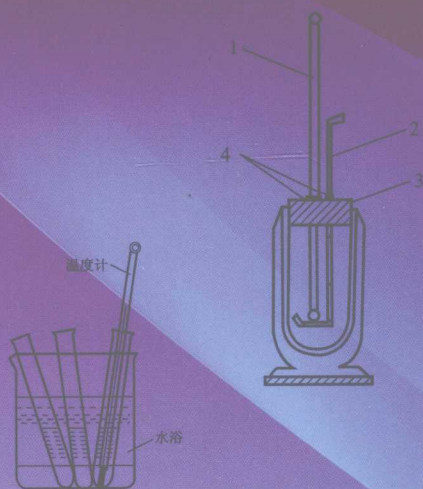
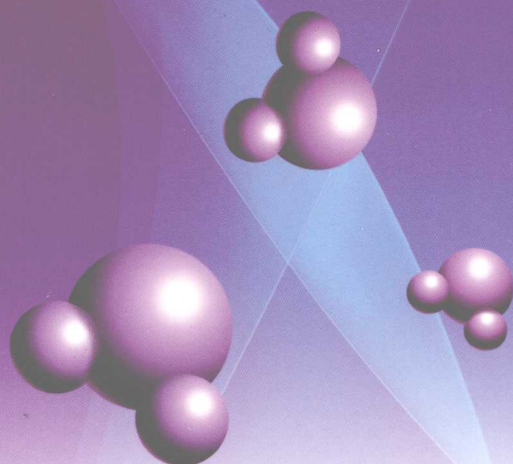




21世纪应用型本科规划教材
大学化学实验系列



无机化学实验

WUJI HUAXUE SHIYAN

主编 周祖新

上海交通大学出版社

21 世纪应用型本科规划教材
大学化学实验系列

无机化学实验

——实验基础、操作、指导

主 编 周祖新
副主编 康诗钊

上海交通大学出版社

内 容 提 要

本书是根据“高等学校基础课实验教学示范中心建设标准”和“普通高等学校本科化学专业规范”中化学实验教学基本要求,并融合无机化学实验教学改革成果编写的无机化学实验教材。全书包括三个部分,第一部分介绍无机化学实验的常用仪器、基本操作方法、无机合成基本理论和实验中的安全知识;第二部分是无机化学实验,包括基本操作、无机化合物的制备与提纯、物质常数的测定、无机物的性质实验等,其中无机合成及提纯占一半以上;第三部分为实验指导部分,对每个实验操作都有详细的细节指导,并在问题与探讨、补充说明栏中予以解释。

本书可供高等院校化学、化工、轻工、材料、冶金、食品、环境等相关专业师生使用,也可供从事化学实验室工作的人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/周祖新主编. —上海:上海交通大学出版社,2009

21 世纪应用型本科规划教材:大学化学实验系列
ISBN978-7-313-05888-1

I. 无... II. 周... 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(2009)第 122043 号

无机化学实验

——实验基础、操作、指导

周祖新 主编

上海交通大学出版社出版发行

(上海市番禺路 951 号 邮政编码 200030)

电话:64071208 出版人:韩建民

上海崇明南海印刷厂印刷 全国新华书店经销

开本:787mm×1092mm 1/16 印张:11.25 字数:271 千字

2009 年 8 月第 1 版 2009 年 9 月第 1 次印刷

印数:1~3030

ISBN978-7-313-05888-1/O 定价:23.00 元

版权所有 侵权必究

前 言

无机化学实验作为一门独立的课程,不仅是学习无机化学的重要环节,而且对培养学生动手实践能力、培养学生科学的思维与方法、创新意识与能力,全面推进素质教育有着重要的意义。

《无机化学实验》是上海应用技术学院化学实验教学示范中心组织编写的化学实验系列教材之一。本书是根据“高等学校基础课实验教学示范中心建设标准”和“普通高等学校本科化学专业规范”中化学实验教学基本要求,并结合我校在无机化学实验教学中长期积累的经验以及全国多所兄弟院校、尤其是应用技术类院校教学经验的基础上编写而成的。(实验内容可根据各个专业具体情况进行取舍)。长期以来,由于各方对实验教学重视程度不够(与理论教学相比),毕业学生的动手实践能力相差很大。因此除增加学分和加强实验考核措施外,对实验更细致的指导是必需的,本书把实验和实验指导捆绑在一起,并在实验书面考试中多考一些在实验指导部分涉及的内容,使学生在做实验和学习实验指导的过程中对所做实验有更深刻的理解,打好实验基础。

全书包括三个部分:

第一部分是实验基本要求和实验基本操作技能。无机化学实验的教学对象大多为大一新生,大多学生在中学阶段受到的化学实验训练十分有限,需进行严格扎实的基础训练,改变某些不良习惯;对常用仪器的使用和基本操作按循序渐进进行训练。

第二部分是实验,共有 23 个实验(包括 4 个综合实验),由于本书的指导思想是以训练学生的动手操作能力为主,所安排的实验一半以上为无机物的合成和提纯,对化学常数测定内容安排较少(在物理化学实验中还会涉及)。

第三部分为实验指导,每个实验一般有以下几部分组成:一,实验操作注意事项。这是本书的一个重点,有些实验根据教材上的内容操作得不到预期的结果,有时教师也很难讲清原因,我们根据学生在操作过程中经常容易忽视的问题、容易常犯的错误、试剂常易出现的问题以及由此造成实验失败的原因,结合实验的关键操作、安全技术等问题进行必要的提示和分析。二,问题与讨论。对实验中容易出现的问题和异常现象,以及学生经常提出的某些疑难问题作一些必要的分析和讨论。三,补充说明。配合实验内容对实验原理或实验结果作进一步的说明,并对某些问题作为补充资料进行适当的扩大和深化。四,实验室准备工作注意事项。介绍某些有特殊要求的试剂的配制、仪器装置及其它用品在准备时所必须注意的事项。五,实验前准备的思考题。根据实验目的,从实验原理和基本操作等方面提出在实验前应该如何进行预习的具体要求以及应该思考的问题。另外还介绍了实验报告(包括预习报告)的写法,介绍了一些写预习报告和实验报告时常查阅的资料。

参加本书编写工作的有康诗钊(实验十五、实验二十一)、郭晓明(实验十七、实验二十三)、王根礼(实验二、实验十四、实验十六)、程利平(实验九、实验十、实验十八)、李忆平(实验六、实验八、实验十一、实验十二)、沈绍典(实验七、实验十三)、周义锋(实验二十、实验二十二)、周祖新(实验一、实验三、实验五、实验六、实验十九、第一部分、第三部分),最后由周祖新统稿。教

研室全体同仁对本书的编写作出了很大贡献,在此向他们表示感谢。

由于编写时间仓促,水平有限,书中错误及不妥之处,敬请批评指正。

编者

2009年6月于上海应用技术学院

目 录

第一部分 无机化学实验基础知识	1
第一节 化学试剂的规格、存放及取用	1
第二节 玻璃仪器的预处理和洗涤	3
第三节 无机化学实验基本操作	9
第四节 无机物的合成、分离原理和技术	17
第五节 化学实验室的安全、救护和“三废”处理	27
第六节 常用化学文献和网络资源	30
第七节 学生实验的一般步骤	33
第二部分 无机化学实验	37
基本操作与制备实验	37
实验一 基本操作	37
实验二 粗食盐的提纯	39
实验三 硝酸钾的制备	41
实验四 硫酸亚铁铵的制备	43
实验五 醋酸铬(Ⅱ)水合物的制备	45
实验六 硫代硫酸钠的制备	46
实验七 四碘化锡的制备	48
实验八 硫酸铜的提纯	49
化学原理与常数测定	51
实验九 化学反应热效应的测定	51
实验十 化学反应速率和化学平衡	54
实验十一 解离平衡	57
实验十二 弱酸的解离度和解离常数的测定	60
实验十三 难溶强电解质溶度积常数 K_{sp} 的测定	61
实验十四 分光光度法测定 $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ 配离子的生成常数	64
元素性质实验	67
实验十五 若干 p 区非金属元素单质及化合物的性质	67
实验十六 若干 p 区金属元素单质及化合物的性质	69
实验十七 若干 d 区金属元素单质及化合物的性质	73

实验十八 若干 ds 区金属元素单质及化合物的性质	76
实验十九 未知阳离子混合液的分析	79
综合实验	80
实验二十 从硼镁泥制取七水硫酸镁	80
实验二十一 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成及配离子组成,电荷数的测定	82
实验二十二 从废电池中回收锌皮制备硫酸锌	85
实验二十三 印刷电路烂版液中铜的回收、利用及有关分析	87
第三部分 实验指导	95
基本操作与制备实验	95
实验一 基本操作	95
实验二 粗食盐的提纯	97
实验三 硝酸钾的制备	99
实验四 硫酸亚铁铵的制备	102
实验五 醋酸铬(Ⅱ)水合物的制备	104
实验六 硫代硫酸钠的制备	106
实验七 四碘化锡的制备	108
实验八 硫酸铜的提纯	109
化学原理与常数测定	112
实验九 化学反应热效应的测定	112
实验十 化学反应速率和化学平衡	113
实验十一 解离平衡	116
实验十二 弱酸解离度和解离常数的测定	119
实验十三 硫酸钙溶度积常数的测定	123
实验十四 分光光度法测定配位平衡常数	127
元素性质实验	130
实验十五 若干 p 区非金属元素单质及化合物的性质	130
实验十六 若干 p 区金属元素单质及化合物的性质	135
实验十七 若干 d 区金属元素单质及化合物的性质	138
实验十八 若干 ds 区金属元素单质及化合物的性质	141
实验十九 未知物的研究	144
综合实验	149
实验二十 从硼镁泥制取七水硫酸镁	149
实验二十一 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成及配离子组成,电荷数的测定	152

