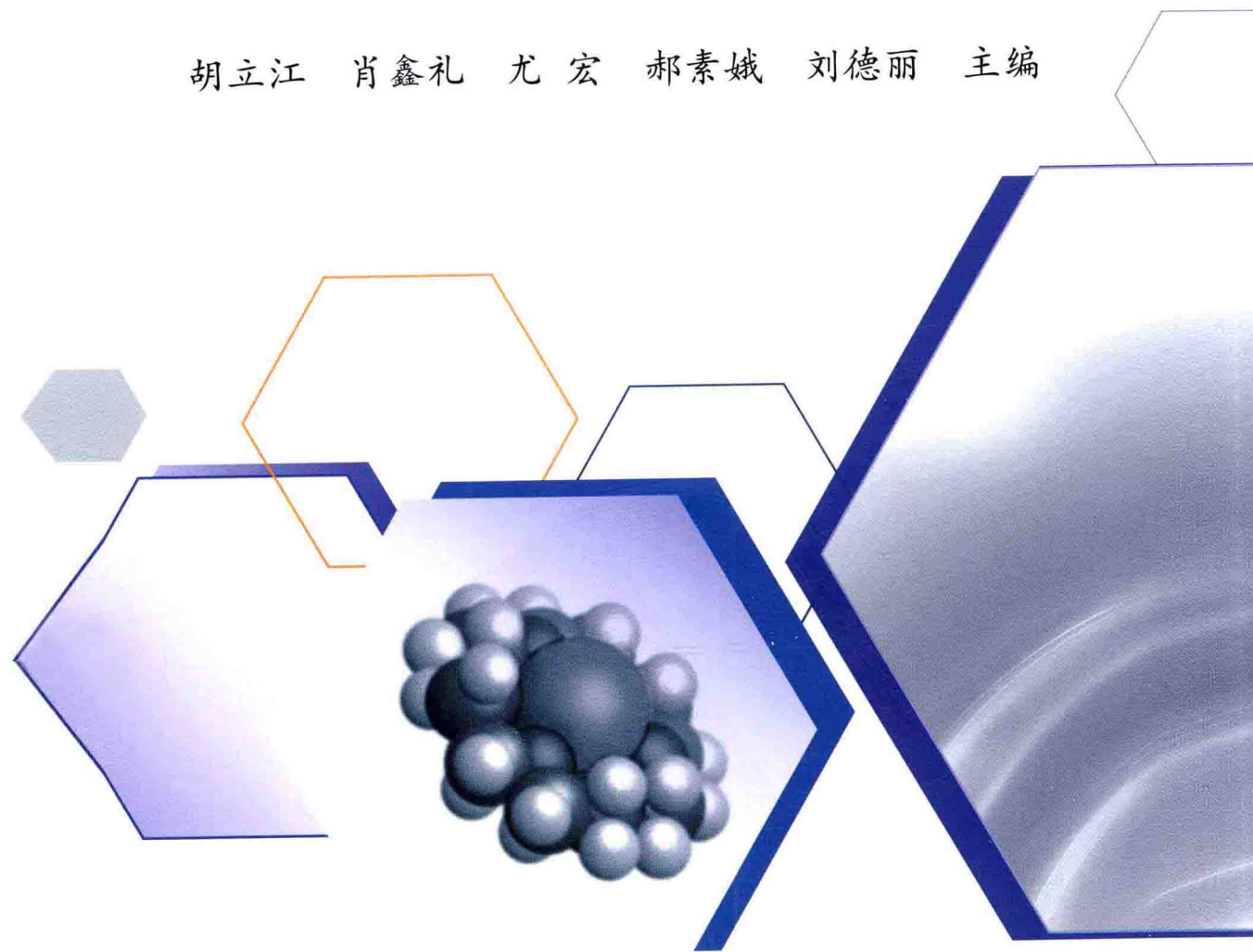


国家级精品资源共享课配套教材

工科大学化学实验

胡立江 肖鑫礼 尤宏 郝素娥 刘德丽 主编



科学出版社

国家级精品资源共享课配套教材

工科大学化学实验

胡立江 肖鑫礼 尤宏 郝素娥 刘德丽 主编

科学出版社

北京

内 容 简 介

本书是高等学校非化学化工类专业大学化学实验用书。全书共九章,包括绪论、基本知识 with 技能、化学热力学与化学动力学、氧化还原反应与电化学、水与环境、材料化学、化学与生命科学、工业应用化学、创新实验。全书共编排 46 个实验,其中包括 8 个创新实验。

本书可作为高等工科院非化学化工类专业本科生的大学化学实验教材,也可作为相关人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

工科大学化学实验/胡立江等主编. —北京:科学出版社,2015. 6

国家级精品资源共享课配套教材

ISBN 978-7-03-044986-3

I. ①工… II. ①胡… III. ①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(2015)第 130034 号

责任编辑:郑祥志 陈雅娴 / 责任校对:邹慧卿

责任印制:赵 博 / 封面设计:迷底书装

科 学 出 版 社 出 版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

三河市骏杰印刷有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2015 年 6 月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2015 年 6 月第一次印刷 印张:12

字数:304 000

定价:35.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

Dedication

All engineering students should acquire basic chemistry laboratory skills to ensure that their initial training is well-rounded. Indeed the chemistry of materials plays an extensive role in almost every aspect of engineering from construction materials (how to avoid corrosion problems for example) to advanced processing methods (construction of a lab-on-a-chip for example). The current volume by the authors offers a diverse set of laboratory learning experiences designed to provide the student with a diverse skill set with which to tackle engineering problems. The experiments range from the very basic (acid and base chemistry), to the every day world (supermarket chemistry), to very sophisticated (how to produce touch-screen coatings for smart electronics).

