

上篇 基础知识

1 绪论

1.1 普通无机化学实验的科学意义

当代青年人正以敏锐的目光时刻注视着周围瞬息万变的世界。他们在观察中思考，在思索中实践，为了实现自己的远大理想，注重设计自身的知识结构。从高温超导的进展，现代生物技术发展的日新月异，多种新型功能材料的不断涌现，大气、海洋的污染和环境保护，新一代抗癌药物的研制……到光子计算机、分子计算机的应用前景，核能的和平利用，甚至日常生活中令人目不暇接的化妆品广告，奥运会、世界田径锦标赛中兴奋剂检测的幕后新闻等等，无一不在他们的目光注视之下。然而，作为一名当代大学生，你是否能在这后面看到一个共同的东西，那就是化学在这些领域中的地位和作用。作为一名新世纪的大学生，作为一名未来的高级工程技术人员，很难想象没有现代化学的基本知识而能成为一个全面发展的出色人才。可以这么说，现代科学技术的发展一日千里，各门学科间的交叉渗透日益增加。一个人要想在科学事业上有所建树，就必须有广阔的视野、渊博的学识。化学是自然科学的基础学科之一，无论是作为基础知识，还是作为其他学科的基础，或是研究问题的方法，给人的启迪，以及作为解决各类难题的特殊手段等，都是其他任何学科无法替代的，现代社会几乎所有的领域都离不开化学。

化学作为研究物质的组成、结构、性质及其变化规律的科学，其本身的发展极其迅速。时至今日，由于量子力学计算理论的渐趋完善，随着计算能力的不断提高，使得人们已能从理论上对分子、原子的结构参数 光谱数值 反应中的能量变化 反应速率常数 新分子的合成可能性等作出相当可信的计算、说明和预言。

但从总体而言，化学仍然是一门实验性很强的学科，从新元素的发现，新化合物的合成，化学反应规律的研究到新理论、新假设的证实，都离不开实验的方法。同时，实验也是自然科学中研究问题的最重要最基本的方法之一。它可以借助于科学仪器设备所创造的条件，排除各种偶然、次要因素的干扰，使要研究的问题更为明了简化。它还可以造就自然界中无法直接控制而在生产过程中又难于实现的特殊条件（例如超高温、超低温、超高压、超高真

空、超强磁场等），按照人们的设想，能动地控制研究体系，去获取生产实践中不易或不可能得到的新发现。科学史表明，近代自然科学的重大发现，一般不是直接来自生产实践，而往往是来自于实验这个环节。

因此，化学实验教学不仅仅是传授知识，让你去验证、巩固和扩大课堂上学过的知识，掌握一些实验操作的基本技术，提高学习的兴趣；同时还是在学习化学实验过程中，培养自己创造性的思维能力以及进行科学研究和发明创造的基本方法，为自己将来从事科学研究打下基础，也为你日后工作中分析解决问题提供更多的思路和途径。

普通无机化学实验作为一门基础实验课程，若要在有限时间内要求学生达到很高的实验水平是不现实的。但万丈高楼平地起，通过实验基础知识的学习，通过一个个具体的实验，同学们可以在亲自动手、实际训练的过程中，去掌握它的基本操作方法和技能，并在实验过程中获得有关物质的性质、变化、反应规律等大量感性认识，巩固课堂知识、验证有关理论，同时学会一些分析解决问题的思维方法。这正是学习普通无机化学实验的目的之所在。

1.2 普通无机化学实验的学习方法

要达到实验的目的，必须有正确的学习态度和学习方法。学习普通无机化学实验大致分为三个步骤：

1) 预习

为了使实验能够获得良好的结果，实验前必须进行预习。预习应达到下列要求：

- (1) 认真阅读实验教材，明确本次实验的目的，搞懂实验原理及操作要求；
- (2) 对于设计实验要写出详细的操作步骤，对同一实验内容应尽量多考虑几种方案。

对各项实验应预测可能出现的现象；

- (3) 对于仪器的使用，在实验前要熟悉操作使用的要领；
- (4) 写好预习报告，不写好预习报告切勿进入实验室进行实验。

2) 实验

根据实验教材及自己的预习报告进行实验操作，并应该做到下列几点：

- (1) 认真操作，细心观察，并把观察到的现象，如实地详细记录在实验记录本或预习报告中；
- (2) 如果发现实验现象和理论不相符，应认真检查其原因，并细心地重做实验；
- (3) 实验中遇到疑难问题，应提请教师解答；
- (4) 在实验过程中应该保持安静，严格遵守实验室守则。

3) 实验报告

做完实验后要写出符合要求的实验报告。

实验报告是一次实验的完整总结，实验报告的内容、格式及要求将视实验内容的不同而不同。实验报告必须字迹工整（绝不允许涂涂改改、勾勾画画）、步骤简明、记录实验现象完整、数据真实、解释明确、计算无误、结论正确。

实验报告要按时交，不允许拖延。

下面是几种不同类型的实验报告的写法，供参考：

(1) 利用仪器测定常数或物质的某些性质以验证某一化学原理

对于这类实验，实验报告中一般先简述测定的原理和方法，然后是数据记录及其处理，再后是实验结果，最后是对本次实验的得失进行的讨论。

(2) 无机物性质实验

这类实验，多为试管反应。反应物浓度的差别，试剂加入先后次序的不同，都会引出反应现象及反应结果的改变。故而实验报告中一般先叙述实验内容，包括项目与步骤，对应观察到的现象以及对反应现象作简单说明并写出相应的主要化学反应方程式；然后对实验所得到的现象进行归纳小结，得出结论；最后也应对实验中所遇到的有关问题进行讨论。

(3) 无机制备类实验

一般先简述基本原理，然后写出实验所采用的简单流程和主要反应条件，描述实验过程中主要的现象，并对实验结果作出明确的评价，包括产量和产率及产品的纯度鉴定项目、方法和结果。最后进行问题讨论。

