

● 高等学校教材

华东化工学院无机化学教研组编

高等教育出版社

无机化学实验

(第三版)

● WUJI HUAXUE SHIYAN



无机化学实验

(第三版)

华东化工学院无机化学教研组编

2

-3

高等学校教材

无机化学实验

第三版

华东化工学院无机化学教研组 编

高等教育出版社

(京)112号

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/华东化工学院无机化学教研组编. —3版.
—北京:高等教育出版社,1990.8(1999重印)
高等工业学校教材
ISBN 7-04-002835-2

I. 无… II. 华… III. 无机化学-实验-高等学校-教材
IV. 061-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(95)第 20235 号

出版发行	高等教育出版社		
社 址	北京市东城区沙滩后街 55 号	邮政编码	100009
电 话	010—64054588	传 真	010—64014048
网 址	http://www.hep.edu.cn		
经 销	新华书店北京发行所		
印 刷	北京市朝阳区北苑印刷厂		
开 本	787×1092 1/16	版 次	1979年2月第1版
印 张	11.25		1990年8月第3版
字 数	256 000	印 次	1999年6月第8次印刷
		定 价	9.60元

凡购买高等教育出版社图书,如有缺页、倒页、脱页等
质量问题,请在所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

第三版前言

无机化学实验是高等工业院校化工、轻工、冶金、纺织、环保以及应用化学等专业的第一门基础化学实验课程。很多院校均已单独设课进行教学。作为第一门实践性课程，其目的和任务不仅是验证理论知识，更重要的是通过实验教学，训练科学实验的方法和技能，使学生逐步学会对实验现象进行观察、分析、判断、推理以及归纳总结，培养独立工作和解决问题的能力。

随着教学改革的深化，要求高等工业院校的培养目标面向基层，面向企业，要求改变过去单一的培养模式，建设多类型、多层次、多规格的课程体系。教材建设必须适应培养目标而作相应变革。本教材是以国家教委制订的《高等工业学校无机化学课程教学基本要求》为依据，在我组杨炳良教授主编的《无机化学实验》(第二版)的基础上修订而成。修订过程中结合我组近几年来教学改革的实践，汲取了一些兄弟院校的教学经验，尽可能适应当前教学改革的需要，反映工科院校教学的特点。本教材既具有独立体系，又可与理论教学配套使用。

本教材的编写力求体现下列特点：

1. 精选内容、适应多层次、多规格教学的需要。

本教材共有五类实验：I、基本操作与技能训练；II、化合物与反应特征常数的测定；III、常见元素及化合物的性质；IV、无机化合物的制备；V、综合、设计实验。以上五类共编入36个实验，还编入6组实验练习题与5个趣味实验。每类实验都有足够的内容，可供工科院校各专业不同类型、层次、规格的教学要求和教学条件加以选择组合。同时，编写了有关实验原理，也便于单独设课使用。

2. 注意启发思维，着重能力培养。

本教材在编写中竭力注意克服“照方配药”，不求甚解的弊端。每个实验都根据内容写明目的要求，教师可着重指导学生制定实验方案，确定实验条件，选择适当试剂，并控制用量进行实验。在每个实验中还编写若干具有启发性的思考题，以引导学生在预习时联系理论知识进行思考，在实验中结合实验现象作出分析，在实验后加以归纳总结写出报告。这样，可以使学生在教师指导下更好地发挥主动性，积极启发思维，从而培养自己获得知识的能力。实验练习题和趣味实验，既可作复习巩固有关教学内容之用，又可帮助学生提高学习兴趣，作为开展第二课堂活动的资料。

3. 分类编排，便于检查教学质量和组织考核。

本教材将不同内容的实验分类编排，使实验教学检查和对学生的考核可以安排在各类实验中进行。如在化合物制备与提纯实验结束时进行基本操作与技能的考核，着重检查实验动手能力的训练效果；在元素化合物性质实验之末，安排常见阴、阳离子未知液的分析鉴定，以考核学生掌握知识、观察、分析和判断能力；期末结合实验原理的考核，综合检查实验方案或简单工艺路线的确定，材料、药品、仪器的合理选用等方面能力。通过分阶段组织考核，教师也可从

