

绪 论

一、无机及分析化学实验的目的

无机及分析化学实验是高等农林专科院校各有关专业的第一门实验课，它是后继实验课的重要基础。

无机及分析化学实验的主要目的是：

(1) 通过实验，可以直接获得大量的化学事实，验证、巩固、加深课堂上讲授的基本理论和基础知识。

(2) 实验中，自己动手，实际训练，可正确地掌握化学实验的基本操作方法和技能技巧。

(3) 通过实验可以培养学生独立工作和独立思考的能力。如观察实验现象，正确记录实验现象，分析归纳、综合、合理处理数据的能力；用语言表达实验结果及一定的组织实验的能力；用所学理论解释某些现象、研究实验的能力。

(4) 通过实验培养学生求实、求真、存疑、艰苦创业、勤奋不懈、谦虚好学、乐于协作的科学品德和科学精神。

化学实验教学是实施全面化学教育的一种最有效的教学形式。全面的化学教育既要传授化学知识和技术，更应训练科学方法和思维，培养献身于科学事业的精神和品德。因此，对化学实验课应该给予充分的重视。

二、无机及分析化学实验的学习方法

实验要独立完成，其效果与实验者的学习态度和学习方法密切相关。这里介绍一些必要的学习方法。

1. 实验前充分预习

预习是做好实验的前提和保证，预习工作可以归纳为“看、查、写”。

(1) 看 认真阅读实验教材，复习《无机及分析化学》教材中的有关章节。做到：明确实验目的，掌握实验原理及数学关系；熟悉实验内容、主要操作步骤及数据的处理方法；预习（或复习）基本操作和仪器的使用；提出实验中注意事项，合理安排时间（实验工作的顺序和交叉进行）；回答实验教材中的思考题。

(2) 查 从手册或资料中查出实验中所需数据或常数。

(3) 写 用自己的语言或示意式写出预习报告，做到简明扼要、清晰、切勿照书抄。

预习报告（学生应准备一个专用本子）一般包括以下内容（根据实际情况取舍）：

实验题目

日期

实验目的

实验原理（用自己的话扼要写出。）

实验步骤(简要叙述或用方块式、箭头式表示。)

实验记录(实验时完成,其内容包括现象、数据的记录,称为原始记录,常采用表格式,也可自行设计格式。)

实验中注意事项

实验中所需数据或常数

思考题的回答

2. 认真实验

按实验教材中的步骤独立操作,既要大胆又要细心。仔细观察实验现象,认真测定数据并及时如实地做好详细记录。原始数据不得涂改,如有记错可在原始数据上划一道杠,再在旁边写上正确值。

实验中要勤于思考,仔细分析,力争自己解决问题。碰到疑难问题而自己难以解决时,可请教师指导。

如发现实验现象与理论不符,应尊重实验事实,并认真分析和检查原因,也可做对照试验、空白试验来核对。必要时应多次重做验证,从中得到有益的科学结论。

在实验过程中应保持肃静,严格遵守实验室工作规则。

3. 正确撰写实验报告

实验做完后,应对实验现象进行解释并作出结论,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。书写实验报告要结论明确、计算准确、字迹端正、绘图规范、简明扼要、整齐清洁。

下面介绍几种不同类型的实验报告格式,以供参考。

A. 性质实验报告格式

系 班级 姓名 实验日期 室温 气压
实验 电解质溶液

一、实验目的

1. 通过实验巩固电离平衡的有关概念(平衡条件、特点、移动的规律)。
2. 学习缓冲溶液配制方法并了解缓冲溶液的性质。掌握酸碱指示剂和 pH 试纸的使用。

二、实验内容与记录(表格式,仅写出部分内容作示例)

同 离 子 效 应	实 验 步 骤	现 象	解 释、结 论(包括方程式)
	(1) 2 滴 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氨水 + 1 滴酚酞 氨水 + 酚酞 + 少许 $\text{NH}_4\text{Cl}(\text{s})$	溶液显红色 溶液红色褪去	由于 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{NH}_4^+ + \text{OH}^-$, 显碱性 因 $\text{NH}_4\text{Cl} \rightleftharpoons \text{NH}_4^+ + \text{Cl}^-$, 增加了溶液中 $[\text{NH}_4^+]$, 使 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{NH}_4^+ + \text{OH}^-$ 向左移动, $[\text{OH}^-]$ 减少, 故红色褪去
	(2) 稀 HAc + 甲基橙 稀 HAc + 甲基橙 + 少许 $\text{NaAc}(\text{s})$	溶液显红色 溶液由红色变 黄色	$\text{HAc} \rightleftharpoons \text{H}^+ + \text{Ac}^-$ 因 $\text{NaAc} \rightleftharpoons \text{Na}^+ + \text{Ac}^-$, 使 $[\text{Ac}^-]$ 增加, 使平衡 $\text{HAc} \rightleftharpoons \text{H}^+ + \text{Ac}^-$ 向左移动, 故溶液由红色变黄色
	(3) $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ MgCl}_2 + 2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ $\text{MgCl}_2 +$ 饱和 $\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	有白色↓生成 无白色↓生成	$\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{NH}_4^+ + \text{OH}^-$ $\text{Mg}^{2+} + 2\text{OH}^- \rightleftharpoons \text{Mg}(\text{OH})_2 \downarrow$ 加入 NH_4Cl 后, 由于同离子效应抑制了 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 的解离, $[\text{OH}^-]$ 变小, 故无沉淀生成