以上是几类常见实验报告的写法，除此之外，在每一份实验报告中均应写明实验名称，实验日期 实验地点 气温条件 实验者班级及姓名。

1.3 实验室守则和注意事项

1.3.1 学生进入实验室后应注意的事项

(1) 遵守纪律 保持安静 集中思想 认真操作。

(2) 仔细观察各种现象，并如实地详细记录于实验记录本中。

(3) 实验后 废纸、火柴梗和废液等应倒在废物缸内 严禁倒入水槽内 以防水槽淤塞和腐蚀；碎玻璃应放在废玻璃箱内回收。

(4) 爱护国家财物 小心使用仪器和实验室设备 注意节约水、电和煤气。

(5) 使用药品时应注意下列几点：

药品应按规定量取用，如果书中未规定用量，应注意节约，尽量少用。

取用固体药品时，注意勿使其撒落在实验台上。

药品自瓶中取出后，不应倒回原瓶中，以免带入杂质而引起瓶中药品变质。

试剂瓶用过后，应立即盖上塞子，并放回原处，以免与其他瓶上的塞子搞错而混入杂质。

同一滴管在未洗净时，不应在不同的试剂瓶中吸取溶液。

⑥ 实验教材中规定在实验结束后要回收的药品，都应倒入回收瓶中。

(6) 使用精密仪器时，必须严格按照规程进行操作，细心谨慎，避免粗枝大叶而损坏仪器。如发现仪器有故障，应立即停止使用，并报告指导教师，及时排除故障。

(7) 实验后，应将仪器洗刷干净，把实验台用抹布揩净。最后检查煤气开关和水龙头是否关紧。

1.3.2 实验室安全守则

注意安全是集体的事情。发生事故不仅使国家财产受到损失，影响工作的正常进行，还会损害个人的健康和危及到周围的人。因此，首先必须从思想上重视安全工作，绝不能麻痹大意。其次，在实验前，应了解仪器的性能和药品的性质，在实验过程中，应集中注意力，认真仔细进行操作和观察现象，严格遵守以下操作规程：

(1) 能产生有刺激性或有毒气体的实验（如 H_2S , HF , HCl , Cl_2 , SO_2 , NO_2 , Br_2 等）必须在通风橱内进行。

(2) 可燃性气体有一定的爆炸极限，操作时严禁接近明火，如在点燃氢气前，必须先检验其纯度。银氨溶液久置后易爆炸，故不宜保存。氯酸钾、硝酸钾、高锰酸钾等强氧化剂或者氯酸钾与硫磺或红磷的混合物不能研磨，否则易引起爆炸。

(3) 钾、钠和白磷暴露在空气中易燃烧，所以钾、钠应保存在煤油中，白磷则可保存在水中。对于易燃的有机溶剂，使用时必须远离明火，用毕立即用盖盖紧。

(4) 加热试管时，不要将试管口指向自己或别人，也不要俯视正在加热的液体。闻气体时不能用鼻子直接对着气体逸出的瓶口或试管口，而应用手把少量气体轻轻扇向自己。

(5) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性，切勿洒在皮肤或衣服上。稀释它们时（特别是浓硫酸），应将它们慢慢倒入水中，而不能相反进行，以免溅沸溶液导致危险。

(6) 有毒药品，如可溶性钡盐、镉盐、铅盐、砷、汞、铬(VI)的化合物，特别是氰化物，不得进入口内或接触伤口，其废液也不能倒入下水道，应统一回收、处理。金属汞易挥发，会引起人慢性积累中毒，一旦落到地上，应尽量收集，并用硫磺粉盖在洒落的地方，使之转变成硫化汞。盛汞的容器中须加水将汞封盖。

(7) 实验室内严禁饮食，绝不允许任意混合各种化学药品，以免发生意外事故。

(8) 酒精灯或煤气灯应随点随用。用完煤气灯后，或遇临时中断煤气供应时应立即把煤气阀门关闭。发现煤气泄漏，应立即进行检查或报告有关人员。

(9) 实验完毕后，需洗净双手再离开实验室。

1.3.3 实验室中意外事故的处理

(1) 烫伤

可用高锰酸钾或苦味酸稀溶液揩洗灼伤处，再搽上凡士林或烫伤油膏。

(2) 受强酸腐蚀

应立即用大量水冲洗，然后搽上碳酸氢钠油膏或凡士林。

(3) 受浓碱腐蚀

应立即用大量水冲洗，然后用柠檬酸或硼酸饱和溶液洗涤，再搽上凡士林。

(4) 割伤

应立即用药棉擦净伤口，搽上红药水，再用纱布包扎。如果伤口较大，应立即到医务室医治。

(5) 吸入刺激性或有毒气体

如吸入氯、氯化氢等刺激性气体或有毒气体，可吸入少量酒精和乙醚的蒸气解毒；吸入硫化氢气体则应立即到室外呼吸新鲜空气。当毒物进入口内，可速将 10 毫升稀硫酸铜溶液（约 5%）加入一杯温水中内服，然后用手指催吐，并及时送医院治疗。

(6) 白磷灼伤

可用 1% 硝酸银溶液、1% 硫酸铜溶液或 0.5% 高锰酸钾溶液洗涤，然后进行包扎。若被溴腐蚀，则应先用苯或甘油洗，再用水洗。

(7) 触电

首先切断电源，然后在必要时进行人工呼吸。

(8) 起火

一旦起火，要立即一面灭火，一面防止火势扩展。一般的小火可用湿布、石棉布或砂子覆盖燃烧物，即可灭火。火势大时可使用泡沫灭火器。但电器设备所引起的火灾，只能使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。当然这两种灭火器也适用于扑灭其他火灾。实验人员衣服着火时，切勿惊乱，应赶快脱下衣服，或用石棉布覆盖着火处（就地卧倒打滚，也可起到灭火的作用）。切断电源、关闭煤气阀、移走易燃药品、停止通风等，都是必须采取的措施。

