漏二次污染, 设计时将处理站地下全部用水泥整体浇注。危险化学品、放射源存放在专门房间, 有安全监控、排风系统。废弃物集中处理站的费用由政府每年的经费预算中列支。另一方面, 可回收废品被收购后所得资金则用于废弃物集中处理站的进一步发展。

三、实验室用水的质量要求、制备和检验

1. 实验室用水的质量要求

国家标准 GB 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》中明确了实验室用三个等级净化水的规格和相应的质量检验方法, 应根据实验工作的不同要求选用不同等级的水。

一级水用于制备标准水样或超痕量物质分析; 二级水用于精确分析和研究工作; 三级水用于一般实验工作, 也就是通常所说的去离子水或蒸馏水。常用蒸馏法、离子交换法和电渗析法制备实验室用水。

2. 制备

(1) 蒸馏法 目前使用的蒸馏器的材质有玻璃、金属铜和石英等, 蒸馏法只能除去水中非挥发性杂质, 而不能除去溶解于水中的气体。

(2) 离子交换法 用离子交换法制取的实验用水称为去离子水, 目前多采用阴、阳离子交换树脂的混合床装置来制备。该法的优点是制备的水量大、成本低, 除去离子的能力强。缺点是设备与操作较复杂, 不能除去非电解质杂质, 而且有微量树脂溶在水中。

(3) 电渗析法 电渗析法是在离子交换技术基础上发展起来的一种方法。它是在外电场作用下, 利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而使溶液中溶质与溶剂分开, 从而达到净化水的目的。该法除去杂质的效果较差, 水质较差, 只适用于一般要求不太高的分析工作。

实验室用水的质量检验项目主要有: pH 值、电导率、可氧化物、吸光度、硅酸盐、氯化物和金属离子。一般三级实验用水只测定去离子水或蒸馏水的 pH 值和电导率。

3. 检验

(1) pH 值 由于空气中 CO_2 可溶于水, 通常使去离子水或蒸馏水的 pH 值小于 7, 规定 pH 值在 6.5~7.5 之间都为合格。取两支试管各加入 10mL 水, 一支试管中加 2 滴 0.2% 甲基红, 不得显红色; 另一支试管中加 2 滴 0.2% 溴百里酚蓝, 不得显蓝色。

(2) 电阻率 水的电阻率越高, 表示水中的杂质离子越少, 水的纯度越高。25℃ 时, 一般去离子水或蒸馏水的电阻率为 $1.0 \times 10^6 \sim 10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 之间都为合格。电阻率大于 $10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水为高纯水, 高纯水应保存在石英或塑料容器中。

(3) 可氧化物 同时取 100mL 水分别于 2 只烧杯中, 一只加 5mL 2 mol/L H_2SO_4 和 1mL 0.01mol/L KMnO_4 , 盖上表面皿, 煮沸 5min, 与另一只不加试剂的等体积水作比较, 溶液所呈淡红色不得完全褪去。

(4) 吸光度 于 254nm 处在紫外分光光度计上, 以 1cm 比色皿中的水为参比, 测定 2cm 比色皿中水的吸光度不得大于 0.01。

(5) 硅酸盐 取 10mL 水于烧杯中, 加入 5mL 4mol/L HNO_3 和 5mL 5% 钼酸铵, 放置 5min 后加入 5mL 10% Na_2SO_3 , 观察是否出现蓝色, 如出现蓝色则不合格。

(6) 氯化物 取 20mL 水于烧杯中, 加 1 滴 4mol/L HNO_3 酸化后, 再加 2 滴 0.1mol/L AgNO_3 , 若出现白色乳状物, 则不合格。

(7) 金属离子 取 20mL 水于烧杯中, 加入 5mL $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液和绿豆粒大小的铬黑 T 固体指示剂, 摇匀, 如呈现蓝色, 说明 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等阳离子含量甚微, 水合格。如呈现紫红色 (或酒红色), 则水不合格。

