
全国高等医学院校配套教材

无机化学实验与学习指导

第2版

主编 海力茜·陶尔大洪 姚 军



科学出版社

全国高等医学院校配套教材

无机化学实验与学习指导

第2版

主 编 海力茜·陶尔大洪 姚 军
副主编 王 磊 程煜凤 骈继鑫 沈 静
编 委 (以姓氏笔画为序)
马桂芝(新疆医科大学)
王 磊(新疆医科大学)
王小静(新疆师范大学)
李月红(新疆医科大学)
李改茹(新疆医科大学)
沈 静(新疆医科大学)
阿合买提江·吐尔逊(新疆医科大学)
哈及尼沙(新疆医科大学)
姚 军(新疆医科大学)
骈继鑫(新疆医科大学)
海力茜·陶尔大洪(新疆医科大学)
程煜凤(新疆医科大学)

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书第一部分无机化学实验是学习无机化学的重要环节,本部分的主要任务和达到的目的就是通过实验,使学生巩固和加深对无机化学基本理论和基本知识的理解,训练学生正确地掌握化学实验的基本方法和规范化实验操作技能,从而培养学生严谨的科学态度和分析解决问题的独立工作能力。无机化学是药学、中药学、制药工程等专业本科生的第一门专业基础课,对学生后续专业课程的学习有着非常重要的作用。然而多年来,学生在学习无机化学时常感到内容繁多、不得要领及概念混淆等问题,为了帮助学生学好这门功课,我们结合自己多年来的教学经验,编写了本书的第二部分,培养学生的思维方法和创新能力,既传授知识又开发智力,既统一要求又发展个性的目的,在编写过程中,力争做到教师易教,学生易学。

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验与学习指导 / 海力茜·陶尔大洪, 姚军主编. —2 版. —北京: 科学出版社, 2017.1

全国高等医学院校配套教材

ISBN 978-7-03-049751-2

I. ①无… II. ①海… ②姚… III. ①无机化学—化学实验—医学院校—教学参考资料 IV. ①O61-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 199937 号

责任编辑: 胡治国 / 责任校对: 张凤琴

责任印制: 徐晓晨 / 封面设计: 陈 敬

科学出版社出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码: 100717

<http://www.sciencep.com>

北京京华虎彩印刷有限公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2007 年 1 月第 一 版 开本: 787×1092 1/16

2017 年 1 月第 二 版 印张: 12 1/8

2017 年 1 月第三次印刷 字数: 300 000

定价: 48.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

前 言

无机化学实验是学习无机化学的重要环节,本书第一部分的主要任务和达到的目的就是通过实验,使学生巩固和加深对无机化学基本理论和基本知识的理解,训练学生正确地掌握化学实验的基本方法和规范化实验操作技能,从而培养学生严谨的科学态度,求实的实验作风和分析解决问题的独立工作能力。

本书第一部分在内容选材上注意科学性、实用性和预见性,在实验内容的编排上注意与理论教材结合,内容精炼,力求标准。内容包括两章。第一章为实验总则,介绍实验规则、实验室安全守则及事故处理,无机化学实验常用仪器介绍,无机化学实验基本操作和数据记录及处理;第二章为实验内容,选编了14个实验,包括基本理论的验证、综合实验、化合物的制备和设计实验等内容。

同时我们针对学生在学习无机化学时常感到内容杂和多,抓不住要领,做习题时出现一些化学概念的混淆,如何正确运用基本理论解释无机化学实验现象或分析问题、解决问题更显困难,为了帮助学生学好这门功课,我们结合自己多年来的教学经验,编写了本书第二部分,实现教学内容、课程体系、教学方法和教学手段的现代化。

培养学生创新能力和逻辑思维能力的关键步骤之一是对所学知识的应用和实践,通过习题的演练,既可以考察对知识的理解和运用又可达到培养学生各种能力的目的。作为全国高等医药教材建设研究会规划教材药学类《无机化学》(第4版)辅助、参考教材,本书主要是依据药学类本科无机化学教学大纲的基本要求,本着培养学生的思维方法和创新能力,既传授知识又开发智力,既统一要求又发展个性的目的,为帮助学生更好地学习无机化学课程而编写的。在编写过程中,力争为原教材服务,做到教师易教,学生易学。

由于编者水平有限,难免有疏漏,敬请各位同仁和读者不吝赐教。

编 者

2016年7月

目 录

第一部分 无机化学实验

第一章 实验总则	1
第二章 实验内容	17
实验一 基本操作训练和溶解及溶液的配制	17
实验二 酸碱滴定	19
实验三 溶液的通性	20
实验四 $\text{I}_3^- \rightleftharpoons \text{I}^- + \text{I}_2$ 平衡常数的测定——滴定操作	23
实验五 乙酸解离度和解离常数的测定——pH 计的使用	25
实验六 酸碱性质与酸碱平衡	27
实验七 溶解沉淀平衡	29
实验八 碘酸铜溶度积的测定	32
实验九 氧化还原反应	34
实验十 药用氯化钠的精制	36
实验十一 药用氯化钠杂质限度检查	37
实验十二 硫酸亚铁铵的制备	38
实验十三 配位化合物	40
实验十四 设计实验	42

