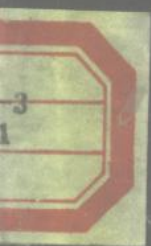


主编 王华林

PUTONGHUAXUESHILYAN PUTONGHUAXUESHILYAN

普通化学实验

中国科学技术大学出版社



图书在版编目(CIP)数据

普通化学实验/王华林主编. —合肥:中国科学技术大学出版社, 1999. 9
ISBN 7-312-01135-7

I. 普… II. 王… III. 普通化学-化学实验 IV. 06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (1999) 第 35892 号

中国科学技术大学出版社出版发行

(安徽省合肥市金寨路 96 号, 邮编: 230026)

中国科学技术大学印刷厂印刷

全国新华书店经销

开本: 787×1092/16 印张: 5 字数: 125 千

1999 年 9 月第 1 版 1999 年 9 月第 1 次印刷

印数: 1—5000 册

ISBN 7-312-01135-7/O. 229 定价: 6.50 元

前 言

化学实验是普通化学课的一个重要环节。要很好地掌握化学基本理论和事实材料,就必须亲自进行实验。化学实验是训练和培养学生动手能力的良好途径。其目的是帮助学生学会从事化学实验的基本技能,巩固与扩大课堂所获取的化学知识,培养观察思考、分析判断、比较推理和概括综合能力。此外普通化学实验课是一门基础实验课,对培养学生严谨的科学作风具有特殊的重要性。为此本书从一开始就强调让学生养成实事求是的科学态度和严格、准确、细致、整洁的良好科学习惯。

本教材共编入各种不同类型的实验十四个,是在结合普化教研室教师及实验人员多年的教学、实验经验,充分体现实验教学的目的,强调对学生的素质培养基础上编写而成的。

参加编写的人员还有郭桂英、史成武、周珮珮、姚保知、欧阳湘、胡晚霞、蒋晓芬、朱玉蓉。

限于编者水平,错漏之处在所难免,恳望不吝赐教。

编 者

1999·合肥

目 录

第一章 绪论	(1)
第一节 实验目的	(1)
第二节 实验方法	(1)
第三节 实验室规则	(2)
第四节 实验室安全	(2)
第二章 普通化学实验中的基本操作与数据处理	(4)
第一节 基本操作	(4)
第二节 误差与数据处理	(18)
第三章 实验内容	(23)
实验一 分析天平的使用	(23)
实验二 普通化学实验技术	(27)
实验三 化学反应焓变的测定[附计算机处理程序]	(30)
实验四 醋酸电离度和电离常数的测定[附计算机处理程序]	(32)
实验五 氧化还原与电化学	(35)
实验六 元素及其化合物	(39)
实验七 配位化合物	(42)
实验八 纯水的制备及水质检测	(45)
实验九 水玻璃模数的测定	(50)
实验十 工业废水中含铬量的测定	(52)
实验十一 空气中氮氧化物的测定[附计算机处理程序]	(53)
实验十二 磷酸盐型无机粘结剂的制备	(61)
实验十三 非金属材料电镀	(63)
实验十四 金属铝的表面处理	(66)
附录一 常用高分子材料的简易鉴别	(69)
附录二 PHS-2C 型酸度计	(71)
附录三 DDS-11A 型电导率仪使用说明	(73)
附录四 721 型分光光度计工作原理及使用说明	(75)

第一章 绪 论

第一节 实 验 目 的

普通化学是一门实验科学。实验在普通化学教学中有着十分重要的地位。

通过实验,可以获得大量的感性知识,加深对理性知识的认识。

通过实验,可以培养学生正确地掌握化学实验的基本操作和技能技巧。

通过实验,也可以培养学生独立思考和独立工作的能力。如独立地准备和进行实验,仔细地观察和记录现象,得出科学的结论。

通过实验,还可以培养学生具有实事求是的科学态度,准确、仔细、整洁等良好习惯,培养学生逐步地掌握科学研究的方法。

第二节 实 验 方 法

要达到实验的目的,不仅要有正确的学习态度而且还要有正确的学习方法。普通化学实验的学习方法一般分以下三个步骤:

一、预习

为了使实验能获得良好的效果,实验前必须进行预习。

1. 阅读实验教材和教课书的有关内容。
2. 明确实验目的。
3. 了解实验的内容、步骤、操作过程和实验时应注意的地方。
4. 写好预习笔记,可以用自己的语言,包括各种符号,最简练地写出实验内容和注意事项,以便能够迅速、准确地完成实验。

二、实验

根据实验笔记进行操作,并做到:

1. 认真操作,细心观察,及时地、如实地做好详细记录。
2. 如果发现实验现象和理论事实不符合,应首先尊重实验事实,并认真分析和检查其原因,必要时可重做实验加以验证。
3. 实验时要勤于思考,仔细分析,力争自己解决问题,但遇到疑难问题而自己难以解决时可提请教师指点。
4. 在实验过程中应保持肃静,遵守实验室工作规则。

