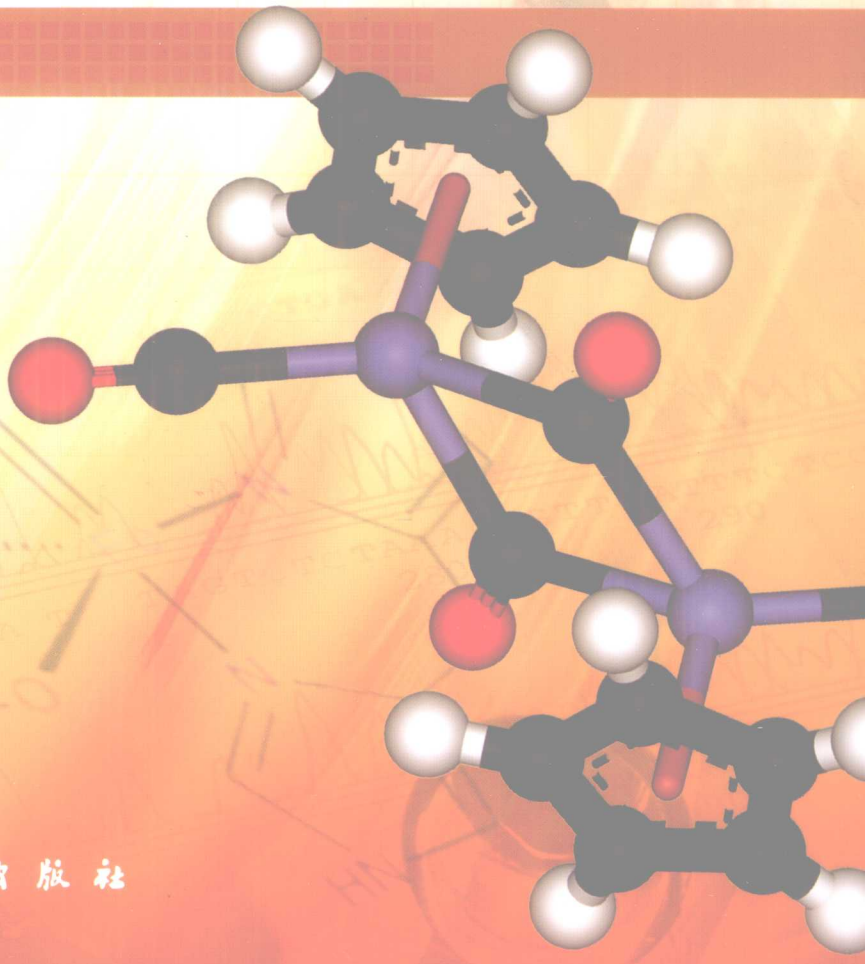
高 等 学 校 教 材

无机与分析化学实验

WUJI YU FENXI HUAXUE SHIYAN

俞斌 主编



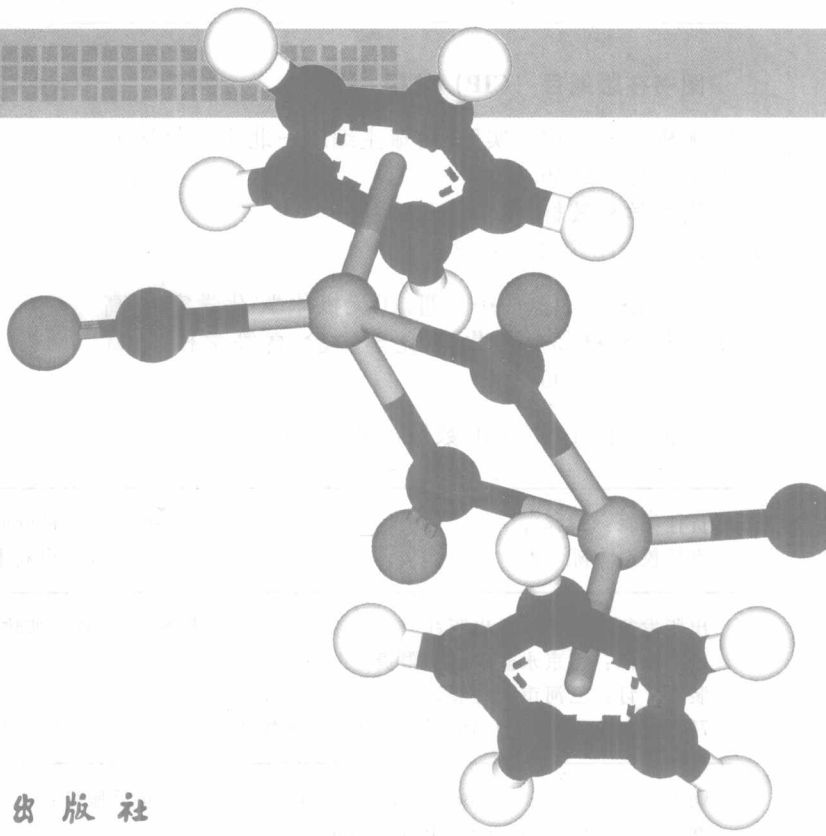
化学工业出版社

高 等 学 校 教 材

无机与分析化学实验

WUJI YU FENXI HUAXUE SHIYAN

俞 斌 主编



化学工业出版社

·北京·

内 容 提 要

本书共分8章，包括：绪论、化学实验的基本知识与基本技能、元素和化合物的性质实验、化学原理实验、滴定分析与重量分析基础实验、无机化合物制备与检测综合实验、定量分析实际应用综合实验、综合设计型实验和附录。全书共选编了包括基本实验技能训练、较复杂体系的分析和由学生自行设计的实验65个。选编内容广泛，既考虑了广度，也考虑了深度。各学校及专业可根据需要选做。

