

高等学校基础化学实验丛书

无机化学实验

Inorganic Chemistry Experiment

王华林 翟林峰 编

合肥工业大学出版社

内 容 提 要

本书共分三章:第一章,绪论;第二章,无机化学中的基本操作与数据处理;第三章,实验内容。全书共编入 19 个实验。

书末附有一些常用数据表和相关仪器介绍。

本书可用作高校应用化学、高分子材料科学与工程、化学工程与工艺、制药工程、生物工程、生物技术、食品科学与工程、无机非金属材料等专业无机化学实验课的教材,也可作为有关科研人员的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/王华林,翟林峰编. —合肥:合肥工业大学出版社,2004.4

ISBN 7-81093-063-X

I. 无… II. ①王…②翟… 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(2004)第 026038 号

无 机 化 学 实 验 王 华 林 翟 林 峰 编

出 版 合肥工业大学出版社

地 址 合肥市屯溪路 193 号

电 话 总编室:0551-2903038 发行部:0551-2903198

版 次 2004 年 4 月第 1 版 2004 年 4 月第 1 次印刷

开 本 787×1092 1/16 印 张 7.125

字 数 200 千字

发 行 全国新华书店

印 刷 合肥现代印务有限公司

邮 编 230009

网 址: www.hfutpress.com.cn E-mail:press@hfutpress.com.cn

ISBN 7-81093-063-X/O·11

定价:10.00 元

如果有影响阅读的印装质量问题,请与出版社发行部联系调换

前 言

无机化学实验是化学学科的一个重要实践性环节,其主要任务是通过实验教学,加深对无机化学中的基础理论、无机化合物性质和反应性能的理解,熟悉无机化合物的一般分离和制备方法,掌握无机化学的基本实验方法和操作技能,培养学生的科学认识能力和科学研究能力。目的是帮助学生学会从事化学实验的基本技能,巩固与扩大课堂所获取的化学知识,培养思考、分析、判断、比较、推理和综合概括的能力。

本书根据教学大纲的基本要求,共编入十九个不同类型的实验,供不同专业学生选用。充分体现实验教学的目的,强调对学生的素质培养。实验中增添了一些我们长期的科研成果。为适应现代科学技术的发展,实验中使用目前国内比较先进的仪器,提高了实验的水平和质量。

本书由王华林、翟林峰编写。杭国培、胡晓霞、蒋晓芬等同志也参与了部分实验的编写工作。

本书的编写出版得到了合肥工业大学及有关部门的大力支持和帮助。史铁钧教授对书稿进行了详细审查,并提出了很多宝贵的修改意见,在此表示由衷的感谢。

编写本书时参考的其他教材内容,编者在此谨表崇高的谢意。

限于编者水平,错漏之处在所难免,恳望读者和同行不吝赐教,以便今后不断完善。

编 者

2004 年 4 月

目 录

第 1 章 绪论	(1)
实验目的	(1)
实验方法	(1)
实验室规则	(2)
实验室安全	(2)
无机化学实验中的常用仪器	(3)
第 2 章 无机化学实验中的基本操作与数据处理	(6)
基本操作	(6)
误差与数据处理	(18)
第 3 章 实验内容	(23)
实验一 氯化钠的提纯	(23)
实验二 化学反应速率与活化能	(25)
实验三 溶液的 pH 值	(28)
实验四 沉淀反应	(31)
实验五 氧化还原反应与电化学	(33)
实验六 配位化合物	(36)
实验七 卤素	(39)
实验八 氮 磷 锑 铋	(42)
实验九 铬和锰	(46)
实验十 铁 钴 镍	(49)
实验十一 硫酸铜的制备	(52)
实验十二 硫酸亚铁铵的制备	(55)
实验十三 软锰矿制备 KMnO_4	(57)
实验十四 配合物的制备及其组成分析	(59)
实验十五 无机耐高温特种涂层的制备	(65)
实验十六 Fe 基 Al_2O_3 弥散型复合微粉的制备	(67)
实验十七 磷酸盐型无机粘接剂的制备	(69)
实验十八 常见阳离子的分离和鉴定	(71)
实验十九 常见阴离子的分离和鉴定	(78)
附 录	(82)
附录一 PHS-3C 型酸度计	(82)
附录二 DDS-11D 型电导率仪	(87)
附录三 72 型可见分光光度计	(91)

附表一	实验室常用酸碱浓度	(93)
附表二	一些弱电解质在水中的电离平衡常数	(94)
附表三	25 °C 时一些难溶电解质在水中的溶度积常数	(95)
附表四	某些配离子的不稳定常数	(97)
附表五	某些离子和化合物的颜色	(100)
附表六	某些重要无机化合物的溶解度(g/100 cm ³ 水)	(103)
附表七	某些试剂的配制方法	(106)
参考文献	(108)

