

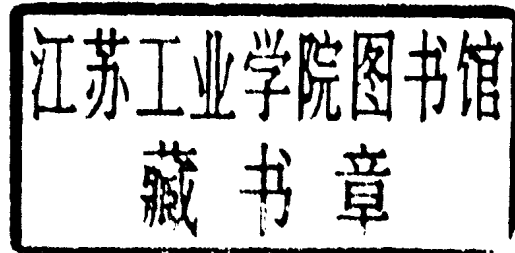
无机化学实验

陈坚固 杨森根 等 编著

WUJI
HUAXUE
SHIYAN

无机化学实验

陈坚固 杨森根等 编著



厦门大学出版社

责任校对:李薇

无机化学实验

陈坚固 杨森根 编著

*

厦门大学出版社出版发行

(地址:厦门大学 邮编:361005)

三明日报社印刷厂印刷

(地址:三明市新市南路166号 邮编:365001)

*

开本 787×1092 1/16 12.5 印张 315 千字

1998 年 8 月第 1 版 1998 年 8 月第 1 次印刷

印数:1—2500 册

ISBN 7-5615-1367-4/O · 82

定价:17.50 元

本书如有印装质量问题请直接寄承印厂调换

前 言

《无机化学实验》是大学化学专业第一门必修课,是实践性很强的课程。通过实验教学,加深对无机化学的基本概念与基本理论的理解,掌握无机化学实验的基本操作技能和常见元素及化合物的性质,初步树立“量”的概念,培养动手、观察、思维和表达等方面的能力。

本书是厦门大学化学系无机化学教研室在近 20 年教学实践的基础上编写的,在编写过程中参照 1997 年 7 月由国家教委和高等学校化学教育研究中心组织领导的“全国 21 世纪大学化学实验教学改革第二次研讨会”制定的“无机化学实验教学大纲(修订初稿)”的精神加以修订,并把化学类和非化学类无机化学实验的内容融合在一起,使之成为适应面更广的教材。

本书共有 43 个实验,主要内容包括:无机化学实验的基本知识、基本操作、基本原理验证、常数测定、元素化学实验、无机合成和综合实验等方面,每方面的内容都包含基本要求和提高性或研究性实验,既可以作为理科化学专业基地班和普通班的教材,也可以作为非化学类专业无机化学实验或普通化学实验的教材。胶体溶液与元素化学等内容中,在基本要求的实验前加“*”号,以便组织教学时挑选。

参加本书整理和编写的有:陈坚固(第一部分四、五、六和实验十一至十三、三十至三十四)、杨森根(实验一至四、二十六至二十九)、沈若范(实验五至十)、杨士尧(实验二十二至二十五、三十五至三十七)、吴振奕(实验三十八至四十三及附录)。全书最后由陈坚固和杨森根统编。李志贤教授、詹梦熊教授、陈再鸿副教授和林永生副教授在本书编写修订过程中提出了许多宝贵的意见。

在早期的实验教学过程中钟灿兴、曾文臻、林美丽、唐雅典、徐佩兰及参加过本实验教学的同志在教材建设中作出了许多重要的贡献。

由于编者水平有限、书中难免有错误和不妥之处,恳请读者批评指正。

编 者

1997 年冬

目 录

第一部分 基本知识介绍	(1)
一、无机化学实验的基本任务与要求	(1)
二、实验工作守则	(1)
三、化学实验室的安全与防护知识	(2)
四、无机化学实验基本仪器介绍	(6)
五、误差概念、有效数字及作图法处理实验数据	(13)
六、无机化学实验基本操作	(19)
(一) 一般玻璃仪器的洗涤	(19)
(二) 一般玻璃仪器的干燥	(21)
(三) 玻璃操作和塞子钻孔	(21)
(四) 化学试剂的取用	(23)
(五) 溶液与固体试剂的加热	(25)
(六) 沉淀与溶液的分离	(27)
(七) 气体的发生与收集	(29)
(八) 试纸的使用	(30)
(九) 滴定管、移液管和容量瓶的使用	(31)
(十) 溶解、结晶与固体的干燥	(35)
七、无机化学实验常用仪器	(37)
(一) 托盘天平的使用	(37)
(二) 半自动电光分析天平的使用	(37)
(三) 821 型数字 pH/离子计	(42)
(四) DDS-11A 型电导率仪	(44)
(五) 721 型分光光度计	(46)
(六) 气压计	(47)
(七) 电位差计	(48)
第二部分 实验	(53)
实验一 粗食盐的提纯	(53)
实验二 碱式碳酸铜的热分解和硫酸铜晶体的制备	(55)
实验三 强酸强碱的中和滴定	(57)
实验四 称量练习	(60)
实验五 置换法测定镁的摩尔质量	(63)
实验六 硫酸铜结晶水的测定	(66)