中获得反馈信息,及时调整和改进教学。

4. 反映生产实际和新技术、新成果,实验方法和测试手段多样化。

本教材所编实验,既有简单无机化合物的制备,也有较复杂化合物的合成及其性能测试,不少内容直接与生产实际相联系,有以生产中的废液、废渣为原料,也有直接以天然矿物为原料;有常温或高温下操作;也有非水体系的操作。对于化合物及化学特征常数的测定,采用多种测试手段,同一测定方法也适用于不同类型的实验内容,并且有近似的测定方法,又有精确的测定与计算方法。这样既可拓宽学生的知识面,在能力上得到更多的训练和培养,也可供不同条件的实验室加以选用。某些实验(如《聚合硫酸铁的制备及其性能的测定》;《用碳酸化法从硼镁泥中制取氧化镁的工艺条件选择》等)直接取材于我组教师的科研成果。而微型计算机的应用,则可帮助检查实验结果和处理实验数据,从而指导学生严格、迅速、正确地完成实验。综合、设计类型的实验内容新颖,具有综合性、实用性和难度大的特点,不仅可以用来作为综合训练,也可用来作为较高层次实验选修课的内容,对于提高学生整体智能结构很有帮助。

本教材由金韬芬主编,裘贞庭、陈祥富、王秉济、李梅君、王绿芳、高建宝同志参加编写。在修订过程中,得到朱裕贞、杨炳良教授的热忱指导,教研组全体同志的热情帮助,在此致以衷心感谢。

本教材由华南理工大学吴天材、黎洁銮审阅,特致谢意。

限于编者水平,难免疏漏、欠妥,敬请读者批评与指正。

华东化工学院无机化学教研组
1989年5月

第二版前言

本书第一版自1979年2月出版,已经试用三年。根据全国许多高等工业学校在试用过程中所提出的宝贵意见,参照1980年5月在上海举行的高等学校工科化学教材编审委员会扩大会议审订的《无机化学教学大纲》以及1982年6月在安徽芜湖召开的工科化学教材编审委员会普通化学和无机化学编审小组审定的《高等工业学校无机化学教学大纲补充说明》的精神,并注意了有利于学生积极思考,提高学生应用理论知识解决实际问题的能力,对第一版的实验内容作了适当的修订和增删。主要有:(1)增加了无机制备和基本操作训练的实验;(2)充实了无机反应在离子分离和鉴定方面的应用,补充了一些思考性实验内容;(3)改变了某些常数测定的实验;(4)纠正了已经发现的错误,修改和补充了某些实验现象不够明显的内容。

在使用第二版时,可根据1982年6月安徽芜湖会议审定的《无机化学教学大纲补充说明》的建议,选做18~20个实验。

本书第二版由杨炳良副教授主编,陈培德参加编写。

本书由华南工学院无机化学教研室林养素、吴天才、黎洁銮、李彩英审稿,经龙惕吾教授复审,同意作为高等学校教材出版。

限于编者水平,错误和缺点仍所难免,敬希读者继续批评指正。

华东化工学院无机化学教研组

1982年7月

第一版编写说明

工院校化工类《无机化学实验》试用教材是根据1977年11月高等学校工科化学教材编写会议制订的《无机化学》教材编写大纲(初稿)的要求编写的。1978年9月在上海召开了实验选材审编会议。华南工学院、大连工学院、成都工学院、天津大学、清华大学、浙江大学、合肥工业大学、上海纺织工学院、南京化工学院、北京化工学院、上海化工学院和上海化工学院四川分院等十二所院校参加了会议。会议决定,以上海化工学院的无机化学实验讲义为基础,结合大连工学院的无机化学实验讲义并选用其他兄弟院校的某些实验,由上海化工学院负责编写。华南工学院负责审阅。

本实验教材在编写过程中注意了以下几点:

1. 密切配合大连工学院无机化学教研室编写的《无机化学》教材,以利于理论与实际的联系。

2. 加强基本操作的训练。通过元素化合物以及无机制备等实验,使学生能正确地熟练掌握无机化学实验中最基本的实验操作技能(如试管反应、加热、过滤、蒸发等)。

3. 为了培养学生独立工作和思考的能力。在实验教材中,安排了数据的处理和曲线绘制等科学方法的内容,并由学生自己设计一些具有思考性的实验。

4. 为了加深对所学理论的理解,实验内容中,编入了某些测定常数的实验以及使用某些重要的常规仪器,如分析天平、酸度计、电导率仪、光电比色计、72型分光光度计等,并在不同的实验中,适当重复使用这些仪器,从而进一步提高学生的实验操作技能。

5. 贯彻少而精的原则。每个实验的内容尽量能使学生在2学时内完成。同时列入了一些标有星号(*)的实验内容,供各校根据具体情况选做。

6. 结合目前国内中学化学的基础以及各大专院校现有仪器和设备条件的具体情况,实验内容具有较广泛的适应性。书中共编入了三十一个实验,各校可根据具体情况选做二十个,其中无机制备实验的内容,不宜少于二个。