续表

	实 验 步 骤	现 象	解 释、结 论(包括方程式)
缓 冲 溶 液	(1) 测定蒸馏水 pH	pH = 6	说明水无缓冲能力
	蒸馏水 + 5 滴 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HCl}$	pH = 2	
	蒸馏水 + 5 滴 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NaOH}$	pH = 14	
	(2) 等体积混合 $0.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HAc}$ 和 $0.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NaAc}$, 并测其 pH	pH = 4 ~ 5	由 HAc 和 NaAc 组成的缓冲溶液, 在加入少量酸或碱时, 溶液的 pH 几乎无变化
	上述部分混合液 + 5 滴 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HCl}$	pH = 4 ~ 5	
	上述部分混合液 + 5 滴 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NaOH}$	pH = 4 ~ 5	

三、问题与讨论 (略)

附注：

指导教师签名

B. 无机制备实验报告格式

系 班级 姓名 实验日期 室温 气压
实验 硝酸钾的制备

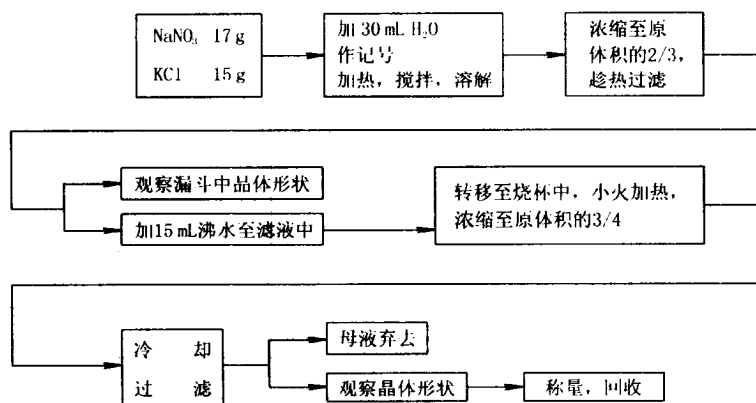
一、实验目的

1. 利用 NaCl , KNO_3 随温度的升高, 其溶解度变化不同的性质来制备 KNO_3 。
2. 学习称量、溶解、蒸发、冷却、过滤等无机制备的基本操作。

二、原理

当 KCl 和 NaNO_3 溶液混合时, 混合液中同时存在 Na^+ , K^+ , Cl^- , NO_3^- 四种离子。由它们组成的四种盐在不同的温度下溶解度不同。利用 NaCl , KNO_3 随着温度的升高, 其溶解度变化不同的性质, 高温除去 NaCl , 溶液冷却即得 KNO_3 。

三、实验步骤 (方块式或箭头式)



四、记录

1. 实验中主要现象

2. 实验结果

产品外观：

理论产量（计算）：

产量：

产率：

五、问题与讨论（略）

附注：

指导教师签名

C. 定量测定实验报告格式

系 班级 姓名 实验日期 室温 气压
实验 盐酸浓度的标定

一、实验目的（略）

二、测定原理

由称取基准物质的质量求出基准物质的物质的量；再由滴定基准物质达化学计量点时所消耗待标定溶液的体积，依基准物质与待标定溶液之间的化学计量关系，可求出待标定溶液的浓度。即依下式

$$\frac{m(\text{Na}_2\text{CO}_3)}{M(\text{Na}_2\text{CO}_3)} = 2c(\text{HCl}) V(\text{HCl})$$

计算出盐酸的浓度。

三、测定步骤（简述或用箭头式、方块式）

1. 称量 在分析天平上，用差减法称取无水 Na_2CO_3 三份，每份约 0.13~0.15 g。
2. 溶解 加水 100 mL，搅拌，使 Na_2CO_3 完全溶解。
3. 滴定 加入 1~2 滴改良甲基橙，用待测盐酸溶液滴定，当溶液颜色由绿色变成无色（或浅灰色）即为终点。记录初体积和终体积。
4. 重复其余两份滴定。

四、数据记录与结果处理（表格式）

1. 称量记录

称量顺序	质量/g	试样质量/g
称量瓶 + Na_2CO_3 (试样)		
倒出第一份 Na_2CO_3 (试样)后		
倒出第二份 Na_2CO_3 (试样)后		
倒出第三份 Na_2CO_3 (试样)后		

2. 滴定记录与处理

实验序号	1	2	3
$m(\text{Na}_2\text{CO}_3)/\text{g}$			
$V(\text{HCl})(\text{终})/\text{mL}$			
$V(\text{HCl})(\text{初})/\text{mL}$			

续表

实验序号	1	2	3
$\Delta V(\text{HCl})/\text{mL}$			
$c(\text{HCl})/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$			
$\bar{c}(\text{HCl})/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$			
平均偏差/%			

五、问题与讨论（略）

附注：

指导教师签名

在实验报告的“问题与讨论”中，可针对本实验成败关键、实验中遇到的疑难问题和补充实验提出自己的见解与体会。定量实验应分析实验产生误差的原因，也可对实验方法、教学方法、实验内容提出自己的意见。回答实验教材中的思考题。

三、学生实验守则

(1) 实验前必须认真预习，写出预习报告。进入实验室后，首先熟悉实验室环境及各种设施的位置；清点仪器，如发现有破损或缺少应立即报告老师，按规定手续向实验准备室补领。未经老师同意不得拿别的位置上的仪器。

