

工科大学化学实验

甘孟瑜 郭铭模 主编

重庆大学出版社

内 容 简 介

本书是《工科大学化学》(曾政权、李月熙主编,重庆大学出版社,1995年第二版)教材的配套实验教材。全书共分三部分,第一部分是基本操作及数据处理。第二部分是基本实验。基本实验中除编有基本原理、性质的实验外,还编有电离常数、气体常数、溶度积常数、配合物稳定常数及化学反应焓变、活化能、反应级数、电极电势、原电池电动势等化学基本参数与物理量的测定及综合设计实验。第三部分是开放实验,编有工业用油性能的测定,煤主要成分的化学分析,涂料与胶粘剂的制备及应用,金属与非金属电镀,电抛光,表面处理技术、工业用水净化及废水处理等与工程技术密切联系的实验内容。

本书适宜于高等工科院校非化工类各专业学生使用,也可供电大、职大、函大、夜大师生使用。

工科大学化学实验

甘孟瑜 郭铭模 主编

责任编辑 陈晓阳

*

重庆大学出版社出版发行

新华书店经销

西南政法大学印刷厂印刷

*

开本:787×1092 1/16 印张:7.5 字数:189千

1996年6月第1版 1996年6月第1次印刷

印数:1—4000

ISBN 7-5624-1191-3/O·133 定价:8.50元

(川)新登字020号

前 言

本书是根据国家教委 1995 年颁布的《高等学校工科本科基础课程普通化学课程教学基本要求》的精神,总结我校普通化学教研室多年的教学实践经验编写而成,并作为曾政权、李月熙主编的《工科大学化学》(重庆大学出版社,1995 年第二版)教材的配套实验教材。

化学实验是工科大学化学课程的重要组成部分,是巩固、扩大和加深化学的基本理论和基本知识,培养学生独立操作,观察、分析问题能力的重要环节。

全书共分三部分。第一部分是基本操作及数据处理,并将其分散到各个实验中,通过反复练习,使学生初步掌握一定的化学实验技能。

第二部分编有 13 个基本实验,所选内容紧密配合工科大学化学的理论教学,对重要的基本理论、基本知识,如化学热力学、化学动力学、电离平衡、沉淀-溶解平衡、配合平衡、电化学等都配有相应的实验。实验内容中,除有基本原理、性质的实验外,还编入了电离常数、气体常数、溶度积常数、配离子稳定常数及化学反应焓变、活化能、反应级数、电极电势、原电池电动势等化学基本参数与物理量的测定,以提高实验水平。在基本实验中,有意识地增加了学生自行设计的实验内容,最后编有两个综合设计实验,以加强学生独立思考、分析、综合能力的培养。在实验中创造条件使学生初步学会分析天平、pH 计、电导率仪、分光光度计等仪器的使用。在醋酸电离常数的测定实验中,编有计算机处理程序,学生可使用计算机处理实验数据。

本书的第三部分是开放实验,编有紧密联系实际的,反映工科大学培养目标和教学特点,加强化学与工程技术间桥梁作用的实验 12 个,供不同年级、不同专业的学生选做。通过开放实验,进一步拓宽学生的知识面,密切与工程技术的联系。

全书按照我国国家标准局 1994 年 7 月实施的“量和单位”的国家标准和国际纯粹与应用化学联合会(IUPAC)出版的《物理化学中的量单位和符号》(第 4 版)进行了规范化。

本书由甘孟瑜、郭铭模任主编。甘孟瑜编写基本操作六、七、八、九、十、十一,基本实验一、二、七、八、十、十一;郭铭模编写基本操作前的叙述部分,基本操作一、二、三、四、五,基本实验三、四、五、六、九及附录;曹渊编写基本实验十二,开放实验二十、二十一、二十二、二十三、二十四、二十五;张云怀编写数据处理与作图技术,基本实验十三,开放实验十四、十五、十六、十七、十八、十九。

本书是在总结了我校普通化学教研室多年教学实践经验的基础上编写成的,是全体教师、实验室工作人员辛勤劳动的结晶,同时也吸取了许多兄弟院校的宝贵经验。本书由国家教委工科化学课程指导委员会委员曾政权教授主审,曾教授对本书提出了中肯的意见与建议。在此一并表示衷心的感谢。

由于编者水平有限,书中错误和不当之处在所难免,恳请使用本书的师生、读者批评指正。

编 者

1995 年 12 月

目 录

实验的目的和要求	1
实验室规则	2
第一部分 基本操作及数据处理	3
一、天平的使用	3
二、灯的使用和加热	3
三、玻璃仪器的洗涤	5
四、试剂的取用	6
五、容量瓶、滴定管和移液管的洗涤和使用	7
六、液体和固体的分离	9
七、干燥器的使用	11
八、密度计的使用	11
九、气压计的使用	12
十、蒸馏	12
十一、玻璃的简易加工	13
十二、量的测定中的误差	14
十三、有效数字	16
十四、作图技术	18
第二部分 基本实验	20
实验一 电光分析天平的使用	20
实验二 气体常数的测定	22
实验三 化学反应焓变的测定	25
实验四 化学反应速率与活化能(I)	27
实验五 化学反应速率与活化能(II)	30
实验六 醋酸电离常数的测定	34
实验七 电离平衡与沉淀反应	39
实验八 二氯化铅溶度积的测定	42
实验九 氧化还原与电化学	45
实验十 水质检验	48
实验十一 配合物组成及稳定常数的测定	54
实验十二 综合设计实验(I)	60
实验十三 综合设计实验(II)	61