It is a pleasure to recommend this volume to all instructors of entry-level engineering and to their students.

Richard M. Laine

October of 2014 in Harbin Institute of Technology



Richard M. Laine 于 1974 年在美国南加利福尼亚大学获化学博士学位;1976~1987 年于美国 SRI International 从事博士后工作,任无机及有机金属部副主任;1987~1990 年,美国华盛顿技术中心材料科学与工程部科研教授;1990~1999 年,美国密西根大学材料科学与工程系副教授;1997 年至今,美国墨西哥大学材料科学系教授;1999 年至今,美国密西根大学材料科学与工程系教授;2003 年至今,美国 Mayaterials 公司执行总裁;2006 年至今,美国密西根大学高分子科学与工程中心主任。曾在中国、法国、德国、意大利、西班牙、日本等多个国家任客座教授。

前 言

本书为哈尔滨工业大学“九五”期间的教学改革成果之一,是哈尔滨工业大学国家级精品资源共享课“工科大学化学”的配套实验教材。本书自 1998 年 10 月由哈尔滨工业大学出版社出版以来,在多年的实验教学中取得良好的教学效果,受到哈尔滨工业大学和兄弟院校广大师生的欢迎。

随着我国高等教育改革的不断发展,为了深入贯彻落实《教育部关于全面提高高等教育质量的若干意见》(教高[2012]4 号),本着提升学生创新精神和实践能力,促进学生全面发展和适应社会需求的宗旨,编者将本书修订再版。本次修订在内容上除了加强基本理论与基本技能训练外,突出反映近代化学的新进展,强调培养学生提出问题、分析问题和解决问题的能力,注重化学在其他学科领域中的实际应用。

本次修订删掉 1 个实验,添加了 4 个实验,另增加了第八章创新实验(包括 8 个实验)。创新实验要求在导师指导下,自主选题、自主进行实验方法设计、独立组织实施,独立进行研究性学习,完成实验和数据分析处理,并撰写总结报告。创新实验可为学生将来从事科研或实际生产工作奠定实践基础。

本书主编为胡立江、肖鑫礼、尤宏、郝素娥和刘德丽,参加编写的还有刘欣荣、唐冬雁、周育红、李文旭、徐平、韩喜江、杨春辉、孟祥丽、孔德艳、张洪喜和张志梅。

美国密西根大学 Richard M. Laine 教授为本书写了序,强调了化学实验的重要性,对书中内容给予了肯定,并向广大师生推荐此书。在此向他表示感谢。本书的出版还得到哈尔滨工业大学教务处、理学院、国家化学实验教学示范中心、化学系化学教研室全体教师的支持,在此表示感谢!

尽管本书自正式出版后使用已达 15 年之久,但疏漏之处在所难免,望读者不吝赐教。

编 者

2015 年 3 月于哈尔滨工业大学

目 录

Dedication

前言

绪论	1
0.1 守则	1
0.2 实验基本操作	3
0.3 数据处理	14
0.4 实验仪器介绍	17
第一章 基本知识与技能	25
实验 1 分析天平的使用	25
实验 2 溶液的配制和酸碱滴定	28
实验 3 三种含水无机物的制备	31
实验 4 过渡元素与配位化合物	34
第二章 化学热力学与化学动力学	41
实验 5 化学反应热效应的测定	41
实验 6 弱酸解离常数的测定	44
实验 7 溶液中的离子平衡	47
实验 8 反应速率常数与活化能的测定	50
第三章 氧化还原反应与电化学	54
实验 9 氧化还原反应与电动势的测定	54
实验 10 不同溶液中铜的电极电势(设计实验)	60
第四章 水与环境	63
实验 11 水硬度的测定(设计实验)	63
实验 12 水中溶解氧的测定	67
实验 13 铁氧体法处理含铬废水	73
实验 14 水的软化和净化处理	76
第五章 材料化学	81
实验 15 钛酸钡(BaTiO_3)纳米粉的制备	81
实验 16 电极用 $\beta\text{-Ni}(\text{OH})_2$ 纳米材料的制备	85
实验 17 新型石墨-铜复合材料的制备	88
实验 18 磁性镍纳米晶的制备	90
实验 19 光致发光的二氧化硅球的制备	93
第六章 化学与生命科学	96
实验 20 DNA 的提取和含量测定	96
实验 21 食品中微量元素的鉴定	98
实验 22 蛋白质的化学性质	103