四、玻璃仪器的洗涤和使用

(一) 玻璃仪器的洗涤

玻璃仪器清洁与否直接影响实验结果的准确性和精密性, 因此, 必须十分重视玻璃仪器的洗涤, 洗涤方法概括起来有以下三种。

(1) 用水刷洗 用于洗去水溶性物质, 同时洗去附着在仪器上的灰尘等。

(2) 用去污粉或合成洗涤剂刷洗 用于清洗形状简单, 能用刷子直接刷洗的玻璃仪器, 如烧杯、试剂瓶、锥形瓶等一般的玻璃仪器。去污粉由碳酸钠、白土和细沙等混合而成。将要洗涤的玻璃仪器先用少量水润湿, 再用刷子蘸些去污粉擦洗。利用碳酸钠的碱性除油污, 白土的吸附作用和细沙的摩擦作用增强了对玻璃仪器的洗涤效果。玻璃仪器经擦洗后, 用自来水冲掉去污粉颗粒, 再用蒸馏水荡洗 3 遍, 以除去自来水中带来的杂质离子。洗净的玻璃仪器倒置时应不留水珠和油花, 否则需重新洗涤。洗净的玻璃仪器也不能用纸或抹布擦干, 以免脏物或纤维留在器壁上而污染玻璃仪器。玻璃仪器应倒置在干净的仪器架上, 切记不能倒置在实验台上。

(3) 用洗液洗涤 主要用于清洗不易或不应直接刷洗的玻璃仪器, 如吸管、容量瓶等, 也可用于长久不用的玻璃仪器或刷子刷不掉的污垢等。先用洗液浸泡 15min 左右, 再用自来水冲净残留在器壁上的洗液, 最后用蒸馏水润洗 3 遍。

洗液有强酸性氧化剂洗液 (即传统常规铬酸洗液)、碱性高锰酸钾洗液、纯酸洗液、纯碱洗液、有机溶剂、RBS 洗液 (北美地区化学实验室普遍使用, 代替铬酸洗液)。

铬酸洗液的配制: 称取 10g 工业纯 $K_2Cr_2O_7$ 于 500mL 烧杯中, 用少许水溶解, 在不断搅拌下慢慢地加入 200mL 工业纯浓硫酸, 待 $K_2Cr_2O_7$ 全部溶解并冷却后, 将其贮存在磨口细口试剂瓶中。

铬酸洗液为暗红色液体, 若变为绿色说明已失效, 应倒入废液桶中, 绝不能倒入下水道, 以免腐蚀金属管道。不要认为铬酸洗液是万能的, 能洗去任何污垢, 如被 MnO_2 污染的玻璃仪器用铬酸洗液是无效的, 可用草酸、盐酸或酸性 Na_2SO_3 等还原剂来洗涤。

洗净的玻璃仪器器壁应能被水均匀润湿而无条纹, 无水珠附着在上面。玻璃仪器经蒸馏水冲净后, 残留水分用指示剂检查应为中性。洗净后的玻璃仪器应立即干燥, 干燥方法有控干、烘干、吹干和烤干, 每次实验都应使用清洁干燥的玻璃仪器。

(二) 玻璃仪器的使用

1. 量筒、量杯

量筒、量杯是实验室中常用的度量液体体积的容量仪器。读取容积时, 注意使视线与仪器内液体的弯月面的最低处保持同一水平。弯月面最低点与刻度线水平相切的刻度为液体体积的读数, 如图 1-1 所示。量筒或量杯不能用作精确测量, 只能用来测量液体的大致体积。

2. 移液管和吸量管

移液管和吸量管用来准确地移取一定体积的溶液。常用的移液管中间有一膨胀部分的玻璃管, 管颈上部刻有一圈标线。在一定温度下, 管颈上端标线至下端出口间的容积是一定的, 如 50mL、25mL、10mL、5mL 等不同规格。移液管量取液体的体积是固定的, 而吸量管有分刻度, 可量取非整数体积的液体, 注意吸量管取溶液的准确度不如移液管。

