

I. 绪 论

一、实验目的

化学是一门以实验为基础的自然科学。实验是大学化学课程的重要环节。实验课要达到的目的是：

- (1) 巩固、扩大和加深课堂所学的理论知识，训练理论联系实际和分析、解决问题的能力。
- (2) 加强化学实验基本操作技能的训练，初步学会常用仪器的使用，培养独立操作动手能力。
- (3) 通过实验现象的观察、分析，测试数据的处理和撰写报告，培养科学思维的方法。通过自拟实验方案的综合设计实验的训练，进一步培养独立思考、独立工作的科学实验能力。
- (4) 培养严格认真、实事求是的科学态度和准确细致、整齐清洁的良好习惯。

二、实验要求

为保证实验课的质量，达到实验课的预期目的，提出以下要求：

(1) 课前预习

课前要认真阅读实验教材、有关教科书和参考资料，查阅有关数据，明确实验目的和基本原理，了解实验内容和实验时应注意的问题，写出实验预习报告。预习报告内容包括实验题目、实验目的、基本原理、主要步骤及实验记录等。设计实验 则应自行拟定实验方案、步骤 列出所需仪器药品，预测实验现象。上课前，经教师提问，检查预习报告，合格者方可进行实验。

(2) 认真实验

在教师指导下，独立进行实验，实验原则上应按教材上提供的方法、步骤及试剂用量进行，若提出新的实验方案，应经教师批准后方可进行实验。

实验过程中 要认真操作、仔细观察、勤于思考 如实记录实验现象和数据 得出正确的结论。若发现实验现象与理论不符合，应尊重实验事实，并认真分析和检查原因，或与教师讨论后再重做实验。

严格遵守实验室规则，注意安全。

(3) 写好报告

根据实验观察的现象和测试的数据，写出简明扼要、条理清晰的实验报告。撰写实验报告要有严谨的科学态度 报告内容要实事求是 决不允许编造、修改数据 抄袭报告。实验报告书写要整齐、清洁，按时交指导教师评阅。

三、实验室规则

- (1) 实验过程中要集中精力 认真操作 仔细观察 如实记录。
- (2) 保持严肃、安静的实验室气氛 不得高声谈话、嬉笑打闹。
- (3) 注意安全，爱护仪器、设备。使用精密仪器应格外小心，严格按操作规程进行。若发生故障，要及时报告指导教师。损坏仪器，酌情赔偿。
- (4) 节约试剂，按实验教材规定用量取用试剂。从试剂瓶中取出的试剂不可再倒回瓶中，以免带进杂质。取用试剂后应立即盖上瓶塞，切忌张冠李戴污染试剂。试剂瓶应及时放回原处。
- (5) 随时保持实验室和桌面的整洁。火柴梗、废纸屑、金属屑等固体废物应投入废纸篓内。废液倒入废液缸内。严禁投入或倒入水槽，以防堵塞、腐蚀管道。
- (6) 实验完毕 须将玻璃仪器洗涤干净 放回原位。清洁并整理好桌面 打扫干净水槽、地面。检查电插头或闸刀是否拉开，水龙头是否关闭。
- (7) 实验室的一切物品 仪器、药品等 均不得带离实验室。

四、实验室安全守则及意外事故的处理

(1) 安全守则

1) 加热试管时，不要将试管口指向自己或别人。不要俯视正在加热的液体，以免液体溅出受到伤害。

2) 嗅闻气体时 应用手轻拂气体 扇向自己后再嗅。

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 尤其勿溅到眼睛内。稀释浓硫酸时，应将浓硫酸慢慢倒入水中，而不能将水倒向浓硫酸中，以免进溅。

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和瓶盖。

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。

(2) 意外事故的处理

1) 若因酒精、苯或乙醚等引起着火，应立即用湿布或砂土等扑灭。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之类灭火器灭火（实验室应有灭火设备）。

2) 遇有烫伤事故，可用高锰酸钾溶液或苦味酸溶液擦洗灼伤处，再涂上凡士林或烫伤油膏。

3) 若在眼睛或皮肤上溅着强酸或强碱，应立即用大量清水冲洗，然后相应地用碳酸氢钠溶液或硼酸溶液冲洗（若溅在皮肤上 最后还可涂些凡士林）

4) 若吸入氯、氯化氢等气体 可立即吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气以解毒 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。

5) 被玻璃割伤时 伤口内若有玻璃碎片 须先挑出 再行消毒、包扎。

6) 遇有触电事故 首先应切断电源 在必要时 应进行人工呼吸。

7) 对伤势较重者，应立即送医院医治，任何延误都可能使治疗复杂和困难。

II. 基础知识与技术

1. 基本操作及数据处理

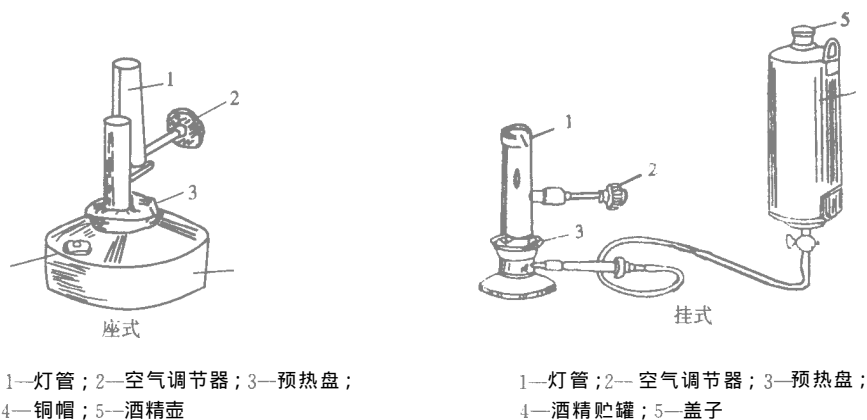
1.1 灯的使用和加热

1.1.1 灯的使用

在实验室的加热操作中 常使用酒精灯、酒精喷灯、电炉、电加热套和水浴锅等。酒精灯的加热温度为 $400\sim 500^{\circ}\text{C}$ 适用于温度不需要太高的实验 而酒精喷灯的温度最高处通常可达 1000°C 左右。