实验 23	茶叶中咖啡因的提取	107
实验 24	阿司匹林的合成	109
实验 25	维生素 C 药片中抗坏血酸含量的测定	111
实验 26	抗酸胃药的抗酸能力的测定(设计实验)	113
第七章	工业应用化学	116
实验 27	钢中锰含量的测定	116
实验 28	油脂中酸值的测定	119
实验 29	污染糖中邻苯二甲酸氢钾含量的测定	122
实验 30	化学蚀刻法制作印刷电路板	124
实验 31	塑料表面镀金属	125
实验 32	金属的电化学抛光	128
实验 33	铝及铝合金表面防护膜的形成	130
实验 34	化学中的光和颜色	132
实验 35	高分子材料的合成	135
实验 36	107 胶黏剂的制备	139
实验 37	导电聚苯胺的合成及 Zn-PANi 电池的组装	141
实验 38	超市家用化学(思考实验)	143
第八章	创新实验	146
创新实验 1	沙漠地带军用特种灭蚊护肤剂的研制	146
创新实验 2	智能触屏浸膜设备的研制	149
创新实验 3	温室玻璃表面纳米功能膜的研制	151
创新实验 4	稻壳灰废物资源利用的开发生产研究	154
创新实验 5	介孔碳吸波材料的制备	157
创新实验 6	氧化锆/磷酸钙复合全瓷牙的研制	161
创新实验 7	航天防护材料氧化锆气凝胶制备技术	163
创新实验 8	小分子在膜中扩散系数的计算验证防腐性能	166
附录		170
附录 1	常见离子的性质	170
附录 2	常用数据表	172

绪 论

0.1 守 则

0.1.1 学生实验守则

(1) 实验前必须认真预习,写出预习报告。到实验室后首先熟悉实验室环境、布置和各种设施的位置,清点仪器。

(2) 实验过程中保持安静,集中注意力,仔细观察,如实记录,积极思考,独立地完成各项实验任务。

(3) 实验仪器是公共财物,务必爱护,谨慎使用。

a. 使用玻璃仪器要小心谨慎,若有损坏要报告教师,并根据情况给予适当赔偿。

b. 使用精密仪器时,必须严格按照操作规程,遵守注意事项。若发现异常情况或出现故障,应立即停止使用,报告教师,找出原因,排除故障。

(4) 使用试剂时应注意下列几点:

a. 试剂应按书中规定的规格、浓度和用量取用,以免浪费。如果书中未规定用量或自行设计的实验,应尽量少用试剂,注意节约。

b. 取用固体试剂时,勿使其撒落在实验容器外。

c. 公用试剂用后应立即放回原处。

d. 试剂瓶的滴管和瓶塞是配套使用的,用后立即放回原处,避免“张冠李戴”。

e. 使用试剂时要遵守正确的操作方法,避免沾污试剂。

(5) 指定回收的药品要倒入回收瓶内,未指定回收的废液或残渣要倒入废液缸内,不可倒入水槽,以免腐蚀或堵塞下水道。废纸等扔入纸篓内。

(6) 注意安全操作,遵守安全守则。

化学实验室存在中毒、易燃、易爆和易腐蚀等多种隐患,极易发生各种事故,学生必须遵从教师指导,注意安全操作。

(7) 完成实验后,将仪器洗刷干净并放回原处,保持地面和台面的清洁。

0.1.2 化学实验室安全守则

化学实验室中许多试剂易燃、易爆,具有腐蚀性或毒性,存在着不安全因素,所以进行化学实验时,必须重视安全问题,绝不可麻痹大意。初次进行化学实验的学生,应接受必要的安全教育,且每次实验前都要仔细阅读本实验的安全注意事项。在实验过程中,要严格遵守下列安全守则:

(1) 实验室内严禁吸烟、饮食、大声喧哗、打闹。

(2) 水、电、气用后立即关闭。

(3) 洗液、浓酸、浓碱等具有强烈的腐蚀性,使用时应特别注意。

(4) 有刺激性或有毒气体的实验应在通风橱内进行。嗅闻气体时,应用手轻拂气体,把少量气体扇向自己再闻,不能将鼻孔直接对着瓶口闻。

(5) 含有易挥发和易燃物质的实验必须远离火源,最好在通风橱内进行。

(6) 加热试管时,不要将试管口对着自己或他人,也不要俯视正在加热的液体,以免液体溅出使自己受到伤害。

(7) 有毒试剂如氰化物、汞盐、铅盐、钡盐、重铬酸钾等,要严防入口或接触伤口,也不能随便倒入水槽,应回收处理。

(8) 稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢倒入水中,并不断搅动。切勿将水倒入浓硫酸中,以免迸溅,造成灼伤。

(9) 禁止随意混合各种试剂药品,以免发生意外事故。

(10) 实验完毕,应将实验台面整理干净,洗净双手,关闭水、电、气等阀门后再离开实验室。

0.1.3 实验室意外事故的处理

(1) 若遇乙醇、苯或乙醚等起火,应立即用湿布或砂土(实验室应备有灭火砂箱)等灭火。若遇电器设备着火,必须先切断电源,再用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火。

(2) 遇有烫伤事故,可用高锰酸钾或苦味酸溶液揩洗灼伤处,然后擦上凡士林或烫伤油膏。

(3) 若眼睛或皮肤上溅上强酸或强碱,应立即用大量水冲洗。但若是浓硫酸,则应先用干布擦去,然后用大量水冲洗,再用3%碳酸氢钠溶液(或稀氨水)洗。若被碱灼伤,需用2%乙酸(或硼酸)洗,最后涂凡士林。

(4) 氢氟酸烧伤皮肤时,先用10%碳酸氢钠溶液(或2%氯化钙溶液)洗涤,再用由两份甘油与一份氧化镁制成的糊状物涂在纱布上盖于患处,同时在烧伤的皮肤下注射10%葡萄糖溶液。

(5) 四氯化碳有轻度麻醉作用,对肝和肾有严重损害,如遇中毒症状(恶心、呕吐),应立即离开现场,按一般急救处理,眼和皮肤受损害时,可用2%碳酸氢钠溶液或1%硼酸溶液冲洗。