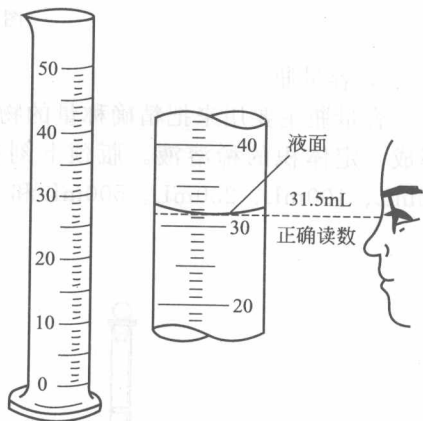


图 1-1 量筒、量杯及其读数法

移液管和吸量管使用前, 通常要先依次分别用铬酸洗液、自来水和去离子水洗净, 并且用少量要移取的溶液润洗 2~3 次, 以保证所移溶液的浓度不变。一般洗涤移液管或吸量管用小烧杯盛放洗涤液, 用洗耳球使移液管或吸量管从小烧杯中吸入少量洗涤液, 用双手把移液管或吸量管端平, 并水平转动移液管或吸量管, 使管内洗涤液润洗移液管或吸量管内壁, 然后把洗过的洗涤液从移液管或吸量管下端出口放出。

使用移液管移取溶液时, 一般是用右手大拇指和中指拿住移液管管颈上端, 把移液管下端管口插入装有要移取的溶液中, 左手拿洗耳球, 先把洗耳球内空气挤出, 然后把洗耳球的出口尖端紧压在移液管上端管口上, 慢慢松开紧握洗耳球的左手, 使移取的溶液吸入移液管内, 见图 1-2 (a)。当移液管内溶液液面升高到移液管上端管颈刻度标线以上时, 立即拿开洗耳球, 并马上用右手食指按住移液管上端管口。将移液管离开液面, 靠在器壁上, 然后稍微放松食指, 同时用大拇指和中指转动移液管, 使移液管内液面慢慢下降, 直至管内溶液的弯月面与管颈上端刻度标线相切, 见图 1-2 (b), 立即用食指按紧移液管上端管口, 使溶液

不再流出。把装满溶液的移液管垂直放入已洗净的锥形瓶中，使移液管下端出口紧靠在锥形瓶内壁上，锥形瓶略倾斜，松开食指，让移液管内溶液自然流入锥形瓶中，见图 1-2 (c)。当移液管内溶液流完后，还需停留约 15s，然后将移液管从锥形瓶中拿开。此时移液管下端出口处还会剩余少量溶液，不可用洗耳球将它吹入锥形瓶中，因为在校正它的容积刻度时，已除去了剩余少量溶液的体积。当使用标有“吹”字的移液管时，则必须把管内的残液吹入锥形瓶中。吸量管的使用同移液管。

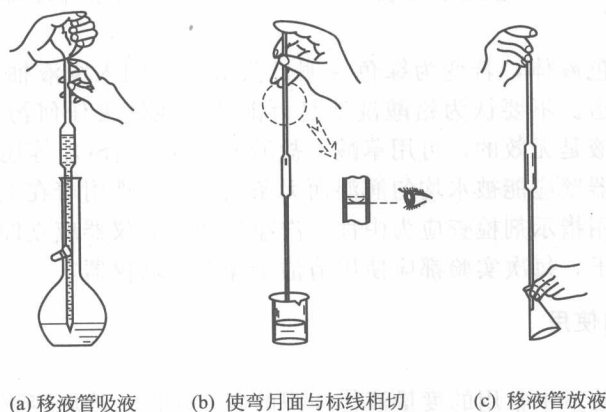


图 1-2 移液管的使用方法

3. 容量瓶

容量瓶主要用来把精确称量的物质准确地配制成一定体积的溶液，或将浓溶液准确地稀释成一定体积的稀溶液。瓶颈上刻有环形标线，瓶上标有容积和标定时的温度，通常有 50mL、100mL、250mL、500mL 和 1000mL 等规格，形状如图 1-3 (a) 所示。

