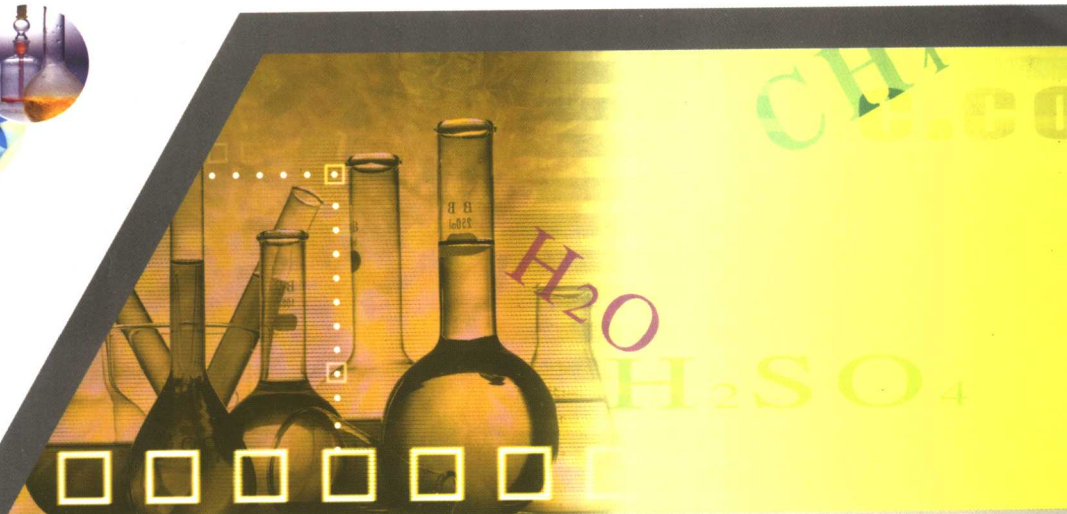
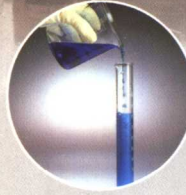
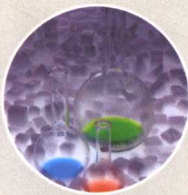
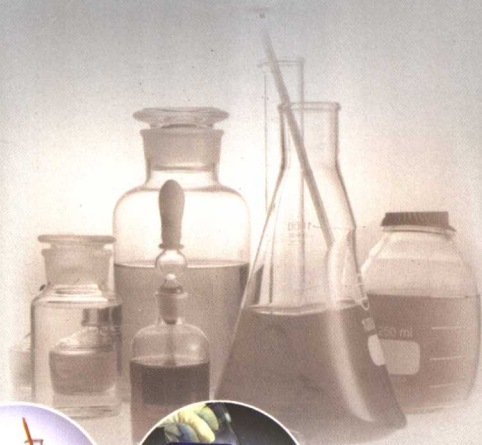


高等院校规划教材



大学化学实验

主 编 常万林 戴秋菊 李桂芬



煤炭工业出版社

高等院校规划教材

大学化学实验

主编 常万林 戴秋菊 李桂芬

煤炭工业出版社

· 北 京 ·

内 容 简 介

本教材依据 2000 年教育部“高等院校工科化学课程基本要求”编写而成。全书由化学实验基本知识、实验内容、附录 3 个部分组成,共编入 18 个实验。实验内容分一般性实验、验证性实验、综合性实验和设计性实验。实验内容涉及合成、组分提纯、定性分析、化学常数的测定等,增加了实际应用的新颖实验等。本书力求理论联系实际,通过实验有效地培养学生的动手能力和创新能力,同时提高学生学习化学的兴趣。

本书可作为普通高等院校工科各专业大学化学实验教材,也可作为相关人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验/常万林等主编. —北京:煤炭工业出版社, 2006

高等院校规划教材

ISBN 7-5020-2942-7

I. 大… II. 常… III. 化学实验—高等学校—教材 IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 089861 号

煤炭工业出版社 出版

(北京市朝阳区芍药居 35 号 100029)

网址: www.cciph.com.cn

北京房山宏伟印刷厂 印刷

新华书店北京发行所 发行

*

开本 787mm×1092mm¹/₁₆ 印张 5¹/₄

字数 119 千字 印数 1—1,000

2006 年 8 月第 1 版 2006 年 8 月第 1 次印刷

社内编号 5741 定价 20.00 元

版权所有 违者必究

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,本社负责调换

前 言

大学化学实验是大学化学课程的重要组成部分，是巩固、扩大和加深所学化学的基本理论和基本知识，培养学生独立操作、观察记录、分析归纳、设计方案、撰写报告等诸多方面能力的重要环节。大学化学实验不仅能够培养学生的动手能力、分析问题和解决问题的能力，还可以初步为学生提供一个“化学家在实验室里做研究工作”的环境，使学生得到“全面的化学素质的教育”。