(6) 金属汞易挥发,它通过人的呼吸进入人体内,逐渐积累会引起慢性中毒,所以不能把汞洒落在桌上或地上。一旦洒落,必须尽可能收集起来,并用硫磺粉盖在洒落的地方,使汞转变成不挥发的硫化汞。

(7) 一旦毒物进入口内,可将5~10 mL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,然后立即送医院。

(8) 若吸入氯气、氯化氢气体,可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气以解毒;若因吸入硫化氢气体而感到不适或头晕时,应立即到室外呼吸新鲜空气。

(9) 被玻璃割伤时,伤口若有玻璃碎片,必须先将其挑出,然后抹上红药水并包扎。

(10) 遇触电事故,应切断电源,必要时立即进行体外心脏起搏和人工呼吸,并尽快送医院。

0.1.4 化学实验的学习方法

实验效果与正确的学习态度和学习方法密切相关,大学化学实验的学习方法主要体现在下列三个环节。

1. 预习

预习是实验前必须完成的准备工作,是做好实验的前提。但是,预习环节往往不能引起学

生足够的重视,甚至不预习就进实验室,对实验的目的、要求和内容全然不知,严重地影响实验效果。为了确保实验质量,实验前任课教师要检查每位学生的预习情况。对没有预习或预习不合格者,任课教师有权不让其参加本次实验,学生应严格服从教师的安排。

实验预习一般应达到下列要求:

- (1) 阅读实验教材,明确实验的目的和实验内容(若有电视录像或 CAI,应在指定时间、指定地点观看,不可缺席)。
- (2) 掌握本次实验的主要内容,阅读实验中有关的实验操作技术及注意事项。
- (3) 按教材规定设计实验方案,并回答预习思考题。
- (4) 写出实验预习报告,预习报告是进行实验的依据,因此预习报告应包括简要的实验步骤、操作要点、定量实验的计算公式等。

2. 实验

实验是培养学生独立工作能力和思维能力的重要环节,必须认真、独立地完成。

(1) 按照实验内容认真操作,细心观察,一丝不苟,将实验现象和数据如实记录在预习报告中。

(2) 对于设计性实验,审题要确切,方案要合理,现象要清晰。实验中发现设计方案存在问题时,应找出原因,及时修改方案,直到达到要求。

(3) 在实验中遇到疑难问题或者有反常现象时,应认真分析操作过程,思考其原因。为了正确说明问题,可在教师指导下重做或补做实验。自觉养成动脑筋分析问题的习惯。

(4) 遵守实验操作规则。实验过程中应始终保持台面布局合理、环境整洁卫生。

3. 实验报告

实验报告是每次实验的总结,反映学生的实验水平和总结归纳能力,必须认真完成。一份合格的实验报告应包括以下五部分内容:

(1) 实验目的。定量测定实验还应简单介绍实验有关基本原理和主要反应方程式。

(2) 实验内容。尽量采用表格、框图、符号等形式,清晰、明了地表示实验内容,切忌照抄书本。

(3) 实验现象和数据记录。实验现象要正确,数据记录要完整,绝不允许主观臆造和抄袭他人的实验结果,否则按不及格处理。

(4) 解释、结论或数据计算。对现象加以简明的解释,写出主要的反应方程式,分标题小结或者最后得出结论,数据计算要准确。

(5) 完成实验教材中规定的作业。针对实验中遇到的疑难问题,提出自己的见解或写出收获。定量实验应分析实验误差的原因。对实验方法、教学方法和实验内容等提出改进意见和建议。

0.2 实验基本操作

0.2.1 称量

物质质量的准确测定是化学实验中基本操作之一。分析天平是精确度比较高的称量仪器,机械天平已很少使用,实验室中常用的分析天平是电子分析天平。

1. 电子分析天平

电子分析天平(图 0.1)是一种精确度高、可靠性强、操作简便的称量物体质量的精密仪器,可以方便地得到高精度的称量结果。

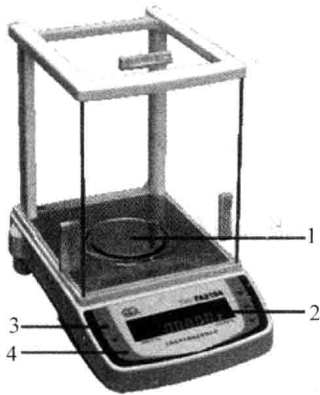


图 0.1 电子分析天平

1. 秤盘;2. 质量显示屏;3. 开关;
4. 去皮按钮

一般称量操作非常简便,接通电源后,无需等待就能立刻开始操作。首先按下 ON/OFF 开关,有一个全电子操作的自动检测过程,完成时在质量显示屏上显出“0.0000g”(空载),这时显示屏上若有其他显示,请勿乱按键盘。如果称量时要用容器盛放被称量物体,或者质量显示屏上并非显出“0.0000g”,则在称量前要按去皮按钮,确认称量零点,质量显示屏再现“0.0000g”。推开玻璃侧门,把被称量物体放在秤盘上,关上门后,待质量显示屏上的显示数字稳定下来,出现小数点后第四位数字后,质量显示屏上的读数即为所称量物体的准确质量。

