

• 高等学校教学用书 •

无机化学实验

张霞 主编

李光禄 王毅 副主编



冶金工业出版社

<http://www.cnmp.com.cn>

高等学校教学用书

无机化学实验

张 霞 主编

李光禄 王 毅 副主编

北 京

冶金工业出版社

2009

内 容 简 介

本实验教材是结合近年来的无机化学实验教学实践经验,改革了原有的基础实验项目,加强了元素及其化合物的性质相关实验内容,增加了研究性、设计性及联系生活实际的实验内容,并在此基础上安排了系统的综合性实验。本实验教材主要内容包括化学实验基础知识、常用实验仪器工作原理及操作、基本操作与基本原理实验、元素及化合物的性质、无机化合物的合成与提纯、生活中的化学实验、综合性实验、附录。

本实验教材既可作为理工科院校、冶金工程、环境工程、应用化学等理工科专业的实验教科书,也可作为其他院校同类课程的实验教学参考书。

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/张霞主编. —北京:冶金工业出版社,
2009.2

高等学校教学用书

ISBN 978-7-5024-4788-5

I. 无… II. 张… 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(2009)第 006920 号

出 版 人 曹胜利

地 址 北京北河沿大街嵩祝院北巷 39 号,邮编 100009

电 话 (010)64027926 电子信箱 postmaster@cnmip.com.cn

责任编辑 王之光 美术编辑 李 心 版式设计 张 青

责任校对 卿文春 责任印制 牛晓波

ISBN 978-7-5024-4788-5

北京百善印刷厂印刷;冶金工业出版社发行;各地新华书店经销

2009 年 2 月第 1 版,2009 年 2 月第 1 次印刷

787mm×1092mm 1/16; 13 印张; 341 千字; 196 页; 1-2500 册

26.00 元

冶金工业出版社发行部 电话:(010)64044283 传真:(010)64027893

冶金书店 地址:北京东四西大街 46 号(100711) 电话:(010)65289081

(本书如有印装质量问题,本社发行部负责退换)

前 言

近年来，国家对于创新型、研究型的高素质人才的需求越来越高，实验课程在本科教育体系中的重要性也逐渐提高。众所周知，化学是一门以实验为基础的科学，许多化学的理论和规律都是从实验中总结出来的，同时对任何理论的应用和评价，也都要依据实验的探索和检验，所以化学教学离不开实验教学。无机化学实验是无机化学教学的重要组成部分，是学生动手能力、实践能力的重要培养环节。随着学科的发展，实验内容、实验技术和教学方式也在不断进行改革与创新。无机化学实验课的目的，是使学生通过亲自动手做实验，对实验现象的观察和实验数据、实验结果的处理和总结，进一步加深对无机化学基本概念和理论的理解，掌握化学实验的基本操作技能，培养学生独立工作和独立思考的能力，实事求是的科学态度，理论联系实际的科学方法以及准确、细致、整洁等良好的科学学习习惯，使学生具有较高的科学实验素质，为以后的专业学习和科学研究工作打下坚实的基础。

东北大学无机化学实验课程面向冶金工程、环境工程、应用化学等理工科专业，由于专业之间有一定差异，因此对化学实验课程的教学要求也各不相同。化学实验课程在建设过程中始终坚持“以学生为本，知识传授、能力培养、素质提高、协调发展”的教育理念，在重视基础实验技能传授的基础之上，采取灵活多变的教学方式，激发学生自主学习的兴趣，培养学生综合实验素质。在这种教育理念的指导下，确定了无机化学实验教学改革思路：在实验教学内容改革方面，合理设计实验教学内容；在完成基础实验技能传授前提下，增加研究性、设计性和综合性实验的比例，提高学生的创新能力；在设计性实验中，充分发挥学生自主学习能力，自主设计实验方案和解决实验中的问题；在实验方法和手段改革上，调动学生的实验积极性，提高学生主动获取知识、查阅资料、综合解决实验问题的能力，使科学教育与人文教育相结合；在实验指导方式上，以开放实验教学为主，发挥实验教学的灵活性。

本教材结合了我校近年来的无机化学实验教学改革实践经验，本着基础实验技能训练与综合实验素质提高并重的原则，在内容的编排上，力争涵盖学生

实验能力培养的各个阶段,改革了原有的基础实验项目,加强了元素及其化合物的性质相关实验内容,增加了研究性、设计性及联系生活实际的实验内容,并在此基础上安排了系统的综合性实验。每个综合实验由3~5个小实验组成,要求学生查阅相关的文献资料,制订实验方案后才能完成相应实验内容,同时由于实验内容之间的关联性,要求学生必须具有严谨认真的学习态度。在综合性实验项目中,增加一些较先进的实验技术,如微波合成技术等。第6章生活中的化学实验可极大提高学生的学习兴趣和兴趣,可作为文科专业学生开放实验。

