

微量及半微量无机化学实验

中国矿业大学能源化工系

一九九七年十月

目 录

前言	1
无机化学实验安全操作守则	2
无机化学实验基本操作	3
一、常用仪器的洗涤和干燥	3
二、加热方法	4
三、液体体积的度量	4
四、溶液与结晶(沉淀)分离 结晶的洗涤	8
五、试管实验准则	10
六、试纸的使用	10
无机化学实验常用仪器介绍	11
无机化学实验报告参考格式	17
I. 典型微量实验	19
实验一 化学反应的速率常数、反应级数及反应活化能的测定	19
实验二 反应的吉布斯自由能变与反应方向	22
实验三 氯化一氯五氨合钴(Ⅲ)配合物的制备及其配离子电荷的测定	23
II. 基本操作与技能训练	27
实验四 分析天平的使用	27
实验五 化学反应热效应的测定	28
III. 化合物及化学反应特征常数的测定	31
实验六 醋酸电离常数的测定	31
实验七 二氯化铅溶度积的测定	32
实验八 化学平衡常数的测定(分光光度法)	35
IV. 常见元素及其化合物的性质	38
实验九 氯、溴、碘	38
实验十 氮和磷	40
实验十一 锡和铅	42
实验十二 铬和锰	44
实验十三 铁钴镍	48
实验十四 铜和银	52
实验十五 锌、镉、汞	55
V. 无机化合物的制备	59
实验十六 硫酸铜的制备	59

实验十七	由钛铁矿制取二氧化钛	60
实验十八	由铬铁矿制取重铬酸钾	62
VI. 综合、设计实验		64
实验十九	从含碘废液或废渣中回收碘制取碘化钾	64
实验二十	从废定影液中回收金属银	66
实验二十一	从金属铜制取铜的碘化物及其实验式的测定	67
附录:		69
1. 弱电解质的电离常数		69
2. 一些难溶电解质的溶度积常数		71
3. 标准电极电势表		73
4. 某些配离子的不稳定常数		76
5. 常见离子和化合物的颜色		78

前 言

无机化学实验是高等工科院校本科生的第一门基础化学实验课程,其目的和任务不仅是验证理论知识,更重要的是通过实验教学,训练科学实验的方法和技能,使学生逐步学会对实验现象进行观察、分析、判断、推理以及归纳总结,培养独立工作和解决问题的能力。

随着教学改革的深入,化学实验趋向于微型化,对于节省药品、减少环境污染具有重要意义。同时,又能达到实验现象明显,效果良好的目的。但是,由于微型实验仪器目前还不能全部满足实验的需要,所以,有一部分实验仍采用常量药品常规的方法来完成。

本教材密切配合大连工学院无机化学教研室编写的《无机化学》教材,以利于理论与实际的联系。在编写中力求体现下列特点:

1. 实验内容微型化,分为两大部分,第一部分:微量实验,第二部分:半微量实验
2. 精选内容,适应教学需要

本教材共有六类实验:第一部分:(Ⅰ)典型的微量实验。第二部分:半微量实验,(Ⅱ)基本操作与技能训练;(Ⅲ)化合物与反应特征常数的测定;(Ⅳ)常见元素及化合物的性质;(Ⅴ)无机化合物的制备;(Ⅵ)综合、设计实验。

3. 启发思维培养能力

每个实验都根据内容写明目的要求,还编写若干具有启发性的思考题,以引导学生在预习时联系理论知识进行思考。

本教材由朱红主编,(编写实验一、二、三、九、十、十一、十二、十三、十四、十五及无机化学实验安全操作守则、无机化学实验基本操作、无机化学实验报告参考格式);陈霞(编写实验四、五、六、七、八);倪嘉宝(编写实验十六、十七、十八、十九、二十、二十一及无机化学实验常用仪器介绍和全部附录)。全书由朱红负责修改,统稿。

对于微型实验,我们还需不断探索,进一步发展和完善。由于编者水平有限,书中难免存在缺点和错误,敬希读者批评指正。

编者

1997年10月

无机化学实验安全操作守则

化学实验室不是一个危险的场所。但在化学药品中有些是易燃、易爆、有腐蚀性和有毒的，所以在做实验时必须遵守下列安全守则。

一、产生有毒、有刺激性气体的实验应在抽风罩下或通风橱内进行。需要由嗅觉判别少量的气体时，决不能将鼻子直接对着瓶口或管口，而应用手将少量气体轻轻煽向自己的鼻孔。

二、启开易挥发的试剂瓶时（尤其是在夏季），不可使瓶口对着自己或他人的脸部，因在启开瓶口时会有大量气体冲出，如不小心易引起伤害事故。

三、严禁试剂入口（包括有毒的，无毒的），严禁在实验室内饮食、抽烟。用移液管吸取有毒样品（如铬盐、钡盐、铅盐、砷的化合物、氰化合物、汞及汞的化合物等）及有腐蚀性药品（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。

四、严禁将仪器当作餐具。每次做完实验离开实验室时要洗净手。

五、加热、浓缩液体的操作要十分小心，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。浓缩溶液时，特别是有晶体出现之后，要不停地搅拌，避免喷溅，特别注意防止溅入眼睛及防止溅在皮肤与衣服上。

六、实验中需加热易燃药品或用加热排除易燃的组分时，应在水浴或严密的电热板上缓缓地进行。严禁用火焰或电炉直接加热。

七、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有什么区别，所以注意不要握热玻璃端，以免烫伤。

八、浓酸、浓碱和洗液具有强腐蚀性，使用时要小心，不要溅在皮肤或衣物上。稀释时（特别是硫酸），应在不断搅拌下将硫酸慢慢加入水中，即绝不可将水加到浓酸中去，以免迸溅。如需要将浓酸或浓碱中和，则必须先行稀释。