实验七 硫酸亚铁铵的制备	(68)
实验八 化学反应速率与化学平衡	(70)
实验九 晶体结构	(77)
实验十 温度对平衡的影响(间接测热法)	(84)
实验十一 胶体溶液	(86)
实验十二 电解质溶液与电离平衡	(90)
实验十三 沉淀的生成与溶解	(92)
实验十四 氧化还原反应与电化学	(94)
实验十五 配合物及其应用	(96)
实验十六 印相(黑白相)	(99)
实验十七 电极电位.....	(105)
实验十八 电离常数和电离度的测定.....	(106)
实验十九 阿佛加得罗常数的测定.....	(110)
实验二十 磺基水杨酸合铜配合物的组成及稳定常数的测定.....	(112)
实验二十一 分光光度法测定 $\text{Ti}(\text{H}_2\text{O})_6^{3+}$ 、 $\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6^{3+}$ 和 $(\text{Cr-DETA})^-$ 的分裂能 $\Delta(10\text{ Dq})$	(115)
实验二十二 三草酸根合铁(Ⅲ)酸钾的制备.....	(117)
实验二十三 三草酸根合铁(Ⅲ)配离子的电荷的测定(离子交换法).....	(118)
实验二十四 三氯化六氨合钴(Ⅲ)的合成及组成测定.....	(120)
实验二十五 氮气和氮化镁的制备.....	(123)
实验二十六 碱金属与碱土金属(第一、二主族)	(125)
实验二十七 硼族与碳族元素(第三、四主族)	(131)
实验二十八 氮族与氧族元素(第五、六主族)	(136)
实验二十九 卤族元素(第七主族).....	(142)
实验三十 过渡元素一(铬、锰、铁、钴、镍).....	(144)
实验三十一 过渡元素二(铜、银、锌、镉、汞).....	(149)
实验三十二 卤素实验设计提纲.....	(153)
实验三十三 铬实验设计提纲.....	(155)
实验三十四 锰实验设计提纲.....	(158)
实验三十五 钒、钼、钨.....	(161)
实验三十六 镧、铈、钪、铈	(166)
实验三十七 四氯化锡的制备.....	(171)
实验三十八 由钛铁矿提取二氧化钛.....	(173)
实验三十九 由黑钨矿制取三氧化钨.....	(175)
实验四十 高锰酸钾的制备(CO_2 法及电解法).....	(177)
实验四十一 常见阴离子的鉴定.....	(180)
实验四十二 常见阳离子未知混合液的分析.....	(183)
实验四十三 综合设计实验.....	(189)
附录一、实验报告格式	(190)
附录二、不同温度下的饱和水蒸气压(Pa)	(192)

第一部分 基本知识介绍

一、无机化学实验的基本任务与要求

化学是一门以实验为基础的学科,无机化学实验是综合性大学化学专业的第一门必修实验课。它是一门独立的课程,但同时又需要与无机化学课程密切配合。根据无机化学实验教学大纲的精神,无机化学实验的主要任务和基本要求如下:

(一)主要任务

通过实验,获得感性认识,以加深对无机化学中某些基本概念、基本理论的理解,了解无机物的一般分离、提纯和制备方法,掌握无机化学实验中的基本操作技能,学会正确使用基本仪器,初步树立“量”的概念,培养严谨的科学态度、良好的实验素养以及分析问题和解决问题的能力。

(二)基本要求

1. 通过实验,对无机化学的一些基本概念和基本原理得到进一步的理解。
2. 通过某些验证和应用(如制备、分离、鉴别等)实验,对无机化学中一些常见元素的单质或化合物的主要性质得到较牢固的掌握。
3. 通过实验,从而能够了解一些常见无机物的制备,提纯方法及其应用范围。
4. 通过实验,掌握无机化学实验中的一些基本操作,正确使用某些玻璃仪器和测量仪器,具备安装实验装置和使用精密仪器的初步能力。
5. 通过实验,以达到在严谨的科学态度、良好的实验习惯以及分析问题和解决问题的能力等方面得到初步的培养,为后续实验课奠定良好的基础。

化学实验室是学习本门课程的最主要场所。为了达到安全操作,避免伤害事故的发生,特此要求同学们重视实验室工作守则、实验室安全守则和安全防护知识等方面教材的学习。

化学实验是严谨而紧张的学习活动和创造性的劳动。为此特别强调做好实验前的预习工作,因为只有在预先充分了解实验的目的要求、实验内容和实验操作步骤的前提下,才能在实验课的有限时间内出色地完成实验任务。