参加本书的编写和实验工作的有张霞、王林山、李光禄、王毅、徐君莉、王育红、张庆功、范有静等同志。各章的具体内容和作者分别为:第1章,化学实验基础知识(王毅);第2章,常用实验仪器工作原理及操作(李光禄);第3章,基本操作与基本原理实验(王毅);第4章,元素及化合物的性质(徐君莉);第5章,无机化合物的合成与提纯(王林山);第6章,生活中的化学实验(李光禄);第7章,综合性实验(张霞,徐君莉)。全书由张霞统稿。

本书可作为高等院校,特别是以工科为主的综合性大学无机化学基础课的实验用书。

由于作者的水平所限,书中难免有不妥之处,望读者批评指正。

作 者
2008年9月

目 录

1 化学实验基础知识	1
1.1 化学实验室安全守则	1
1.2 化学意外事故紧急处理办法	2
1.3 常见玻璃仪器及使用	3
1.4 无机化学实验基本操作	9
1.5 误差与有效数字处理	23
1.6 实验报告参考格式	27
2 常用实验仪器工作原理及操作	30
2.1 电子天平	30
2.2 酸度计	31
2.3 电导率仪	34
2.4 高速台式离心机	35
2.5 电位差计	36
2.6 紫外-可见分光光度计	37
2.7 高压反应釜	40
2.8 微波合成系统	42
2.9 热重分析仪	49
2.10 金相显微镜	53
3 基本操作与基本原理实验	57
3.1 pH 法测定 HOAc 的电离常数	57
3.2 电导率法测定弱电解质的电离度和电离常数	60
3.3 离子交换法测定 CaSO_4 的溶解度	63
3.4 磺基水杨酸合铁稳定常数的测定	67
3.5 反应速率与活化能的测定	71
3.6 电极电势	75
3.7 $\text{I}_3^- \rightleftharpoons \text{I}^- + \text{I}_2$ 平衡常数的测定	78
3.8 碘化铅溶度积的测定 (分光光度法)	80
3.9 氧化还原反应和氧化还原平衡	83
3.10 弱酸弱碱的解离平衡	86
3.11 中和热的测定	91

4 元素及化合物的性质	95
4.1 主族金属元素化合物的性质 (I A、II A、铝、锡、铅、铋、铊)	95
4.2 p 区非金属元素化合物的性质	98
4.3 副族元素的性质 (一) (钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍)	104
4.4 副族元素的性质 (二) (铜、银、锌、镉、汞、铂、钨)	110
4.5 氧化还原反应与配位化合物	114
4.6 未知固体的鉴定	118
4.7 分子结构和晶体结构模型	122
5 无机化合物的合成与提纯	126
5.1 海盐制备试剂级氯化钠	126
5.2 重铬酸钾的制备	129
5.3 硫代硫酸钠的制备	131
5.4 三氯化六氨合钴 (III) 的制备	133
5.5 铝钾矾和铬钾矾晶体制备	135
5.6 氮化硼的制备	137
6 生活中的化学实验	140
6.1 海带中提取碘	140
6.2 水的净化	142
6.3 利用废铝罐制备明矾	145
6.4 铝的阳极氧化	147
6.5 由废铜粉制备硫酸铜	149
6.6 废铁屑制备 FeCl_3 (设计实验)	151
6.7 废水处理及化学需氧量的测定	152
6.8 由废铝箔制备聚碱式氯化铝	155
6.9 日常生活中的化学	156
6.10 动、植物体中微量元素的检测	158
6.11 原子吸收分光光度法测定头发中锌元素的含量	160
7 综合性实验	163
7.1 化学反应热的测定及活性氧化锌的制备	163
7.2 从钒渣中提取五氧化二钒及 $[\text{VO}(\text{AcAc})_2]$ 的合成	165
7.3 金属氧化物无机材料的合成、表征和性能研究	168
7.4 配合物的组成及稳定常数的测定	173
附 录	184
附表 1 常用元素相对原子质量	184
附表 2 不同温度下水的饱和蒸气压	185

附表 3	实验室常用酸、碱的浓度	185
附表 4	酸碱指示剂	186
附表 5	弱酸、弱碱在水中的电离常数 (298K)	186
附表 6	常见配离子的稳定常数	188
附表 7	溶度积常数	188
附表 8	标准电极电势 (298.15K)	190
附表 9	常见阳离子的鉴定方法	192
附表 10	常见阴离子的鉴定方法	194
附表 11	特殊试剂的配制	195

1 化学实验基础知识

1.1 化学实验室安全守则

在进行化学实验时，经常使用水、电、煤气，并经常遇到一些有毒、有腐蚀性或者易燃、易爆的物质，不正确或不经心的操作，以及忽视操作中必须注意的事项，都能够造成火灾、爆炸和其他不幸事故的发生。发生事故不仅危害个人，还会危害周围的人或环境，使国家财产受到损失，影响工作的正常进行。因此，重视安全操作，熟悉一般的安全知识是非常必要的。为保证实验室安全，要求每个同学在思想上高度重视安全问题，实验前应充分了解有关安全方面的知识。实验时要有条有理，井然有序，严格遵守操作规程，以避免事故的发生。