本书可作为高等理工、师范、农医院校的化学、应用化学、化学工程、石油化工类、材料类、冶金、生物化工、制药、食品、药学、卫生、环境安全类、轻化工程等专业的无机化学与分析化学实验的教材。也可供相关科研及技术人员参考。

图书在版编目（CIP）数据

无机与分析化学实验/俞斌主编. —北京：化学工业出版社，2009.6

高等学校教材

ISBN 978-7-122-05283-4

Ⅰ.无… Ⅱ.俞… Ⅲ.①无机化学-化学实验-高等学校-教材②分析化学-化学实验-高等学校-教材

Ⅳ.O61-33 O652.1

中国版本图书馆CIP数据核字（2009）第059083号

责任编辑：宋林青　　文字编辑：杨欣欣

责任校对：陈　静　　装帧设计：史利平

出版发行：化学工业出版社（北京市东城区青年湖南街13号　邮政编码100011）

印　　刷：北京永鑫印刷有限责任公司

装　　订：三河市前程装订厂

787mm×1092mm　1/16　印张11½　字数299千字　　2009年7月北京第1版第1次印刷

购书咨询：010-64518888（传真：010-64519686）　售后服务：010-64518899

网　　址：http://www.cip.com.cn

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定　　价：20.00元

版权所有　违者必究

前　言

本教材是与《无机与分析化学教程》（第二版，俞斌主编）、《无机与分析化学习题详解》（俞斌主编）配套的无机与分析化学实验指导书。是在前人实验设计并结合若干年实验教学实践的基础上，去伪存真、认真编选、精心设计而成的。本教材有以下特点：

① 紧紧抓住无机化学这根主线，将许多物质的性质突出在实验中。尤其是中学较少涉及的 d 区和 ds 区等副族元素如钛、铬、锰、铁族、铜族、锌族等的性质实验。

② 以基本技能训练为主线，将其贯穿于各个实验中。有些实验方法经过历史的演变，现在已被更现代的方法所取代，但从基本技能训练角度上看，它涉及的实验技能多，可达到实验技能综合训练的目的，仍然编入。

③ 根据化学学科的发展，结合生产、科研的前沿，设计了一些新的综合性甚至带有创新意图的实验，可提高学生的整体素质和综合实践能力。

④ 增添了一些实验设计，给学生提供了广阔的想象、思维空间，锻炼学生自己设计实验的能力。

⑤ 本教材可供化学（包括应用化学）及近化学类各专业（包括化学工程、石油化工类、材料类、生物化工类、制药类、轻化食品类、环境安全类、冶金类等）使用。每个实验的设计学时为 4～8 个。各专业可根据需要和各校的特点选择。

⑥ 尽可能将实验原理与实验内容写详细，使学生按步骤操作，就可完成实验。避免了有些指导书较不明晰的缺陷。

⑦ 每个实验后列出了相当多的“注意事项”。这是我们长期指导实验的经验总结，也是实验能否得到满意结果的关键点。可提醒学生实验时注意，也有助于老师指导实验的备课与讲解。

⑧ 每个实验都列出了详细的仪器、试剂等的种类、规格、数量。可供实验管理人员参考与准备。

⑨ 每个实验都提出许多带有扩展性、深层次的思考题，可开拓学生的视野，使学生掌握的知识更全面和融会贯通。从实验中可启发学生的科学研究思路。

全书由吴文源（实验一至十、三十三）、杨雪云（实验二十五至二十八、三十一、三十二、三十四、三十五、四十一、四十四至四十六、四十九至五十一）、俞斌（第 1、2 章，实验十三、十六、三十六、三十八、四十二、四十七、五十二至六十五、附录）、顾国亮（实验三十九、四十）、钱惠芬（实验十一、十二、十四、十五、十七至二十一、三十七）、高旭升（实验二十二至二十四、二十九、三十、四十三、四十八）编写。本书由俞斌任主编，主要负责整体思路设计、统稿并编写部分内容。

限于编者水平，书中难免有不足之处，恳请读者不吝赐教。

编　者

2008 年 10 月于南京

目　录

第 1 章　绪论 …… 1

1.1　化学实验是化学学科的重要一环 …… 1
1.2　如何做好化学实验 …… 1
1.3　实验室安全规则 …… 4

第 2 章　化学实验的基本知识与基本技能 …… 5

2.1　实验用水 …… 5
2.2　化学试剂 …… 5
2.3　滤纸 …… 6
2.4　玻璃仪器 …… 6
2.5　器皿的洗涤与干燥 …… 7
2.6　滴定管的使用方法 …… 8
2.7　容量瓶的使用方法 …… 10
2.8　移液管的使用方法 …… 10
2.9　天平的使用 …… 11
2.10　称量操作 …… 12
2.11　过滤操作 …… 13
2.12　沉淀洗涤 …… 14
2.13　离心机的使用 …… 14

第 3 章　元素和化合物的性质实验 …… 16

实验一　s 区元素钠、钾、镁、钙、钡及其化合物的性质 …… 16
实验二　p 区元素硼、铝、碳、硅及其化合物的性质 …… 18
实验三　p 区元素锡、铅、锑、铋及其化合物的性质 …… 20
实验四　p 区元素氮、磷及其化合物的性质 … 24
实验五　p 区元素氧、硫及其化合物的性质 …… 27
实验六　p 区元素氟、氯、溴、碘及其化合物的性质 …… 30
实验七　d 区元素钛、铬、锰及其化合物的性质 …… 32
实验八　d 区元素铁、钴、镍及其化合物的性质 …… 35
实验九　ds 区元素铜、银、锌、镉、汞及其化合物的性质 …… 39
实验十　常见阳离子的分离与鉴定 …… 41