以上系伤害较轻或火势较小的应急救护措施。若伤势较重，则应立即送医院；火势较大，则应立即报火警。

2 普通无机化学实验的常用仪器

部分常用仪器如图 2-1 和图 2-2 所示。

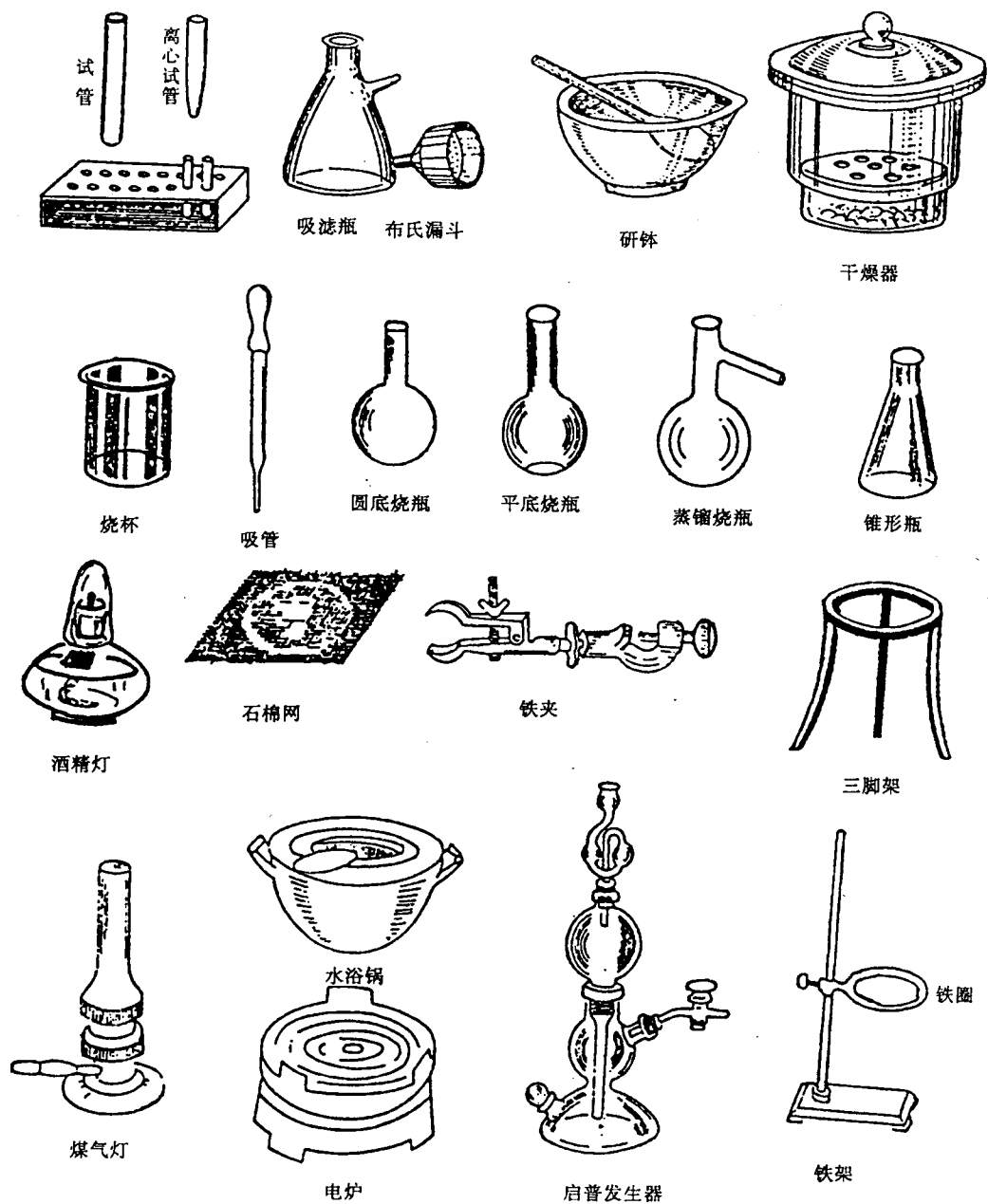


图 2-1 化学实验常用仪器图 (一)