(1) 一切盛有药品的试剂瓶应有标签。剧毒药品布设专柜并加锁保管，必须制定保管和使用制度，并严格遵守。挥发性有机药品应放在通风良好的处所、冰箱或铁柜内。爆炸性药品，如高氯酸、高氯酸盐、过氧化氢以及高压气体等，应放在阴凉处保管，不得与其他易燃物放在一起，移动时不得剧烈震动。高压气瓶的减压阀严禁油脂污染。

(2) 严禁将玻璃器皿当作餐具，严禁试剂入口（包括有毒的和无毒的），严禁在实验室内饮食、吸烟。有毒试剂不得接触皮肤和伤口，更不能进入口内。用移液管吸取有毒样品（如铬盐、钡盐、铅盐、砷化物、氰化物、汞及汞的化合物等）及腐蚀性药品（如强酸、强碱、浓氨水、浓过氧化氢、冰醋酸、氢氟酸和溴水等）时，应用吸球操作，不得用嘴。有毒废液不允许随便倒入下水管道，应回收后集中处理。

(3) 产生有毒、有刺激性气体（如 H_2S 、 Cl_2 、 Br_2 、 NO_2 、 CO 等）的实验以及使用 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等浓酸或使用汞、磷、砷化物等有毒物质时，应在通风橱内进行。当需要嗅闻气体的气味时，严禁用鼻子直接对着瓶口或试管口，而应当用手轻轻扇动瓶口或管口，并保持适当距离进行嗅闻。

(4) 开启易挥发的试剂瓶时（尤其在夏季），不可使瓶口对着他人或自己的脸部，因为开启瓶口时会有大量气体冲出，如果不小心容易引起伤害事故。

(5) 使用浓酸、浓碱等具有强腐蚀性试剂时，切勿溅在皮肤和衣服上，必要时应戴上防护眼镜和橡胶手套。稀释浓硫酸时，必须在耐热容器内进行，且应将浓硫酸慢慢倒入水中，而不能将水往浓硫酸里倒，以免迸溅。溶解 NaOH 、 KOH 等发热物时，也必须在耐热容器内进行。如需要将浓酸和浓碱中和时，必须先进行稀释。

(6) 使用易燃的有机试剂（如乙醇、丙酮等）时，必须远离火源，用完立即盖紧瓶塞。钾、钠、白磷等在空气中易燃烧的物质，应隔绝空气存放（钾、钠保存在煤油中，白磷保存在水中），取用时必须用镊子夹取。

(7) 加热和浓缩液体的操作应十分小心。不能俯视正在加热的液体，更不能将正在加热的试管口对着自己或别人，以免液体溅出伤人。浓缩溶液时，特别是有晶体出现之后，要不停地搅拌，避免液体迸溅，溅入眼睛、皮肤或衣服上。

(8) 实验中如需加热易燃药品或用加热的方法排除易燃组分时, 应在水浴或电热板上缓慢地进行, 严禁用电炉或火焰直接加热。腐蚀性物品严禁在烘箱内烘烤。

(9) 加热试管应使用试管夹, 不允许手持试管加热。加热至红热的玻璃器件(玻璃棒、玻璃管、烧杯等)不能直接放在实验台上, 必须放在石棉网上冷却。由于灼热的玻璃与冷玻璃在外表上没什么区别, 因此特别注意不要错握热玻璃端, 以免烫伤。

(10) 对于性质不明的化学试剂, 严禁任意混合。严禁氧化剂与可燃物一起研磨, 严禁在纸上称量 Na_2O_2 或性质不明的试剂, 以免发生意外事故。

(11) 玻璃管(棒)的切割、玻璃仪器的安装或拆卸、塞子钻孔等操作, 往往容易割破手指或弄伤手掌, 应戴手套并按照安全使用玻璃仪器的有关操作规程去做。玻璃管或玻璃棒在切割后应立即烧圆。往玻璃管上安装橡皮管时, 应先用水或甘油浸润玻璃管, 再套橡皮管。玻璃碎片要及时清理。

(12) 实验室所有药品不得携带出室外, 用剩的有毒药品应交还给老师。

(13) 实验完毕后, 应关闭水、电、煤气, 整理好实验用品, 把手洗净, 方可离开实验室。

1.2 化学意外事故紧急处理办法

实验室一旦发生意外事故, 应积极采取以下措施进行救护:

(1) 割伤。被玻璃割伤时, 伤口内若有玻璃碎片, 需先挑出, 然后用消毒棉棒清洗伤口, 或生理盐水或硼酸液擦洗, 涂上紫药水或撒些消炎粉包扎, 必要时送医院治疗。