本实验教材由杨炳良同志主编,蔡光缙和陈培德同志协助编写。南京化工学院、浙江大学、上海纺织工学院和华南工学院协助复做。最后经华南工学院龙惕吾教授主审,张兴泰、范琼嘉同志参加审定。

由于编写时间仓促,限于编者水平,错误缺点在所难免,敬希读者批评指正。

上海化工学院无机化学教研组

1978年12月

目 录

无机化学实验常用仪器介绍	1	实验九 磺基水杨酸与 Fe^{3+} 配合物的组成和稳定常数的测定(分光光度法)	52
无机化学实验基本操作	3	实验十 化学反应速率、活化能的测定	54
一、常用仪器的洗涤和干燥	3	(一) 过二硫酸铵与碘化钾反应的反应速率、反应级数、活化能的测定	54
二、加热方法	4	(二) 铬离子和 EDTA 二钠盐的反应活化能的测定(分光光度法)	58
三、液体体积的计量	7	实验十一 $\text{Ti}(\text{H}_2\text{O})_6^{3+}$ 分裂能的测定* (分光光度法)	60
四、试剂与试剂配制	8	III. 常见元素及其化合物的性质	62
五、称量	10	实验十二 氯、溴、碘的化合物	66
六、玻璃工操作	15	实验十三 氧、硫、氮、磷	70
七、气体的发生、净化、干燥和收集	17	实验十四 常见阴离子的分离与鉴定	76
八、蒸发、结晶和固、液分离	18	(一) 初步试验	76
九、试纸的使用	21	(二) 阴离子的个别鉴定	77
误差的概念、有效数字、作图	22	(三) 几种干扰性阴离子共同存在时的分离和鉴定	78
一、测量中的误差	22	实验十五 碱金属和碱土金属	79
二、化学计算中的有效数字	23	实验十六 锡、铅、铋、铊	82
三、作图方法简介	25	实验十七 钛和钒	86
I. 基本操作与技能训练	26	实验十八 铬和锰	89
实验一 煤气灯的使用和玻璃管(棒)的加工操作	27	实验十九 铁、钴、镍	92
实验二 分析天平的使用	29	实验二十 铜、银、锌、镉、汞	96
实验三 二氧化碳分子量的测定	30	实验二十一 常见阳离子的分离与鉴定	100
实验四 气体常数的测定	33	(一) 各组阳离子的分离和鉴定方法	102
实验五 化学反应热效应的测定	35	IV 无机化合物的制备	109
II. 化合物及化学反应特征常数的测定	38	实验二十二 硫酸铜的提纯	112
实验六 醋酸电离常数的测定	38	实验二十三 锌钡白的制备	114
(一) pH 法	38	实验二十四 从硼镁泥制取七水硫酸镁 ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)	117
(二) 电导率法	39	实验二十五 由铬铁矿制取重铬酸钾	
附: 酸度计、电导率仪的使用	42		
实验七 溶度积常数的测定	44		
(一) 硫酸钙溶度积的测定(离子交换法)	44		
(二) 硫酸钡溶度积的测定*(电导率法)	46		
实验八 化学平衡常数的测定(分光光度法)	48		
附: 分光光度计的使用	51		

	($K_2Cr_2O_7$)	119
实验二十六	由软锰矿制取高锰酸钾 ($KMnO_4$)	120
实验二十七	四碘化锡的制备	122
实验二十八	由铁合成某些重要化合 物	123
	(一) 硫酸亚铁和硫酸亚铁铵	123
	(二) 三草酸合铁(III)酸钾	125
	(三) 聚合硫酸铁	127
	V. 综合、设计实验	129
实验二十九	用碳酸化法从硼镁泥中制 取氧化镁的工艺条件选 择	129
实验三十	由钛铁矿制取二氧化钛	132
实验三十一	多钨酸铵的合成及组成分 析	135
实验三十二	P507-盐酸萃取体系中钴 镍分离系数的测定	139
实验三十三	从金属铜制取铜的碘化物 及其实验式的测定	143
实验三十四	从含碘废液或废渣中回收 碘制取碘化钾	144
实验三十五	印制电路废腐蚀液的回收 和利用	147
实验三十六	从废定影液中回收金属 银	148