本教材的编写依据是2000年教育部“高等院校工科化学课程基本要求”以及总结多年开设大学化学实验课程所积累的经验，紧密配合高校各工科专业素质教育的需要，力求在培养学生的创新意识和创新能力方面有所突破。

本教材在编写中侧重于高校工科化学的基本实验内容，实验内容分4部分：①一般性实验；②验证性实验；③综合性实验；④设计性实验。实验内容涉及合成、组分提纯、定性分析、化学常数的测定等，增加了实际应用的新颖实验，并将一些常用数据以附录形式给出，以方便学生在教师指导下独立进行实验，完成科学研究的初步训练并进一步巩固基础理论知识。

本教材第1部分由常万林、李桂芬编写，第2部分实验1~4由常万林编写，实验5~9由李桂芬编写，实验10~18和附录由戴秋菊编写。全书由常万林、戴秋菊统稿。

由于编者水平有限，书中错误及不妥之处，敬请广大读者批评指正。

编 者

2006年7月

目 录

第1部分 化学实验准备知识	1
1.1 化学实验的目的和学习方法	1
1.2 实验室安全知识	1
1.3 化学实验的常用仪器	3
1.4 化学实验基本操作	4
1.4.1 仪器的洗涤和干燥	4
1.4.2 基本度量仪器的使用方法	5
1.4.3 溶解、蒸发、结晶和干燥	9
1.4.4 液体与固体的分离	10
1.4.5 几种试纸的使用方法	12
1.5 常用仪器使用说明	13
1.5.1 分析天平	13
1.5.2 酸度计	16
1.5.3 电导率仪	17
1.6 实验报告格式	20
第2部分 实验项目	22
2.1 一般性实验	22
实验1 分析天平称量练习	22
实验2 摩尔气体常数的测定	23
实验3 醋酸离解常数的测定	26
实验4 化学反应热的测定	28
2.2 验证性实验	32
实验5 化学反应速率和化学平衡	32
实验6 电解质在水溶液中的离解平衡	35
实验7 氧化还原与电化学	39
实验8 配位化合物	44
实验9 食醋总酸量的测定	48
2.3 综合性实验	49
实验10 水的纯化及其纯度测定	49
实验11 氯化钠的提纯	52
实验12 硫酸铜的提纯	54

实验 13 以废铝为原料制备氢氧化铝	56
实验 14 日常生活中的化学问题与解决方法	57
2.4 设计性实验	63
实验 15 常见阴离子的鉴定与分离	63
实验 16 常见阳离子的鉴定与分离	65
实验 17 硫酸亚铁铵的制备	69
实验 18 由废铜渣制备硫酸铜	70
附 录	71
附录 1 常用灭火器类型及适用范围	71
附录 2 我国通用试剂分类及标志	71
附录 3 不同温度下水的饱和蒸汽压	71
附录 4 实验室中某些试剂的配制	72
附录 5 常用指示剂的配制	73
附录 6 几种缓冲溶液的配制方法	74
附录 7 实验室常用酸、碱溶液的浓度	74
附录 8 常见化合物的摩尔质量	75
附录 9 国际相对原子质量表	76
主要参考书目	78

第1部分 化学实验准备知识

1.1 化学实验的目的和学习方法

实验是化学课程不可缺少的一个重要组成部分,是培养学生独立操作、观察记录、分析归纳、撰写报告等多方面能力的重要环节。它的主要目的是:

(1) 使课堂中讲授的理论得到验证、巩固和提高,可以获得大量的感性知识,加深对理性知识的认识。

(2) 培养学生正确地掌握化学实验的基本操作和技能技巧,培养学生独立思考和独立工作的能力,提高学生的动手能力。

(3) 培养学生具有严谨的科学态度、实事求是的工作作风,仔细、整洁的良好习惯,培养学生逐步地掌握科学研究的方法。

要达到实验的目的,学生必须掌握正确的学习方法,应做到下列几个方面。

1. 预习

实验前阅读实验教材,了解实验的内容、步骤、操作过程和实验时应注意的事项,写好预习报告,以便能够迅速、准确地完成实验。

2. 实验

(1) 认真操作,细心观察,及时地、如实地做好实验记录。

(2) 如果发现实验现象与理论事实不符合,首先尊重实验事实,并认真分析和检查原因,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,遇到疑难问题时力争自己解决问题,也可提请教师指点。

