



普通高等教育“十一五”国家级规划教材

基础无机化学实验

清华大学

崔爱莉 主编



高等教育出版社
Higher Education Press

普通高等教育“十一五”国家级规划教材

基础无机化学实验

清华大学
崔爱莉 主编

高等教育出版社

内容提要

本书为普通高等教育“十一五”国家级规划教材。

本书共分为六章,主要包括化学实验室规则和基本知识、基本操作实验、物理化学量的测定、物质制备和提纯、元素化合物的性质及综合设计性实验。本书特点是根据实验内容适当介绍相关科学家和化学发展史,注重基础实验,循序渐进。

本书可作为高等学校化学类专业和其他相关专业化学实验课程的教材和参考书。

图书在版编目 (CIP) 数据

基础无机化学实验/崔爱莉主编. —北京: 高等教育出版社, 2007. 3

ISBN 978-7-04-021386-7

I. 基… II. 崔… 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 (2007) 第 027887 号

策划编辑 鲍浩波 责任编辑 鲍浩波 封面设计 张志奇 责任绘图 尹文军
版式设计 马静如 责任校对 王 雨 责任印制 韩 刚

出版发行 高等教育出版社
社 址 北京市西城区德外大街 4 号
邮政编码 100011
总 机 010-58581000

经 销 蓝色畅想图书发行有限公司
印 刷 北京汇林印务有限公司

开 本 787×1092 1/16
印 张 9.5
字 数 220 000

购书热线 010-58581118
免费咨询 800-810-0598
网 址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>
网上订购 <http://www.landracom.com>
<http://www.landracom.com.cn>
畅想教育 <http://www.widedu.com>

版 次 2007 年 3 月第 1 版
印 次 2007 年 3 月第 1 次印刷
定 价 10.60 元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

物料号 21386-00

郑 重 声 明

高等教育出版社依法对本书享有专有出版权。任何未经许可的复制、销售行为均违反《中华人民共和国著作权法》，其行为人将承担相应的民事责任和行政责任，构成犯罪的，将被依法追究刑事责任。为了维护市场秩序，保护读者的合法权益，避免读者误用盗版书造成不良后果，我社将配合行政执法部门和司法机关对违法犯罪的单位和个人给予严厉打击。社会各界人士如发现上述侵权行为，希望及时举报，本社将奖励举报有功人员。

反盗版举报电话：(010) 58581897/58581896/58581879

传 真：(010) 82086060

E - mail: dd@hep.com.cn

通信地址：北京市西城区德外大街 4 号

高等教育出版社打击盗版办公室

邮 编：100011

购书请拨打电话：(010)58581118

前 言

化学是一门以实验为基础的科学。化学实验不仅传授学生化学知识和训练学生实验技能,还要培养学生的科学方法和思维、科学精神和品德,培养学生勤俭节约的优良作风、相互协作的团队精神和勇于开拓的创新意识。通过基础无机化学实验课程,培养学生观察实验现象、分析实验数据、撰写实验报告及综合性实验设计的能力,让学生对已掌握的化学理论知识进一步理解和认识,使其具有独立分析、解决和探究科学问题的能力。

本书分为六章,包括化学实验室规则和基本知识、基本操作实验、物理化学量的测定、物质制备和提纯、元素化合物的性质和综合设计性实验。

本书针对基础课程的教学特点,很多实验介绍了与该实验相关的科学发展史,使学生了解科学发现的过程,扩展学生的知识面,启发学生的思维,使学生能够从化学的科学发展史上了解和吸取众多科学发现中的成功经验和失败教训,并将它们和具体的实验联系起来,对学生的能力锻炼及今后的科学研究工作都有很大的帮助。

为全面培养学生的科学素质和创新能力,本书在吸取了国内出版的同类实验教材优点的同时,还力求具有以下特色:

1. 本教材作为大学生进入大学的第一门化学实验课程,从化学实验室的基本知识和基本操作入手,尽可能地把基础打好。
2. 处理好无机化学实验和其他实验课程内容的衔接,避免不必要的重复。
3. 提高教材的可讲授性。教材由浅入深、循序渐进,以便于学生的课外自学。
4. 参考了近年来的科学研究成果,尽可能让学生接触到科研实验的探索性和研究性。

本书由崔爱莉主编。参加编写和实验工作的人员有:尉京志、杨锦,清华大学化学系 2004 级、2005 级本科生和助教博士生等。在本书编写过程中,吉林大学徐家宁教授和北京理工大学黄如丹教授给予了大力支持,并提出许多宝贵的建议,在此一并表示感谢。