(1) 酒精灯

点燃酒精灯需用火柴 切勿用已点燃的酒精灯直接去点燃别的酒精灯。熄灭灯焰时 切勿用口去吹 可将灯罩盖上 火焰即灭 然后再提起灯罩 待灯口稍冷 再盖上灯罩 这样可防止灯口破裂。长时间加热时最好预先用湿布将灯身包围, 以免灯内酒精受热大量挥发而发生危险。不用时必须将灯罩盖好 以免酒精挥发。正常使用时酒精灯的火焰可分为焰心、内焰和外焰 3 个部分 外焰的温度最高 往内依次序降低。故加热时应调节好受热器与灯焰的距离 用外焰来加热。



1—灯管; 2—空气调节器; 3—预热盘;
4—铜帽; 5—酒精壶

1—灯管; 2—空气调节器; 3—预热盘;
4—酒精贮罐; 5—盖子

图 1.1.1 酒精喷灯类型和构造

(2) 酒精喷灯

1 类型和构造 (图 1.1.1)

2 火焰性质 (图 1.1.2)

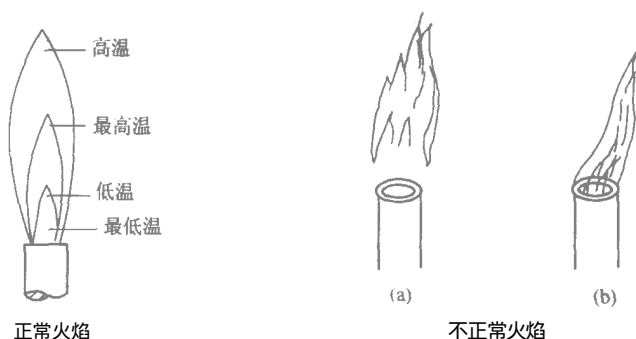


图 1.1.2 3 种灯焰

3) 使用方法 使用挂式喷灯时，打开挂式喷灯酒精贮罐下口开关，先在预热盘中注入酒精，然后点燃盘中的酒精以加热铜质灯管。待盘中酒精将近燃完时，开启开关（逆时针转）这时，由于酒精在灯管内气化，并与来自气孔的空气混合，如果用火点燃管口气体，即可形成高温的火焰，调节开关阀门可以控制火焰的大小。用完后，旋紧开关，即可使火焰熄灭。此时酒精贮罐的下口开关也必须关闭。坐式喷灯使用方法与挂式基本相同，仅少了开关贮罐一道工序。如座式喷灯灯焰不易熄灭时，可用盖板将灯焰盖灭。座式喷灯连续使用不能超过半小时，如果要超过半小时，必须先暂时熄灭灯火，待冷却后，添加酒精再继续使用。

应当指出：在开启开关，点燃管口气体以前，必须充分灼热灯管，否则酒精不能全部气化，会有液态酒精由管口喷出，可能形成“火雨”（尤其是挂式喷灯）甚至引起火灾。

1.1.2 加热

常用的受热仪器有烧杯、烧瓶、锥形瓶、蒸发皿、坩埚、硬质试管等，而有刻度的仪器、试剂瓶、广口瓶、抽滤瓶、各种容量器和表面玻璃等则不准加热。受热仪器一般不能骤热，受热后也不能立即与潮湿的或过冷的物体接触，以免由于骤热骤冷而破裂。加热液体时，液体的体积一般不应超过容器容积的一半。在加热前必须将容器外壁擦干。

(1) 液体的加热

1) 直接加热 被加热液体在较高温度下稳定又无燃烧危险时，可以将盛有液体的器皿放在石棉网上用酒精灯直接加热。盛有液体的试管也可以直接放在火焰上加热（图 1.1.3）。

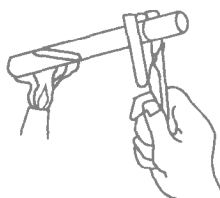


图 1.1.3 加热试管中液体

2) 水浴、砂浴和油浴间接加热 被加热的物质需均匀受热时,可根据受热温度不同选用水浴(不超过 100°C)、砂浴或油浴(温度高于 100°C)间接加热(图 1.1.4 图 1.1.5)。

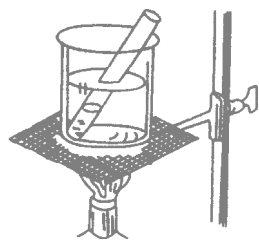


图 1.1.4 水浴加热

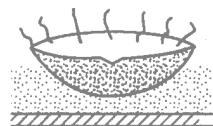
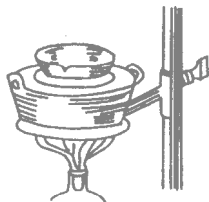