第三部分 开放实验	64
实验十四 工业用油酸值、水溶性酸性、碘值的测定	64
实验十五 工业用油粘度、燃点、闪点的测定	68
实验十六 煤中主要成分的化学分析	71
实验十七 107 建筑涂料和胶粘剂的制备及应用	74
实验十八 电抛光	77
实验十九 金属的腐蚀与防护	79
实验二十 表面处理技术——发蓝、铝阳极氧化、磷化	82
实验二十一 金属与非金属电镀	86
实验二十二 铝合金中铁含量的测定(邻二氮菲分光光度法)	92
实验二十三 从废定影液中制取单质银或硝酸银	94
实验二十四 工业用水的净化	95
实验二十五 废水化学耗氧量的测定	98
附录	100
一、化学试剂的规格及选用	100
二、常见难溶物质的溶度积	101
三、298.15K 时在水溶液中一些电对的标准电极电势	102
四、配离子的稳定常数	104
五、常用酸碱指示剂	104
六、常见弱电解质在水溶液中的电离常数	105
七、氢的超电势(298K)	106
八、氧的超电势(298K)	106
九、氯的超电势(298K)	107
十、常用酸碱溶液的浓度(288K)	107
十一、酸碱的百分浓度和密度对照表	108
十二、不同温度下饱和水蒸气的压力	109
十三、常见元素的相对原子量(1993)	111
十四、BASIC 语言程序设计 醋酸电离常数的计算	112
主要参考文献	114

实验的目的和要求

化学是一门以实验为基础的自然科学。实验是大学化学课程的重要环节。实验课要达到的目的是：

- (1) 巩固、扩大和加深课堂所学的理论知识,训练理论联系实际和分析、解决问题的能力。
- (2) 加强化学实验基本操作技能的训练,初步学会常用仪器的使用,培养独立操作动手能力。
- (3) 通过实验现象的观察、分析,测试数据的处理和撰写报告,培养科学思维的方法。通过自拟实验方案的综合设计实验的训练,进一步培养独立思考、独立工作的科学实验能力。
- (4) 培养严格认真、实事求是的科学态度和准确细致、整齐清洁的良好习惯。

二

为了保证实验课的质量,达到实验课的预期目的,提出以下三项要求:

1. 课前预习

课前要仔细阅读实验教材和教科书上的相关内容。领会实验的目的、任务以及完成此任务所拟定的实验方法。查出与实验有关的数据,列出简明的操作步骤,写出预习报告。

设计实验,则应自行拟定实验方案、步骤,列出所需仪器药品,预测实验现象。

上课前,教师提问检查。合格者方可进行实验。

2. 认真实验

根据实验教材规定的方法、步骤及试剂用量进行实验。基本操作要反复练习。认真观察、细致分析,归纳实验现象,得出正确的结论。发现意外的现象,应独立思考分析原因,或与教师讨论后再重做实验。如实做好记录。

实验中要严格遵守实验室规则,注意安全。

3. 写好报告

根据实验观察的现象和测试的数据,撰写出简明扼要、条理清晰的实验报告。报告内容要实事求是,报告书写要整齐、清洁,按时交指导教师审阅。

实验室规则

(1) 实验过程中要集中精力,认真操作,仔细观察,如实记录。

(2) 保持严肃、安静的实验室气氛,不得高声谈话,嘻笑打闹。

(3) 注意安全,爱护仪器、设备。使用精密仪器,应格外小心,严格按操作规程进行,发生故障,及时报告指导教师。损坏仪器,酌情赔偿。

(4) 节约试剂,按实验教材规定用量取用试剂。从试剂瓶中取出的试剂不可再倒回瓶中,以免带进杂质;取用试剂后应立即盖上瓶塞,切忌张冠李戴污染试剂;试剂瓶应及时放回原处。

(5) 随时保持实验室和桌面的整洁。火柴梗、废纸屑、金属屑等固体废物应投入废纸篓内;废液倒入废液缸内,严禁投入或倒入水槽,以防堵塞、腐蚀管道。

(6) 实验完毕,须将玻璃仪器洗涤干净,放回原位。清洁并整理好桌面,打扫干净水槽、地面。检查电插头或闸刀是否拉开,水龙头是否关闭。洗净双手,方可离开实验室。

第一部分 基本操作及数据处理

一、天平的使用

实验中由于对质量准确度的要求不同,需使用不同类型的天平进行称量。常用的天平有台天平(也叫台秤)和分析天平等。一般来说,台天平的感量(称量的精确程度)是 0.1g ,分析天平的感量则为 0.0001g 。

1. 台天平(图 1)

使用台天平前,需先把游码放在刻度尺的零处,检查天平的摆动是否平衡。如果平衡,则指针摆动时所指示的标尺上的左右格数应相等,当指针静止时应指在标尺的中线。如果不平衡,可以调节螺旋,使之平衡。

称量时,将要称的物品放在左台上(或左盘内),然后在右台上(或右盘内)添加砝码,砝码通常从大的加起,如果偏大,就换放小的砝码, 10g 以下的砝码用游码代替,直到天平平衡为止。台天平的砝码和游码可以用干净的手指直接拿取和移动。

称固体试剂时,应在两台上(或两盘内)各放一张质量相近的腊光纸,然后用药匙将试剂放在左台(或左盘)的纸上(称 NaOH 、 KOH 等易潮解或有腐蚀性的固体时,应衬以表面皿)。称液体试剂时,要用已称过质量的容器盛放试剂,称法同前。

2. 分析天平

分析天平的构造和使用方法在实验一“电光天平的使用”中说明。

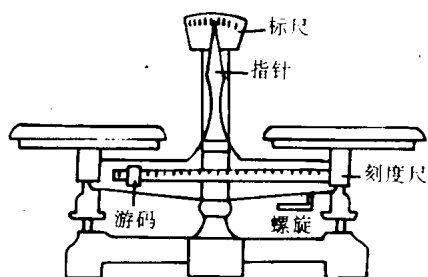


图 1 台天平

二、灯的使用和加热

1. 灯的使用

在实验室的加热操作中,常使用酒精灯、酒精喷灯或电炉等。酒精灯的温度通常可达 $400\sim 500^{\circ}\text{C}$,酒精喷灯的温度分布如图 2 所示,最高温度处通常可达 1000°C 左右。