九、玻璃管（棒）的切割、玻璃仪器的装置或拆卸、塞子钻孔等往往易割破手指，甚至弄伤手掌，要记住安全使用玻璃仪器和打孔器的基本规程。玻璃管或玻璃棒在切割后应马上将断口烧熔保持圆滑。玻璃碎片要及时清理，决不能丢在地面或桌面上。

十、一切固体不溶物（如试纸、滤纸、破试管等），浓酸浓碱废液，严禁倒入水槽，以防堵塞和侵蚀下水道。残余有毒试剂切勿随意丢弃或倒入水槽中，需回收后集中处理。

十一、水源、电源、热源使用完毕都应立即关闭。实验结束后应进行安全检查后才可离开实验室。

无机化学实验基本操作

一、常用仪器的洗涤和干燥

A、仪器的洗涤

化学实验室经常使用各种玻璃仪器,这些仪器是否“干净”会影响实验结果。此处“干净”具有纯净的含意。

洗涤玻璃仪器的方法很多,应根据实验的要求、污物的性质和沾污的程度来选用。一般说,附着在仪器上的污物有:可溶性物质,尘土和其它不溶性物质,油污和有机物质。可分别采用下列洗涤方法:

1. 用水刷洗 用毛刷就水刷洗,可以溶去可溶物,也可以使附着在仪器上的尘土和不溶物质脱落。但往往洗不掉油污和有机物,与器壁粘着得较牢固的不溶物。

2. 用去污粉、肥皂或合成洗涤剂洗

去污粉是碳酸钠、白土、细砂等的混合物。使用时,首先把要洗的仪器用水湿润(水不能多),洒入少许去污粉,然后用毛刷擦洗。碳酸钠是碱性物质,具有较强的去油污的能力,而细砂的磨擦作用以及白土的吸附作用则增强了清洗效果。待仪器的内外器壁都经过仔细的刷洗后,用自来水冲去仪器内外的去污粉,要冲洗到没有微细的白色颗粒状粉末留下为止。最后,用蒸馏水冲洗仪器三次,把由自来水中带的钙、镁、铁、氯等离子洗去,每次的蒸馏水用量要少一些,注意节约,(采取“少量多次”的原则)这样洗过后的仪器的器壁就完全干净了。把仪器倒置时就会观察到仪器中的水可以完全流尽而没有水珠附着器壁上。

3. 用铬酸洗液洗 这种洗液是浓硫酸和重铬酸钾配制成的,具有很强的氧化性,对有机物和油污的去污能力特别强。在进行精确的定量实验时,往往遇到一些口小,管细的仪器,可用铬酸洗液进行洗涤。其洗涤方法如下:

往仪器内加入少量洗液。使仪器倾斜并慢慢转动,让仪器内壁全部为洗液湿润。转几圈后,把洗液倒回原瓶中。然后用自来水把仪器壁上残留的洗液洗去,最后用蒸馏水洗三次。

如果用洗液把仪器浸泡一段时间,或者用热的洗液洗,则效率更高。但要注意安全,不要让洗液灼伤皮肤。

使用1、2所述洗涤方法能够洗涤干净的仪器,就不要用铬酸洗液洗,因为后者价格较高。但实验要求高的仪器除外。

洗液的吸水性很强,应该随时把装洗液的瓶子盖严,以防吸水,降低去污能力。当洗液使用到出现绿色时(重铬酸钾还原成硫酸铬的颜色),就失去了去污能力,不能继续使用。

凡是已洗净的仪器,决不能再布或纸去擦拭。否则,布或纸的纤维等会留在器壁上而沾污仪器。

B、仪器的干燥

1. 加热烘干 洗净的仪器可以放在电烘箱(控制在105℃左右)内烘干。应先尽量把水

倒干,然后放进去烘。一些常用的烧杯,蒸发器可置于石棉网上用小火烤干。试管则可以直接用火烤干,但必须把试管口向下,以免水珠倒流炸裂试管,烘干试管时应不断来回移动试管,烤到不见水珠后,将管口朝上,赶尽水汽。

2. 晾干和吹干 不等急用的仪器在洗净后就可以放置于干燥处,任其自然晾干。

带有刻度的计量仪器,不能用加热的方法进行干燥,因为它会影响仪器的精密度。我们可以加一些易挥发的有机溶剂(最常用的是酒精或酒精与丙酮按体积 1:1 的混合物)倒已洗净的仪器中去,倾斜并转动仪器,使仪器壁上的水与这些有机溶剂互相溶解混合,然后倾出。少量残留在仪器中的混合物,很快就挥发而干燥。如果利用吹风机往仪器中吹风,那就干燥更快。

二、加热方法

A、直接加热试管中的液体或固体 加热时应该用试管夹,不要用手拿,以免烫手。加热液体时,试管应稍倾斜,管口向上,管口不能对着别人或自己,以免溶液在煮沸时溅到脸上,造成烫伤。液体量不能超过试管高度的三分之一。加热时,应使液体各部分受热均匀,先加热液体中部,再慢慢往下移动,然后不时地上下移动。不要集中加热某一部分,否则易造成局部过热而迸溅。