第二部分 无机化学学习指南

第一章 溶液	43
基本要求	43
学习要点	43
强化训练	46
参考答案	53
第二章 化学平衡	55
基本要求	55
学习要点	55
强化训练	56
参考答案	62
第三章 酸碱平衡	64
基本要求	64
学习要点	64

强化训练	67
参考答案	76
第四章 难溶电解质的沉淀溶解平衡	79
基本要求	79
学习要点	79
强化训练	80
参考答案	87
第五章 氧化还原	89
基本要求	89
学习要点	89
强化训练	91
参考答案	102
第六章 原子结构	105
基本要求	105
学习要点	105
强化训练	109
参考答案	119
第七章 分子结构	122
基本要求	122
学习要点	122
强化训练	125
参考答案	134
第八章 配位化合物	136
基本要求	136
学习要点	136
强化训练	137
参考答案	146
模拟试题及答案	149
模拟试题一	149
模拟试题一答案	155
模拟试题二	157
模拟试题二答案	164
模拟试题三	165
模拟试题三答案	171
模拟试题四	173
模拟试题四答案	179
模拟试题五	180
模拟试题五答案	186

第一部分 无机化学实验

第一章 实验总则

一、实验室规则

(1) 实验前必须认真预习，明确实验的目的要求，弄清有关基本原理、操作步骤、方法以及安全注意事项，做到心中有数，有计划地进行实验。

(2) 进入实验室必须穿工作服。在实验过程中应保持安静，做到认真操作，细致观察，积极思考，并及时、如实记录实验现象和实验数据。

(3) 爱护国家财产，小心使用仪器和设备，节约药品和水、电。

(4) 实验台上的仪器应整齐地摆放在一定的位置，并保持台面的整洁。不得将废纸、火柴梗、破损玻璃仪器等丢入水池，以免堵塞。

(5) 使用精密仪器时，必须严格按照操作规程进行操作。如发现仪器有异常，应立即停止使用并报告指导老师，及时排除故障。

(6) 实验后，应将所用仪器洗净并整齐地放回实验柜内。如有损坏，必须及时登记补领。由指导老师检查并在原始记录本上签字后，方可离开实验室。

(7) 每次实验后，由学生轮流值日，负责打扫和整理实验室，并检查水、电开关及门、窗是否关紧，以保持实验室的整洁和安全。

(8) 做完实验后，应根据原始记录，联系理论知识，认真处理数据，分析问题，写出实验报告，按时交指导老师批阅。

二、实验室安全守则及事故处理

化学实验中常常会接触到易燃、易爆、有毒、有腐蚀性的化学药品，有的化学反应还具有危险性，且经常使用水、电和各种加热灯具（酒精灯、酒精喷灯和煤气灯等）。因此，在进行化学实验时，必须在思想上充分重视安全问题。实验前充分了解有关安全注意事项，实验过程中严格遵守操作规程，以避免事故发生。

(一) 安全守则

(1) 凡产生刺激性的、恶臭的、有毒的气体（如 Cl_2 、 Br_2 、 HF 、 H_2S 、 SO_2 、 NO_2 、 CO 等）的实验，应在通风橱内（或通风处）进行。

(2) 浓酸浓碱具有强腐蚀性，使用时要小心，切勿溅在衣服、皮肤及眼睛上。稀释浓硫酸时，应将浓硫酸慢慢倒入水中并搅拌，而不能将水倒入浓硫酸中。

(3) 有毒药品（如重铬酸钾、铅盐、钡盐、砷的化合物、汞的化合物，特别是氰化物）不能进入口内或接触伤口。也不能将其随便倒入下水道，应按教师要求倒入指定容器内。

(4) 加热试管时，不能将管口朝向自己或别人，也不能俯视正在加热的液体，以防液体溅出伤人。

(5) 不允许用手直接取用固体药品。嗅闻气体时，鼻子不能直接对着瓶口或试管口，

而应用手轻轻将少量气体扇向自己的鼻孔。

(6) 使用酒精灯，应随用随点，不用时盖上灯罩。严禁用燃着的酒精灯点燃其他的酒精灯，以免酒精流出而失火。

(7) 使用易燃、易爆药品，严格遵守操作规程，远离明火。

(8) 绝对不允许擅自随意混合各种化学药品，以免发生意外事故。

(9) 水、电、煤气使用完毕应立即关闭。

(10) 实验室内严禁吸烟、饮食。实验结束，洗净双手，方可离开实验室。

(二) 事故处理

1. 割伤 立即用药棉揩净伤口，用碘酒涂抹并包扎；伤口内若有玻璃碎片，须先挑出，然后敷药包扎；若伤口过大，应立即到医务室治疗。

2. 烫伤 在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤膏，切勿用水冲洗。

3. 吸入有毒气体 吸入硫化氢气体，应立即到室外呼吸新鲜空气；吸入氯、氯化氢气体时，可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气使之解毒；吸入溴蒸气时，可吸入氨气和新鲜空气解毒。

4. 酸蚀伤 立即用大量水冲洗，然后用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水冲洗，最后再用水冲洗。

