

高等学校“十三五”规划教材

WUJI HUAXUE SHIYAN

无机化学实验

第二版

何永科 吕美横 刘 威 王传胜 主编



化学工业出版社

高等学校“十三五”规划教材

无机化学实验

第二版

何永科 吕美横 刘 威 王传胜 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

《无机化学实验(第二版)》共分5章:第一章基础知识和基本操作,介绍了无机化学实验的实验室基础知识、实验基本操作和常见仪器的使用;第二章基本理论及常数测定实验,以12个实验来加深对无机化学反应原理的理解和掌握;第三章元素化合物的性质,通过7个实验对常见的主族元素和过渡元素的性质作了介绍;第四章无机化合物的提纯与制备,共7个实验,目的是训练和提高学生无机化学实验的基本操作能力;第五章综合设计实验,选编了9个实验,期望借此达到培养学生发现问题、解决问题的综合能力的目的。本次再版对无机化学实验基本操作、常用仪器的使用的视频用二维码进行展现,更加方便学生学习。

《无机化学实验(第二版)》可作为高等学校化学、化工、轻工、应用化学、高分子材料、安全工程、环境工程、生物工程、制药工程、食品科学与工程等专业的教材,也可供农、林、医等相关专业的师生使用。

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/何永科等主编. —2版. —北京:化学工业出版社, 2017.9
高等学校“十三五”规划教材
ISBN 978-7-122-30357-8

I. ①无… II. ①何… III. ①无机化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①O61-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2017)第184390号

责任编辑:宋林青 于 卉

文字编辑:褚红喜

责任校对:宋 夏

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:北京云浩印刷有限责任公司

装 订:三河市瞰发装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张11½ 字数288千字 2017年10月北京第2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:25.00元

版权所有 违者必究

序

化学是一门以实验为基础的学科，实验教学是提高学生综合创新能力最有效的途径。通过实验教学，培养学生独立操作、敏锐观察、真实记录、合理分析、精准描述的能力，学习科学的研究方法，形成科学的思维方式。

无机化学实验是化学及相关学科本科学生的第一门学科基础实验课，既要为学生打下坚实的操作基础、养成良好的实验习惯，又要承上启下，做好中学化学实验课程和后续其他学科的化学实验课程的衔接，责任重大。

实验教材是实验教学赖以进行的载体，修订实验教材就是为了满足学生培养方案和教学大纲不断变化的需求。在多年辽宁省省级精品课程和省级精品资源共享课程建设的基础上，结合多年实验教学和教学改革的经验，主编带领几位八零后教师完成了《无机化学实验》（第二版）的编写。

本教材内容选取科学，保证了必要的基本训练实验和重要无机化合物的合成实验，加强了应用性、综合性、设计性实验，选取了一些与化工生产及环境有关的实验项目。同时以视频链接展示了常用的无机化学实验基本操作，使基本操作更加直观形象，有利于学生掌握无机化学实验的基本操作技能，具有很强的指导性。本教材具有鲜明的工科特色，充分体现了编者对基础化学实验教学与教学改革的研究和认识，是与新课程体系相适应的新教材。

徐家宁

2017年7月于长春

前言

《无机化学实验（第二版）》在第一版的基础上，加入了无机化学实验基本操作视频录像，通过扫描书中的二维码，可在移动终端上直接观看。希望通过富媒体，可以使无机化学实验教学更富有针对性而得到更好的教学效果，并拓展教学信息的传播范围。

《无机化学实验（第二版）》可用于化学化工类专业的本科教学，也可供农、林、医等院校各相关专业选用和参考。使用本教材时，可以根据教学进度和教学大纲的要求进行取舍和组合，不必拘泥于教材的编写顺序。

《无机化学实验（第二版）》由何永科、吕美横、刘威、王传胜主持编写，孙亚光、申华、刘瑕、郭虹、徐振和、赵亚楠、熊刚、张雅倩参加编写，最后由王传胜统一修改、定稿。

本书中无机化学实验基本操作视频录像工作得到了首都医科大学王桥教授、中国海洋大学冯丽娟教授等专家的指导和支持，在此表示衷心的感谢。

在《无机化学实验（第二版）》出版之际，对多年来为本教材编写出版做出贡献的沈阳化工大学应用化学学院从事无机化学实验教学的教师和实验技术人员表示诚挚的感谢。

由于编者水平有限，书中难免有疏漏和不当之处，无机化学实验基本操作视频录像也可能有不如意之处，敬请广大读者批评指正，以使本教材得以不断完善。

《无机化学实验（第二版）》编写组

2017年7月

第一版前言

本书主要依据教育部高等教育司编写的《高等学校工科本科基础课程教学基本要求》，并参考国内有关无机化学实验教材，同时结合了编者近年来在实验教学及改革中的经验，并根据无机化学发展需要以及不同院校的实验设备现状编写而成。

本书是辽宁省精品课程配套教材，在实验内容选择上除保证必要的基本训练实验外，着重考虑应用性和综合设计性实验，注意选取一些与化工生产及环境有关的实验项目。通过这些实验，使学生既能学到基本实验技能，又能体会到无机化学实验的应用性、趣味性及综合性等特点。实验内容编排上全书分成五章：第一章基础知识和基本操作，详尽地介绍了无机化学实验的基本操作、常见仪器的使用和实验室基础知识；第二章基本理论及常数测定实验，包括 12 个实验，通过这些实验，可以加深对无机化学反应原理的理解和掌握；第三章元素化合物的性质，包括 7 个实验，这些实验对常见的主族元素和过渡元素的性质作了介绍；第四章无机化合物的提纯与制备，共 7 个实验，目的是训练和提高学生无机化学实验的基本操作能力；第五章综合设计实验，包括 9 个实验，各实验内容叙述简繁不一，有一些实验需要学生自己进行设计，以达到培养学生发现问题、解决问题的综合能力的目的。