在试管中加热固体的方法不同于加热液体,管口应略向下倾,使释放出来的水冷凝后流出,不致因其倒流而使试管灼热处突然遇冷而炸裂。

B、灼烧 当需要在高温加热固体时,可把固体放在坩埚中,使火焰直接加热。

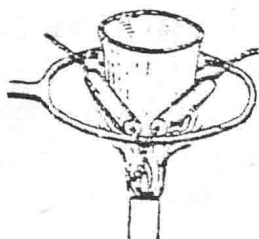


图 1 灼烧坩埚



图 2 坩埚钳放法

要夹取高温上的坩埚时,必须使用干净的坩埚钳。用前先在火焰旁预热一下钳的尖端,然后再去夹取。坩埚钳用后,应按图 2 所示,尖端向上平放在桌上,保证坩埚钳尖端洁净。

三、液体体积的度量

A、量筒的使用

根据不同的需要,量筒的容量有 10 毫升、25 毫升、100 毫升等,实验中可根据所取溶液的容量的不同来选用。量取液体时,使视线与量筒内液面的弯月面最低处保持水平如图 3 所示,偏高或偏低都会造成较大误差。

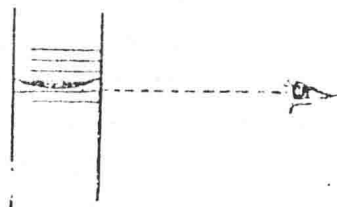


图 3 视线与量度的关系

B、移液管的使用

1. 移液管的种类

要求准确地移取一定体积的液体时,可以使用移液管(见图 4)。移液管是中间有一球部的玻璃管,玻璃管下部有

一拉尖的出口,上部为一直径均匀的玻璃管,刻有一根标线。当抽吸溶液至其弯月面与标线相切后,让溶液自然放出,此时所放出的液体积即等于管上所标的体积。一般常用的有 25 毫升、10 毫升、5 毫升的等等。在让溶液自然放出时,最后因毛细管作用,总有一小部分溶液留在管口不能落下,不必用外力使之放出(因为在标定移液管时就没有把这一滴溶液计算在内),把尖咀靠在容器上约 15 秒钟左右即可拿开。另一种带有刻度的移液管,如 10 毫升、5 毫升、1 毫升等,可用于量取非整数的小体积溶液。这种移液管也有人称之为吸量管,若吸量管的刻度是从尖咀算起,则放液时要将尖咀的一滴吹出。

2. 移液管的洗涤方法 使用前,依次用洗液、自来水、去离子水洗至内壁不挂水珠为止。最后用少量被量取的液体洗三遍。

3. 移液管的使用方法

用移液管吸取溶液时,右手拇指及中指拿住上端标线以上部位,左手拿吸球。使移液管伸入容器中,移液管下端伸入液面下 1 厘米,不应伸得太多,以免外壁粘附的溶液过多;也不应伸入太少,以免液面下降时吸入空气。这时,左手用吸球轻轻吸取溶液,眼睛注意管中液面上升,移液管则随容器中溶液的液面下降而下伸(图 5)。当液体上升到刻度标线以上时,迅速用右手食指堵住管口。将移液管从液体内取出,靠在此容器壁上,然后稍放松食指,同时轻轻移动移液管,使标线以上的液体流回去。当液面的弯月面最低处与标线相切时,就按紧管口,使液体不再流出。取出移液管移入准备接受溶液的容器中,使其出口尖端接触器壁,让接受容器倾斜而移液管直立。抬起食指,使溶液自由地顺壁流下(图 6)。待溶液全部流尽后,约等 15 秒,取出移液管。

为了熟练掌握移液管的使用方法,可先用自来水练习几次。待操作较为熟练时,再用移液管吸取实验用的溶液。

C、容量瓶的使用

1. 容量瓶的种类及使用前的检查

容量瓶是一种细颈梨形的平底玻璃瓶,并带有玻璃磨口塞或塑料塞(图 7)。颈上有一标线,一般表示在 20℃ 时,充满到标线的液体体积恰好与瓶上注明的体积相等。它主要是用来配制标准溶液或试样溶液,通常有 25ml、50ml、100ml、250ml、500ml、1000ml 等各种规格。

使用容量瓶前应检查瓶塞是否漏水,检查方法如下:注入自来水至标线附近,盖好瓶塞,右手拿住瓶底,左手按住瓶塞,将瓶倒立,观察瓶塞周围是否有水渗出,如不渗水可使用。

2. 容量瓶的洗涤及使用容量瓶配制溶液的操作。

容量瓶应洗涤干净。洗涤方法、原则与洗涤移液管相同。洗涤的容量瓶内壁应用水均匀润湿不挂水珠,否则要重洗。但切勿用被盛液洗涤。(为什么?)

容量瓶中只盛放已溶解的溶液。如用固体物质配制溶液,应先将固体物质在烧杯中配制溶液,再把溶液转移入容量瓶中。用蒸馏水洗涤烧杯 3—4 次,洗涤液一起转入容量瓶中,当溶液盛至瓶 3/4 时,应将容量瓶摇晃作为初步混匀,然后稀释至距离刻度 1cm 处停止加去离子水,改用滴管一滴滴地加入去离子水至刻度线。观察刻度时,眼睛的视线应与标线在同一水平上,盖好瓶塞,用食指压住瓶塞,另一手握住容量瓶底部,将容量瓶倒转,使气泡上升到底部,此时振荡瓶子。再倒转过来,仍使气泡上升到顶、重复操作多次,就能使瓶中溶液混合均匀。