第 1 章 绪 论

实验目的

化学实验既是一门基础学科的物质认知性实验,同时又是一门以基本操作为主的技能训练性实验,对培养学生的综合素质和创新能力具有重要的意义。无机化学主要任务是通过实验教学,加深对无机化学中的基础理论、无机化合物性质和反应性能的理解,熟悉无机化合物的一般分离和制备方法,掌握无机化学的基本实验方法和操作技能,培养学生的科学认识能力和科学研究能力。

实验方法

一、预习

为了使实验获得良好的效果,实验前必须进行预习。

1. 阅读实验教材和教科书的有关内容。
2. 明确实验目的。
3. 了解实验的内容、步骤、操作过程和实验时应注意的事项。
4. 写好预习笔记,可以用自己的语言,包括各种符号,最简练地写出实验内容和注意事项,以便能够迅速、准确地完成实验。

二、实验

根据实验笔记进行操作,并做到:

1. 认真操作,细心观察,及时、如实地做好详细记录。
2. 如果发现实验现象和理论事实不符合,应尊重实验事实,并认真分析和检查其原因,必要时可重做实验加以验证。
3. 实验时要勤于思考,仔细分析,力争自己解决问题,但遇到疑难问题而自己难以解决时,可提请教师指点。
4. 在实验过程中应保持肃静,遵守实验室工作规则。

三、实验报告

实验做完后应对实验现象进行解释并做出结论,或根据实验数据进行处理和计算,独立完成实验报告,交指导教师审阅。

实验报告应写得简明扼要,整齐清洁,并尽量用简图、表格、化学式、符号等表示。

实验室规则

1. 实验前一定要做好预习和实验准备工作,检查实验所需的药品、仪器是否齐全。未经教师同意,不得拿用其他位置上的药品和仪器。

2. 实验时保持肃静,集中思想,认真操作,仔细观察,如实记录,积极思考。

3. 实验时应保持实验室和桌面清洁整齐,废纸、火柴梗、废液、金属屑等应投入废纸篓或废液缸内,切勿倒入水槽,以防堵塞或锈蚀下水道。

4. 爱护公共财物,小心使用仪器和实验设备,注意节约水、电;使用精密仪器,需谨慎细致。如发现仪器有故障,应立即停止使用,及时报告指导教师。

5. 按规定的量取用药品,自瓶中取出药品后,不应将药品倒回原瓶中,以免带入杂质。取用药品后,应立即盖上瓶塞,放在指定地方的药品不得擅自拿走。

6. 使用试剂时,应注意:

(1) 按量取用,注意节约;

(2) 取固体试剂时,应避免使其落在容器外;

(3) 公用试剂用后应放回原处,不得擅自拿走;

(4) 试剂瓶的滴管、瓶塞是配套使用的,用后立即放回原处。

7. 实验完毕,洗净仪器,放回原处,整理桌面,经指导教师检查合格后离开教室。

8. 值日生负责整理药品、试剂,打扫实验室卫生,检查实验室安全(水、电、门窗等)。

9. 发生意外事故应保持镇静,不要惊慌失措。遇有烧伤、烫伤、割伤时应及时报告教师,以便进行相应的急救和治疗。

实验室安全

一、实验室安全守则

1. 不要用湿手、物接触电源。水、电一旦使用完毕,就应立即关闭。

2. 严禁在实验室内饮食、吸烟或把餐具带进实验室。实验完毕,必须洗净双手。

3. 绝对不允许随意混合各种化学药品,以免发生意外事故。

4. 不要俯向容器去嗅放出的气体,应用手轻拂气体,煽向自己后再嗅。会产生有刺激性

或有毒气体的实验,应在通风橱内或通风处进行。

5. 加热试管时,不要将试管口对着自己或别人,也不要俯视正在加热的液体,以免液体溅出伤人。

6. 有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物,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道。

7. 钾、钠和白磷等暴露在空气中易燃烧,因此钾、钠保存在煤油中,白磷则保存在水中,取用它们时要用镊子。一些有机溶剂极易引燃,使用时必须远离明火,用毕立即盖紧瓶塞。

8. 稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢注入水中,并不断搅拌,切勿将水倒入浓硫酸中,以免液体溅出伤人。

二、实验室事故的处理

1. 割伤:伤处不能用手抚摸,也不能用水洗涤。应先把碎玻璃等杂物从伤处挑出。轻伤可涂些紫药水,必要时撒些消炎粉或敷些消炎膏,用绷带包扎。

2. 烫伤:不要用冷水洗涤伤处。伤处皮肤未破时可涂搽饱和 NaHCO_3 溶液或用 NaHCO_3 粉调成糊状敷于伤处,也可涂橄榄油或烫伤膏;如果伤处皮肤已破,可涂紫药水或 10% KMnO_4 溶液。