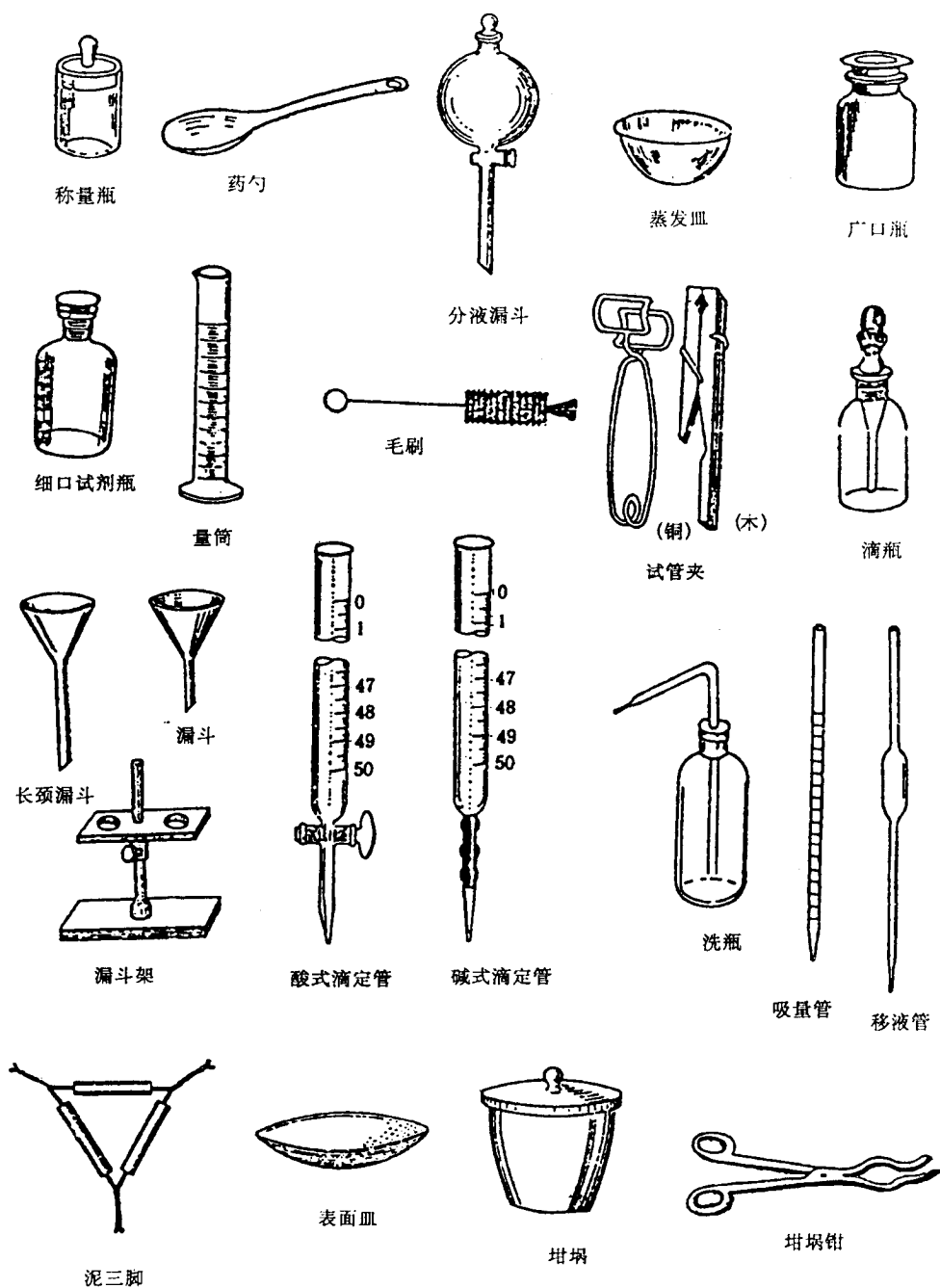


图 2-2 化学实验常用仪器图 (二)

普通无机化学实验的常用仪器可粗略分为以下几类：

2.1 反应容器

反应容器有试管、蒸发皿、坩埚、烧杯、烧瓶、锥形瓶等。其中,试管、蒸发皿、坩埚可以直接置于火焰上方加热,而烧杯、烧瓶、锥形瓶等在加热时均应在底部垫上石棉网,以保证受热均匀,不致破裂。需注意的是,离心试管是不能在火焰上直接加热的。

2.2 容量器皿

这类仪器有量筒、容量瓶、移液管、滴定管等,它们均不能受热,否则将影响原有刻度的准确性,也极易受热破裂。

2.3 其他

广口瓶用于装盛固体药品,细口瓶及滴瓶用于盛放液体药品,这些试剂瓶的瓶塞均不得相互调换,以免污染试剂。普通漏斗、布氏漏斗以及吸滤瓶可用于不同场合的固液分离;分液漏斗则用于不相混溶的两相液体间的分离,也用于反应中需逐滴加入液体反应物的场合。干燥器中不能放入过热的物品。当加热不需超过 100℃ 时,可用水浴锅加热。三角架、试管架、铁架、泥三角、漏斗架等分别用于支撑起各类容器。

3 普通无机化学实验的基本操作

3.1 煤气灯和酒精灯的使用方法

煤气灯是化学实验室常用的加热器具，使用十分方便。它的式样虽多，但构造原理是一样的。它由灯管和灯座所组成（图 3-1）。灯管的下部有螺旋，可与灯座相连，灯管下部还有几个圆孔，为空气的入口，旋转灯管，即可完全关闭或不同程度地开启圆孔，以调节空气的进入量。灯座的侧面有煤气的入口，可接上橡皮管把煤气导入灯内，灯座下面（或侧面）有一螺旋形针阀，用以调节煤气的进入量。

当灯管圆孔完全关闭时，点燃进入煤气灯的煤气，此时的火焰呈黄色（系碳粒发光所产生的颜色），煤气的燃烧不完全，火焰温度并不高；逐渐加大空气的进入量，煤气的燃烧就逐渐完全。

煤气火焰分为三层（图 3-2）：内层为焰心（无色），煤气未燃烧，温度 300℃ 左右；中层为还原焰，由于氧气不足，燃烧不完全，火焰呈淡蓝色，具有还原性，温度较高，可达 1500℃ 左右；外层为氧化焰，这里氧气充足，煤气充分燃烧，火焰呈淡紫色，具有氧化性，温度最高，可达 1600℃ 左右，通常都是利用氧化焰来加热。

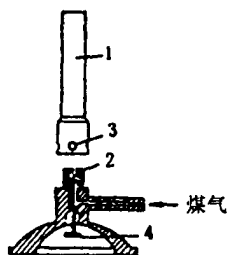


图 3-1 煤气灯的构造

1—灯管；2—煤气出口；3—空气入口；4—螺旋

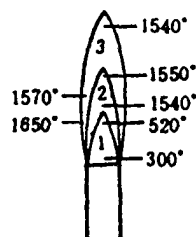


图 3-2 正常火焰的各部分

1—焰心 2—还原焰 3—氧化焰

当空气或煤气的进入量调节得不合适时，会产生不正常的火焰（图 3-3）。当煤气和空气的进入量都很大时，火焰就临空燃烧，称临空火焰，待引燃用的火柴熄灭时，它也立刻自行熄灭。当煤气进入量很小，而空气进入量很大时，煤气会在灯管内燃烧，而不是在灯管口燃烧，这时还能听到特殊的嘶嘶声和看到一根细长的火焰，这种火焰叫做“侵入火焰”；它将烧热灯管，一不小心就会烫伤手指。有时在煤