(2) 实验过程中保持肃静，集中思想，认真操作，仔细观察，如实记录，积极思考，独立完成各项实验任务。不准做与实验无关的事情。

(3) 使用水、电、煤气、试剂都应注意节约。

(4) 未经老师允许不得乱动精密仪器，使用时严格按照操作规程进行操作，细心谨慎。如发现仪器有故障，应立即停止使用，报告老师，及时排除故障；使用玻璃仪器要小心，若有损坏必须报告老师。

(5) 虚心听取老师指导，严格遵守实验室安全守则。

(6) 实验过程中，始终保持台面的整洁，使用的各种仪器安放合理。遵守试剂取用规则，不准将公用药品取走或挪动位置。废纸、火柴梗和碎玻璃等应倒入垃圾箱内，废液倒入废液缸中，严禁投入水槽内，以防堵塞或腐蚀。

(7) 实验后，应将所用仪器洗净并整齐地放回实验柜内。实验台和试剂架必须揩净，并关好电闸、水和煤气阀门。

(8) 每次实验后由学生轮流值日，负责打扫和整理实验室，并检查水、煤气、门窗是否关好，电闸是否拉下，以保证实验室的整洁和安全。

(9) 不准将实验室仪器、药品及其它用品随便带出实验室。如果确有需要，必须办理借用手续。

(10) 如果发生意外事故，应保持镇静，不要惊慌失措，应立即报告老师，采取适当措施妥善处理。

四、化学实验室安全守则

化学实验室中会经常接触各种化学药品、电学仪器及玻璃仪器，因此，化学实验室常常潜藏

着诸如发生爆炸、着火、中毒、灼伤、割伤、触电等事故的危险性。一旦发生事故，小则危及个人，大则损害国家财产和人身安全。实验者必须像重视实验内容一样认真阅读安全守则。安全守则如下：

- (1) 实验室内严禁吸烟、饮食或带进餐具、嬉闹。
- (2) 水、电、气、酒精灯使用完毕立即关闭或熄灭。
- (3) 洗液、浓酸、浓碱具有强腐蚀性，应避免溅落在皮肤、衣服、书本上，更应防止溅入眼睛里。稀释浓硫酸时，应将浓硫酸慢慢倒入水中，并不断搅动。切勿将水倒入硫酸中以免迸溅伤人。
- (4) 能产生有刺激性或有毒气体（如 Cl_2 , Br_2 , HF , H_2S , SO_2 , NO_2 , CO 等）的实验，应在通风橱内进行。
- (5) 具有易挥发和易燃物质的实验，都应在远离火源的地方进行，最好在通风橱内进行。
- (6) 不允许用手直接取用固体药品。嗅闻气体时，应用手轻拂气体，把少量气体扇向自己再闻。
- (7) 有毒试剂（如氰化物、汞盐、铅盐、钡盐、重铬酸钾等）不得进入口内或接触伤口，也不能随便倒入下水道，应回收统一处理。
- (8) 禁止任意混合各种试剂药品，以免发生意外事故。
- (9) 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，以免溅出受到伤害。
- (10) 不要用湿手接触电源。
- (11) 实验完毕，洗净双手，关闭水、电、煤气等阀门后，才能离去。

五、化学实验室意外事故的处理

(1) 割伤 应先取出伤口处玻璃碎屑等异物。如为轻伤，可用生理盐水或硼酸洗液擦洗伤处，然后涂上红药水(或紫药水、碘酒)，撒些消炎粉并包扎。也可在洗净的伤口处贴上“创可贴”，可立即止血，且易愈合。伤势较重时，先用酒精在伤口周围清洗消毒，并立即送往医院。

(2) 烫伤 一旦被火焰、蒸气、红热的玻璃、铁器等烫伤时，立即将伤处用大量水冲淋，以迅速降温避免深度烧伤，若起泡不宜挑破，用纱布包扎后送医院治疗。对轻微烫伤，可在伤处涂擦饱和碳酸氢钠溶液或用碳酸氢钠调成糊状敷于伤处，或用苦味酸溶液揩洗，也可抹橄榄油、鱼肝油、烫伤膏、万花油。如皮肤已破，可涂些紫药水或 1% 高锰酸钾溶液。

(3) 酸蚀 若强酸溅到皮肤上或眼睛内，应立即用大量水冲洗，而后用饱和碳酸氢钠水溶液(或稀氨水、肥皂水)冲洗，最后用水冲洗。

(4) 碱蚀 先用大量水冲洗，再用 2% 醋酸溶液或饱和硼酸溶液洗，最后用水冲洗。如果碱液溅入眼中，用硼酸溶液洗。

(5) 溴腐蚀致伤 用苯或甘油洗伤口，再用水洗。

(6) 磷灼伤 用 1% 硝酸银、5% 硫酸或浓高锰酸钾溶液洗伤口，然后包扎。

(7) 吸入刺激性或有毒气体 吸入溴蒸气、氯气、氯化氢气体时，可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气使之解毒。吸入硫化氢或一氧化碳气体而感到不适时，应立即到室外呼吸新鲜空气。但应注意氯气、溴中毒不可进行人工呼吸，一氧化碳中毒不可用兴奋剂。

(8) 毒物进入口内将 5~10 mL 稀硫酸铜溶液加入一杯温水中, 内服后, 用手指伸入咽喉部促使呕吐, 吐出毒物, 然后立即送医院。

(9) 触电 立即切断电源, 必要时进行人工呼吸。

(10) 起火 起火后, 要立即一面灭火, 一面防止火势蔓延(如采取截断电源, 移走易燃药品等措施)。灭火的方法要针对起因选用合适的方法。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。实验人员衣服着火时, 切勿惊慌乱跑, 应立即脱下衣服或用石棉布覆盖着火处, 或就地卧倒打滚, 使火焰熄灭。