(1) 酒精灯

点燃酒精灯需用火柴,切勿用已点燃的酒精灯直接去点燃别的酒精灯。熄灭灯焰时,切勿用口去吹,可将灯罩盖上,火焰即灭;然后再提起灯罩,待灯口稍冷,再盖上灯罩,这样可防止灯口破裂。长时间加热时最好预先用湿布将灯身包围,以免灯内酒精受热大量挥发而发生危险。不用时,必须将灯罩盖好,以免酒精挥发。

(2) 酒精喷灯

常用的酒精喷灯有挂式(图 3)及座式两种。挂式喷灯的酒精贮存在悬挂于高处的贮罐内,

而座式喷灯的酒精则贮存在灯座内。

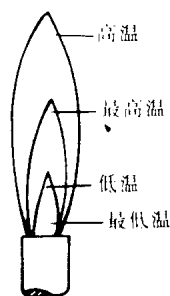


图2 灯的火焰温度分布

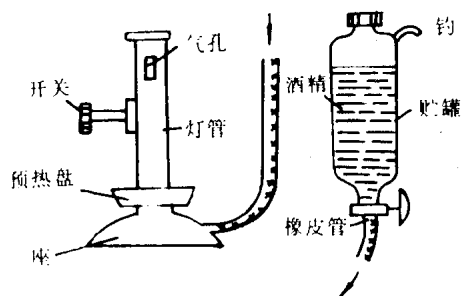


图3 挂式酒精喷灯的结构

使用前,先在预热盘中注入酒精,然后点燃盘中的酒精以加热铜质灯管。待盘中酒精将近燃完时,开启开关(逆时针转),这时由于酒精在灯管内气化,并与来气孔的空气混和,如果用火点燃管口气体,即可形成高温的火焰,调节开关阀门可以控制火焰的大小。用毕后,旋紧开关,即可使灯焰熄灭。

应当指出:在开启开关、点燃管口气体以前,必须充分灼热灯管,否则酒精不能全部气化,会有液态酒精由管口喷出,可能形成“火雨”(尤其是挂式喷灯),甚至引起火灾。

挂式喷灯不使用时,必须将贮罐的开关关好,以免酒精漏失,甚至发生事故。

2. 加热

常用的受热仪器有烧杯、烧瓶、锥形瓶、蒸发皿、坩埚、试管等。这些仪器一般不能骤热,受热后也不能立即与潮湿的或过冷的物体接触,以免由于骤热骤冷而破裂。加热液体时,液体体积一般不应超过容器容积的一半。在加热前必须将容器外壁擦干。

烧杯、烧瓶和锥形瓶加热时必须放在石棉铁丝网或铁丝网上,否则容易因受热不匀而破裂。

蒸发皿、坩埚加热,应放在泥三角上(图4);如需移动则必须用坩埚夹夹取。

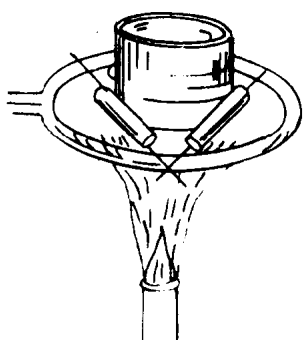


图4 坩埚的灼烧

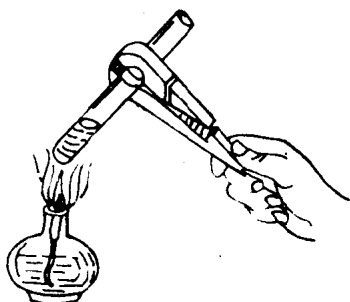


图5 用试管加热液体

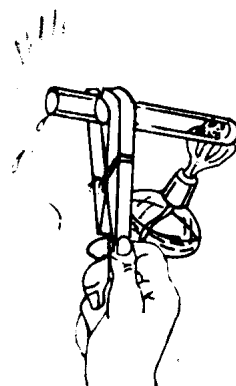


图6 用试管加热潮湿的固体

在火焰上加热试管时,应使用试管夹夹住试管的中上部(微热时也可用拇指和食指持试管),试管与桌面成约 60° 的倾斜(图5)。如果加热液体,应该加热液体的中上部,慢慢移动试管,热及下部,然后不时上下移动或摇荡试管,务使各部分液体受热均匀,以免管内液体受热不匀而骤然溅出。

如果加热潮湿的或加热后有水产生的固体时,应将试管口稍微向下倾斜,使管口略低于底部(图 6),以免在试管口冷凝的水流向灼热的管底而使试管破裂。

如果要在一定范围的温度下进行较长时间的加热,则可使用水浴(图 7)、蒸气浴(图 8)或砂浴等。水浴或蒸气浴是具有可移动的同轴圆盖的铜制水锅〔也可用烧杯代替(图 7)〕,砂浴是盛有细砂的铁盘。应当指出:离心试管由于管底玻璃较薄,不宜直接加热,应在热水浴中加热。