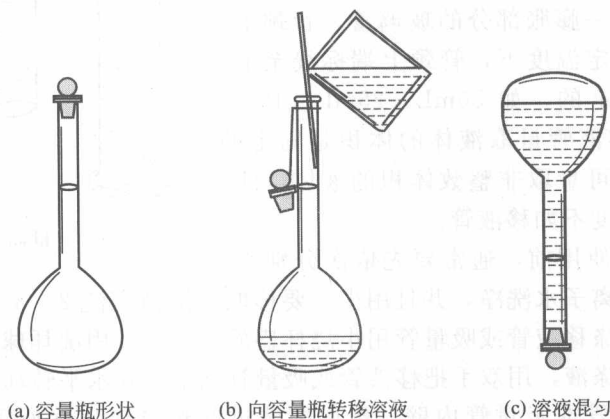


图 1-3 容量瓶的使用方法

容量瓶使用前同样应洗到不挂水珠，使用时用细玻璃绳将瓶塞系在瓶颈上，以防瓶塞与瓶口弄错引起漏水。

当用固体配制一定体积的准确浓度的溶液时，通常将准确称量的固体放在小烧杯中，先用少量蒸馏水溶解后，再转移到容量瓶内。转移时烧杯嘴紧靠玻璃棒，玻璃棒下端紧靠瓶颈内壁，慢慢倾斜烧杯，使溶液沿玻璃棒顺瓶壁流下，如图 1-3 (b) 所示。溶液流完后，将烧杯沿玻璃棒轻轻上提，同时将烧杯直立，使附在玻璃棒与烧杯嘴之间的溶液流回到烧杯

中。再用蒸馏水洗涤烧杯内壁几次，洗涤液如上法转入容量瓶内。然后用蒸馏水洗下瓶颈上附着的溶液，当加水至容积一半时，摇荡容量瓶使溶液混合均匀，应注意不要让溶液接触瓶塞及瓶颈磨口部分，继续加水至弯月面下沿与环形标线相切。用一只手的食指压住瓶塞，另一只手的大、中、食三个指头顶住瓶底边缘，倒转容量瓶，使瓶内气泡上升到顶部，剧烈振荡数秒，再倒转过来，如此反复数次，使溶液充分混匀，如图 1-3 (c) 所示。

当用浓溶液配制稀溶液时，先用移液管或吸量管吸取准确体积的浓溶液放入容量瓶中，再按上述方法稀释至标线，上下混匀。

容量瓶不能放在烘箱中烘烤，也不能用任何加热的方法来加速容量瓶中药品的溶解。长期不用的溶液不要放置在容量瓶中，应将其转移至洁净干燥或经该溶液润洗过的试剂瓶中保存。

4. 锥形瓶

锥形瓶是圆锥形的平底玻璃瓶，见图 1-4，有 25mL、50mL、250mL 等各种规格。滴定分析中通常用锥形瓶盛放用移液管准确移取的被滴定的溶液，同时锥形瓶便于滴定操作中作圆周转动，使从滴定管中滴入的溶液与被滴定溶液均匀混合，充分反应，而不使溶液溅出瓶外。滴定分析时，对锥形瓶的洗涤要求与滴定管、移液管不完全相同，洗涤锥形瓶只需依次用去污粉（或洗涤液）、自来水、去离子水洗净即可，不需用所装溶液润洗。

5. 滴定管

滴定管是滴定分析中用来准确测量管内流出液体体积的一种量具。通常，它能准确测量到 0.01mL。常用滴定管的体积一般为 50mL 和 25mL，滴定管上的刻度每一大格为 1mL，每一小格为 0.1mL，两刻度线之间可以估读出 0.01mL。滴定管刻度值与常用的量筒不同，滴定管从上到下刻度值增加。