5. 碱蚀伤 立即用大量水冲洗，然后用硼酸或稀醋酸冲洗，最后再用水冲洗。

6. 白磷灼伤 用 1%硫酸铜或高锰酸钾溶液冲洗伤口，然后包扎。

7. 毒物入口内 把 5~10ml 稀硫酸铜溶液（约 5%）加入一杯温水中，内服，然后用手指伸入喉喉，促使呕吐，并立即送医院。

8. 触电 立即切断电源。必要时进行人工呼吸。

9. 起火 立即灭火，并要防止火势蔓延（如切断电源，移走易燃物质等）。灭火的方法要根据起火原因采用相应的方法。一般的小火可用湿布、石棉布覆盖燃烧物灭火。火势大时可使用泡沫灭火器。但电器设备引起的火灾，只能用四氯化碳灭火器灭火。实验人员衣服着火时，切勿乱跑，应赶快脱下衣服，用石棉布覆盖着火处，或者就地卧倒滚打，也可起到灭火的作用。火势较大，应立即报火警。

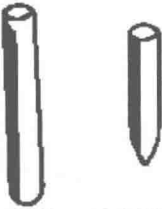
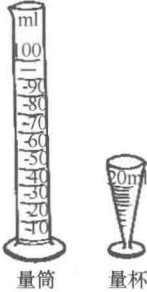
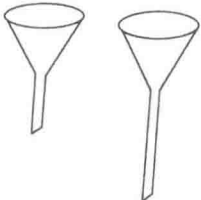
三、无机化学实验常用仪器介绍

见表 1-1-1。

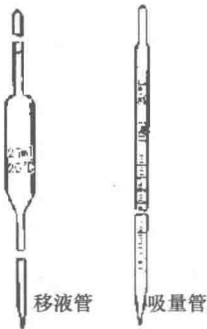
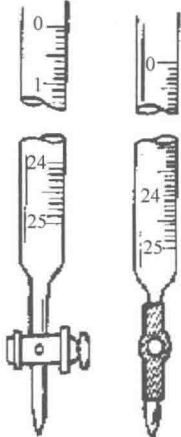
表 1-1-1 无机化学实验常用仪器介绍

仪器	规格	用途	注意事项
	以容积 (ml) 大小表示。 外形有高、低之分	用作反应物量较多时的 反应容器。反应物易混 合均匀	加热时应放置在石棉网上，使受 热均匀
烧杯			
	以容积 (ml) 表示	用于反应物多，且需长时 间加热的反应容器	加热时应放置在石棉网上使受热 均匀
圆底烧瓶			

续表

仪器	规格	用途	注意事项
 锥形瓶	以容积 (ml) 表示	反应容器。振荡方便, 适用于滴定操作	加热时应放置在石棉网上使受热均匀
 试管 离心试管	分硬质试管, 软质试管, 普通试管, 离心试管。普通试管以管口外径 (mm) × 长度 (mm) 表示。离心试管以体积 (ml) 表示	用作少量试剂的反应容器。便于操作和观察。离心试管还可用作定性分析中的沉淀分离	可直接用火加热。硬质试管可以加热至高温。加热后不能骤冷, 特别是软质试管更易破裂。离心试管只能用水浴加热
 量筒 量杯	以所度量的最大容积 (ml) 表示	用于度量一定体积的液体	不能加热, 不能用作反应容器
 容量瓶	以刻度以下的容积 (ml) 表示	用来配制准确浓度的溶液	不能加热。磨口塞是配套的, 不能互换
 滴瓶 细口瓶 广口瓶	以容积 (ml) 表示	广口瓶用于盛放固体药品; 滴瓶、细口瓶用于盛放液体药品; 不带磨口塞子的广口瓶可作集气瓶	不能直接用火加热, 瓶塞不能互换, 如盛放碱液时, 要用橡皮塞, 不能用磨口瓶塞, 以免时间长了, 玻璃磨口瓶被腐蚀粘牢
 表面皿	以口径 (mm) 表示	盖在烧杯上, 防止液体溅出或其他用途	不能直接用火加热
 漏斗 长颈漏斗	以口径 (mm) 表示	用于过滤等操作。长颈漏斗特别适用于定量分析中的过滤操作	不能直接用火加热

续表

仪器	规格	用途	注意事项
 吸滤瓶 布氏漏斗	吸滤瓶以容积 (ml) 表示。布氏漏斗为瓷质, 以容量 (ml) 或口径 (mm) 表示	两者配套用于晶体或沉淀的减压过滤。利用水泵或真空泵降低吸滤瓶中压力, 以加速过滤	不能用火直接加热
 蒸发皿	以容量 (ml) 或口径 (mm) 表示。有瓷、石英、铂等不同质地	蒸发液体用。随液体性质不同可选用不同质地的蒸发皿	能耐高温, 但不宜骤冷。蒸发溶液时, 一般放在石棉网上加热。也可直接用火加热
 坩埚	以容积 (ml) 表示。有瓷、石英、铁、镍或铂等不同质地	灼烧固体时用。随固体性质不同可选用不同质地的坩埚	可直接用火灼烧至高温, 但不宜骤冷。灼热的坩埚不要直接放在桌上 (可放在石棉网上)
 石棉网	由铁丝编成, 中间涂有石棉, 有大小之分	加热时, 垫上石棉网能使受热物体均匀受热, 不致造成局部过热	不能与水接触。以免石棉脱落或铁丝锈蚀
 移液管 吸量管	以刻度以下的容积 (ml) 表示	用于准确地移取一定体积的液体	未标明“吹”字的容器, 不要将残留在尖嘴内的液体吹出, 因为校正容量时, 未考虑这一滴液体
 酸式滴定管 碱式滴定管	以刻度以下的容积 (ml) 表示。分“酸式”和“碱式”两种	滴定时准确测量溶液的体积	使用前应检查旋塞是否漏液, 转动是否灵活