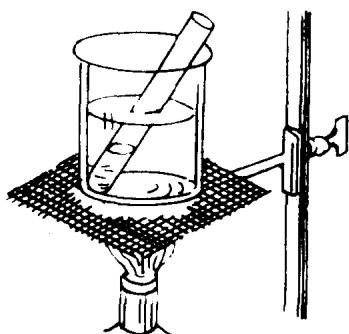


图 7 烧杯代替水浴加热

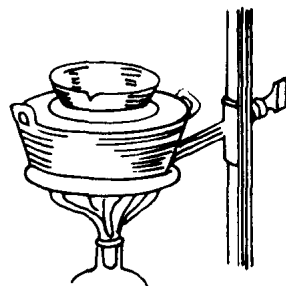


图 8 蒸气浴加热

三、玻璃仪器的洗涤

为了使实验结果正确,必须将实验仪器洗涤干净。现以洗涤试管为例,说明洗涤方法。

在试管内装入约 $1/4$ 的水,摇荡片刻,倒掉,再装水摇荡,倒掉,若管壁能均匀地被水所湿润而不沾附水珠,可认为基本上已洗涤清洁(图 9)。

洗涤时也可使用试管刷。刷洗时注意将试管刷前部的毛捏住后放入管内,以免铁丝顶端将试管戳破。如需要,可用去污粉刷洗(但不要用于去污粉刷洗有刻度量器,以免擦伤器壁)。

按上法洗净后,需再用去离子水(或蒸馏水)洗涤,以除去沾附在器壁上的普通水。洗涤的方法一般是用洗瓶向仪器内壁挤入少量水,同时转动仪器或变换洗瓶水流方向,使水能充分淋洗内壁,每次用水量不需太多。如此洗涤 2~3 次后,即可使用。

如果仪器沾污得很厉害,可先用洗涤液处理。在实验室中较常用的是重铬酸钾和浓硫酸所配成的溶液,叫做洗液。一般可将需要洗涤的仪器浸泡在热的(70°C 左右)洗液中约十几分钟。取出后,再用水冲洗。用过的洗液如果不显绿色(+3 价铬离子的颜色),一般仍可倒回原瓶再用(不要随便废弃)。洗液有强烈的腐蚀性,使用时必须小心,防止它溅在皮肤或衣服上。有油渍的仪器可先用热的氢氧化钠或碳酸钠溶液处理。

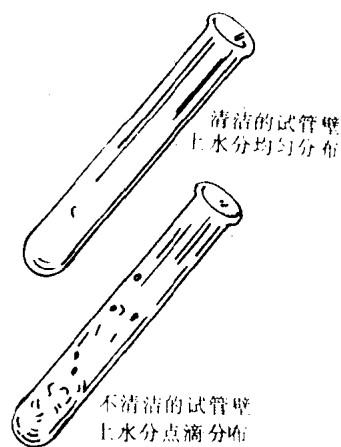


图 9 试管的清洁情况

四、试剂的取用

取用试剂前,应看清标签。取用时,如果瓶塞顶是扁平的,瓶塞取出后可倒置桌上;如果瓶塞顶不是扁平的,可用食指和中指(或中指和无名指)将瓶塞夹住(或放在清洁的表面皿上),绝不可将它横置桌上。

固体试剂需用清洁、干燥的药匙(塑料、玻璃或牛角的)取用,不得用手直接拿取。

药匙的两端为大小两个匙,取大量固体时用大匙,取小量固体时用小匙(取用的固体要放入小试管时,也可用小匙)。

液体一般可用量筒量,或用滴管吸取。用滴管将液体滴入试管中时,应用左手略倾斜地握住试管,右手持滴管橡皮头将滴管放在试管口的正中上方(图 10),然后挤捏滴管的橡皮头,使液体滴入试管中。绝不可将滴管伸入试管中(图 11),否则,滴管口易沾有试管壁上的其它液体,如果再将此滴管放入试剂瓶中,则会沾污该瓶中的试剂。若所用的是滴瓶中的滴管,使用后应立即插回原来的滴瓶中。不得把沾有液体试剂的滴管横置或将滴管口向上斜放,以免液体流入滴管的橡皮头。

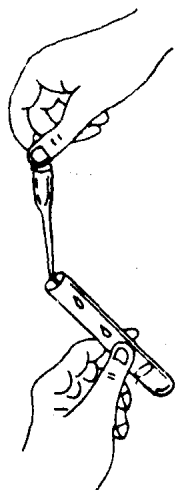


图 10 用滴管滴加少量液体试剂的正确操作

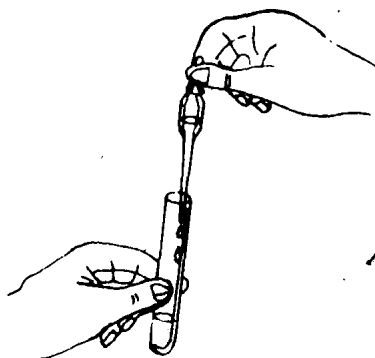


图 11 用滴管滴加少量液体试剂的不正确操作

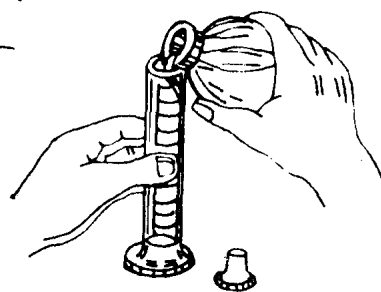


图 12 用量筒量取液体的操作

用量筒量取液体时,应左手持量筒,并以大拇指指示所需体积的刻度处;右手持试剂瓶(试剂标签应在手心处),瓶口紧靠量筒口边缘,慢慢注入液体(图 12)到所指刻度。读取刻度。读取刻度时,视线应与液面在同一水平面上。如果不谨慎,倾出了过多的液体,只好把它弃去或给别人用,不得倒回原瓶。