(2) 烫伤。若伤势较轻, 可用 10% KMnO_4 溶液擦洗烫伤处; 若伤势较重, 涂敷烫伤膏或万花油并用油纱绷带包扎, 切勿用冷水冲洗。

(3) 酸或碱腐蚀伤害皮肤或眼睛时, 可用大量的水冲洗。冲洗时水流不要直射眼球, 也不要揉搓眼睛。酸腐蚀致伤可用饱和碳酸氢铵、3% ~ 5% 碳酸氢钠或稀氨水冲洗, 然后再用水冲洗并涂抹凡士林油膏。对于碱腐蚀致伤可用大量清水冲洗, 直至无滑腻感, 也可用食用醋、5% 醋酸或 3% 硼酸冲洗, 最后用水冲洗。如果碱液溅入眼内, 立即用大量水冲, 再用 3% 硼酸溶液淋洗, 最后用蒸馏水冲洗。严重时到医院救治。

(4) 吸入刺激性或有毒气体(如氯、氯化氢)时, 可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气解毒。因吸入硫化氢气体感到不适(头晕、胸闷、欲吐)时, 立即到室外呼吸新鲜空气。

(5) 溴腐蚀。若遇溴腐蚀, 可用乙醇或 10% 硫代硫酸钠溶液洗涤伤口, 再用水冲洗干净, 并涂敷甘油。

(6) 磷灼伤。用 5% 硫酸铜溶液洗涤伤口, 并用浸过硫酸铜溶液的绷带包扎, 或用 1:1000 的高锰酸钾溶液湿敷, 外涂保护剂并包扎。

(7) 误食毒物。误食毒物, 必须催吐、洗胃, 再服用解毒剂。催吐时可喝少量 1% 硫酸铜或硫酸锌溶液(一般 15 ~ 25mL, 最多不超过 50mL), 内服后, 用手指伸入咽喉部, 促使呕吐, 吐出毒物, 然后立即送医院治疗。

(8) 汞中毒预防。汞的可溶性化合物如氯化汞、硝酸汞都是剧毒物品。实验中应特别注意金属汞(如使用温度计、压力计, 汞电极等)。因金属汞易蒸发, 蒸气有剧毒、又无气味, 吸入人体具有积累性, 容易引起慢性中毒, 所以切不可麻痹大意。为减少室内的汞蒸气, 贮汞容器应是紧密封闭, 汞表面加水覆盖, 以防蒸气逸出。若不慎将汞洒在地上, 它会散成许多小珠溅落到各处, 形成表面积很大的蒸发面, 此时应立即用滴管或毛笔尽可能

将它收起，然后用锌皮接触使其成合金而消除之，最后再撒上硫黄粉，使汞与硫反应产生不挥发的硫化汞，或用三氯化铁溶液处理。此外，废汞切不可倒入水槽冲入下水管道，因为它会积聚在水管套头处，长期蒸发，毒化空气，误洒入水槽的汞也应及时消除，使用和贮存汞的房间应保持通风。

(9) 不慎触电或发现严重漏电时，立即切断电源，再采取必要的处理措施。

(10) 火灾。有机物着火应立即用湿布或砂扑灭，火势太大则用泡沫灭火器扑灭。电器着火，应立即切断电源，再用四氯化碳或二氧化碳灭火器扑灭，不能用泡沫灭火器。当身上衣服着火时，应立即脱下衣服，或就地卧倒打滚、或用防火布覆盖着火处。因药品引起的化学火灾应根据化学药品的性质选择灭火器。不能贸然用水，因水能和某些化学药品（如金属钠）发生剧烈反应而引起更大的火灾。

1.3 常见玻璃仪器及使用

1.3.1 烧杯

烧杯以容积大小（mL）表示。一般规格为 50、100、200、400、1000、2000。主要用作反应容器、配制溶液、蒸发和浓缩溶液。加热时放在石棉网上（石棉网则放在铁三脚架上），一般不直接加热。使用时，反应液体体积不得超过烧杯容量的 $\frac{2}{3}$ 。

1.3.2 试管

试管分硬质试管、轻质试管、普通试管和离心试管。普通试管以管外径（mm）× 长度（mm）表示，一般有 12×150 、 15×100 和 30×200 等规格。离心试管以容积（mL）表示，一般有 5、10 和 15 等规格。离心试管主要用于沉淀分离。试管可用于少量试剂的反应容器，使用时反应液体体积不超过试管容积的 $\frac{1}{2}$ ，加热时不超过 $\frac{1}{3}$ 。离心试管不可直接加热。

1.3.3 量筒

量筒以所能量取的最大容积（mL）表示。在准确度要求不是很高时，可用来量取液体。读数时，应使眼睛的视线和量筒内凹液面的最低点保持水平。不可加热，不能用作反应容器，不可量热的液体。量筒读数方法如图 1.1 所示。