3. 受酸腐蚀:先用大量水冲洗,再用饱和 NaHCO_3 溶液洗,最后再用水冲洗。如果酸溅入眼内,用大量水冲洗后,应立即送医院诊治。

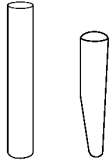
4. 受碱腐蚀:先用大量水冲洗,再用 2% 醋酸溶液或饱和硼酸溶液清洗,最后用水冲洗。如果碱溅入眼中,用硼酸溶液清洗。

5. 吸入刺激性气体:吸入氯气、氯化氢气体,可吸入少量酒精或乙醚的混合蒸气解毒;吸入硫化氢或一氧化碳气体,应立即到室外呼吸新鲜空气。注意:氯、溴中毒,不可进行人工呼吸;一氧化碳中毒不可使用兴奋剂。


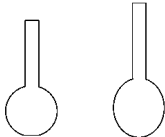
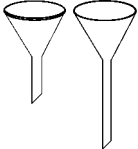
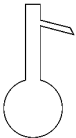
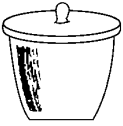

6. 触电:首先应切断电源,必要时再进行人工呼吸。

7. 起火:小火可以用湿布或沙土等扑灭;如火势较大可使用灭火器,但电器设备引起的火灾,只能用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火,不能使用泡沫灭火器,以免触电。伤势较重者,应立即送往医院。

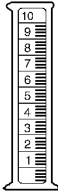

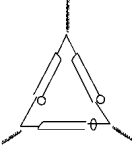

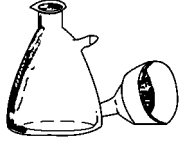
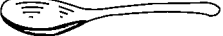
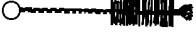
无机化学实验中的常用仪器

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 <p>试管</p>	<p>试管多数以容积 (cm^3) 表示。</p> <p>试管可分为普通试管、离心试管。</p>	<p>用作少量试剂的反应容器,便于操作和观察。</p> <p>离心试管还可用于定性分析中的沉淀分离。</p>	<p>可直接用火加热,加热后不能骤冷。</p>

续表

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 <p>蒸发皿</p>	蒸发皿可分瓷、石英、铂等材质。有有柄和无柄两种,以容积(cm^3)表示,如:100、125等;或以口径(mm)表示。如:80、95等。	蒸发液体用。随液体性质的不同可选用不同材质的蒸发皿。	能耐高温,但不宜骤冷。蒸发溶液时,一般放在石棉网上加热。
 <p>平底烧瓶 圆底烧瓶</p>	以容积(cm^3)大小表示,如100、250、500等。 外形有圆底和平底之分。	烧瓶常用作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。使用时先将外壁水擦干。
 <p>普通漏斗 长颈漏斗</p>	以口径大小(mm)表示,如30、40、60等。 类型有普通漏斗、长颈漏斗。	主要用于过滤等操作。长颈漏斗特别适用于定量分析中的过滤操作。	不能用火直接加热。
 <p>蒸馏烧瓶</p>	以容积(cm^3)大小表示,如250、500、1000等。	蒸馏烧瓶用于液体蒸馏,也可用于少量气体发生。	加热时应放置在石棉网上,使受热均匀。使用时先将外壁水擦干。
 <p>烧杯</p>	以容积(cm^3)大小表示,如25、50、100、150、200、250、400等。 外形有低型烧杯、高型烧杯和三角烧杯。	用作盛放试剂和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。杯内的待加热液体不要超过总体积的 $2/3$ 。加热腐蚀性液体时杯口应盖表面皿。
 <p>坩埚</p>	可分为瓷、石英、铁、银等材质。 以容积(cm^3)表示,如15、20、30、50等。	常用于重量分析中灼烧沉淀。	可直接用或灼烧至高温。灼烧的坩埚不要直接放在桌上,也不宜骤冷。
 <p>表面皿</p>	以口径(mm)大小表示,如:90、70、60等。	主要用作烧杯的盖,也可在分析实验中作气室或点滴反应板用。	不能用火直接加热。