D、滴定管的使用

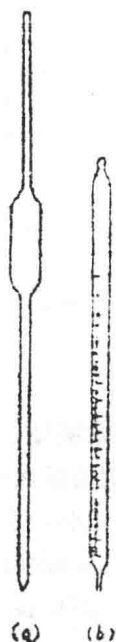


图4 移液管

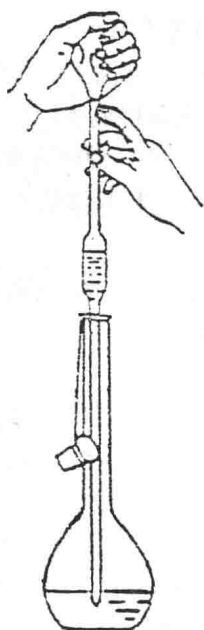


图5 移液管吸液

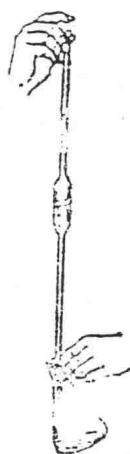


图6 放液体法

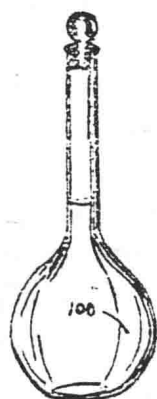


图7 容量瓶

滴定管主要用于定量分析,有时也能用于精确加液。

1. 滴定管的洗涤

若滴定管无明显油污,可直接用自来水冲洗。若有油污(即滴定管内壁挂有水珠),则需用铬酸洗液洗涤。用铬酸洗液洗涤滴定管时,每次倒入10—15ml于滴定管中,两手平端滴定管,上端略向上倾斜,并不断转动,直到洗液布满全管为止。然后打开旋栓,将洗液放回原瓶中(注意:不要倒掉,千万不要弄到皮肤上或衣服上。),然后滴定管用自来水冲洗至洗液完全洗尽。再用蒸馏水洗涤2—3次(每次约15ml左右)。

碱式滴定管的洗涤方法同上,但要注意洗液不要长时接触橡皮管。

2. 滴定管的使用方法

a. 滴定管的种类:

滴定管分为酸式滴定管和碱式滴定管两种,(图8、9)前者可盛放非碱性并对玻璃无腐蚀作用的溶液,后者则盛放碱液。酸式滴定管下部有一玻璃活栓,用以控制滴定时的滴液。碱式滴定管的下端用橡皮管连接一个一端有尖咀的小玻璃管,橡皮管内装一个玻璃园球,它可起活栓的作用。使用时只要用左手姆指和食指轻轻往一边挤压玻璃球中上部外面的橡皮管,使管内形成一条缝隙,溶液即可从滴定管中滴出。挤压玻璃球时还要防止玻璃球上移或下滑。

滴定管在洗涤前应检查是否漏水,活栓是否转动灵活,若酸式滴定管漏水或活栓不灵就应拆下活栓,擦干活栓和内壁后,重新涂上凡士林油;若碱式管漏水则需更换玻璃球或橡皮管。

b. 操作溶液的装入:加入操作液时,应先用此种溶液润洗滴定管,以除去滴定管内残留的水分,确保操作溶液的浓度不变。为此,注入操作溶液约10ml,然后两手平端滴定管慢慢

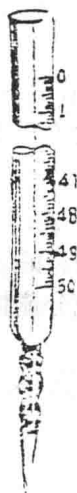


图8 酸式滴定管

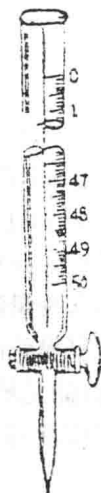


图9 碱式滴定管

转动,使溶液流遍全管。打开滴定管的旋栓(或挤压玻璃球外面的橡皮管),使润洗液从出口管的下端流出。如此润洗 2—3 次,即可加入操作溶液于滴定管中。加至刻度“0”以上。

c. 出口管中气泡的清除

当滴定溶液装入滴定管后,出口管还没有充满溶液。此时将酸式滴定管倾斜约 30° 角。左手迅速打开活栓使溶液冲出,就能使溶液充满全部出口管。假如用碱式滴定管,则把橡皮管向上弯曲,出口斜向上方。用两指挤压玻璃球稍上边的橡皮管,使溶液从出口管喷出,气泡就随之逸出(图 10)。



图10 碱式滴定管除气泡法

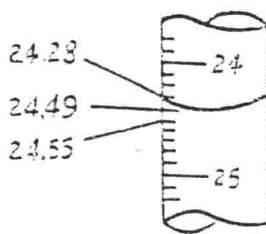


图11 刻度读数法

d. 滴定操作

将滴定管垂直地夹在滴定台上,尖端伸入锥形瓶口约 1~2 厘米,进行滴定。开始滴定时,滴液流出的速度可以稍快一些,但必须成滴而不是一股水柱,当接近终点时,颜色变化较慢,这时就应逐滴加入,每加一滴后将溶液摇匀,观察颜色变化情况,最后应控制液滴悬而不落,用锥形瓶内壁把液滴沾下来(即加半滴),再用洗瓶冲洗锥形瓶内壁把液滴冲下来摇匀,如此操作直到颜色变化不再消失为止即可认为是终点。滴定管中溶液最好装到刻度 0.00ml 处。使用时,每次都要从上端开始,这样可以消除因上下刻度不均匀所引起的误差。

e. 滴定管的读数

常用的滴定管容积为 25ml 和 50ml,最小刻度为 0.1ml,读数可估计到 0.01ml。读数时

滴定管应垂直放置,注入溶液或放出溶液后,需等待 1—2 分钟后才能读。

对于无色溶液或浅色溶液,应读弯月面下缘实践的最低点,为此,读数时,视线应与弯月面下缘实线的最低点相切,即视线与弯月面下缘实线的最低点在同一水平面(图 11)。读数必须准确至 0.01 毫升,如 24.49 毫升。位数读多了或读少了均不合要求。

