

电子图书



信息技术的结晶

人类文明的载体

网络的基本资源

前 言

化学是一门实验性较强的学科，实验教学是化学教学过程的重要环节。在化学实验中，学生借助仪器、试剂观察通常条件下难以发现和理解的自然过程和规律，加深对无机化学基本理论的理解，掌握元素和无机化合物的基本性质，了解无机化合物的一般制备、提纯和分析方法。特别要提出的是，通过实验课可以学习实验基本操作，培养查阅文献、设计实验方案的能力。

本书是针对无机化学实验课的要求而编写的，是清华大学化学化工、材料及环境工程等专业一年级无机化学实验教材。本书共分 5 章，33 个实验。

本书在编写过程中注意以下几点：

1. 虽然无机化学实验课与无机化学课、化学分析课有密切的关系，但它是一门独立的课程。本书是根据该课程的特点编写而成，可作为无机化学实验课教材，独立使用。

2. 根据科学实验的需要安排教学实验，而不以学科分割，因而在一定程度上模糊了无机化学实验和化学分析实验的界限。

3. 为培养学生严谨的科学作风，实验开始便给出了“定量”概念，如在实验 1 分析天平称量练习实验中提出偏差概念。

加强设计性、综合性实验和计算机在无机化学实验中的应用，并将微型化学实验引入教学实验。

4. 为突出实验操作训练的重要性，将基本仪器、基本操作技术编为第 1 章。

在附录中编写了较新的数据用表和有关资料，供学生实验时查阅。

5. 全书采用法定单位制。

书中加*的实验为选做实验。

参加本书编写工作的还有王致勇教授、连祥珍副教授。蔡作乾老师对本教材的编写给予了热情支持，在此表示感谢。

在编写教材过程中参考了国内外无机化学实验教材和专著，从中得到不少有益的启发。

编 者

1995 年 8 月于清华大学

内容简介

本书是清华大学化工、材料及环境工程等专业一年级无机化学实验课程的教材。全书共 5 章, 33 个实验。主要包括: 基本操作和基本理论的实验, 无机化合物的制备、提纯和分析, 常见元素和化合物的性质及离子的分离鉴定, 并引入部分微型化学实验和计算机处理、核对实验数据。

全书采用法定单位制, 并在附录中摘编了较新的数据资料, 供查阅。

本书可供各大专院校化工、环境、材料、冶金、轻工等专业的师生及实验室人员使用。

无机化学实验

绪 论

1. 化学实验安全守则

(1) 化学实验室安全守则

- 1) 熟悉实验室水、电闸的位置。
- 2) 用完酒精灯、电炉等加热设备，应立即关闭，拔插销。
- 3) 使用电器设备时，不要用湿手接触插销，以防触电。
- 4) 严禁在实验室内饮食。
- 5) 实验完毕，将仪器洗净，把实验桌面整理好。洗净手后，离开实验室。
- 6) 值日生负责实验室的清理工作，离开实验室时检查水门、电闸是否关好。

(2) 易燃、具腐蚀性药品及毒品的使用规则

- 1) 浓酸和浓碱等具有强腐蚀性的药品，不要洒在皮肤或衣物上。
- 2) 不允许在不了解化学药品性质时，将药品任意混合，以免发生意外事故。
- 3) 使用易燃、易爆化学品，例如氢气、强氧化剂（如氯酸钾）时，要首先了解它们的性质，使用中，应注意安全。
- 4) 有机溶剂（如苯、丙酮、乙醚）易燃，使用时要远离火焰。
- 5) 制备有刺激性的、恶臭的、有毒的气体（如 H_2S ， Cl_2 ， CO ， SO_2 等），加热或蒸发盐酸、硝酸、硫酸时，应该在通风橱内进行。
- 6) 氰化物、砷盐、铋盐、可溶性汞盐、铬的化合物、镉的化合物等都有毒，不得进入口内或接触伤口。

(3) 实验室中一般伤害的救护

- 1) 割伤：先挑出伤口的异物，然后用红药水、紫药水或消炎粉处理。
- 2) 烫伤：涂抹烫伤药（如万花油），不要把烫的水泡挑破。
- 3) 酸伤：先用大量水冲洗，再用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水冲洗，最后再用水冲洗。
- 4) 碱伤：先用大量水冲洗，再用醋酸溶液（ $20\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ ）或硼酸溶液冲洗，最后用水冲洗。
- 5) 吸入溴蒸气、氯气、氯化氢气体后，可吸入少量酒精和乙醚混合蒸气。