试剂取用后,必须立即将瓶塞盖好。实验室中试剂瓶的安放,一般均有一定的次序和位置,不得任意更动。若需移动试剂瓶,使用后应立即放回原处。

取用浓酸浓碱等腐蚀性试剂时,要防止沾到眼睛、皮肤上或洒在衣服上。如果酸碱等洒在桌上,应立即用湿布擦去,如果沾到眼睛或皮肤上要立即用大量清水冲洗。

五、容量瓶、滴定管和移液管的洗涤和使用

常用的量器除量筒外,还有容量瓶、滴定管和移液管等。量筒只能用来量取对体积不需十分精确的液体,而容量瓶、滴定管和移液管则有较高的精确度,容积在 100cm^3 以下的这些量器的精确限度一般可到 0.01cm^3 。

1. 容量瓶

容量瓶主要是用来精确地配制一定体积和一定浓度的溶液的量器。如果是用浓溶液(尤其是浓硫酸)配制稀溶液,应先在烧杯中加入少量去离子水,将一定体积的浓溶液沿玻璃棒分几次慢慢地注入水中,每次加入浓溶液后,应搅拌之;如果是用固体溶质配制溶液,应先将固体溶质放入烧杯中用少量去离子水溶解。然后,将杯中的溶液沿玻璃棒小心地注入容量瓶中(图 13),再从洗瓶中挤出少量水淋洗烧杯及玻璃棒 2~3 次,并将每次淋洗的水注入容量瓶中,最后,加水到标线处。但需注意,当液面将接近标线时,应使用滴管小心地逐滴将水加到标线处(注意:观察时视线、液面与标线均应在同一水平面上)。塞紧瓶塞,将容量瓶倒转数次(此时必须用手指压紧瓶塞,以免脱落),并在倒转时加以摇荡,以保证瓶内溶液浓度上下各部分均匀。瓶塞是磨口的,不能张冠李戴,一般可用橡皮圈系在瓶颈上。

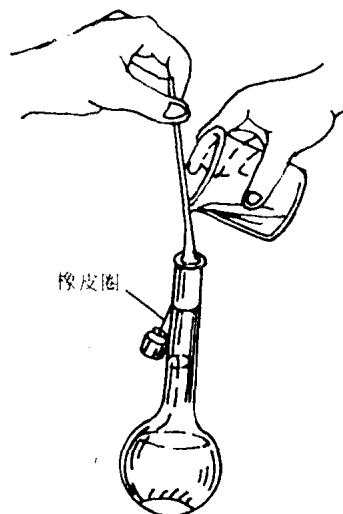


图 13 将溶液沿玻璃棒注入容量瓶中

2. 滴定管

滴定管主要是滴定时用来精确量度液体的量器,刻度由上而下,与量筒刻度相反。常用滴定管的容量限度为 50cm^3 ,刻度为 0.1cm^3 ,而读数可估计到 0.01cm^3 。滴定管的阀门有两种,一种是玻璃活塞(图 14a),另一种是装在橡皮管中的玻璃小球(图 14b)。

对前者,旋转玻璃活塞(切勿将活塞横向移动,以致活塞松开或脱出,使液体从活塞旁边漏失),可使液体沿活塞当中的小孔流出;对后者,用大拇指与食指稍微捏挤玻璃小球旁侧的橡皮管,使之形成一隙缝(图 14c),液体即可从隙缝流出。若要量度对玻璃有侵蚀作用的液体如碱液,只能使用带橡皮管的滴定管(碱式滴定管)。若要量度能侵蚀橡皮的液体如 KMnO_4 、 I_2 、 AgNO_3 溶液等,则必须使用带玻璃塞的滴定管(酸式滴定管)。

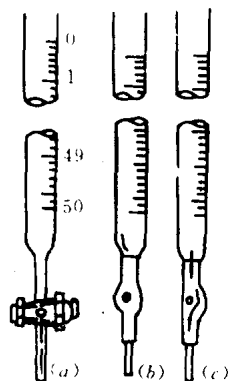


图 14 滴定管的阀门

使用的酸式滴定管的玻塞需涂有润滑脂(一般可用凡士林代替)薄层。润滑脂的涂法如下:先将活塞取下,将活塞筒及活塞洗净并用滤纸碎片将水吸干,然后在活塞筒小口一端的内壁及活塞大头一端的表面分别涂一层很薄的润滑脂(活塞筒及活塞的中间小孔处不得沾有润滑脂)。再将活塞小心塞好,旋转活塞,使润滑脂均匀地分布在磨口面上。最后检查一下是否漏水。

滴定管在装入滴定溶液前,除了需用洗涤液,水及去离子水依次洗涤清洁外,还需用少量滴定溶液(每次约 10cm^3)洗涤 2~3 次,以免滴定溶液的浓度被管内残留的水所稀释。洗涤滴定管时,应先将管平持(上端略向上倾侧)并不断转动,使洗涤的水或溶液与内壁的任何部分充

分接触；然后右手将滴定管持直，左手开放阀门，使洗涤的水或溶液通过阀门下面的一段玻璃管而流出(起洗涤作用)。在洗涤带有玻璃活塞的滴定管时，还需注意用手托住活塞筒部分(或用橡皮圈圈牢活塞)，以防活塞脱落而打碎。

滴定管装好溶液后必须把滴定管阀门下端的气泡逐出，以免造成读数误差。一般可迅速打开滴定管阀门，利用溶液的急流把气泡逐去。对于碱式滴定管，则把橡皮管稍折向上，然后稍微捏挤玻璃小球旁侧的橡皮管，气泡即易被管中溶液压出(图 15)。