实验二十二 从废电池中回收锌皮制备硫酸锌·····	154
实验二十三 印刷电路烂版液中铜的回收、利用及有关分析 ·····	156
附录·····	159
附录 1 常见阳、阴离子的鉴定方法 ·····	159
附录 2 常用酸碱的浓度 ·····	163
附录 3 某些离子和化合物的颜色 ·····	164
附录 4 某些试剂溶液的配制 ·····	166
附录 5 几种常用的酸碱指示剂 ·····	168
参考文献·····	169

第一部分 无机化学实验基础知识

化学是建立在实验基础上的科学。无机化学实验是学生实验技能与化学素养培养不可或缺的一个重要环节。通过无机化学实验的教学,不仅使学生巩固和加强课堂所学的基础理论知识,更重要的是培养学生的实际操作能力、分析问题和解决问题的能力,养成严肃认真、实事求是的科学态度和严谨的工作作风,培养学生的创新精神和创新能力。而这些能力的养成,首先要学习一些化学实验的基础知识,并在以后的实验中不断强化。

第一节 化学试剂的规格、存放及取用

一、化学试剂的规格

做化学实验,就要用到化学试剂,用不同纯度或不同规格的试剂做实验,对实验的结果的准确度或结论大有影响,故不同的实验对试剂纯度的要求也不同,因此必须了解化学试剂的规格。

国际上对化学试剂的分类规格无统一标准,各国都有自己的国家标准或其他标准。我国化学试剂的纯度有国家标准(GB)、化工部标准(HGB)(现为行业标准)及企业标准(EB)。按照试剂中杂质含量的多少,我国生产的化学试剂分为5个等级,见表1.1。

表 1.1 我国化学试剂的5个等级

级别	中文名称	英文名称	符号	标签颜色	主要用途
一级	优级纯	Guaranteed reagent	G. R.	深绿色	精密分析和科研
二级	分析纯	Analytical reagent	A. R.	红色	一般分析和科研
三级	化学纯	Chemical reagent	C. P.	蓝色	性质实验及化学制备
四级	实验试剂	Laborational reagent	L. R.	棕色	实验辅助试剂
生化试剂	生化试剂	Biological reagent	B. R.	玫瑰红	生物化学实验

除了以上5种级别外,还有比优级纯纯度更高的基准试剂、高纯试剂、光谱纯等分别在不同领域使用。

不同级别的试剂,纯度不同;同一级别的不同试剂,纯度也不同,具体纯度国家有标准。由于不同级别的试剂价格差别较大,因此使用化学试剂时要注意两点:①试剂所含的杂质要在实验容许的误差范围内;②所用试剂并非越纯越好,能达到实验要求即可,不要造成不必要的浪费。

二、化学试剂的存放

由于化学试剂种类繁多,性质各异,有效期不同,存放保管十分重要,要注意以下几点:

(1) 固体试剂应装在广口瓶中,液体试剂应盛放在细口瓶或滴瓶内,以利于方便使用。

(2) 剧毒药品,如氰化物、汞等要有严格的领用登记制度,每天实验结束后,要把剩余剧毒药品送回危险品仓库,第二天使用时再领取,不能放在自己实验室过夜。

(3) 见光易分解或易被空气中氧气氧化的试剂,如 H_2O_2 、 AgNO_3 、 FeSO_4 要以棕色瓶存放,并置于冷暗处。为防止玻璃中重金属对 H_2O_2 的催化分解,30% 的 H_2O_2 应放在塑料瓶中。