三、实验报告

实验做完后应对实验现象进行解释并作出结论,或根据实验数据进行处理和计算,独立完成实验报告,交指导教师审阅。

实验报告应写得简明扼要,整齐清洁,并尽量用简图、表格、化学式、符号表示。

第三节 实验室规则

1. 实验前一定要做好预习和实验准备工作,检查实验所需的药品、仪器是否齐全。未经教师同意,不得拿用别的位置上的药品和仪器。
2. 实验时保持肃静,集中思想,认真操作,仔细观察,如实记录,积极思考。
3. 实验时应保持实验室和桌面清洁整齐。废纸、火柴梗、废液、金属屑等应投入废纸篓或废液缸内,切勿倒入水槽,以防堵塞或锈蚀下水道。
4. 爱护国家财物,小心使用仪器和实验设备,注意节约水、电和煤气。使用精密仪器,需谨慎细致。如发现仪器有故障,应立即停止使用,及时报告指导教师。
5. 按规定的量取用药品,自瓶中取出药品后,不应将药品倒回原瓶中,以免带入杂质。取用药品后,应立即盖上瓶塞,放在指定地方的药品不得擅自拿走。
6. 实验后,应将所用仪器洗净并整齐地放回原处,关好电、水和煤气龙头,注意安全。
7. 每次实验后由学生轮流值勤,负责打扫和整理实验室,检查水、电、门窗是否关好,以保持实验室的整洁和安全。
8. 发生意外事故应保持镇静,不要惊慌失措。遇有烧伤、烫伤、割伤时应及时报告教师,进行急救和治疗。

第四节 实验室安全

化学药品中,很多是易燃、易爆、有腐蚀性和有毒的。因此安全操作,熟悉一般的安全知识是非常重要的。

一、实验室安全守则

1. 不要用湿手、物接触电源。水、电、煤气一经使用完毕,就应立即关闭。
2. 严禁在实验室内饮食、吸烟或把食具带进实验室。实验完毕,必须洗净双手。
3. 绝对不允许随意混合各种化学药品,以免发生意外事故。
4. 不要俯向容器去嗅放出的气体。应用手轻拂气体,煽向自己后再嗅。能产生有刺激性或有毒气体的实验,应在通风橱内或通风处进行。
5. 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。也不能将有毒药品随便倒入下水道。
6. 钾、钠和白磷等暴露在空气中易燃烧。因此钾、钠保存在煤油中,白磷则可保存在水中。取用它们时要用镊子。一些有机溶剂极易引燃,使用时必须远离明火,用毕立即盖紧瓶塞。

二、实验室事故的处理

1. 创伤:伤处不能用手抚摸,也不能用水洗涤。应先把碎玻璃等杂物从伤处挑出。轻伤可涂以紫药水,必要时撒些消炎粉或敷些消炎膏,用绷带包扎。
2. 烫伤:不要用冷水洗涤伤处。伤处皮肤未破时可涂搽饱和 NaHCO_3 溶液或用 NaHCO_3 粉调成糊状敷于伤处,也可涂獾油或烫伤膏;如果伤处皮肤已破,可涂些紫药水或 10% KMnO_4 溶液。
3. 受酸腐蚀致伤:先用大量水冲洗,再用饱和 NaHCO_3 溶液洗,最后再用水冲洗。如果酸

溅入眼内,用大量水冲洗后,送校医院诊治。

4. 受碱腐蚀致伤: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。如果碱溅入眼中,用硼酸溶液洗。

5. 触电:首先切断电源,然后在必要时进行人工呼吸。

6. 起火:小火可以用湿布或沙土等扑灭;如火势较大可使用灭火器,但电器设备引起的火灾,只能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。

7. 伤势较重者,应立即送医院。

第二章 普通化学实验中的基本操作与数据处理

第一节 基本操作

一、玻璃仪器的洗涤和干燥

1. 玻璃仪器的洗涤

为了使实验得到正确的结果,实验仪器必须洗干净,一般方法如下:

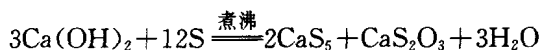
(1) 在试管(或量筒)内倒入约占试管总容量 1/3 的自来水,振荡片刻,倒掉,然后用少量蒸馏水漂洗一次(必要时可增加冲洗次数)此试管即可用来做实验。

(2) 试管如用水冲洗不能洗干净时,可用试管刷刷洗,再用自来水洗干净,最后用蒸馏水洗一两次,才可使用。

洗涤其它玻璃仪器,一般与上述方法相同,但对附有不溶于水的碱、碳酸盐、碱性氧化物可先加 $6\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{HCl}$ 溶解,再用水冲洗,对于口小,管细的仪器,不便于用刷子洗,可用少量王水(一体积浓硝酸和三体积浓盐酸的混合液)刷洗。

此外,还可根据沾附在器壁上的某种物质的性质“对症下药”,采用适当的药品来处理如:沾附在器壁上的二氧化锰、氢氧化铁用盐酸处理。

附在器壁的硫磺用煮沸的石灰水清洗,反应方程式如下:



钡或银附在器壁上,用硝酸处理、难溶的银盐可以用硫代硫酸钠溶液洗。

硫酸钠或硫酸氢钠的固体残留在容器内,加水煮沸使它溶解,趁热倒出。

煤焦油污迹可用浓碱浸泡一段时间(约一天)再用水冲洗。

瓷研钵的洗涤:可取少量食盐放在研钵内研洗,倒去食盐、再用水洗。

蒸发皿和坩锅上的污迹可用浓硝酸或王水洗涤。

2. 仪器的干燥

(1) 加热烘干。洗净的仪器,把水倒尽后放在电烘箱内烘干或放在吹风干燥器上压热风吹干(温度控制在 105°C 左右)。如图 1 所示,放在烘箱内的仪器,口应朝上,以免水珠入烘箱而损坏电炉丝。木塞,橡皮塞不能与仪器一同干燥,玻璃塞虽可同时加热干燥,但应从仪器上取下来,放在一旁,否则烘干后容易卡住,取不下来。

烧杯、蒸发皿等也可置于石棉网上,用小火烤干(容器外壁的水应先烤干),试管则可直接用火烤干,但试管口要向下倾斜,以免水珠倒流炸裂试管。如图 2 所示。

火焰不能集中在一个部位,先从底部开始加热,慢慢移至管口,反复数次,直到无水珠,然后再将管口朝上烤,把水汽烤尽。

(2) 晾干和冷风吹干,洗净的仪器如不急用,可放置干燥处,任其自然晾干。带有刻度的计

量仪器或急用仪器可以采用有机溶剂法,即将易挥发的有机溶剂(酒精、丙酮等倒入已洗净的

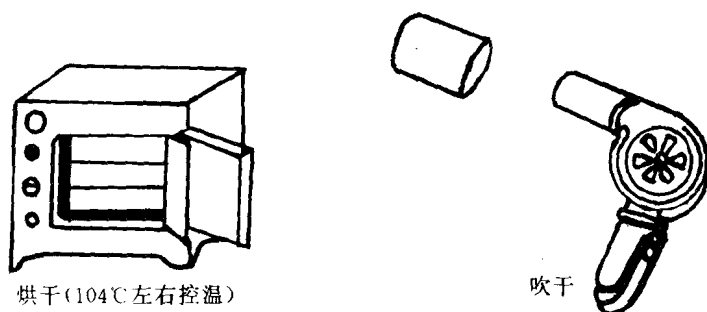


图1 烘干和吹风干燥

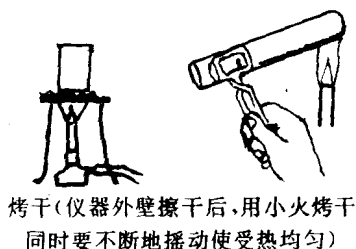


图2 烧杯与试管的烤干

仪器中,倾斜并转动仪器,使仪壁的水与有机溶剂互溶,然后倒出自然晾干或用冷风吹干)。如图3所示。



图3 晾干和有机溶剂法快干

二、灯和电炉的使用

1. 酒精灯

酒精灯为玻璃制器,有一个带有磨口的玻璃帽(也有用塑料帽的),如图4所示,酒精易燃,使用时应特别注意安全,点燃酒精灯要用火柴,切不可用已燃的酒精灯去点燃,以免灯内的酒精泼出,引起燃烧而发生火灾事故。

往酒精灯内添加酒精时,应把火焰熄灭,然后借助于漏斗把酒精加入灯内,但注意灯内酒精只能以装灯内的总容量 $2/3$ 为宜。酒精灯不用时,立即盖上盖子,熄灭火焰,而不能用嘴去吹灭。



图4 酒精灯的构造

2. 煤气灯

煤气灯是利用煤气燃烧发热的加热装置。其结构如图5所示。观察煤气灯的构造,可以取下灯管,这时可以看到灯座的空气入口和煤气出口,转动灯管,能够完全关闭。可不同程度地开放空气入口,以调节空气的输入量。灯座下的旋针可控制煤气的输入量。

当煤气安全燃烧时,生成不发光亮的无色火焰(或浅蓝色),可以得到最大的热量,一般燃灯的火焰是分层分布,各焰层的温度有高低不同。如图 6 及图 7 所示,为使燃灯的火焰正常,应调节好空气和煤气的流量。若两者的流量都很小,则煤气仅在灯管内燃烧而产生“侵入火焰”;若煤气量很小,而空气流量很大,则产生“凌空火焰”,此时灯火不稳定,且易熄灭;相反,则为“黄色火焰”,说明煤气燃烧不完全,也不正常。

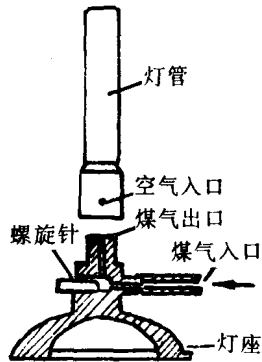


图 5 煤气灯构造

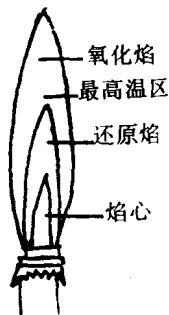


图 6 灯的火焰及温度分析

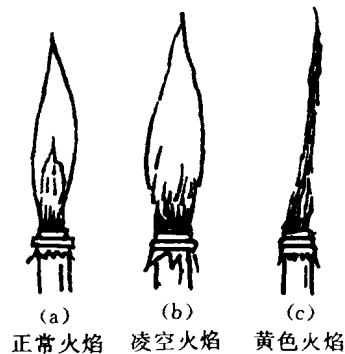


图 7 各种火焰

煤气的正常火焰层包括三部分:焰心、还原焰与氧化焰。焰心——煤气与空气的混合气体并未完全燃烧,温度较低,约为 300°C ;还原焰——煤气仅燃烧成一氧化碳,具有还原性,火焰呈淡蓝色,温度较高;氧化焰——煤气安全燃烧成二氧化碳,剩余的空气使火焰具有氧化性。火焰呈淡紫色,温度最高,约 $800-900^{\circ}\text{C}$;一般应在氧化焰处加热。