(4) 灭火常识

物质燃烧需要空气和一定的温度，所以通过降温或者将燃烧的物质与空气隔绝，便能达到灭火的目的。可采取以下措施：

- 1) 停止加热和切断电源，避免引燃电线，把易燃、易爆的物质移至远处。
 - 2) 用湿布、石棉布、沙土灭火。
- 小火用湿布、石棉布覆盖在着火的物体上便可方便地扑灭火焰，对钠、钾等金属着火，通常用干燥的细沙覆盖。严禁使用某些灭火器如 CCl_4 灭火器，因 CCl_4 和钾、钠等发生剧烈反应，会强烈分解，甚至爆炸。

3) 使用灭火器

不同的灭火器有不同的应用范围，不能随便使用。表 1 给出常用灭火器及其应用范围。

表 1 灭火器种类及其应用范围

灭火器名称	应用范围
	用于油类着火。这种灭火器由 NaHCO_3 与 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 溶液作用产生
泡沫灭火器	$\text{Al}(\text{OH})_3$ 和 CO_2 泡沫，泡沫把燃烧物质包住，与空气隔绝而灭火。 因泡沫能导电，因此不能用于扑灭电器着火
二氧化碳灭火器	内装液态 CO_2 ，用于扑灭电器设备失火和小范围油类及忌水的化学品着火
1211 灭火器	内装 CF_2ClBr 液化气。适用于油类、有机溶剂、精密仪器、高压电器设备
干粉灭火器	这种灭火器内装 NaHCO_3 等盐类物质与适量的润滑剂和防潮剂，用于油类、可燃气体、电器设备、精密仪器、图书文件等不能用水扑灭的火焰。
四氯化碳灭火器	内装液态 CCl_4 ，用于电器设备和小范围的汽油、丙酮等的着火

2. 实验规则

- (1) 实验前认真预习，明确实验目的和要求，了解实验的基本原理、方法、步骤。写好预习报告。
- (2) 实验中认真观察、记录现象，按照要求进行操作，保持实验室的安静。
- (3) 遵守实验室的各项制度。爱护仪器，节约药品、水、电。
- (4) 听从教师和实验室工作人员的指导。
- (5) 实验完毕，做好实验室的整理工作。及时完成实验报告。

第 1 章 基本仪器和基本操作技术

1. 实验常用仪器 (表 2)

表 1.1 实验常用仪器

仪 器	规格	用途	注意事项
	分硬质试管、软质试管、普通试管、离心试管 普通试管以 (管口外径 $\times$ 长度) / mm 表示, 离心试管以其容积 / mL 表示 试管架有木质和铝质的等等	用作少量试液 的反应容器, 便于操作和观察 离心试管还可用于定性分析中的沉淀分离 试管架用于存放试管	加热后不能骤冷, 以防试管破裂 盛试液不超过试管的 $1/3 \sim 1/2$
	竹制、钢丝制	用于夹拿试管	防止烧损 (竹质) 或锈蚀
	以大小和用途表示, 如试管刷、烧杯刷等	洗刷玻璃仪器	谨防刷子顶端的铁丝撞破玻璃仪器
	以容积 / mL 表示	用于盛放试剂或用作反应器	加热时应放在石棉网上

仪 器	规 格	用 途	注意事项
	以容积 / mL 表示	反应容器。振荡方便, 常用于滴定操作	加热时应放在石棉网上
	以容积 / mL 表示	用于量取一定体积的液体	不能受热
	以容积 / mL 表示	用于配制准确浓度的溶液	不能受热
	以 (外径 $\times$ 高) / mm 表示	用于准确称取固体	

仪器	规格	用途	注意事项
	以外径/mm表示	用于干燥或保干试剂	不得放入过热物品
	牛角、瓷质或塑料制	取固体试剂	试剂专用，不得混用
	以容积/mL表示	用于盛放试液或溶液	滴管不得互换，不能长期盛放浓碱液
	以容积/mL表示	细口瓶和广口瓶分别用于盛放液体试剂和固体试剂	
	以口径/mm表示	盖在烧杯上	不得用火加热