(4) 吸水性强的试剂,如无水碳酸钠、无水硫酸镁、过氧化钠应放在干燥器中,有些很容易水解的试剂如无水氯化铝的瓶盖还要用蜡封。

(5) 易腐蚀玻璃的试剂,如 NaOH 、 Na_2CO_3 、硫碱等的瓶盖要用橡皮塞, HF 要放在塑料瓶中。

(6) 相互易反应的试剂,如氧化剂和还原剂要分开存放,如浓硝酸和硫粉不能存放于同一柜中。

(7) 易挥发的试剂,如大量有机溶剂,要放在有通风设备的专用试剂柜中,在热天,瓶盖要拧松些,以防试剂挥发后在瓶内蒸汽压过大引起爆炸。

(8) 某些试剂的特殊存放:白磷要存放在水中,始终要被水覆盖;钠、钾要浸在煤油中,密度小于煤油的锂要存放在石蜡油中;在液溴或汞上要放少许水盖住,以防挥发出有毒蒸气。

试剂瓶上要标明试剂名称、纯度、浓度及配置日期,并用蜡或透明胶封住。

三、试剂的取用

取用试剂时,瓶盖打开后应将顶部朝下放在干净的桌面上,所有试剂瓶的瓶与其盖要对号入座,以免交叉污染;试剂取用完后,瓶盖最好立即盖好,以免桌面上瓶盖太多,对应的瓶与盖混淆。任何取出的试剂均不能放回原试剂瓶,故取用试剂时,用量不能太多,以免浪费。

1. 液体试剂的取用

(1) 从滴瓶中取出时,保持滴管垂直(尤忌倒立),应在容器上方将试剂滴入,滴管尖端不可接触容器内壁,以免污染滴管。

(2) 用倾注法取较多量液体时,右手握住瓶子,使试剂标签朝上或两侧,以瓶口靠住器壁,缓缓倾出所需液体,若所用容器为烧杯,则可用玻璃棒引入。

(3) 定量取用液体可用量筒、量杯或移液管,但不能以烧杯上的刻度为定量标准,因烧杯上的刻度误差很大。

(4) 加入液体的总量不超过容器总容量的 $\frac{2}{3}$,若是试管不超过 $\frac{1}{2}$ 。

2. 固体试剂的取用

(1) 用干净、干燥的药匙取用。药匙材质有塑料、牛角、不锈钢等,两端有大小两个勺,分别用来取大量固体或少量固体。药匙要做到专勺专用,用过的药匙必须洗净干燥后方可再使用,取用强碱试剂后的药匙应立即洗净,干燥。

(2) 取用一定量的试剂时,可将试剂放在称量纸、表面皿、烧杯等干燥洁净的玻璃容器或称量瓶内,根据要求称量,不能用滤纸代称量纸。具有腐蚀性或易潮解的试剂应放在玻璃器皿内。

3. 气体试剂的取用

1) 实验室制备气体

对于使用少量气体做定性实验,实验室可用一定装置反应产生气体,如用 FeS 和稀 HCl 制备 H_2S 、用 Na_2SO_3 和稀 HCl 制备 SO_2 、用 CaCO_3 和稀 HCl 制备 CO_2 、用 Cu 和浓 HNO_3 制备 NO_2 、用 MnO_2 和浓 HCl 制备 Cl_2 等。对于有毒有害气体,要在通风橱中制备,并做好尾气吸收。

2) 气体的纯化

由于制备各种气体的方法不同,所含杂质也不尽相同,气体本身性质也不同,因此纯化的方法各不相同。一般的纯化过程是先除杂质和酸雾,最后将气体干燥。通常使用洗气瓶、干燥塔,根据具体情况分别用不同的洗涤液或固体吸收。实验中可根据杂质的性质选用适当的固体和洗涤液,酸雾可用水或玻璃棉除去,水气可用浓硫酸、无水氯化钙、硅胶、五氧化二磷等吸收。液体洗涤液装在洗气瓶内,接法要正确(长进短出)。

3) 钢瓶储存气体

气体钢瓶是化学实验室用以储存压缩气体或液化气的特制耐压钢瓶。一般是用无缝合金钢管或碳素钢管制成,为圆柱型,器壁较厚,最高工作压力为 15MPa 。使用时为了降低压力并保持压力稳定,必须装置减压阀,通过减压阀有所控制地放出气体,各种气体的减压阀不能混用。