由于编者水平所限,本书错误之处在所难免,在此恳请广大读者和同行不吝赐教,以期再版时得以改正。

编 者

2006 年 10 月

目 录

第 1 章 化学实验室规则和基本知识	1	实验 20 三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备、性质和组成	74
1.1 实验室安全守则和意外事故的处理	1	实验 21 纳米二氧化硅胶体的制备和性质	77
1.2 误差分析和有效数字	2	实验 22 废定影液中金属银的回收	78
1.3 玻璃器皿的洗涤	5	第 5 章 元素化合物的性质	81
1.4 化学试剂和滤纸的规格和取用	6	实验 23 卤素	81
1.5 液体体积的度量及使用方法	7	实验 24 氧、硫	83
1.6 固体与溶液的分离和重结晶	11	实验 25 氮、磷、砷、锑、铋	86
1.7 加热和冷却方法	13	实验 26 碳、硅、锡、铅	90
1.8 纯水的制备	16	实验 27 硼、铝	96
1.9 试纸的使用	17	实验 28 碱金属和碱土金属	98
1.10 化学实验的要求	18	实验 29 钛、钒	100
第 2 章 基本操作实验	19	实验 30 铬、锰	102
实验 1 玻璃加工操作和灯的使用	19	实验 31 铁、钴、镍	105
实验 2 天平的使用方法	23	实验 32 铜、银、锌、汞	108
实验 3 溶液的配制与酸碱滴定	25	第 6 章 综合设计性实验	112
实验 4 缓冲溶液和盐的水解	28	实验 33 水合草酸合铜(Ⅱ)酸钾晶体的控制生长	112
实验 5 常见阴、阳离子的鉴定方法	30	实验 34 配位化合物的生成和性质	115
实验 6 一般无机化合物的全分析	41	实验 35 紫菜中碘的提取及其含量的测定	118
第 3 章 物理化学量的测定	44	实验 36 未知液的分析(一)	120
实验 7 阿伏加德罗常数的测定	44	实验 37 未知液的分析(二)	120
实验 8 醋酸解离常数的测定	47	实验 38 未知液的分析(三)	122
实验 9 化学反应速率和活化能的测定	48	实验 39 未知液的分析(四)	122
实验 10 氧化还原和电极电势测定	52	实验 40 生物体中某些元素的分离和鉴定	123
实验 11 钢中锰含量的测定	54	实验 41 环境保护——含铬废液的处理	126
实验 12 碘量法测定维生素 C 的含量	57	实验 42 胶体溶液的性质	127
第 4 章 物质制备和提纯	61	实验 43 无水四碘化锡的制备和性质	128
实验 13 氯化钠的提纯	61	实验 44 十二钨磷酸和十二钨硅酸的制备	131
实验 14 硫酸亚铁铵的制备	62	附录	134
实验 15 高锰酸钾的制备	64	一、常用酸碱浓度和常用缓冲溶液的配制	134
实验 16 过氧化钙的制备及其含量分析	66		
实验 17 五水合硫酸铜的制备和结晶水的测定	67		
实验 18 $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 及其衍生物的制备	69		
实验 19 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备、性质和组成	72		

二、常用酸碱指示剂	134	六、标准电极电势表(18~25 °C)	138
三、弱电解质在水中的解离常数(25 °C)	135	七、不同温度下水的饱和蒸气压	139
四、难溶电解质的溶度积(298 K)	136	八、常用仪器操作技术	140
五、配合物的稳定常数	137	主要参考书目	142

第1章 化学实验室规则和基本知识

1.1 实验室安全守则和意外事故的处理

一、实验室安全守则

化学药品中有很多是易燃、易爆、有腐蚀性或有毒的。所以在实验前应充分了解实验室安全守则。实验时在思想上要十分重视安全问题,集中注意力,遵守操作规程,避免事故的发生。

1. 进入实验室首先熟悉水龙头、电闸的位置和操作方法,以及灭火栓的使用方法。使用电器设备时,不要用湿手接触电插销,以防触电。

2. 加热试管时,不要将试管口对着自己或别人,不要俯视正在加热的液体,以免液体溅出,受到伤害。嗅闻气体时,应用手向自己方向轻拂气体。

3. 使用酒精灯时,应随用随点燃,不用时盖上灯罩。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。

4. 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿溅在衣服、皮肤上,尤其勿溅到眼睛上。稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢倒入水中,而不能将水向浓硫酸中倒,以免迸溅。

5. 乙醚、乙醇、丙酮、苯等有机易燃物质,安放和使用时必须远离明火,取用完毕后应立即盖紧瓶塞或瓶盖。

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. 有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物等,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管道。