a) 正常火焰 b) 临空火焰 c) 侵入火焰

图 3- 三种不同的火焰

气灯使用过程中，煤气量突然因某种原因而减少，这时就会产生侵入火焰，这种现象称为“回火”。遇到临空火焰或侵入火焰时，应关闭煤气阀门，重新调节和点燃。

由于煤气中含有有毒物质（主要是 CO）所以 煤气绝不能外逸 不用时，一定要把煤气阀门关紧。

在没有煤气的实验室中 常使用酒精灯(图 3-4)或酒精喷灯(图 3-5)进行加热。

酒精灯的温度，通常可达 400~500℃ 酒精喷灯的温度通常可达 700~1000℃。

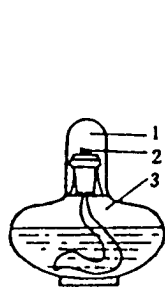


图 3-4 酒精灯图

1—灯帽 2—灯芯 3—灯壶

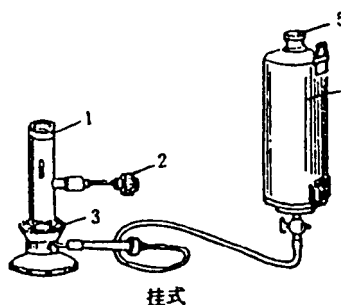


图 3-5 酒精喷灯的构造

1—灯管 2—空气调节器 3—预热盘 4—酒精贮罐 5—壶盖

(1) 酒精灯的使用

酒精灯一般是玻璃制的，其灯罩带有磨口。不用时，必须将灯罩罩上，以免酒精挥发。酒精易燃，使用时必须注意安全。

点火时应该用火柴点燃，切不可用燃着的酒精灯直接去点；因为这样一来，灯内的酒精会因倾斜而洒出，容易引起燃烧而发生火灾。

酒精灯内需要添加酒精时，应把火焰熄灭，最后利用漏斗把酒精加入灯内，但应注意灯内酒精不能装得太满，一般以不超过其总容量的 2/3 为宜。

熄灭酒精灯的火焰时，只要将灯罩盖上即可使火焰熄灭。切勿用嘴去吹。

(2) 酒精喷灯的使用

酒精喷灯是金属制的。使用前，先在预热盆上注入酒精至满，然后点燃盆内的酒精，以加热铜质灯管。待盆内酒精将近燃完时，开启开关，这时由于酒精在灼热灯管内气化，并与来自气孔的空气混合，用火柴在管口点燃，即可得到温度很高的火焰。调节开关螺丝，可以控制火焰的大小。用毕，旋紧开关，可使灯焰熄灭。

应该注意，在开启开关、点燃以前，灯管必须充分灼烧，否则酒精在灯管内不会全部气化，会有液态酒精由管口喷出，形成“火焰”，甚至会引起火灾。不用时，必须关好储罐的开关，以免酒精漏失，造成危险。

3.2 玻璃器皿的洗涤

实验室经常使用各种玻璃器皿，而这些器皿是否干净，常常影响到实验结果的准确性，所以，使用的器皿必须十分干净。

洗涤玻璃器皿的方法很多，应根据实验的要求、污物的性质和沾污的程度来选用。一般说来，附着在器皿上的污物既有可溶性物质，也有灰尘和其他不溶性物质，还有油污等有机物质。针对这种情况，可以分别采用下列洗涤方法：

(1) 用水刷洗

用毛刷刷洗器皿，既可以使可溶物质溶解，也可以使附在器皿上的灰尘和大多数不溶物质脱落下来。但往往洗不去油污等有机物质。

(2) 用去污粉、肥皂或合成洗涤剂洗

肥皂和合成洗涤剂的去垢原理已众所周知，不必再赘述。去污粉是由碳酸钠、白土、细砂等混合而成。使用时，首先把要洗的器皿用水润湿（水不能多），洒入少许去污粉，然后用毛刷擦洗。碳酸钠是一种碱性物质，具有很强的去油污能力，而细沙的摩擦作用以及白土的吸附作用则增加了器皿清洗的效果，待器皿的内外壁都经仔细地擦洗后，用自来水冲去器皿内外的去污粉，要冲洗到没有微细的白色颗粒状粉末为止。最后用蒸馏水冲洗器皿 2~3 次，把由自来水中带来的钙、镁、铁、氯等离子洗去，每次的蒸馏水用量要少一些，应采取“少量多次”的原则，注意节约。

(3) 用铬酸洗液洗

这种洗液是由浓硫酸和重铬酸钾配制而成，呈深褐色，具有很强的氧化性，对油污等有机物的去污能力特别强。在进行精确的定量实验时，往往遇到一些口小管细的器皿，很难用前述方法洗涤时，可用铬酸洗液来洗。

其洗涤方法是往器皿内加入少量洗液，使器皿倾斜并慢慢转动，让器皿内壁全部为洗液润湿。转几圈后，把洗液倒回原瓶内。最后用自来水把器皿壁上残留的洗液洗去。最后用蒸馏水冲洗 2~3 次。

如果用洗液把器皿浸泡一段时间，或者用热的洗液洗，则效果更好，但要注意安全，应避免热洗液灼伤皮肤。

能用别的洗涤方法洗干净的器皿，就不要用铬酸洗液洗，因为这种洗液的成本较高，且有毒性。目前铬酸洗液渐被洗涤剂所取代。

铬酸洗液的吸水性很强，应该随时把洗液的瓶子盖紧，以防吸水变稀而降低去污能力。当洗液用到出现暗绿色，说明 Cr(VI) 已转变为 Cr(III) ，此时就失去了去污能力，不能继续使用。

铬酸洗液的配制方法系在粗天平或台秤上称取研细了的重铬酸钾（红钡钾）20g，置于 500mL 烧杯内，加水 40mL。加热使之溶解，待其溶解后冷却之，再缓缓加入 350mL 浓硫酸（注意边加边搅拌）即成。因加浓硫酸时会放出大量热，故应在烧杯下垫一块木块或石棉板，以防烫坏台面。

(4) 特殊物质的去除

应该根据沾在器壁上的物质的性质，对症下药，采用适当的药品来处理它。例如，沾在器壁上的二氧化锰用浓盐酸来处理，就很容易除去。

器皿清洗后先用自来水冲洗，使水沿着器壁完全流掉。如果器皿已经洁净，壁上便留有均匀的一层水膜，而不挂水珠，再用适量蒸馏水或去离子水冲洗数次。

凡是已洗净的器皿，决不能再布或纸去擦拭。否则，至少布或纸的纤维将会留在器壁上而沾污器皿。

3.3 器皿的干燥

器皿的干燥一般有以下两种方法：

(1) 对于试剂瓶、烧杯、试管、蒸发皿等非计量玻璃器皿 可以用加热烘干的方法。加热方式可用电烘箱、电吹风、小火烘烤等。加热烘干时总的原则是避免器皿的骤冷骤热，加热应均匀，避免水滴倒流至高温部位或掉到电热丝上造成器皿破裂或仪器损坏。