由于钢瓶内压力很大,而且有些气体易燃或有毒有害,使用钢瓶时要注意安全,必须注意下列事项。

(1) 为了容易区分各种不同的钢瓶,保证运输和储存的安全,不同气体的钢瓶上漆有不同的颜色,以免混淆不同气体。实验室常用气体钢瓶颜色见表 1.2。

表 1.2 实验室常用的几种气体钢瓶的颜色

钢瓶名称	氧气瓶	氮气瓶	氢气瓶	乙炔瓶	氨气瓶	氯气瓶	氩气瓶	空气瓶
瓶身颜色	天蓝色	黑色	深绿色	白色	黄色	黄绿色	灰色	黑色

(2) 高压钢瓶须分类保管。氧气瓶和可燃性气体钢瓶须分开存放,高压钢瓶存放于阴凉干燥且远离明火或热源处。

(3) 减压阀要专用,不同气体间不能混用,氢气的减压阀不能是铜制的。

(4) 打开气体钢瓶总阀门时,减压阀应处于关闭状态(拧松),然后逐渐拧紧减压阀调到所需压力。操作者必须站在侧面,以免失控的气流射伤人体。

(5) 搬运气体钢瓶时,应使用专用小车,钢瓶上的安全帽应旋紧,以保护阀门。

(6) 不可将钢瓶内的气体全部用完,一定要保留 0.05MPa 以上的残留压力,可燃性气体应剩余 $0.2\sim 0.3\text{MPa}$,以免低压下其他气体进入瓶内污染钢瓶甚至引起爆炸。

第二节 玻璃仪器的预处理和洗涤

玻璃仪器由于相对惰性,透明和有一定耐冷热性,常用作化学反应容器和试剂量具,但使用时要注意以下几点:

- (1) 玻璃仪器易碎,使用时要轻拿轻放。
- (2) 玻璃仪器中除烧杯、烧瓶和试管外都不能用火加热。
- (3) 锥型瓶、平底烧瓶不耐压,不能用于压力系统。
- (4) 带活塞的玻璃器皿如分液漏斗、酸式滴定管等用过洗净后,要在活塞和磨口间垫上小纸片,以防止粘结。
- (5) 温度计测量的范围不得超出其刻度范围,也不能把温度计当搅棒使用。温度计用后应缓慢冷却,不能立即用冷水冲洗,以免发生炸裂或汞柱断线。

一、常用玻璃仪器

化学实验室的玻璃仪器分两类,一类为普通玻璃仪器,另一类为标准磨口仪器。

1. 普通玻璃仪器

(1) 容器类。常温或加热条件下物质的反应容器、储存容器。包括试管、烧杯、锥型瓶、滴瓶、细口瓶、广口瓶、称量瓶、分液漏斗和洗气瓶等。每种类型又有许多不同的规格。使用时要根据用途和用量选择不同类型和不同规格的容器。

(2) 量器类。用于度量溶液体积。不能作为实验容器,如不能用于溶解、稀释、反应等操作。不能量取热溶液,不能加热,不可长期存放溶液。量器类容器主要有:量筒、量杯、移液管、吸量管、容量瓶和滴定管等。每种类型又有不同规格,应根据要求正确选择和使用度量容器。

2. 标准磨口玻璃仪器

标准磨口玻璃仪器均按国际通用技术标准制造,常用的标准磨口规格有 10、12、14、16、19、24、29、34、40 等,这里的数字编号是指磨口最大端的直径(mm)。有的标准口玻璃仪器用 2 个数字表示,如 10/30,其中 10 表示磨口大端的直径为 10mm,30 表示磨口的高度为 30mm。相同规格的内外磨口仪器可以相互紧密连接,而不同的规格可以通过大小口接头使它们彼此连接。使用方便,气密性好。

二、玻璃仪器的清洗

为保证实验结果的准确性,所有实验均应使用清洁、干净的仪器,玻璃仪器的清洗是每次实验前后必须做的,对于久置变硬或不易洗掉的实验残渣和对玻璃仪器有腐蚀作用的废液,一定要在实验后立即清洗干净。污垢有多种,针对不同的污垢可用不同的洗涤方法。要求清洗后的玻璃仪器干净透明、不挂水滴。

1. 用水刷洗

先以自来水和长柄毛刷除去仪器上可溶于水的物质。污垢除去后,再用清水冲洗几次,最后用去离子水洗 2~3 次。不能用秃顶的毛刷洗,也不能用力过猛。对试管底部要旋转刷洗,而不是来回刷洗,以免捅破玻璃仪器。