1.3.4 蒸发皿

如图 1.2 所示，蒸发皿以口径（mm）或容积（mL）表示。材质有瓷质、石英或金属等制

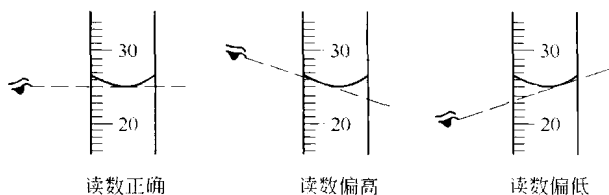


图 1.1 量筒读数方法



图 1.2 蒸发皿

品，分有柄和无柄两种。随液体不同可选用不同质地的蒸发皿，可作反应容器、蒸发和浓缩溶液用。它对酸、碱的稳定性好，可耐高温，但不宜骤冷，可以直接加热。使用蒸发皿时，将蒸发皿放在泥三角上，先用小火预热，后加大火焰。要用预热过的坩埚钳取拿热的蒸发皿，并把它放在石棉网上，不能直接放在台面上，以免烧坏台面。高温时不能用冷水去洗涤或冷却，以免破裂。

1.3.5 坩埚和泥三角

坩埚如图 1.3 所示，以容积 (mL) 表示。材质有瓷、石英、铁、镍、铂等，灼烧固体用。一般忌骤冷、骤热，依试剂性质选用不同材质的坩埚。使用时注意事项与蒸发皿相同。

泥三角 (图 1.4) 有大小之分，泥三角用铁丝拧成，外套瓷管，加热坩埚和蒸发皿用。

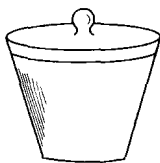


图 1.3 坩埚

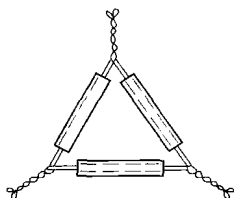


图 1.4 泥三角

1.3.6 坩埚钳

如图 1.5 所示，坩埚钳用铁或铜合金制造，表面镀镍或铬，有大小、长短的不同。用来夹持热的蒸发皿、坩埚及坩埚盖。夹持铂坩埚的坩埚钳尖端应包有铂片，以防高温时钳子的金属材料与铂形成合金，使铂变脆。坩埚钳用后，应尖端向上平放在实验台上。如温度很高，则应放在石棉网上。实验完毕后，应将钳子擦干净，放入实验柜中，干燥放置。



图 1.5 坩埚钳

1.3.7 称量瓶

称量瓶 (图 1.6) 以外径 (mm) × 高 (mm) 表示。称量瓶为带有磨口塞的小玻璃瓶，用来精确称量试样或基准物的容器。称量瓶的优点是质量轻，可以直接在天平上称量，并有磨口塞，可以防止瓶中的试样吸收空气中的水分，因此称量时应盖紧玻璃塞。

使用称量瓶时，不能直接用手拿取，因为手的温度高而且有汗，会使称量结果不准确。因此拿取称量瓶时，应该用洁净的纸条将其套住，再用手捏住纸条。

1.3.8 干燥器

干燥器是用来干燥或保存干燥物品 (图 1.7) 的，以外径尺寸 (mm) 表示。干燥器分为普通干燥器和真空干燥器。器内由一块有圆孔的瓷板将其分成上、下两室，下室放干燥剂，上室放待干燥物品。为防止物品落进下室，常在瓷板下衬垫一块铁丝网。

装干燥剂前，先用干抹布将瓷板和内壁抹干净，一般不用水洗，因为不能很快地干燥。装干燥剂时，可用一张稍大的纸折成喇叭形，插入干燥器底，大口向上，从中倒入干燥剂，可使干燥器壁免受沾污。干燥剂装到下室的一半即可，装得太多容易沾污干燥物品。干燥剂一般可

用变色硅胶，当蓝色的硅胶变成红色（钴盐的水合物）时，即应将硅胶取出重新烘干。常用的干燥剂如表 1.1 所示。

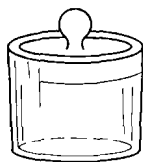


图 1.6 称量瓶

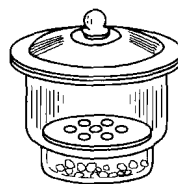


图 1.7 干燥器

表 1.1 常用的干燥剂

干燥剂	298 K 时, 1L 干燥后的空气中残留的水分/mg	再生方法
CaCl_2 (无水)	0.14 ~ 0.25	烘干
CaO	3×10^{-3}	烘干
NaOH (熔融)	0.16	熔融
MgO	8×10^{-3}	再生困难
CaSO_4 (无水)	5×10^{-3}	于 503 ~ 523 K 加热
H_2SO_4 (95% ~ 100%)	3×10^{-3} ~ 0.30	蒸发浓缩
$\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$ (无水)	5×10^{-4}	减压下, 于 493 K 加热
P_2O_5	$< 2.5 \times 10^{-5}$	不能再生
硅胶	约 1×10^{-3}	于 383 K 烘干