8. 实验室内严禁饮食和吸烟。实验完毕,应洗净双手后,才可离开实验室。

9. 实验室的仪器和药品未经教师准许不能带出实验室。

10. 有毒药品要按照相关药品管理规定使用。

二、实验室意外事故的处理

1. 灭火:若因酒精、苯或乙醚等引起着火,应立即用湿布或沙土等扑灭。若遇电气设备着火,必须先切断电源,再用泡沫式灭火器或四氯化碳灭火器灭火。

2. 烫伤:可用高锰酸钾溶液或苦味酸溶液揩洗灼伤处,再搽上烫伤油膏。

3. 酸伤:若强酸溅到眼睛或皮肤上,应立即用大量水冲洗,然后用饱和碳酸氢钠溶液或者稀氨水冲洗。

4. 碱伤:立即用大量水冲洗,然后用硼酸或醋酸溶液(20 g/L)冲洗。

5. 割伤:伤口内若有玻璃碎片,需先挑出,再行消毒、包扎。

6. 触电:首先应切断电源,然后在必要时,进行人工呼吸。
7. 毒气:若吸入溴蒸气、氯化氢、氯等气体,可立即吸入少量酒精蒸气以解毒;若吸入硫化氢气体,会感到不适或头晕,应立即到室外呼吸新鲜空气。
8. 对伤势较重者,应立即送医院医治,任何延误都可能使治疗变得更加复杂和困难。

1.2 误差分析和有效数字

化学是一门实验科学,要进行许多定量测定,如常数的测定、物质组成的分析、溶液浓度的分析等。这些测定有些是直接进行的,有些则是根据实验数据推演计算得出的。测定与计算结果的准确性如何,实验数据如何处理,在研究这些问题时,都会遇到误差等有关问题。所以,树立正确的误差及有效数字的概念,掌握分析和处理实验数据的科学方法是十分必要的。下面仅就化学实验中常见的有关问题及处理方法介绍一些基础知识。

一、误差分析

1. 准确度、精密度和误差

准确度与精密度是两个不同的概念,是衡量实验结果的重要标志。在定量分析中,对于实验结果的准确度都有一定的要求。所谓准确度,是表示实验结果与真实值接近的程度。但是,由于测量仪器、测量方法、外界条件及人的感觉器官等的限制,客观存在的真实值是无法测得的。实际工作中多数是把由经验丰富的工作人员用多种可靠的实验方法,经过反复多次测定得到结果的算术平均值,作为“标准值”(或称“最佳值”)代替真实值来检查测量的准确度。有时也可将纯物质中某元素的理论含量作为真实值,或者以公认的手册上的数据作为真实值。准确度越高则表明测定结果与真实值之间的差值越小。精密度是表示几次平行测定结果相互接近的程度。如果在相同条件下,对同一试样几次平行实验的测定值彼此比较接近,则说明测定结果精密度较高;如果实验测定值彼此相差很多,则说明测定结果的精密度较低。

如何从准确度与精密度两方面来衡量测定结果?例如,甲、乙、丙、丁4人同时分析一瓶NaOH溶液的浓度(真实值为 $0.1234\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$),每人分别平行测定3次,结果如表1-1所示。

表1-1 甲、乙、丙、丁四人测定结果

测定结果		甲	乙	丙	丁
$\frac{c(\text{NaOH})}{\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}}$	1	+0.123 1	+0.121 0	+0.123 0	+0.121 4
	2	+0.123 3	+0.121 1	+0.126 1	+0.123 8
	3	+0.123 2	+0.121 2	+0.128 6	+0.125 0
平均值/ $(\text{mol}\cdot\text{L}^{-1})$		+0.123 2	+0.121 1	+0.125 9	+0.123 4
真实值/ $(\text{mol}\cdot\text{L}^{-1})$		+0.123 4	+0.123 4	+0.123 4	+0.123 4
差值/ $(\text{mol}\cdot\text{L}^{-1})$		-0.000 2	-0.002 3	+0.002 5	+0.000 0

甲的分析结果准确度与精密度均较高,结果可靠;乙的分析结果精密度虽很高,但准确度太低;丙的分析结果精密度和准确度均很差;丁的分析结果从平均值看虽然最接近真实值,但是他的精密度极差,3次测量数值彼此相差很远,仅仅是由于正负误差相互抵消,使结果凑巧等于(或接近)真实值,而每次测量结果都与真实值相差很大,因而丁的测量结果是不可靠的。由此可见:

(1) 精密度高,不一定能保证准确度高。

(2) 精密度是保证准确度的先决条件。如果精密度极差,测定结果不可靠,也就失去了衡量准确度的前提。

初学者进行实验时,一定要严格控制条件,认真仔细地操作,首先要保证得到精密度高的数据,才有可能获得准确度高的可靠的结果。

准确度的高低常用误差来表示。误差即实验测定值与真实值之间的差值。误差越小,表示测定值与真实值越接近,准确度越高。

当测定值大于真实值时,误差为正值,表示测定结果偏高;当测定值小于真实值,则误差为负值,表示测定结果偏低。

误差的表示方法有两种,即绝对误差与相对误差。

绝对误差表示测定值与真实值之差。相对误差表示绝对误差在真实值中所占的百分率。即:

$$\text{绝对误差} = \text{测定值} - \text{真实值}$$

$$\text{相对误差} = \frac{\text{绝对误差}}{\text{真实值}} \times 100\%$$

在上面的例子中,甲、乙、丙3人测定结果的误差见表1-2。

表1-2 绝对误差与相对误差

	绝对误差	相对误差
甲	-0.000 2	$\frac{-0.000\ 2}{0.123\ 4} \times 100\% = -0.2\%$
乙	-0.002 3	$\frac{-0.002\ 3}{0.123\ 4} \times 100\% = -2\%$
丙	+0.002 5	$\frac{+0.002\ 5}{0.123\ 4} \times 100\% = +2\%$