仪 器	规 格	用 途	注意事项
	以口径/mm表示 布氏漏斗为瓷质，以容量/mL或口径/mm表示，吸滤瓶以容积 mL 表示	用于过滤 用于减压过滤	不得用火加热 不得用火加热
	以容积/mL和形状(球形、梨形)表示	用于分离互不相溶的液体，也可用作发生气体装置中的加液漏斗	不得用火加热
	以口径/mm或容积/mL表示，材质有瓷、石英、铂等	用于蒸发液体或溶液	一般忌骤冷、骤热，视试液性质选用不同材质的蒸发皿

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
	以容积 mL 表示 材质有瓷、石英、铁、镍、铂等	用于灼烧试剂	一般忌骤冷、骤热， 依试剂性质选用不同 材质的坩埚
	有大小之分	支承灼烧坩埚	
	有大小之分	支承受热器皿	不能与水接触
		用于固定或放置 容器	

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
	有大小、高低 之分	支承较大或较 重的加热容器	
	以口径 /mm 表示， 材质有瓷、玻璃、玛瑙或 铁等	用于研磨固体 试剂 用于燃烧物质	不能用火直接加 热。依固体的性质 选用不同材质研 钵
	铜质或铝质， 有大、中、小 之分	用于水浴加热	

仪器	规格	用途	注意事项
	以容积/mL 表示	可作为长时间 加热的反应容 器	加热时应放在石棉网 上
	以容积/mL 表示	用于液体蒸馏， 也可用于制取 少量气体	加热时应放在石棉网 上

2. 玻璃仪器的洗涤

洗涤方法概括起来有下面几种：

(1) 用水刷洗：可以洗去可溶性物质，又可使附着在仪器上的尘土等洗脱下来。

(2) 用去污粉或合成洗涤剂刷洗：能除去仪器上的油污。

(3) 用浓盐酸洗：可以洗去附着在器壁上的氧化剂，如二氧化锰。

(4) 铬酸洗液：将 8g 研细的工业 $K_2Cr_2O_7$ 加入到温热的 100mL 浓硫酸中
小火加热，切勿加热到冒白烟。边加热边搅动，冷却后储于细口瓶中。洗涤

方法：

- 1) 先将玻璃器皿用水或洗衣粉洗刷一遍。
- 2) 尽量把器皿内的水去掉，以免冲稀洗液。
- 3) 用毕将洗液倒回原瓶内，以便重复使用。

洗液有强腐蚀性，勿溅在衣物、皮肤上。铬酸洗液有强酸性和强氧化性，去污能力强，适用于洗涤油污及有机物。当洗液颜色变成绿色时，洗涤效能下降（为什么？），应重新配制。

(5) 含 KMnO_4 的 NaOH 水溶液：将 10gKMnO_4 溶于少量水中，向该溶液中注入 $100\text{mL}10\%\text{NaOH}$ 溶液即成。该溶液适用于洗涤油污及有机物。洗后在玻璃器皿上留下 MnO_2 沉淀，可用浓 HCl 或 Na_2SO_3 溶液将其洗掉。

(6) 盐酸-酒精(1 2) 洗涤液：适用于洗涤被有机试剂染色的比色皿。比色皿应避免使用毛刷和铬酸洗液。

洗净的仪器器壁应能被水润湿，无水珠附着在上面。

用以上方法洗涤后的仪器，经自来水冲洗后，还残留有 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等离子，如需除掉这些离子，还应用去离子水洗 2~3 次，每次用水量一般为所洗涤仪器体积的 $\frac{1}{4} \sim \frac{1}{3}$ 。

3. 化学试剂的取用

(1) 固态试剂的取用

固态试剂一般都用药匙取用。药匙的两端为大小两个匙，分别取用大量固体和少量固体。

试剂一旦取出，就不能再倒回瓶内，可将多余的试剂放入指定容器。

(2) 液态试剂的取用

液态试剂一般用量筒量取或用滴管吸取。下面分别介绍它们的操作方法。

1) 量筒量取

量筒有 5, 10, 50, 100 和 1000mL 等规格。如图 1-1 所示，取液时，先取下瓶塞并将它放在桌上。一手拿量筒，一手拿试剂瓶（注意别让瓶上的标签朝下），然后倒出所需量的试剂。最后斜瓶口在量筒上靠一下，再使试剂瓶竖直，以免留在瓶口的液滴流到瓶的外壁。