总之, 一旦发生事故, 不能惊慌失措, 要冷静、果断, 迅速地采取救护措施, 若伤势较重, 应立即送往医院; 火势较大, 则应立即报火警。

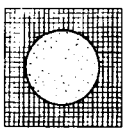
六、无机及分析化学实验常用仪器介绍

无机及分析化学实验中常用的仪器如表 1 所示。

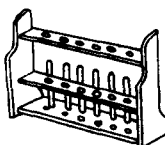
表 1 无机及分析化学实验常用仪器

仪 器	规 格	主 要 用 途	注 意 事 项
 试管 具支试管	分硬质试管、软质试管, 有刻度、无刻度、有支管、无支管等。 无刻度试管一般以管口直径(mm)×长度(mm)表示, 如 10×100, 15×150 等 有刻度试管按容量表示, 如 5 mL, 10 mL, 15 mL 等	1. 少量试剂的反应器, 便于操作和观察 2. 收集少量气体的容器 3. 具支试管可用于装配气体发生器、洗气装置和检验气体产物	1. 可直接用火加热, 当加强热时要用硬质试管 2. 加热后不能骤冷(特别是软质试管), 否则容易破裂
 离心试管	分有刻度和无刻度, 有刻度的以容量表示, 如 5mL, 10mL, 15mL 等	少量试剂的反应器, 还可用于分离沉淀	1. 不可直接加热, 只能用水浴加热 2. 离心时, 把离心试管插入离心机的套管内进行离心分离, 取出时要用镊子
 烧杯	分硬质、软质, 有刻度、无刻度 以容量表示, 如 50 mL, 100 mL, 250 mL, 500 mL 等, 还有 5 mL, 10 mL 的微型烧杯	1. 反应器, 反应物易混和均匀 2. 配制溶液 3. 物质的加热溶解 4. 蒸发溶剂或从溶液中析出晶体、沉淀	1. 加热前要将烧杯外壁擦干, 加热时下垫石棉网, 使受热均匀 2. 反应液体不得超过烧杯容量的 2/3, 以免液体外溢
 量筒	按能够量出的最大容量表示, 如 10 mL, 50 mL, 100 mL, 500 mL 等	量取液体	1. 不能加热, 不能用作反应容器, 不能用作配制溶液或稀释酸碱的容器 2. 不可量热的溶液或液体

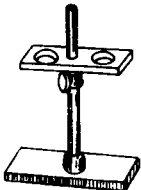
续表

仪 器	规 格	主 要 用 途	注 意 事 项
 石棉网	由铁丝编成,中间涂有石棉,其大小按石棉层的直径表示,如 10 cm,15 cm 等	加热玻璃器皿时,垫上石棉网,使受热物质均匀受热,不致造成局部过热	不能与水接触,以免石棉脱落或铁丝生锈
 水浴锅	铜或铝制品	用于间接加热	1. 根据反应容器的大小选择好圈环 2. 经常加水,防止锅内水烧干 3. 用毕应将锅内剩水倒出并擦干
 锥形瓶(三角烧瓶)	分有塞、无塞等 按容量表示,如 50 mL,100 mL,250 mL 等	1. 反应器,振荡方便,适用于滴定反应 2. 装配气体发生器	1. 盛液不宜太多,以免振荡时溅出 2. 加热时下垫石棉网或置于水浴中
  平底烧瓶 圆底烧瓶  蒸馏烧瓶	分硬质和软质,有平底、圆底、长颈、短颈、细口、厚口等 按容量表示,如 100 mL,250 mL,500 mL 等	1. 用作反应物多、需长时间加热的反应器 2. 装配气体发生器 3. 平底烧瓶可作洗瓶 4. 蒸馏烧瓶用于液体蒸馏	1. 加热前外壁要擦干 2. 加热时固定在铁架台上,下垫石棉网,使受热均匀
  滴瓶 细口瓶  广口瓶	按颜色分无色、棕色,按瓶口分细口瓶、广口瓶 瓶口上沿磨砂而不带塞的广口瓶叫集气瓶 按容量表示,如 60 mL,125 mL,250 mL 等	1. 滴瓶、细口瓶盛放液体试剂,广口瓶盛放固体试剂 2. 棕色瓶盛放见光易分解或不太稳定的试剂 3. 集气瓶用于收集气体	1. 滴管及瓶塞均不得互换 2. 盛放碱液时,细口瓶要用橡皮塞,滴瓶要改用套有滴管的橡皮塞 3. 浓酸或其它会腐蚀胶头的试剂如溴等,不能长期存放在滴瓶中 4. 具有磨口塞的试剂瓶不用时洗净后在磨口处垫上纸条 5. 集气瓶收集气体后,用毛玻璃片盖住瓶口,以免气体逸出