二、实验工作守则

(一)实验前认真预习,明确实验目的要求,了解实验内容、方法和基本原理。

(二)实验时遵守纪律,保持肃静,思想集中,认真操作。

(三)实验过程要仔细观察各种现象并详细记录,认真思考问题。

(四)实验中注意保持实验台的清洁和整齐。每次实验完毕,应立即将仪器洗干净放入柜中,实验台擦洗干净,避免药物腐蚀,实验药品按序排列,做好实验室清洁卫生工作。

(五)废物、废液、滤纸条、破玻璃等分别放入废液缸和废物桶内,严禁放入水槽,以防水槽腐蚀和淤塞。

(六)爱护国家财物,不得滥用、浪费,注意节省水、电和药品。

(七)爱护实验室内的设备,公用仪器实验后,洗、擦干净并放回原处。

(八)实验不得无故缺席,因故请假缺做实验的应及时补做,实验不符要求的需要重做。

(九)实验过程中如有仪器破损,应填好仪器破损单,经指导教师签注意见后向仪器保管室换取。

(十)应根据原始记录,联系理论知识,认真地分析问题,处理有关数据,做好实验报告。

三、化学实验室的安全与防护知识

注意安全是集体的事情。如果发生事故不仅损害个人的健康,还会危及周围的人们,并使国家的财产受到损失,影响工作的正常进行,因此首先需要从思想上重视安全工作,决不能麻痹大意。

(一)化学实验室一般安全守则

1. 只有学过安全守则及安全防护知识,才准许进入实验室工作。
2. 在实验室内进行每一项新工作以前,都得了解预防事故发生的措施。不许赤脚、穿拖鞋、只穿背心进入实验室。
3. 指导教师有责任定期地、经常地检查学生关于实验室安全知识掌握情况。
4. 师生应了解实验室内各项灭火及防护设备的情况,例如沙箱、灭火器、淋水龙头、急救箱等东西安放的位置,并应定期检查与教练,学会使用方法。
5. 在藏有爆炸物、危险物质和器材的地方,需要履行特别的安全制度。例如,禁止点火、禁止吸烟、禁止发生火花的摩擦等。
6. 绝对禁止在实验室用膳或吸烟,不准把饮料放在实验容器中,不准试食化学药品。
7. 实验结束后,最后离开实验室的人员应仔细检查室内是否有造成火灾、爆炸或漏水的危险。例如:是否已熄灭了火源,或留有不发火焰而冒烟燃烧的东西,水电开关是否关闭。
8. 实验结束后,应该细心地洗手,以防中毒。
9. 进出实验室应经指导教师或实验室工作人员的同意。

(二)预防事故发生的措施

1. 绝对不允许把各化学药品任意混合,以免发生意外事故。
2. 加试剂时,不得俯视容器,以防飞沫溅到脸上或衣服上引起伤害事故。稀释浓硫酸时,不能把大量浓硫酸一下子倾入水中或将水倒入浓硫酸中,只能在不断地搅拌下把浓硫酸慢慢地注入水中。
3. 加热试管里的液体或易爆跳的固体时,管口不得对着自己或别人,也不得俯视正在加

热的液体,以免液体突然溅出引起烫伤。

4. 检验气体的气味时,应离容器稍远些,用手轻轻煽动容器口上方的空气,使带有一小部份该气体的气流飘入鼻孔。

5. 易燃和具有腐蚀性的药品及毒品的使用规则:

(1) 氢气与空气的混合气体遇火要发生爆炸,因此产生氢气的装置要远离明火,点燃氢气前,必须检查氢气的纯度。进行产生大量氢气的实验时,应把尾气通至通风橱,并注意室内的通风。

(2) 浓酸和浓碱具有强腐蚀性,不要把它们洒在皮肤或衣物上。废酸应倒入酸缸中,但不要往酸缸中倾倒碱液,以免因酸碱中和放出大量的热而发生危险。

(3) 强氧化剂(如氯酸钾)和某些混合物(如氯酸钾与红磷、碳、硫等的混合物)易发生爆炸,保存及使用这些药品时,应注意安全。

(4) 银氨溶液放久后会变成氮化银而引起爆炸,因此用剩的银氨溶液必须酸化后回收。

(5) 活泼金属钾、钠等不要与水接触或暴露在空气中,应将它们保存在煤油中,并用镊子取用。

(6) 白磷剧毒,并能灼伤皮肤,切勿让它与人体接触。白磷在空气中易自燃,应保存在水内,应在水下进行切割,在取用时,也要用镊子。

(7) 有机溶剂(乙醇、乙醚、苯、丙酮等)易燃,使用时一定要远离明火。用后要把瓶塞塞紧,放在阴凉的地方。

(8) 下列实验应在通风橱内进行:

a. 制备具有刺激性的,恶臭的和有毒的气体或进行能产生这些气体的反应时(如硫化氢、氯气、一氧化碳、二氧化氮、三氧化硫、溴等)。

b. 进行能产生氟化氢的反应时。

c. 加热或蒸发盐酸、硝酸、硫酸时。

(9) 可溶性汞盐、铬的化合物、氮化物、砷盐、铋盐、镉盐和钡盐都有毒,不得进入口内或接触伤口,其废液也不能倒入下水道,应统一回收并处理。

(10) 汞易蒸发,它在人体内会积累起来,引起慢性中毒。因此,不要把汞洒落在桌上或地上,因为汞洒在地上不易收拾干净,它将要长年累月地散发有毒的蒸汽,危害实验室工作人员的健康。如遇洒落时,必须尽可能地把汞收集起来,并用硫磺粉盖在洒落的地方,以便把汞转变为硫化汞。