2. 用去污粉或合成洗涤剂刷洗

去污粉中含有碳酸钠,合成洗涤剂中含有表面活性剂,都能除去仪器上的油污和某些有机

物。去污粉中还含有白土和细沙,刷洗时起摩擦作用,增强洗涤效果。刷洗后,用自来水冲洗干净,最后用去离子水洗 2~3 次。

3. 用铬酸洗液洗涤

铬酸洗液具有强氧化性,主要用于除去油污或其他还原性物质,对一些管细、口小、毛刷不能刷洗的仪器,采用这种洗法很好。洗涤时,直接往仪器内加入少量铬酸洗液,倾斜并慢慢转动仪器,使其内壁全部被洗液湿润,继续转动仪器,让洗液在仪器内壁转动几圈后,再把洗液倒回瓶内,然后用自来水把残留在仪器内壁的洗液洗去。对沾污严重的仪器可用洗液浸泡一段时间,或用热的洗液洗,效果会更好。使用洗液前,仪器不要先用水洗,仪器内如有水,要尽量沥干后再加洗液。使用后的洗液若没有变成绿色,应倒回原瓶内,可以反复使用至失效(变为绿色)为止。不容许将毛刷放入洗液中刷洗。铬酸洗液具有很强的腐蚀性,会灼伤皮肤和破坏衣物。若不慎把洗液洒在皮肤、衣物或实验桌上,应立即用水清洗。

4. 有机溶剂清洗

有些有机反应残留物呈胶状或焦油状,用上述方法较难洗净,这时可根据具体情况采用有机溶剂(如乙醇、氯仿、丙酮、甲苯、乙醚等)浸泡,或用稀氢氧化钠溶液、浓硝酸煮沸除去。

5. 用超声波清洗器清洗

超声波清洗器是利用超声波振动以除去污物,从而达到清洗仪器的目的。超声波清洗可清洗不适合洗液清洗的仪器,它不仅可以清洗较大的容器和器皿,也可清洗微型容器和器皿。

6. 特殊污物的去除

有些污物可用特殊的方法方便地去除。例如氧化性污物如铁锈、二氧化锰等可用草酸、浓盐酸、盐酸羟胺等除去;用少量食盐在研钵内研磨后倒掉,再用水洗,有利于除去瓷研钵内的污迹;用体积比 1:2 的盐酸-酒精溶液可清洁被有机物染色的比色皿;玻璃仪器沉积的金属如银、铜等可用硝酸处理;沉积的难溶性银盐可用硫代硫酸钠除去,硫化银则用热、浓硝酸处理;沉积的硫磺可用煮沸的石灰水处理;高锰酸钾污垢可用草酸溶液除去。

用以上方法洗涤后的仪器,经自来水冲洗后,往往还残留有 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Cl^- 等离子,如果实验中不容许有这些杂质,则应该用蒸馏水或去离子水把它们洗去,一般以洗三次为宜。每次用水量不必太多,采用“少量多次”的洗涤方法效果更佳,既洗得干净又不致浪费。

已洗净的仪器,可以被水润湿,将水倒出后把仪器倒置,可观察到仪器透明、器壁不挂水珠。已经洗净的仪器不能用手指、布或纸擦拭内壁,以免重新沾污仪器。

三、玻璃仪器的干燥

做实验时,玻璃仪器内如残留有水,对很多实验有影响。如使溶液浓度减低、与加入的反应物反应、使无水有机溶剂带水等,故很多实验需仪器干燥。

1. 自然晾干

将洗涤的仪器倒置在干净的仪器柜内或滴水架上,让残留在仪器内的水分自然挥发而干

燥。用这种方法干燥的主要是容量仪器、加热烘干时容易炸裂的仪器及不需要将其所沾的水完全排除的仪器。倒置可以防止灰尘落入,但要注意放稳仪器。

2. 吹干

对于急于干燥的仪器或不适于放入烘箱中的较大仪器可用吹干的办法。通常用少量的乙醇、丙酮倒入已倒去水分的仪器中摇洗,然后用电吹风吹,开始用冷风吹 1~2 次,当大部分溶剂挥发后吹入热风至完全干燥,再用冷风吹去残余蒸气,不使其又冷凝在仪器内。也可以将干净的仪器倒插在气流烘干器上,这样同时具有晾干和吹干的效果。

3. 烘干

如需干燥较多的仪器,可用电热鼓风干燥箱烘干。将洗净的仪器倒置稍沥去水滴后,放入干燥箱的隔板上,关好门,在一定温度下烘干。称量瓶等在烘干后要放在干燥器中冷却和保存。带实心玻璃塞的及厚壁仪器烘干时要注意慢慢升温并且温度不可过高,以免破裂。量器不可放于烘箱中烘。

4. 烤干

对可加热或耐高温的仪器,如试管、烧杯、烧瓶等还可以利用小火加热,但要注意在加热前先将仪器外壁擦干,还要不时转动以使仪器受热均匀。

5. 有机溶剂干燥

对于急需干燥使用的仪器,将洗净的仪器沥去水后,加入少量丙酮或乙醇,转动仪器,使器壁上的水与有机溶剂相互溶解,然后将混合液倒入专用的回收瓶中。少量残留在仪器内的混合液,会很快挥发而干燥。若再用电吹风向仪器内吹风,可加速干燥。