(4) 在实验过程中应保持肃静,爱护仪器设备,遵守实验室工作守则。

(5) 实验完成后,将自己所用的玻璃仪器洗干净,台面整理好,教师检查签字后方可离开。

3. 实验报告

实验做完后应写出实验报告,对实验现象进行解释并作出结论,或对实验数据进行处理和计算,实验报告应写得认真、规范。

1.2 实验室安全知识

1.2.1 实验室安全规则

(1) 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。

(2) 不要用湿手接触电源。水、电一经使用完毕,就应立即关闭。

(3) 加热试管时不要将试管口对准自己或别人，不要俯视加热的液体，以免溅出受到伤害。

(4) 不要用已点燃的酒精灯去点燃别的酒精灯，以免酒精溢出而失火，点燃的火柴用后立即熄灭，不得乱扔。

(5) 嗅闻气体时，应用手轻拂气体，煽向自己后再嗅。

(6) 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。

(7) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性，切勿溅到皮肤或衣服上，并要注意保护眼睛。

(8) 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。

(9) 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。

1.2.2 实验室一般救护

(1) 割伤。先取出伤口内的异物，用蒸馏水洗净伤口，然后贴上“创可贴”，也可涂以红药水或紫药水。如伤口较大较深，应立即去医院救治。

(2) 烫伤。轻度烫伤可立即用冷水冲洗，但不要弄破水泡，然后在烫伤处涂以烫伤膏或万花油，也可用风油精涂抹。

(3) 酸腐伤。先用大量水冲洗，然后用饱和 NaHCO_3 溶液或稀氨水冲洗，再用水冲洗。如果酸液溅入眼内，立即用大量水长时间冲洗，再用质量分数为 2% 的硼砂溶液洗眼，然后用水冲洗。

(4) 碱腐伤。先用大量水冲洗，再用质量分数约为 2% 的 HAc 溶液冲洗，然后用水冲洗。如果碱液溅入眼内，立刻用大量水长时间冲洗，再用质量分数约为 3% 的 H_3BO_3 溶液洗眼，然后用水冲洗。

(5) 吸入 Br_2 蒸气、 Cl_2 、 HCl 等气体时，可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气来解毒。如吸入 H_2S 气体而感到不适时，应立即到室外呼吸新鲜空气。

1.2.3 灭火常识

实验过程中万一不慎起火，切记不要惊慌，立即采取如下灭火措施：

(1) 防止火势蔓延。关闭火源，切断电源，移走一切可燃物质（特别是有机溶剂和易燃易爆物质）。

(2) 灭火。物质燃烧需要空气，还要有一定的温度，所以灭火的方法一是降温、二是使燃烧物质与空气隔绝。

灭火最常用的物质是水，它可使燃烧区的温度降低而灭火。但在化学实验室里常常不能用水灭火。例如，水能和某些化学药品（如金属钠）发生剧烈反应，会引起更大的火灾；当有机溶剂（如苯、汽油）着火时，因水与它们互不相溶，有机溶剂比水轻而浮在水面上，不仅不能灭火，反而使火场扩大。

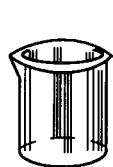
化学实验室常用的几种灭火方法：①一般的小火可用湿布、石棉布或砂土覆盖在着火的物体上（实验室都应备有砂箱和石棉布）；②火势较大时要用灭火器灭火；③当身上衣服着火时，切勿惊慌乱跑，应赶快脱下衣服或就地卧倒打滚。

实验室常备的灭火器主要有泡沫灭火器和二氧化碳灭火器。

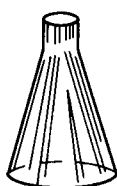
泡沫灭火器：药液成分为 NaHCO_3 和 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ ，它们相互作用产生 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 和 CO_2 泡沫。泡沫把燃烧物包住与空气隔绝而灭火。泡沫灭火器可用于一般起火后的灭火，但不适用于电器和有机溶剂起火后的灭火。

二氧化碳灭火器：内装液态 CO_2 ，是实验室最常用的灭火器。它适用于油类、电器及忌水化学物质起火后的灭火，但不适用于一些轻金属（如 Na 、 K 、 Al 等）起火后的灭火。

1.3 化学实验的常用仪器



烧杯



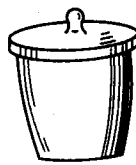
锥形瓶 (磨口)