6. 实验完毕,应把毒品收拾处理好,熄灭灯焰,关闭水龙头与煤气龙头并关闭电源,然后方得离开实验室。

(三)意外事故的处理

1. 失火:由于对易燃物保存不合理,使用不恰当或加热器发生故障,加热过程违反操作规程等等原因常会发生失火事故,应及时把可燃性物品移离火区,如有防火布或耐热板可立即用以隔离,然后根据燃烧品的性质采取不同的灭火方法。

(1) 固体物品着火时,可用防火布覆盖燃烧物并撒上细沙或用水扑灭。如果火焰不很大,使用二氧化碳灭火器最为方便。

(2) 液体着火时,可用防火布覆盖燃烧物并撒上细沙。应设法不使液体流散以防火焰蔓延。如燃烧液体不溶于水,比重又比水小(如苯、乙醚、汽油等)则不能用水扑灭,因为用水不仅达不

到灭火的目的,反而使燃烧的液体随水漂流,使火焰蔓延,造成更大的灾害。

(3)身上或者衣服着火时,不得惊慌失措,到处乱跑,必须迅速用厚布盖住身体,或者及时躺在地上翻滚,把火苗压灭,或者迅速脱掉着火衣物。

(4)漏电着火时,应立即切断电路,并按上述方法扑灭火苗,或者使用四氯化碳灭火器,但切忌用二氧化碳泡沫灭火器。

2. 灼伤:灼烧固体或加热液体时,应注意防止热物进出容器烫伤皮肤,尤其是眼睛。

如由于不慎或其他原因使皮肤被烫伤,可用浓的高锰酸钾溶液润湿伤处,使皮肤变为棕色,或用苏打水洗涤,然后涂上烫伤药膏并用纱布包扎。倘若皮肤严重烫伤或眼睛受伤应立即送医院诊治。

3. 中毒:在化学实验室中,使用具有毒性的试剂为数不少,实验前应该熟悉实验用的毒性试剂的性状、使用规则及预防中毒的常识,实验时应严格按照规定方法使用,实验完毕必须立即收拾处理,用剩的毒性试剂及有毒的废液应交给指导教师,不得随便乱放,以确保安全。

吸入有毒气体或蒸气时,应迅速将中毒者移至有新鲜空气的地方,并使其嗅闻解毒剂蒸气。

皮肤沾染毒物时,必须先用棉花细心地把毒物擦掉,用消毒剂洗涤伤处。如沾染毒物的地方有伤痕,应迅速处理并立即请医生治疗。

吃进毒品危险性最大,因此在化学实验室中必须养成良好的工作习惯,实验工作要有条理,工作台应经常保持干净。使用有毒试剂要谨慎,避免毒品撒落在桌上,如偶有掉落应及时处理。实验时应确保手和衣服不沾染毒物,实验后应把手充分洗净,以免毒物引入口中。如果万一不慎发生中毒现象应立即急救,先让中毒者喝温热的水或饮服稀硫酸铜溶液,然后用手指伸入喉部,促其呕吐,随后迅速送医院诊治。

现将常见的毒品及解毒急救办法简单介绍如下:

毒 品	解 毒 急 救 方 法
氯、溴、氯化氢蒸气	吸入稀氨水与乙醇或乙醚的混合液蒸气
肼(肼化氢)、磷(磷化氢)	呼吸新鲜空气
硫化氢、一氧化碳、氢氰酸	呼吸氧气,施行人工呼吸法
氨、苛性碱	吸入水蒸气,或服1%醋酸液,同时服吞小冰块
氰化钾、砷盐	服新沉淀的氢氧化铁悬浮液(混合 Na_2CO_3 和 FeSO_4 溶液得到)

4. 腐蚀:溴、白磷、浓酸、浓碱对人体皮肤和眼睛具有剧烈的腐蚀作用,有些固态物质(如重铬酸钾)在研磨时扬起的细尘对皮肤及视神经也有破坏作用,进行任何实验均应注意保护眼睛,使其不受任何试剂的侵蚀。