第 4 章　化学原理实验 …… 44

实验十一　pH 法测定醋酸电离常数 …… 44
实验十二　缓冲溶液的配制和性质 …… 46
实验十三　电导法测定硫酸钡的溶度积 …… 49
实验十四　配位化合物及其性质 …… 51
实验十五　配合物晶体场分裂能的测定 …… 54
实验十六　磺基水杨酸合铜（Ⅱ）逐级稳定常数的测定 …… 56
实验十七　氧化还原反应与电极电位 …… 58
实验十八　沉淀原理及沉淀反应 …… 61
实验十九　离子交换法制备去离子水 …… 64
实验二十　化学反应速率和活化能的测定 …… 67
实验二十一　重结晶法提纯硫酸铜 …… 71

第 5 章　滴定分析与重量分析基础实验 …… 74

实验二十二　盐酸标准溶液的配制和标定 … 74
实验二十三　混合碱液中各组分含量的测定 …… 76
实验二十四　食用醋中总酸度的测定 …… 79

试读结束，需要全本PDF请购买 www.ertongbook.com

实验二十五　EDTA 标准溶液的配制和标定 …… 81
实验二十六　铋-铅混合液中铋、铅含量的连续测定 …… 83
实验二十七　水的硬度测定 …… 86
实验二十八　置换滴定法测定铝的含量 …… 88
实验二十九　高锰酸钾法测定硫酸亚铁铵中 Fe(Ⅱ) 的含量 …… 90
实验三十　高锰酸钾法测定过氧化氢的含量 …… 93
实验三十一　硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定 …… 94
实验三十二　直接碘量法测定维生素 C 的含量 …… 97
实验三十三　碘量法测定溶液中甲醛含量 … 99
实验三十四　莫尔法测定水中氯的含量 …… 100
实验三十五　佛尔哈德法测定水中氯的含量 …… 103

第 6 章　无机化合物制备与检测综合实验 …… 105
实验三十六　硫酸亚铁铵的制备与检测 …… 105
实验三十七　硝酸钾的制备与纯度检测 …… 108
实验三十八　软锰矿制备高锰酸钾 …… 109
实验三十九　联碱法制备碳酸钠和氯化铵 …… 112
实验四十　铁氧体法处理含铬废水 …… 115

第 7 章　定量分析实际应用综合实验 …… 118
实验四十一　氟硅酸钾法测定水泥熟料中二氧化硅的含量 …… 118
实验四十二　氟硅酸盐法测定工业水玻璃的模数 …… 120
实验四十三　阿司匹林片剂中乙酰水杨酸含量的测定 …… 123
实验四十四　铜、锡、镍混合液中铜、锡、镍含量的连续测定 …… 125
实验四十五　水泥熟料中二氧化硅、氧化钙、氧化镁、氧化铁和氧化铝的测定 …… 127
实验四十六　重铬酸钾法测定铁矿石中铁的含量 …… 132
实验四十七　钢铁中锰含量的测定 …… 134
实验四十八　高锰酸钾法测定石灰石中氧化钙的含量 …… 137
实验四十九　间接碘量法测定铜合金中铜的含量 …… 140
实验五十　溴酸盐间接碘量法测定苯酚的含量 …… 142
实验五十一　法扬司法测定 $CaCl_2$ 中氯的含量 …… 144
实验五十二　十二烷基二甲基苄基氯化铵的含量测定 …… 146
实验五十三　艾氏卡法测定煤中的硫含量 … 148
实验五十四　磷肥普钙中有效磷的测定 …… 150
实验五十五　凯氏定氮法测定丙氨酸的含量 …… 154

第 8 章　综合设计型实验 …… 158
实验五十六　混合离子溶液中离子的分离与鉴定 …… 158
实验五十七　$NaHC_2O_4$ 与 $Na_2C_2O_4$ 混合物的测定 …… 158
实验五十八　白云石中 MgO 含量的测定 … 159
实验五十九　以杂铜、电路板为原料制备 $CuSO_4 \cdot nH_2O$ …… 159
实验六十　从硼镁泥中提取七水硫酸镁 …… 160
实验六十一　含锌药物 $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ 的制备及含量测定 …… 160
实验六十二　水泥生料中二氧化硅及其他组分的测量 …… 161
实验六十三　锌钡白的制备与组分测定 …… 161
实验六十四　絮凝剂聚合氯化铝的测定 …… 162
实验六十五　从含银废液或废渣中回收金属银并制备硝酸银 …… 162

附录 …… 164
附录 1　常见酸、碱的离解常数 …… 164
附录 2　常见难溶电解质的溶度积常数 …… 164
附录 3　标准电极电位 (298.15K) …… 165
附录 4　金属配合物的稳定常数 …… 169
附录 5　化合物式量表 …… 172
附录 6　国际相对原子质量表 …… 174

附录 7　常用缓冲溶液及其配制方法 …… 175
附录 8　常用酸碱指示剂及配制方法 …… 175
附录 9　酸碱混合指示剂 …… 176
附录 10　常用的氧化还原指示剂及配制方法 …… 176
附录 11　沉淀及金属指示剂 …… 177

参考文献 …… 178

第1章　绪论

1.1　化学实验是化学学科的重要一环

科学实验（无论是自然科学还是社会科学）是人类的三大实践活动之一。从某种意义上说，没有科学实验就不能诞生新的科学。实验是诞生科学的摇篮。

凡是科学的东西都必须被他人实验所证实。凡是不能被他人实验所证实的东西都是“伪科学”。这是检验科学的唯一标准。

一个伟大的科学家首先是一个伟大的实验设计师、实验的完成者。对于理论体系并不那么系统和尽善尽美的化学等学科而言，实验显得更为重要。

大学化学学习与中学阶段化学学习的一个重要区别在于大学增加了大量的化学实验。有不少化学知识是从化学实验中获得的。化学实验在理论知识与实践上的实现之间架起了一座坚固的桥梁，使化学造福于人类。