本教材由王传胜（沈阳化工大学），孙亚光（沈阳化工大学）和石中亮（沈阳理工大学）主编，参加编写的有：沈阳化工大学应用化学学院中华、刘瑕、郭虹、陈尚东，沈阳理工大学环境与化学工程学院马睿、张欣、刘春玲。在本书编写过程中，沈阳化工大学宋芸老师对部分实验内容提出了宝贵的意见，在此表示衷心感谢。

由于编者水平有限，实践经验不足，书中难免会有疏漏之处，敬请读者批评指正。

编者

2009 年 6 月

目 录

第一章 基础知识和基本操作 1

第一节 实验室基础知识 1

一、实验室学生守则 1

二、实验室安全守则 1

三、实验室意外事故的处理 2

四、实验室三废的处理 3

第二节 实验室常用玻璃仪器 3

一、实验室常用玻璃仪器介绍 3

二、玻璃仪器的洗涤与干燥 4

第三节 化学试剂及取用方法 6

一、化学试剂的分类 6

二、化学试剂的存放 6

三、化学试剂的取用 7

四、化学试剂的配制 9

第四节 实验基本操作 9

一、加热及冷却 9

二、蒸发、结晶和固液分离 12

三、液体体积的度量 16

四、简单玻璃加工技术 22

五、气体的发生、净化、干燥和收集 23

六、试纸的使用 24

第五节 常用仪器及基本操作 25

一、台秤 25

二、分析天平 26

三、pH 计 30

四、分光光度计 35

五、电导率仪 41

第六节 实验数据处理 43

一、误差 43

二、有效数字及运算规则 45

三、实验数据的表达和处理 46

第七节 实验数据的记录和实验报告 48

一、实验数据的记录 48

二、实验报告 48

第二章 基本理论及常数测定实验 52

实验一 摩尔气体常数的测定 52

实验二 氯化铵生成焓的测定 55

实验三 化学反应速率和活化能的测定 58

实验四 化学平衡常数的测定 62

实验五 酸碱反应与缓冲溶液 64

实验六 醋酸解离常数的测定 66

实验七 碘化铅溶度积常数的测定 71

实验八 氧化还原反应 73

实验九 配位化合物的生成和性质 76

实验十 银氨配离子配位数及稳定常数
的测定 78

实验十一 配合物与沉淀-溶解平衡 80

实验十二 分光光度法测定配合物
[Ti(H₂O)₆]³⁺ 的分裂能 83

第三章 元素化合物的性质 85

实验十三 碱金属与碱土金属 85

实验十四 氧硫氮磷 88

实验十五 锡铅铋铋 93

实验十六 卤素 96

实验十七 钛钒 98

实验十八 铬锰铁钴镍 102

实验十九 铜银锌镉汞 106

第四章 无机化合物的提纯与制备 109

实验二十 氯化钠的提纯 109

实验二十一 硫酸铜的提纯 111

实验二十二 硫酸亚铁铵的制备 113

实验二十三 硫代硫酸钠的制备 116

实验二十四 由软锰矿制备高锰酸钾 119

实验二十五 离子交换法制取碳酸氢钠 122

实验二十六 钴(Ⅲ)配合物的制备及
离子数的测定 125

第五章 综合设计实验 128

实验二十七 水中溶解氧的测定 128

实验二十八 含 Cr(VI) 废水的处理 130

实验二十九 铁黄颜料的制备及铁黄中氢氧
根含量的测定 132

实验三十 无机纸上色谱 134

实验三十一 过氧化钙的制备及含量
分析 137

实验三十二	微波辐射法制备磷酸锌	139
实验三十三	水热法制备 SnO_2 纳米粉	140
实验三十四	常见阴离子未知液的测定	142
实验三十五	常见阳离子未知液的测定	144
附录		148
附录一	实验常用仪器介绍	148
附录二	化学元素的序数与相对原子质量	152
附录三	常见物质的 $\Delta_f H_m^\ominus$ 、 $\Delta_f G_m^\ominus$ 和 $S_m^\ominus$ (298.15K)	153
附录四	常用酸碱试剂的浓度和密度	155
附录五	水在不同温度下的饱和蒸气压	156
附录六	弱酸、弱碱的解离常数	157
附录七	溶度积常数 (298.15K)	158
附录八	标准电极电势 (298.15K)	159
附录九	常见配离子的累积稳定常数 (298.15K)	161
附录十	常见阴离子的鉴定	162
附录十一	常见阳离子的鉴定	164
附录十二	常见危险化学品的火灾危险与处置方法	166
附录十三	化学化工网址	172
参考文献		175
二维码索引		176