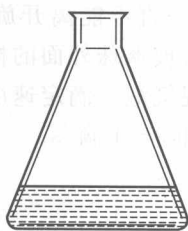


图 1-4 锥形瓶

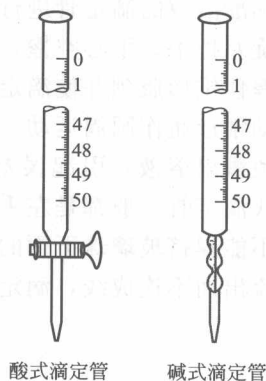


图 1-5 滴定管

一般滴定管分为酸式滴定管和碱式滴定管，它们的差别在于管的下端。酸式滴定管下端连接玻璃旋塞，可以控制管内溶液逐滴流出。酸式滴定管用来测量酸性溶液或氧化性溶液，不能用于碱性溶液，这是因为碱性溶液腐蚀磨口的玻璃旋塞，时间长了就会使旋塞粘住。碱性溶液应使用碱式滴定管，碱式滴定管的下端由橡皮管连接玻璃管嘴，见图 1-5，橡皮管内装有一个玻璃圆球代替旋塞。用大拇指和食指轻轻往一边挤压玻璃圆球旁边的橡皮管，使管内形成一条窄缝，溶液即从玻璃管嘴中滴出。碱式滴定管不能用来测量氧化性溶液（如 KMnO_4 、 I_2 溶液），否则橡皮管会与这些溶液反应而粘住。

在使用酸式滴定管前，通常先检查其玻璃旋塞是否漏水。如果发现漏水或者旋转不灵活，应把玻璃旋塞取下，洗净后用碎滤纸片把水吸干再涂凡士林，其方法：①凡士林涂的位

置。套：小涂大不涂。塞：大涂小不涂。这样可避开中间小孔。②涂上很薄一层凡士林，再把玻璃旋塞插入栓管中。③向同一方向旋转几周，使凡士林均匀涂布，如图 1-6 所示，再用橡皮圈套在玻璃旋塞末端凹槽内，以防旋塞脱落，最后再检查装好的旋塞是否漏水。如碱式滴定管漏水，应更换橡皮管或玻璃珠。

洗净的滴定管内壁应完全被水润湿而不挂水珠，所以在滴定开始前，对于酸式滴定管应首先用少量铬酸洗液（如 50mL 滴定管，用约 10~15mL）加入滴定管中洗涤（为何碱式滴定管不能用铬酸洗液？），用双手端平滴定管让管内溶液全部浸润滴定管内壁后，再让溶液通过活塞下面部分管嘴内壁，最后把洗液全部放出。然后依次分别用自来水、去离子水洗净，再用少量（滴定管体积的 $1/4 \sim 1/3$ ）标准溶液润洗 2~3 次，以保证装入滴定管内的标准溶液的浓度不会改变。最后把标准溶液装入滴定管到上端刻度 0.00 以上，这时必须注意滴定

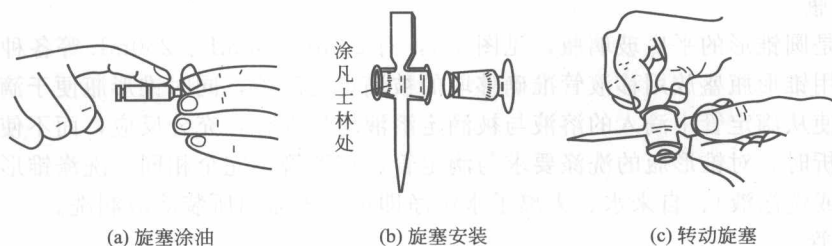


图 1-6 旋塞涂凡士林、安装和转动的方法

管下段是否存在气泡，气泡在滴定过程中会引起较大误差，必须把滴定管下端的气泡赶出。如是酸式滴定管可用手迅速反复多次地打开旋塞，使溶液冲出带走气泡。如是碱式滴定管可用两指挤压稍高于玻璃珠所在处，使溶液从管口喷出，气泡亦随之而排出，如图 1-7 所示。

用装好标准溶液的滴定管进行滴定分析时，对于酸式滴定管一般都用左手大拇指、食指和中指捏住旋塞把手，手心空握，见图 1-8，转动旋塞时应注意不要让手掌顶出旋塞而造成漏液。右手握住锥形瓶颈并使滴定管管尖伸入瓶内，一边滴入溶液，一边向同一方向（顺时针）旋转摇动锥形瓶作圆周运动，如图 1-9 所示，使瓶内溶液充分混合，发生反应。不可前后振荡，以免溅出溶液，引起误差。整个滴定过程中，左手一直不能离开旋塞而让溶液自流。对于碱式滴定管一般都是左手拇指在前，食指在后，捏挤玻璃珠外面的橡皮管，溶液便可流出，但不能捏挤玻璃珠下面的橡皮管，否则会在管嘴出现气泡。滴定速度不可过快，要使溶液逐滴流出而不连成线，滴定速度一般为 10 mL/min，即 3~4 滴/s。