试管



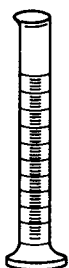
离心试管



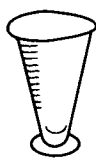
坩埚



蒸发皿



量筒



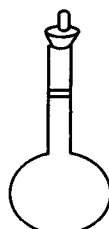
量杯



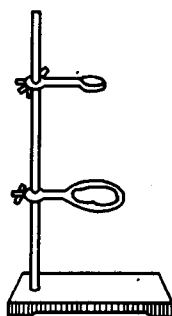
吸量管



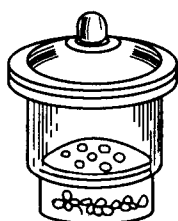
移液管



容量瓶



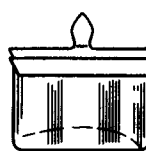
铁架台



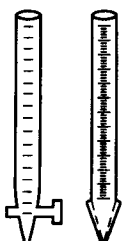
干燥器



研钵



称量瓶



酸式 碱式
滴定管



长颈漏斗



漏斗



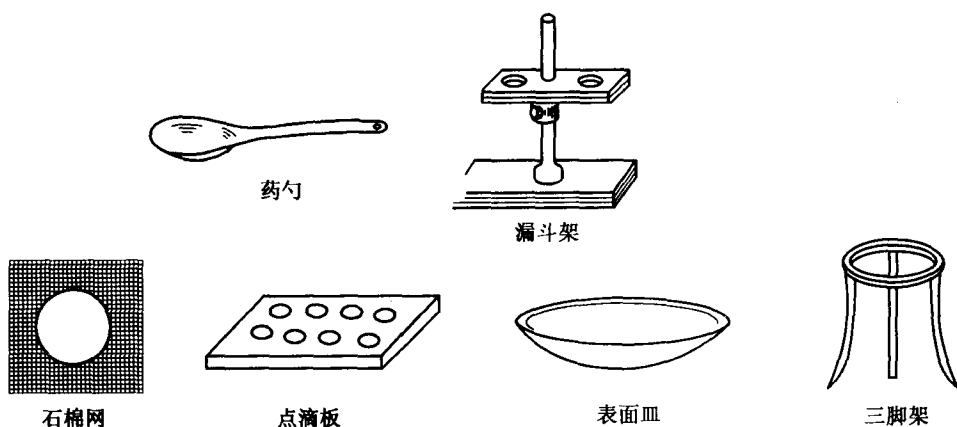
滴瓶



细口瓶



广口瓶



1.4 化学实验基本操作

1.4.1 仪器的洗涤和干燥

1. 仪器的洗涤

化学实验室所用仪器以玻璃仪器为主，上面常附有尘土、油污或化学物质，实验前必须洗涤干净，否则会影响实验结果。方法如下：

(1) 一般污渍先用自来水刷洗，然后用少量去离子水或蒸馏水冲洗 2~3 次，每次用水不宜太多。

(2) 若仪器有油污时，要先用洗涤剂刷洗，再用自来水洗干净，最后用去离子水或蒸馏水洗。

(3) 黏附在器壁上的某种物质应根据性质“对症下药”，如试管中的氯化银胶体，先用少量稀氨水处理，再用普通方法洗涤。

2. 仪器的干燥

(1) 晾干。不急用的仪器洗净后倒置于仪器架上晾干。

(2) 烘干。将洗净的仪器放到气流烘干器上，或放到烘箱内烘干（温度控制到 105℃ 左右）。

(3) 烤干。试管可直接用火烤，但管口必须向下倾斜，以免水珠倒流而炸裂。火焰先从试管底部开始，缓慢向下移至管口，如此反复烘烤，直到不见水珠后再将管口朝上，把水汽轰赶干净。烧杯或蒸发皿可置于石棉网上用小火烘烤。

3. 加热方法

(1) 直接加热试管中的液体或固体。加热时应该用试管夹，不要用手直接拿，以免烫伤。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，以免溶液煮沸时溅到脸上而造成烫伤。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，管口应略向下倾斜，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。

(2) 灼烧。当需要在高温下加热固体时，可把固体放在坩埚中，使火焰直接加热（图 1-1）。

要夹取处在高温的坩埚时，必须使用干净的坩埚钳。使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，尖端应按图 1-2 所示，向上平放在桌上，以保证坩埚钳尖端洁净。

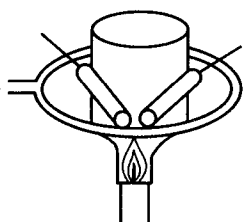


图 1-1 灼烧坩埚加热

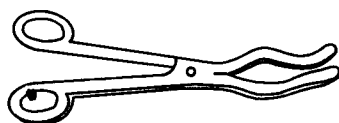


图 1-2 坩埚钳放置法

1.4.2 基本度量仪器的使用方法

1. 量筒

量筒是用来量取液体体积的仪器。读数时，应使眼睛的视线和量筒内弯月面的最低点保持水平（图 1-3）。

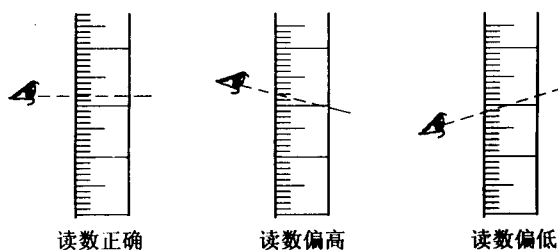


图 1-3 量筒的读数方法

在进行某些实验时，如果不需要准确地量取液体试剂，不必每次都用量筒，可以根据在日常操作中所积累的经验来估计液体的体积。如普通试管容量是 20mL，则 4mL 液体占试管总容量的五分之一。又如滴管每滴出 20 滴约为 1mL，可以用计算滴数的方法估计所取试剂的体积。