干燥器的沿口和盖沿均为磨砂平面，用时涂敷一薄层凡士林以增加其密闭性。开启或关闭干燥器时，用左手向右抵住干燥器身，右手握盖的圆把手向左平推盖（图 1.8），取下的盖子应盖里朝上、盖沿向外放在实验台上。灼热的物体放入干燥器前，应先在空气中冷却 30 ~ 60 s。放入干燥器后，为防止干燥器内空气膨胀将盖子顶落，反复将盖子推开一道细缝，让热空气逸出，直至不再有热空气排出时再盖严盖子。

搬移干燥器时，务必用双手拿着干燥器和盖子的沿口（图 1.9），以防盖子滑落打碎。



图 1.8 干燥器的开启和关闭

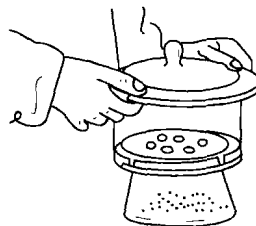


图 1.9 干燥器搬移

应当注意，干燥器内并非绝对干燥，这是因为各种干燥剂均具有一定的蒸气压。灼烧后的坩埚或沉淀若在干燥器内放置过久，则由于吸收了干燥器内空气中的水分而使质量略有增加，应严格控制坩埚在干燥器内的冷却时间。此外，干燥器不能用来保存潮湿的器皿或沉淀。

1.3.9 移液管和吸量管

要准确移取一定体积的液体时，常使用吸管。吸管有无分度吸管（又称移液管）和有分

度吸管（又称吸量管）两种。移液管是中间有一大肚（称为球部）的玻璃管，球部上和下是均匀细窄的管颈，上端管颈刻有一条标线。常用的移液管有 2mL、5mL、10mL、25mL、50mL 等规格。吸量管是具有分刻度的玻璃管，常用的吸量管有 1mL、2mL、5mL、10mL 等规格。

移取溶液前，首先用滤纸将吸管尖端内外水吸去，然后用欲移取的溶液润洗 2~3 次，以确保所移取溶液的浓度不变。移取溶液时，用右手的拇指和中指拿住管颈上方，下端插入溶液中，左手拿吸耳球，先把球中空气压出，然后将球的尖端接在移液管口，慢慢松开左手使溶液吸入管内。当液面升高到刻度以上时，移去吸耳球，立即用右手的食指按住管口，将移液管

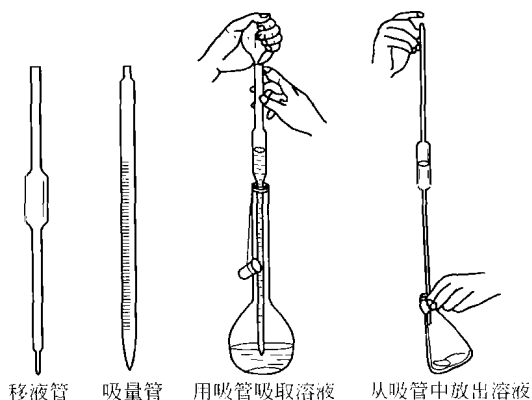


图 1.10 移液管、吸量管及操作

下端提出液面，移动移液管时不可用力甩动。略微放松食指，用拇指和中指轻轻捻转管身，使液面平稳下降，直到溶液的弯月面与标线相切时，立即用食指压紧管口，使液体不再流出。取出移液管，以干净滤纸片擦去移液管末端外部的溶液，但不得接触下口，然后插入盛溶液的器皿中，管的末端仍靠在器皿内壁。此时移液管应垂直，承接的器皿倾斜，松开食指，让管内溶液自然地沿器壁流下，等待 10~15s 后，拿出移液管，残留在移液管末端的溶液，不可用外力使其流出，因移液管的容积不包括末端残留的溶液。移液管、吸量管及操作如图 1.10 所示。

1.3.10 容量瓶

容量瓶是一种细颈梨形的平底瓶，带有磨口塞。瓶颈上刻有环形标线，表示在所指温度下（一般为 20℃）液体充满至标线时的容积。容量瓶主要用来把精确称量的物质配制成标准浓度的溶液，或是将准确容积及浓度的浓溶液稀释成准确浓度及容积的稀溶液。常用的容量瓶有 25mL、50mL、100mL、250mL、500mL、1000mL 等各种规格。

容量瓶使用前应检查是否漏水。检查的方法如下：注入自来水至标线附近，盖好瓶塞，右手托住瓶底，将其倒转，观察瓶塞周围是否有水渗出。如果不漏，再把塞子旋转 180°塞紧、倒置，如仍不漏水，则可使用。使用前必须把容量瓶按容量器皿洗涤要求洗涤干净。容量瓶与塞要配套使用，瓶塞需用尼龙绳系在瓶颈上，以防掉下摔碎。系绳不要很长，约 2~3cm，以可启开塞子为限。