四、溶液与结晶(沉淀)分离,结晶的洗涤

A、倾析法 当结晶的颗粒较大或沉淀的比重较大,静止后能沉降至容器的底部时,可用倾析法分离,并洗涤。倾析的操作与转移溶液的操作是同时进行的,洗涤时,可往盛着结晶(沉淀)的容器内加入少量洗涤剂(常用的有蒸馏水、酒精等),充分搅拌后静置、沉降,再倾析出洗涤液。如此重复操作两三遍,即可洗涤结晶(沉淀)。

B、过滤法 过滤是最常用的分离方法之一。当溶液和结晶(沉淀)的混合物通过滤器(如滤纸)时,结晶(沉淀)就留在过滤器上,溶液则通过过滤器而漏入容器中,过滤所得的溶液叫滤液。

溶液的温度、粘度,过滤时的压力,过滤器的孔隙大小和沉淀物的状态,都会影响过滤的速度。热的溶液比冷的溶液容易过滤。溶液的粘度愈大,过滤愈慢。减压过滤比在常压下过滤快,过滤器的孔隙要选用合适的,太大会透过沉淀,太小时则易被沉淀堵塞,使过滤难于进行。沉淀若呈胶状时,可加热使其陈化,破坏胶体,否则胶状沉淀要透过滤纸,达不到过滤的目的。

常用的过滤方法有常压过滤和减压过滤。现分述如下:

1. 常压过滤 此法最为简便和常用。先将四方滤纸或圆形滤纸折叠成四层、剪成扇形(圆形滤纸不必再剪)并展开成圆锥形。(见图 2-a)然后把三层滤纸上的外二层撕去一小角,用食指把滤纸按在漏斗内壁上,用水湿润滤纸,并使它紧贴在壁上。

如果漏斗的规格不标准(非 60° 角),滤纸和漏斗将不密合,这时需重新折叠滤纸。按漏斗的角度折成一个适当的(大于或小于 60°)角度,使滤纸和漏斗密合。

尽可能使漏斗颈内充满滤液。由于液柱的存在可使过滤加速。而漏斗颈内气泡的存在将阻缓液体的流动而减缓过滤速度。

漏斗中滤纸的边缘应略低于漏斗的边缘(图 12-b)。

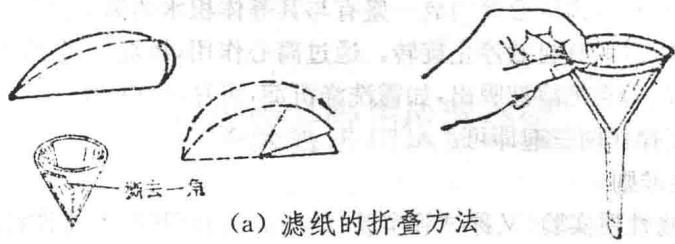
过滤时应注意:漏斗要放在漏斗架上,漏斗颈要靠在接受容器的壁上,先转移溶液,后转移沉淀;转移溶液时,应把它滴在三层滤纸处;转移时要使用玻璃棒,每次转移量不能超过滤纸容量的 $\frac{2}{3}$,以免溢过滤纸而透下。

如果需要洗涤沉淀,则等溶液转移完毕后,往盛着沉淀的容器中加入少量溶剂,充分搅拌放置,待沉淀下沉后,把洗涤液转移入漏斗,如此重复操作两三遍,再把沉淀转移到滤纸上。洗涤时要贯彻少量多次的原则,这样的洗涤效率高。检查滤液中的杂质,可以判断沉淀是否已经洗净。

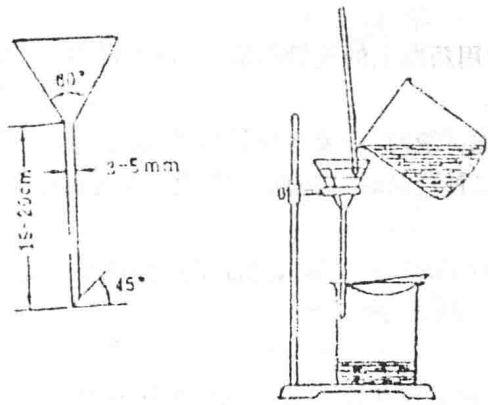
2. 减压过滤(或称抽滤) 减压虽可加速过滤,并且把沉淀抽吸得比较干爽,但却不适宜用于胶状沉淀和颗粒很细的沉淀的过滤,因为前者将更易透过滤纸而后者将更易堵塞滤纸孔或在滤纸上形成一层密实的沉淀,使溶液不易透过,结果事与愿违。

在减压过滤装置图 13 中,水泵起着带走空气而使吸滤瓶中减压,从而提高了过滤的速度。在水泵和吸滤瓶之间往往安装一个安全瓶,用以防止因关闭水阀或水的流量突然变小时,由于吸滤瓶内压力低于外界大气压而使自来水反吸入吸滤瓶中。假如滤液有用,那就会