2. 滴定管

滴定管是在滴定过程中用于准确测量滴定溶液体积的一类玻璃量器。滴定管一般分成酸式和碱式两种。酸式滴定管的刻度管与下端的尖嘴玻璃管之间通过玻璃活塞相连，适于装盛酸性或氧化性的溶液；碱式滴定管的刻度管与尖嘴玻璃管之间通过橡皮管相连，在橡皮管中装有一颗玻璃珠，用以控制溶液的流出速度。碱式滴定管用于装盛碱性溶液，不能

用来放置高锰酸钾、碘和硝酸银等能与橡皮起作用的溶液。

1) 洗涤

滴定管可用自来水冲洗或先用滴定管刷蘸肥皂水或其他洗涤剂洗刷（但不能用去污粉），然后再用自来水冲洗。如有油污，酸式滴定管可直接在管中加入洗液浸泡，而碱式滴定管则先要去掉橡皮管，接上一小段塞有短玻璃棒的橡皮管，然后再用洗液浸泡。总之，为了尽快而方便地洗净滴定管，可根据脏物的性质、弄脏的程度选择合适的洗涤剂和洗涤方法。脏物去除后，需用自来水多次冲洗。把水放掉以后，其内壁应该均匀地湿润上一薄层水。如管壁上还挂有水珠，说明未洗净，必须重洗。

2) 涂凡士林

使用酸式滴定管时，如果活塞转动不灵活或漏水，必须将滴定管平放于实验台上，取下活塞，用吸水纸将活塞和活塞窝擦干（图 1-4a），然后用右手指取少许凡士林，在左手掌心上润开后，用手指沾上少许凡士林，在活塞孔的两边沿圆周涂上一薄层（图 1-4b）。注意不要把凡士林涂到活塞孔的近旁，以免堵塞活塞孔。把涂好凡士林的活塞插进活塞窝里，单方向地旋转活塞，直到活塞与活塞窝接触处全部透明为止（图 1-4c）。涂好的活塞转动要灵活，而且不漏水。把装好活塞的滴定管平放在桌上，让活塞的小头朝上，然后在小头上套上小橡皮圈（可从橡皮管上剪下一小圈）以防活塞脱落。碱式滴定管要检查玻璃珠的大小和橡皮管粗细是否匹配，是否漏水，能否灵活控制液滴。

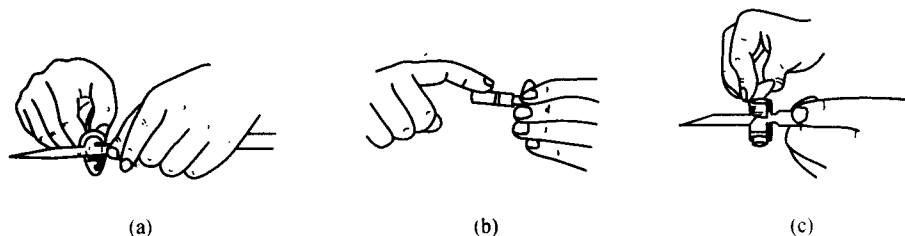


图 1-4 涂凡士林方法

a—擦干活塞窝；b—活塞涂凡士林；c—旋转活塞至透明

3) 检漏

检查滴定管是否漏水时，可将滴定管内装水至“0”刻度左右，并将其夹在滴定管管夹上，直立约 2 min，观察活塞边缘和管端有无水渗出。将活塞旋转 180°后，再观察一次，如无漏水现象，即可使用。

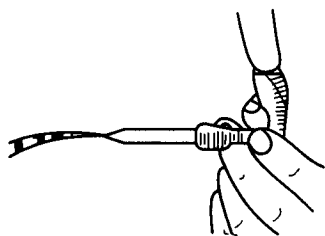


图 1-5 碱式滴定管赶出气泡

4) 加入操作溶液

加入操作溶液之前，先用蒸馏水荡洗滴定管 3 次，每次约 10mL。荡洗时，两手平端滴定管，慢慢旋转，让水遍及全管内壁，然后从两端放出。再用操作溶液荡洗 3 次，用量依次为 10mL、5mL、5mL。荡洗方法与用蒸馏水荡洗时相同。荡洗完毕，装入操作液至“0”刻度以上，检查活塞附近（或橡皮管内）有无气泡。如有气泡，应将其排出。排出气泡时，对酸式滴定管，用右手拿住滴定管使它倾斜约 30°，左手迅速打开活塞，使