四、玻璃仪器的用途及注意事项

化学实验需要经常使用玻璃仪器。玻璃仪器按玻璃的性质不同可以简单地分为软质玻璃仪器和硬质玻璃仪器两类。软质玻璃承受温差的性能、硬度和耐腐蚀性都比较差,但透明度比较好,一般用来制造不需要加热的仪器,如试剂瓶、漏斗、量筒、移液管等。硬质玻璃具有良好的耐受温差变化的性能,用其制造的仪器可以直接用灯火加热,这类仪器耐腐蚀性强、耐热性能以及耐冲击性能都比较好,常见的烧杯、烧瓶、试管、蒸馏器和冷凝管等都用硬质玻璃制作。

下面简单介绍实验室常用的玻璃仪器。

1. 试管

试管分为普通试管和离心试管,通常可以用作常温或加热条件下少量试剂反应的容器,离心试管还可用于沉淀分离。使用试管时应注意:①加热前应擦干试管外壁,加热时要用试管夹,硬质试管可直接用火焰高温加热,离心试管不能直接加热,只能在水浴中加热;②对于反应液体不应超过试管容积的 $1/2$,需加热时则不应超过 $1/3$,以免振荡时液体溅出或受热溢出;③加热液体时,管口不能对着任何人,以防液体溅出伤人;④加热固体时,管口应略向下倾斜,以免管口冷凝水流回灼热管底而使试管破裂。普通试管以管口直径(mm)×管长(mm)表示规

格,如 15×150 、 18×180 、 10×75 等。离心试管的规格以容积(mL)表示,如 10、15、50 等,有的有刻度,有的无刻度。

2. 烧杯

一般以容积(mL)来表示其规格,主要用于配制溶液,煮沸、蒸发、浓缩溶液,进行化学反应等。烧杯可承受 500°C 以下的温度,在火焰上可直接或隔石棉网加热,也可选用水浴、油浴或沙浴等加热方式。使用时反应液体体积不得超过烧杯容积的 $2/3$,以免搅动时或沸腾时液体溢出。明火加热时烧杯底部要垫上石棉网,防止玻璃受热不均匀而破裂。

3. 锥形瓶

锥形瓶以容积(mL)来表示其规格,有具塞和无塞等多种,可用作反应容器、接收容器和滴定容器等。加热时应在瓶底垫石棉网或用热浴,内盛液体不能太多,以防振荡时溅出。

4. 烧瓶

烧瓶可分为圆底烧瓶、平底烧瓶、长颈烧瓶、短颈烧瓶、单口(颈)烧瓶、二口(颈)烧瓶、三口(颈)烧瓶等。圆底烧瓶通常用于化学反应,平底烧瓶通常用于配制溶液或用作洗瓶,也能代替圆底烧瓶用于化学反应。烧瓶盛放液体的量不能超过其容积的 $2/3$ 。

5. 滴管

滴管由尖嘴玻璃管和橡皮乳头两部分组成,用以吸取、滴加液体试剂、容量瓶定容等。除吸取溶液外,管尖不可触及其他器物,以免沾污。

6. 滴瓶

滴瓶有无色和棕色两种,用于盛放少量液体试剂。滴管为专用,不得弄脏弄乱。滴管吸液后不能倒置,以免试剂被乳胶头沾污。

7. 广口瓶和细口瓶

广口瓶用于储存固体药品,细口瓶用于盛放液体试剂,两者均不能直接加热。磨口瓶要与塞子配套,不能存放强碱性物质,不用时应用纸条垫在瓶口处再盖上盖子。附有磨砂玻璃片的广口瓶常用作集气瓶。广口瓶有无色和棕色之分,棕色瓶用于盛装应避光的试剂。一般非磨口试剂瓶用于盛装碱性溶液或浓盐溶液,使用橡皮塞或软木塞;磨口的试剂瓶盛装酸、非强碱性试剂或有机试剂。若长期不用,应在瓶口和瓶塞间加放纸条,便于开启。试剂瓶不能用火直接加热,不能在瓶内久储浓碱、浓盐溶液。