四、无机化学实验基本操作

(一) 玻璃仪器的洗涤和干燥

1. 仪器的洗涤 无机化学实验经常使用各种玻璃仪器,而这些仪器是否干净,常常影响到实验结果的准确性。因此,在进行实验时,必须把仪器洗涤干净。

洗涤仪器的方法应根据实验要求、污物的性质、沾污的程度和仪器的特点来选择。

(1) 水洗:将玻璃仪器用水淋湿后,借助毛刷刷洗仪器。如洗涤试管时可用大小合适的试管刷在盛水的试管内转动或上下移动。但用力不要过猛,以防刷尖的铁丝将试管戳破。这样既可以使可溶性物质溶解,也可以除去灰尘,使不溶物脱落。但洗不去油污和有机物质。

(2) 洗涤剂洗:常用的洗涤剂有去污粉和合成洗涤剂。用这种方法可除去油污和有机物质。

(3) 铬酸洗液:铬酸洗液是重铬酸钾和浓硫酸的混合物。有很强的氧化性和酸性,对油污和有机物的去污能力特别强。

仪器沾污严重或仪器口径细小(如移液管、容量瓶、滴定管等),可用铬酸洗液洗涤。

用铬酸洗液洗涤仪器时,先往仪器(碱式滴定管应先将橡皮管卸下,套上橡皮头。仪器内应尽量不带水分以免将洗液稀释)内加入少量洗液(约为仪器总容量的 $1/5$),使仪器倾斜并慢慢转动,让其内壁全部被洗液润湿,再转动仪器使洗液在仪器内壁流动,转动几圈后,把洗液倒回原瓶。然后用自来水冲洗干净,最后用蒸馏水冲洗 3 次。根据需要,也可用热的洗液进行洗涤,效果更好。

铬酸洗液具有很强的腐蚀性,使用时一定要注意安全,防止溅在皮肤和衣服上。

使用后的洗液应倒回原瓶,重复使用。如呈绿色,则已失效,不能继续使用。用过的洗液不能直接倒入下水道,以免污染环境。

必须指出,能用别的方法洗干净的仪器,尽量不要用铬酸洗液洗,因为 Cr(VI) 具有毒性。

(4) 特殊污物的洗涤:如果仪器壁上某些污物用上述方法仍不能去除时,可根据污物的性质,选用适当试剂处理。如沾在器壁上的二氧化锰用浓盐酸;沾有硫磺时用硫化钠;银镜反应黏附的银可用 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硝酸处理等。

仪器用自来水洗净后,还需用蒸馏水洗涤二、三次,洗净后的玻璃仪器应透明,不挂水珠。已经洗净的仪器,不能用布或纸擦拭,以免布或纸的纤维留在器壁上沾污仪器。

2. 仪器的干燥

(1) 晾干:不急用的仪器在洗净后可以放置在干燥处,任其自然晾干。

(2) 吹干:洗净的仪器如需迅速干燥,可用干燥的压缩空气或电热吹风直接吹在仪器上进行干燥。

(3) 烘干:洗净的仪器放在电烘箱内烘干,温度控制在 100°C 以下。

(4) 烤干:烧杯、蒸发皿等能加热的仪器可以置于石棉网上用小火烤干。试管可以直接在酒精灯上用小火烤干,但必须使试管口倾斜向下,以免水珠倒流试管炸裂。

(5) 有机溶剂干燥:带有刻度的计量仪器,不能用加热的方法进行干燥,加热会影响仪器的精密度。可以在洗净的仪器中加入一些易挥发的有机溶剂(常用的是乙醇溶液或乙

醇与丙酮体积比为 1:1 的混合液), 倾斜并转动仪器, 使器壁上的水与有机溶剂混合, 然后倒出, 少量残留在仪器中的混合液很快挥发而使仪器干燥。

(二) 酒精灯的使用

酒精灯是无机化学实验室最常用的加热器具, 常用于加热温度不需太高的实验, 其火焰温度在 400~500℃。使用时应注意以下几点。

(1) 乙醇溶液不可装得太满, 一般不应超过灯容积的 2/3, 也不能少于 1/5。添加乙醇溶液时应先将火熄灭。

(2) 点燃酒精灯时, 切勿用已燃着的酒精灯引燃。

(3) 熄灭酒精灯时, 要用灯罩盖熄, 不可用嘴吹。为避免灯口炸裂, 盖上灯罩使火焰熄灭后, 应再提起灯罩, 待灯口稍冷后再盖上灯罩。

(4) 酒精灯连续使用时间不能太长, 以免酒精灯灼热后, 使灯内乙醇溶液大量气化而发生危险。

(三) 试剂的取用

化学试剂根据杂质含量的多少, 可以分为优级纯(一级, GR)、分析纯(二级, AR)、化学纯(三级, CP)和实验试剂(四级, LR)四种规格。根据实验的不同要求, 可选用不同级别的试剂。在无机化学实验中, 常用的是化学纯试剂, 只有在个别实验中使用分析纯试剂。