第一章 基础知识和基本操作

第一节 实验室基础知识

一、实验室学生守则

- ① 要遵守纪律，保持实验室的安静，严格遵守实验室各项规章制度，服从管理人员的安排。
- ② 要爱护实验室的设备和仪器，节约水、电和煤气。严禁将实验室内的任何物品带出实验室外。
- ③ 实验前认真预习，明确实验的目的和要求，了解实验的基本原理、方法、步骤。写好预习报告并交指导老师检查，否则不得进入实验室。
- ④ 实验前要清点仪器，如果发现有破损和缺少，应立即报告教师，按规定手续向实验室补领。实验中如有仪器损坏，应立即主动报告指导教师，进行登记，按规定价格进行赔偿，再换取新仪器，不得擅自拿其他位置上的仪器。
- ⑤ 实验仪器应整齐地放在实验台上，保持实验室整洁、卫生。
- ⑥ 实验时要仔细观察，认真思考，详细做好实验记录。使用仪器时，应按照要求进行操作。应按规定量取用药品，无规定量的，要尽量少用，节约药品。取药品时要小心，不要撒落在实验台上。药品自瓶中取出后，不能再放回原瓶中。
- ⑦ 实验过程中，应保持实验台面的整洁。实验后废纸、火柴梗等固体废物应倒入垃圾箱内，切勿倒入水槽，以免堵塞下水管道。废液必须倒入废液缸内，以便统一处理。严禁将实验仪器、化学药品擅自带出实验室。
- ⑧ 完成实验后，将所用仪器洗净并整齐地放在指定位置，将实验台擦净，最后检查水、电和煤气是否关好。应请指导教师检查，得到指导教师许可后才能离开实验室。
- ⑨ 实验结束后，值日生负责清扫地面和实验室，检查水龙头以及门窗是否关好，电源是否切断。



实验台的清洁

二、实验室安全守则

- ① 一切涉及有毒的、有刺激性或恶臭气味物质（如硫化氢、氟化氢、氯气、一氧化碳、二氧化硫、二氧化氮等）的实验，必须在通风橱中进行。
- ② 一切涉及易挥发和易燃物质的实验，必须在远离火源的地方进行，以免发生爆炸事故。
- ③ 加热试管时，不得将管口对着自己或他人，避免溅出的液体伤人。
- ④ 不得将化学药品随意混合，以免发生意外事故。
- ⑤ 稀释浓硫酸时，应将浓硫酸慢慢倒入水中，并不断搅拌，切记不可将水倒入浓硫酸中，以免局部过热使硫酸溅出，引起灼伤。
- ⑥ 倾注有腐蚀性的液体或加热有腐蚀性的液体时，液体容易溅出，不要俯视容器。

⑦ 不要俯向容器直接去嗅容器中的溶液或气体的气味，应使面部远离容器，用手把逸出容器的气流慢慢地扇向自己的鼻孔。

⑧ 取用在空气中易燃烧的钾、钠和白磷等物质时，要用镊子，不要用手去接触。

⑨ 氢气（或其他易燃、易爆气体）与空气或氧气混合后，遇火易发生爆炸，操作时严禁接近明火。

⑩ 银氨溶液不能留存，因久置后会变成氮化银，易于爆炸。

⑪ 强氧化剂（如氯化钾、硝酸钾、高锰酸钾等）或其混合物不能研磨，否则将引起爆炸。

⑫ 有毒药品（如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物，特别是氰化物）不得进入口内或接触伤口，剩余的废液也不能随便倒入下水道，应倒入废液缸或由教师指定的容器里。

⑬ 金属汞易挥发，并通过呼吸道进入人体，逐渐积累会引起慢性中毒。所以做金属汞的实验时要特别小心，不得把金属汞撒落在桌上或地上。若不小心撒落，必须尽可能地收集起来，并用硫黄粉撒在落汞的地方，让金属汞转变为不挥发的硫化汞。

⑭ 洗涤的仪器，应放入烘箱或气流干燥器上干燥，严禁用手甩干。

⑮ 不要用湿的手、物接触电源，以免发生触电事故。

⑯ 水、电、煤气一经使用完毕，就应立即关闭。

⑰ 点燃的火柴用后应立即熄灭，不得乱扔。

⑱ 不得将实验室的化学药品带出实验室。

⑲ 实验室内严禁饮食，实验完毕后应洗净双手。离开实验室时，应关好水电和煤气。

化学实验室安全守则是人们长期从事化学实验工作的经验总结，是保持良好的工作环境和秩序、防止意外事故的发生、保证实验安全顺利完成的前提，人人都应严格遵守。

三、实验室意外事故的处理

为了对意外事故进行紧急处理，每个实验室内应准备一个急救药箱，主要准备下列药品：

碘酒（3%）	红药水	酒精（70%）	硼酸溶液（饱和）
创可贴	消炎粉	醋酸溶液（2%）	硫代硫酸钠溶液（20%）
止血粉	甘油	双氧水（3%）	硫酸镁溶液（20%）
烫伤油膏	碳酸氢钠溶液（1%~5%）	氯化铁溶液（作止血剂）	
高锰酸钾晶体（需要时配成10%溶液）		硫酸铜溶液（5%）	

还应准备以下工具：医用镊子、剪刀、纱布、药棉、棉签、绷带、医用胶布等。

（1）中毒急救 吸入氯气、氯化氢气体时，可吸入少量酒精和乙醚的混合气体蒸气使之解毒。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。应注意：氯气、溴中毒不可进行人工呼吸，一氧化碳中毒不可用兴奋剂。皮肤沾染毒物时，先用大量水冲洗，再用消毒剂洗涤伤处，如有伤痕，应迅速处理并立即请医生治疗。毒物进入口内，应将5~10mL稀硫酸铜溶液加入一杯温水中，内服后，用手指伸入咽喉部，促使呕吐，吐出毒物后立即送往医院。