3. 酒精喷灯

酒精喷灯为金属制品,有座式和挂式等多种。如图 8 所示,其中挂式酒精喷灯最为安全,是常用的高温加热装置,挂式酒精喷灯是由一个金属制的喷灯和酒精储罐两部分组成。使用时,先在灯管下部的预热盒上放满酒精,点燃,待盒内酒精烧至灼热时,打开开关,储罐中的酒精进入喷灯中,由于燃烧过程中灯管本身始终被加热,能使流入灯管的酒精汽化而维持燃烧。调节灯管旁的开关螺栓,可以控制火焰大小,用毕,向右旋紧开关,可使灯焰熄灭。

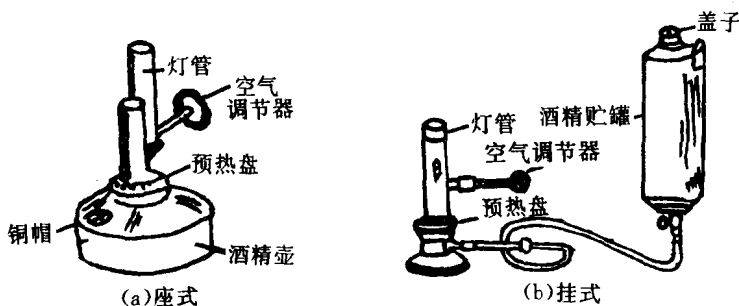


图 8 酒精喷灯类型和构造

必须注意:(1)在开启开关,点燃以前,喷灯的灯管必须已烧至灼热,否则酒精在灯管内不能完全汽化,会有液态酒精从管口喷出,形成“火雨”,甚至引起火灾。因此开始时应将酒精储罐开关开小些,待火焰正常时,再根据需要调大;(2)不用时,必须关好酒精储罐开关,以免酒精漏失,造成危险。

4. 电炉、马福炉

电炉是一种用电热丝将电能转换为热能的装置。如图9所示,温度高低可以通过调电阻来控制,试用时容器和电炉之间要隔一块石棉网,以保证受热均匀,电加热套的电热丝已用绝缘的玻璃纤维包裹,能保证受热均匀,同时加热容器面积大,能节省能量。

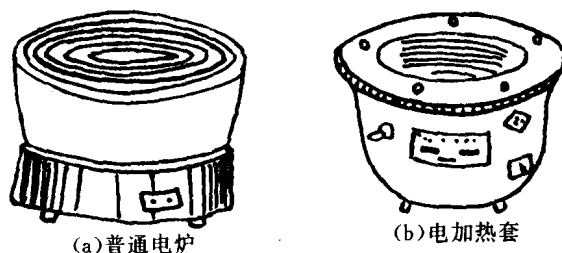


图9 普通电炉与电热套

马福炉是用电热丝或硅碳棒加热的密封炉子,如图10所示。炉膛是用耐高温材料制成的,呈长方体。一般电热丝使用的最高温度为 950°C 、硅碳棒为 1300°C 。炉内温度是用热电偶和毫伏表组成的高温计测量。并用温度控制加热温度,当炉温升至所需温度时,控制器就切断电源,当炉温低于要求控制的温度时又把电源接通。使用马福炉时,待加热的物质都必须放在能耐高温的容器(如坩锅)中,不能直接放在炉膛上,同时不能超过最高允许温度。

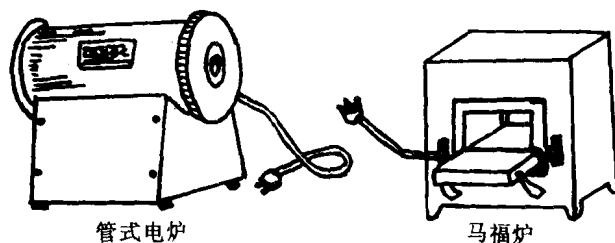


图10 常用高温加热器

使用管式电炉时,加热物体应放在瓷管或石英管中。

三、实验室的加热方法

1. 直接加热法

当试样盛在金属容器或坩锅中时,可用水直接加热。在烧杯、烧瓶中加热试样时,应将容器

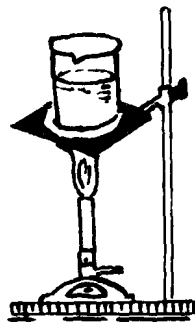


图11 烧杯加热

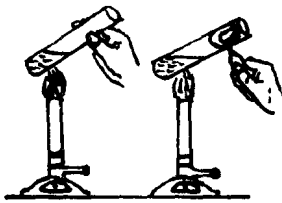


图12 加热试管中的液体

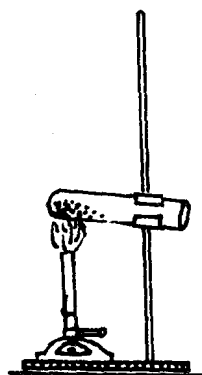


图13 加热试管中的固体

外壁的水擦干,同时必须放在石棉网上(见图 11),否则,容器容易因受热不均而破裂,其中的试样也可能由于局部过热而分解。如试样为液体,还应适时地搅拌,以防爆沸。

加热试管中的液体试样,一般可直接在火焰上加热(见图 12),但须注意以下几点:

(1) 应该用试管夹夹试管的中上部(微热时,可用拇指食指和中指夹持试管)。

(2) 试管应稍微倾斜,管口向上,以免烧坏试管夹或烧伤手指。

(3) 应使液体各部分受热均匀,先加热液体中上部,再慢慢往下移动,同时不停地上下移动,不要集中加热某一部分,否则将使液体局部受热骤然产生蒸汽,液体被冲出管外。

(4) 不要将试管口对着别人或自己,以免溶液溅出时把人烫伤。

加热试管中的固体试样时,必须使试管口稍微向下倾斜,以免凝结在试管上的水珠流到灼热的管底,而使试管炸破。试管可用试管夹夹持起来加热,有时也可用铁夹固定起来加热(见图 13)。

2. 水浴加热法

当要求被加热的物质受热均匀,温度又不超过 100°C ,可使用水浴加热,水浴锅盖是由大小不同的金属圈组成,以承受各种器皿。在蒸发皿中蒸发浓缩溶液时,一般利用蒸汽加热,如果加热的容器是锥形瓶,烧杯或试管等可直接浸入水浴中,但不要触及底部。在一些实验中可方便地用盛水大烧杯代替水浴。应注意,水浴中的水量不能超过其总容量的 $2/3$,并应随时补充少量热水,防止把水烧干。

3. 油浴加热法

加热温度在 100°C 以上, 250°C 以下时,可用油浴。油浴的优点除了加热均匀外其温度也容易控制在一定范围内。常用的油类有液体石蜡、棉子油、硬化油(如氢化棉子油)等。油浴中应悬挂温度计,以便控制温度。容器内试样的温度一般要比油浴温度低 20°C 左右。使用油浴时,要特别小心,防止着火,加热完毕后,把容器提出油液面,待附着在容器外壁上的油尽量流完后,用纸或干布把容器擦净。

4. 沙浴加热法

它是一个装有细沙的铁盘,被加热的容器的下面埋在沙中,一般用煤气灯加热,可加热到 350°C 。

四、试剂的取用法

1. 液体试剂的取法

液体试剂通常盛在细口的试剂瓶中,见光易分解的试剂如硝酸银等应盛在棕色瓶中。每个试剂瓶都必须贴上标签,并写明试剂的名称、浓度和纯度。试剂瓶的瓶塞一般都是磨口的,最常用的是平顶瓶塞试剂瓶(见图 14)。

(1) 从平顶瓶塞试剂瓶中取用试剂的方法是:先取下瓶塞把它仰放在台上。用左手的大拇指、食指和中指拿住容器(如试管、量筒等),用右手拿起试剂瓶并注意使试剂瓶上的标签对着手心,倒出所需量的试剂,倒完后,应该将试剂瓶口在容器上靠一下,再使瓶子竖直,这样可以避免遗留在瓶口的试剂流到试剂瓶的外壁(见图 15)。必须注意,倒完试剂后瓶塞须立刻盖在原来



图 14 平顶瓶塞试剂瓶

试剂瓶上,把试剂瓶放回原处,并使瓶上的标签朝外。

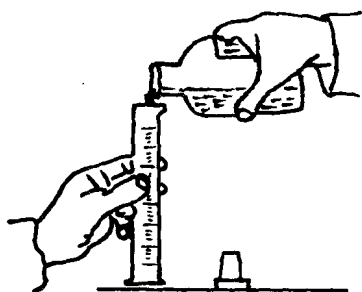


图 15 平顶瓶塞试剂瓶的操作法

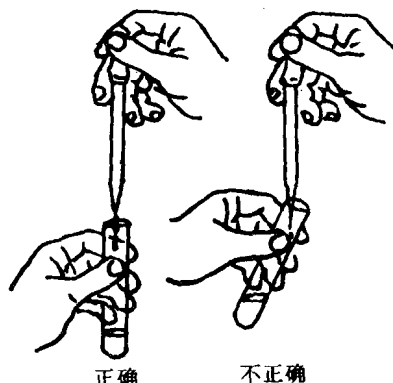


图 16 用滴管将试剂加入试管中

(2) 从滴瓶中取少量试剂的方法:瓶上装有滴管的试剂瓶称为滴瓶,滴管上部装有橡皮奶头,下部为细长的管子,试用时,提起滴管,使管口离开滴面,用右手指紧捏橡皮奶头,以赶出滴管中的空气,然后把滴管伸入试剂瓶中,放开手指,吸入试剂并滴入试管或烧杯中。