2) 滴管吸取

先用手指紧捏滴管上部的橡皮乳头，赶走其中的空气，然后松开手指，吸入试液，如图 1-2 所示。将试液滴入试管等容器时，不得将滴管插入容器。滴管只能专用，用完后放回原处。一般的滴管一次可取 1mL ，约 20 滴试液。

如果需要更准确地量取液态试剂，可用后面介绍的仪器——滴定管和移液管等。

4. 加热方法

(1) 酒精灯

酒精易燃，使用时注意安全，用火柴点燃（图 1-3），而不要用另外一个燃着的酒精灯来点火，这样做，会把灯内的酒精洒在外面，使大量酒精着

火引起事故。酒精灯不用时，盖上盖子，使火焰熄灭，不要用嘴吹灭。盖子要盖严，以免酒精挥发。

当需要往灯内添加酒精时，应把火焰熄灭，然后借助于漏斗把酒精加入灯内，加入酒精量为 $1/2 \sim 1/3$ 壶（图 1-4）。

（2）酒精喷灯

酒精喷灯的构造见图 1-5。

使用方法：

1) 添加酒精

见图 1-6，加酒精时关好下口开关，灯内贮酒精量不能超过酒精壶的 $2/3$ 。

2) 预热

预热盘中加少量酒精点燃（见图 1-7），预热后有酒精蒸气逸出，便可将灯点燃。若无蒸气，用探针疏通酒精蒸气出口后，再预热，点燃。

3) 调节

旋转调节器调节火焰（见图 1-8）。

4) 熄灭

可盖灭，也可旋转调节器熄灭（见图 1-9）。

喷灯使用一般不超过 30min。冷却，添加酒精后再继续使用。

（3）水浴

当要求被加热的物质受热均匀，而温度不超过 100℃ 时，先把水浴中的水煮沸，用水蒸气来加热。水浴上可放置大小不同的铜圈，以承受各种器皿（见图 1-10）。

使用水浴时应注意以下 4 点：

1) 水浴内盛水的量不要超过其容量的 $\frac{2}{3}$ 。应随时往水浴中补充少量的热水，以保持有占容量 $\frac{2}{3}$ 左右的水量。

2) 应尽量保持水浴的严密。

3) 当不慎把铜质水浴中的水烧干时，应立即停止加热，等水浴冷却后，再加水继续使用。

4) 注意不要把烧杯直接泡在水浴中加热，这样会使烧杯底部因接触水浴锅的锅底受热不均匀而破裂。

在用水浴加热试管，离心管中的液体时，常用的水浴是 250mL 烧杯。内盛蒸馏水（或去离子水），将水加热至沸。

4) 注意不要把烧杯直接泡在水浴中加热，这样会使烧杯底部因接触水浴锅的锅底受热不均匀而破裂。

在用水浴加热试管，离心管中的液体时，常用的水浴是 250mL 烧杯。内盛蒸馏水（或去离子水），将水加热至沸。

（4）油浴和沙浴

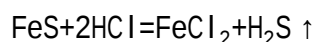
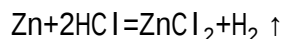
当要求被加热的物质受热均匀，温度又需高于 100℃ 时，可使用油浴或沙浴。用油代替水浴中的水，即是油浴。沙浴是一个铺有一层均匀的细沙的铁盘。先加热铁盘，被加热的器皿放在沙上。若要测量沙浴的温度，可把温度计插入沙中。

（5）电加热

在实验室中还常用电炉（图 1-11）、电加热套（图 1-12）、管式炉（图 1-13）和马福炉（图 1-14）等电器加热。加热温度的高低可通过调节外电阻来控制。管式炉和马福炉都可加热到 1000 左右。

5. 启普发生器

实验室中常用启普发生器来制备氢气、二氧化碳和硫化氢等气体：



启普发生器由一个葫芦状的玻璃容器和球形漏斗组成（图 1-15a）。固体药品放在中间圆球内，可以在固体下面放些玻璃棉来承受固体，以免固体掉至下球中。酸从球形漏斗加入。使用时，只要打开活塞，酸即进入中间球内，与固体接触而产生气体。停止使用时，只要关闭活塞，气体就会把酸从中间球压入下球及球形漏斗内，使固体与酸不再接触而停止反应。

启普发生器中的酸液长久使用后会变稀，此时，可把下球侧口的橡皮塞（有的是玻璃塞）拔下，倒掉废酸，塞好塞子，再向球形漏斗中加酸。需要更换或添加固体时，可把装有玻璃活塞的橡皮塞取下，由中间圆球的侧口加入固体。