被弄脏。因此过滤完毕时,应先拔掉连接吸滤瓶和水泵的橡皮管或先取下布氏漏斗(3),然后关水笼头,以防反吸。

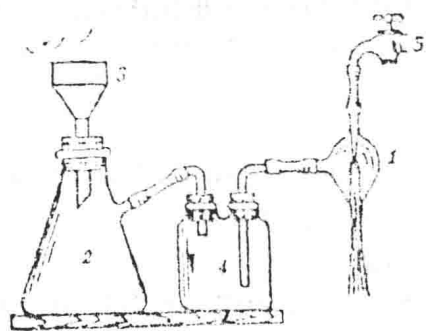


(a) 滤纸的折叠方法



(b) 过滤操作

图 12 常压过滤



1—水泵;2—吸滤瓶;3—布氏漏斗;4—安全瓶;5—自来水龙头

图 13 减压过滤的装置

抽滤用的滤纸应比布氏漏斗的内径略小,但又能把小孔全部盖没。将滤纸放入并湿润后,抽气使之紧贴,然后转移溶液。其它操作与常压过滤相似。

有些强酸性、强碱性或强氧化性的溶液过滤时不能用滤纸,因为溶液要和滤纸作用。可用石棉纤维代替滤纸,但此法仅适于分析或滤液有用的情况下。还有使用玻璃溶砂漏斗的,这种漏斗常见的规格四种,即1号、2号、3号、4号。1号的孔径最大。可以根据沉淀颗粒不同来选用。但它不适用于强碱性溶液的过滤,因为强碱会腐蚀玻璃。

C、离心分离法 当被分离的沉淀的量很少时,使用一般方法过滤后,沉淀会粘在滤纸上,难以取下,这时可以应用离心分离。把要分离的混合物放在离心试管中,再把离心试管装入离心机的套管内,在对面的套管内放一盛有与其等体积水的离心试管,以保持其平衡。使离心机旋转一阶段后,让其自然停止旋转。通过离心作用,沉淀就紧密的聚集在离心试管底部而溶液在上部。用滴管把溶液吸出,如需洗涤沉淀,可往沉淀中加入少量溶剂,充分搅拌后再离心分离。重复操作两三遍即可。

五、试管实验准则

1. 元素化合物性质实验(又称试管实验)的药品是公用的,不允许将药品拿到实验台上供自己使用。

2. 取液体药品时,应用药瓶上的滴管吸取,不许用自用的滴管吸取。放回滴管时应放回原药瓶,严防“张冠李戴”。

3. 用滴管向试管滴加试液时,不要将滴管口碰在试管壁上,避免沾染药瓶中的药品。

4. 在试管中滴加第二种药品时,应边加边振荡。在用离心试管做实验时,应用细玻璃棒搅拌。

5. 小试管的总体积为 10ml,所以加入药品的总体积不得超过 5ml。在做试管实验时一般不用量筒量体积,按 1ml 约 20 滴估计。

六、试纸的使用

在实验室经常使用某些试纸来定性检验一些溶液的性质或某些物质的存在。操作简单,使用方便。

试纸种类颇多,常用的有石蕊试纸、pH 试纸、淀粉-碘化钾试纸及醋酸铅试纸。

1. 石蕊试纸的使用

石蕊试纸用于试验溶液的酸碱性。试验前先将石蕊试纸剪成小条,放在干燥洁净的表面上,再用玻璃棒蘸取要试验的溶液,滴在试纸上,然后观察石蕊试纸的颜色。切不可将试纸投入溶液中试验。

2. pH 试纸的使用

pH 试纸,用于检验溶液的 pH 值。使用方法与石蕊试纸相同,但最后需将 pH 试纸所显示的颜色与比色板比较,才可知道溶液的 pH 值。

3. 淀粉-碘化钾试纸的制取及使用

它主要用以定性地检验氧化性气体(Cl_2 、 Br_2 等)。在一张滤纸条上,滴加 1 滴淀粉溶液和 1 滴碘化钾溶液即成淀粉-碘化钾试纸,然后将试纸粘在玻璃棒一端悬放在试管口的上方。(若逸出的气体较少,可将试纸伸进试管,但注意,切勿使试纸接触溶液或试管壁。)

4. 醋酸铅试纸的制取及使用

醋酸铅试纸用以检验反应中是否有 H_2S 气体产生。

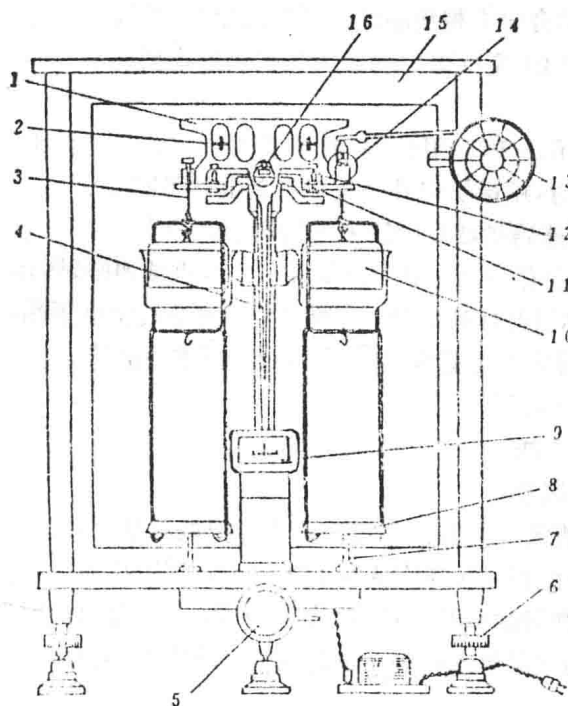
在滤纸条上,滴加一滴醋酸铅溶液即成醋酸铅试纸。使用方法同淀粉-碘化钾试纸。

无机化学实验常用仪器介绍

一、半机械加码电光天平

1. 光电天平的构造:

它的主要部件如图 1-1 所示择要说明如下:



1—天平梁;2—平衡调节螺丝;3—蹬(吊耳);4—指针;5—升降枢;6—天平足;7—托盘;8—天平盘;9—投影屏;
10—阻尼器;11—托叶;12—支柱;13—环码指数盘;14—环码;15—框罩;16—支点刀口

图 1: 半机械加码电光天平

(1) 天平梁:(图中 1)

它是天平的最重要部件。梁上有三把三棱形玛瑙刀:中间的刀口朝下,放在玛瑙平板的刀承上,是天平的支点,两端的刀口朝上,与蹬的玛瑙平板接触。刀口的尖锐程度决定分析天平的灵敏度,因此保护刀口是十分重要的。梁的两边装有两个平衡调节螺钉,用来调整梁的平衡位置,(即调节零点)。

(2) 天平柱:(图中 12)

它位于天平的正中。柱的上方嵌有玛瑙平板,它与梁中间的玛瑙刀口接触,天平不用时,通过转动升降枢,用托梁架托住天平梁,使玛瑙刀口与玛瑙平板脱开,以保证玛瑙刀口,免受磨损。

(3) 蹬(又称为吊耳,图中 3)

蹬的中间嵌有一块面朝下的玛瑙平板,它与天平梁两端的玛瑙刀口接触,蹬的两端还有两个螺丝凹槽,天平不用时凹槽与托梁架上的托蹬螺丝接触,将蹬托住,使玛瑙平板与玛瑙刀口脱开,此外蹬上还装有悬挂的天平盘,同时有空气阻尼器内筒的悬挂。

(4) 升降枢:(图中 5)

升降枢是用以升降天平梁的,是控制天平的工作状态或休止状态的旋钮。

(5) 天平盘:(图中 8)

它是用来放称量的物体和砝码的,左盘上放物体,在盘上放砝码。

(6) 空气阻尼器:(图中 10)

它是两个内外互相罩合而不相接触的金属圆筒组成。外筒固定在天平柱上,内筒倒覆悬挂于蹬的悬钩上,利用筒内的空气阻力促使天平很快停止摆动。

(7) 砝码:

每架分析天平都备有一套专用砝码,放在盒内一定位置,半自动电光天平是以 $1\text{g} \sim 100\text{g}$ 不等的砝码。称量时,用镊子将砝码放在右盘上。当需要加 $10 \sim 990\text{mg}$ 范围内的环码时,可以通过天平上一个砝码指数盘旋钮来进行调节。

(8) 电光分析天平,它有一个光学投影装置和一组机械加砝码的装置。投影屏位于天平指针下端缩微标尺前。称量时接通电源。光源产生的光透过指针下端的缩微标尺,并经光学放大,投影到投影屏上,投影屏上能读出 $0.1 \sim 10\text{mg}$ 范围内的质量数值。投影屏下方还设有微动调节杆便于进行另点微调。

2. 分析天平的使用方法:

(1) 零点、平衡点的调节:

在测物体前应先检查天平是否在零点。首先应把电源插上,打开升降枢,此时可看见在指针下端的缩微标尺,而此指示标应在光标的零点上。当光标未在零点时,可以用升降枢下面的微动调节杆再进行微量的调节以达到零点在中间位置。如果此时还未达到零点时,可由实验指导老师,用平衡调节螺丝进行进一步的调节。当零点调整后,应把升降枢关掉。

(2) 物体的称量:

a. 先将待称的物体在台称天平上粗略称量一下,然后打开天平的侧门,将物体轻放在左盘的中央,镊取相当质量的砝码放在右盘的中央。

b. 用左手慢慢地打开天平(在整个称量过程中手不应离开升降枢)的升降枢观察光标移动的方向,如果光标向左移动说明称量物重,这时应关上升降枢,并或转动环码指数盘旋钮。环码指数盘旋钮是由外环(由 $0.1\text{g} \sim 0.9\text{g}$ 组成)内环(由 $0.01\text{g} \sim 0.09\text{g}$ 组成),这样根据光标游动的快慢来进行游码的加减。直到光标在玻璃屏上中心位置上缓慢移动为止。注意:在加减砝码或游码时,应关闭升降枢,以使仪器不致磨损,达到称量精度。

3. 固体试样的称取:

(1) 直接法:

有的固体样品,不易吸水,在空气中性质稳定,如金属、矿石等,可用直接法称量,用这种

方法称量时,先称出表面皿的质量,然后根据所需样品的质量,在右盘上放好砝码,再用药匙将样品逐渐加在左盘的表面皿上,直到天平平衡为止。

(2) 差减法:

有些试样在空气中不稳定,可以用差减法来称取,先在称量瓶中装有一些试样,在天平上称出质量,设为 m_1 ,从称量瓶中倾出一部分试样于容器内,再称得质量 m_2 ,此时所倾出的试样质量即为 $m_1 - m_2$ 。

4. 使用天平的规则:

分析天平是一种较精密而贵重的仪器,为了爱护国家财产并使称量能获得准确的结果,使用时应遵守下列各项规则。

(1) 在天平盘上放置和取下物品砝码时,都必须把天平梁托起,否则易使刀口损坏。当用升降枢钮放下或开起天平梁时,应小心缓慢。如指针已摆出标牌以外,应立即托住天平梁,加减砝码后,再进行称量。称量时,必须把天平门关好。