受碱液腐蚀时,应立即用大量的水冲洗伤处,然后用2%稀醋酸溶液冲洗,必要时洗完以后加以包扎。

受酸液腐蚀时,应先用自来水冲洗或用甘油擦洗伤处,然后包扎。

受白磷腐蚀时,伤处应立即用1%硝酸银溶液或2%硫酸铜溶液或浓的高锰酸钾溶液擦洗,然后用2%硫酸铜溶液润湿绷带,盖覆在伤处,最后包扎。

如果眼睛受腐蚀,必须及时用大量的水冲洗,然后迅速送医院治疗。

(四) 灭火器简介

如果实验室内发生火灾,应根据具体情况,立即采取措施扑灭之。一般燃烧需要足够的氧气来维持,因此可以采用下列方法扑灭火焰。

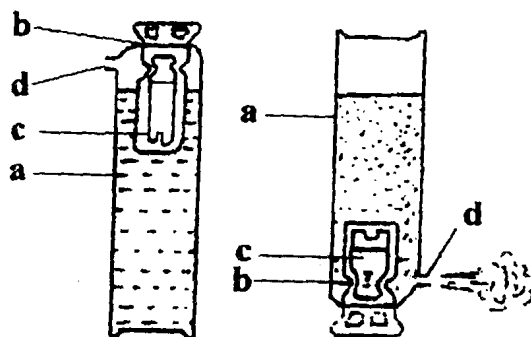
- (1) 移去或隔绝燃料的来源。
- (2) 隔绝空气来源。
- (3) 冷却燃烧物质,使其温度降低到它的着火点以下。

某些类型的灭火器就是利用(2)、(3)两种作用制造的,灭火机的种类很多,下面对两类常见的灭火机的构造原理和使用方法作简单介绍。

1. 二氧化碳灭火器

二氧化碳灭火器常见有两种。

(1) 泡沫灭火器(图 1)



a. 钢制圆筒;b. 金属支架;c. 玻璃瓶;d. 喷口

图 1 泡沫灭火器构造简图

钢筒内几乎装满浓的碳酸氢钠(或碳酸钠)溶液,并掺入少量能促进起泡沫的物质。钢筒的上部装有一个玻璃瓶,内装浓硫酸(或硫酸铝溶液)。使用时,把钢筒倒翻过来使筒底朝上,并将喷口朝向燃烧物,此时硫酸(或硫酸铝)与碳酸氢钠接触,随即作用产生二氧化碳气体。而被二氧化碳所饱和的液体受到高压,挟着泡沫形成一股强烈的激流喷出,覆盖住火焰,使火焰隔绝空气;另外,由于水的蒸发使燃烧物的温度降低,因此火焰就被扑灭。

泡沫灭火器用来扑灭液体的燃烧最有效,因为稳定的泡沫能将液体覆盖住使之与空气隔绝。但因为它是一种电的良好导体,故不能用于漏电所引起的火灾。遇到这种情况应先把电路切断,然后再使用泡沫灭火器灭火。

(2) 二氧化碳灭火器

将二氧化碳装在钢瓶内,使用时将喷口朝向燃烧物,旋开阀门,二氧化碳即喷出覆盖于燃烧物上,由于钢瓶喷出的二氧化碳温度很低,燃烧物温度剧烈下降,同时借二氧化碳气层把空气与燃烧物隔开,以达到灭火目的。这一类的灭火器比起泡沫式灭火器优越,因为二氧化碳蒸发后没有余留物,不会使精密仪器受到污损,而且对有电流通过的仪器亦可使用。

2. 有机物质灭火器

四氯化碳、溴代甲烷等液态卤代碳氢化合物也常用作灭火的材料。以四氯化碳灭火器为例。将四氯化碳装在钢筒内并加压,使用时将喷口朝向燃烧物,旋开阀门,四氯化碳便喷射在燃烧物表面上。由于形成的沉重而惰性的四氯化碳蒸气盖住燃烧物,使其与空气隔绝而使火焰熄灭。

这类灭火机的优点与二氧化碳灭火器相同。其缺点是这些有机物有毒,遇火分解成烟炱和氯化氢,有时还会产生极毒的光气。这类灭火器较适用于空旷地方或通风极好的房间里。四氯化碳灭火器绝对不可用于由碱金属或碱土金属燃烧引起的火灾。因为这样会引起爆炸。

3. 灭火机的维护和使用注意事项:

(1)应经常检查灭火机的内装药品有否变质和零件有否损坏,药品不够应及时添加。压力不足,应及时加压,尤其要经常检查喷口有否被堵塞,如果喷口被堵塞,使用时灭火器将发生严重爆炸事故。