2. 误差产生的原因

引起误差的原因很多,一般分为两类:系统误差与随机误差。

(1) 系统误差 系统误差是由某种固定的原因造成的。它的大小、正负有一定的规律性,重复测定时会重复出现,无法相互抵消。产生系统误差的主要原因是:方法误差(测定方法本身引起的),仪器和试剂误差(如仪器不够精确、试剂不够纯等),操作误差(操作者本人的原因)。系统误差的特点是,产生系统误差的诸因素是可以被发现和加以克服的。

(2) 随机误差 这是由一些难以控制的偶然因素造成的。如仪器性能的微小变化,操作人员对各份试样处理时的微小差别等。由于引起的原因具有偶然性,所以造成的误差是可变的,有时大,有时小;有时正,有时负。但是随机误差的出现服从统计规律,可以采取多次测量,取平均值的办法来减小和消除。

二、有效数字

有效数字就是实际能测到的数字。也就是说,在一个数据中,除最后一位是不确定的或可疑的外,其他各位都是确定的。例如,记录滴定管所得体积读数 25.85 mL,那么这四位数字都是有效数字;又如用台秤称得质量为 30.5 g,仅有三位有效数字。所以有效数字是随实际情况而定的,不是由计算结果决定的。

当数字中有“0”时,要具体分析。例如,30.511 9 及 5.320 0 中的“0”都是有效数字;0.003 6 中的“0”只表示位数,不是有效数字,它的有效数字仅有两位,即“36”;在 0.001 00 中,“1”左边的 3 个“0”不是有效数字,仅表示位数,只起定位作用,“1”右边的两个“0”是有效数字,这个数的有效数字是三位。

在化学计算中,如 3 600、1 000 以“0”结尾的正整数,它们的有效数字位数比较含糊。一般可以看成是四位有效数字,也可以看成是两位或三位有效数字,需按照实际测量的准确度来确定。如果是两位有效数字,则写成 3.6×10^3 、 1.0×10^3 。如果是三位有效数字,则写成 3.60×10^3 、 1.00×10^3 。还有倍数或分数的情况,如 2 mol 铜的质量 = 2×63.54 g,式中的“2”是个自然数,不是测量所得,不应看做一位有效数字,而应认为是无限多位的有效数字。

对数的有效数字的位数仅取决于小数部分(尾数)数字的位数,其整数部分(首数)为 10 的幂数,不是有效数字。比如 $\text{pH} = 11.20$,其有效数字为两位,所以 $c_{\text{H}^+} = 6.3 \times 10^{-12}$ mol/L。

三、应用有效数字的规则

(1) 数据记录中有效数字的确定。根据有效数字的概念,在记录数据时,应注意所使用仪器的量程和精度。由于有效数字的最后一位数字一般是不定值,所以记录数据时,应将包括仪器最小刻度后估计的一位在内的所有读数记录下来,即只应保留一位不定值。例如,滴定管的最小刻度为 0.1,加上估计的一位,所以体积应记录至 0.01 mL,所得体积读数 $\times \times . \times \times$ mL,表示前三位是准确的,只有第四位是估读出来的,属于可疑数字,那么这四位数字都是有效数字。移液管要求记录至 0.01 mL。如用电子天平称重时,根据天平的精度和所显示的读数,可记录至 0.1~0.000 1 g。

(2) 运算时,应采用“四舍六入五留双”原则。前者是当尾数 ≤ 4 时,弃去;当尾数 ≥ 5 时,进位。后者当尾数 ≤ 4 时,弃去;尾数 ≥ 6 时,进位;尾数 = 5 时,如进位后得偶数则进位,如弃去后得偶数则弃去。

(3) 几个数值相加或相减时,和或差的有效数字保留位数,取决于这些数值中小数点后位数最少的数字。运算时,首先确定有效数字保留的位数,以小数点后位数最少的为依据,弃去不必要的数字,然后再进行加减运算。例如,35.625 8、2.52 及 30.525 相加时,2.52 的小数点后仅有两位数,其位数最少,故应以它作为标准,先取舍得 35.62、2.52、30.52,后将三个数相加,为 68.66;而不是先相加得 68.670 8,再取舍为 68.67。