此外,电子分析天平还具有比较测定、定量称量、连机(计算机)处理数据功能。

2. 称量瓶

称量瓶是一种圆柱形玻璃容器,带有磨口玻璃塞(图 0.2)。其质量较轻,可直接在天平上称量。通常,无论是空的或者装有试样的称量瓶都存放在玻璃干燥器中,使用时才从干燥器中取出。称量易吸水、易氧化和易吸收二氧化碳的固体粉末样品以及同一样品需要称量多份时,往往采用称量瓶进行称量。从干燥器中取放称量瓶时,要戴细纱手套,以免手指上的油污沾污称量瓶,影响称量结果的准确度。从称量瓶中倒出固体粉末样品时,应在准备盛放样品的实验容器上方进行操作。这时左手握住称量瓶,右手拿着瓶盖,让称量瓶口稍微倾斜向下,并用瓶盖轻轻敲打称量瓶口上缘,逐渐倒出样品(图 0.3)。当倒出的样品量与要求的样品量相当时,慢慢地把称量瓶竖起,瓶口向上,并用瓶盖轻轻敲打瓶口,使剩余样品全部返回称量瓶内,盖好瓶盖,再放到天平秤盘上进行称量。如果倒出的样品量不够要求的质量,可以再倒,直至倒出的样品满足所要求的质量;如果倒出的样品太多,超出实验要求的范围很多,只能弃去,再重新称量,千万不要把多倒出的样品再倒回称量瓶,以免污染称量瓶内的样品。称量瓶大多在用减量法称量物体质量时使用。



图 0.2 称量瓶



图 0.3 称量瓶的操作

0.2.2 滴定分析

滴定分析是化学定量分析中最常用、最基本的分析方法,通常采用的仪器主要有滴定管、容量瓶、移液管等玻璃量器,它们的正确使用是实验的基本操作技术之一。

1. 滴定管

滴定管是容量分析中用来准确测量管内流出的液体体积的一种量具。通常,它能准确测量到 0.01 mL,常用的滴定管容积为 50 mL,滴定管上的刻度每一大格为 1 mL,每一小格为 0.1 mL,两刻度线之间可以估计读出 0.01 mL。滴定管刻度值与常用的量筒不同,滴定管的 0.00 刻度是在管的上端,从上至下刻度值增大。

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。酸式滴定管如图 0.4(a)所示,下端连接玻璃旋塞,旋转打开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,这是因为碱性溶液会腐蚀磨口的玻璃旋塞,时间长了就会使旋塞黏住。碱性溶液应使用碱式滴定管,如图 0.4(b)所示,它的下端由橡皮管连接玻璃管嘴,橡皮管内装有玻璃圆球代替旋塞,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),以避免橡皮管被这些溶液腐蚀而黏住。



图 0.4 滴定管

通常,酸式滴定管在使用前,先要检查其玻璃旋塞是否漏水。如果发现漏水或者旋塞旋转不灵活,则应把玻璃旋塞取下,洗净后用碎滤纸片把水吸干,然后在旋塞两端(避开中间小孔)涂上很薄一层凡士林(不要涂得太多,以免旋塞中间小孔被堵住),再把旋塞塞紧后,旋转几下,使凡士林均匀涂布,呈透明状(图 0.5)。再将橡皮圈套在玻璃旋塞末端凹槽内,以防旋塞脱落,最后检查装好的旋塞是否漏水。

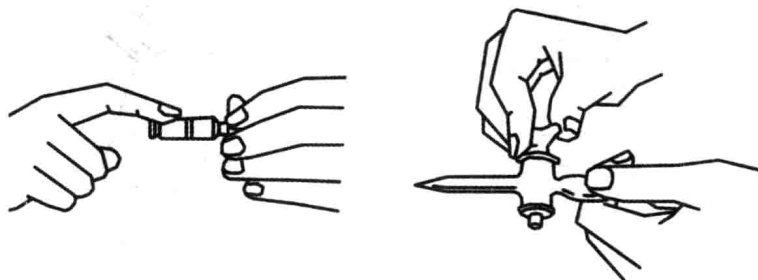


图 0.5 酸式滴定管涂凡士林

在滴定开始前,要依次用洗液、自来水、去离子水洗净滴定管,然后用少量(约 5 mL)所装溶液润洗两三次,以保证装入滴定管内的标准溶液的浓度不会改变。将少量洗涤液(5~10 mL)加入滴定管中,双手端平滴定管做水平转动,让管内溶液全部浸润滴定管内壁后,再让溶液通过活塞下部管嘴内壁,然后把洗涤液全部放出。盛装溶液时,将标准溶液装入滴定管至 0.00 刻度以上,旋转玻璃旋塞或挤压橡皮管中玻璃圆球,把滴定管内液面调节到刻度 0.00 或略低,记下初读数。这时必须注意滴定管下端是否存在气泡,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。对于酸式滴定管,只需把滴定管稍倾斜,打开旋塞,气泡就很容易被流出的溶液赶出。碱式滴定管必须如图 0.6 所示,把滴定管下端橡皮管稍微向上弯曲,然后挤压玻璃圆球,气泡随冲出的溶液被赶出。