(2)灭火器应挂在固定的位置,不得任意移动。

(3)使用时不要慌张,应以正确的方法开启阀门,才能使内容物喷出。

(4)灭火器一般只适用于熄灭刚刚发生的火苗,对于已蔓成大火的情况,灭火机的效力就不够。不要正对火焰中心喷射,以防着火物溅出使火焰蔓延,而应从火焰边缘开始喷射。

(5)灭火器一次使用后,可再次装药加压,重新使用。

四、无机化学实验基本仪器介绍

进行化学实验需要使用许多种不同的化学仪器,每一种仪器都有一定的特点。因此,进行化学实验以前,必须先了解一些基本仪器的特性、用途和使用方法,实验时应严格遵守仪器的使用规则,这样才能使仪器在实验过程中不致发生故障或损坏,保证实验顺利进行。况且合理地使用仪器也能延长仪器的服务期限。

无机化学实验所使用的仪器按其性质与用途大致可分为以下几类:

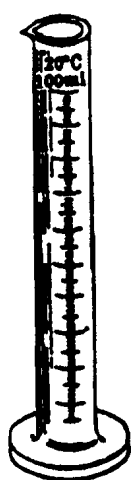
(一)玻璃仪器

制造一般玻璃仪器的材料有软质玻璃和硬质玻璃两种。软质玻璃的主要成分为钠与钙的硅酸盐和二氧化硅,因此亦称钠钙玻璃,其软化温度较低,通常用于制造非加热用的器皿。硬质玻璃中二氧化硅的含量较高,并含有钾(钾玻璃)或硼(硼硅玻璃),其软化温度较高,热膨胀系数较小,故用于制造加热用的仪器。

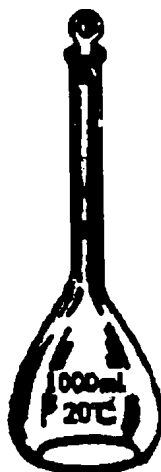
1. 度量仪器:这类仪器用于量取一定体积的液体,仪器上有刻度线,表示在一定温度下的容量。这些仪器不宜用于量取混有固态物质的液体,不能作反应容器用,更不得加热。量取一定体积的液体时,若量取的体积精密度要求不高,可使用量筒(图 2a)最为方便,但欲精确量取液体,就必须使用其它更精密的度量仪器。

容量瓶(图 2b)用于配制一定体积与确定浓度的溶液。应爱护使用,特别小心瓶塞(这是配套的),勿使跌落打碎或遗失。不用时洗净后在瓶塞磨口放一小纸片。

使用度量仪器时,必须掌握测量量取的液体体积的正确方法,如图 3 所示。测量时必须使视线同度量仪器内液体凹液面最低处保持水平,才能准确地读出体积的数值;否则读出的数值就会偏高或偏低,从而造成较大的误差。

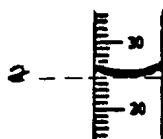


a. 量筒



b. 容量瓶

图 2



视线与凹液面水平



视线偏高



视线偏低

图 3 测量度量仪器内液体的体积

2. 反应容器:此类器皿通常是用硬质玻璃制成的,可以较长时间地加热,但骤热或骤冷也会破裂,所以加热时容器底部必须垫有石棉铁丝网,以使容器受热均匀。热的器皿不得与冷的物体接触,以防局部骤冷而破裂。

进行物质的性质试验及定性分析时,经常使用试管(图 4a),这样可以使用较少量的试剂,而且摇荡和加热溶液都很方便。离心试管(图 4b)的底部是锥状的,盛含有少量沉淀的溶液,经离心分离后,沉淀便沉积于锥形底部,观察沉淀的多寡和颜色较方便。但离心试管不得直接用灯焰加热。

反应物用量较多时,应根据实验的需要采用烧杯(图 5),三角烧瓶(图 6),圆底烧瓶(图 7),平底烧瓶(图 8)。

3. 玻璃瓶:此类器皿皆用软质玻璃制造,瓶壁厚薄不均匀,因此不宜加热,在实验室中常用来贮存药品。

试剂瓶(图 9)与滴瓶(图 10)有无色和棕色两种,无色的瓶子用于盛一般的试剂,遇光照射易分解的药品必须贮存在棕色的瓶子里。

酸瓶(图 11)只能用于盛酸溶液,它的瓶颈和瓶塞各有小沟,用时只需转动瓶塞使小沟沟通,用食指按着瓶塞,使瓶身倾斜,酸液便慢慢地滴出来。不用时,必须把瓶塞转动到另一个位