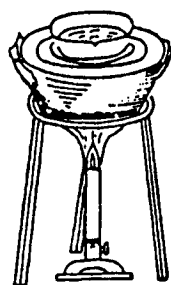
(2) 对于带有刻度的计量器皿 如量筒、滴定管、容量瓶等 则不能用加热烘干方法进行干燥，否则会影响精度。此时可采用有机溶剂法干燥，即先用易挥发的有机溶剂（酒精或丙酮）润湿器皿 然后倒出 再自然晾干或冷风吹干 此法亦可用于急用器皿的干燥。

若器皿不急用，对各种器皿在保持整洁环境的前提下，均可采用自然晾干法。

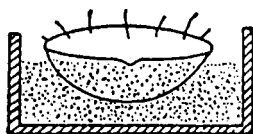
3.4 加热方法和冷却方法

根据实验对温度控制要求的不同，可以选用不同的热源加热。

煤气灯、酒精灯可用于一些对温度控制要求不严的场合（如试管反应等）进行直接加热。此法使用方便，但缺点是温度不易控制，器皿受热也不均匀。故对烧杯、烧瓶等加热时需垫上石棉网，使之受热均匀一些，防止因局部过热而使器皿破裂。



a) 水浴加热



b) 砂浴加热

图 3-6 常见的水浴和砂浴

为了使被加热物体受热均匀，可使用各种热浴 常用的有水浴、油浴和沙浴。温度低于 100 可以用水浴加热，水浴锅是具有可移动的同心圆盖的铜制容器，也可用烧杯代替 若盛放加热物的容器并不浸入水中 而是通过水蒸发产生的蒸汽加热，就称为水蒸气浴。加热温度在 100 ~ 250 时，一般可用油浴 最常用的油类是石蜡油)也可用砂浴 如图 3-6 所示。

根据需要还可用电热套、马弗炉等来加热。用电热套来加热烧瓶中的反应物非常迅速 且可控温 马弗炉又称高温炉 可用于高温分解试样等 温度可达 1000 以上，也可以控温。

普通无机化学中常用的加热操作有如下几种：

(1) 烧杯、烧瓶中液体的加热

所盛液体的体积，应不超过烧杯或烧瓶容积的 $\frac{1}{3}$ 。加热前 要先将烧杯或烧瓶外壁上的水擦干，再放在石棉网上加热。

(2) 试管中液体的加热

所盛液体的量，不应超过试管高度的 $\frac{1}{3}$ 。加热时应该用试管夹夹住试管的中上部（图 3-7） 管口不能对着自己或别人 以免加热时溅出 造成伤害。加热时应使液体受热均匀 先加热液体的中上部 再热及下部 并不时地振荡试管 从而使液体各部分均匀受热 以免试管

内部液体因局部沸腾而迸溅，造成烫伤。

(3) 试管中固体的加热

所加固体在试管中要铺开，管口略向下倾斜（图 3-8），以免管口冷凝的水珠倒流入试管的加热处而使试管炸裂。加热时，应先将火焰来回移动，再在盛有固体物质的部位加强热。

(4) 坩埚中固体的灼烧

当某固体物质需要高温加热时，可将固体放入坩埚中，用煤气灯的氧化焰灼烧（图 3-9），灼热后的坩埚要用坩埚钳夹取。

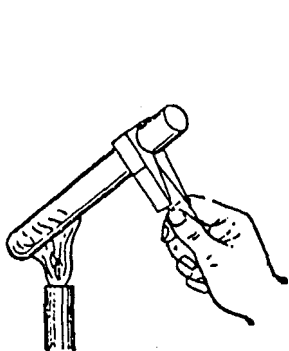


图 3-7 试管中液体的加热

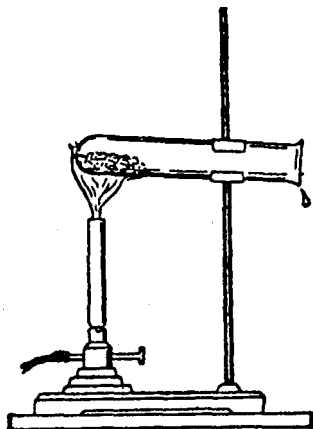


图 3-8 试管中固体的加热

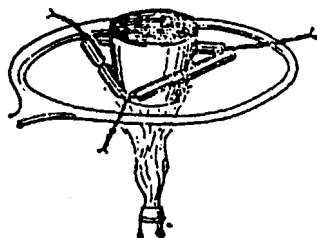


图 3-9 加热坩埚

实验中，为了控制适当的反应速度，还常常需要适当的冷却。最简便的方法是将反应容器置于冷水浴中；用冰水混合物可以使温度降得更低些；若要保持反应在 0°C 以下进行，则需要冰盐浴，例如 100 份冰中加入 33 份食盐，最低能达到 -21°C 。若用固体二氧化碳（干冰）和乙醇或丙酮的混合物可获得 -78°C 的低温；液氮也常用作低温冷浴的介质。

3.5 化学药品的取用

化学试剂按其中杂质含量的多少及主含量的不同可分为四个级别。一级品为优级纯（G.R.），又称保证试剂，用于精密分析及科学研究中，标签为绿色。二级试剂即分析纯（A.R.），用于一般分析测试及科研中，标签为红色。三级试剂是化学纯试剂（C.R.），用于一般定性实验和化学制备中，标签蓝色。四级试剂指实验试剂（L.R.），用于一般化学制备中，标签棕色。在一般普通无机化学实验中，化学纯已足够，只在个别实验中才用分析纯试剂。在实验中，应选用适当的试剂级别，以避免浪费。