启普发生器的缺点是不能加热，而且装在发生器内的固体必须是块状的。

图 1-15b 为连有洗气瓶的启普发生器。

6. 气体钢瓶

在实验室还可以使用气体钢瓶直接获得各种气体。

气体钢瓶是储存压缩气体的特制的耐压钢瓶。使用时，通过减压阀（气压表）有控制地放出气体。由于钢瓶的内压很大（有的高达 15MPa），而且有些气体易燃或有毒，所以在使用钢瓶时要注意安全。

使用钢瓶的注意事项：

（1）钢瓶应存放在阴凉、干燥、远离热源（如阳光、暖气、炉火）处。可燃性气体钢瓶必须与氧气钢瓶分开存放。

（2）绝不可使油或其他易燃性有机物沾在气瓶上（特别是气门嘴和减压阀）。也不得用棉、麻等物堵漏，以防燃烧引起事故。

（3）使用钢瓶中的气体时，要用减压阀（气压表）。各种气体的气压表不得混用，以防爆炸。

（4）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（减压阀表压）。可燃性气体如 C_2H_2 应剩余 0.2 ~ 0.3MPa。

（5）为了避免各种气瓶混淆而用错气体，通常在气瓶外面涂以特定的颜色以便区别，并在瓶上写明瓶内气体的名称。表 1.2 为我国气瓶常用的标记。

表 1.2 我国气瓶常用标记

气体类别	瓶身颜色	标字颜色	气体类别	瓶身颜色	标字颜色
氮	黑	黄	氨	黄	黑
氧	天蓝	黑	二氧化碳	黑	黄
氢	深绿	红	氯	黄绿	黄
空气	黑	白	乙炔	白	红

7. 气体的干燥和净化

通常制得的气体都带有酸雾和水汽。使用时要净化和干燥。酸雾可用水或玻璃棉除去；水汽可用浓硫酸、无水氯化钙或硅胶吸收。一般情况下使用洗气瓶（图 1-16）、干燥塔（图 1-17）、或 U 形管（图 1-18）等设备进行净化。液体（如水、浓硫酸）装在洗气瓶内，无水氯化钙和硅胶装在干燥塔或 U 形管内，玻璃棉装在 U 形管内。气体中如还有其它杂质，则应根据具体情况分别用不同的洗涤液或固体吸收。

8. 气体的收集

（1）在水中溶解度很小的气体（如氢气、氧气），可用排水集气法（图 1-19）收集。

（2）易溶于水而比空气轻的气体（如氨），可按图 1-20a 所示的排气集气法收集。

（3）易溶于水而比空气重的气体（如氯气和二氧化碳），可按图 1-20b 所示的排气集气法收集。

9. 蒸发浓缩与重结晶

蒸发浓缩一般在水浴上进行。若溶液太稀，也可先放在石棉网上直接加热蒸发。常用的蒸发器是蒸发皿。皿内盛放液体的量不应超过其容量的 2/3。

重结晶是提纯固体物质的一种方法。把待提纯的物质溶解在适当的溶剂中，经除去杂质离子，滤去不溶物后，进行蒸发浓缩到一定程度，经冷却就会析出溶质的晶体。晶体颗粒大小，决定于溶质溶解度和结晶条件，如果溶液浓度较高、溶质的溶解度小，冷却较快，并不断搅拌溶液，所得晶体较小；如果溶液浓度不高，缓慢冷却，就能得到较大的晶体，这种晶体夹带杂质少，易于洗涤，但母液中剩余的溶质较多，损失较大。