续表

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 量筒	以所能量度的最大容积(cm^3)表示。如 5、10、25、50、100 等。	用于量取一定体积的液体。	不能加热,不能用作反应容器。
 锥型瓶	锥型瓶分有塞、无塞、广口、细口几种,以容积(cm^3)大小表示。如 50、100、150、200 等。	反应容器,振荡很方便,适用于滴定操作。	加热时应放置在石棉网上,使受热均匀。使用时先将外壁水擦干。
 泥三角	由铁丝弯成,套有瓷管,有大小之分。	用于灼烧坩埚时放置坩埚,使用时放置于铁圈上或三脚架上。	使用前应检查铁丝是否断裂,如发现断裂就不能使用。 防止摔落击碎。
 研钵	以口径大小表示。有瓷、玻璃、玛瑙或铁等材质。	用于研磨固体物质。按固体的性质和硬度选用不同的研钵。	不能用火直接加热。
 吸虑瓶 布氏漏斗	布氏漏斗为瓷质,以容积(cm^3)或口径大小表示。吸虑瓶以容积大小表示。	两者配套能用于无机制备中晶体或沉淀的减压过滤。利用水泵或真空泵吸虑瓶中压力来加速过滤。	滤纸要略小于漏斗的内径。先开水泵,后过滤。过滤完后,先分开水泵与吸虑瓶的连接处,后关水泵。
 药勺	由牛角、瓷或塑料制成,多为塑料制。	拿取固体药品用。药勺两端各有一个勺,一大一小,根据药量的大小分别选用。	取用一种药品后,必须洗净,并用滤纸擦干后,才能取用另一种药品。
 试管刷	以大小和用途表示。如试管刷、滴定管刷等。	洗刷玻璃仪器。	小心刷子顶端的铁丝撞破玻璃仪器。

第 2 章 无机化学实验中的 基本操作与数据处理

基本操作

一、玻璃仪器的洗涤和干燥

1. 玻璃仪器的洗涤

为了使实验得到正确的结果,实验仪器必须洗干净,一般方法如下:

(1) 在试管(或量筒)内倒入约占试管总量 1/3 的自来水,振荡片刻,倒掉,然后用少量蒸馏水漂洗一次(必需时可增加冲洗次数),试管才可用来做实验。

(2) 试管如用水冲洗不能洗干净时,可先用试管刷刷洗,再用自来水冲洗,最后用蒸馏水洗一两次,才可使用。

洗涤其他玻璃仪器,一般与上述方法相同,但对附有不溶于水的碱、碳酸盐、碱性氧化物,可先加 $6 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ HCl 溶解,再用水冲洗;对于口小、管细的仪器,可用少量王水(1 体积浓硝酸和 3 体积浓盐酸的混合液)刷洗。

此外,还可根据粘附在器壁上的某种物质的性质“对症下药”,采用适当的药品来处理,如:

粘附在器壁上的二氧化锰、氢氧化铁,用盐酸处理。

附在器壁上的硫磺用煮沸的石灰水清洗,反应方程式如下:



钡或银附在器壁上,用硝酸处理,难溶的银盐可以用硫代硫酸钠溶液洗涤。

硫酸钠或硫酸氢钠的固体残留在容器内,加水煮沸使它溶解,趁热倒出。

煤焦油污迹可用浓碱浸泡一段时间(约一天),再用水冲洗。

瓷研钵的洗涤:可取少量食盐放在研钵内研洗,倒去食盐,再用水洗。

蒸发皿和坩埚上的污迹可用浓硝酸或王水洗涂。

2. 仪器的干燥

(1) 加热烘干。洗净的仪器,把水倒尽后放在电烘箱内烘干或放在吹风干燥器上用热风吹干(温度控制在 105°C 左右)。放在烘箱内的仪器,口应朝上,以免水珠入烘箱而损坏电炉丝。木塞、橡皮塞不能与仪器一同干燥,玻璃塞虽可同时加入干燥,但应从仪器上取下来,放在一旁,否则烘干后容易卡住,取不下来。

烧杯、蒸发皿等也可置于石棉网上,用小火烤干(容器外壁的水应先烤干),试管则可直

接用火烤干,但试管口要向下倾斜,以免水珠倒流炸裂试管。火焰不能集中在一个部位,先从底部开始加热,慢慢移至试管口,反复数次,直到无水珠。然后再将管口朝上烤,把水汽烤尽。

(2) 晾干和冷风吹干。洗净的仪器如不急用,可放置干燥处,任其自然晾干。带有刻度的计量仪器或急用仪器可以采用有机溶剂法,即将易挥发的有机溶剂(酒精、丙酮等倒入已洗净的仪器中,倾斜并转动仪器,使仪器的水与有机溶剂互溶,然后倒出,再自然晾干或用冷风吹干)。

二、灯和电炉的使用

1. 酒精灯

酒精灯为玻璃制品,有一个带有磨口的玻璃帽(也有用塑料帽的),如图 1 所示。酒精易燃,使用时应特别注意安全,点燃酒精灯要用火柴,切不可用已燃的酒精灯去点燃,以免灯内的酒精泼出,引起燃烧而发生火警事故。