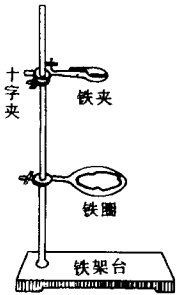
续表

仪 器	规 格	主 要 用 途	注 意 事 项
 称量瓶	分高型、低型两种 按瓶高(mm)×瓶径(mm)表示,如40×20、60×30、25×40等	用于减量法称量试样 低型称量瓶也可用于测定水分	1. 不能直接加热 2. 盖子是磨口配套的,不能互换 3. 不用时应洗净,在磨口处垫上纸条
 容量瓶	按颜色分棕色和无色两种 以刻度以下的容量表示并注明温度,如50 mL、100 mL、250 mL、500 mL等	配制标准溶液,配制试样溶液或作溶液的定量稀释	1. 不能加热 2. 磨口瓶塞是配套的,不能互换(也有配塑料塞的) 3. 不能代替试剂瓶用来存放溶液
 干燥管	有单球、双球之分	内装干燥剂,用于干燥气体	1. 干燥剂置于球形部分,不宜过多 2. 球形上、下部要填放少许玻璃纤维,避免气流将干燥剂粉末带出 3. 大口进气,小口出气
 干燥器	按玻璃颜色分为无色和棕色两种 按内径大小表示,如100 mm、150 mm、180 mm、200 mm等	内放干燥剂。用于存放易吸湿的物质,也用于存放已经烘干或灼热后的物质和灼烧过的坩埚,以防还潮	1. 灼热的物品稍冷后才能放入 2. 放入的物品未完全冷却前要每隔一定时间开一开盖子,以调节干燥器内的气压 3. 要按时更换干燥剂
 研钵	瓷质,也有玻璃、玛瑙或铁制品 以口径大小表示,如60 mm、75 mm、90 mm等	磨细药品或将两种或两种以上固态物质通过研磨混匀 按固体的性质和硬度选用	1. 不能作反应容器 2. 只能研磨不能捣碎(铁研钵除外),放入物质的量不宜超过容量的1/3 3. 易爆物质不能在研钵中研磨
 试管架	有木质、铝质或塑料制品,有不同形状和大小	放试管用	加热的试管应稍冷后放入架中,铝质试管架要防止酸、碱腐蚀

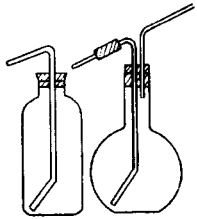
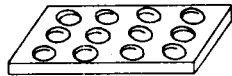
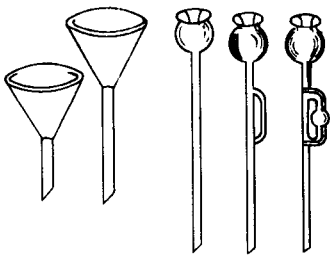
续表

仪 器	规 格	主 要 用 途	注 意 事 项
 试管夹	有木制和金属制品, 形状大同小异	用于加热时夹持试管	1. 夹在试管上端(离管口约 2 cm 处) 2. 要从试管底部套上或取下试管夹, 不得横着套进套出 3. 加热时手握试管夹的长柄, 不要同时握住长柄和短柄
 坩埚钳	铁或铜合金制品, 表面常镀镍或铬	灼烧或加热坩埚时, 夹持热的坩埚用	1. 不要和化学药品接触, 以免腐蚀 2. 放置时应将钳的尖端向上, 以免沾污 3. 使用铂坩埚时, 所用坩埚钳尖端要包有铂片
 漏斗架	木制, 有螺丝可固定于铁架台或木架上	用于过滤时支持漏斗	活动的有孔板不能倒放
 洗气瓶	有直管式、多孔式 按容量表示, 如 125 mL, 250 mL, 500 mL 等	用于洗涤、净化气体, 也可作安全瓶或缓冲瓶用	1. 注意气体走向 2. 洗涤液用量为容器高度的 1/3, 不得超过 1/2, 防止压强过大, 气体不易通过
 表面皿	以直径表示, 如 45 mm, 65 mm, 75 mm, 90 mm 等	盖在烧杯上防止液体在加热时迸溅, 或晾干晶体等	不能用火直接加热
 蒸发皿	常用的为瓷质制品 以口径表示, 如 60 mm, 80 mm, 95 mm, 也有以容量表示的	用于溶液蒸发、浓缩和结晶, 随液体性质不同, 可选用不同质地的蒸发皿	1. 能耐高温, 但不能骤冷 2. 蒸发溶液时, 一般放在石棉网上加热, 使受热均匀, 也可用直接火加热

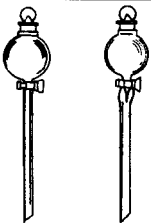
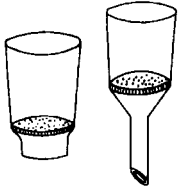
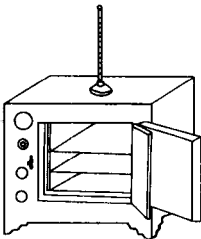
续表