（2）创伤 伤口处不能用手抚摸，也不能用水洗涤。若是玻璃创伤，应先把碎玻璃从伤处挑出，轻伤可涂以紫药水（或碘酒），必要时撒些消炎粉或敷些消炎膏，再用绷带包扎。

（3）烫伤 伤势不重，可擦些烫伤膏；伤势严重，应立即就医。

(4) 酸致伤 先用水大量冲洗,再用饱和碳酸氢钠溶液(或稀氨水、肥皂水)洗,最后再用水冲洗。如果酸液溅入眼睛内,用大量水冲洗后送医院处理。若被氢氟酸烧伤,应用大量水冲洗 2min 以上,再用冰冷的饱和硫酸镁溶液或 70%酒精清洗半小时以上。

(5) 碱致伤 先用大量水冲洗,再用 2%醋酸溶液或饱和硼酸溶液洗,最后用水冲洗。如果是碱液溅入眼中,用硼酸溶液冲洗。

(6) 溴致伤 应立即用乙醇或硫代硫酸钠溶液冲洗伤口,再用水冲洗干净,并敷以甘油。若起泡,则不宜把水泡挑破。

(7) 磷烧伤 用 5%硫酸铜、1%硝酸银溶液或 10%高锰酸钾溶液冲洗伤口,并用浸过硫酸铜溶液的绷带包扎,或送往医院治疗。

(8) 触电 应立即切断电源,尽快用绝缘物(如竹竿、干木棒、绝缘塑料管棒等)将触电者与电源隔开,切不可用手去拉触电者,在必要时进行人工呼吸。

(9) 火灾 要一边灭火,一边防止火势蔓延,可采用切断电源、移走易燃药品等措施。灭火时要根据起火原因选用合适的方法。一般的小火,可用湿布、石棉布或沙子覆盖燃烧物。火势大时可使用泡沫灭火器。但电气设备所引起的火灾,只能使用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火,不能使用泡沫灭火器,以免触电。实验人员衣服着火时,切勿惊慌乱跑,应立即脱下衣服,用水浇灭,或用石棉布覆盖着火处。

四、实验室三废的处理

在化学实验室中经常会产生各种有毒的气体、液体和固体,如不将其处理随意排放,就会对周围的环境、水源和空气造成污染,损害人体健康,因此,对废液、废气和废渣要经过一定的处理后才能排弃。三废中的有用成分,如不加回收,在经济上也是一种损失,通过处理,消除公害,变废为宝,综合利用,也是实验室工作的重要组成部分。

对于产生少量有毒气体的实验,可在通风橱内进行,通过排风设备排到室外,以免污染室内空气。对于产生毒气量大的实验,必须备有吸收或处理装置。如二氧化氮、二氧化硫、氯气、硫化氢、氟化氢等可用碱溶液吸收,一氧化碳可直接点燃转化为二氧化碳,也可用固体吸附剂(如活性炭、活性氧化铝、硅胶、分子筛等)来吸附废气中的污染物。

有回收价值的废渣应收集起来统一处理,回收利用,少量无回收价值的有毒废渣也应集中起来分别进行处理或深埋于离水源较远的指定地点,无毒废渣可直接掩埋,掩埋地点应做记录。有毒且不易分解的有机废渣可以用专门的焚烧炉进行焚烧处理。

无机化学实验中产生最多的是废液,酸性废液可先用耐酸塑料网纱或玻璃纤维过滤,滤液用石灰或碱中和,调 pH 值至 6~8 后,可排出。

第二节 实验室常用玻璃仪器

一、实验室常用玻璃仪器介绍

化学实验常用仪器中,大部分为玻璃制品和一些瓷质类器皿。玻璃仪器种类很多,按其用途可分为容器类仪器、量器类仪器和其他类仪器。根据它们能否受热又可分为可加热的器皿和不宜加热的器皿。

1. 常用玻璃仪器

(1) 容器类 常温或加热条件下用作物质的反应容器或贮存容器。包括试管、烧杯、

烧瓶、锥形瓶、滴瓶、细口瓶、广口瓶、称量瓶、分液漏斗和洗气瓶。每种类型又有许多不同的规格。使用时要根据用途和用量选择不同种类和不同规格的容器。注意阅读使用说明和注意事项，要特别注意对容器加热的方法，以防损坏仪器。

(2) 量器类 用于度量溶液体积。量器类一律不能受热，不可以作为实验容器，例如不可以用于溶解、稀释操作，不可以量取热溶液，不可以长期存放溶液。量器类容器主要有量筒、移液管、吸量管、容量瓶和滴定管等。每种类型又有不同规格。应遵循保证实验结果精确度的原则选择度量容器。正确地选择和使用度量容器，反映了学生实验技能水平的高低。

2. 其他仪器

其他器皿包括具有特殊用途的玻璃器皿，如干燥器、砂芯漏斗等。瓷质类器皿包括蒸发皿、布氏漏斗、瓷研钵等。其他仪器包括玻璃仪器和非玻璃仪器。

常用仪器的用途、使用方法和注意事项见附录一。

二、玻璃仪器的洗涤与干燥

化学实验中使用的各种仪器常黏附有化学药品，既有可溶性物质，也有灰尘和其他不溶性物质以及油污等有机物。为了使实验得到正确的结果，应根据仪器上污物的性质，采用适当的方法，将仪器洗涤干净。