图 0.6 碱式滴定管排气泡

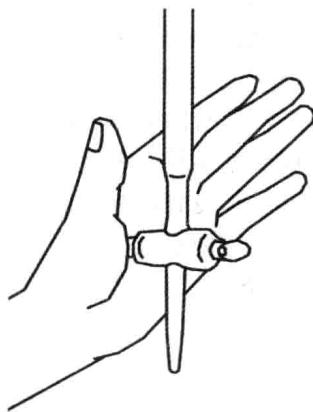
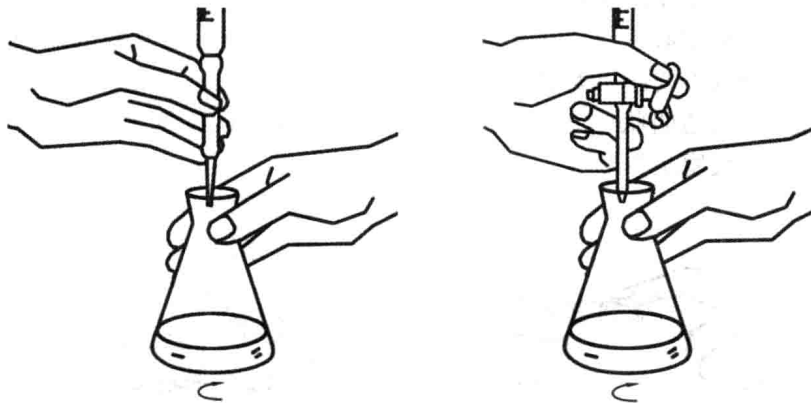


图 0.7 酸式滴定管操作方法

用装好标准溶液的滴定管进行滴定分析时,一般用左手操纵滴定管。如果是酸式滴定管,用左手大拇指、食指和中指捏住玻璃旋塞把手,手心空握(图 0.7),以免掌心顶住旋塞小端,不慎把旋塞顶出而发生溶液渗漏;如果是碱式滴定管,则用左手大拇指和食指捏住橡皮管中玻璃圆球并轻轻挤压,使溶液逐滴流出,但注意不要从橡皮管下方挤压玻璃圆球,否则松手时在玻璃管嘴中会出现气泡而引起误差。右手握住锥形瓶瓶颈,一边滴入溶液,一边旋转摇动锥形瓶,使瓶内溶液充分混合,发生反应(图 0.8)。注意在接近终点时,控制一滴一滴地加入溶液。



(a)碱式滴定管的操作

(b)酸式滴定管的操作

图 0.8 滴定管操作

最后滴定到达终点,要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,而对于深色溶液(如 KMnO_4),则应观察溶液液面最上缘(图 0.9),读数必须准确读到 0.01 mL。为了减小测量误差,每次滴定应从 0.00 开始或从接近 0 的任一刻度开始,即每次都用滴定管的同一段体积。

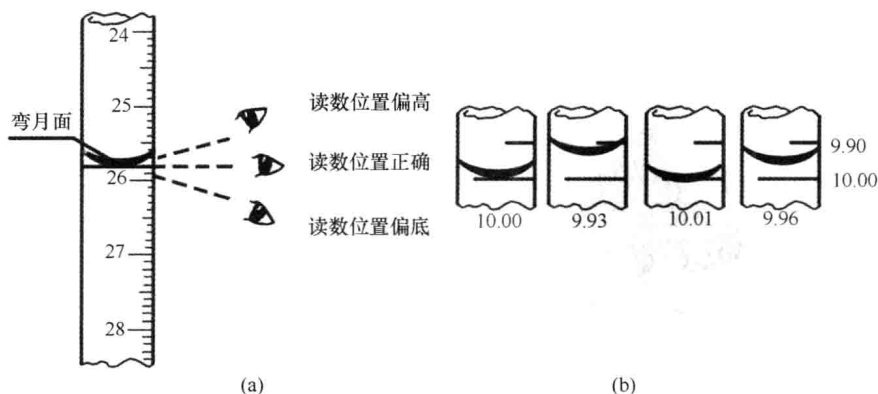


图 0.9 滴定管读数

2. 容量瓶

容量瓶是用来配制一定体积准确浓度溶液的量具,是细颈梨形的平底瓶,带有磨口,在容量瓶的颈部有一刻度线,在标示温度下,当瓶内溶液的液面(呈弯月面)恰好与这一刻度线相切时,瓶内溶液的体积就是容量瓶上所示容积。图 0.10 为 20 °C 时容积为 500 mL 的容量瓶。

使用容量瓶配制准确浓度的标准溶液时,要先把容量瓶洗净,通常依次分别用洗液、自来水和去离子水洗净。洗净的容量瓶其内壁应不挂水珠,水均匀润湿容量瓶的内壁。接着把准确称量的一定量固体溶质放入已分别用自来水、去离子水洗净的烧杯中,并加入少量去离子水使其溶解,再定量地转移到容量瓶中。把溶解所得溶液按图 0.11 所示方法沿着玻璃棒小心地倒入容量瓶中,再用洗瓶中的少量去离子水洗涤烧杯和玻璃棒两三次,洗涤液也要小心地沿玻璃棒倒入容量瓶(如果用容量瓶稀释准确浓度的浓溶液,就只需用移液管准确移取一定体积的浓溶液放入容量瓶)。然后继续加入去离子水到瓶颈刻度线下面一点,此时要注意,当瓶内溶液液面快接近刻度线时,应改用乳头滴管小心逐滴地把去离子水加到刻度线,这时瓶内溶液弯月面应与刻度线相切。塞紧磨口瓶塞,用右手食指按住瓶塞,其他四指拿住瓶颈,左手托住容量瓶底部,将容量瓶上下来回翻转,并不时地摇动,使配制的溶液浓度完全均匀。

3. 移液管

移液管是用来准确移取一定体积溶液的量具,常用的移液管为中间有一膨大部分的玻璃管,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 50 mL、25 mL 等。根据不同需要,选用不同规格的移液管。