1.2　如何做好化学实验

1.2.1　严格操作规范

实验时，应严格按照书中或教师讲解的操作规范进行操作，不要自行其是。这些操作规范都是前人从数以万计的实验中得出的经验的总结，是行之有效的。它是使实验获得如期效果的前提和技术保证。

例如，在过滤 H_2SiO_3 胶体沉淀时，可能正常过滤仅需 0.5h；若不按要求趁热、快速过滤，则要消耗几个小时。

在洗涤沉淀时，若不采用倾泻法和少量多次的洗涤方法，会造成沉淀很难洗干净或沉淀损失较大，测定结果不准确。

在滴定分析中，若不按操作规范在酸式滴定管的活塞上认真涂抹很薄一层凡士林，在滴定中可能会发生滴定液的泄漏，结果是“欲速则不达”。

1.2.2　仔细观察实验现象

在做物质性质和化学原理实验时，要养成良好的认真观察实验现象的习惯。现在大学生所做的实验是非常成熟的实验，现象也是肯定的。但这不排除学生在做实验时加错试剂、加入量过多或过少、试剂浓度不符合要求等情况的发生，实验现象就会有异常，应实事求是地表述。只有找出造成实验现象异常的真正原因，才会使我们对此实验有更深的理解。未来的实际工作（科学研究或生产）中，最后的结果是未知的，因此我们在学习阶段要养成“忠实

于实验”的良好科学作风。在理论与实验结果（实验无错为前提）产生矛盾时，应相信实验结果。还有的实验现象会随过程的进行而产生不同的结果。

例如，加一滴 $AgNO_3$ 溶液于浓度较大的 Cl^- 溶液中，并没有 AgCl 沉淀（溶液未变浑浊）产生；继续滴加 $AgNO_3$ 溶液，溶液才会变为浑浊。而加一滴 Cl^- 溶液于 $AgNO_3$ 溶液中，溶液立即变为浑浊，即有 AgCl 沉淀产生。实验时，如果将 $AgNO_3$ 溶液直接加一管，那就看不到溶液有一段不变浑浊这一现象。

$AgNO_3$ 溶液中逐滴加入 $Na_2S_2O_3$ 溶液，溶液首先变浑浊；继续逐滴加入 $Na_2S_2O_3$ 溶液，沉淀溶解，溶液变为澄清。

Pb^{2+} 溶液中加 $0.1mol \cdot L^{-1}$ 的 KI 溶液，将有黄色沉淀产生，继续滴加 KI 溶液，沉淀也不溶解。但滴加 $0.5mol \cdot L^{-1}$ 的 KI 溶液，溶液首先变浑浊，有黄色沉淀产生；继续滴加 KI 溶液，黄色沉淀溶解，溶液变为澄清。

因此，做实验时不仅要看最后结果，更重要的是要观察实验过程中的各种现象。

1.2.3 认真做好预习

实验前，一定要对实验指导书认真阅读。对实验内容、原理、次序有较全面的了解，对涉及的操作应仔细阅读图解或观看有关录像。绝不可进了实验室还不知道做什么实验，做实验时看一段书做一段实验。如此，对实验的印象不深，不能达到实验的目的。

预习时，应做笔录，例如列表、画出实验过程的示意路线图，简化指导书中的文字叙述，使自己实验时一目了然。

1.2.4 及时、如实、认真记录好数据

在实验中要用正规的记录本做好每一个数据的记录。并在数据前标明其名称和单位，包括准确的有效数字的表达。切不可随便记录数据，以免在写实验报告时记不起它是什么数据。

1.2.5 写好实验报告、做好总结

实验报告是实验的总结和提高。从某种意义上讲，写好实验报告是将来写好论文、设计书的预演和实习。写好一个实验报告，一般应包括以下内容：

（1）简明扼要地写清楚实验目的

写清楚实验目的是为了加深自己的理解，明确实验中的中心问题。写时不能照抄书本，可用自己的理解加以简化。

（2）简明扼要地写清楚实验的基本原理

尽量少用文字，尽可能多地使用化学反应方程式，但要用符号注明条件、现象。以 $CaCO_3$ 为基准物质标定 EDTA 标准溶液的浓度的实验为例，可写成：

$$CaCO_3 + 2HCl \xlongequal{\triangle} Ca^{2+} + 2Cl^- + H_2O + CO_2\uparrow$$

滴定前　$Ca^{2+} + In$(钙黄绿素、黄色)$\xlongequal{} Ca^{2+}$-In（荧光绿＋百里酚酞的紫色，只看到荧光绿）

终点时　Ca^{2+}-In(荧光绿)＋EDTA $\xlongequal{}$ Ca^{2+}-EDTA＋In（黄色＋百里酚酞的紫色，显紫色）

（3）以路线图说明实验方法与步骤

以 $CaCO_3$ 为基准物质标定 EDTA 标准溶液浓度的实验为例，可写成：

EDTA 配制：5.6gEDTA＋2 片 NaOH→1000mL 水→EDTA 标准溶液

EDTA 标定：称约 0.3g$CaCO_3$＋5mL(1＋1)HCl→△→CO_2↑→250mL 容量瓶→取 25.00mL→＋水 50mL＋KOH10mL→＋指示剂(荧光绿)→EDTA 滴定→紫色(终点)→计算。