若结晶一次所得物质的纯度不合要求，可加入少量溶剂溶解晶体，经蒸发再进行一次结晶。

10. 溶液与沉淀的分离

溶液与沉淀的分离方法有 3 种：倾析法、过滤法和离心分离法。

（1）倾析法

当沉淀的密度较大或结晶的颗粒较大，静置后能沉降于容器底部时，可用倾析法进行沉淀的分离和洗涤。

具体作法是把沉淀上部的溶液倾入另一容器内，然后往盛着沉淀的容器

内加入少量洗涤液，充分搅拌后，沉降，倾去洗涤液。如此重复操作 3 遍以上，即可把沉淀洗净，使沉淀与溶液分离。

(2) 过滤法

分离溶液与沉淀最常用的操作方法是过滤法。过滤时沉淀留在过滤器上，溶液通过过滤器而进入容器中，所得溶液叫做滤液。过滤方法共有 3 种：常压过滤、减压过滤和热过滤。

1) 常压过滤

此法最为简便和常用，使用玻璃漏斗和滤纸进行过滤。

按照孔隙的大小，滤纸可分为快速、中速和慢速 3 种。快速滤纸孔隙最大。

过滤时，先按图 1-21 所示，把圆形滤纸或四方滤纸折叠成 4 层（方滤纸折叠后还要剪成扇形）。然后将滤纸撕去一角，放在漏斗中（图 1-21）。滤纸的边缘应略低于漏斗的边缘。用水润湿滤纸，并使它紧贴在玻璃漏斗的内壁上。这时如果滤纸和漏斗壁之间仍有气泡，应该用手指轻压滤纸，把气泡赶掉，然后向漏斗中加蒸馏水至几乎达到滤纸边。这时漏斗颈应全部被水充满，而且当滤纸上的水已全部流尽后，漏斗颈中的水柱仍能保留。如形不成水柱，可以用手指堵住漏斗下口，稍稍掀起滤纸的一边，向滤纸和漏斗间加水，直到漏斗颈及锥体的大部分全被水充满，并且颈内气泡完全排出。然后把纸边按紧，再放开下面堵住出口的手指，此时水柱即可形成。在全部过滤过程中，漏斗颈必须一直被液体所充满，这样过滤才能迅速。

装置如图 1-22 所示。过滤时应注意以下几点：调整漏斗架的高度，使漏斗末端紧靠接受器内壁。先倾倒溶液，后转移沉淀，转移时应使用搅棒。倾倒溶液时，应使搅棒指向 3 层滤纸处。漏斗中的液面高度应低于滤纸高度的 $\frac{2}{3}$ 。

如果沉淀需要洗涤，应待溶液转移完毕，用少量洗涤剂倒入沉淀，然后用搅棒充分搅动，静止放置一段时间，待沉淀下沉后，将上方清液倒入漏斗，如此重复洗涤两三遍，最后把沉淀转移到滤纸上。

2) 减压过滤

此法可加速过滤，并使沉淀抽吸得较干燥，但不宜过滤胶状沉淀和颗粒太小的沉淀，因为胶状沉淀易穿透滤纸，颗粒太小的沉淀易在滤纸上形成一层密实的沉淀，溶液不易透过。

装置如图 1-23 所示，循环水真空泵使吸滤瓶内减压，由于瓶内与布氏漏斗液面上形成压力差，因而加快了过滤速度。安装时应注意使漏斗的斜口与吸滤瓶的支管相对。

布氏漏斗上有许多小孔，滤纸应剪成比漏斗的内径略小，但又能把瓷孔全部盖没的大小。用少量水润湿滤纸，开泵，减压使滤纸与漏斗贴紧，然后开始过滤。

当停止吸滤时，需先拔掉连接吸滤瓶和泵的橡皮管，再关泵，以防反吸。为了防止反吸现象，一般在吸滤瓶和泵之间，装上一个安全瓶。

3) 热过滤

为保证滤纸与漏斗密合，第二次对折时先不要折死，把滤纸展开成锥形，用食指把滤纸按在玻璃漏斗（漏斗应干净而且干燥）的内壁上，稍微改变滤纸的折叠程度，直到滤纸与漏斗密合时为止，此时可把第二次折边折死。

某些物质在溶液温度降低时，易成结晶析出，为了滤除这类溶液中所含

的其他难溶性杂质，通常使用热滤漏斗进行过滤（图 1-24），防止溶质结晶析出。过滤时，把玻璃漏斗放在铜质的热滤漏斗内，热滤漏斗内装有热水以维持溶液的温度。

（3）离心分离

当被分离的沉淀的量很小时，可把沉淀和溶液放在离心管内，放入电动离心机（图 1-25）中进行离心分离。使用离心机时，将盛有沉淀的离心试管放入离心机的试管套内，在与之相对称的另一试管套内也放入盛有相等体积水的试管，然后缓慢起动离心机，逐渐加速。停止离心时，应让离心机自然停止。

11. 移液管、容量瓶和滴定管

（1）移液管（图 1-26）

移液管用来准确地量取一定体积的溶液。它是中间有一膨大部分（称为球部）的玻璃管，管颈上部刻有一标线。此标线是按放出的体积来刻度的。常见的有 5，10，25，50mL 等数种，最常用的是 25mL 的移液管。