(4) 几个数字相乘或相除时,积或商的有效数字的保留位数,由其中有效数字位数最少的数值的相对误差所决定,而与小数点的位置无关。例如, $0.032 5 \times 5.103 = ?$, 它们的绝对误差分别为 $\pm 0.000 1$ 和 ± 0.001 , 两个数值的相对误差分别是 $\frac{\pm 0.000 1}{0.032 5} \times 100\% = \pm 0.3\%$ 和 $\frac{\pm 0.001}{5.103} \times$

$100\% = \pm 0.02\%$, 第一个数相对误差最大, 应以它为标准来确定其他数值的有效数字位数, 它的有效数字仅有三位, 具体计算时, 先修约后计算, 即 $0.0325 \times 5.10 = 0.16575$, 再以三位有效数字为标准将结果修约为 0.166, 记录在报告上的计算结果为 0.166, 而不能照抄计算器上的 0.16575。

在乘除运算中, 常会遇到 9 以上的大数, 如 9.00、9.83 等, 其相对误差约为 10%, 与 10.08、12.10 等四位有效数字数值的相对误差接近, 所以通常将它们当作四位有效数字的数值处理。

在较复杂的计算过程中, 中间各步可暂时多保留一位不定值数字, 以免多次舍弃, 造成误差的积累。待到最后结束时, 再弃去多余的数字。

目前, 电子计算器的应用相当普遍。由于计算器上显示的数值位数较多, 虽然在运算过程中不必对每一步计算结果进行位数确定, 但应注意正确保留最后计算结果的有效数字位数, 它应与相对误差大的数据保持一致, 决不能照抄计算器上显示的数值。

1.3 玻璃器皿的洗涤

化学实验中使用的玻璃器皿应洗净, 洁净的玻璃器皿内壁被水润湿应无条纹, 且不挂水珠。

1. 用去污粉、洗涤剂洗

实验室中常用的烧杯、锥形瓶、量筒等一般的玻璃器皿, 可用毛刷蘸些去污粉或合成洗涤剂刷洗。

去污粉是由碳酸钠、白土、细沙等混合而成的。将要刷洗的玻璃仪器先用少量水润湿, 撒入少量去污粉, 然后用毛刷擦洗。利用碳酸钠的碱性去除油污, 细沙的摩擦作用和白土的吸附作用增强了对玻璃仪器的清洗效果。玻璃仪器经擦洗后, 用自来水冲掉去污粉颗粒, 然后用去离子水洗, 去掉自来水中的钙、镁、铁、氯等离子。洗涤时应遵循“少量多次”的原则, 一般以 3 次为宜。

洗干净的仪器倒置时, 仪器中存留的水可以完全流尽而仪器不留水珠和油花。出现水珠或油花的仪器应当重新洗涤。洗净的仪器不能用纸或抹布擦干, 以免将脏物或纤维留在器壁上而沾污了仪器。

2. 铬酸洗液

滴定管、移液管、容量瓶等具有精确刻度的仪器, 常用铬酸洗液浸泡 15 min 左右, 再用自来水冲净残留在器皿上的洗液, 然后用去离子水润洗 2~3 次。

铬酸洗液的配制: 在台秤上称取 5 g 工业纯 $K_2Cr_2O_7$ (或 $Na_2Cr_2O_7$) 置于 500 mL 烧杯中, 先用少许水溶解, 在不断搅动下, 慢慢注入 100 mL 浓硫酸 (工业纯), 待 $K_2Cr_2O_7$ 全部溶解并冷却后, 将其保存于带磨口的试剂瓶中。所配的铬酸洗液为暗红色液体。因浓硫酸易吸水, 用后应将磨口玻璃塞子塞好。铬酸洗液有毒, 易造成环境污染, 所以一般能够用其他洗涤方法洗涤干净的仪器, 就不要用铬酸洗液。

使用洗液应按以下顺序操作:

(1) 用洗液洗涤前, 一般先将仪器用自来水和毛刷洗刷, 倾尽水, 以免将洗液稀释而降低洗涤效果。如无还原性物质存在, 则可直接用洗液洗。

(2) 洗液可以反复使用。当洗液变为绿色而失效时, 可倒入废液桶中, 绝不能倒入下水道,

以免腐蚀金属管道并造成环境污染。

(3) 用洗液洗涤过的仪器,应先用自来水冲净,再以去离子水润洗内壁。

洗液为强氧化剂,腐蚀性强,使用时特别注意不要溅到皮肤和衣服上。

必须指出:洗液不是万能的,认为任何污垢都能用它洗去的说法是不对的。如被 MnO_2 沾污的器皿,用洗液是无效的,此时可用草酸等还原剂洗去污垢。

3. 用其他溶剂洗

光度法中所用的比色皿,是由光学玻璃制成的,不能用毛刷刷洗。通常视沾污的情况,选用铬酸洗液、 HCl -乙醇、合成洗涤剂洗涤后,用自来水冲洗净,再用去离子水润洗 2~3 次。