图 1-7 碱式滴定管排气泡

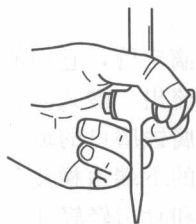


图 1-8 酸式滴定管操作方法



图 1-9 滴定操作方法

滴定过程中，要注意观察标准溶液的滴落点。开始滴定时，离终点很远，滴入标准溶液时一般不会引起可见的变化，但滴到后来，滴落点周围会出现暂时性的颜色变化而当即消

失,随着离终点愈来愈近,颜色消失渐慢,在接近终点时,新出现的颜色暂时地扩散到较大范围,但转动锥形瓶 1~2 圈后仍完全消失。此时应不再边滴边摇,而应滴一滴摇几下。通常最后滴入半滴,溶液颜色突然变化而且半分钟内不褪色,则表示终点已达到。滴加半滴溶液时,可慢慢控制旋塞,使液滴悬挂管尖而不滴落,用锥形瓶内壁将液滴擦下,再用洗瓶以少量蒸馏水将之冲入锥形瓶中。

滴定过程中,尤其临近终点时,应用洗瓶将溅在瓶壁上的溶液洗下去,以免引起误差。

读取从滴定管中放出溶液的体积。对于无色或浅色溶液,视线应与管内溶液弯月面最低点保持水平,读出相应的刻度值。对于深色溶液(如 KMnO_4),则应观察溶液液面最上缘,读数必须准确到 0.01mL。为了减少测量误差,每次

滴定应从 0.00 开始或从接近零刻度的任一刻度开始,

6. 烧杯中液体的加热

所盛液体的体积应不超过烧杯容积的 1/3。加热前,要先把烧杯外壁上的水擦干,再放在石棉网上加热。

7. 试管中液体的加热

所盛液体的量不应超过试管高度的 1/3。加热时应该用试管夹夹住试管的中上部,如图 1-10 所示。试



图 1-10 加热试管内的液体

管口不能对着自己或别人,以免加热时迸溅到脸上,造成烫伤。加热时应使液体受热均匀,先加热液体的中上部,再慢慢移动试管,热及下部,然后不时地振荡试管,从而使液体各部分均匀受热,以免试管内部液体因局部沸腾而迸溅,造成烫伤。

五、化学试剂的规格和取用

(一) 化学试剂的规格

我国化学试剂属于国家标准的标有 GB 代号,属于化工部标准的标有 HG 或 HGB (暂行) 代号。常见试剂的质量分为优级纯、分析纯、化学纯和生物试剂四种规格。详见表 1-1。

表 1-1 我国化学试剂的等级及标志

级别	一级	二级	三级	—
纯度分类	优级纯(保证试剂)	分析纯(分析试剂)	化学纯	生物试剂
标签颜色	绿色	红色	蓝色	咖啡色或玫红色
符号	GR	AR	CP	BR
应用范围	精确分析和研究工作	一般分析和科研	工业分析和实验教学	生化实验

此外还有一些特殊要求的试剂,如“高纯”试剂、“色谱纯”试剂、“光谱纯”试剂和“放射化学纯”试剂等,这些都在标签上注明。本着节约原则,应根据实验要求,选用不同规格的试剂。既不超规格引起浪费,又不随意降低规格影响分析结果的准确性,所以实验工作者应该对试剂规格有正确的认识。在一般分析工作中,通常要求使用分析纯试剂。本书实验中使用的试剂一般均为分析纯试剂,以后不再另行说明。