图 1.1.5 砂浴加热

对于低沸点易燃物质如乙醇、乙醚、丙酮等 必须用水浴加热。用水浴加热时 水浴锅内盛水量不要超过其容量的 $2/3$ 加热过程中要注意补充水 切勿烧干。

(2) 固体的加热

1) 在试管中加热 加热少量固体时,可用试管直接加热。为避免凝结在试管口的水珠回流至灼热的管底 使试管炸裂 应将试管口稍向下倾斜 如图 1.1.6 所示。

2) 在坩埚中灼烧 当需要高温加热固体时,可将固体放在坩埚中灼烧(图 1.1.7)。用酒精喷灯的氧化焰加热坩埚,不要让还原焰接触坩埚底部,以免结成炭黑。开始加热时,火不要太大 应先使坩埚均匀受热,然后逐渐加大火焰,灼烧完毕,用坩埚钳夹取坩埚。当坩埚处于高温时,需将坩埚钳尖端在火焰中预热后方能夹取坩埚,热的坩埚应放在石棉网或干燥器中,坩埚钳用后应将其尖嘴向上平放在石棉网上。

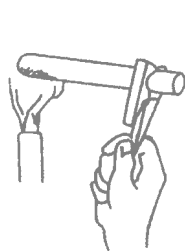


图 1.1.6 加热试管中的固体

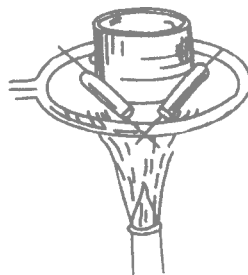
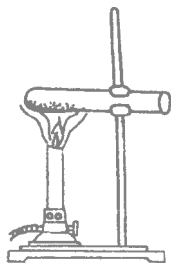


图 1.1.7 坩埚的灼烧

1.2 玻璃仪器的洗涤

化学实验经常使用各种玻璃仪器,而这些仪器干净与否,往往会影响到实验结果的准确性。因此,实验前首先应将仪器洗涤干净,实验后也应立即洗净。洗涤仪器的方法很多,应根据实验要求、污物的性质和污染的程度选择适宜的洗涤方法。

一般污物的洗涤方法

(1) 用水刷洗 可以洗去可溶性物质和附着在仪器上的尘土及不溶性物质。对于试管、

烧杯、锥形瓶、量筒等口径较大的仪器 可先向其中注入少量水 选大小合适的毛刷刷洗 然后用水冲洗。如将水倾出后，内壁能被水均匀润湿而不沾附水珠，即算洗净。最后用蒸馏水冲洗 2~3 次即可。

(2) 用合成洗涤剂刷洗 如仪器沾有油污或其他污迹，可用刷子沾少量洗涤剂刷洗，再用自来水冲洗干净，最后用蒸馏水冲洗 2~3 次。

用毛刷洗涤试管时，须注意毛刷顶端的毛必须顺着伸入试管，并用食指抵住试管底部，以避免穿破试管。另外应一支一支地洗，不可同时抓一把试管洗涤。

(3) 用洗液洗 精确定量实验对仪器的洁净程度要求更高，或所用容量仪器形状特殊时，不宜用洗涤剂刷洗，常用洗液洗涤。常用的重铬酸洗液配制，是将 10 g $K_2Cr_2O_7$ 溶于 30 ml 热水中 冷却后加浓 H_2SO_4 至 200 ml。这种洗液具有很强的氧化性和去污能力。洗涤仪器时 先往仪器中注入少量洗液 然后将仪器倾斜并缓慢转动 使仪器内壁全部为洗液浸润 稍后将洗液倒回原瓶（不可倒入水池或废液桶，重铬酸洗液变暗绿色失效后可另外回收再生使用），再用自来水将残留仪器壁的洗液洗去，最后用蒸馏水冲洗 2~3 次。

铬的化合物有毒，用洗液洗涤过的容器表面常残留微量的含铬化合物。因此，近年来建议用王水洗涤仪器，效果很好。但王水不稳定，应现用现配（1 体积浓 HNO_3 和 3 体积浓 HCl 混合）。

1.2.2 特殊污物的洗涤方法

对于某些污物用通常的方法不能洗涤除去，则可通过化学反应将沾附在器壁上的物质转化为水溶性物质。例如：铁盐引起的黄色污物可加入稀盐酸或稀硝酸浸泡片刻即可除去；接触、盛放高锰酸钾后的容器可用草酸溶液淌洗（沾在手上的高锰酸钾也可同样清洗）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，或用硫代硫酸钠溶液也可除去；银镜反应后沾附的银或有铜附着时，可加入稀硝酸 必要时可稍微加热 以促进溶解。

用自来水洗净的仪器，还需要用蒸馏水或去离子水淋洗 2~3 次 洗净的玻璃仪器壁上不能挂有水珠。

1.3 试剂的取用

通常 固体试剂装在广口瓶内 液体试剂盛在细口瓶或滴瓶中 见光易分解的试剂（如硝酸银、碘化钾等）应装在棕色试剂瓶内 盛碱液的瓶子不要用玻璃塞 要用橡皮塞或软木塞。所用试剂瓶都应贴有标签，以标明试剂的名称和规格。取用时应注意：一、不能玷污试剂瓶中的试剂；二、要按需取用 杜绝浪费；三、不能腐蚀称量工具；四、要注意安全。