往酒精灯内添加酒精时,应先把火焰熄灭,然后借助于漏斗把酒精加入灯内,但注意灯内酒精只能装灯内总容量的 $2/3$ 。酒精灯不用时,立即盖上盖子,熄灭火焰,而不能用嘴去吹灭。

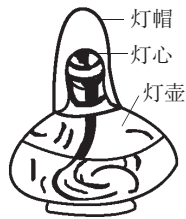


图 1 酒精灯的构造

2. 酒精喷灯

酒精喷灯为金属制品,有座式和挂式等多种。如图 2 所示,其中挂式酒精喷灯最为安全,它是常用的高温加热装置。挂式酒精喷灯由一个金属制的喷灯和酒精储罐两部分组成。使用时,先在灯管下部的预热盒上放满酒精,点燃,待盒内酒精烧至灼热时,打开开关,储罐中的酒精进入喷灯中。由于燃烧过程中灯管本身始终被加热,能使流入灯管的酒精汽化而维持燃烧。调节灯管旁的开关螺栓,可以控制火焰大小。用毕,向右旋紧开关,可使灯焰熄灭。

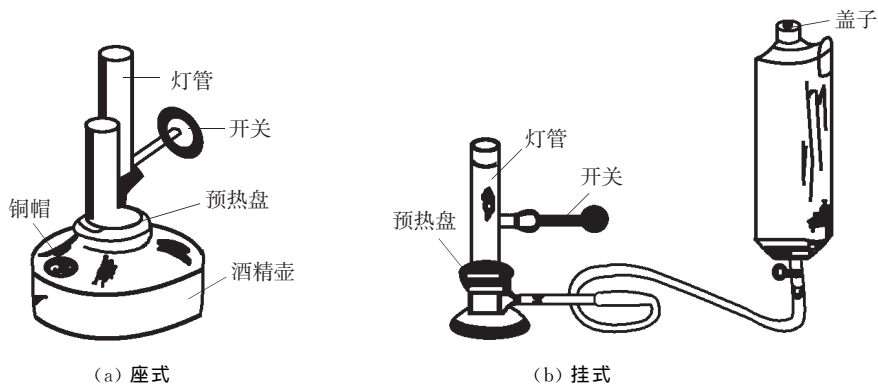


图 2 酒精喷灯的类型和构造

必须注意:(1) 在开启开关、点燃酒精灯以前,喷灯的灯管必须已烧至灼热,否则酒精在灯管内不能完全汽化,会有液态酒精从管口喷出,形成“火雨”,甚至引起火灾。因此开始时应将酒精储罐开关开小些,待火焰正常时,再根据需要调大;(2) 不用时,必须关好酒精储罐开关,以免酒精漏失,造成危险。

3. 电炉、马弗炉

电炉是一种用电热丝将电能转换为热能的装置,如图 3 所示。温度高低可以通过调电阻

来控制, 试用时容器和电炉之间要隔一块石棉网, 以保证受热均匀。电加热套的电热丝已用绝缘的玻璃纤维包裹, 能保证受热均匀。加热容器面积大, 能节省能量。



图 3 普通电炉和电热套

马弗炉是用电热丝或硅碳棒加热的密封炉子, 如图 4 所示。炉膛是用耐高温材料制成的, 呈长方体。一般电热丝使用的最高温度为 $950\text{ }^{\circ}\text{C}$, 硅碳棒为 $1300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。炉内温度是用热电偶和毫伏表组成的高温计测量, 并用控制器控制加热温度。当炉温升至所需温度时, 控制器就切断电源, 当炉温低于要求控制的温度时又把电源接通。使用马弗炉时, 待加热的物质都必须放在能耐高温的容器(如坩埚)中, 不能直接放在炉膛上, 同时不能超过最高允许温度。使用管式电炉时, 加热物体应放在瓷管或石英管中。

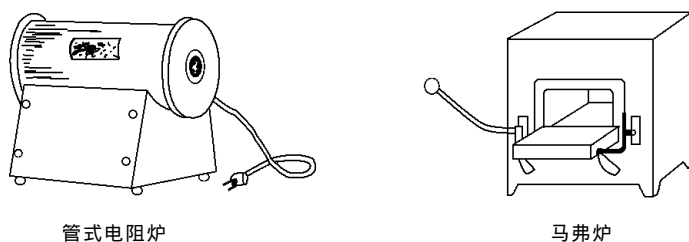


图 4 常用高温加热仪器

三、实验室的加热方法

1. 直接加热法

当试样盛在金属容器或坩埚中时, 可用水直接加热。在烧杯、烧瓶中加热试样时应将容器外壁的水擦干, 同时必须放在石棉网上(图 5), 否则, 容器容易因受热不均而破裂, 其中的试样也可能由于局部过热而分解。如试样为液体, 还应适时搅拌, 以防爆沸。