溶液冲下将气泡赶掉；对碱式滴定管，可将橡皮管向上弯曲，捏住玻璃珠的右上方，气泡即随溶液排出（图 1-5）。

5) 读数

对于常量滴定管，读数应读至小数点后第二位。为了减少读数误差，应注意下列事项：

(1) 滴定管应垂直固定，注入或放出溶液后需静置 1min 左右再读数。每次滴定前应将液面调节在“0”刻度或稍下的位置。

(2) 视线应与所读的液面处于同一水平面上，对无色（或浅色）溶液应读取溶液弯月面最低点处所对应的刻度，而对弯月面看不清的有色溶液，可读液面两侧的最高点处。初读数与终读数必须按同一方法读取。

(3) 对于乳白板蓝线衬背的滴定管，无色溶液面的读数应以两个弯月面相交的最尖部分为准（图 1-6）。深色溶液也是读取液面两侧的最高点。

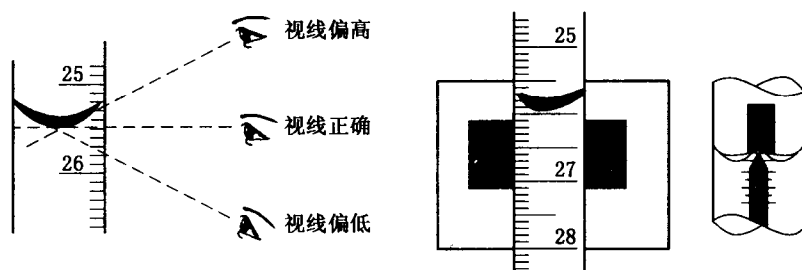


图 1-6 滴定管读数方法

(4) 为使弯月面显得更清晰，可借助于读数卡。将黑白两色的卡片紧贴在滴定管的后面，黑色部分放在弯月面下约 1mm 处，即可见到弯月面的最下缘映成的黑色，读取黑色弯月面的最低点（图 1-6）。

6) 滴定

滴定前须去掉滴定管尖端悬挂的残余液滴，读取初读数后，立即将滴定管尖端插入烧杯（或锥形瓶口）内约 1cm 处，管口放在烧杯的左侧，但不要靠杯壁（或锥形瓶颈壁），左手操纵活塞（或捏玻璃珠的右上方的橡皮管）使滴定液逐渐加入；同时，右手用玻璃棒顺着—个方向充分搅拌溶液（图 1-7a），但勿使玻璃棒碰击杯底与杯壁。在锥形瓶内进行滴定时，用右手拿住锥形瓶颈，使溶液单方向不断旋转（图 1-7b）。使用碘量瓶滴定时，则要把玻璃塞夹在右手的中指和无名指之间（图 1-7c）。

无论用哪种滴定管都必须掌握不同的加液速度，即开始时连续滴加（不超过每分钟 10mL），接近终点时改为每加一滴搅几下（或摇匀），最后每加半滴搅匀（或摇匀）。用锥形瓶加半滴溶液时，应使悬挂的半滴溶液沿器壁流入瓶内，并用蒸馏水冲洗瓶颈内壁；在烧杯中滴定时，必须用玻璃棒碰接悬挂的半滴溶液，然后将玻璃棒插入溶液中搅拌。终点前，需用蒸馏水冲洗杯壁或瓶壁，再继续滴到终点。

实验完毕后，将滴定管中的剩余溶液倒出，洗净后装满水，再罩上滴定管盖备用。

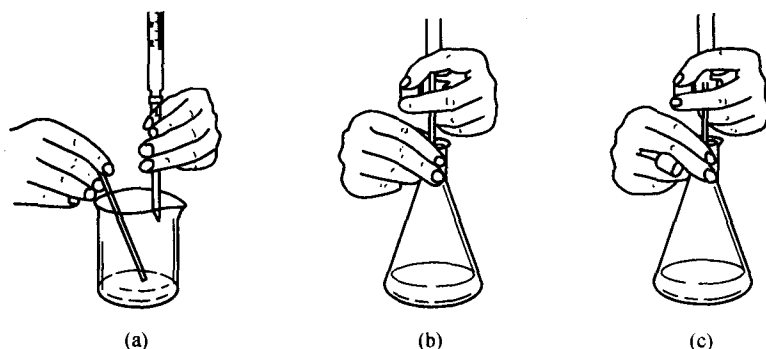


图 1-7 滴定操作

3. 容量瓶

容量瓶主要用来配制标准溶液或稀释溶液到一定的浓度。

使用容量瓶前，必须检查是否漏水。检漏时，在瓶中加水至标线附近，盖好瓶塞，用一手食指按住瓶塞，将瓶倒立 2 min (图 1-8a)，观察瓶塞周围是否渗水；然后将瓶直立 (图 1-8b)，把瓶塞转动 180°后再盖紧，再倒立，若仍不渗水，即可使用。