1. 一般洗涤仪器的方法

① 对普通玻璃容器，倒掉容器内物质后，可向容器内加入 $1/3$ 左右的自来水冲洗，再选用合适的刷子，依次用洗衣粉和自来水刷洗。最后用洗瓶挤压出蒸馏水水流涮洗，将自来水中的金属离子洗净。注意，不要同时将多个仪器一起刷，以免仪器破损。

② 对于某些用通常的方法不能洗涤除去的污物，则可通过化学反应将黏附在器壁上的物质转化为水溶性物质。例如，铁盐引起的黄色污染物加入稀盐酸或稀硝酸浸泡片刻即可除去；接触、盛放高锰酸钾后的容器可用草酸溶液清洗（沾在手上的高锰酸钾也可以同样清洗）；沾有碘时，可用碘化钾溶液浸泡片刻，或加入稀的氢氧化钠溶液并使其温热，用硫代硫酸钠溶液也可将其除去；银镜反应后黏附的银或有铜附着时，可加入稀硝酸，必要时可稍微加热，以促进溶解。

对于未知污物，可使用重铬酸盐洗液清洗。

重铬酸盐洗液（简称洗液）的配制方法为：将 25g 重铬酸钾固体在加热条件下溶于 50mL 水中，然后向溶液中加入 450mL 浓硫酸，边加边搅动。切勿将重铬酸钾溶液加到浓硫酸中。装洗液的瓶子应盖好盖子以防吸潮。洗液可反复使用，直至溶液变为绿色时失去去污能力。失去去污能力的洗液要按照废洗液处理的办法处理，不要随意倒入下水道。使用洗液时要注意安全，不要溅到皮肤、衣物上。

2. 度量仪器的洗涤方法

度量仪器对洗净程度要求较高，有些仪器形状又特殊，不宜用毛刷刷洗，常用洗液进行洗涤。度量仪器的具体洗涤方法如下。

(1) 滴定管的洗涤 酸式滴定管洗涤前应检查玻璃活塞是否与活塞套配合紧密，如不紧密将会出现漏水现象，则不宜使用。洗涤可根据滴定管沾污的程度而采用以下洗涤方法：用自来水冲洗或用滴定管刷蘸洗涤剂刷洗（但铁丝部分不得碰到管壁）。当用前法不能洗净时，



分液漏斗



干燥器的
使用



研钵的使用

可用铬酸洗液洗：加入 5~10mL 洗液，边转动边将滴定管放平，并将滴定管口对着洗液瓶口，以防洗液洒出；洗净后将一部分洗液从管口放回原瓶，最后打开活塞，将剩余的洗液从出口管放出原瓶，必要时可加满洗液进行浸泡。还可根据具体情况采用针对性洗涤液进行清洗，如管内壁留有残存的二氧化锰时，可应用亚铁盐溶液或过氧化氢加酸溶液进行清洗。用各种洗涤方法清洗后，都必须用自来水充分洗净，并将管外壁擦干，以便观察内壁是否挂水珠。

碱式滴定管的洗涤方法与酸式滴定管相同。在需要用洗液洗涤时，可除去橡皮管，用滴管胶头堵塞碱式滴定管下口进行洗涤。如必须用洗液浸泡，则将碱式滴定管倒挂在滴定管架上，管口插入洗涤瓶中，橡皮管处连接抽气泵，用手捏玻璃球处的橡皮管，吸取洗液，直到充满全管然后放手，任其浸泡。浸泡完毕后，轻轻捏橡皮管，将洗液缓慢放出。也可更换一根装有玻璃球的橡皮管，将玻璃球往上捏，使其紧贴在碱式滴定管的下端，这样便可直接倒入洗液浸泡。在用自来水冲洗或用蒸馏水清洗碱式滴定管时，应特别注意玻璃球下方死角处的清洗。为此。在捏橡皮管时应不断改变方位，使玻璃球的四周都洗到。

(2) 容量瓶的洗涤 先用自来水洗几次，倒出水后，内壁如不挂水珠，即可用蒸馏水洗好备用。否则就必须用洗液洗涤。先尽量倒去容量瓶内残留的水，再倒入适量洗液（250mL 容量瓶，倒入 10~20mL 洗液已足够），倾斜转动容量瓶，使洗液布满内壁，同时将洗液慢慢倒回原瓶。然后用自来水充分洗涤容量瓶及瓶塞，每次洗涤应充分振荡，并尽量使残余的水流尽。最后用蒸馏水洗三次。应根据容量瓶的大小决定用水量，如 250mL 容量瓶，第一次约用 30mL，第二及第三次约用 20mL 蒸馏水。

(3) 移液管和吸量管的洗涤 可先用自来水冲洗一次，用洗耳球吹出管中残留的水，再用铬酸洗液洗涤。以左手持洗耳球，将食指或拇指放在洗耳球的上方，右手手指拿住移液管或吸量管，洗耳球紧接移液管口上，将移液管插入洗液瓶中，左手拇指或食指慢慢放松使洗液缓缓吸入移液管球部或吸量管全管约四分之一处。移去洗耳球，再用右手食指按住管口，把管横过来，左手扶住管的下端，慢慢开启右手食指，一边转动移液管，一边使管口降低，让洗液布满全管。洗液放回原瓶后用自来水充分冲洗。再用洗耳球吸取蒸馏水，将整个内壁洗三次，洗涤方法同前，但洗涤用过的水应从下口放出。每次用水量以移液管的液面上升到球部或吸量管全管约五分之一为度。也可用洗瓶从上口进行吹洗，最后用洗瓶吹洗管的下部外壁。