加热试管中的液体试样, 一般可直接在火焰上加热, 但须注意以下几点:

- (1) 应该用试管夹夹试管的中上部(微热时, 可用拇指、食指和中指夹持试管)。
- (2) 试管应稍微倾斜, 管口向上, 以免烧坏试管夹或烧伤手指。
- (3) 应使液体各部分受热均匀, 先加热液体中上部, 再慢慢往下移动, 同时不停地上下移动, 不要集中加热某一部分, 否则将使液体局部受热骤然产生蒸汽, 液体会被冲出管外。
- (4) 不要将试管口对着别人或自己, 以免溶液溅出时把人烫伤。

加热试管中的固体试样时, 必须使试管口稍微向下倾斜, 以免凝结在试管上的水珠流到灼热的管底而使试管炸裂。试管可用试管夹夹持起来加热, 有时也可用铁夹固定起来加热(图 6)。

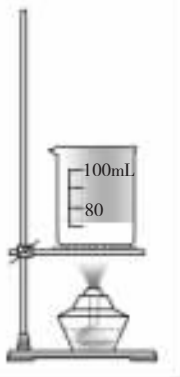


图 5 烧杯加热



图 6 加热试管中的固体

2. 水浴加热法

当要求被加热的物质均匀受热,温度不超过 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,可使用水浴锅加热。水浴锅盖是由大小不同的金属圈组成,以承受各种器皿。在蒸发皿中蒸发浓缩溶液时,一般利用蒸汽加热,如果加热的容器是锥形瓶、烧杯或试管等,可直接浸入水浴中,但不要触及底部。在一些实验中可方便地用盛水大烧杯代替水浴锅。应注意,水浴锅中的水量不能超过其总容量的 $2/3$,并应随时补加少量热水,防止把水烧干。

3. 油浴加热法

加热温度在 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上, $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下时,可用油浴。油浴的优点除了加热均匀外,其温度也容易控制在一定范围内。常用的油类有液体石蜡、棉子油、硬化油(如氢化棉子油)等。油浴中应悬挂温度计,以便控制温度。容器内试样的温度一般要比油浴温度低 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右。使用油浴时,要特别小心,防止着火。加热完毕后,把容器提出油液面,待附着在容器外壁上的油尽量流完后,用纸或干布把容器擦净。

4. 沙浴加热法

它是一个装有细沙的铁盘,被加热的容器的下面埋在沙中,一般用煤气灯加热,可加热到 $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

四、试剂的取用法

1. 液体试剂的取法

液体试剂通常盛在细口的试剂瓶中,见光易分解的试剂如硝酸银等,应盛在棕色瓶中。每个试剂瓶的瓶塞一般都是磨口的,最常用的是平顶瓶塞试剂瓶。

(1) 从平顶瓶塞试剂瓶中取用试剂的方法是:先取下瓶塞把它仰放在台上。用左手的大拇指、食指和中指拿住容器(如试管、量筒等),用右手拿起试剂瓶并注意使试剂瓶上的标签对着手心,倒出所需量的试剂,倒完后,应该将试剂瓶口在容器上靠一下,再使瓶子竖直,这样可以避免遗留在瓶口的试剂流到试剂瓶的外壁(图 7)。必须注意,倒完试剂后瓶塞立刻盖在原来试剂瓶上,把试剂瓶放回原处,并使瓶上的标签朝外。

(2) 从滴瓶中取少量试剂的方法:瓶上装有滴管的试剂瓶称为滴瓶,滴管上部装有橡皮头,下部为细长的管子。试用时,提起滴管,使管口离开滴面,用右手手指紧捏橡皮头,以赶出滴管中的空气,然后把滴管伸入试剂瓶中,放开手指,吸入试剂并滴入试管或烧杯中。

使用滴瓶时,必须注意下列几点:

(1) 将试剂滴入试管时,必须用无名指和中指夹住滴管,将它悬空地放在靠近试管的上方(图 8),然后用大拇指和食指钳紧橡皮头,使试剂滴入试管中,绝对禁止将滴管伸入试管中,否则,滴管的管端将很容易碰到试管壁上而粘附了其他溶液,如果再将此滴管放回试剂瓶中,则试剂将被污染,不能再使用。