(4) 实验结果

可设计清晰易懂的表格，在相应位置登记实验的原始数据。表格上端应有名称。表格的行与列都应有数据性质的文字或分子式、单位的说明。

以 $CaCO_3$ 为基准物质标定 EDTA 标准溶液的浓度的实验为例，可设计成表 1-1 所示的表格。

表 1-1　用 $CaCO_3$ 标定 EDTA 的实验结果

项　　目	1	2	3
$CaCO_3$ 称量/g	0.2879	0.2561	0.2943
EDTA 体积/mL(初读数)	0.00	0.13	0.00
EDTA 体积/mL(终读数)	25.47	22.81	26.02
计　算　式	$c(\mathrm{EDTA})=\dfrac{m(\mathrm{CaCO_3})\times\frac{25}{250}}{M(\mathrm{CaCO_3})\times V(\mathrm{EDTA})\times 10^{-3}}$		
c(EDTA)/mol·L^{-1}	0.01130	0.01129	0.01131
c(EDTA)平均值/mol·L^{-1}	0.01130		
相对偏差/%	0.0	−0.1	0.1

(5) 讨论

可选择在实验中遇到的一些问题进行讨论、分析。提高自己提出问题、分析问题、解决问题的能力。

例如，在 Ca^{2+} 溶液中加入 20%的 KOH 后，溶液变成稍浑浊，滴定终点有反复现象，影响最终结果的准确性。分析原因可能有 3 个：

a. 溶解 $CaCO_3$ 时，加热不够，未将所有的 CO_2 全部赶掉，在碱性溶液中：

$$CO_2+2KOH+Ca^{2+}=\!=\!= CaCO_3\downarrow+2K^++H_2O$$

b. 加入 20%的 KOH 后没有立即滴定，空气中的 CO_2 溶解在碱性溶液中，也会产生上述反应和现象。

c. 加入 20%的 KOH 之前未加水稀释，使得 OH^- 浓度较高或局部过浓：

$$2KOH+Ca^{2+}=\!=\!= Ca(OH)_2\downarrow+2K^+$$

这些沉淀有一个溶解过程，当看到指示剂已变为紫色，误以为是终点。稍过一会儿，沉淀有部分溶解，溶解的 Ca^{2+} 与指示剂钙黄绿素又形成荧光绿色，所以就会产生终点的反复现象。

可根据自己的实际操作做出相应的讨论。也可对本书各实验后面的思考题进行讨论。

(6) 结论

结论是实验的成果。没有结论的实验报告是没有任何实际意义的。在实验中，有可能产生各种问题，通过实验者的分析、探讨、研究，应给出一个最后的结果。即使实验失败了，也可让他人从你的失败中得到教训，不再重蹈覆辙。

以 $CaCO_3$ 为基准物质标定 EDTA 标准溶液的浓度的实验为例，结论可写成：

a. 以 $CaCO_3$ 为基准物质，在 pH＞12 时，钙黄绿素-百里酚酞为指示剂，可准确标定 EDTA 标准溶液的浓度。

b. 终点时溶液由荧光绿突变为明显的紫色，变色敏锐。

c. 被标定 EDTA 标准溶液的浓度为 0.01130mol·L^{-1}，相对偏差＜0.2%，精密度好，结果可靠。

1.3 实验室安全规则

每个实验室都有一定的规章制度。做实验之前应认真阅读、了解并在行动上规范化。化学实验室有它的特殊性，特别是容易接触到有毒、有害、易燃、易爆的物质。所以，更要严格遵守化学实验室的安全规则。

① 实验室内严禁吸烟、饮食、打闹。

② 使用易燃易爆的物质，如甲（乙）醇、乙醚（包括低级醚）、丙酮、苯（甲苯等）、二硫化碳等，应注意远离明火。若非加热不可，只能用水浴加热。

③ 对性质不明的物质严禁随意混合，以防发生意外。

④ 使用强腐蚀性的浓酸、浓碱、液溴、氢氟酸、洗液（重铬酸钾浓硫酸溶液）时，应防止溅到衣服以及皮肤、眼睛上。若溅在皮肤或眼睛上，应立即用大量自来水冲洗，并报告老师以做后处理。

⑤ 若化学实验中会产生有毒或刺激性较强的气体，如 HCN、Cl_2、NH_3、二氯甲酰、NO_2、N_2O 等，该实验必须在通风橱中进行。

⑥ 做化学实验时，若无特殊要求，应打开门和窗，保持空气通畅。

⑦ 使用有毒试剂，如高汞盐、镉盐、铅盐、砷化物、氰化物、六价铬化合物等，实验时应避免接触皮肤等。使用后的残液也不要随意倒入水槽。应集中回收进行处理。

⑧ 一旦发生意外事故，应首先切断电源。发生火灾或爆炸时应按消防规则进行抢救。应把保证实验人员的生命安全放在第一位。

试读结束，需要全本PDF请购买 www.ertongbook.com

第 2 章　化学实验的基本知识与基本技能

化学实验中有些基本知识是要了解的，不少基本技能需要反复训练才可掌握。有一些内容将分散在各个实验中讲解。

2.1　实验用水

水是化学实验中使用最多的试剂。化学实验中所讲的“水”均指一定纯度的蒸馏水或去离子水。检测水的质量最重要的指标是电导率。电导率越小，水中溶解的电解质越少，水的纯度越高。化学实验室的水可分为三级，其质量指标如表 2-1 所示。

表 2-1　实验室用水的级别及质量指标

指　标	pH 范围(25℃)	电导率/$\mu S \cdot cm^{-1}$	吸光度(254nm、1cm 比色皿)
1 级	—	≤0.1	≤0.001
2 级	—	≤0.1	≤0.01
3 级	5.0～7.5	≤5.0	—