使用滴瓶时,必须注意下列各点:

(1) 将试剂滴入试管时,必须用无名指和中指夹住滴管,将它悬空地放在靠近试管的上方(见图 16),然后用大拇指和食指揪紧橡皮奶头,使试剂滴入试管中,绝对禁止将滴管伸入试管中,否则,滴管的管端将很容易碰到试管壁上而沾附了其它溶液,如果再将此滴管放回试剂瓶中,则试剂将被污染,不能再使用。

(2) 滴瓶上的滴管只能专用,不能和其它滴瓶上的滴管搞错。因此,用后应立刻将滴管插回原来的滴瓶中。

(3) 取用试剂时,不能将试剂瓶拿到自己面前,不能随便挪动试剂瓶在试剂架上的固定位置。

(4) 滴管从滴瓶上取出试剂后,应保持橡皮奶头在上,不要平放或斜放,以防滴管中的试液流入奶头,腐蚀橡皮奶头,沾污试剂。

2. 固体试剂的取法

实验室实验时固体试剂常盛在磨口的小广口瓶中,根据试剂见光易分解与否装在棕色或白色的广口瓶中,并贴上标签以注明试剂名称。取用固体试剂时,每种试剂都配有专用药匙,药匙有塑料和牛角两种,两端为大小两个匙,取量多的用大匙,量少的用小匙,应根据实验时需用量多少采用不同匙端,不要多取。取出试剂后,一定要把瓶塞盖严(注意:不要盖错盖子)将试剂瓶放回原处。

五、沉淀的分离和洗涤

1. 普通过滤(常压过滤)和洗涤沉淀的方法

当溶液中有沉淀而又要把它与溶液分离时,常用过滤法,过滤前,先将滤纸按图 17 虚线的方向对折两次,然后用剪刀剪成扇形,如果滤纸是圆形的,只需将滤纸对折两次即可,把滤纸打开成圆锥体,一边为三层,另一边为一层,放入玻璃漏斗中,滤纸放进漏斗后,其边沿应略低于漏斗的边沿(漏斗的角应该是 60° ,这样滤纸就可以完全贴在漏斗壁上,如果漏斗角度略大于或略小于 60° ,则应适当改变滤纸折叠成的角度,使与漏斗角度相适应),用手按着滤纸,用洗

瓶吹出少量蒸馏水把滤纸湿润,轻压滤纸四周,使其紧贴在漏斗上。



图 17 滤纸的折叠法

将贴有滤纸的漏斗放在漏斗架上,把清洁的烧杯放在漏斗管下面,并使漏斗与烧杯壁接触,这样滤纸可顺着杯壁流下,不致溅开来。照图 18 所示,将溶液和沉淀沿着玻璃棒靠近三层滤纸这一边缓缓倒入漏斗中,溶液滤完后,用洗瓶吹出少量蒸馏水,洗涤烧杯壁和玻璃棒,再将此溶液倒入漏斗中,等洗液滤完后,用洗瓶吹出少量蒸馏水,冲洗滤纸和沉淀,过滤时必须注意,倒入漏斗中的液体,其液面应低于滤纸边缘 1 厘米,切勿超过。

倾析法过滤:为了使过滤操作进行得较快,一般都采用“倾析法过滤”,其方法如下:过滤前,先让沉淀尽量沉降。过滤时,不要搅动沉淀,先将沉淀上面的清液小心地沿玻璃棒倒入滤纸上,待上层清液滤完后,才把沉淀转移到滤纸上,这样就不会因为滤纸小孔被沉淀堵塞而减慢过滤速度。最后,由洗瓶吹出少量蒸馏水,洗涤沉淀 1~2 次。

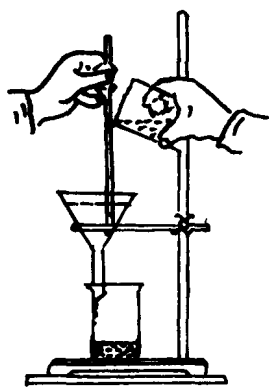


图 18 过滤



图 19 倾析洗涤法

倾析法洗涤沉淀:有时为了充分洗涤沉淀,可采用“倾析法洗涤”(见图 19)。先让烧杯中的沉淀充分沉降,然后将上层清液沿玻璃棒小心倾入另一容器或漏斗中,或将上层清液倾去,让沉淀留在烧杯中,由洗瓶吹入蒸馏水,并用玻璃棒充分搅动,然后让沉淀沉降,用上面同样的方法将清液倾出,让沉淀仍留在烧杯中,再由洗瓶吹入蒸馏水进行洗涤,这样重复数次。

用倾析法洗涤沉淀的好处是:沉淀和洗涤液能很好地混合,杂质容易洗净,沉淀在烧杯中,只倾出上层清液过滤,滤纸的小孔不会被沉淀堵塞,洗涤液容易滤过,洗涤沉淀的速度较快。

2. 吸滤法过滤(减压法过滤或抽气法过滤)为了加速过滤,常用吸滤法过滤,吸滤装置如图 20 所示,它由吸滤瓶、布氏漏斗、安全瓶和水压真空抽气管(亦称水泵)组成,水泵一般是装在实验室中的自来水上。