除了上述清洗方法之外，现在还有超声波清洗器。只要把用过的仪器放在配有合适洗涤剂的溶液中，接通电源，利用声波的能量和振动，就可以将仪器清洗干净。

3. 洗净的标准

凡洗净的仪器，应该是清洁透明的。当把仪器倒置时，器壁上只留下一层既薄又均匀的水膜，器壁不应挂水珠。凡是已经洗净的仪器，不要用布或软纸擦干，以免使布或纸上的少量纤维留在器壁上反而沾污了仪器。

4. 仪器的干燥

实验时所用的仪器，除必须洗净外，有时还要求干燥。常用的干燥方法有如下几种。

(1) 晾干 将洗净的仪器倒立放置在适当的仪器架上或仪器柜内，让其在空气中自然干燥。这种干燥方法较为常用，适用于烧杯、锥形瓶、量筒、容量瓶、移液管等仪器的干燥。

(2) 吹干 对一些不能受热的容量器皿可用冷风干燥。如果吹风前用乙醇、乙醚、丙酮等易挥发的水溶性有机溶剂冲洗一下，则干得更快。

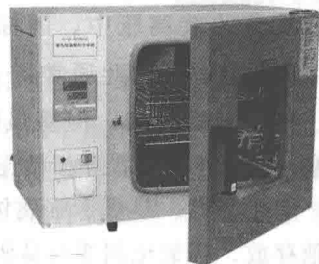


图 1-1 烘箱

(3) 烘干 将洗净的仪器放入电热恒温干燥箱内加热烘干。

电热恒温干燥箱(简称烘箱)是实验室常用的仪器(见图1-1),常用来干燥玻璃仪器或烘干腐蚀性低、热稳定性比较好的药品,但挥发性易燃品或刚用酒精、丙酮淋洗过的仪器切勿放入烘箱内,以免发生爆炸。烘箱带有自动控温装置和温度显示装置。具体使用方法参考烘箱使用说明书。

烘箱最高使用温度可达 $200\sim 300^{\circ}\text{C}$,常用温度在 $100\sim 200^{\circ}\text{C}$ 。玻璃仪器干燥时,应先洗净并将水尽量倒干,放置时应注意平放或使仪器口朝上,带塞的瓶子应打开瓶塞,如果能将仪器放在托盘里则更好。一般在 105°C 加热 15min 左右即可干燥。最好让烘箱降至常温后再取出仪器。如果热时就要取出仪器,应注意用干布垫手,防止烫伤。热玻璃仪器不能碰水,以防炸裂。热仪器自然冷却时,器壁上常会凝上水珠,这可以用吹风机吹冷风助冷而避免。烘干的药品一般取出后应放在干燥器里保存,以免吸收空气中的水分。

第三节 化学试剂及取用方法

一、化学试剂的分类

化学试剂的种类很多,世界各国对化学试剂的分类和级别的标准不尽一致,我国化学试剂的产品标准有国家标准(GB)、行业标准(ZB)及企业标准(QB),按照药品中杂质含量的多少,基本上可分为四级,各级别的代表符号、规格标志及使用范围如表1-1所列。

表 1-1 我国化学试剂等级标准

级别	一级品	二级品	三级品	四级品	
中文名称	保证试剂(优级纯)	分析试剂(分析纯)	化学纯	实验试剂	生物试剂
英文名称	guarantee reagent	analytical reagent	chemically pure	laboratory reagent	biological reagent
英文缩写	G. R.	A. R.	C. P.	L. R.	B. R.
瓶签颜色	绿	红	蓝	棕或黄	黄或其他颜色

根据实验的不同要求,选用不同级别的试剂。一般来说,在制备化学实验中,化学纯级别的试剂就己能符合实验要求。但在有些实验中,例如分析实验中,要使用分析纯级别的试剂。要根据实验要求,本着节约的原则来选用不同规格的化学试剂,不可盲目追求高纯度而造成浪费。当然也不能随意降低规格而影响测定结果的准确度。

二、化学试剂的存放

固体试剂一般存放在易于取用的广口瓶内,液体试剂则存放在细口瓶中。一些用量小而使用频繁的试剂,如指示剂、定性分析试剂等可盛装在滴瓶中。见光易分解的试剂(如 AgNO_3 、 KMnO_4 、饱和氯水等)应装在棕色瓶中。对于 H_2O_2 ,虽然也是见光易分解的物质,但不能盛放在棕色的玻璃瓶中,因棕色玻璃中含有重金属氧化物成分,会催化 H_2O_2 的分解。因此通常将 H_2O_2 存放于不透明的塑料瓶中,放置于阴暗处。试剂瓶的瓶盖一般都是磨口的,但盛强碱性试剂(如 NaOH 、 KOH)及 Na_2SiO_3 溶液的瓶塞应换成橡皮塞,以免长期放置互相粘连。易腐蚀玻璃的试剂(如氟化物等)应保存在塑料瓶中。

对于易燃、易爆、强腐蚀性、强氧化剂及剧毒品的存放应特别加以注意,一般需要分类单独存放。强氧化剂要与易燃、可燃物分开隔离存放。低沸点的易燃液体要求在阴凉通风的地方存放,并与其他可燃物和易产生火花的器物隔离放置,更要远离明火。闪点在 -4°C 以下的



市售试剂瓶瓶盖
的打开

液体（如石油醚、苯、乙酸乙酯、丙酮、乙醚等）理想的存放温度为 $-4\sim 4^{\circ}\text{C}$ ；闪点在 25°C 以下的（如甲苯、乙醇、丁酮、吡啶等）物质的存放温度不得超过 30°C 。