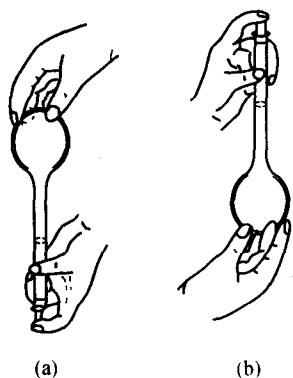


图 1-8 拿容量瓶的方法

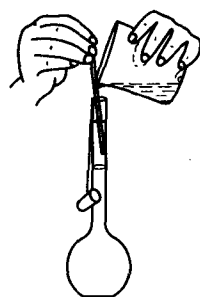


图 1-9 定量转移操作

欲将固体物质准确配成一定体积的溶液时，需先把准确称量的固体物质置于一小烧杯中溶解，然后定量转移到预先洗净的容量瓶中。转移时一手拿着玻璃棒，一手拿着烧杯，在瓶口上方慢慢将玻璃棒从烧杯中取出，并将它插入瓶口（但不要与瓶口接触），再让烧杯嘴贴紧玻璃棒，慢慢倾斜烧杯，使溶液沿着玻璃棒流下 (图 1-9)。当溶液流完后，在烧杯仍靠着玻璃棒的情况下慢慢地将烧杯直立，使烧杯和玻璃棒之间附着的液滴流回烧杯中，再将玻璃棒末端残留的液滴靠入瓶口内。在瓶口上方将玻璃棒放回烧杯内，但不得将玻璃棒靠在烧杯嘴一边。用少量蒸馏水冲洗烧杯 3~4 次，洗出液按上述方法全部转移到容量瓶中，然后用蒸馏水稀释。稀释到容量瓶容积的 2/3 时，直立旋摇容量瓶，使溶液初步混合（此时切勿加塞倒立容量瓶），最后继续稀释至接近标线时，改用滴管逐渐加水至

弯月面恰好与标线相切（热溶液应冷至室温后，才能稀释至标线）。盖上瓶塞，按图 1-8 所示的拿法，将瓶倒立，待气泡上升到顶部后，再倒转过来，如此反复多次，使溶液充分混匀。按照同样的操作，可将一定浓度的溶液准确稀释到一定的体积。

4. 移液管和吸量管的使用

移液管和吸量管也是用来准确量取一定体积液体的仪器。其中吸量管是带有分刻度的玻璃管，用以吸取不同体积的液体。

用移液管或吸量管吸取溶液之前，首先应该用洗液洗净内壁，经自来水冲洗和蒸馏水荡洗 3 次后，还必须用少量待吸的溶液荡洗内壁 3 次，以保证溶液吸取后的浓度不变。

用移液管吸取溶液时，一般应先将待吸溶液转移到已用该溶液荡洗过的烧杯中，然后再行吸取。吸取时，左手拿洗耳球；右手拇指及中指拿住管颈标线以上的地方，管尖插入液面以下，防止吸空（图 1-10a）。当溶液上升到标线以上时，迅速用右手食指紧按管口，将移液管取出液面。左手改拿盛溶液的烧杯，使烧杯倾斜约 45° ，右手垂直地拿住移液管使管尖紧靠液面以上的烧杯壁（图 1-10b），微微松开食指，直到液面缓缓下降到与标线相切时，再次按紧管口，使液体不再流出。把移液管慢慢地垂直移入准备接受溶液的容器内壁上方。倾斜容器使其内壁与移液管的尖端相接触（图 1-10b），松开食指让溶液自由流下。待溶液流尽后，再停 15s 取出移液管。不要把残留在管尖的液体吹出，因为在校准移液管体积时，没有把这部分液体算在内（若管上注有“快吹”字样的移液管，则要将管尖的液体吹出）。