布氏漏斗是瓷质的,中间具有许多小瓷孔,以便使溶液通过滤纸从小孔流出,布氏漏斗必须装在橡皮塞上,橡皮塞的大小应和吸滤瓶的口径相配合,橡皮塞塞进吸滤瓶的部分一般不超过整个橡皮塞高度的 $\frac{1}{2}$ 。如果橡皮塞大小而几乎能全部塞进吸滤瓶,则在吸滤时整个橡皮塞

将被吸进吸滤瓶而不容易取出。

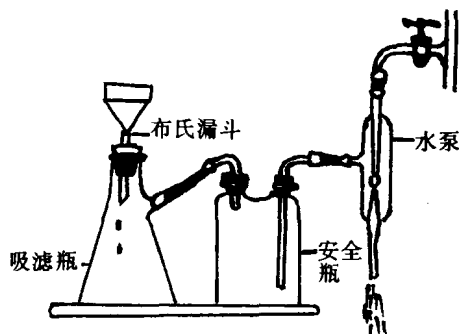


图 20 吸滤装置

吸滤瓶的支管用橡皮管和安全瓶的短管相连接,而安全瓶的长管则和水泵相连接,其中安全瓶的作用是防止水泵中的水产生溢流而倒灌入吸滤瓶中。这是因为在水泵中的水压有变动时,常会有水溢流出来。在发生这种情况时,可将吸滤瓶和安全瓶拆开,将安全瓶中的水倒出,再重新把它们连接起来。如不要滤液,也可不用安全瓶。

吸滤操作,必须按照下列步骤进行:

(1) 做好吸滤前的准备工作,检查装置:

① 安全瓶的长管接水泵,短管接吸滤瓶;

② 布氏漏斗的颈口应与吸滤瓶的支管相对,便于吸滤。

(2) 贴好滤纸:滤纸的大小应剪得比布氏漏斗的内径略小,以能恰好盖住瓷板上的所有小孔为度,先由洗瓶吹出少量蒸馏水润湿滤纸,再启开水泵,使滤纸紧贴在漏斗的瓷板上,然后才能进行过滤。

(3) 过滤时,应采用倾析法,先将澄清的溶液沿玻璃棒倒入漏斗中,滤完后再将沉淀移入滤纸的中间部分。

(4) 过滤时,吸滤瓶内的滤液面不能达到支管的水平位置,否则滤液被水泵抽出。因此,当滤液快上升至吸滤瓶的支管处时,应拔去吸滤瓶上的橡皮管,取下漏斗,从吸滤瓶的上口倒出滤液后,再继续吸滤,但须注意,从吸滤瓶的上口倒出滤液时,吸滤瓶的支管必须向上。

(5) 在吸滤过程中,不得突然关闭水泵。如欲取出滤液,可需要停止吸滤,应先将吸滤瓶支管的橡皮管拆下,然后再关上水泵。否则水将倒灌,进入安全瓶。

(6) 在布氏漏斗内洗涤沉淀时,应停止吸滤,让少量洗涤剂缓慢通过沉淀,然后进行吸滤。

(7) 为了尽量抽干漏斗上的沉淀,最后可用一个平顶的试剂瓶塞挤压沉淀。

过滤完后,应先将吸滤瓶支管的橡皮管拆下,关闭水泵,再取下漏斗,将漏斗的颈口朝上,轻轻敲打漏斗边缘,即可使沉淀脱离漏斗,落入预先准备好的滤纸上或容器中。

用吸滤法过滤时,除了布氏漏斗以外,还常用玻璃砂芯漏斗(见图 21)和玻璃砂芯坩埚(见图 22)。

玻璃砂芯漏斗或玻璃砂芯坩埚是带有微孔玻璃砂芯底板的过滤器,按微孔大小的不同分成 1~6 号,号数小的微孔大;号数愈大,微孔愈小。根据沉淀颗粒的大小,可选择不同的号数,最常用的是 3 号或 4 号。

3. 试管中的沉淀与溶液的分离和沉淀的洗涤方法,试管中少量溶液与沉淀的分离可以采

用下法：将溶液静止片刻，让沉淀沉降在管底。取一只滴管用手指捏紧橡皮奶头，将滴管的尖端



图 21 玻璃砂芯漏斗

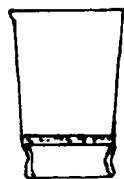


图 22 玻璃砂芯坩埚

插入液面以下，但不接触沉淀，然后缓缓放松橡皮管奶头，尽量吸出上面清液，同时注意不要将沉淀吸入管中，如图 23 所示。

如要洗涤试管中存留的沉淀，可由洗瓶吹入少量蒸馏水，用玻璃棒搅拌静置片刻，使沉淀沉降，再按上法将上层清液尽可能地吸尽，重复洗涤沉淀 2~3 次。

4. 离心分离法

试管中少量溶液与沉淀的分离常采用离心分离法，操作简单而迅速，常用的离心机有手摇的（见图 24）和电动的（见图 25）两种。

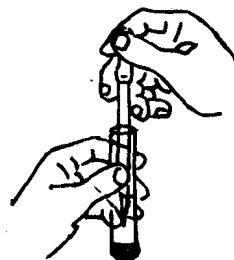


图 23 用滴管吸去上层清液

将盛有沉淀的小试管或离心试管放入离心机的试管套内，在与之相对称的另一试管套内也要装入一支盛有相等溶剂水的试管，这样可使离心机的两臂保持平衡，然后缓慢而均匀地摇动离心机，再逐渐加速。1~2 分钟后停止摇动，让离心机自然停下，在任何情况下，都不能猛力启动离心机，或在未停止前用手按住离心机的轴，强制其停下来，否则离心机很易损坏，而且容易发生危险。