(2) 滴瓶上的滴管只能专用,不能和其他滴瓶上的滴管互混。因此,用后应立刻将滴管插回原来的滴瓶中。

(3) 取用试剂时,不能将试剂瓶拿到自己面前,不能随便挪动试剂瓶在试剂架上的固定位置。

(4) 滴管从滴瓶上取出试剂后,应保持橡皮头在上,不要平放或斜放,以防滴管中的试剂流入橡皮头,腐蚀橡皮头,污染试剂。

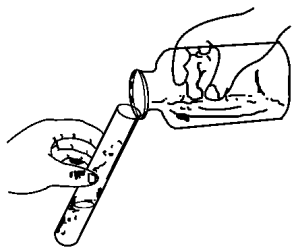


图 7 平顶瓶塞试剂瓶的操作法

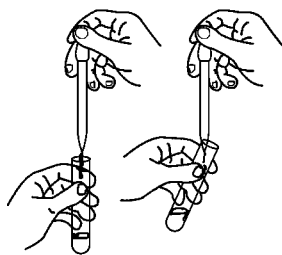


图 8 用滴管将试剂加入试管中

2. 固体试剂的取法

固体试剂常盛在磨口的小广口瓶中,根据试剂是否光照分解,分别装在棕色或白色的广口瓶中,并贴上标签以注明试剂名称。取用固体试剂时,每种试剂都配有专用钥匙。钥匙有塑料和牛角两种,两端为大小两个匙,取量多的用大匙,量小的用小匙,应根据实验时需用量多少采用不同匙端,不要多取。取出试剂后,一定要把瓶塞盖严(注意:不要盖错盖子),然后将试剂瓶放回原处。

五、沉淀的分离和洗涤

1. 普通过滤(常压过滤)和洗涤沉淀的方法

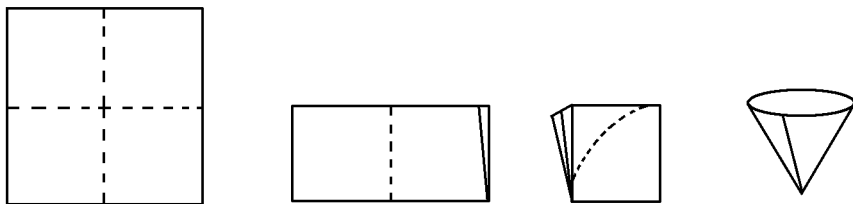


图 9 滤纸的折叠法

当溶液中有沉淀而又要把它与溶液分离时,常用过滤法。过滤前,先将滤纸按图 9 虚线的方向对折两次,然后用剪刀剪成扇形。如果滤纸是圆形的,只需将滤纸对折两次即可。把滤

纸打开成圆锥体,一边为三层,另一边为一层,放入玻璃漏斗中。滤纸放进漏斗后,其边沿应略低于漏斗的边沿(漏斗的角应该是 60° ,这样滤纸就可以完全贴在漏斗壁上,如果漏斗角度略大于或略小于 60° ,则应适当改变滤纸折叠的角度,使与漏斗角度相适应),用手按着滤纸,用洗瓶吹出少量蒸馏水把滤纸湿润,轻压滤纸四周,使其紧贴在漏斗上。

将贴有滤纸的漏斗放在漏斗架上,把清洁的烧杯放在漏斗管下面,并使漏斗与烧杯壁接触,这样滤液可顺着杯壁流下,不至于溅开。按图 10 所示,将溶液和沉淀沿着玻璃棒靠近三层滤纸这一边缓缓倒入漏斗中。溶液滤完后,用洗瓶吹出少量蒸馏水,洗涤烧杯和玻璃棒,再将此溶液倒入漏斗中。等溶液滤完后,用洗瓶吹出少量蒸馏水,冲洗滤纸和沉淀,过滤时必须注意,倒入漏斗中的液体,其液面应低于滤纸边缘 1 cm,切勿超过。

倾析法过滤:为了使过滤操作进行得较快,一般都采用“倾析法过滤”。其方法如下:过滤前,先让沉淀尽量沉降。过滤时,不要搅动沉淀,先将沉淀上面的清液小心地沿玻璃棒倒入滤纸上,待上层清液滤完后,再把沉淀转移到滤纸上,这样就不会因为滤纸小孔被沉淀堵塞而减慢过滤速度。最后,由洗瓶吹出少量蒸馏水,洗涤沉淀 1~2 次。

倾析法洗涤沉淀:有时为了充分洗涤沉淀,可采用“倾析法洗涤”(图 11)。先让烧杯中的沉淀沉降,然后将上层清液沿玻璃棒小心倾入另一容器或漏斗中,或将上层清液倾去,让沉淀留在烧杯中,由洗瓶吹入蒸馏水,并用玻璃棒充分搅动,然后让沉淀沉降。用上面同样的方法将清液倾出,让沉淀仍留在烧杯中,再由洗瓶吹入蒸馏水进行洗涤,这样重复数次。