使用移液管时,通常要先依次用洗液、自来水、去离子水洗净,并且还要用少量待移取的溶液润洗两三次,以保证所取溶液的浓度不变。一般洗涤移液管时,先用小烧杯取少量洗涤液,用洗耳球使移液管从小烧杯中吸入少量洗涤液(5~10 mL),将移液管用双手端平,并水平转动移液管,用管内洗涤液润洗移液管内壁,然后将用过的洗液从移液管下端出口放出。



图 0.10 容量瓶

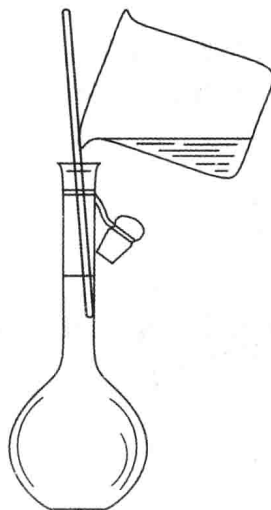


图 0.11 转移溶液入容量瓶

移液管的使用方法如图 0.12 所示,一般用右手大拇指和中指拿住移液管管颈上端,将移液管下端管口插入装有待移取溶液的小烧杯中,左手拿洗耳球。先将洗耳球内空气挤出,然后将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,使待移取的溶液吸入移液管内,如图 0.12(a)所示。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,然后稍放松食指,同时用大拇指和中指转动移液管,使移液管内溶液液面慢慢下降,直至管内溶液的弯月面与管颈上端刻度标线相切,立即用食指按紧移液管上端管口,从小烧杯中取出移液管,如图 0.12(b)所示。将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

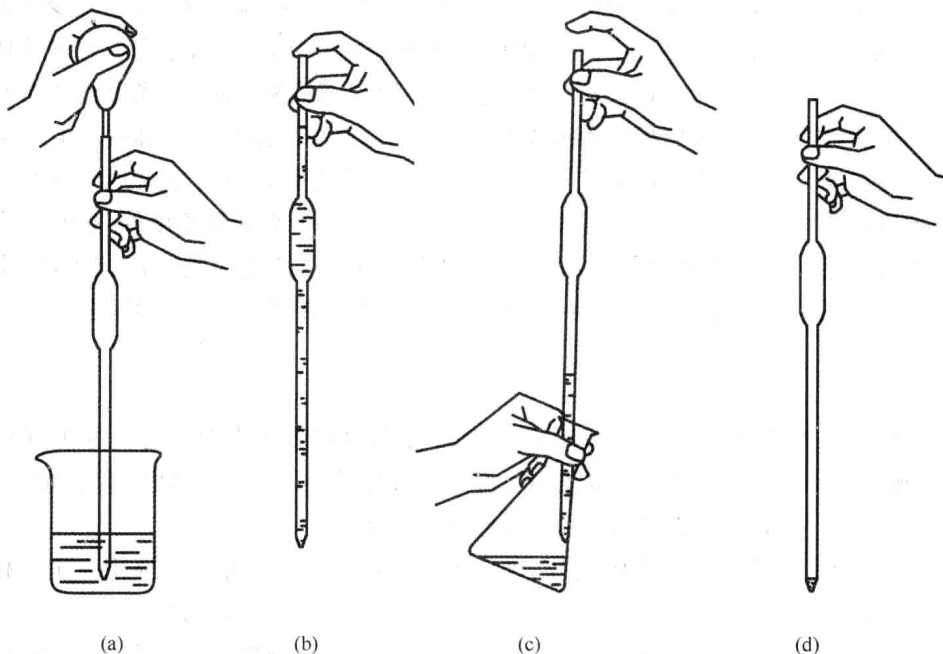


图 0.12 移液管的使用方法

瓶略倾斜,然后松开食指,让移液管内溶液自然流入锥形瓶中,如图 0.12(c)所示。当移液管内溶液流完后,还需停留约 15 s,才能将移液管从锥形瓶中拿开。此时移液管下端出口可能还会剩余少量溶液,切不可用洗耳球将它吹入锥形瓶中,因为在制造移液管并校正它的容积时,就没有把这点溶液计算在内,如图 0.12(d)所示。

4. 锥形瓶

锥形瓶是圆锥形的平底玻璃瓶(图 0.13),有 25 mL、50 mL、100 mL 等各种规格。滴定分析中通常用锥形瓶盛放移液管准确移取的被滴定溶液,同时锥形瓶便于滴定操作中做圆周转动,使滴定管滴入的溶液与被滴定溶液均匀混合,充分反应,而不会使溶液溅出瓶外。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(或洗液)、自来水、去离子水洗净,不能用所盛溶液润洗。

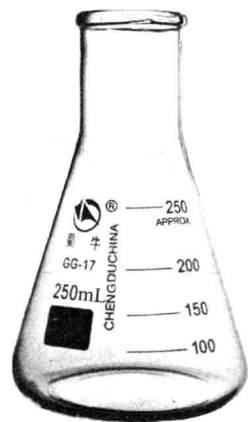


图 0.13 锥形瓶

0.2.3 过滤

过滤是固、液分离最常用的方法。过滤时,沉淀留在过滤器上,而溶液通过过滤器进入接收器中。过滤出的溶液称为滤液。

1. 常压过滤

常压过滤最为简便,也是最常用的一种方法,尤其沉淀物为胶体或微细的晶体时,用此法过滤较好。过滤前先将圆形滤纸对折两次,然后展开成圆锥形(一边三层,另一边一层,图 0.14),放入玻璃漏斗中。过滤漏斗的角度一般为 60° ,如有偏差,则应适当改变滤纸折叠的角度,使之与漏斗角度相适应。用手按着滤纸,从洗瓶挤出少量蒸馏水把滤纸湿润,轻压滤纸四周,赶走气泡,使其紧贴在漏斗上。将带滤纸的漏斗放在漏斗架上,下面放容器以收集溶液,调节漏斗架的位置,使漏斗尖端靠在容器内壁(图 0.15),以免滤液溅失。