图 15 逐去气泡

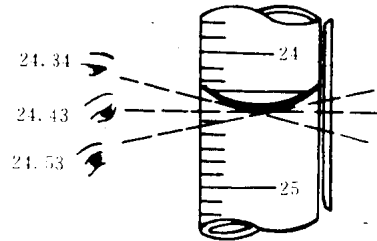


图 16 刻度的读取

滴定管应保持垂直。滴定前后均需记录读数，终读数与初读数之差就是溶液的用量。初读数应调节在刻度刚为“0”或“0”之下。读数时最好在滴定管的后面衬一张白纸片，视线必须与液面在同一水平面上，观察溶液弯面底部所在的位置，仔细读到小数点后两位数字。视线不平或者没有估计到小数点后第二位数字，都会影响测定的精确程度。例如，图 16 所示的读数应记作 24.43，不能误读为 24.34 或 24.53，也不能简化为 24.4。

滴定开始前，先把悬挂在滴定管尖端的液滴除去。滴定时用左手控制阀门，右手持锥形瓶(瓶口应接近滴定管尖端，不要过高或过低)，并不断摇荡底部，使溶液均匀混和(图 17)。

将到滴定终点时(这时每滴入一滴溶液，指示剂转变的颜色复原较慢)，滴定速度要控制得很慢，最后要一滴一滴地滴入，防止过量；并且要用洗瓶挤少量水淋洗瓶壁，以免有残留的液滴未起反应。

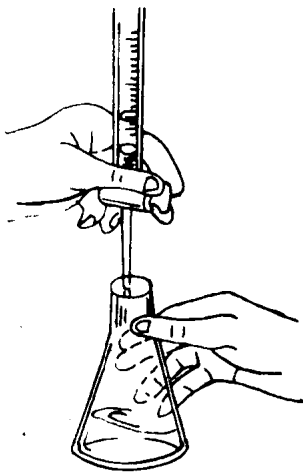


图 17 滴定

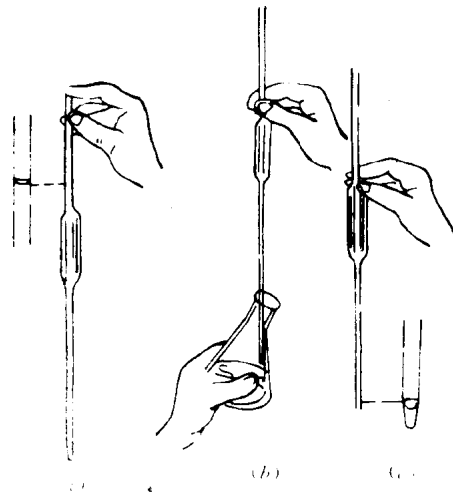


图 18 移液管的使用

(a)调节液面；(b)放出液体；(c)遗留液滴

为了便于判断终点时指示剂颜色的变化,可把锥形瓶放在白色瓷板或白纸上观察。最后,必须待滴定管内液面完全稳定后,方可读数(在滴定刚完毕时,常有少量沾在滴定管壁上的溶液仍在继续下流)。

3. 移液管

用移液管移取液体的操作方法是把移液管的尖端部分深深地插入液体中,用洗耳球把液体慢慢地吸入管中,待溶液上升到标线以上约2cm处,立即用食指(不要用大拇指)按住管口。

将移液管持直并移出液面(图18a),微微移动食指或用大拇指和中指轻轻转动移液管,使管内液体的弯月面慢慢下降到标线处(注意:视线、液面、标线均应在同一水平面上),即压紧管口。若管尖挂有液滴,可使管尖与溶液器壁接触使液滴落下。再把移液管移入另一容器(如锥形瓶)中,并使管尖与容器壁接触。放开食指,让液体自由流出(图18b),待管内液体不再流出后,稍停片刻(约十几秒钟),才把移液管拿开。此时遗留在管内的液滴不必吹出,因移液管的容量只计算自由流出液体的体积,刻制标线时已把留在管内的液滴考虑在内了(图18c)。

移液管在使用前的洗涤方法与滴定管相仿,除分别用洗涤液、水及去离子水洗涤外,还需用少量要移取的液体洗涤,可先慢慢地吸入少量洗涤的水或液体至移液管中,用食指按住管口,然后将移液管平持,松开食指,转动移液管,使洗涤的水或液体与管口以下的内壁充分接触。再将移液管持直,让洗涤水或液体流出,如此反复洗涤数次。

用移液管吸取有毒或有恶臭的液体时必须用配有洗耳球或其它装置的移液管。

此外,为了精确地移取少量的不同体积(如 1.00cm^3 、 2.00cm^3 、 5.00cm^3 等)的液体,也常用标有精细刻度的吸量管。吸量管的使用方法与移液管相仿。

六、液体和固体的分离

1. 过滤法

常用的过滤方法主要有两种:常压过滤和减压过滤。

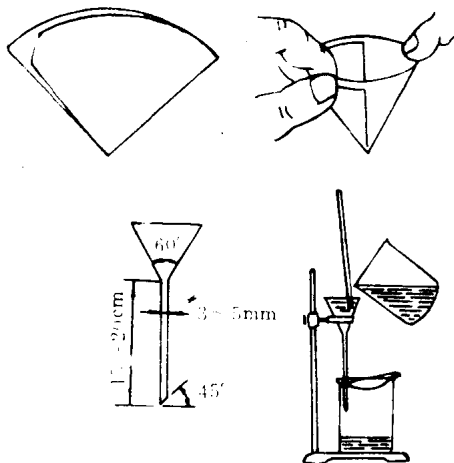


图19 常压过滤

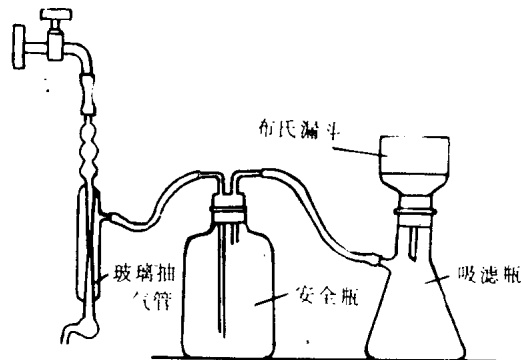


图20 减压过滤装置

(1) 常压过滤。此法使用玻璃漏斗和滤纸在常压下过滤。过滤时先折叠滤纸,把圆形滤纸折叠成四层(若滤纸不是圆形,此时应剪成扇形),把滤纸展开成圆锥形,用食指把滤纸按在玻璃漏斗的内壁上。标准漏斗内角为 60° ,若漏斗角度大于或小于 60° ,应适当改变滤纸折叠角度,使滤纸与漏斗内壁恰好贴紧。取出滤纸,在三层滤纸的那边,将外两层撕去一个小角,然后