实验练习题

一、电离平衡	149
--------------	-----

二、沉淀反应	149
三、氧化还原反应	149
四、配位化合物	151
五、离子分离与鉴定	151
六、判断未知物	151

趣味实验

一、试管内的焰色反应	154
二、滤纸上金属树的制备	154
三、多种色彩的沉淀	155
四、变色溶液	155
五、着火的铁	156

附 录

一、实验室工作规则	157
二、实验室工作中的安全操作	157
三、实验室中意外事故的处理	158
四、一些元素的原子量表	158
五、不同温度下水的饱和蒸汽压	159
六、弱电解质的电离常数(25°C)	159
七、一些难溶电解质的溶度积常数	160
八、标准电极电势表(25°C)	161
九、某些配离子的不稳定常数	163
十、常见离子和化合物的颜色	165
十一、某些试剂的配制	167
十二、微型计算机处理实验数据	168

无机化学实验常用仪器介绍



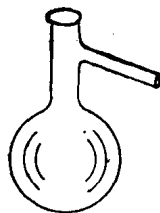
烧杯



圆底烧瓶



平底烧瓶



蒸馏烧瓶



锥形烧瓶



细口试剂瓶



广口瓶



称量瓶



药勺



蒸发皿



表面皿



试管



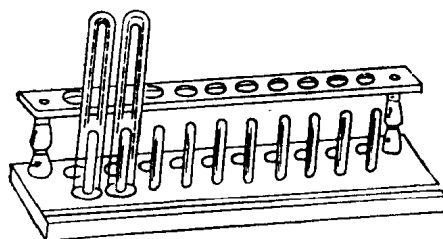
离心试管



吸管



试管刷



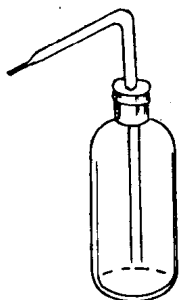
试管架和试管



玻璃棒



试管夹



洗瓶



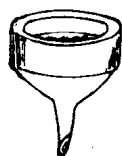
分液漏斗



滴瓶



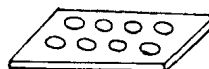
漏斗



布氏漏斗



吸滤瓶



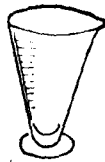
点滴板



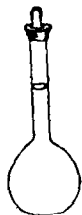
研钵



量筒



量杯



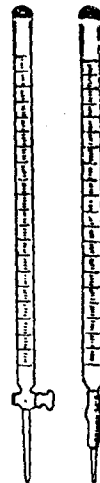
容量瓶



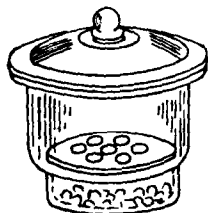
吸量管



移液管



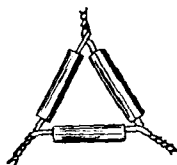
酸式 碱式
滴定管



干燥器



坩埚



泥三角



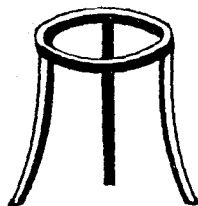
坩埚钳



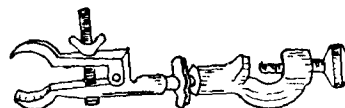
酒精灯



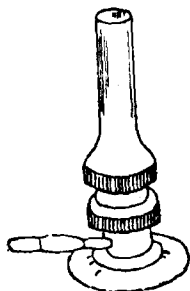
石棉网



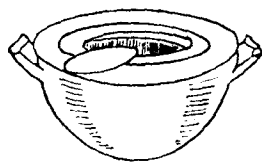
三脚架



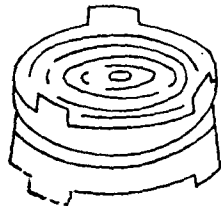
铁夹



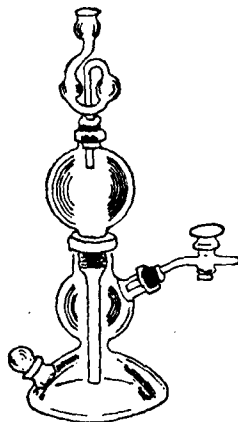
煤气灯



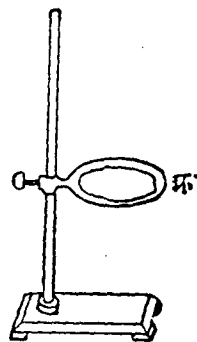
水浴锅



电炉



启普发生器



铁架
环

无机化学实验基本操作

一、常用仪器的洗涤和干燥

1. 仪器的洗涤

化学实验中使用的玻璃仪器常沾附有化学药品,既有可溶性物质,也有灰尘和其它不溶性物质及油污等有机物。为了使实验得到正确的结果,实验仪器必须洗干净,一般洗涤方法如下:

(1) 水洗和刷洗

① 振荡水洗 在玻璃仪器内,倒入约占总容量 $1/3$ 的自来水,稍用力振荡片刻,倒掉。照此连洗数次。

② 毛刷刷洗 水洗不能洗净时,可用毛刷刷洗仪器(从外到里),每次刷洗用水不必太多。

(2) 用去污粉、肥皂粉或合成洗涤剂洗 若玻璃仪器沾有油污时,刷洗时毛刷可蘸少量去污粉、肥皂粉等刷至仪器洁净为止,再用自来水洗。

(3) 通过试剂相互作用将附在器壁上的物质转化为水溶性物质。例如:铁盐引起的黄色污染可加入稀盐酸或稀硝酸溶解片刻,即可除去;使用高锰酸钾后的沾污可用草酸溶液洗去(沾在手上的也可同样洗去);沾在器壁上的二氧化锰用浓盐酸处理使之溶解;沾有碘时,可用碘化钾溶液浸泡片刻,或加入稀的氢氧化钠溶液温热之,用硫代硫酸钠溶液也可;银镜反应沾附的银或有铜附着时,可加入硝酸,仍洗不掉时可稍微加热。

用自来水洗净的仪器,还需用蒸馏水或去离子水漂洗 2~3 次,洗净的玻璃仪器应该透明且不挂水珠。

2. 仪器的干燥

实验时所用的仪器,除必须洗涤外,有时还要求干燥,干燥的方法有以下几种。

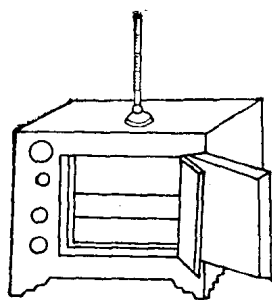
(1) 倒置凉干 将洗净的仪器倒置在滴水架上或倒置在专用柜内,任其滴水凉干。

这种干燥方法是较为常用的。适用于烧杯、锥形瓶、量筒、容量瓶、移液管等仪器的干燥。

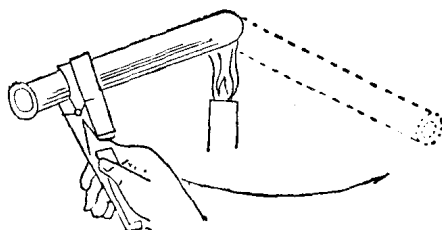
(2) 热(或冷)风吹干 洗净的仪器如急需尽快干燥,则可用电吹风机或冷热风干燥器直接吹干。

带有刻度的计量仪器如移液管、容量瓶等不能用高温加热的方法干燥,可用冷吹风。如果吹前用乙醚、酒精或丙酮等易挥发的水溶性有机溶剂冲洗一下,则干得更快。

(3) 加热烘干 洗净的仪器可放在烘箱(见图 0-1(a))内烘干(控温在 105°C 左右,应先尽量把水倒干)。能加热的仪器如烧杯、蒸发皿等可置于石棉网上用小火烤干,容器外壁的水珠应先揩干。试管可直接用小火烤干,但必须试管口向下倾斜,以防水珠倒流炸裂试管(见图 0-1(b)),火焰不宜集中一个部位,应从底部开始,缓慢移至管口,并左右转移(试管口始终向



(a) 烘箱



(b) 试管烤干

图 0-1

下), 直至烘烤到无水珠, 最后将试管口朝上赶尽水汽。

二、加热方法

1. 加热用的装置

(1) 煤气灯 实验室中如果备有煤气, 在加热操作中, 常用煤气灯。煤气由导管输送到实验台上, 用橡皮管将煤气龙头和煤气灯相连。煤气中含有毒的物质(但是它的燃烧产物却是无害的), 所以绝不可把煤气逸到室内。不用时, 一定要注意把煤气龙头关紧。

观察煤气灯的构造时(图 0-2), 可以转下管 1, 这时可以看到灯座的煤气出口 2 和空气入口 3。转动管 1, 能够完全关闭或不同程度地开放空气入口, 以调节空气的输入量。灯座下有螺丝 4, 可控制煤气的输入量。