(1) NaOH-KMnO_4 水溶液

称取 10 g KMnO_4 放入 250 mL 烧杯中,加入少量水使之溶解,再慢慢加入 100 mL 10% NaOH 溶液,混匀即可使用。该混合液适用于洗涤油污及有机物。洗后在器皿中留下的 $\text{MnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 沉淀物可用 $\text{HCl}+\text{NaNO}_2$ 混合液或热草酸溶液等洗去。

(2) KOH -乙醇溶液(1:1)

适合于洗涤被油脂或某些有机物沾污的器皿。

(3) HNO_3 -乙醇溶液(1:1)

适合于洗涤被油脂或有机物沾污的酸式滴定管。盖住滴定管管口,利用反应所产生的氧化氮洗涤滴定管。

1.4 化学试剂和滤纸的规格和取用

化学试剂:按其纯度分为若干等级(见表 1-3)。一些特殊用途的所谓“高纯”试剂,例如“光谱纯”试剂,它是以光谱分析时出现的干扰谱线强度大小来衡量的;“色谱纯”试剂,是在最高灵敏度下以 10^{-10} g 下无杂质峰来表示的;“放射化学纯”试剂,是以放射性测定时出现干扰的核辐射强度来衡量的;“MOS”试剂,是“金属-氧化物-硅”或“金属-氧化物-半导体”试剂的简称,是电子工业专用的化学试剂等等。在一般化学实验中,通常要求使用 AR 级(分析纯)试剂。本书后面的具体分析实验中使用的试剂均为分析纯试剂,以后不再另行说明。

表 1-3 试剂的规格和适用范围

等级	名称	英文名称	符号	适用范围	标签标志
一级品	优级纯	Guarantee reagent	GR	纯度很高,适用于精密分析工作	绿色
二级品	分析纯	Analytical reagent	AR	纯度仅次于一级品,适用于多数分析工作	红色
三级品	化学纯	Chemically pure	CP	纯度次于二级品,适用于一般化学实验	蓝色
四级品	实验试剂	Laboratorial reagent	LR	纯度较低,适用于作实验辅助试剂	棕色
生物级	生物试剂	Biological reagent	BR		咖啡色或黄色

定量和定性滤纸:化学中常用的有定量分析滤纸和定性分析滤纸两种。它们又分为快速、中速和慢速三类。定量滤纸又称为“无灰”滤纸,一般在灼烧后,每张滤纸的灰分不超过 0.1 mg。各种定量滤纸在滤纸盒上用白带(快速)、蓝带(中速)、红带(慢速)作为分类标志。滤纸外形有圆形和方形两种。常用的圆形滤纸有 $\phi 7\text{ cm}$ 、 $\phi 9\text{ cm}$ 和 $\phi 11\text{ cm}$ 等规格;方形滤纸有 $60\text{ cm}\times 60\text{ cm}$ 、 $30\text{ cm}\times 30\text{ cm}$ 等规格。表 1-4 列出了定量和定性分析滤纸的主要规格。

表 1-4 定量和定性分析滤纸的规格

项目	定量滤纸			定性滤纸		
	快速(白带)	中速(蓝带)	慢速(红带)	快速	中速	慢速
质量/($\text{g}\cdot\text{m}^{-2}$)	75	75	80	75	75	80
水分	$\leq 7\%$	$\leq 7\%$	$\leq 7\%$	$\leq 7\%$	$\leq 7\%$	$\leq 7\%$
灰分	$\leq 0.01\%$	$\leq 0.01\%$	$\leq 0.01\%$	$\leq 0.15\%$	$\leq 0.15\%$	$\leq 0.15\%$
含铁量	—	—	—	$\leq 0.003\%$	$\leq 0.003\%$	$\leq 0.003\%$
氯化物	—	—	—	$\leq 0.02\%$	$\leq 0.02\%$	$\leq 0.02\%$

1.5 液体体积的度量及使用方法

根据需要,可用量筒、移液管、容量瓶和滴定管等度量液体体积,读取量筒、移液管、滴定管等体积时,要使视线与管内液面保持水平,读取与弯月面相切的刻度,视线偏高和偏低都会造成误差。