由于试剂性质的不同，存放试剂的瓶子质料、颜色各有差别。如见光易分解的试剂需保存在棕色瓶中，含氟类试剂常保存于塑料瓶中。

常用试剂多为固态或液态，为保存及取用的方便，固体试剂装于广口试剂瓶中，而液体试剂装在细口试剂瓶中。

1) 固体试剂的取用

(1) 固体试剂一般都用药匙取用。药匙的两端为大小两个匙，分别用于取用大量固体和少量固体。

(2) 要用干净的药匙取试剂，用过的药匙须洗净、擦干。

(3) 取出试剂后，应立即盖好原来的瓶盖。

(4) 药品一旦取出，就不能再倒回原瓶，可把多余的药品供他人使用。

(5) 除具有腐蚀性、强氧化性或易潮解的固体外，一般的固体可以放在称量纸上或表面皿中称量，但不能放在滤纸上，以免浪费试剂。

2) 液体试剂的取用

液体试剂一般用滴管吸取或量筒量取：

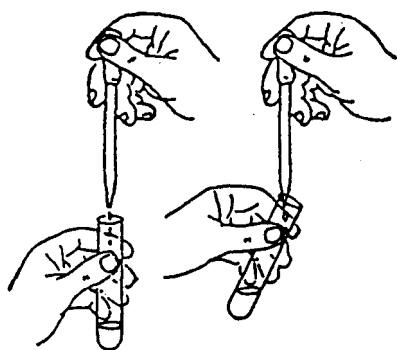
(1) 用滴管取用试剂的方法

取用液体试剂时 应用左手垂直地拿住试管 或其他容器)右手将滴管悬空地放在试管口的正中上方 (图 3-10a))，然后挤捏滴管的橡皮头，使液体滴入试管中。绝不可将滴管伸入试管内 (图 3-10b))，否则，滴管的管端很容易碰到试管壁而沾附其他液体，如再将此滴管放回试剂瓶中，则将沾污该瓶中的试剂。

滴瓶上的滴管应该专用，不能与其他滴瓶上的滴管搞错，使用后应立即插回原来的滴瓶中。不得把沾有液体试剂的滴管横置或管口向上斜放，以免液体流入橡皮头而引起沾污。

(2) 用量筒量取试剂的方法

用量筒量取液体试剂时 应左手拿住量筒 右手拿起试剂瓶 并注意标签对手心 瓶口紧靠量筒的口边 慢慢注入液体到需要的刻度 (图 3-11)，视线应与凹液面最低处在同一平面上。如不慎，倒出了过多的液体，只能把它弃去，或给他人使用，不得倒回原瓶。试剂取用后 必须立即将瓶塞塞好 放回原处 并使瓶上标签朝外。



a) 正确

b) 不正确

图 3-10 用滴管滴加试剂

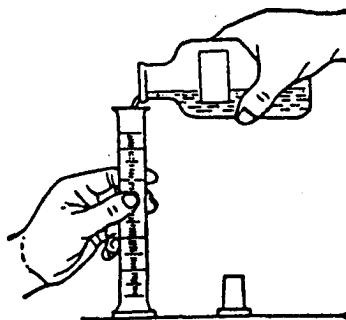


图 3-11 用量筒量取液体试剂

3.6 固液分离及蒸发、结晶

固液分离、沉淀洗涤、蒸发、结晶是普通无机化学实验中经常用到的基本操作,下面分别介绍其操作要领:

1) 溶液和沉淀的分离

溶液和沉淀的分离通常有倾析法、过滤法和离心分离法三种。

当晶体的颗粒较大,或沉淀较重,静置后能自然沉降于溶液的底部,此时用倾析法分离简单易行(图 3-12)。如需洗涤沉淀,可加入少量洗涤液(常用去离子水、酒精等),经充分搅拌,静置,倾出上层清液。如此重复几次,即可洗净沉淀。

当晶体颗粒较细,或沉淀较轻时需用过滤方法进行固液分离。过滤通常分为常压过滤和减压过滤两种。

(1) 常压过滤(普通过滤)

把一圆形或方形滤纸对折两次成扇形(方形滤纸要剪成扇形),展开成圆锥形,一边为三层,一边为一层,放入干燥洁净的漏斗中,看滤纸是否完全贴在漏斗壁上,若使用的是标准漏斗其内角是 60° ,滤纸会与漏斗相密合。若漏斗的角度略大于或小于 60° 应适当改变滤纸折叠的角度,使其与漏斗壁相密合。

用食指把滤纸按住,用少量去离子水润湿,轻压四周,赶走滤纸与漏斗壁之间的气泡,使滤纸紧贴在漏斗壁上(图 3-13)。滤纸边缘应略低于漏斗边缘。

把贴好滤纸的漏斗放在漏斗架上,使漏斗末端紧靠接受滤液容器的内壁。

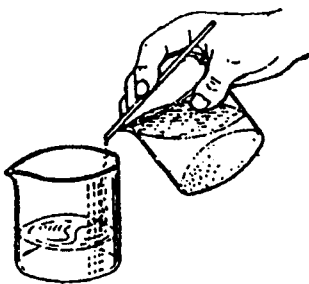


图 3-12 倾析法分离

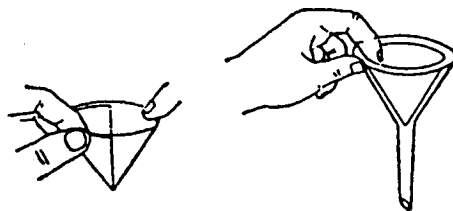


图 3-13 滤纸的折叠和安放

过滤时先将大部分溶液沿着玻璃棒慢慢地倾入漏斗中,玻璃棒接触三层滤纸处(图 3-14),然后将剩下的溶液连同沉淀一起倒入滤纸上,再用少量去离子水洗涤烧杯内壁,将洗涤液与剩下的沉淀全部转入漏斗中。

(2) 减压过滤(吸滤或抽气过滤)

减压过滤装置(图 3-15)由吸滤瓶、布氏漏斗、安全瓶和水压真空抽气管组成。抽气管一般装在自来水龙头上,起着带走空气的作用,因而使吸滤瓶内减压。吸滤瓶用来承接滤液。安全瓶的作用是防止当关闭抽气管或水的流量突然减小时自来水倒灌入吸滤瓶中。