当煤气完全燃烧时, 生成不发光亮的无色火焰, 可以得到最大的热量。但当空气不足时, 煤气燃烧不完全, 便会析出碳质, 生成光亮的黄色火焰。不发光亮的无色火焰(图 0-3), 可以分为三个锥形的区域: 内层 1, 在这里空气和煤气进行混合, 并未燃烧; 中层 2, 在这里煤气不完全燃烧, 由于煤气的组成, 分解为含碳的产物, 这部分的火焰具有还原性, 称为“还原焰”; 外层 3, 在这里煤气完全燃烧, 但由于含有过量的空气, 这部分火焰具有氧化性, 称为“氧化焰”。在煤气火焰中, 各部分温度高低, 如图 0-3 所示。

点燃煤气时先关上空气入口 3(图 0-2), 再划火柴, 然后打开煤气开关, 将火柴从下斜方向移近灯口将灯点燃。最后调节空气和煤气进入量直至两者比例适当, 火焰正常为止。燃烧完全时, 火焰应无声无色呈不光亮的锥形如图 0-4(a)。

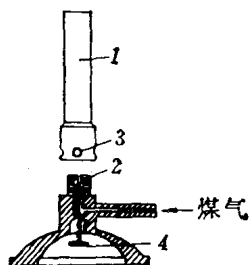


图 0-2 煤气灯的构造

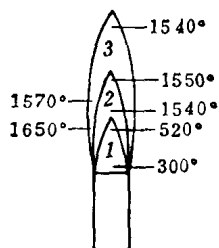


图 0-3 火焰各区域的温度



图 0-4 各种火焰

如果点燃煤气时,空气和煤气入口都开得太大,火焰就会临空燃烧,称为“临空火焰”见图 0-4(b);当煤气进口开得很小,而空气入口开得太大时,进入的空气太多就会产生“侵入火焰”见图 0-4(c),此时煤气在管内燃烧,并发出“嘶嘶”的响声,火焰的颜色变成绿色,灯管被烧得很烫。发生这种现象时,应立即关闭煤气,待灯管冷却后再调小空气入口,重新点燃。(必须注意,在产生侵入火焰时,灯管很烫,切勿立即用手去调节空气入口,以免烫伤)。

使用完毕,切勿忘记关闭煤气阀门,以防煤气外逸造成事故。

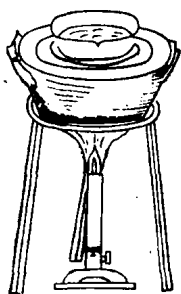
在一般情况下,加热试管中液体时,温度不需要很高,这时可将煤气灯上的空气入口和煤气阀门调小些(使用无音响、无色火焰),在石棉网上加热烧杯中的液体或进行玻璃工操作时,火焰温度可调高些(用带音响无色火焰)。

煤气量的大小,一般可以用煤气阀门来调节,也可用煤气灯下的螺丝来调节。

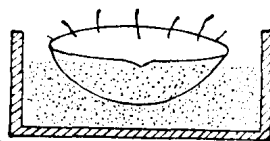
(2) 水浴和砂浴 为了消除直接加热或在石棉网上加热容易发生过热等缺点,可使用各种加热浴。

① 水浴 当被加热物质要求受热均匀而温度又不能超过 100°C 时,可用水浴加热。水浴是在浴锅中盛水(一般不超过容量的 $2/3$),将要加热的器具浸入水中(但不能触及底部),就可有一定温度(或沸腾)下加热。若盛放加热物的容器并不浸入水中,而是通过水蒸发出的热蒸汽来加热,则称之为水蒸汽浴。

通常使用的水浴如图 0-5(a) 所示,都附带一套具有大小不同的同心圆的环形铜(或铝)盖。可根据加热容量的大小选择,以尽可能增大器皿底部受热面积而又不掉进水浴为原则。为方便起见,无机化学实验中常常用大烧杯替代水浴锅。



(a) 水浴加热



(b) 砂浴加热

图 0-5 加热浴

② 砂浴 当被加热物质要求受热均匀、而温度高于 100°C 时,可使用砂浴。它是一个盛有均匀的细砂的平底铁盘,操作时,可将器皿欲加热部分埋入砂中[见图 0-5(b)],用煤气灯非氧化焰进行加热(注意,如用氧化焰加热,就会烧穿盘底)。若要测量温度,必须将温度计水银球部分埋在靠近器皿处的砂中。

(3) 电炉和马福炉 根据需要,实验室还常常用电炉和马福炉进行加热。它们都是靠电流通过电热丝而产生热量。针对加热物的不同要求可选用不同功率不同形式的电热炉。

① 电炉 电炉(图 0-6)可以代替酒精灯或煤气灯用于一般加热。其温度高低可以通过调节电阻(外接可调变压器)来控制。加热时容器和电炉之间应隔一块石棉网,保证受热均匀。