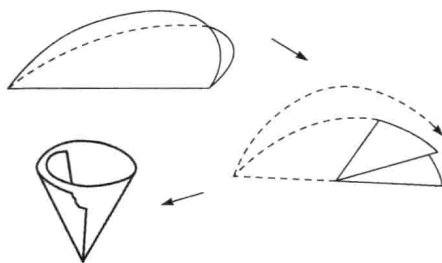


图 0.14 滤纸的折叠方法

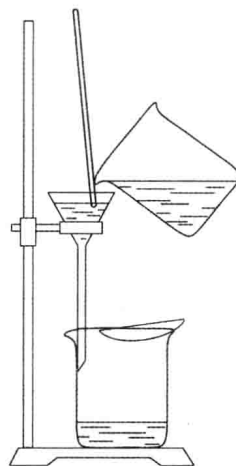


图 0.15 常压过滤

将要过滤的液体沿玻璃棒缓缓倾入漏斗中(滤液倾在滤纸层较厚的一面),倾入量应使液

面低于滤纸边缘 2~3 mm,此时溶液即透过滤纸流入收集器内,而沉淀就被留在滤纸上。

为使过滤进行较快,可采用倾泻法。将待过滤的溶液静置一段时间,使沉淀尽量下沉,过滤时不要搅动沉淀。先把沉淀上面的大部分清液过滤掉,再用玻璃棒搅起沉淀连同溶液一起转移到滤纸上,附在烧杯壁上的沉淀可用少量水或母液冲洗至滤纸上。

2. 减压过滤

减压过滤又称抽滤、吸滤或真空过滤,可加快过滤速度,并把沉淀抽滤得比较干燥。但胶状沉淀在过滤速度很快时会透过滤纸,不能用减压过滤。颗粒很细的沉淀会因减压抽吸而在滤纸上形成一层密实的沉淀,使溶液不易透过,反而达不到加速目的,也不宜用此法。

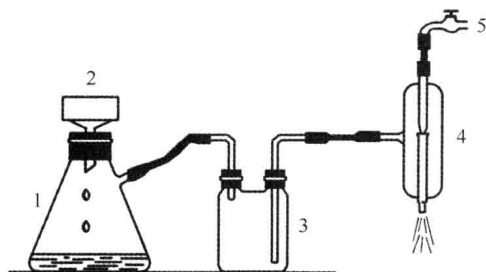


图 0.16 减压过滤装置

1. 抽滤瓶;2. 布氏漏斗;3. 缓冲瓶;4. 水流抽气泵;
5. 进水口

减压过滤装置如图 0.16 所示,滤器称为抽滤漏斗或布氏漏斗。先选好一张比抽滤漏斗内径略小的圆形滤纸,平整地放在抽滤漏斗内,用少量水湿润滤纸,将漏斗用橡皮塞装在抽滤瓶上,注意漏斗下端的斜剖面要对着抽滤瓶侧面的细嘴。

用橡皮管将抽滤瓶与水流抽气泵连接好,慢慢打开水龙头。过滤时应采用倾泻法。先将上部澄清液沿着玻璃棒注入漏斗内,加入的量不要超过漏斗的 2/3。然后将沉淀均匀地分布在滤纸上,

继续减压,直至沉淀比较干。

若用真空泵进行抽滤,为了防止滤液倒流和潮湿空气抽入泵内,在抽滤瓶和真空泵之间要连上一个安全瓶和一个装有变色硅胶的干燥瓶。

过滤完后,应把连接抽滤瓶的橡皮管拔下,再关闭水龙头(或停真空泵),否则水流抽气泵内的水会倒流入抽滤瓶中,污染滤液。取下漏斗把它倒扣在滤纸上,轻轻敲打漏斗边缘,使滤纸和沉淀脱离漏斗。滤液则从过滤瓶的上口倾出,不要从侧面尖嘴倒出,以免污染滤液。沉淀洗涤的方法与普通漏斗过滤相同,洗涤液过滤时不应太快。

0.2.4 离心分离

分离试管中少量的溶液与沉淀物时,常采用离心分离法,这种方法操作简单而迅速,实验室常用的电动离心机如图 0.17 所示,它是由高速旋转的小电动机带动一组金属套管做高速圆周运动。装在金属套管内离心试管中的沉淀物受到离心力的作用向离心试管底部集中,上层便得到澄清的溶液。这样离心试管中的溶液与沉淀就分离开了。电动离心机的转速可由侧面的变速器旋钮调节。

使用电动离心机进行离心分离时,把装有少量溶液与沉淀的离心试管对称地放入电动离心机的金属(或塑料)套管内,如果只有一支离心试管中装有试样,为了使电动离心机转动时保持平衡,防止高速旋转引起震动而损坏离心机,可在与之对称的另一金属(或塑料)套管内也放入一支装有相同(或相近)质量的水的离心试管。放好离心试管后盖上盖子。先把电动离心机变速器旋钮拧到



图 0.17 电动离心机