在实验室, 固体试剂一般装在广口瓶内; 液体试剂盛放在细口瓶或滴瓶内; 见光易分解的试剂盛放在棕色瓶内。每个试剂瓶上都贴有标签, 标明试剂的名称、浓度和配制日期。

1. 固体试剂的取用

(1) 固体试剂要用干净的药匙取用。一般药匙两端分别为大小两个匙, 可根据用量多少选用。用过的药匙必须洗净晾干后才能再使用, 以免沾污试剂。

(2) 取用试剂时, 瓶盖要倒置实验台上, 以免污染。试剂取用后, 立即盖紧瓶盖, 避免盖错。

(3) 取药时不要超过指定用量。多取的试剂, 不能倒回原瓶, 可放在指定容器中供他人使用。

(4) 有毒药品、特殊试剂要在教师指导下取用。

2. 液体试剂的取用

(1) 从滴瓶中取用试剂时, 先提起滴管至液面以上, 再按捏胶头排去滴管内空气, 然后伸入滴瓶液体中, 放松胶头吸入试剂, 再提起滴管, 按握胶头将试剂滴入容器中。取用试剂时滴管必须保持垂直, 不得倾斜或倒立。滴加试剂时滴管应在盛接容器的正上方, 不得将滴管伸入容器中触及盛接容器器壁, 以免污染(图 1-1-1)。滴管放回原滴瓶时不要放错。不允许用自己的滴管到滴瓶中取用试剂。

(2) 从细口瓶中取用试剂时, 先将瓶塞取下, 反放在实验台面上, 然后将贴有标签的一面向着手心, 逐渐倾斜瓶子, 瓶口紧靠盛接容器的边缘或沿着洁净的玻璃棒, 慢慢倾倒至所需的体积(图 1-1-2)。最后把瓶口剩余的一滴试剂“碰”到容器中去, 以免液滴沿着瓶子外壁流下。注意不要盖错瓶盖。若用滴管从细口瓶中取用少量液体, 则滴管一定要洁净、干燥。

(3) 准确量取液体试剂时, 可用量筒、移液管或滴定管, 多取的试剂不能倒回原瓶,

可倒入指定容器。

实验室中试剂的存放，一般都按照一定的次序和位置，不要随意变动。试剂取用后，应立即放回原处。

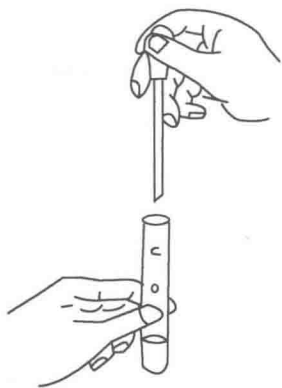


图 1-1-1 用滴管加少量液体的操作



图 1-1-2 从试剂瓶中倒取液体的操作

(四) 沉淀的分离和洗涤

在无机化合物的制备、混合物的分离、离子的分离和鉴定等操作中，常用到沉淀的分离和洗涤。

沉淀和溶液分离常用的方法有三种。

1. 倾析法 当沉淀的结晶颗粒较大或密度较大，静置后能很快沉降于容器底部时，可用倾析法分离和洗涤沉淀。操作时，小心地把沉淀物上部的溶液倾入另一容器，使沉淀留在底部。如需洗涤沉淀，再加入少量洗涤剂（一般为蒸馏水），充分搅拌，静置，待沉淀物沉下，倾去洗涤液。如此重复操作 2~3 次，即可把沉淀洗净。

2. 过滤法 过滤是分离沉淀最常用的方法之一。当溶液和沉淀的混合物通过过滤器时，沉淀留在过滤器上，溶液则通过过滤器而滤入容器中，过滤所得的溶液称为滤液。

溶液的温度、黏度、过滤时的压力、过滤器的孔隙大小和沉淀物的状态等，都会影响过滤的速度，实验中应综合考虑多方面因素，选择不同的过滤方法。

常用的过滤方法有常压过滤、减压过滤和热过滤三种。

(1) 常压过滤：此法最为简便和常用。滤器为贴有滤纸的漏斗。先把滤纸对折两次（若滤纸为方形，此时应剪成扇形），然后将滤纸打开成圆锥形（一边为 3 层，一边为 1 层），放入漏斗中。若滤纸与漏斗不密合，应改变滤纸折叠的角度，直到与漏斗密合为止。再把 3 层上沿外面 2 层撕去一小角，用食指把滤纸按在漏斗内壁上（图 1-1-3），滤纸的边缘略低于漏斗边缘 3~5mm。用少量蒸馏水湿润滤纸，赶去滤纸与漏斗壁之间的气泡。这样过滤时，漏斗颈内可充满滤液，即形成“水柱”，滤液以其自身的重量拖引漏斗内液体下漏，可使过滤速度加快。