盛装试剂的试剂瓶都应贴上标签，并写明试剂的名称、纯度、浓度和配制日期，标签外面应涂蜡或用透明胶带等保护。

三、化学试剂的取用

1. 试剂瓶的种类

如图 1-2 所示。

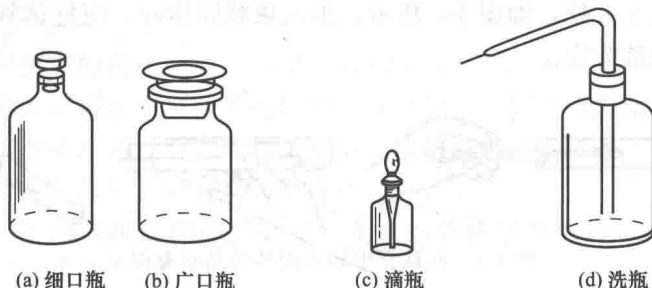


图 1-2 试剂瓶的种类

(a) 细口瓶 通常为玻璃制品，也有聚乙烯制品。用于保存试剂溶液，有无色和棕色两种。遇光易变化的试剂（如硝酸银等）用棕色瓶。玻璃瓶的磨口塞各自成套，不要混淆。

(b) 广口瓶 用于装少量固体试剂，有无色和棕色两种。

(c) 滴瓶 用于盛逐滴滴加的试剂，例如指示剂等，有无色和棕色两种。

(d) 洗瓶 为聚乙烯瓶，内盛蒸馏水，用手捏一下瓶身即可出水。主要用于洗涤沉淀，冲洗用自来水洗净的玻璃容器。

2. 试剂瓶塞子的打开方法

① 盐酸、硫酸、硝酸等液体试剂瓶，多用塑料塞（也有用玻璃磨口塞的）。塞子打不开时，可用热水浸过的布裹上塞子的头部，然后用力拧，一旦松动，就能拧开。

② 细口瓶瓶塞也常有打不开的情况，此时可在水平方向用力转动塞子或左右交替横向用力摇动塞子，若仍打不开，可紧握瓶的上部，用木柄或木槌从侧面轻轻敲打塞子，也可在桌端轻轻叩敲，请注意，绝不能手握下部或用铁锤敲打。

用上述方法还打不开塞子时，可用热水浸泡瓶的颈部（即塞子嵌进的那部分）。也可以用热水浸过的布裹着，玻璃受热后膨胀，再仿照前面的做法拧松塞子。

3. 试剂的取用方法

取用试剂以前，应看清标签。没有标签的药品不能使用，以免发生事故。取用时，先打开瓶塞，将瓶塞反放在实验台上。如果瓶塞上端不是平顶而是扁平的，可用食指和中指将瓶塞夹住（或放在清洁的表面皿上），绝不可将它横置于桌上，以免沾污。不能用手接触化学试剂。取完试剂后，一定要把瓶塞盖严，绝不允许将瓶盖张冠李戴。然后把试剂放回原处，以保持实验台整齐干净。

(1) 固体试剂的取用 固体试剂通常存放在易于取用的广口瓶中。



试剂瓶的使用



洗瓶的使用



细口瓶的打开



固体试剂的取用

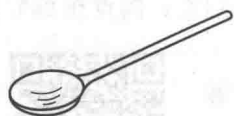


图 1-3 药匙

① 要用清洁、干燥的药匙(见图 1-3)取试剂,应专匙专用。用过的药匙必须洗净擦干后才能再使用。

② 注意不要超过指定用量取药,多取的不能倒回原瓶,可放在指定的容器中供他人使用。

③ 要求取用一定质量的固体试剂时,可把固体放在干燥的称量纸、表面皿或小烧杯内称量。具有腐蚀性或易潮解的固体应放在表面皿上或玻璃容器内称量。

④ 往试管(特别是湿试管)中加入固体试剂时,可用药匙或将取出的药品放在对折的纸片上,伸进试管约 $2/3$ 处,如图 1-4 所示。加入块状固体时,应将试管倾斜,使固体沿管壁慢慢滑下,以免碰破管底。

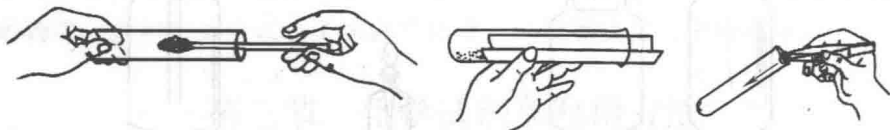


图 1-4 向试管中加入固体药品示意图

⑤ 固体的颗粒较大时,可在清洁而干燥的研钵中研碎,研钵中所盛固体的量不要超过研钵容量的 $1/3$ 。

⑥ 有毒药品要在教师的指导下取用。

(2) 液体试剂的取用 液体试剂通常盛放在细口瓶或滴瓶中。每个试剂瓶上都必须贴上标签,并标明试剂的名称、浓度和纯度。

① 从滴瓶中取用少量试剂时,需将滴管提起至液面上方,用手指捏瘪橡皮头,以赶出滴管中的空气,然后伸入试剂瓶中,放开手指,吸入试剂,垂直提出滴管,置于试管口的上方滴入试剂,如图 1-5 所示。滴完后立即将滴管插回原滴瓶。绝对禁止将滴管伸进试管中或与器壁接触,更不允许用其他的滴管到滴瓶中取液,以免污染试剂。装有药品的滴管不得横置或滴管口向上斜放,以免液体流入滴管的橡皮头中。