1.3.1 液体试剂的取用

(1) 从平顶塞试剂瓶中取用试剂时，先取下瓶塞并将它仰放在实验台上，以免玷污。拿试

剂瓶时注意让瓶上的标签贴着手心，倒出的试剂应沿试管壁或玻璃棒流入容器（图 1.3.1 和图 1.3.2）然后缓慢竖起试剂瓶 将瓶塞盖好 并将试剂瓶放回原处。

(2) 从滴瓶中取用试剂时 要用滴瓶中的滴管 不允许用别的滴管。取用时提起滴管 使管口离开液面，用手指捏紧滴管上部的乳胶帽排除空气，再把滴管伸入试剂瓶中吸取试剂。往试管中滴加试剂时 切勿使滴管伸入试管中 以免污染滴管（图 1.3.3）。滴加完后，应立即将滴管插回原滴瓶内。从滴瓶取用液体试剂时有时要估计其取用量，此时可通过计算滴下的滴数来估计，一般滴取 20~25 滴为 1 ml。

(3) 用量筒量取液体时，应左手持量筒，并以大拇指指示所需体积的刻度处，右手持试剂瓶（试剂标签应向手心处）瓶口紧靠量筒口边缘 慢慢注入液体到所指刻度（图 1.3.4）。读取刻度时，视线应与液面在同一水平面上。如果不谨慎，倾出了过多的液体，只好把它弃去或给他人用，不得倒回原瓶。

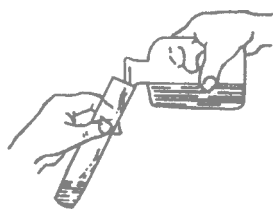


图 1.3.1 往试管中倒液体试剂

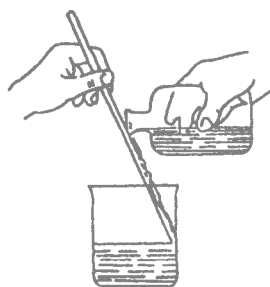


图 1.3.2 往烧杯中倒液体试剂

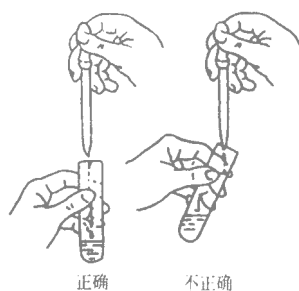


图 1.3.3 往试管中滴加液体

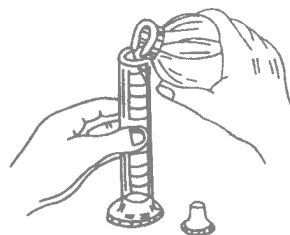


图 1.3.4 用量筒量取液体

1.3.2 固体试剂的取用

取用固体试剂一般用牛角匙。牛角匙的两端为大小两个匙，取大量固体试剂时用大匙，取少量固体时用小匙，牛角匙必须干净且应专匙专用。往湿的或口径小的试管中加入固体试剂时 可将试剂放在事先用干净白纸折成的角形纸条上（纸条以能放入试管且长于试管为宜）然后小心送入试管底部 直立试管 再轻轻抽出纸条。

要求称取一定量固体时，用牛角匙取出的固体应放在纸上或表面皿上，根据要求在台秤或天平上称量。易潮解或具有腐蚀性的固体只能放在玻璃容器中称量。

所有取出的试剂都不能再倒入原试剂瓶中，可放入回收瓶。

应养成用毕即盖好瓶塞瓶盖，恢复原来位置的好习惯，特别是在多人共用多种试剂时。

1.4 容量瓶、滴定管、移液管的洗涤和使用

常用的量器除量筒外还有容量瓶、滴定管和移液管等。量筒只能用来量取对体积不需十分精确的液体而容量瓶、滴定管和移液管则有较高的精确度 容积在 100 ml 以下的这些量器的精确限度一般可到 0.01 ml。

1.4.1 容量瓶

容量瓶主要是用来精确地配制一定体积和一定浓度的溶液的量器。如果是用浓溶液 尤其是浓硫酸 配制稀溶液 应先在烧杯中加入少量去离子水，将一定体积的浓溶液沿玻璃棒分数次慢慢地注入水中 每次加入浓溶液后 应搅拌之 如果是用固体溶质配制溶液，应先将固体溶质放入烧杯中用少量去离子水溶解。然后将杯中的溶液沿玻璃棒小心地注入容量瓶中(图 1.4.1) 再从洗瓶中挤出少量水淋洗烧杯及玻璃棒 2~3 次 并将每次淋洗的水注入容量瓶中 最后 加水到标线处。但需注意 当液面将接近标线时，应使用滴管小心地逐滴将水加到标线处(注意：观察时视线、弯月液面最低处与标线均应在同一水平面上)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 以保证瓶内溶液浓度上下各部分均匀。瓶塞是磨口的 不能张冠李戴，一般可用橡皮圈系在瓶颈上。

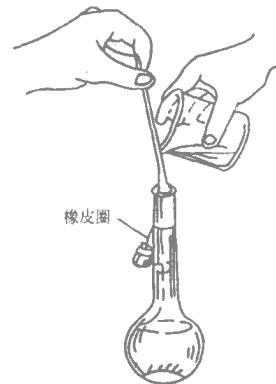


图 1.4.1 将溶液沿玻璃棒注入容量瓶中

1.4.2 滴定管

滴定管是滴定时准确测量溶液体积的容器，分酸式和碱式两种(如图 1.4.2)。酸式滴定管的下端有一玻璃旋塞(如何保护?)开启旋塞，酸液即自管内滴出。它使用较多，通常用来装酸性溶液或氧化性溶液 但不适用于装碱性溶液 为什么?)