将漏斗放在漏斗架上，下面放接受容器（如烧杯），使漏斗颈下端出口长的一边紧靠容器壁。将要过滤的溶液沿玻璃棒慢慢倾入漏斗中（玻璃棒下端对着 3 层滤纸处，图 1-1-4），先转移溶液，后转移沉淀。每次转移量，不能超过滤纸容量的 $\frac{2}{3}$ 。然后用少量洗涤液（蒸馏水）淋洗盛放沉淀的容器和玻璃棒，将洗涤液倾入漏斗中。如此反复淋洗几次，直至沉淀全部转移至漏斗中。

若需要洗涤沉淀,可用洗瓶使细小缓慢的洗涤液沿漏斗壁,从滤纸上部螺旋向下淋洗,绝对不能快速浇在沉淀上,待洗涤液流完,再进行下一次洗涤。重复操作 2~3 次,即可洗去杂质。

(2) 减压过滤:减压可以加速过滤,也可把沉淀抽吸得比较干燥,但不适用于胶状沉淀和颗粒太小的沉淀的过滤。

在水泵和吸滤瓶之间安装一个安全瓶以防止倒吸。过滤完毕时,应先拔掉吸滤瓶上的橡皮管,然后关水龙头。

过滤前,先将滤纸剪成直径略小于布氏漏斗内径的圆形,平铺在布氏漏斗瓷板上,用少量蒸馏水润湿滤纸,慢慢抽吸,使滤纸紧贴在漏斗的瓷板上,然后进行过滤(布氏漏斗的颈口应与吸滤瓶的支管相对,便于吸滤)。溶液和沉淀的转移与常压过滤的操作相似。

洗涤沉淀时,应停止抽滤,加入少量洗涤液(蒸馏水),让其缓缓地通过沉淀物进入吸滤瓶。最后,将沉淀抽吸干燥。如沉淀需洗涤多次,则重复以上操作,直至达到要求为止。

(3) 热过滤:如果溶液中的溶质在温度下降时容易析出大量结晶,而我们又不希望它在过滤过程中留在滤纸上,这时就要进行热过滤。过滤时把玻璃漏斗放在铜质的热漏斗内,热漏斗内装有热水,以维持溶液的温度。

也可以在过滤前把普通漏斗放在水浴上,用蒸气加热,然后使用。此法简单易行。另外,热过滤时选用的漏斗越短越好,以免散热降温析出晶体而发生堵塞。



图 1-1-3 用手指按住滤纸



图 1-1-4 过滤操作

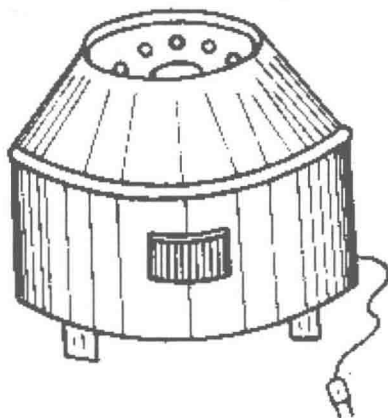


图 1-1-5 电动离心机

3. 离心分离法 当被分离的沉淀的量很少时,可以应用离心分离法。实验室中常用的离心仪器是电动离心机(图 1-1-5)。使用时,先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,位置要对称,重量要平衡。如果只有一支离心管中的沉淀进行分离,则可另取一支空离心试管盛以相等体积的水,放入对称的套管中以保持平衡。否则重量不均衡会引起振动,造成机轴磨损。

开启离心机时,应先低速,逐渐加速,根据沉淀的性质决定转速和离心的时间。关机后,应让离心机自己停下,决不可用手强制其停止转动。

取出离心试管,以一毛细吸管,捏紧其橡皮头,插入离心管中,插入的深度以尖端不

接触沉淀物为限。然后慢慢放松捏紧的橡皮头，吸出溶液，留下沉淀物。

如果沉淀物需要洗涤，加入少量蒸馏水，充分搅拌，离心分离，用吸管吸出清液，重复洗涤 2~3 次。

(五) 溶解与结晶

1. 溶解 用溶剂溶解试样时，应先把盛放试样的烧杯适当倾斜，然后把盛放溶剂的量杯嘴靠近烧杯壁，让溶剂慢慢顺着杯壁流入。或使溶剂沿玻璃棒慢慢流入，以防杯内溶液溅出而损失。溶剂加入后，用玻璃棒搅拌，使试样溶解完全。对溶解时会产生气体的试样，则应先用少量水将其润湿成糊状，用表面皿将烧杯盖好，然后用滴管将溶剂自杯嘴逐滴加入，以防生成的气体将粉状的试样带出。对于需要加热溶解的试样，加热时要防止溶液剧烈沸腾和溅出。加热后要用蒸馏水冲洗表面皿和烧杯内壁，冲洗时也应使水顺杯壁或玻璃棒流下。在整个实验过程中，盛放试样的烧杯要用表面皿盖上，以防弄脏。放在烧杯内的玻璃棒，不要随意取出，以免溶液损失。

2. 结晶

(1) 蒸发浓缩：蒸发浓缩一般在水浴上进行。若溶液太稀，可先放在石棉网上直接加热蒸发，再用水浴蒸发。常用的蒸发容器是蒸发皿。蒸发皿内所盛液体的量不应超过其容量的 $\frac{2}{3}$ 。随着水分的蒸发，溶液逐渐被浓缩，浓缩的程度取决于溶质溶解度的大小及对晶粒大小的要求。