8. 称量瓶

称量瓶有高形和扁形两种,用于准确称取一定量的固体药品。不能直接加热,瓶盖要与瓶子配套使用。

9. 洗瓶

洗瓶有玻璃或塑料两种,用于盛放去离子水或其他洗涤液。

10. 漏斗

(1) 漏斗一般指三角漏斗,以口径(mm)表示大小,分长颈与短颈两种,用于常压过滤或倾注液体。过滤时漏斗颈尖端应紧靠承接滤液的容器内壁。

(2) 布氏漏斗(瓷质),用于减压过滤(抽滤)。抽滤瓶和布氏漏斗一起用于减压过滤,不能直接加热。

(3) 分液漏斗:分液漏斗分为球形、梨形、筒形,用于加液或互不相溶溶液的分离。上口瓶盖和下端旋塞均为磨口,一般不可调换。旋塞处不能漏液。不用时磨口处应垫纸片。

(4) 滴液漏斗也有各种不同的形状,用于将反应物逐滴加到反应体系中,以免反应过于剧烈。使用要求同分液漏斗。

11. 表面皿

表面皿通常用于盖在烧杯上,防止杯内液体溅出。不能用火直接加热。

12. 蒸发皿

蒸发皿由瓷质、石英、铂等不同材质制成,用于蒸发、浓缩液体。一般放在石棉网上加热,也可以直接加热。注意防止骤冷骤热,以免破裂。

13. 研钵

研钵有瓷质、玻璃、玛瑙、石头或铁制品等多种,用于研碎固体物质,根据固体物质的性质和硬度选用不同材质的研钵。使用时应注意:①放入的固体物质的量不宜超过其容积的 1/3。②只能研磨,不能敲击固体物质。易爆物不能研磨,只能轻轻压碎,以防爆炸。

14. 坩锅

坩锅由瓷、石英、石墨、氧化铝、铁、镍、银或铂等不同材质制成,用于灼烧固体,耐高温。使用时放在泥三角上或马弗炉中加热,加热后用坩锅钳取出。坩锅钳使用后应放在石棉网上。

15. 量筒

量筒通常为玻璃质,以容积(mL)表示规格,用于量取一定体积的液体。其不能加热,不能量取热液体,不可长期存放试剂,以免影响容器的准确性。

16. 容量瓶

容量瓶用于配制准确浓度的溶液。配制溶液时,溶质一般先在烧杯内溶解,再定量移入容量瓶中并定容。其不能加热,不能用来存储溶液,以保证容量瓶容积的准确度。

17. 移液管

移液管通常为玻璃质,分单标移液管(胖肚移液管)和刻度移液管(吸量管)两类,还有自动

移液管。用于精确移取一定体积的液体,不能加热,与洗耳球并用。

第三节 无机化学实验基本操作

一、称量仪器的使用

1. 台秤

台秤又称为托盘天平,一般能称准到 0.1g,用于精度不很高的称量。

在使用台秤前,将刻度尺上的游码拨至零处,如果指针不在标尺的中间位置,则应调节托盘下面平衡螺丝使之处于中间位置,即零点调节。称量时,物品放在左盘,砝码放在右盘。称量药品时,药品不能直接放在托盘上,应将其放在称量纸、表面皿或烧杯等容器中称。

应用镊子夹取砝码,加砝码时应先加大砝码再加小砝码,最后以游码调节至指针在标尺左右两边摆动的格数相等为止。台秤的砝码和游码读数之和即为被称物品的质量。记录时保留小数点后 1 位。称量完毕,用镊子将砝码夹回砝码盒中,游码回零,并将托盘放在一侧。

2. 电子天平

电子天平是利用电子装置完成电磁力补偿的调节,使物体在重力场中实现力的平衡,或通过电磁力矩的调节,使物体在重力场中实现力矩的平衡。它一般都具有自动调零、自动校准、自动去皮和自动显示称量结果等功能。电子天平达到平衡时间短,称量快速,一般可以称准至 0.0001g。

电子天平的使用步骤如下。

(1) 开机。首先调节天平的水平,然后接通电源,再按 ON 键开机,稳定后天平显示 0.0000g。

(2) 校准。天平开机稳定后,按校准(CAL)键,再将校准砝码放入托盘中央,天平显示 0.0000g 后移去校准砝码,天平再次显示 0.0000g,完成校准即可进行正常称量。

(3) 去皮。当需把天平托盘上的被称物体(称量纸或容器)的质量显示清零时,只要按清零(TARE)键即可,天平显示 0.0000g。

(4) 天平读数。将被称物体轻放入托盘中央,显示屏上的数字不断变化,待数字稳定后,显示值即为被称物体的质量。

二、容量仪器的使用

量器通常分为两类:一类是量出式量器,如量筒、滴定管、移液管等,在外壁上标有 Ex 字样。另一类是量入式仪器,如容量瓶,用于测量注入量器中液体的体积,在外壁上标有 In 字样。

1. 量筒

量筒是化学实验室中最常用的度量液体体积的器皿,与移液管、滴定管相比,准确度较低。它具有各种不同的容量,可根据量取液体的量选用合适大小的量筒。但是量筒不能加热,不能