一、量筒

量筒容量有 10 mL、25 mL、50 mL、100 mL 等,实验中可根据所取溶液的体积来选用。

二、移液管和吸量管

常用移液管和吸量管如图 1-1 所示。

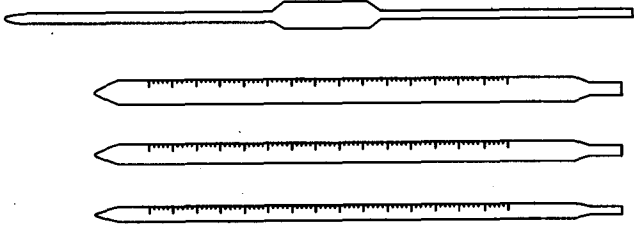


图 1-1 移液管和吸量管

要求准确移取一定体积溶液时,可用移液管。经常用的移液管有 5 mL、10 mL、25 mL 等。移液管一般是中部有近球形的玻璃管,管的上部有一刻线表明体积,流出溶液的体积与管上所标明的体积相同。

吸量管一般只用于取小体积的溶液。管上带有分度,可以用来吸取不同体积的溶液。但用吸量管取溶液的准确度,不如移液管。上面所指的溶液均以水为溶剂,若为非水溶剂,则体积稍有不同。

移液管和吸量管的使用方法简单介绍如下。

1. 洗涤

使用前用少量洗液润洗后,依次用自来水润洗三次、去离子水润洗三次,洗净的移液管和吸量管整个内壁和下部的内壁不挂水珠。

移取溶液前再用少量被移取液润洗三次。润洗移液管时,为避免溶液稀释或沾污,可将溶液转移至小烧杯中吸取。首先吸入少量溶液至移液管中,将移液管慢慢放平,并旋转使移液管内壁全部洗过。然后将管直立,将管中液体沿杯内壁放出,然后再将小烧杯的液体沿管的外壁下部倒出(弃去)。这样一次即可将移液管内壁、小烧杯内壁和移液管下端的外壁同时润洗一遍。如此操作三次后,将移液管直接插入容量瓶中或将溶液倒入小烧杯中吸取就可以了。

2. 吸取溶液

右手拇指和中指拿住管颈标线的上部(见图 1-2),左手拿洗耳球将溶液吸入管内至标线以上,拿去洗耳球,随即右手食指按住管口。将移液管移出液面,靠在器壁上,稍微放松食指,同时轻轻转动移液管,使液面缓慢下降,当弯液面最低点与标线相切时,即按紧食指使溶液不再流出。

3. 放出溶液

把移液管的尖嘴靠在接收容器内壁上,让接收容器倾斜而移液管直立。放开食指使溶液自由流出,如图 1-2 所示。待溶液不再流出时,还要等 15 s,再取出移液管。最后尖嘴内余下的少量溶液,不必用力吹入接收器中,因原来标定移液管体积时,这点体积已不在其内(如移液管上有

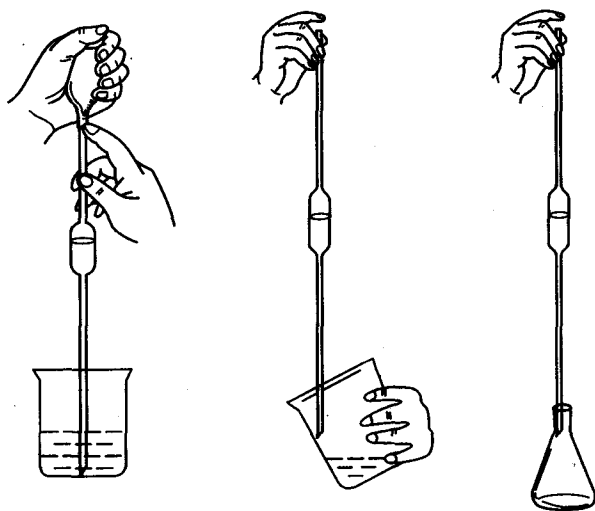


图 1-2 溶液的吸取和放出

一个吹字,则一定要吹入接收容器中)。这样从管中流出的溶液正好是管上标明的体积。

三、容量瓶

配制准确浓度的溶液时要用容量瓶。它是细颈的平底瓶,配有磨口玻璃塞或塑料塞,容量瓶上标明使用的温度和容积,瓶颈上有刻线。容量瓶使用方法如下。

1. 检查瓶塞是否严密

在瓶内加水,塞上瓶塞,右手食指按住瓶盖,左手拿住瓶底,将瓶倒置,摇动,如不漏,把塞子旋转 180° ,塞紧倒置,再次试验是否漏水,确定不漏水才能使用。为避免塞子打破或遗失,应用橡皮套把塞子系在瓶颈上。

2. 洗涤

容量瓶的洗涤方法与移液管相似。使用前用少量洗液润洗后,依次用自来水洗三次、去离子水洗三次。

3. 配制溶液

用容量瓶配制溶液,如是固体物质,要先在烧杯内溶解,再转移到容量瓶中(见图 1-3)。用去离子水冲洗烧杯几次,洗涤液转入瓶中。然后慢慢往瓶中加入去离子水,当接近刻线约 1 cm 时,稍停后待附在瓶颈上的水流下后,用洗瓶或滴管滴加水到溶液的弯月面与标线相切。盖好瓶塞,按图 1-4 将容量瓶倒置摇动,重复几次,使溶液混合均匀。