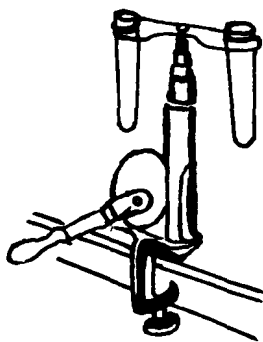


图 24 手摇离心机

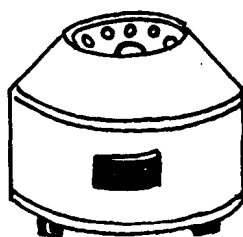


图 25 电动离心机

电动离心机的使用方法和注意事项与手摇离心机基本相同。

通过离心作用，沉淀紧密聚集在试管的底部或离心管底部的尖端，溶液则变清，沉淀和清液的分离以及沉淀的洗涤即可按照上面的方法进行。

六、溶解与结晶

1. 固体的溶解、固体的颗粒较大时，在溶解前应先进行粉碎，少量固体可在洗净和干燥的研钵中进行，所盛固体量一般不超研钵容量的 $\frac{1}{3}$ 。

溶解固体时,常用搅拌、加热等方法加快溶解速度,加热时应注意被加热物质的稳定性,以选用不同的加热方法。

2. 蒸发与浓缩,一般是在水浴上进行,若溶液太稀,可先放在石棉网上直接加热蒸发,再放在水浴上加热蒸发,蒸发的快慢不仅和温度的高低有关,而且和被蒸发液体的表面大小有关,常用的蒸发容器是蒸发皿,蒸发皿内所盛的液体量一般不超其容量的 $2/3$ 。

3. 重结晶,这是提纯固体的一个主要方法,把待提纯的物质溶解在适当的溶剂中,经除去杂质离子,滤去不溶物质后,进行蒸发浓缩。浓缩到一定浓度的溶液,经冷却就会析出溶质的晶体,析出晶体颗粒的大小与条件有关。如果溶液浓度较高,溶质的溶解度较小,冷却得较快,并不时搅拌溶液,摩擦四壁,则析出晶体就较小,如果溶液浓度不高,投入一小粒晶种后并缓慢冷却(如放在温水浴上冷却),这样就能得到较大的晶体。

晶体颗粒的大小要适当,颗粒较大且均匀的晶体挟带母液较少,易于洗涤,晶体太大且大小不匀时,能形成稠厚的糊状物,带母液较多,不宜洗净,只得到几粒大晶体时,母液中剩余的溶质较多,损失较大,所以结晶颗粒大小适宜且较为均匀有利于物质的提纯,如果剩余母液太多,还可再进行浓缩、结晶,但晶体的纯度不如第一次高。

当结晶一次所得物质的纯度不合要求时,可重新加入尽量少的溶剂溶解晶体,经蒸发后再进行结晶,这样可提高晶体的纯度,但产率则相应降低一些。

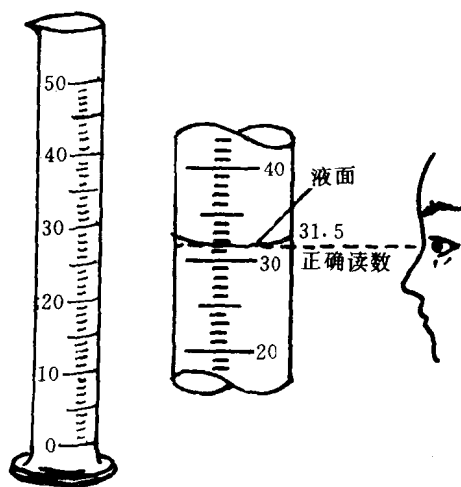


图 26 量筒及其读数法

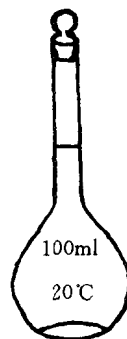


图 27 容量瓶

七、量筒和容量瓶的使用方法

1. 量筒

量筒是量取液体试剂的量具,它是一种具有刻度的玻璃圆筒,量筒的容量分为 10ml、50ml、100ml、500ml、1000ml 等数种。使用时,把要量取的液体注入量筒中,手拿量筒的上部,让量筒竖直,使量筒内液体凹面的最低处与视线保持水平,然后读出量筒上的刻度,即得液体的体积(见图 26)。

在某些实验中,如果不需要十分准确地量取试剂,可以不必每次都用量筒,只要学会估计从试剂瓶内倒出液体的量即可。例如,知道 2ml 液体占一支 15ml 试管总容量的几分之几,移取 2ml 液体应该由滴管中滴出多少滴液体等等。