在无机与分析化学（常量）实验中，由于要求不是非常高，被测物的含量≥1%。一般用 3 级水就可满足要求。

2.2　化学试剂

无机与分析化学实验所涉及的化学试剂从纯度可分为 3 级。它们的使用范围也各不相同。生物化学试剂主要用于生物化学及医学实验。有些生物化学试剂的性能恰是无机与分析化学实验中所需要的，因此，它们也可以作为化学试剂使用。化学试剂的分类与标识如表 2-2 所示。

表 2-2　化学试剂的分类与标识

级　别	名　称	英文标识	标签颜色	主　要　用　途
1 级	优级纯(或基准纯)	G. R.	绿色	可作分析中的基准物
2 级	分析纯	A. R.	红色	定量(常量)分析
3 级	化学纯	C. P.	蓝色	性质实验或原理实验
生物化学试剂	生化试剂、生物染色剂	B. R.	棕色	生物化学及医学实验

2.3 滤纸

无机与分析化学实验所用的滤纸可分两类、三级及多种规格。

滤纸从用途上可分为定性滤纸和定量滤纸两种。定性滤纸的外包装是黄色的，定量滤纸的外包装是绿色的。定量滤纸用于定量分析化学中的重量法。它与定性滤纸最重要的区别是：定量滤纸在800℃以上灼烧后，其残留物（纸灰）的质量小于0.2mg。定性滤纸没有这个要求。

从滤纸的孔径上可分为快速滤纸、中速滤纸、慢速滤纸三级。快速滤纸的孔径较大，适于过滤颗粒粗大的晶形沉淀和大多数胶体沉淀。如大多数离子化合物盐类晶体（如$CuSO_4$、CaC_2O_4等）和氢氧化物、水合物胶体［$Al(OH)_3$、H_2SiO_3等］。慢速滤纸的孔径很大，适于过滤颗粒很细的晶形或非晶形沉淀，如磷钼酸喹啉沉淀等。中速滤纸介于二者之间。

可根据圆形滤纸的直径分为多种规格，供使用时选择。

2.4 玻璃仪器

2.4.1 玻璃试管

玻璃试管可分为普通试管和离心试管两种。

普通试管为直管形，壁厚均匀，底部为半球状。可以加热。一般用于性质试验。

离心试管上半部分为直管形，下半部分为圆锥形。管壁比普通试管厚。底部直径很小、壁很厚，可承受比较大的压力。离心试管还可分为有刻度与无刻度、有塞与无塞几种。一般用于需通过离心机分离的液-固两相物质的试验。

2.4.2 烧杯

烧杯可根据容积分为多种规格，可隔石棉网在电炉等热源上加热。烧杯有一个三角形的尖嘴，它是烧杯中液体流出杯外时的正确通道，也是不少实验向烧杯中加液态试剂的地方；但绝不是玻璃棒停靠的部位。

选择烧杯规格的原则是：烧杯中液体的体积应大于烧杯容积的四分之一，但绝不要超过三分之二。烧杯体积过大，烧杯壁面积过大，会给定量转移、洗涤带来许多困难。烧杯体积过小，易溢出或溅出，使定量结果不准，也会给操作带来不方便。

2.4.3 三角烧瓶

三角烧瓶又称锥形瓶。磨口、带塞、瓶口呈倒锥形的三角烧瓶称为“碘量瓶”。三角烧瓶可隔石棉网在电炉等热源上加热。三角烧瓶主要用于滴定分析，若滴定分析涉及的有关物质有较大的挥发性，如碘、溴等，则需用碘量瓶。其规格的选择与烧杯的选择相似。

2.4.4 定量玻璃器皿

在无机与分析化学实验中，定量玻璃器皿只有三种：滴定管（酸、碱式）、移液管（包括胖肚型和带有体积刻度的移液管，又称量液管）、容量瓶。滴定管、移液管放出的液体体

积的绝对误差＜0.02mL；容量瓶的容积的相对误差＜0.1%。其余的玻璃器皿，如烧杯、量筒、锥形瓶、试管，不管有没有刻度，都不作为定量器皿使用。因为它们刻线标识体积的相对误差远远大于1%。不符合定量分析相对误差应小于0.2%的要求。

2.5 器皿的洗涤与干燥

2.5.1 器皿的洗涤

如果容器表面存在杂质或污染物，定量测定时结果就不准确，必须进行洗涤。洗涤时必须根据杂质或污染物的种类、性质，选择合适的洗涤剂，才能将杂质或污染物洗去。常用的洗涤剂及对应的被清洗的污染物、适用的器皿材料列于表2-3。

表2-3 洗涤剂和洗涤方法的选择

洗 涤 剂	被清洗污染物	器皿的材料	洗涤的方法
6mol·L^{-1}稀 HCl	金属杂质	玻璃、石英、塑料	洗涤剂浸润内壁数分钟
HCl(1+1)+0.15%H_2O_2	有机物	玻璃、石英、塑料	洗涤剂浸润内壁数分钟
热合成洗涤剂	油脂	玻璃、石英、塑料	浸泡或刷洗
10%NaOH+2%H_2SO_4	油脂	玻璃、石英、金属	浸泡或刷洗
重铬酸钾洗液	油脂	玻璃、石英	洗涤剂浸润内壁数分钟
10%～20%HNO_3浸泡	金属杂质	玻璃、石英	浸泡
H_2O	尘土等	玻璃、石英、塑料	刷洗、冲洗、浸润

重铬酸钾洗液有时简称“洗液”。它是重铬酸钾的硫酸溶液，配制方法如下：20g重铬酸钾于烧杯中加水40mL，加热溶解，冷却后在不断搅拌下缓缓加入350mL浓硫酸。溶液呈棕褐色，贮于玻璃瓶中，盖紧。当重铬酸钾洗液已呈绿色时，其已失去氧化性，不能再作为洗液使用。