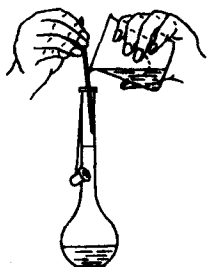


图 1-3 转移溶液到容量瓶中

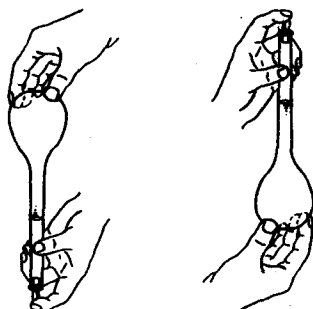


图 1-4 容量瓶的摇动

如固体是经加热溶解的,溶液冷却后才能转入容量瓶内。如果要把浓溶液稀释,要用移液管吸取一定体积浓溶液放入容量瓶中,然后按上述操作稀释至刻度线。

配好的溶液如需保存,应转移到磨口试剂瓶中。容量瓶用毕后应立即用水冲洗干净。如长期不用,磨口处应洗净擦干,并用纸片将磨口隔开。容量瓶不得在烘箱中烘烤,也不能用其他任何方法进行加热。

四、滴定管

滴定管分酸式滴定管和碱式滴定管两种。除碱性溶液用碱式滴定管外,其他溶液都用酸式滴定管。目前还经常用到聚四氟乙烯滴定管,既可以用于滴定酸,也可以用于滴定碱。

酸式滴定管下端有一个玻璃旋塞,用以控制溶液的滴出速度。使用前先取出旋塞用滤纸吸

干,然后用手指蘸少量凡士林油在塞子的两头涂一薄层,将旋塞塞好并转动,使旋塞与塞槽接触地方呈透明状态(图1-5)。检查如不漏水,即可使用。

碱式滴定管的下端有胶管连接带有尖嘴的小玻璃管,胶管内装一个圆玻璃球,用以堵住溶液。使用时,左手拇指和食指捏住玻璃球部位稍上的地方,向一侧挤压胶管,使胶管和玻璃球间形成一条缝隙,溶液即可流出。



图1-5 玻璃旋塞涂凡士林油

1. 洗涤

滴定管在使用前用洗液、自来水、去离子水洗净后,再每次用少量(5~8 mL)滴定溶液洗三遍,以保证不影响滴定液的浓度。

2. 装溶液

将溶液加到滴定管刻度“0”以上,排出滴定管尖嘴气泡,将酸式滴定管稍倾斜,左手迅速打开旋塞,使溶液冲击赶出气泡后,再使旋塞开启变小,调至液面弯月面正好与0.00刻度线相切。如是碱式滴定管,则应将胶管向上弯曲,用两指挤压玻璃球,使溶液从尖嘴喷出,气泡随之逸出(见图1-6)。继续边挤压边放下胶管,气泡便可全部排除,然后再调至0.00刻线。

3. 滴定

使用酸式滴定管时,右手拇指、食指和中指拿住锥形瓶的颈部(如图1-7所示),使滴定管下端伸入瓶口内约1~2 cm。左手拇指、食指和中指控制玻璃旋塞,转动旋塞使溶液滴出。右手持瓶沿同一方向做圆周摇动,使溶液混合均匀。开始滴定时,液体滴出可快一些,但应成滴而不成流。溶液出现瞬间颜色变化,随着瓶子的摇动很快消失。当接近终点时,颜色变化消失较慢,这时应逐滴滴加溶液,摇匀后由溶液颜色变化再决定是否滴加溶液。最后控制液滴悬而不落,用锥形瓶内壁将溶液沾下(相当于半滴),用洗瓶冲洗锥形瓶内壁,摇匀,如颜色不再变化,即为终点。

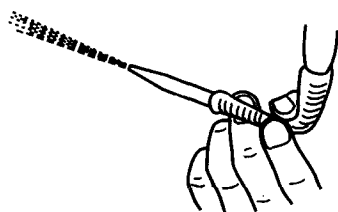


图1-6 碱式滴定管逐气



图1-7 滴定操作手法

4. 读数

读数不准是产生误差的一个重要原因,读数时,要使视线与液面保持水平,滴定管每一大格为1 mL,一小格为0.1 mL,要读到小数点后第二位数。

(1) 装满或放出溶液后,必须等1~2 min,使附着在内壁上的溶液流下来,再进行读数。如果放出来溶液的速度较慢(例如,滴定到最后阶段,每次只加半滴溶液时),等0.5~1 min即可读数。读数前要检查一下管壁是否挂水珠,滴定管尖嘴是否有气泡。