另一种移液管带有刻度，叫做吸量管（图 1-26B），可量取吸量管以内的试液体积。

移液管的吸液步骤（图 1-27）：

- 1) 拇指及中指握住移液管标线以上部位；
- 2) 将移液管下端适当伸入液面，太深或太浅会使外壁沾上过多的试液或易吸空；
- 3) 将洗耳球对准移液管上端，吸入试液至标线以上约 2cm，迅速用食指代替洗耳球堵住管口；
- 4) 取出移液管并靠在盛液容器内壁，然后缓慢转动移液管，使标线以上的试液流至标线；
- 5) 将移液管迅速放入接受容器中。

移液管的放液步骤（图 1-28）：

- 1) 使接受容器倾斜而移液管直立；
- 2) 出口尖端接触容器壁；
- 3) 松开食指，使试液自由流出；
- 4) 在使用图 1-26A 种移液管时，不得将管内残液吹出，待试液流出后停留 15s 即可。当用图 1-26B 种移液管时，一般需将管中的试液全部放净。

（2）容量瓶

容量瓶是一个细颈梨形的平底瓶，带有磨口塞。颈上有标线表明在所指温度下（一般为 20℃），当液体充满到标线时，瓶内液体体积恰好与瓶上所注明的体积相等。

容量瓶是为配制准确浓度的溶液用的。常和移液管配合使用。以把某种物质分为若干等份。通常有 25，50，100，250，500，1000mL 等数种规格，本实验中常用的是 100 和 250mL 的容量瓶。

在使用容量瓶之前，要先进行以下两项检查：

- 1) 容量瓶容积与所要求的是否一致。
- 2) 为检查瓶塞是否严密，不漏水。在瓶中放水到标线附近，塞紧瓶塞，使其倒立 2min，用干滤纸片沿瓶口缝处检查，看有无水珠渗出。如果不漏，

再把塞子旋转 180° ，塞紧，倒置，试验这个方向有无渗漏。这样做两次检查是必要的，因为有时瓶塞与瓶口，不是在任何位置都是密合的。

合用的瓶塞必须妥为保护，最好用绳把它系在瓶颈上，以防跌碎或与其他容量瓶搞混。

用容量瓶配制标准溶液时，先将精确称重的试样放在小烧杯中，加入少量溶剂，搅拌使其溶解（若难溶，可盖上表皿，稍加热，但必须放冷后才能转移）。沿搅棒用转移沉淀的操作将溶液定量地移入洗净的容量瓶中（图 1-29），然后用洗瓶吹洗烧杯壁 5~6 次，按同法转入容量瓶中。当溶液加到瓶中 $2/3$ 处以后，将容量瓶水平方向摇转几周（勿倒转），使溶液大体混匀。然后，把容量瓶平放在桌子上，慢慢加水到距标线 1cm 左右，等待 1~2min，使粘附在瓶颈内壁的溶液流下，用滴管伸入瓶颈接近液面处，眼睛平视标线，加水至弯月面下部与标线相切。立即盖好瓶塞，用一只手的食指按住瓶塞，另一只手的手指托住瓶底（图 1-30），注意不要用手掌握住瓶身，以免体温使液体膨胀，影响容积的准确（对于容积小于 100mL 的容量瓶，不必托住瓶底）。随后将容量瓶倒转，使气泡上升到顶，此时可将瓶振荡数次。再倒转过来，仍使气泡上升到顶。如此反复 10 次以上，才能混合均匀。

容量瓶不能久贮溶液，尤其是碱性溶液会侵蚀瓶壁，并使瓶塞粘住，无法打开。容量瓶不能加热。

（3）滴定管

滴定管是用来准确放出不确定量液体的容量仪器。是用细长而均匀的玻璃管制成的，管上有刻度，下端是一尖嘴，中间有节门用来控制滴定的速度。

如图 1-31 所示，滴定管分酸式和碱式两种，前者用于量取对橡皮管有侵蚀作用的液态试剂；后者用于量取对玻璃有侵蚀作用的液体。滴定管容量一般为 50mL，刻度的每一大格为 1mL，每一大格又分为 10 小格，故每一小格为 0.1mL。