(2) 重结晶：重结晶是提纯固体的重要方法之一。把待提纯的物质溶解在适当的溶剂中，经除去杂质离子，滤去不溶物后进行蒸发浓缩。浓缩到一定浓度的溶液，经冷却就会析出溶质的晶体，这种操作过程就是重结晶。当结晶一次所得物质的纯度不符合要求时，可以重新加入尽可能少的溶剂溶解晶体，经蒸发后再进行结晶。

(六) 容量瓶、滴定管、移液管的使用

1. 容量瓶 容量瓶是用来精确地配制一定体积、一定浓度溶液的量器。容量瓶的颈部有一刻度线，表示在所指温度下，当瓶内液体到达刻度线时，其体积恰与瓶上所注明的体积相等。

容量瓶在使用前应先检查是否漏水。检查的方法是：加自来水至标线附近，盖好瓶塞，瓶外水珠擦拭干净，一手用食指按住瓶塞，其余手指拿住瓶颈标线以上部分，另一手用指尖托住瓶底边缘，倒立 2min。如不漏水，将瓶塞旋转 180° 后再倒立 2min 试一次，不漏水洗净后即可使用。

用固体溶质配制溶液时，先将准确称量的固体溶质放入烧杯中用少量蒸馏水溶解，然后将烧杯中的溶液沿玻璃棒小心地转入容量瓶中。转移时，要使玻璃棒的下端靠紧瓶内壁，使溶液沿玻璃棒及瓶颈内壁流下（图 1-1-6）。溶液全部流完后，将烧杯沿玻璃棒往上提升直立，使附着在玻璃棒和烧杯嘴之间的溶液流回烧杯中。再用少量蒸馏水淋洗烧杯和玻璃棒 3 次，并将每次淋洗的蒸馏水转入容量瓶中。然后加蒸馏水至容量瓶体积的 $\frac{2}{3}$ ，按水平方向旋摇容量瓶几次，使溶液大体混匀，继续加蒸馏水至接近标线（约相距 1cm），再使用细而长

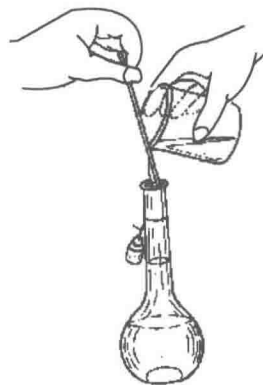


图 1-1-6 将溶液转移到容量瓶中操作

的滴管小心逐滴加入蒸馏水，直至溶液的弯月面与标线相切为止。最后塞紧瓶塞，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，以保证瓶内溶液充分混合均匀。

用容量瓶稀释溶液时，则用移液管准确吸取一定体积的浓溶液移入容量瓶中，按上述方法稀释至标线，摇匀。

需要注意的是，磨口瓶塞与容量瓶是互相配套的，不能张冠李戴。可将瓶塞用橡皮圈系在容量瓶的瓶颈上。

2. 滴定管 滴定管是滴定时用来精确量度液体体积的量器，刻度由上而下，与量筒刻度相反。常用滴定管的容量限度为50ml和25ml，最小刻度为0.1ml，而读数可估计到0.01ml。

滴定管可分为两种，一种是酸式滴定管，另一种是碱式滴定管。酸式滴定管的下端有一玻璃活塞，碱式滴定管的下端连接一橡皮管，内放玻璃珠，可代替玻璃活塞以控制溶液的流出。酸式滴定管可装入酸性或氧化性滴定液；碱液则应装入碱式滴定管中。应注意，碱式滴定管不能盛放酸性或氧化性等腐蚀橡胶的溶液。

滴定管的使用需按下列步骤进行

（1）准备：滴定管的准备包括检漏和洗涤。酸式滴定管试漏的方法是先将活塞关闭同时注意活塞转动是否灵活，在滴定管内装满自来水，垂直放在滴定管架上2min。如管尖及活塞两端不漏水，将活塞转动180°，再放置2min，若无漏水现象，活塞转动也灵活，即可使用。否则应将活塞取出，洗净活塞套及活塞并用滤纸碎片擦干，然后分别在活塞套的细端内壁和活塞的粗端表面各涂一层很薄的凡士林（亦可在玻璃活塞孔的两端涂上一薄层凡士林），小心不要涂在孔边以防堵塞孔眼（图1-1-7a）。再将活塞放入活塞套，向同一方向旋转至透明为止（图1-1-7b）。套上小橡皮圈，再一次检查是否漏水，活塞旋转是否灵活。

碱式滴定管应选大小合适的玻璃珠和橡皮管，并检查滴定管是否漏水，是否能灵活控制液滴。

滴定管在装入滴定液前，除了需用洗涤剂（或铬酸洗液）、自来水及蒸馏水依次洗涤清洁外，为了避免装入的滴定液浓度被管内残留的水稀释，还需用少量滴定溶液（每次约5~10ml）荡洗滴定管2~3次。荡洗时两手平持（管口略向上）滴定管，慢慢转动，使滴定液与管内壁的所有部分能充分接触，然后将溶液从管尖放出。对于碱管，应不断改变捏玻璃珠的位置，使玻璃珠下方能充分荡洗。特别值得注意的是，滴定液必须直接从试剂瓶中倒入滴定管，不得用任何其他容器盛放后再转移，以免滴定液浓度改变或造成污染。