吸滤用的滤纸应比布氏漏斗的内径略小,以能恰好盖住瓷板上所有的孔为度。放好滤

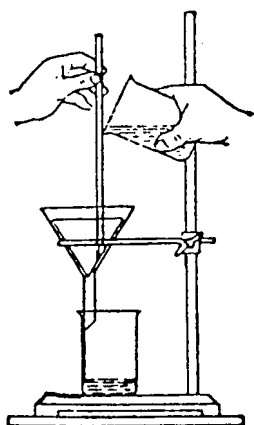


图 3-14 普通过滤

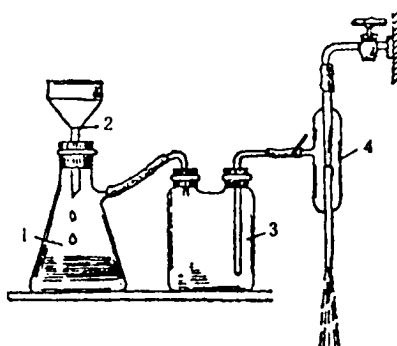


图 3-15 减压过滤

1—吸滤瓶 2—布氏漏斗或玻璃砂漏斗 3—安全瓶 4—水吸滤泵

纸后，先以少量去离子水润湿，再打开水龙头，减压使滤纸紧贴在瓷板上。转移溶液与沉淀的步骤同常压过滤，布氏漏斗中的液体不得超过漏斗容积的 $2/3$ 。

停止吸滤时，应先拆下吸滤瓶上的橡皮管，然后关闭水龙头，以防倒灌。

过滤完毕，取下布氏漏斗，将漏斗的颈口朝上，轻轻敲打漏斗边缘，即可使沉淀物脱离漏斗。

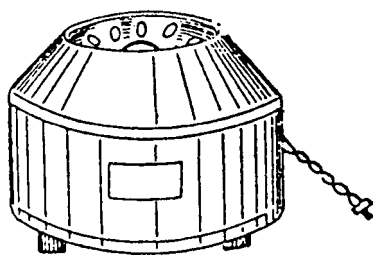


图 3-16 电动离心机

对于少量溶液与沉淀的分离，常用离心分离法。离心分离常在离心机中进行（图 3-16）。进行离心分离时，将盛有沉淀的离心试管放入离心机的试管套中，应对称放置离心试管，若只有一支试管要进行沉淀分离时，则取一支盛有相应质量水的试管放置于对称位置，以保证离心机的平衡。启动离心机应先慢后快，逐渐加速，一般在电动离心机上将速度调至 2~3 档即可 约 2min 后 关闭电源，待离心机自然停止后方可取出离心试管，切勿用手强行停止。

离心沉降后，用一干净的滴管，先捏紧橡皮乳头，排除空气 稍稍倾斜离心试管 将滴管插入清液中 慢慢放开橡皮乳头 吸取清液。注意勿使滴管头触及沉淀，如此即可实现少量沉淀的固液分离。

如要洗涤沉淀，则可再加入少量去离子水，搅拌后再次进行离心分离。

2) 蒸发和结晶

为了使所制备的化合物从溶液中结晶出来，常需蒸发溶剂，通过加热使溶剂逐渐气化，从而使溶液不断浓缩，蒸发到一定程度后进行冷却，就会有结晶物析出。有时为了促使晶体析出，可采用搅拌、加入小晶种或摩擦容器壁等方法。

如果物质溶解度较大，必须蒸发到液体表面出现一层薄薄的结晶再开始冷却；如果物质

的溶解度较小或高温时溶解度较大而室温时溶解度较小，就不必蒸发到液体表面出现晶膜即可冷却、结晶。

晶体的疏密程度及颗粒大小与结晶条件有关。溶液的浓度大，溶质的溶解度小，而冷却的速度较快，则容易得到细晶；反之，则得到较大颗粒的晶体。

第一次得到的晶体往往纯度较低，如要得到纯度较高的晶体，可在晶体中加进适量的蒸馏水使其溶解，然后进行蒸发、结晶、分离，这样便可得到较纯净的晶体。这种操作过程称为重结晶。对有些物质的精制可能需要进行多次重结晶。

3.7 液体体积的量度及溶液的配制

实验中定量量度液体体积的常用器皿有量筒、移液管、容量瓶、滴定管等。这些器皿在所标示的温度下能准确给出所量取液体的体积，它们不能用加热烘干的方法进行干燥，更不能作为反应器皿使用，在读取读数时视线应与凹液面最低处处在同一水平面上（图 3-17）。

下面着重介绍容量瓶及滴定管的使用方法：

1) 容量瓶的使用及溶液的配制

容量瓶可用来配制一定温度下一定体积、浓度准确的溶液（图 3-18）。当溶质是固体时，先用天平准确称取所需量的溶质，在干净的烧杯中加入少量去离子水，溶解后将溶液沿玻璃棒小心转入已洗净的容量瓶中，再用去离子水少量多次洗涤烧杯及玻璃棒，并将洗涤液全部转入容量瓶，然后加入去离子水到临近刻度处（图 3-18a）。此时改用滴管加水，直到溶液凹液面最低处达刻度线为止，最后塞紧瓶塞，用右手食指按住瓶塞，左手托瓶底，将容量瓶反复倒置数次，并同时振荡（图 3-18b），以保证溶液浓度均匀一致。

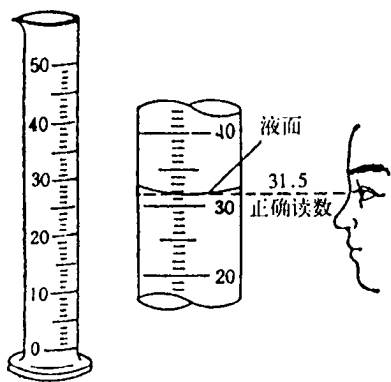
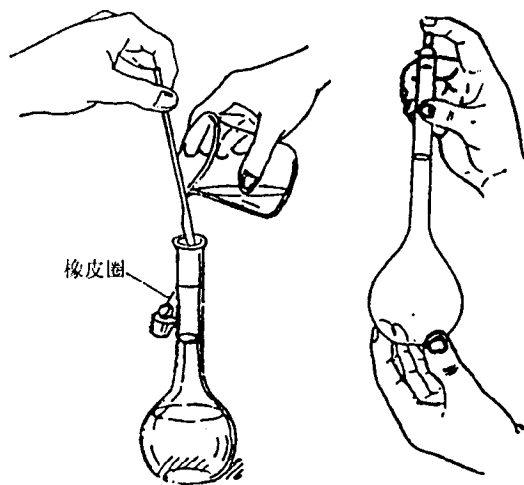


图 3-17 量筒及其体积读数法



a) 转移溶液 b) 振荡容量瓶

图 3-18 容量瓶的握法

若是浓溶液或液体溶质进行稀释，亦应在烧杯中进行稀释，然后转入容量瓶。