酸式滴定管的下端为一玻璃活塞，开启活塞，液体即自管内滴出。使用前，先取下活塞，洗净后用滤纸将水吸干或吹干，然后在活塞的两头涂一层很薄的凡士林油（切勿堵住塞孔）。装上活塞并转动，使活塞与塞槽接触处呈透明状态，最后装水试验是否漏液。

碱式滴定管的下端用橡皮管连接一支带有尖嘴的小玻璃管。橡皮管内装有一个玻璃圆球（图 1-32）。用左手拇指和食指轻轻地往一边挤压玻璃球外面的橡皮管，使管内形成一缝隙，液体即从滴管滴出。挤压时，手要放在玻璃球的稍上部。如果放在球的下部，则松手后，会在尖端玻璃管中出现气泡。

必须注意，滴定管下端不能有气泡。快速放液，可赶走酸式滴定管中的气泡；轻轻抬起尖嘴玻璃管，并用手挤压玻璃球，可赶走碱式滴定管中气泡（图 1-33）。

酸式滴定管不得用于装碱性溶液，因为玻璃的磨口部分易被碱性溶液侵蚀，使塞子无法转动。

碱式滴定管不宜于装对橡皮管有侵蚀性的溶液，如碘、高锰酸钾和硝酸银等。

（4）仪器洗涤

移液管、容量瓶、滴定管要求容积精确，一般不用刷子机械地刷洗，其内壁的油污最好是用浓硫酸-重铬酸钾洗液来清洗，分别介绍如下：

移液管：在上口套上一段橡皮管，用洗耳球将洗液吸入管中超过刻线部

分，用夹子夹住，直立浸泡一定时间（也可用洗耳球将洗液吸入管中，用手指堵住上口，平握移液管，不断转动，直到洗液浸润全部内壁），将洗液放回原瓶。

容量瓶：小容量瓶可装满洗液浸泡一定时间。容量大的容量瓶则不必装满，注入约 $1/3$ 体积洗液，塞紧瓶塞，摇动片刻，隔一些时间再摇动几次即可洗净。

滴定管：可注入 10mL 洗液，两手平握滴定管不断转动，直到洗液把全部管浸过，然后将洗液由上口或尖嘴倒回原贮存瓶中。若上法不能洗净，需将洗液装满滴定管浸泡。

上述仪器用洗液浸泡后，都需要先用自来水冲洗掉洗液。此时应对着光亮检查一下是否油污已被洗净，内壁水膜是否均匀。如果发现仍有水珠，则应再用洗液浸泡再检查，直到彻底洗净为止。

最后用去离子水（或蒸馏水）洗去自来水。去离子水每次用量约为被洗仪器体积的 $1/3$ 即可，一般洗 2~3 次。

对于移液管和滴定管，最后还要用待装入的溶液洗涤 2~3 次（容量瓶是否要用待盛放的溶液洗涤？）。

（5）读数

下面以滴定管为例加以说明。在滴定管中的溶液由于附着力和内聚力的作用，形成一个弯月面，弯月面下常有一虚影，此虚影与读数无关。读数时，视线应在弯月面下缘最低处的同一水平位置上（见图 1-34），以避免视差。因为液面是球面，眼睛位置不同会得到不同的读数。对于常用的 50mL 滴定管，读数应到 0.01mL。

颜色太深的溶液，如碘溶液、高锰酸钾溶液，弯月面很难看清楚，而液面最高点较清楚，所以常读取液面最高点，读时应调节眼睛的位置，使之与液面最高点前后在同一水平位置上。

对于移液管、容量瓶（包括量筒）的读数方法，可从滴定管读数方法类推，不再一一介绍。

12. 实验室常用称量仪器

（1）台秤

台秤（见图 1-35）用于精度不高的称量，一般只能称准到 0.1g。称量前，首先调节托盘下面的螺旋，让指针在刻度板中心附近等距离摆动，此谓调零点。称量时，左盘放称量物，右盘放砝码（10g 或 5g 以下是通过移动游码添加的），增减砝码，使指针也在刻度板中心附近摆动。砝码的总质量就是称量物的质量。称量时应注意：

- 1) 不能称量热的物体；
- 2) 称量物不能直接放在托盘上，依情况将其放在纸上，表面皿中或容器内；
- 3) 称量完毕，一切复原。

（2）光电天平

光电天平叫光学天平。分为双盘和单盘两种，下述为双盘光电天平。它最大载重量为 200g，可以精确称量到 0.1mg。

- 1) 光电天平的构造见图 1-36。