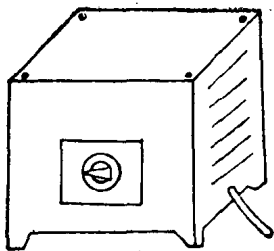


图 0-6 万用电炉

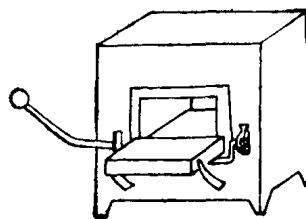


图 0-7 马福炉

② 马福炉 马福炉(图 0-7) 其炉膛呈长方形,也是用电热丝或硅碳棒来加热,最高温度可达 $1100\sim 1200^{\circ}\text{C}$ 。使用时将试样置于坩埚中放入炉膛中加热,温度一般由温度控制器自动控制。

2. 常用的加热操作

实验室中常用的加热器皿有烧杯、烧瓶、蒸发皿、试管等。这些器皿能承受一定的温度,但不能骤热或骤冷。因此,在加热前必须将器皿外壁的水擦干,开始加热时,应尽可能使用小火和弱火,加热后,不能立即与潮湿的物体接触。

常用的加热操作有:

(1) 加热烧杯、烧瓶等玻璃仪器中的液体 在烧杯、烧瓶等玻璃仪器中加热液体时,玻璃仪器必须放在石棉网上,以防受热不均而破裂。液体量不超过烧杯的 $1/2$ 、烧瓶的 $1/3$ 。加热含较多沉淀的液体以及需要蒸干沉淀时,用蒸发皿比用烧杯好。

(2) 加热试管中的液体 加热时,可用试管夹夹持或手指握持试管的中上部,以手腕关节缓缓摇动。不要集中加热某一部分,并注意试管口不得对着人或有危险品的方向,液体量不超过试管的 $1/3$ 。

(3) 加热试管中的固体 加热试管中的固体时,必须使试管管口稍微向下倾斜,以免凝结在试管上方的水珠倒回灼热的管底,而使试管炸裂。

(4) 坩埚的加热 高温加热或熔融固体时,根据原料不同可选用不同材料的坩埚(如瓷质坩埚、金属坩埚及耐火材料坩埚等)。加热时,将坩埚放在泥三角上(见图 0-8),用氧化焰灼烧,先小火,后强火。因普通煤气灯只能加热到 700°C 左右,故若需灼烧到更高温度时,应将坩埚置于马福炉中进行强热。坩埚的加热,必须使用干净的坩埚钳。坩埚钳用后,应按图 0-9 平放在石棉板上。

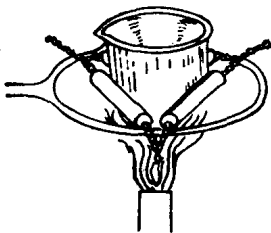


图 0-8 坩埚加热

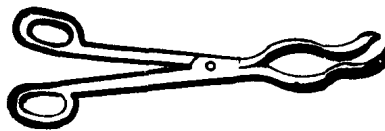


图 0-9 坩埚钳放法

三、液体体积的量度

实验室中常用于量度液体体积的量具有：标有分刻度的量筒、量杯、吸量管、滴定管以及标有单刻度的移液管、容量瓶等。其规格是以最大容量为标志，常标有使用温度，不能加热，更不能用作反应容器。读取容量时，视线应与容器(竖直)弯月形液面的最低处保持水平。

1. 量筒、量杯

常用于液体体积的一般量度。

2. 移液管、吸量管

移液管用于准确地移取一定体积的液体。使用方法：右手拇指及中指捏持移液管的上端，将其下端伸入液面下约 1 cm 处，左手用洗耳球(先排气)将液体吸入管中至刻度线以上(见图 0-10)并立即用右手食指按住管口，然后稍微松动食指，同时以拇指和中指转动管身，使液面平稳下降，直至液面最低处与刻度线水平面相切时，立即按紧食指，将移液管尖端紧靠盛器内壁，使盛器倾斜而移液管保持直立，放开食指让液体自然下流，待液体流完后，停留 15s 再移开移液管。若移液管上面标有“吹”字，则应将留在管端的液体吹出。