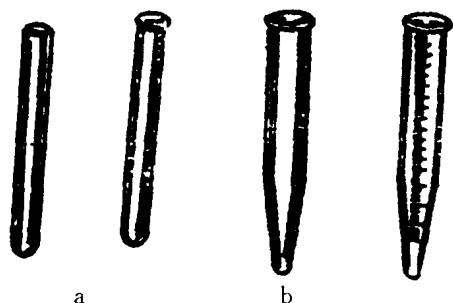


图 4 试管与离心试管

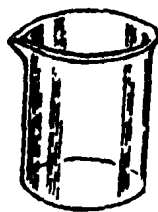


图 5 烧杯



图 6 三角烧瓶



图 7 圆底烧瓶



图 8 平底烧瓶

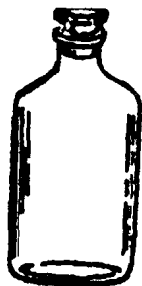


图 9 试剂瓶



图 10 滴瓶



图 11 酸瓶

置、使瓶塞与瓶颈的小沟不沟通,以防一些挥发性的酸(如盐酸、硝酸)挥发出来。

制备气态物质时,常用广口瓶(图 12)来收集气体产物,在广口瓶中气态物质与其它试剂反应的情况比较容易观察。但广口瓶不能加热,因此,如果试剂能在该气体中燃烧,则应注意不使火焰触及瓶壁。进行这一类试验时,通常在瓶底铺上一层细沙,以防灼热的物体掉落瓶底致使广口瓶因局部受热而破裂。



图 12 广口瓶



图 13 表面皿

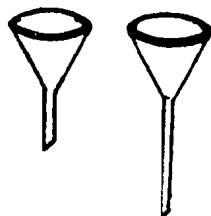


图 14 漏斗

4. 其它玻璃仪器:

表面皿(图 13)常作为烧杯的盖,避免加热液体至沸腾时液滴溅出,同时也可防止空气中的尘埃掉入,它有时也可用作点滴反应或结晶的器皿。若作为液体蒸发时的容器,只能置于水浴上加热,不得用灯焰直接加热。



图 15 分液漏斗

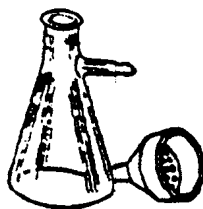


图 16 带有布氏漏斗的抽滤瓶

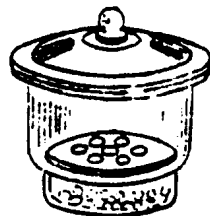


图 17 干燥器

漏斗的样式很多,当过滤或液体倒入口径较小的容器时,经常使用普通漏斗(图 14)。在制备气体或其他需要随时加入液体的实验时,常常使用分液漏斗(图 15),分液漏斗更多用于萃取实验。抽滤瓶(图 16)的壁较厚,可经受一定的压力,它与瓷质布氏漏斗组成抽滤器,借助抽气机或水泵把瓶内大部分空气抽出,使瓶中压力降低,因而加快过滤速度。

易潮解的或易吸水分解的药品以及须保持干燥的器皿(称瓶、坩埚等)都应贮存在盛有干燥剂的干燥器里(图 17),干燥器配有磨砂口的盖,磨口涂有少量凡士林,可盖得很紧密。欲揭开干燥器的盖,须一手按住干燥器,另一手捏住盖顶隆起的小球,沿水平方向推移。刚经灼烧而温度还很高的物品不能立即放入干燥器,否则会使干燥器胀裂或者待干燥器中空气冷却后盖子揭不开,干燥器内的干燥剂必须常常更换,保证经常有效。

启普发生器(图 18)用于制备大量的气体。它由一葫芦状的容器 1 与球形漏斗 2 组成,两者依磨砂口在 5

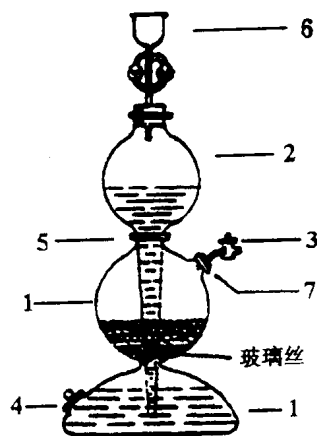


图 18 启普发生器

处连接。使用时,将固态反应物打成大小合适的碎块,从开口 7 处放入容器 1 的上半部(容器 1 上半球底部应先垫上一些玻璃丝,防止碎块掉落到下半部)。液态反应物(通常是酸液),由安全漏斗 6 注入,液体就贮存在容器 1 下半部和球形漏斗 2 中。当出气管的活塞 3 开启时,液面便上升至容器 1 上半部,并与固态反应物接触。于是发生反应,产生气体。若关闭活塞 3,则由于容器 1 内压力增加,就将液体压向球形漏斗,液态和固态反应物两相分离,反应即停止。溶液中的反应物(如酸)耗尽后,废液可由排液口 4 放出。