再用食指把滤纸按在玻璃漏斗的内壁上使其密合。用蒸馏水润湿滤纸,使纸紧贴于漏斗内壁,并用干净的玻璃棒轻压滤纸,赶走纸和漏斗壁间的气泡,然后向漏斗中加水至几乎到滤纸边缘。让水自由流出,使漏斗颈内形成水柱。过滤时按图 19 操作。注意(a)漏斗架的高度调整到使漏斗的出口能靠到接受器的内壁上。(b)先转移液体,用玻棒引流到滤纸三叠一面,(c)沉淀需洗涤,则洗涤液加入原容器,充分搅拌,略加沉降,把上层溶液倒入漏斗,如此重复直至洗净。(d)最后将沉淀转移至漏斗中。

(2) 减压过滤。此法可加速过滤,并将沉淀抽吸得比较干燥。但不宜用于胶状沉淀(易穿滤),细颗粒沉淀(易在滤纸上形成一层密实的沉淀,堵塞滤孔使溶液不易流过)。减压过滤装置如图 20 所示,由吸滤瓶、布氏漏斗(带有许多小孔的瓷漏斗)、安全瓶、玻璃抽气管组成。该法是利用玻璃抽气管借水压真空抽气把吸滤瓶中的空气抽出,造成部分真空,从而使过滤的速度大大加快。安全瓶的作用是防止抽气管中的水倒流入吸滤瓶。

在进行过滤前,先将滤纸剪成直径略小于布氏漏斗内径的圆形,平铺在布氏漏斗的瓷板上。再从洗瓶挤出少许去离子水湿润滤纸,并慢慢打开自来水龙头,稍微抽气,使滤纸紧贴在漏斗的瓷板上,然后进行抽气过滤。

过滤完毕,先将吸滤瓶和安全瓶拆开,再关龙头(切勿先关水龙头,至使水倒流入安全瓶甚至吸滤瓶中)。然后将漏斗从瓶上拿下,用玻璃棒或药匙将沉淀移入盛器内。

2. 离心分离法

少量沉淀与溶液的分离可用离心分离法,常用的离心机是电动离心机(图 21)。

离心时,将盛有待分离物的离心试管放入离心机的试管套内,但试管的放置位置要对称,若只有一只离心试管要沉淀分离时,则取一支盛有相应质量水的离心试管按对称位置放入试管套内,以使离心机的两臂保持平衡。盖好离心机盖后,打开旋钮,使转速由小到大,逐渐加快。停止离心操作时,应让其自行停止,切不可用手按住离心机轴,强行阻止。

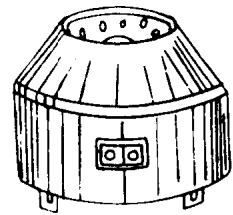


图 21 电动离心机

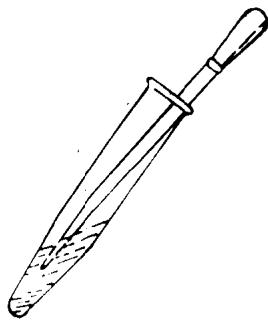


图 22 抽出沉淀上的溶液

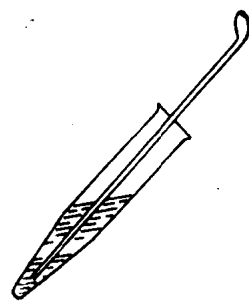


图 23 沉淀的洗涤

离心操作完毕后,从试管套中取出离心试管,用滴管把上层清液吸出。具体方法是:先用拇

指与中指捏紧滴管上的橡皮乳头,排除空气,稍微倾斜离心管,将滴管轻轻地插入清液中,慢慢放松橡皮乳头,让清液缓缓进入滴管中,同时随着离心管液面下降,应将滴管逐渐下移,至全部溶液吸入滴管中为止。滴管尖端接近沉淀时要特别小心,切勿使其触及沉淀。

3. 沉淀的洗涤

沉淀和溶液分离后,沉淀表面仍含有少量溶液,必须经过洗涤,才能使沉淀较纯净。洗涤的操作如下:在装有沉淀的离心管中,加入适量蒸馏水或适宜的电解质溶液,用玻棒充分搅动,然后离心分离。洗涤时,每次用等于沉淀体积 2~3 倍的洗涤液,通常洗涤 1~3 次。每次洗涤前,尽可能把溶液除尽。