仪 器	规 格	主 要 用 途	注 意 事 项
 坩埚	常用的为瓷质,也有石英、铁、镍或铂等制品 以容量表示,如 25 mL, 50 mL 等	用于灼烧固体,随固体性质不同可选用不同质地的坩埚,如灼烧碱(NaOH)应选用铁坩埚	1. 放在泥三角上直接灼烧,瓷坩埚受热温度不得超过 1473 K 2. 加热或反应完毕后取下坩埚时,坩埚钳应预热,或者待坩埚稍冷后再取下,以防骤冷而使坩埚破裂;取下的坩埚应放在石棉网上,防止烫坏桌面
 十字夹 铁夹 铁圈 铁架台	铁制品,铁夹也有铝制的,夹口常套橡皮或塑料 铁圈以直径表示,如 6 cm, 9 cm, 12 cm 等	装配仪器时,用于固定仪器 铁圈还可代替漏斗架使用	1. 仪器固定在铁架台上时,仪器和铁架台的重心应落在铁架台底盘中心 2. 铁夹夹持玻璃仪器时,不宜过紧,以免碎裂
 三脚架	铁制品,有大小、高低之分	放置较大或较重的加热容器	三角架的高度是固定的,一般是通过调整酒精灯的位置,使氧化焰刚好在加热容器的底部
 泥三角	用铁丝弯成,套有瓷管,有大小之分	用于搁置坩埚加热用	1. 使用前应检查铁丝是否断裂 2. 选用时,要使搁在上面的坩埚有 1/3 在泥三角的上部,2/3 在泥三角的下部
 毛刷	按洗刷对象的名称表示,如试管刷、烧瓶刷、滴定管刷等	用于洗刷玻璃仪器	小心刷子顶端的铁丝捅破玻璃仪器底部

续表

仪 器	规 格	主 要 用 途	注 意 事 项
 燃烧匙	铁制品或铜制品	用于检验物质可燃性或进行固体和气体的燃烧反应	1. 伸入集气瓶时,应由上而下慢慢放入,不能触及瓶壁 2. 用毕应立即洗净并干燥
 药匙	由牛角或塑料制成	取固体药品用,药匙两端各有一个勺,一大一小,根据用药量大小分别选用	1. 大小的选择应以盛取试剂后能放进容器口为准 2. 取用一种药品后,必须洗净并用滤纸碎片擦干才能取用另一种药品
 (a) (b) 洗瓶	按材料分塑料(a)、玻璃(b)两种 以容积表示,如 250 mL, 500 mL	1. 用蒸馏水洗涤沉淀和容器用 2. 塑料洗瓶使用方便、卫生,故广泛使用	塑料洗瓶不能加热
 点滴板	瓷制 分白色、黑色,十二凹穴、九凹穴、六凹穴等	用于点滴反应,一般不需分离的沉淀反应,尤其是显色反应	白色沉淀用黑板,有色沉淀用白板
 短颈 长颈 直形 环形 球形 漏斗 安全漏斗	普通漏斗按口径大小表示,如 40 mm, 60 mm 漏斗的锥形底角为 60° 安全漏斗分直形、环形和球形	1. 用于过滤或往口径小的容器里注入液体 2. 安全漏斗用于加液和装配气体发生器	1. 不能用火直接加热 2. 在气体发生器中安全漏斗作加液用时,漏斗颈应插入液面内(液封),防止气体从漏斗逸出

续表

仪 器	规 格	主 要 用 途	注 意 事 项
 分液漏斗 滴液漏斗	按容量表示,如 60 mL, 125 mL, 250 mL 等	1. 分液漏斗用于互不相溶的液-液分离,用于从溶液中萃取某种成分或从液体产物中洗去杂质;在气体发生装置中,用作加入液体试剂 2. 滴液漏斗主要用于添加液体试剂,滴加速度易于控制,也便于观察	1. 不能用火直接加热 2. 漏斗上的磨口塞子、活塞不能互换,活塞不能漏液
 抽滤瓶 布氏漏斗 或吸滤瓶	布氏漏斗为瓷质,以直径大小表示 吸滤瓶为玻璃制品,以容量大小表示,如 250 mL, 500 mL 等	两者配套使用,用于无机制备中晶体或沉淀的减压过滤	1. 不能直接加热 2. 滤纸要略小于漏斗的内径,又要把底部小孔全部盖住,以免漏滤 3. 先抽气,后过滤,停止过滤时要先放气,后关泵
 坩埚式 漏斗式 玻璃滤器(砂芯漏斗)			
 电烘箱			

七、无机及分析化学实验的基本操作

(一) 常用玻璃仪器的洗涤和干燥

1. 玻璃仪器的洗涤

无机和分析化学实验中所用的玻璃仪器是否洁净,直接影响到实验结果的准确性,因此,必须使用洁净的仪器进行实验。

玻璃仪器的洗涤方法很多,应根据实验的要求、污物的性质、沾污的程度来选用。常用的洗涤方法如下:

(1) 用水洗涤 用水和毛刷刷洗,以除去可溶性物质、尘土和其它不溶性物质。

(2) 用去污粉、肥皂或洗涤剂洗涤 用毛刷蘸少量去污粉、肥皂或洗涤剂,刷洗用少量水润湿的仪器,可除去油污和有机物质。倘若仍洗不干净,可用热的碱液洗。

(3) 用洗液洗涤 洗液由浓硫酸和重铬酸钾配成,具有很强的氧化性,对有机物和油污的去污能力很强。一些口小管细不使用毛刷刷洗和用其它洗涤剂无法洗净的仪器,可用洗液润湿或浸泡。使用后的洗液倒入原瓶,可反复使用(当洗液用至出现绿色时,就失去去污能力,不能继续使用)。

洗液的配制:25 g 粗重铬酸钾溶于 50 mL 热水中,冷却后,慢慢地加入浓硫酸到总体积为 500 mL。

(4) 用特殊方法 当器壁上的污物不能用上述方法去除时,可根据附着物的性质,采用适当的药品处理。例如,当器壁上沾有二氧化锰时,要用浓盐酸处理;沾有硫磺时,可用硫化钠处理。