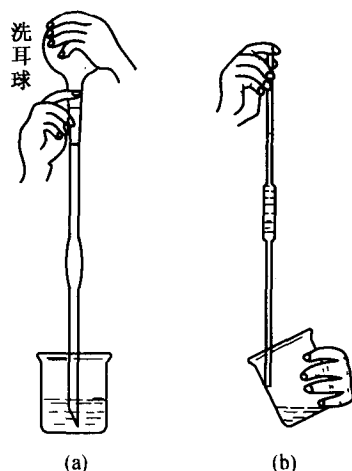


图 1-10 移液管的使用

吸量管使用方法类同移液管，但移取溶液时，应尽量避免使用尖端处的刻度。

1.4.3 溶解、蒸发、结晶和干燥

1. 固体的溶解

固体的颗粒较大时，先用研钵进行粉碎，所盛固体量一般不超过研钵容量的 $1/3$ 。固体的颗粒较小时，可用适量水直接溶解。

为了加快溶解速度，常用搅拌、加热等方法。加热时应注意被加热物质的稳定性。搅拌时，手持玻璃棒在容器内均匀地转圈，注意玻棒不要碰击容器。

2. 蒸发与浓缩

在无机物的提纯、制备过程中，通常需要将溶液进行蒸发、浓缩以便获得结晶。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 $2/3$ ，余下的溶液可随时添加。蒸发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，但切不可蒸干，以便使少量杂质留在母液中。蒸发过程中可适当搅拌，以防爆溅。

3. 结晶与干燥

溶液浓缩到一定程度后，经冷却就会有晶体析出。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；晶体颗粒太小，带母液较多，不宜洗净。晶体颗粒的大小与条件有关，如果溶液浓度较高，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，并缓慢冷却（如在温水浴上冷却），这样就能得到较大的晶体。

晶体的干燥：通常将制得的晶体放在表面皿中置恒温箱内烘干，也可直接放在石棉网上加热烘干。对于某些易失去结晶水的晶体，可以放在两层滤纸之间，用手轻压，由滤纸将水分吸干。

1.4.4 液体与固体的分离

从溶液中分离出沉淀可用过滤法和离心分离法。过滤又分为普通过滤和减压过滤。

1. 普通过滤

普通过滤常用的滤器是贴有滤纸的玻璃漏斗。过滤前，先将滤纸对折两次，把滤纸打开成圆锥体，一边为三层，另一边为一层，在三层的那一面撕去一小角（如图 1-11），将叠好的滤纸放入玻璃漏斗中，滤纸边沿应低于漏斗的边沿 3~5mm（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）。左手按着滤纸，用右手持洗瓶使滤纸润湿，然后用手轻压，使之紧贴于漏斗壁上，此时滤纸与漏斗应密合，不应留有气泡。

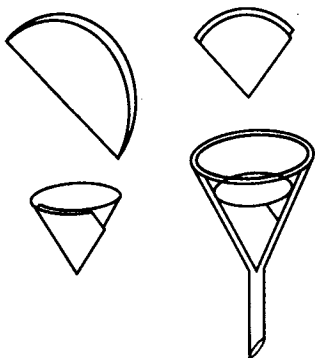


图 1-11 滤纸的折叠方法

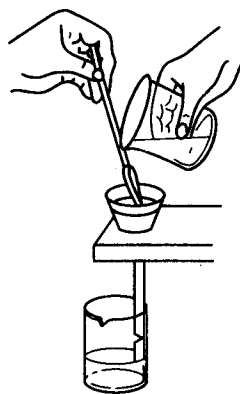


图 1-12 普通过滤

将贴有滤纸的漏斗放在漏斗架上，把清洁的烧杯放在漏斗下面，并使漏斗与烧杯壁接触，这样滤液可顺着杯壁流下而不会溅出。如图 1-12 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。过滤时必须注意倾入漏斗中的液体，其液面应低于滤纸边缘 1cm，切勿超过。

为了使过滤操作进行得较快，一般都采用倾析过滤法。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，再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。

2. 减压过滤（吸滤或抽滤）

为了加速过滤，常用减压法过滤。减压装置如图 1-13 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。安全瓶的作用是防止水泵中的水产生溢流而倒流入吸滤瓶中。这是因为当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。

抽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。安全瓶的长管接水泵，短管接吸滤瓶；布氏漏斗的颈口应与吸滤瓶的支管相对，便于吸滤。

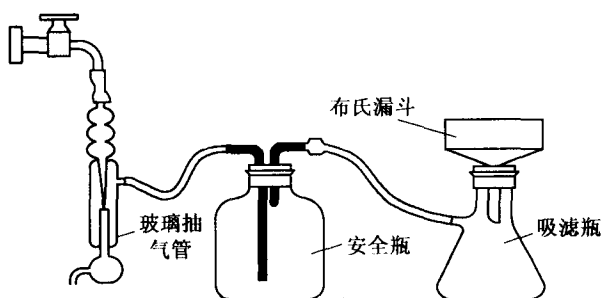


图 1-13 减压过滤装置

(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，再继续抽滤。但须注意，从吸滤瓶的上口倾出滤液时，吸滤瓶的支管必须向上。

(5) 在抽滤过程中，不得突然关闭水泵。如需要停止抽滤，应先将吸滤瓶支管的橡皮管拆下，然后再关上水泵。否则水将倒流，进入安全瓶。

(6) 在布氏漏斗内洗涤沉淀时，应停止抽滤，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和玻璃砂芯坩埚。