（2）装液：用滴定液荡洗后的滴定管即可倒入滴定液直至零刻度以上为止。装好溶液后，必须把滴定管下端的气泡赶出，以免使用时带来读数误差。对于酸式滴定管，可迅速转动活塞，使溶液很快冲出，将气泡带走；对于碱式滴定管，可将橡皮管向上弯折，然后轻轻捏挤玻璃珠旁的橡皮管，即可排出气泡（图1-1-8）。排除气泡后，调节液面在“0.00ml”处，或在“0.00ml”刻度稍微偏下处，并记下初读数。

（3）读数：读数时需将滴定管从滴定管架上拿下来，用右手大拇指和食指捏住滴定管上部无刻度处，使滴定管垂直，然后读数。

读数时视线应与管内液面在同一水平面上，偏高偏低都会带来误差。对于无色或浅色溶液，应读取弯月面下缘最低点；溶液颜色太深而弯月面不够清晰时，可读取液面两侧的最高点。必须读到小数点后第二位，即要求估计到0.01ml。

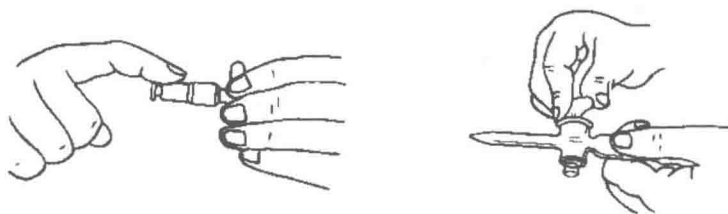
为了便于读数，可在滴定管后面衬一张纸片作背景，形成颜色较深的弯月面，读取弯

月面下缘的最低点。若为蓝线滴定管，则应取蓝线上下两端交点的位置读数。

由于滴定管的刻度不可能绝对均匀，所以在同一实验中，溶液的体积应控制在滴定管刻度的同一部位，以抵消由于刻度不准确而引起的误差。

(4) 滴定：滴定操作可在锥形瓶或烧杯内进行，并以白瓷板作背景。滴定开始前，先把悬挂在滴定管尖端的液滴用滤纸片轻轻“吸”去。

使用酸式滴定管时，左手的拇指、食指和中指控制活塞。在转动活塞时，手指微微弯曲并轻轻向内扣住，手心不要顶住活塞的小头，以免顶出造成漏液。右手的拇指、食指和中指拿住锥形瓶颈，使滴定管的下端伸入瓶口约 1cm，并运用腕力向同一方向作圆周运动旋摇锥形瓶，以使溶液混合均匀（图 1-1-9）。刚开始滴定时，滴定速度可稍快，但不能形成“水线”临近终点时，应改为加一滴，摇几下，并用洗瓶加入少量蒸馏水冲洗锥形瓶内壁，使溅起附着在锥形瓶内壁的溶液洗下。最后，每加一滴或半滴，即摇动锥形瓶，直至终点为止。半滴的加法是微微转动滴定管活塞，使溶液悬挂在出口管尖上，将锥形瓶内壁与管尖轻轻接触，使溶液靠入瓶中并用蒸馏水冲下。



a. 涂油手法

b. 转动活塞

图 1-1-7 酸式滴定管活塞上涂油与安装

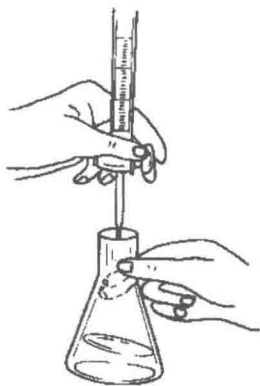


图 1-1-8 逐气泡法

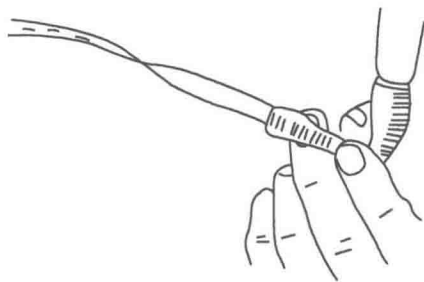


图 1-1-9 酸式滴定管操作

使用碱式滴定管时，右手照上述方法持锥形瓶，左手拇指和食指捏住橡皮管中的玻璃珠所在部位稍上处，向右侧挤捏橡皮管，使橡皮管和玻璃珠之间形成一条缝隙，溶液即可流出。注意不能挤捏玻璃珠下方的橡皮管，否则空气进入易形成气泡。

在烧杯中进行滴定时，调节滴定管高度，使滴定管下端伸入烧杯内 1cm 左右。在左手控制活塞滴加溶液的同时，右手持搅拌棒在烧杯右前方搅拌溶液。搅拌棒应向同一方向作圆周运动，但不要接触烧杯壁和底。

3. 移液管和吸量管 移液管和吸量管都是用来准确移取一定体积溶液的量器。移液管中间有膨大部分；吸量管为直形，管上刻有分度。