用各种方法洗涤后的仪器,必须先用自来水冲洗数遍,使玻璃仪器的内壁留下一层均匀的水膜,且不挂水珠,则表示仪器已洗干净。然后用蒸馏水或去离子水淋洗 2~3 次。

在使用蒸馏水或去离子水淋洗仪器时,应遵循少量多次的原则。

2. 玻璃仪器的干燥

(1) 晾干 不是急用的仪器,洗净后可以放置于干燥处,任其自然晾干。

(2) 烤干 急等使用干燥仪器,如烧杯、蒸发皿等,可以置于石棉网上用小火烤干。试管可以直接用火烤干,但必须将试管口向下倾斜在热源上来回移动烘烤,待水珠消失后再将管口向上加热,把水逐净。

(3) 烘干 先将仪器的水沥干,然后置于电烘箱内烘干。控制温度为 100~105℃。

(4) 用有机溶剂干燥 带有刻度的计量仪器不能用加热方法进行干燥,否则会影响其精度。可以加入少量酒精或酒精与丙酮按体积比 1:1 的混合物,转动仪器使容器内壁上的水与其混合,倾出混合液(回收),再放置或用电吹风吹干。

(二) 分析天平和称量方法

1. 分析天平的构造

分析天平是定量分析中最重要的仪器之一。常用的分析天平有半自动电光天平、全自动电光天平、单盘电光天平等。

现以半自动电光天平(图 1)为例,介绍分析天平的一般结构。

(1) 天平梁 天平梁 1 是天平的主要部件,在梁的中间和等距离的两端装有三个三棱形的玛瑙刀 5,中间一个刀口向下,两端二个刀口向上,三个刀口的棱边必须位于同一水平面上。刀口的尖锐程度决定分析天平的灵敏度,因此,保护刀口是十分重要的。在梁的中下方装有细长而垂直的指针 4。梁的两边装有两个平衡螺丝 2,用来调整梁的平衡位置(零点)。

(2) 吊耳 吊耳 9 的中间向下的部分嵌有玛瑙平板,与天平梁两端的玛瑙刀口接触。吊耳两端面向下有两个螺丝凹槽。天平不用时,凹槽与托叶上的螺丝接触,将吊耳托住,使玛瑙刀口与平板脱开。吊耳上还装有挂天平盘与空气阻尼器内筒的悬钩。

(3) 空气阻尼器 空气阻尼器 11 是两个套在一起的铝制圆筒,外筒固定在天平柱上,内筒倒挂在吊耳钩上。两圆筒间有均匀的空隙,使内筒能自由地上下移动。利用筒内空气的阻力产生阻尼作用,使天平很快达到平衡状态,停止摆动。左右两个内筒上刻有“1”和“2”的记号,不能

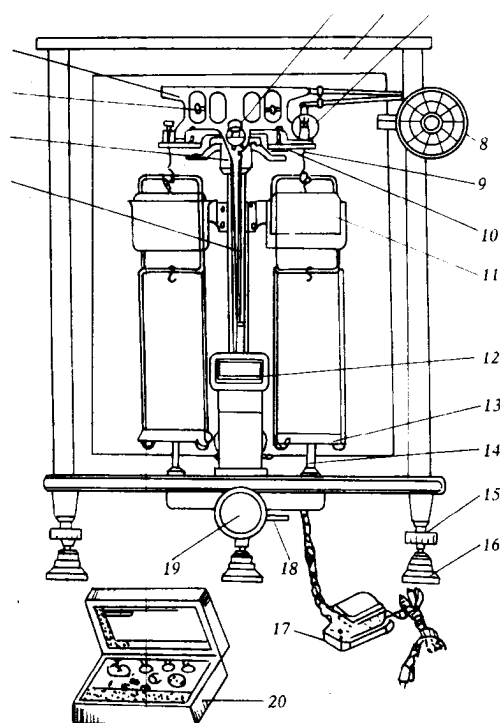


图 1 半自动电光天平的正面图

1. 天平梁 2. 平衡螺丝 3. 天平柱 4. 指针 5. 玛瑙刀口 6. 天平箱 7. 圈码 8. 圈码指数盘 9. 吊耳 10. 托叶 11. 空气阻尼器 12. 光屏 13. 天平盘 14. 盘托 15. 螺丝脚 16. 垫脚 17. 变压器 18. 调屏拉杆 19. 升降旋钮 20. 砝码盒

挂错。

(4) 天平柱 天平柱 3 是金属制成的中空圆柱，它的上面嵌有玛瑙平板，可与梁中央的玛瑙刀口相接触。天平柱的上部装有能升降的托叶 10。天平不用时，用托叶托住天平梁，使玛瑙刀口与平板脱开，以减少磨损，保护刀口和平板。柱上装有水平泡，以观察天平是否水平。

(5) 天平盘托 天平盘托 14 位于天平盘 13 的下面，装在天平底板上。天平不用时，盘托升起把天平托住。左右两个盘托也刻有“1”和“2”的标记。

(6) 指针 指针 4 固定在天平梁的中央，其下端装有微分标尺，用来观察天平的倾斜程度。

(7) 升降旋钮 升降旋钮 19 是天平的重要部件，它连接着托叶和盘托。使用天平时，打开升降旋钮，降下托叶，使三个玛瑙刀口与相应的玛瑙平板相接触，同时盘托落下，天平处于工作状态。

(8) 天平箱 在天平箱 6 下面装有三只脚，前方两只脚上装有螺丝 15，可调节天平的水平。天平箱两边的门用来取放砝码和称量物，前面的门只在安装和维修时打开，关好门才能读数。