配制溶液时，将精确称量的试剂放在小烧杯中，加入少量水，搅拌使其溶解（若难溶，可盖上表面皿，微热使其溶解，但必须放冷后才能转移）。沿玻璃棒把溶液转移入容量瓶中，如图 1.11a 所示。然后用少量蒸馏水洗涤杯壁 3~4 次，每次的洗液按同样操作转移入容量瓶中。当溶液盛至容积的 2/3 时，应将容量瓶摇晃初步混匀（注意不能倒转容量瓶）。在接近标线时，用滴管或洗瓶逐滴加水至弯月面最低点恰好与标线相切。盖紧瓶塞，用食指压住瓶塞，另一只手托住容量瓶底部，倒转容量瓶，使瓶内气泡上升到顶部，边倒转边摇动，如此反复倒转摇动 2~3 次，使瓶内溶液充分混合均匀，如图 1.11b 和 c 所示。

注意：容量瓶是量器而不是容器，不宜长期存放溶液。如溶液需使用一段时间，应将溶液转移入试剂瓶中储存，试剂瓶先用该溶液润洗 2~3 次，以保证浓度不变。容量瓶不能受热，

不能在其中溶解固体。

1.3.11 研钵

如图 1.12 所示, 研钵由玻璃、瓷质、玛瑙或金属制造, 以内径大小表示, 主要用于研碎固体或固体物质的混合。可按固体的性质和硬度选用不同的研钵。使用中应注意, 大块物质只能压碎, 不能捣碎。放入研钵的物质的量不宜超过研钵容积的 $1/3$ 。易爆炸物质, 如氯酸钾等, 只能用药匙轻轻压碎, 不能研磨。



图 1.12 研钵

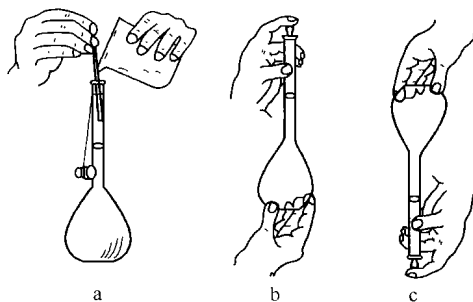


图 1.11 容量瓶的使用

1.3.12 滴瓶

如图 1.13 所示, 滴瓶以容积 (mL) 表示。用于盛放试液或溶液。滴管不得互换, 不能长时间放浓碱。

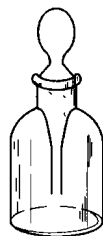


图 1.13 滴瓶

1.3.13 细口瓶和广口瓶

如图 1.14 和图 1.15 所示, 细口瓶和广口瓶以容积 (mL) 表示, 分别用于盛放液体试剂和固体试剂。

1.3.14 漏斗

如图 1.16 所示, 漏斗分长颈漏斗和普通漏斗, 以口径 (mm) 表示, 用于过滤, 不能加热。

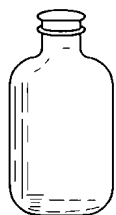


图 1.14 细口瓶



图 1.15 广口瓶



图 1.16 漏斗

1.3.15 滴定管

滴定管分酸式和碱式两种,如图 1.17 所示。酸式滴定管下端有一玻璃活塞,碱式滴定管下端用橡皮管连接一端有尖嘴的小玻璃管,橡皮管内装一个玻璃珠,以代替玻璃活塞。

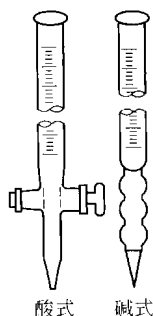


图 1.17 滴定管

除了碱性溶液应装在碱式滴定管内之外,其他溶液都使用酸式滴定管。滴定管的使用方法如下:

(1) 检漏。使用滴定管前应检查它是否漏水,活塞转动是否灵活。若酸式滴定管漏水或活塞转动不灵,应给活塞重新涂凡士林。碱式滴定管漏水,需要更换橡皮管或换个稍大的玻璃珠。

活塞涂凡士林方法:将管平放,取出活塞,用滤纸条将活塞和塞格擦干净,在活塞粗的一端和塞槽小口那端,全圈均匀地涂上一薄层凡士林。为了避免凡士林堵住塞孔,油层要尽量薄。将活塞插入槽内时,活塞孔要与滴定管平行。转动活塞,直至活塞与塞槽接触的地方呈透明状态,即表明凡士林已均匀。

(2) 洗涤。根据滴定管的沾污情况,采用相应的洗涤方法将它洗净后,为了使滴定管中溶液的浓度与原来相同,最后还应该用滴定溶液润洗 3 次(每次溶液用量约为滴定管容积的 $1/5$),润洗液由滴定管下端放出。

(3) 装液及排气。将溶液加入滴定管时,要注意使下端出口管也充满溶液,特别是碱式滴定管,它下端的橡皮管内的气泡不易被察觉,这样,就会造成读数误差。如果是酸式滴定管,可迅速地旋转活塞,让溶液急骤流出以带走气泡,如果是碱式滴定管,向上弯曲橡皮管,使玻璃尖嘴斜向上方(图 1.18),向一侧挤动玻璃珠,使溶液从尖嘴喷出,气泡便随之除去。排除气泡后,继续加入溶液到刻度“0”以上,再放出多余的溶液,调整液面在“0.00”刻度处。