(2) 热的物品不能放在天平盘上称量,因为天平盘附近空气受热膨胀,上升的气流将使称量的结果不准确。天平梁也会因膨胀影响臂长而产生误差,因此,热的物体必须放在干燥器内冷却至室温后,再进行称量。

(3) 具有腐蚀性蒸气或吸湿性的物体,必须放在密闭容器内称量。

(4) 分析天平的砝码,都有其固定的质量,取放砝码时必须应用镊子夹取不得用手指直接拿取,以免弄脏砝码,使质量不准确。砝码应该放在砝码盒中固定的位置上。称量结果可根据砝码盒中空位表示的数值确定。然后将天平盘上的砝码放回盒中时,再核对一遍。

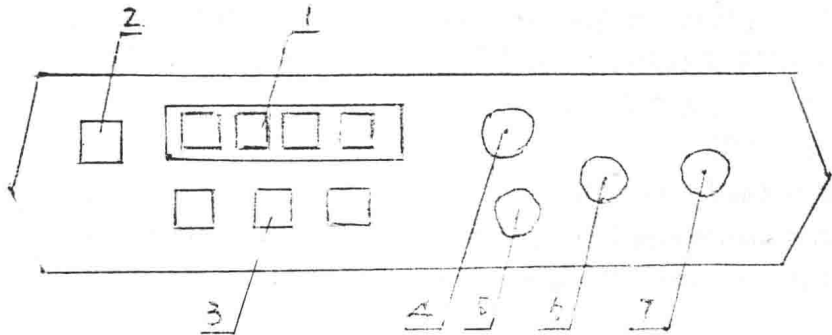
(5) 为减小称量误差,在作同一实验时,所有称量要使用同一架天平和同一组砝码。

(6) 称量完毕后,必须检查天平梁是否托起,砝码是否复原,边门是否关好,然后罩好天平罩方可离开天平室。

二、酸度计

1. PHS—10A 型数字酸度/离子计:

参见图 2-1PHS—10A 型数字酸度计面板示意图。



1—数字显示屏 2—电源开关 3—工作选择开关(五种工作状态)
4—调零 5—标定调节 6—斜率补偿钮 7—温度补偿
图 1 PHS—10A 型数字酸度/离子计面板示意图

酸度计是测量溶液 pH 值最常用的仪器之一。它有一对与仪器相配套的电极：一个是玻璃电极；另一个是甘汞电极，将它们插入待测溶液中，可组成一个原电池。由于玻璃电极的电极电势可随待测溶液的 H^+ 浓度（或 pH 值）的改变而变化，测定该原电池的电动势，即可求得该溶液的 pH 值。

2. 仪器工作原理：

（1）测量原理：

PHS—10A 型数字酸度/离子计利用离子选择电极作为测量电极，以甘汞电极作为参比电极，当被测溶液中的离子活度不同时，产生不同的直流电势，该电势经过转换变成数字量，由 LED 数码管直接显示溶液的 px 值或 mv 值。

pH 定义为氢离子活度的负对数， px 定义为 x 离子活度的负对数，即

$$pH = -\log a_{H^+} \quad px = -\log a_X$$

当一对电极浸入被测溶液时，电极间产生的电位符合能斯特方程：

$$E = E_0 \pm \frac{2.303RT}{nF} pX(pH)$$

式中： E ——产生的电极电位

E_0' ——零电位。

R ——气体常数（8.314 焦耳/度·克分子） F ——法拉第常数（ 9.65×10^4 库仑/克当量）

n ——离子的价数， T ——溶液的绝对温度

其中 E_0 随各支电极和测量条件而异，但对于一对电极在一定条件下，可将 E_0' 看作常数。通过标准缓冲溶液定位，从仪器上的调节器对 E_0' 进行补偿。当一对 pH 值测量电极在某溶液中形成的电位差 E 等于零时，这溶液的 pH 值即为这对电极的零电位 pH 值。一般 pH 测量电极分零电位 pH 值为 $7 \pm 1pH$ 及 $2 \pm 1pH$ 两种，对于这两种电极，仪器均可使用。

按照计算，测量电极在 25℃ 被测溶液中产生的电位，溶液每变化 1pH（或 1pX）对于一价离子则电位变化 59.16mV，对于二价离子则电位变化 29.58mV，这就是电极的理论斜率 S_0 。但由于电极制造工艺及材料所限，一般均达不到这理论值。电极的实际斜率 S_x 与理论斜率 S_0 之比值称作为电极的转换系数，用 % 表示，其值因各支电极而言。实际上， S_x 也受测量条件的影响，同一支电极在酸性或碱性溶液中测量， S_x 也有一些差异。仪器设置有斜率校正用以对不同电极的转换系数进行适当补偿。但在对测量精度要求严格时，应选用与被测溶液 pH 值接近的标准缓冲溶液进行仪器标定。

3. 仪器的使用步骤：

（1）将测量电极插头从插座中取出（在仪器的后面），在工作选择开关没有按下时，调节仪器零点使读数为 000，然后按下 pH 按键将斜率旋钮置于 98.5% 位置。

（2）将电极插头插入插座、电极浸入蒸馏水中轻轻摇动清洗，然后提起电极用滤吸纸去水滴。

（3）用与被测溶液 pH 值相近的缓冲液直接标定。例如测量 pH 值为 3~5 的溶液时可用标准溶液 pH=4 来进行标定。将电极浸入 pH=4 缓冲液中，稳定后用标定旋钮调至 4.00。此标定即已完成。

4. 经过标定的仪器即可用来测定未知液的 pH 值。测定时须将温度补偿旋钮调到被测