不管用何种洗涤方法，对容量瓶和其他非定量器皿最后都必须用水洗涤至净。对移液管、滴定管除了用水洗涤至净外，在使用前还必须用少量即将进入的溶液润湿最高刻线以下的全部内表面3次以上，确保进入移液管、滴定管前的溶液浓度与流出移液管、滴定管时的溶液浓度一致。对容量瓶和其他非定量器皿而言，要确保的是被移入器皿前、后的溶液中溶质的总质量或固体物质的总质量一致，而不是浓度。因此不必也不允许用即将进入该器皿的溶液润湿器皿的内壁。

如果玻璃器皿已经洗涤干净，器皿的内壁在用水润湿后应只留下一层薄而均匀的水膜，不挂水珠。被洗涤的器皿内壁不允许用纤维物去擦拭，否则纤维会粘在内壁上，污染器皿。

2.5.2 器皿的干燥

器皿的干燥方法有：

① 晾干 将已被洗涤干净的器皿倒置在干燥的地方或晾干架上自然晾干。例如，试管倒置于试管架上，滴定管倒置于滴定管架上用蝴蝶夹夹紧并将活塞打开（酸式）或将小玻璃球取出（碱式），移液管直立于竖式移液管架上。

② 烤干或烘干 烧杯、蒸发皿、试管等可用小火烤干，也可放入烘箱内烘干。其他器

皿可视情况而定，但定量的玻璃器皿绝不允许用烤干的方法进行干燥，烘干时的温度不宜过高，防止其变形。

③ 用易挥发有机溶剂干燥　在已被水洗涤干净的器皿内加入少量易挥发有机溶剂，如乙醇、丙酮等，润湿器皿的内壁，然后用吹风机吹干或放入烘箱内烘干，可大大缩短时间。定量的玻璃器皿只允许用冷风吹干。

2.6　滴定管的使用方法

滴定管分为酸式滴定管和碱式滴定管两种，如图 2-1 所示。根据可定量放出的液体的体积的不同，有 25mL 和 50mL 两种（还有 10mL、5mL 等规格的半微量滴定管，本书不予讨论）。滴定管表面有刻度线，每一大格为 1.00mL，一大格又分为 10 小格，每一小格 0.10mL。

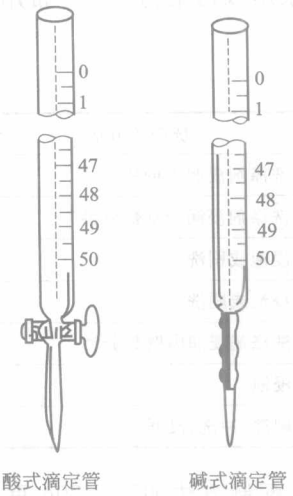


图 2-1　两种滴定管

2.6.1　滴定管使用前的准备工作

（1）防止泄漏

将酸式滴定管的活塞拔出，用滤纸轻轻地将活塞表面、活塞套孔内表面擦干。活塞中部有一小孔，它是液体流出酸式滴定管的通道，不要堵塞。用手轻蘸一点凡士林，分别在活塞小孔两边沿圆柱面涂上一薄层凡士林（一定不要顺着活塞轴向涂抹凡士林！），如图 2-2 所示。

将活塞插入活塞套孔内并反复旋转活塞。活塞与活塞套孔间的凡士林膜应透明。为防止活塞滑落，应在活塞小端套一橡胶圈或用橡皮筋将活塞大端与滴定管本体相连。

在酸式滴定管中装入水，关闭活塞，在滴定管架上直立 2min。若无水从各隙缝中渗出，表明酸式滴定管没有泄漏，可以使用。

碱式滴定管应在滴定管下端连接一根乳胶管，乳胶管内塞入一个直径合适的小玻璃珠。在碱式滴定管中装入水，在滴定管架上直立 2min。若无水从各隙缝中渗出，表明该碱式滴定管没有泄漏，可以使用。

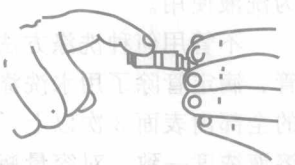


图 2-2　凡士林的涂法

（2）洗涤

若滴定管比较干净，用水刷洗即可。若滴定管比较脏或是首次使用，应在滴定管中加入 3～5mL（碱式滴定管应将乳胶管摘下）洗液，将滴定管放成水平状，略微倾斜滴定管并转动，务必使洗液浸润滴定管的全部内表面。静止 2～3min，将洗液放回原洗液瓶。先用自来水冲洗，再用蒸馏水洗净。

（3）溶液平衡

用要移入滴定管的标准溶液 3～5mL 浸润滴定管的全部内壁面。如此反复三次，确保标准溶液的浓度在移入滴定管前和流出滴定管时完全一致。

2.6.2　滴定管的操作

（1）溶液的移入

将标准溶液从其贮存瓶中直接倒入滴定管。不允许将溶液倒入烧杯，再从烧杯倒入滴定

管！因为多经过一个容器（或多一道工序）就会多一个造成误差的因素。只要将滴定管放垂直（这一点非常重要，绝不要将滴定管倾斜!），将贮存瓶口与滴定管上口对接，倾倒溶液即可。