碱式滴定管的下端用橡皮管连接一个带尖嘴的小玻璃管。橡皮管内装有一个玻璃圆球，代替玻璃旋塞，以控制溶液的流出。碱式滴定管主要用来装碱性溶液。

滴定管的使用方法如下：

(1) 检查 使用前应检查酸管的活塞是否配合紧密 碱管的橡胶管是否老化 玻璃圆球大小是否合适 如不合要求 就应更换处理 然后再检查是否漏液。对于酸管 关闭其活塞 注满自来水 直立静置 2 min，仔细观察有无水滴漏下 特别要注意是否有水从活塞缝隙处渗出 然后

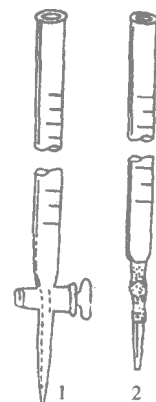


图 1.4.2 滴定管的种类

1——酸式滴定管；
2——碱式滴定管

将活塞旋转 180° 再直立观察 2 min。对于碱管 只要装满水 直立观察 2 min 即可。

若碱管漏液 可能是玻璃珠过小 或胶管老化 弹性不好 应根据具体情况更换处理。然后再检查 直到不漏液为止。若酸管漏液或旋塞转动不灵 则应给旋塞涂油。方法是将酸管平放于桌上 取下旋塞 用碎片滤纸把旋塞和塞槽内壁擦干 然后分别在旋塞粗端 离塞孔 3 mm 处 及塞槽细端的内壁 也要离塞孔位置约 3 mm 处 涂一薄层凡士林 涂多了或少了 会怎么样? 涂好后再将旋塞安装上 转动 使凡士林油均匀地分布在磨口上。再检查是否漏水 如不漏水 即可进行洗涤。

(2) 润洗、装液和排气泡 将滴定管洗净后 在往滴定管装滴定溶液之前 应用该溶液润洗滴定管 2~3 次, 以除去滴定管内残留的水, 确保滴定溶液装入滴定管后浓度不发生变化。润洗时每次加入的滴定液约为 10 ml。

滴定液应直接由贮液试剂瓶倒入滴定管, 而不得借用任何别的中转工具 如烧杯、漏斗等 以免造成浓度改变或污染。滴定液加满后, 应先检查滴定管尖嘴内有无气泡 若有 应予排除 否则将影响滴定体积的准确测量。排除气泡的方法是将酸式滴定管活塞打开, 利用激流将气泡冲出。碱式滴定管 可将橡皮管稍向上弯曲 挤压玻璃球 使溶液从玻璃球和橡皮管之间的隙缝中流出 气泡即被逐出 如图 1.4.3, 然后将多余的溶液滴出 使管内液面处在“0.00”刻度以下或略低处。



图 1.4.3 碱式滴定管逐气泡法

(3) 滴定管的读数 滴定管液面位置的准确读出, 需掌握好两点: 一是读数时滴定管要保持垂直。通常可将滴定管从滴定管夹上取下, 用右手拇指和食指拿住管身上部无刻度的地方 让其自然下垂时读数; 二是读数时 眼睛的视线应与液面处于同一水平线, 然后读取与弯月面相切的刻度, 例如,

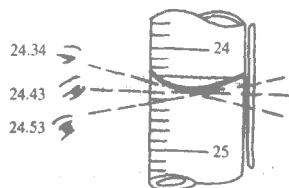


图 1.4.4 刻度的读取

图 1.4.4 所示的读数应记作 24.43 不能误读为 24.34 或 24.53, 也不能简化为 24.4。

读数时对无色或浅色溶液应读出滴定管内液面弯月面最低处的位置 对深色溶液 (如高锰酸钾溶液、碘液) 由于弯月面不清晰 可读取液面最高点的位置。读数应估计到小数点后面第二位数。为帮助读数 可使用读数衬卡 它是用贴有黑纸条或涂有黑色长方形 (约 $3\text{ cm} \times 1.5\text{ cm}$) 的白纸制成。读数时 手持读数衬卡放在滴定管背后 使黑色部分在弯月面下约 1 mm 处。此时, 弯月面反射成黑色, 读此黑色弯月面的最低点即可。此外还应注意, 读数时要待液位稳定不再变化后再读 (装液或放液后 必须静置 30 s 后再读数) 同时滴定管尖嘴处不应留有液滴 尖管内不应留有气泡。

(4) 滴定操作 将滴定管垂直地固定在滴定管夹上。操作酸管时 活塞柄在左方 由左手拇指、食指和中指配合动作 控制活塞转动 无名指和小指向手心弯曲 轻贴于尖嘴管 如图 1.4.5 所示 旋转活塞时要轻轻向手心用力, 以免活塞松动而漏液。操作碱管时, 用左手拇指和食指在玻璃珠的右边稍上沿处挤压乳胶管, 使玻璃珠与乳胶管间形成一条缝隙, 溶液即可流出, 但不要挤压玻璃珠下方的乳胶管 否则 气泡会进入玻璃嘴。

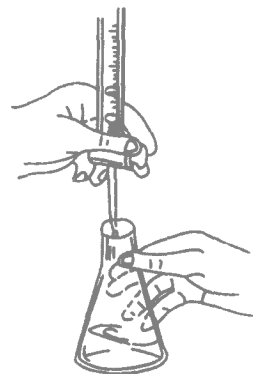


图 1.4.5 滴定

滴定操作可以在锥形瓶或烧杯中进行，但一般都在锥形瓶中进行。用右手拇指、食指和中指持锥形瓶颈部，瓶底离滴定台面 2~3 cm，滴定管嘴伸入瓶口内约 1 cm，利用手腕的转动使锥形瓶旋转。左手按上述方法操作滴定管，使之一边滴加溶液一边转动锥形瓶。