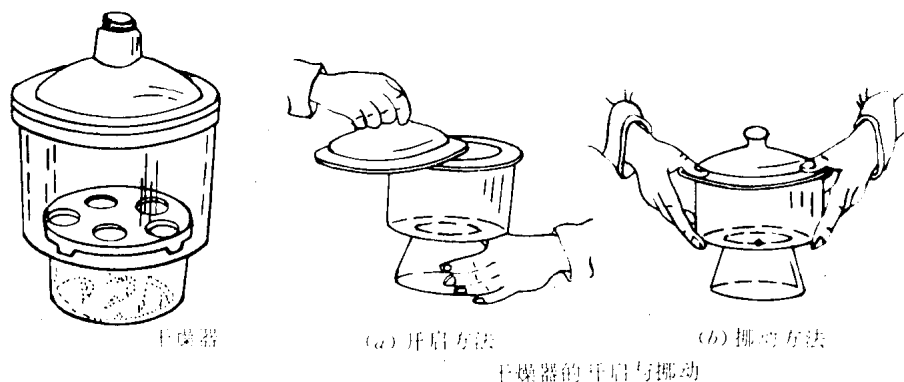


图 24 干燥器的结构及使用

七、干燥器的使用

干燥器是保持物品干燥的仪器,它是由厚质玻璃制成的。其结构如图 24,上面是一个磨口边的盖子(盖子的磨口边上一一般涂有凡士林),器内的底部放有干燥的氯化钙或硅胶等干燥剂,中部有一个可取出的、带有若干孔洞的圆形瓷板,供承放装有干燥物的容器用。

打开干燥器时,不应把盖子往上提,而应把盖子往水平方向移开。盖子打开后,要把它翻过来放在桌子上(不要使涂有凡士林的磨口边触及桌面)。放入或取出物体后,必须将盖子盖好,此时应把盖子往前推移,使盖子的磨口与干燥器口吻合。搬动干燥器时,必须用两手的大拇指把盖子按住,以防盖子滑动。温度较高的物体必须冷却至略高于室温后,方可放入干燥器内。

八、密度计的使用

密度计是用来测定液体密度的仪器。它是一支中空的玻璃浮柱,上部有标线,下部内装铅粒,形成一个重锤。如图 25 所示。一般将密度计分为两类。一类是测量密度大于水(即大于 $1\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)的液体,叫做重表;另一类是测量密度小于水(即小于 $1\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)的液体,叫做轻表。因此,应根据液体的密度选用相应的密度计。

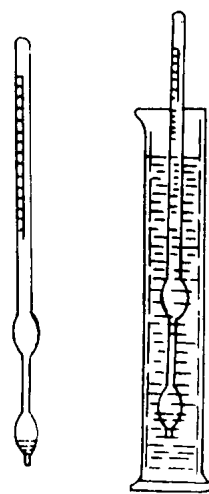


图 25 密度计和液体密度的测定

测量液体密度时,将待测密度的液体倒入大量筒中,然后将选好的密度计擦净,慢慢地放入液体中(如突然放入,将影响读数的准确和发生打碎密度计的危险)。待密度计稳定且不与器壁相接触时(为了密度计较快达到稳定和不与器壁接触,可用手轻扶密度计的上端)即可读数,读数时视线要与液体凹面最低处水平。

测量完毕后,必须将密度计洗净(如果所测液体为浓硫酸,应先用滤纸或脱脂棉将硫酸擦去以后再洗,以免浓硫酸见水后发热,致使密度计骤热而裂)、擦干放回原处。

液体的密度与温度有关,作精密计算时,必须同时测量液体的温度,根据换算表求出该液体准确的密度。

九、气压计的使用

测量大气压力的仪器称气压计。气压计种类很多,实验室常用的是福廷(Fortin)式气压计。它是用水银柱平衡大气压力,水银柱的高度即表示大气压力的大小。福廷式气压计主要结构是一根一端密封的玻璃管,里面装水银。开口的一端插在水银槽内,玻璃管顶部水银面以上是真空。水银槽底为一羚羊皮囊,转动羚羊皮囊下面的调节螺旋就可以调节水银面的高低。水银槽顶有一倒置的象牙针,其针尖是黄铜管上标尺刻度的零点。玻璃管外面套有黄铜管,黄铜管上部刻有刻度并开有长方形小窗,用来观察水银面的位置,窗前有游标尺。

读数时可按下列步骤进行:

(1) 慢慢旋转底部的调节螺旋,使水银面与象牙针尖刚好接触。

(2) 调节游标尺的位置,使其略高于水银面,然后慢慢下降,直到游标尺下沿与游标尺后面金属片的下沿相重合并与水银弯月面相切。按游标尺零点所对黄铜标尺的刻度读出大气压力的整数部分。小数部分用游标尺来决定,即从游标尺上找一根正好与黄铜标尺上某一刻度相吻合的刻度线,这根刻度线的数值就是小数部分的读数。

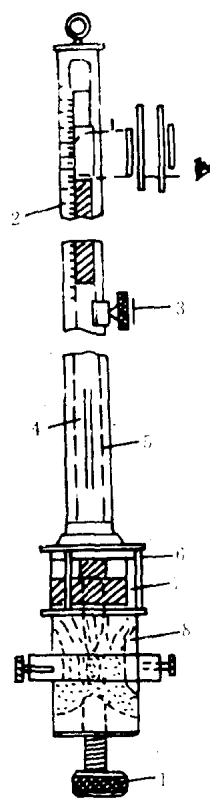


图 26 福廷式气压计

- 1—游标尺; 2—黄铜管标尺;
- 3—游标尺调节螺旋;
- 4—温度计; 5—黄铜管;
- 6—象牙针; 7—水银槽;
- 8—羚羊皮囊; 9—调节螺旋

十、蒸馏

蒸馏的方法主要是用来分离液体达到提纯的目的。

一般蒸馏的装置如图 27 所示,主要由蒸馏烧瓶、冷凝管和承接器三部分组成。

液体在蒸馏烧瓶中加热沸腾后,蒸气进入冷凝管,在冷凝管中冷凝为液体,然后经接引管而流入承接器中。

通常在蒸馏烧瓶顶端的塞子中插入一温度计,用以指示蒸气的温度,温度计的水银球应对准蒸馏烧瓶的侧管。

为了保持液体沸腾的平稳和避免过热现象的产生,可预先在烧瓶中放一些小块无釉瓷片