(4) 读数。常用的滴定管的容量为 50mL,它的刻度分 50 大格,每一大格又分为 10 小格,所以每一大格为 1mL,每一小格为 0.1mL。读数应读到小数点后两位,即 0.01mL。

注入或放出溶液后应稍等片刻,待附着在内壁的溶液完全流下后再读数。读数时,滴定管必须保持垂直状态,视线必须与液面在同一水平。对于无色或浅色溶液,读弯月面实线最低点的刻度。为了便于观察和读数,可在滴定管后衬一“读数卡”,该读数卡是一张黑纸或中间涂有一黑长方形(约 3cm × 1.5cm)的白纸。读数时,手持读数卡放在滴定管背后,使黑色部分在弯月面下约 1mm 处,则弯月面反射成黑色(图 1.19),读取此黑色弯月面最低点的刻度即可。若滴定管背后有一条蓝线(或蓝带),无色溶液就形成了两个弯月面,并且相交于蓝线的中线上(图 1.20),读数时就读此交点的刻度。对于深色溶液如高锰酸钾溶液、碘水等,弯月面不易看清,则读液面的最高点。

滴定时,最好每次都从 0.00mL 开始,这样读数方便,且可以消除由于滴定管上下粗细可能不均匀而带来的误差。

(5) 滴定。使用酸式滴定管时,必须用左手的拇指、食指及中指控制活塞,旋转活塞的同时稍稍向内扣住,如图 1.21 所示。这样可避免把活塞顶松而漏液。要学会以旋转活塞来控制溶液的流速。

使用碱式滴定管时,应该用左手的拇指及食指在玻璃珠所在部位稍偏上处,轻轻地往一边挤压橡皮管,使橡皮管和玻璃珠之间形成一条缝隙,溶液即可流出(图 1.22)。要能掌握手指用力的轻重来控制缝隙的大小,从而控制溶液的流出速度。

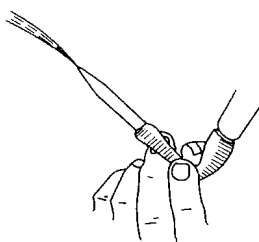


图 1.18 排除气泡

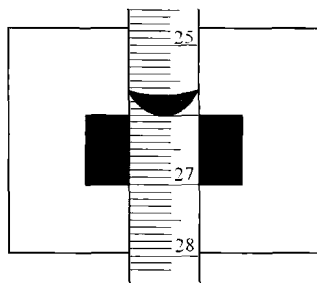


图 1.19 读数卡的使用

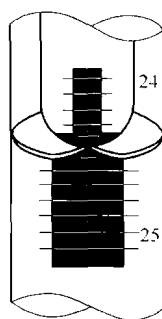


图 1.20 滴定管读数

滴定时，将滴定管垂直地夹在滴定管架上，下端伸入锥形瓶口约 1cm，左手按上述方法操纵滴定管，右手的拇指、食指和中指拿住锥形瓶的瓶颈，沿同一方向旋转锥形瓶，使溶液混合均匀，如图 1.23 所示。不要前后、左右摇动。开始滴定时，滴液流出的速度可以快一些，但必须成滴而不是一股液流。随后，滴落点周围出现暂时性的颜色变化，但随着旋转锥形瓶，颜色很快消失。当接近终点时，颜色消失较慢，这时就应逐滴加入溶液，每加一滴后都要摇匀，观察颜色变化情况，再决定是否还要滴加溶液。最后应控制液滴悬而不落，用锥形瓶内壁把液滴沾下来，这样加入的是半滴溶液。用洗瓶以少量蒸馏水冲洗锥形瓶的内壁，摇匀。如此重复操作，直到颜色变化符合要求为止。

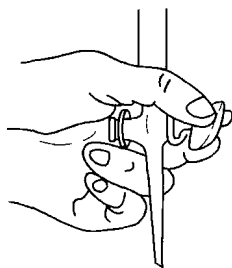


图 1.21 左手旋转活塞手法



图 1.22 碱式滴定管下端结构

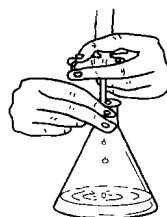


图 1.23 滴定方法

滴定完毕后，滴定管尖嘴外不应留有液滴，尖嘴内不应留有气泡。实验结束后应将剩余溶液弃去，依次用自来水、蒸馏水洗涤滴定管，滴定管中装满蒸馏水，罩上滴定管盖，以备下次使用或将滴定管收起。

1.4 无机化学实验基本操作

1.4.1 玻璃仪器的洗涤

洗涤玻璃仪器的方法很多，应当根据实验要求、污物的性质和仪器性能来选用。一般来说，附在仪器上的污物有可溶性物质，也有尘土和其他不溶性物质，还有油污和某些化学物质。针对具体情况，可分别采用下列方法洗涤：