移取少量或非整数液体时，可用标有分刻度的吸量管。使用方法与单刻度移液管类似，只是在放至所需体积后应立即按住管口，截止液体流出。

移液管和吸量管在使用前应依次用洗涤液、自来水、蒸馏水洗至内壁不挂水珠，再用少量被取液洗 2~3 次。

3. 容量瓶

容量瓶是用作配制准确浓度溶液的量具。通常经准确称量的溶质应先在烧杯中用少量水溶解，然后按图 0-11(a) 所示移入容量瓶中，再用少量蒸馏水将烧杯和玻璃棒淋洗 2~3 次，并

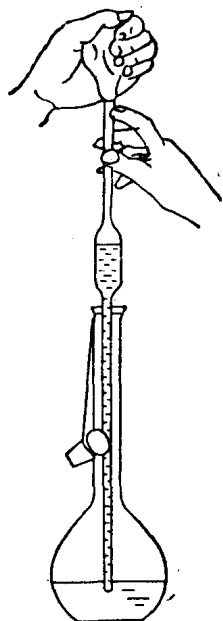


图 0-10 用洗耳球吸取溶液

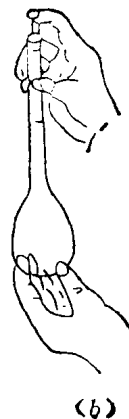
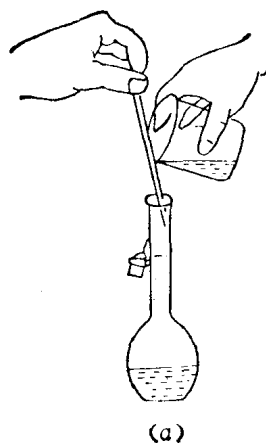


图 0-11 用容量瓶配制溶液

将淋洗液也转移到容量瓶中,最后加水准确稀释至刻度线,塞紧瓶塞,用右手食指按住瓶塞,左手手指托住瓶底,将容量瓶反复倒置并摇动数次,以保证溶液浓度完全均匀[见图 0-11(b)]。

4. 滴定管的使用

滴定管是能滴放任意量液体,准确连续量取液体体积的量液器。分酸式和碱式两种(图 0-12)。

使用方法:(1) 检漏、洗涤 滴定管使用前应进行堵试检查,再依次用自来水、少量蒸馏水洗至内壁上不附有液滴,最后用少量待盛液洗涤三次或先行干燥再装液。

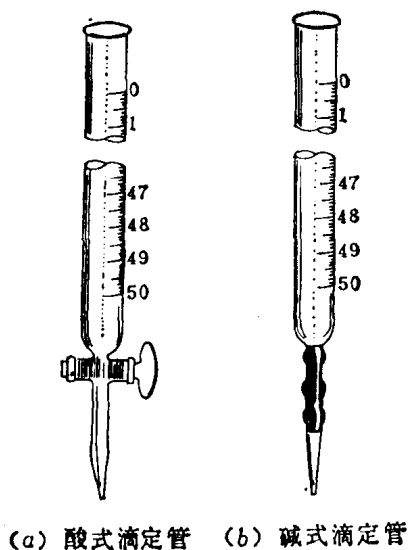
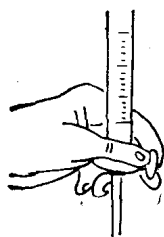
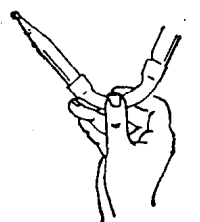


图 0-12 滴定管



(b) 转动活塞手法

图 0-13 逐泡

(2) 装液、逐泡 溶液加至滴定管刻度“0”以上,开启活塞或挤压玻璃球珠,把管内液面的位置调节到刻度“0”或略低于刻度“0”。滴定管下端不应留有气泡,若有气泡,如果是酸式滴定管,可使滴定管倾斜,开启活塞,气泡就容易被流出的溶液逐出;如果是碱式滴定管,可把橡皮管稍向上弯[图 0-13(a)],挤压玻璃球珠,气泡也可被逐出。

(3) 操作 使用酸式滴定管时,一般用左手控制活塞,将滴定管卡于左手虎口处,用拇指与食指、中指转动活塞[图 0-13(b)],并将活塞轻轻按住,防止在转动过程中因活塞松动而漏液。使用碱式滴定管,则用食指和拇指拉或挤压紧贴玻璃珠稍上边的胶管,使管内形成一条窄缝,溶液即自玻璃管嘴中涌出。

(4) 读数 读数时,滴定管要垂直放置,待溶液稳定 1~2 min 后,使视线与液面保持水平,读取与弯月面最低处相切的刻度。如弯月面不清晰,可在滴定管后面衬一张白纸,便于观察。

四、试剂与试剂配制

1. 试剂的级别