滴定过程中，要注意观察滴落点周围溶液颜色的变化，以便控制溶液的滴速。一般在滴定开始时，可以采用滴速较快的连续式滴加（约 2 滴/s，溶液不能成线流下）。接近终点时，则应逐滴滴入，每滴一滴都要将溶液摇匀，并注意是否到达终点的颜色突变。最后还应能够控制到所滴下的液滴为半滴，甚至是 1/4 滴，即溶液在滴定管尖悬而不落，用锥形瓶内壁沾下悬挂的液滴，再用洗瓶吹出少量蒸馏水冲洗内壁，摇匀，如此重复，直至终点为止。由于滴定过程中溶液因锥形瓶旋转搅动会附到锥形瓶内壁的上部，故在接近终点时，要用洗瓶吹出少量蒸馏水冲洗锥形瓶内壁，然后再继续滴定至终点。

(5) 滴定结束后滴定管的处理 滴定结束后，管内剩余滴定液应倒入废液桶或回收瓶，而不能倒回原试剂瓶，然后用水洗净滴定管。如还需要用，则可用蒸馏水充满滴定管后垂夹在滴定管夹上，下嘴口距滴定台面 1~2 cm，并用滴定管帽盖住管口。如滴定完后不再使用，则洗净后应在酸管旋塞与塞槽之间夹一纸片（为什么？）然后保存备用。

1.4.3 移液管

用移液管移取液体的操作方法是把移液管的尖端部分伸入液面下约 1 cm 处，不可伸入太浅或太深（为什么？）用洗耳球把液体慢慢地吸入管中，待溶液上升到标线以上约 2 cm 处，立即用食指（不要用大拇指）按住管口。

将移液管持直并移出液面（见图 1.4.6(a) 微微移动食指或用大拇指和中指轻轻转动移液管，使管内液体的弯月面慢慢下降到标线处，注意视线、液面、标线均应在同一水平面上）即压紧管口（图 1.4.6(b)）。若管尖挂有液滴，可使管尖与容器内壁接触使液滴落下。再把移液管移入另一容器（如锥形瓶）中，并使管尖与容器壁接触。放开食指，让液体自由流出（图 1.4.6(c)），待管内液体不再流出后，稍停片刻（约十几秒）再把移液管拿开，此时遗留在管内的液滴不必吹出，因移液管的容量只计算自由流出液体的体积，刻制标线时已把留在管内的液滴考虑在内了。

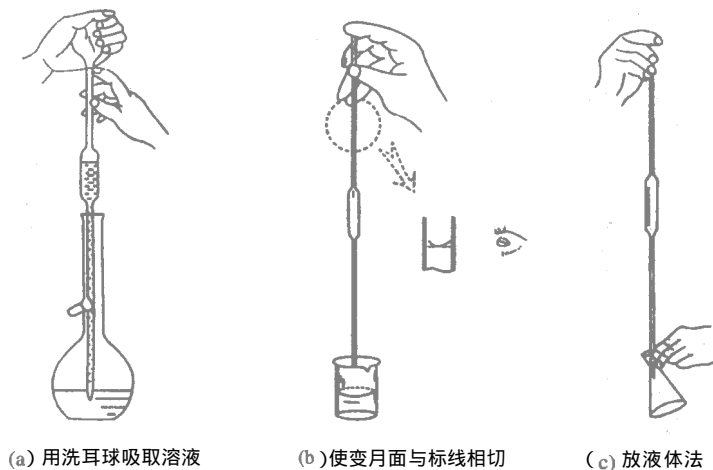


图 1.4.6 移液管的使用方法

移液管在使用前的洗涤方法与滴定管相仿，除分别用洗涤液、水及去离子水洗涤外，还需用少量要移取的液体洗涤，可先慢慢地吸入少量洗涤的水或液体至移液管中，用食指按住管口，然后将移液管平持，松开食指，转动移液管，使洗涤的水或液体与管口以下的内壁充分接触。再将移液管持直，让洗涤水或液体流出，如此反复洗涤数次。

用移液管吸取有毒或有恶臭的液体时必须用配有洗耳球或其他装置的移液管。

此外 为了精确地移取少量的不同体积 如 1.00 ml、2.00 ml、5.00 ml 等 的液体 也常用标有精细刻度的吸量管。吸量管的使用方法与移液管相仿。

1.5 液体和固体的分离

液体与固体的分离有以下 3 种方法。

1.5.1 倾泻法

当沉淀的相对密度较大或晶体颗粒较大，静置后能较快沉降的，常用倾泻法分离和洗涤沉淀。

如图 1.5.1 将沉淀上部的清液缓慢倾入另一容器中 然后在盛沉淀的容器中加入少量洗涤液（如蒸馏水），充分搅拌后静置沉降 倾去洗涤液。重复操作 2~3 次即可将沉淀洗净。

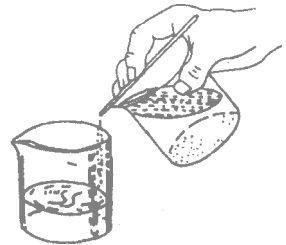


图 1.5.1 倾泻法

1.5.2 过滤法

分离沉淀与溶液的最常用方法是过滤法。过滤时 沉淀留在过滤器 漏斗 的滤纸上 溶液则通过滤纸流入另一容器中，所得的溶液称为滤液。

常用的过滤方法有常压过滤、减压过滤和热过滤 3 种。

(1) 常压过滤 它是在常压下用普通玻璃漏斗过滤的方法。当沉淀物为胶状或微细晶体时 用此法过滤较好。

过滤时 先取正方形滤纸一张 将滤纸折叠成 4 层并剪成扇形（滤纸的边缘比漏斗边缘应低 0.1~1 cm），把滤纸展开成圆锥形，用食指把滤纸按在玻璃漏斗的内壁上。标准漏斗内角为 60° 若漏斗角度大于或小于 60° ，应适当改变滤纸折叠角度，使滤纸与漏斗内壁恰好贴紧。取出滤纸 从 3 层滤纸一边撕去后两层的一小角（图 1.5.2）然后将滤纸放入漏斗中。用水润湿滤纸，使其紧贴于漏斗的内壁。