（2）排除气泡

标准溶液注入滴定管后，需检查酸式滴定管活塞至滴定管嘴间、碱式滴定管玻璃珠至滴定管嘴间有无气泡。

酸式滴定管有气泡，应快速旋转活塞，让溶液迅速流下，可赶走气泡。若还不能赶走气泡，可将洗耳球在滴定管顶部压紧，挤压洗耳球，待赶走气泡后，关闭活塞，最后拿走洗耳球。

碱式滴定管有气泡，应将乳胶管向上弯曲，挤压玻璃珠，让溶液向上溢出滴定管管嘴，可赶走气泡，如图 2-3 所示。

（3）滴定管读数

液体在玻璃管中（包括滴定管、容量瓶、移液管等）受界面作用力影响，液面呈现弯月面。受反射现象的影响，弯月面有两层。上层弯月面为光反射所致。下层弯月面为真实的液体弯月面。若在玻璃管的后面衬一张白纸，上层弯月面便会消头。

当读数时，应用手捏住滴定管的最上端，让滴定管自然垂直。再将液面提高到与眼睛处于同一水平面。下弯月面的下沿所指示的刻线为读数，如图 2-4 所示。对于深色液体，如高锰酸钾溶液等，一般看不到弯月面，可读液面最高处的读数。这种读数带来的约 0.01mL 的误差是系统误差。可用同一套器皿进行标定、测定或作空白实验，来消除此系统误差。

图 2-3　碱式滴定管气泡排除

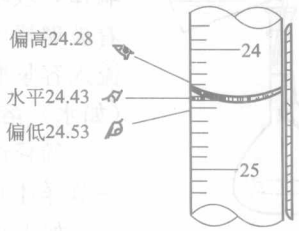


图 2-4　滴定管的正确读数方法

液面处在两小格刻线之间时，一定要估读到小数点后第二位！当然最后一位是不准确的，允许估读到的数值有±0.01 的误差。若不估读到小数点后第二位，则小数点后第一位的数值就是不准确的，有±0.1 的误差。如此，会导致结果的相时误差扩大 10 倍。

滴定管不可能制造得非常均匀。因此，在重复一个实验时，液面起始点不要相差太远，这可确保最终读数相差不远，可减小由滴定管不均匀带来的系统误差。

（4）滴定操作

用左手控制滴定管的活塞或玻璃珠。使用酸式滴定管时，用左手拇指、食指、中指三个指头控制活塞的旋转。无名指和小指处于滴定管的另一侧，使整只左手位置固定。因此，不会因为手的推动使活塞从另一个方向滑落，如图 2-5 所示。

滴定时，右手拇指、食指、中指三个指头放松地拿住锥形瓶颈偏上部分，轻轻地用手腕之力摇动锥形瓶，使瓶内液体向一个方向快速旋转而不要上下振荡（图 2-5）。左手控制滴定管中的液体一滴一滴地滴入锥形瓶。滴液的速度可根据不同实验而不同，但最快也不应使液滴变为不间断的液流。眼睛从上向下观看锥形瓶中液体的颜色及变化。

使用碱式滴定管时，用左手拇指、食指、中指捏住玻璃珠所在处的乳胶管，使珠、管间产生空隙，溶液即可流出，如图 2-6 所示。

若使用烧杯代替锥形瓶，则不能晃动烧杯，防止杯中液体晃出。而改用玻璃捧不断搅动杯中液体，使滴定液与杯中液体迅速混合、尽快反应。

图 2-5　酸式滴定管锥形瓶滴定操作

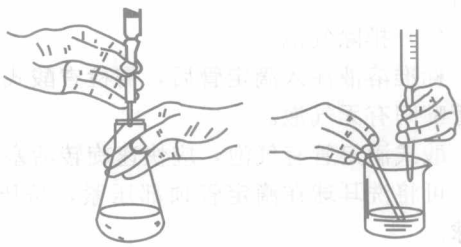


图 2-6　碱式滴定管滴定操作

2.7　容量瓶的使用方法

容量瓶是一种带细长瓶颈的梨形平底瓶。带有磨口塞或塑料塞。在瓶颈上有唯一一条刻线。当瓶内液体下弯月面与该刻线相切时，瓶内液体的体积正好等于容量瓶标示容积。容量瓶一般用来配制标准溶液或试样溶液。

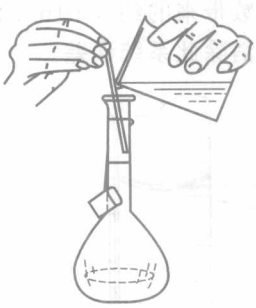


图 2-7　液体从烧杯中转移至容量瓶内

配制标准溶液时，应将固体溶质溶于烧杯中。将烧杯嘴紧靠玻璃棒，玻璃棒顶端插入容量瓶并贴在颈壁上，倾斜烧杯，让溶液顺着玻璃棒流入容量瓶，如图 2-7 所示。不允许将溶液直接从烧杯嘴流入容量瓶；更不允许将固体溶质直接倒入容量瓶，然后加入溶剂（如水）溶解。

稀释试样溶液等时，用移液管吸入试液后，转移至容量瓶（下一节详述）。

如上过程转移好相关溶液后，先加水（溶剂）至近刻线处，再用滴管逐滴加水（溶剂）刚好至刻线。

塞紧瓶塞，将容量瓶倒转，振荡数次，再将容量瓶转正。此过程应重复 7 次。容量瓶中的溶液可认为已搅拌均匀。

2.8　移液管的使用方法

2.8.1　移液管的洗涤

移液管的洗涤方法与滴定管的洗涤方法相近。将移液管下口插入洗液，吸入 3～5mL 洗液于移液管中。将移液管放成水平状。略略倾斜移液管并转动，务使洗液浸润移液管刻线以下的全部内壁面及刻线以上的部分内壁面。静止 2～3min，将洗液放回原洗液瓶。先吸自来水冲洗，再吸蒸馏水洗净。

2.8.2　移液管的操作

将移液管下口插入要转移的液体。但不要触容器底部，也不能插入过浅，否则将会造成

试读结束，需要全本PDF请购买 www.ertongbook.com