图 10 过滤

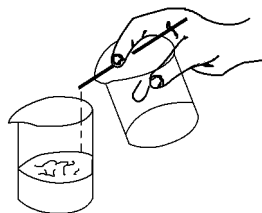


图 11 倾析法洗涤法

用倾析法洗涤沉淀的好处是:沉淀和洗涤液能很好地混合,杂质容易洗净,沉淀在烧杯中,只倾出上层清液过滤,滤纸的小孔不会被沉淀堵塞,洗涤液容易滤过,洗涤沉淀的速度较快。

2. 吸滤法过滤(减压法过滤或抽气法过滤)

为了加速过滤,常用吸滤法过滤。吸滤法装置如图 12 所示,它由吸滤瓶、布氏漏斗、安全瓶和水压真空抽气管(亦称水泵)组成,水泵一般是装在实验室中的自来水管上。

布氏漏斗是瓷质的,中间有许多小瓷孔,以便溶液通过滤纸从小孔流出。布氏漏斗必须装在橡皮塞上,橡皮塞的大小应和吸滤瓶的口径相配合,橡皮塞进吸滤瓶的部分一般不超过整个橡皮塞高度的 $1/2$ 。如果橡皮塞

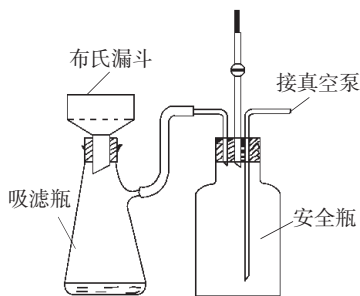


图 12 吸滤装置

过小而几乎能全部塞进吸滤瓶,则在吸滤时整个橡皮塞将被吸进吸滤瓶而不易取出。

吸滤瓶的支管用橡皮管和安全瓶的短管相连接,而安全瓶的长管则和水泵相连接,其中安全瓶的作用是防止水泵中的水产生溢流而倒灌入吸滤瓶中。这是因为在水泵中的水压有变动时,常会有水溢流出来。发生这种情况时,可将吸滤瓶拆开,将安全瓶中的水倒出,再重新把它们连接起来。如不要滤液,也可不用安全瓶。

吸滤操作,必须按照下列步骤进行:

(1) 做好吸滤前的准备工作,检查装置。

① 安全瓶的长管接水泵,短管接吸滤瓶;

② 布氏漏斗的颈口应与吸滤瓶的支管相对,便于吸滤。

(2) 贴好滤纸。滤纸的大小应剪得比布氏漏斗的内径略小,以能恰好盖住瓷板上的所有小孔为宜。先由洗瓶吹出少量蒸馏水润湿滤纸,再开启水泵,使滤纸紧贴在漏斗的瓷板上,然后才能进行过滤。

(3) 过滤时,应采用倾析法。先将澄清的溶液沿玻璃棒倒入漏斗中,滤完后再将沉淀移入滤纸的中间部分。

(4) 过滤时,吸滤瓶内的滤液面不能达到支管的水平位置,否则滤液会被水泵抽出。因此,当滤液快上升至吸滤瓶的支管处时,应拔去吸滤瓶上的橡皮管,取下漏斗,从吸滤瓶的上口倒出滤液后,再继续吸滤。必须注意,从吸滤瓶的上口倒出滤液时,吸滤瓶的支管必须向上。

(5) 在吸滤过程中,不得突然关闭水泵。如欲取出滤液,或需要停止吸滤,应先将吸滤瓶支管拆下,然后再关上水泵。否则水将倒灌,进入安全瓶。

(6) 在布氏漏斗内洗涤沉淀时,应停止吸滤,让少量洗涤剂缓慢通过沉淀,然后进行吸滤。

(7) 为了尽量抽干漏斗上的沉淀,最后可用一个平顶的试剂瓶塞挤压沉淀。

过滤完后,应先将吸滤瓶支管的橡皮管拆下,关闭水泵;再取下漏斗,将漏斗的颈口朝上,轻轻敲打漏斗边缘,即可使沉淀脱离漏斗,落入预先准备好的滤纸上或容器中。

用吸滤法过滤时,除了布氏漏斗以外,还常用玻璃砂芯漏斗(图 13)和玻璃砂芯坩埚(图 14)。

玻璃砂芯漏斗或玻璃砂芯坩埚是带有微孔玻璃砂芯底板的过滤器,按微孔大小的不同分成 1~6 号,号数愈大,微孔愈小。根据沉淀颗粒的大小,可选择不同号数,最常用的是 3 号与 4 号。



图 13 玻璃砂芯漏斗



图 14 玻璃砂芯坩埚

3. 试管中的沉淀与溶液的分离和沉淀的洗涤方法