图 1.5.2 滤纸的折叠

将放好滤纸的漏斗置于漏斗架上，调节漏斗架高度，使漏斗尖嘴靠在收集滤液的容器内壁，以加快过滤速度，并避免滤液溅出。

用倾泻法先使溶液沿玻璃棒在 3 层滤纸一侧缓缓流入漏斗中，注意液面高度应低于滤纸边沿 1~2 cm，然后再转移沉淀。如需要洗涤沉淀，可在溶液转移后，往盛沉淀的容器中加入少量洗涤液，充分搅拌，待沉淀沉降后按倾泻法倾出洗涤。如此洗涤沉淀 2~3 次，最后将沉淀连同洗涤液一起转移至滤纸上（图 1.5.3）。

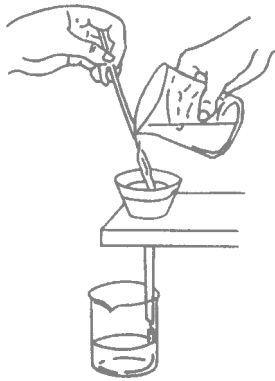


图 1.5.3 常压过滤

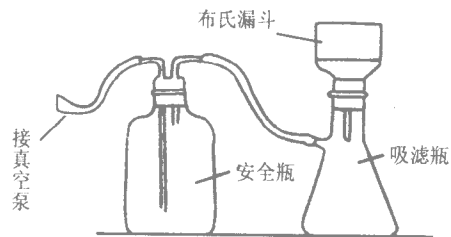


图 1.5.4 减压过滤装置

(2) 减压过滤 为了加速过滤，常采用布氏漏斗减压过滤的方法。减压过滤装置如图 1.5.4 所示。它是由布氏漏斗、吸滤瓶、安全瓶和抽滤泵等组成的。其中抽滤泵可以抽走空气，使吸滤瓶中减压，从而大大提高过滤速度。我们实验室所用的抽滤泵是一种循环水式多用真空泵，其结构如图 1.5.5 所示。在进行减压过滤时，先把减压过滤装置中安全瓶出口与真空泵抽气管接口 6 之一用橡皮管连接，接通电源，打开电源开关 3，指示灯 2 发亮，电动机 1 转动，带动循环水使抽滤瓶内压力逐渐降低，以达到减压过滤的作用。抽滤完毕，通常先拨开吸滤瓶与安全瓶相连的橡皮管，也可以拔布氏漏斗塞子，然后再关电源开关 3，否则，循环水倒灌。有安全瓶就可以防止吸滤瓶内滤液受污染，若没有装安全瓶，循环水倒灌会污染吸滤瓶内的滤液。

如果过滤的固-液体系具有强酸性或强氧化性，为避免溶液和滤纸作用，可采用玻璃砂漏斗（图 1.5.6）代替布氏漏斗。

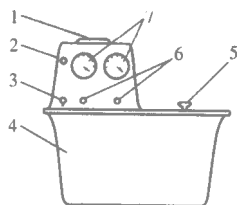


图 1.5.5 循环水式多用真空泵

1—电动机；2—指示灯；3—电源开关；4—水箱；
5—水箱盖；6—抽气管接口；7—真空表



图 1.5.6 玻璃砂漏斗

玻璃砂漏斗的过滤作用是通过熔接在漏斗中部的具有微孔的烧结玻璃进行的，其操作与减压过滤操作相同。

玻璃砂漏斗不适用于过滤碱性较强的溶液。

(3) 热过滤 如果某些溶质在温度降低时易析出晶体，而又不希望它在过滤中析出时，则应采用热过滤法过滤。

常压热过滤的漏斗由铜质夹套和普通玻璃漏斗（漏斗颈的外露部分宜短）组成（图 1.5.7）。夹套内注入水，过滤前先加热铜夹套，待套内水温升到所需温度时趁热过滤。操作与常压过滤相同。

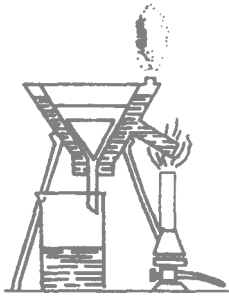


图 1.5.7 热过滤



图 1.5.8 电动离心机

1.5.3 离心分离法

少量沉淀与溶液的分离可用离心分离法 常用的离心机是电动离心机（图 1.5.8）。

离心分离法，是将装有待分离的沉淀和溶液的离心试管，放入离心机内高速旋转，在离心力作用下，沉淀移至试管底部，上层为清液。

操作时，离心试管应放在离心机内对称位置上，以保证离心机旋转时平衡稳定 停机后应任其自然减速停止转动。

离心沉降后，用滴管轻轻吸出上层清液。用滴管吸清液时，应先用手在外面挤压滴管的橡皮帽，排除其中空气后，再伸入试管清液处吸取，试管中即为分离的沉淀。洗涤沉淀时，先往盛沉淀的离心试管中加入适量的洗涤液，用尖头棒充分搅拌后，再进行离心沉降 用滴管吸出上层洗涤液 如此反复洗涤 2~3 次即可（图 1.5.9）。