拿动启普发生器时,应紧握容器 1 的腰部,不得随便拿动球形漏斗 2,以免损坏仪器。

(二)瓷质器皿

瓷质器皿耐热性能较玻璃为佳,热膨胀系数比较小,高温实验的器皿多数是瓷质的。

蒸发液体时通常把液体盛在瓷蒸发皿(图 19)中,因为它口径大,其中液体的表面大,蒸气易随空气飘散,故蒸发速度快。

实验室常用的瓷质器皿还有瓷坩埚(图 20)和瓷研钵(图 21)。



图 19 瓷蒸发器



图 20 瓷坩埚



图 21 瓷研钵

(三)加热器

加热是普通化学实验中最基本的操作之一。在普通化学实验室最常用的加热器有酒精灯、酒精喷灯和电炉等。

1. 酒精灯的构造和使用方法

通常使用的酒精灯是玻璃制的,有磨口的盖,灯头中心有一条棉纱芯。酒精灯的燃料为粗酒精。酒精灯不用时,总是用罩盖住。

使用酒精灯应注意以下几点:

(1)点燃酒精灯之前,先把盖拿走,并把灯头的瓷管向上提一下,使灯内的酒精蒸气逸出,这样才可避免点燃时酒精蒸气因燃烧膨胀而使瓷管连灯芯一并弹出,从而引起燃烧事故。

(2)点燃酒精灯应用火柴杆引燃,绝不能拿燃着的酒精灯去引燃另一个酒精灯,因为这样做将使灯内的酒精从灯头流出引起燃烧。

(3)熄灭酒精灯时,把灯盖罩上,片刻后再把灯盖提起一下,然后再罩上(以免灯盖揭不开之弊,为什么?),不能用口吹熄。

(4)添加酒精时,应先熄灭灯焰,然后借助漏斗把酒精加入灯内。灯内酒精的贮量以充满酒精灯总容量的 $\frac{2}{3}$ 为宜。

2. 酒精喷灯的构造及其使用方法



图 22 点燃酒精灯

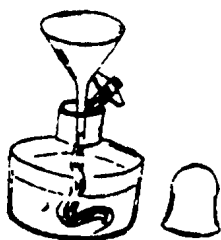


图 23 往酒精灯添加酒精

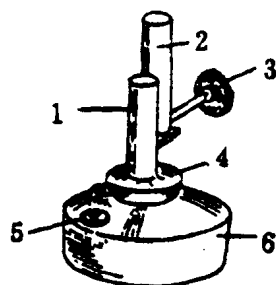


图 24 酒精喷灯

酒精喷灯是金属制成的,它的火焰温度很高,灼烧固体或加工玻璃管时必须使用这种喷灯。

座式酒精喷灯的构造如图 24 所示,灯座 6 贮存酒精,旋盖 5 为酒精加入口(加酒精后,应立即把盖旋紧),管 1 上端封闭,下端接连灯座,管 2 与管 1 并排焊接,中间由一细管沟通。点燃时,盛少量酒精于预热盘 4 中,点燃酒精使管 1 受热,此时灯座中的酒精就气化,并由管 1 经细管冲入管 2 中,在管 2 上口引燃酒精蒸气,此时可调节升降器 3,以控制空气的进入量(提高升降器,则空气的入口大,因而燃烧更完全),以获得最高温度,此时火焰是蓝色的。不用时,旋开旋盖 5,使酒精蒸气由此逸出,火焰就自行熄灭。火焰熄灭后,应把管口再旋紧,避免酒精挥发。

使用酒精喷灯,应注意以下几点:

- (1)喷灯的酒精蒸气喷出口(即细管末端的小孔),应经常用特制的金属针贯通,以防阻塞。
- (2)应注意保护升降器 3 的螺旋,不得猛力旋紧,以免损伤其中的螺

纹。

- (3)喷灯用过一段时间以后,应把灯座内部清洗干净。

3. 火焰的构造和温度

(1)灯焰的构造

任何灯的火焰皆有三个锥形区(图 25),内层 a(焰心)是没燃烧的气体。中层 b(还原焰)气体燃烧不完全,并有灼热的碳粒,故具还原性。最外层 c(氧化焰)空气充足,气体燃烧完全,具有过量的氧气,因此有氧化性。其中以最外层的火焰温度最高,加热时应充分利用这一层火焰。

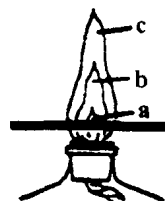


图 25 灯焰的构造

	各层火焰中所含的物质			火焰温度
	酒精灯	酒精喷灯	煤 气 灯	
焰 心	酒精蒸气	酒精蒸气	煤气与空气的混合物	最 低
还原焰	C、H ₂ O	C、H ₂ O	C、H ₂ O	较 高
氧化焰	CO ₂ 、O ₂	CO ₂ 、O ₂	CO ₂ 、O ₂	最 高

(2)几种灯焰的温度

酒精灯的火焰温度较低(300~600℃),而酒精喷灯和煤气灯的火焰温度很高(1 000℃ ~ 1 500℃),用一支镍铬丝插入灯内各层火焰,根据镍铬丝灼烧后的颜色可粗略估计火焰的温