② 从细口瓶中取用液体试剂时,用倾注法。先将瓶塞取下,反放在实验台上,用左手拿住容器(如试管、量筒等),用右手握住试剂瓶上贴标签的一面,逐渐倾斜瓶子,让试剂沿着洁净的试管壁流入试管或沿着洁净的玻璃棒注入烧杯中,如图 1-6 所示。倒出试剂后瓶口在容器上靠一下,再逐渐竖起瓶子,以免遗留在瓶口的液滴流到瓶的外壁上。



滴管和滴瓶



液体试剂的取用

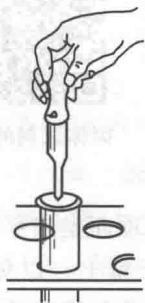


图 1-5 从滴瓶中取用试剂

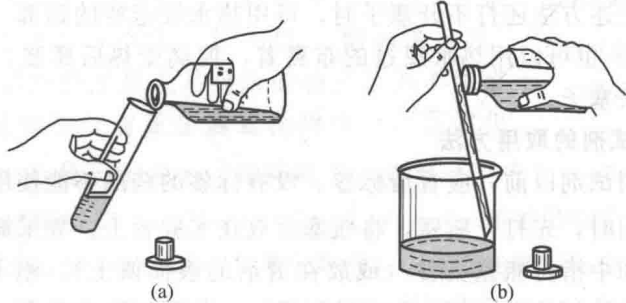


图 1-6 从细口瓶中取用试剂

③ 在试管里进行某些实验时,取试剂不需要准确用量,但要学会估计取用液体的量。

例如,学会用滴管取用液体,1mL 相当于多少滴,5mL 液体占一支试管容量的几分之几等。倒入试管里溶液的量,一般不超过其容积的 1/3。

定量取用液体试剂时,根据要求可选用准确度较高的量器,如量筒、滴定管、移液管等。



试管的使用

四、化学试剂的配制

试剂配制一般是指把固态的试剂溶于水(或其他溶剂)配制成溶液,或把液态试剂(或浓溶液)加水稀释为所需的稀溶液。

一般溶液的配制方法如下。

配制溶液时先算出所需的固体试剂的用量,称取后置于容器中,加少量水,搅拌溶液。必要时可加热促使其溶解,再加水至所需的体积,混合均匀,即得所配制的溶液。

用液态试剂(或浓溶液)稀释时,先根据试剂或浓溶液密度或浓度算出所需液态试剂的体积,量取后加水至所需的体积,混合均匀即成。

配制饱和溶液时,所用溶质量应比计算量稍多,加热使之溶解后,冷却,待结晶析出后,取用上层清液以保证溶液饱和。

配制易水解的盐溶液[如 SnCl_2 、 SbCl_3 、 $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$]时,应先加入相应的浓酸(HCl 或 HNO_3),以抑制水解或使水解产物溶于相应的酸中而使溶液澄清。

配制易氧化的盐溶液时,需加入相应的纯金属,使溶液稳定。如配制 FeSO_4 、 SnCl_2 溶液时,需加入金属铁或金属锡。

第四节 实验基本操作

一、加热及冷却

1. 加热装置

(1) 煤气灯 实验室中如果备有煤气,在加热操作中,常用煤气灯。煤气由导管输送到实验台上,用橡皮管将煤气开关和煤气灯相连。煤气中含有毒的物质,所以绝不可使煤气逸到室内。不用时,一定要把煤气开关关紧。

煤气灯的式样很多,但构造基本相同。煤气灯主要由灯管和灯座两部分组成,灯管和灯座通过灯管下部的螺丝相连,如图 1-7 所示。转动取下灯管 1,可以看到灯座的煤气出口 3 和空气入口 2。旋转灯管 1,能够完全关闭或不同程度地开启空气入口,以调节空气的进入量。灯座侧面(或底部)有螺旋针 4,可控制煤气的进入量。

点燃煤气灯时,应该先关上空气入口 2,再擦燃火柴,将火柴移近灯管口后,再打开煤气开关,将煤气点燃。调节螺旋针 4 控制煤气进入量,使火焰保持适当的高度,此时因为煤气燃烧不完全,火焰的颜色应为光亮的黄色,温度不高且会析出炭质。此时应旋转灯管,调节空气进入量,使煤气完全燃烧,火焰由黄色变为蓝色,此时的火焰称为正常火焰,如图 1-8 所示。煤气的正常火焰可分为三个锥形区域:外层 1 温度高一些,在这里煤气完全燃烧,但由于含有过量的空气,这部分火焰具有氧化性,称为“氧化焰”,火焰呈淡紫色;中层 2,在这里煤气不完全燃烧,生成含碳的

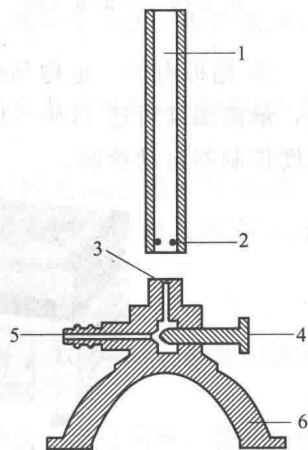


图 1-7 煤气灯的构造

1—灯管; 2—空气入口;
3—煤气出口; 4—螺旋针;
5—煤气入口; 6—灯座