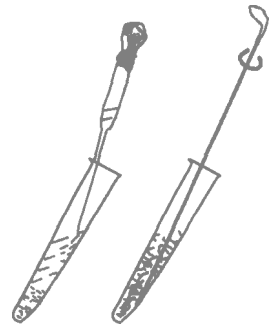


图 1.5.9 吸出溶液和洗涤沉淀

1.6 作图技术

实验中得到的大量数据，可以用列表法、作图法和方程式法表示出来，下面仅就作图法作一简单介绍。

利用图形表达实验结果，能直接显示出数据的特点、数据变化的规律，并能利用图形作进一步的处理 求得斜率、截距、内插值、外推值、切线等。因此 利用实验数据正确地作出图形是十分重要的。

作图时的注意事项有以下四个方面：

1.6.1 坐标纸、比例尺要选择适当

用直角坐标纸时，常以自变量为横坐标。横、纵坐标的读数不一定从 0 开始 坐标轴旁应注明所代表变量的名称及单位。

坐标轴上比例尺的选择极为重要。选择时要注意：

- (1) 最好能表示全部有效数字，这样由图形所求出的斜率、截距等物理量的准确度与测量的准确度相一致。
- (2) 每一格所对应的数值应便于计算，便于迅速读数。
- (3) 要能使数据的点分散开，占满纸面，使全图布局匀称，而不要使图很小，只偏于一角。
- (4) 如所作图形为直线，则所取坐标比例尺的大小应使直线与横坐标的夹角在 45° 左右，角度勿太大或太小。

用“醋酸在不同物质的量浓度 c 时的 pH 值”数据（见表 1）作图为例加以说明。我们已知在 HAc 的电离达到平衡时 $c(\text{H}^+) = \sqrt{Kc}$ ，对此式取负对数 则得 $\text{pH} = -\frac{1}{2}\lg K - \frac{1}{2}\lg c$ 。显然这是直线方程 $-\frac{1}{2}\lg K$ 为截距。选用直角坐标纸，以 $\lg c$ 为横坐标，pH 值为纵坐标作图（见图 1.6.1）。图中横坐标每格（即 1 cm）表示 0.20 纵坐标每格表示 0.20 pH 值。这样能使数据分散开 占满图纸 使全图布局匀称。由于测定 pH 仪器的精确度为 ± 0.02 pH 测得的 pH 可读到小数点后两位，即纵坐标的读数是三位有效数字；横坐标的有效数字位数，由 HAc 的物质的量浓度的有效数字位数来定。由于坐标都能表示出全部有效数字，因此从图形所求的 K 值的精确度与测量的精确度相一致。

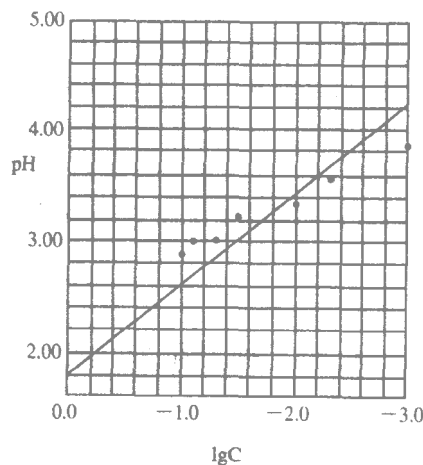


图 1.6.1 HAc 的 pH - lg c 图

表 1 HAc 在不同浓度时的 pH 值(25℃)

HAc 浓度(c) mol · L ⁻¹	0.001 0	0.005 0	0.010	0.030	0.050	0.080	0.10
lg c	-3.00	-2.30	-2.00	-1.52	-1.30	-1.10	-1.00
pH 值	3.91	3.57	3.38	3.23	3.03	2.96	2.87

1.6.2 点要标清楚

测得的数据在图上画出的点应该用符号 ⊙、×、□、△、○ 等标示清楚。这样作出曲线后，各点位置仍很清楚，决不可只点一小点“·”以免作出曲线后看不出各数据的位置。

1.6.3 连接曲线 直线 要平滑

根据实验数据标出各点后 即可连成曲线 或直线) 曲线 或直线 不必通过所有各点 只要使各点均匀地分布在曲线两侧即可。如有的点偏离太大，则连线时可不考虑。总之应连成一条曲线或一条直线不可画成折线，描线方法见图 1.6.2。

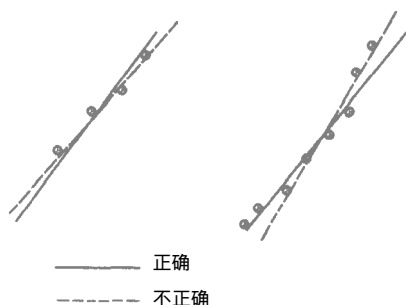


图 1.6.2 描线方法

1.6.4 求直线的斜率时 要从线上取点

对直线 $Y = mX + b$ 其斜率 $m = \frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1}$ ，将两个点 (x_1, y_1) (x_2, y_2) 的坐标值代入即可算出。为了减小误差 所取两点不宜相隔太近。特别应注意的是 所取之点必须在线上 不能取实验中的两组数据代入计算（除非这两组数据代表的点恰在线上且相距足够远）。计算时应注意是两点坐标差之比 不是纵、横坐标线段长度之比 因为纵横坐标的比例尺可能不同 以线段长度求斜率，很可能导出错误结果。

1.7 实验报告格式示例

1.7.1 滴定分析与重量分析示例

NaOH 标准溶液浓度标定

××年×月×日

- 一、实验目的
- 二、实验原理
- 三、实验方法