(二) 化学试剂的取用

1. 固体试剂的取用

(1) 一般都用药匙来取用固体试剂。药匙的两端有大小不同的两个匙,分别用于取大量

固体和少量固体。注意药匙的清洁和干燥，以避免固体试剂被污染，最好专题专用。用玻璃棒制作的小玻璃勺可长期存放于盛有固体试剂的小广口瓶中，无须每次洗涤。

(2) 往试管中加入固体试剂时，也可将药品放在对折的纸片上，再伸进试管的 $2/3$ 处。如固体颗粒较大，可放在干燥洁净的研钵中研碎。研钵中固体试剂的量不应超过研钵容量的 $1/3$ 。

(3) 取固体试剂称量前，先看清标签，再打开瓶盖和瓶塞，将瓶塞反放在实验台上。然后于干燥洁净的药匙取固体试剂放在称量纸上称量，但对于具有腐蚀性、强氧化性和易潮解的固体试剂应放在玻璃容器内称量。根据称量精度的要求，可分别选择台秤或分析天平称量固体试剂，用称量瓶称量时，应用减量法操作。多取的固体试剂不能放回原试剂瓶，取完药品立即把瓶塞塞紧，绝不能将瓶塞张冠李戴。

2. 液体试剂的取用

(1) 从细口瓶中取用液体试剂通常用倾注法。先将瓶塞取下，然后反放在实验台上，手握瓶上贴标签的一侧倾注试剂，如图 1-11 所示，倾出所需量后，将瓶口在容器上靠一下，再逐渐竖起瓶子，以免留在瓶口的液滴流到瓶的外壁。如有试剂流到瓶外要及时擦净，绝不允许试剂沾染标签。

(2) 从滴瓶中取用液体试剂。先将液体试剂吸入滴管，滴入试管时滴管要垂直，这样滴入的体积才能准确。滴管口应离试管口 5mm 左右，不得将滴管插入试管中，如图 1-12 所示，以免触及试管内壁而沾污滴瓶内药品。滴管只能专用，用后立即放回原滴瓶。使用滴管的过程中，装有试剂的滴管，不得横放或滴管口向上倾斜，以免液体流入滴管的橡皮帽中。试管实验中，可用计算滴数的办法来估计取用液体的量，一般滴管，16~20 滴液体约为 1mL。

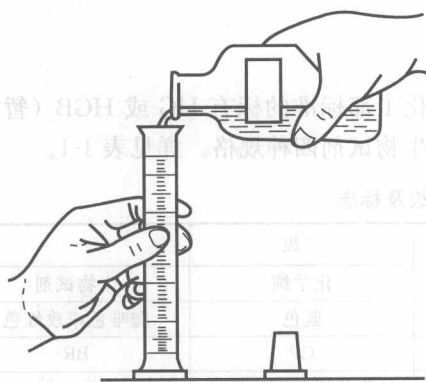


图 1-11 倾注溶液

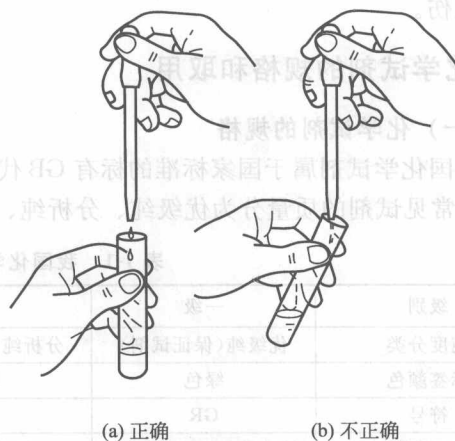


图 1-12 滴管加试剂

六、定量和定性分析滤纸的规格

滤纸有定性滤纸和定量滤纸两种。无机定性实验中常用定性滤纸，定量分析实验中，如要求滤纸连同沉淀一起灼烧后再称质量，就用定量滤纸。定量滤纸又称为“无灰”滤纸，在灼烧后一般每张滤纸的灰分不超过 0.1mg。

滤纸按空隙大小分为快速、中速和慢速三类。胶状沉淀宜选用快速滤纸过滤，粗晶型沉淀宜选用中速滤纸过滤，细晶型沉淀宜选用慢速滤纸过滤。