(9) 圈码指数盘 转动圈码指数盘 8 可往天平梁上加 10~990 mg 的砝码。指数盘上刻有圈码质量的数值，分内外两层。内层由 10~90 mg 组合，外层由 100~900 mg 组合。天平达到平

衡时,可由内外层对天平方向的刻度线上读出圈码的质量。

(10) 砝码盒 每台天平都附有一套砝码,按固定的位置有规则地装有 1 g 以上的砝码。通常采用 5,2,2,1 系统的组合。即每盒砝码有 100 g 1 个,50 g 1 个,20 g 2 个,10 g 1 个,5 g 1 个,2 g 2 个,1 g 1 个。

半自动电光天平一般可以准确称量至 0.1 mg,最大载荷为 100 g 或 200 g。

2. 分析天平的灵敏度

(1) 天平灵敏度的表示方法 天平的灵敏度 (E) 是指在天平的一个盘上增加 1 mg 质量所引起指针偏斜的程度,以分度/mg 表示。在实际使用中,常用灵敏度的倒数来表示天平的灵敏度,即

$$S = 1/E$$

S 称为分度值(感量),单位是 mg/分度。因此分度值是使天平的平衡位置产生一个分度变化时所需的质量(单位为 mg)。分度值越小的天平,其灵敏度越高。例如,一般天平的灵敏度为 10 分度/mg,则

$$S = 1/E = \frac{1}{10 \text{ 分度/mg}} = 0.1 \text{ mg/分度}$$

此类天平习惯上称为万分之一天平,一般使用中的电光天平灵敏度要求增加 10 mg 质量时,指针偏移的分度在 100 分度 $\pm$ 2 分度内,否则应该用重心调节螺丝进行调整。天平的灵敏度太低,则称量的准确度达不到要求;灵敏度太高,则天平的稳定性太差,也影响称量的准确度。

天平的基本性能除灵敏度外,还用示值变动性和不等臂性来表示。示值变动性是以不改变天平状态的情况下,重复开关升降旋钮数次,当天平达到平衡时,指针所指位置的最大值和最小值之差来表示。使用中的分析天平要求示值变动性不超过 1 分度,示值变动性太大,则天平的稳定性差。不等臂性是指天平横梁两臂不相等的程度。使用中的分析天平要求不等臂性误差不大于 9 个分度值。此误差的大小与天平的载荷大小成正比。称量中一般只是使用最大载荷的几分之一、几千分之一或更小,因此,这时的不等臂性误差可以忽略。

(2) 灵敏度的测定

①零点的测定:半自动电光天平的零点是指天平空载时,微分标尺的“0”刻度与投影屏上的标线相重合的平衡位置。

测定零点时,先接通电源,旋转升降旋钮慢慢启动天平,待天平平衡后,若微分标尺的“0”刻度与标线不重合,可移动升降旋钮下面的调屏拉杆,调节投影屏的位置,使与标线重合。若位差太大,先调节平衡螺丝,再移动调屏拉杆使两者重合。

②灵敏度的测定:零点调节以后,在天平的左盘上放一校正过的 10 mg 片码或圈码,启动天平,若标尺移动的刻度与零点之差在 100 分度 $\pm$ 2 分度范围之内,则表示其灵敏度符合要求;若超出此范围,则应进行调整。

天平载荷时,梁的重心将略向下移,故载荷后天平的灵敏度略有降低。

3. 称量方法

根据试样的性质和分析要求的不同,可分别采用直接称量法、指定质量称量法和差减称量法进行称量。

(1) 直接称量法 对某些在空气中没有吸湿性且性质稳定的试样,如金属、合金等,可以用

直接称量法称样。

在称物体前，先调节天平的零点。把待称物体放在天平左盘的表面皿或硫酸纸上（每台天平左右盘上配有匹配的表面皿或硫酸纸）。以从大到小的顺序加减砝码（1 g 以上）和圈码（10 ~ 990 mg）使天平平衡。则砝码、圈码和投影屏所表示的质量即为物体的质量。

(2) 指定质量称量法 在分析化学实验中，当需要用直接法配制指定浓度的标准溶液时，常常用指定质量称量法来称取基准物质。

先调节天平的零点，将干燥洁净的表面皿放在天平的左盘，右盘加上等质量的砝码使其平衡。再向右盘增加约等于所称试样质量的砝码（一般准确至 10 mg 即可），然后用小牛角勺逐渐加入试样，半开天平进行试重。直到所加试样量与指定质量相差小于微分标尺的标度时，便可完全开启天平，极其小心地以左手持盛有试样的牛角勺，用左手拇指、中指及掌心拿稳牛角勺，以食指轻弹牛角勺柄，让试样慢慢地加入表面皿（如图 2），直到微分标尺上的标线正好移到所需要的刻度时，立即停止抖入试样。此过程中右手不要离开升降旋钮，以便及时开关天平。若不慎多加了试样，应将天平关闭，用牛角勺取出多加的试样，再重复以上操作直到符合要求为止。然后取出表面皿，将试样直接转入容器中。

此法只能用来称取不吸水、性质稳定的粉末状物质，不适用块状物质的称量。

(3) 差减称量法 称取试样的质量由两次称量之差求得，一般称样都用此法。

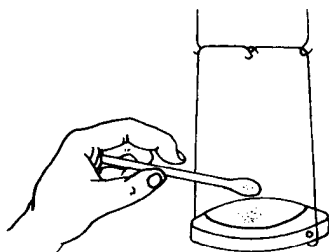


图 2 指定质量称量

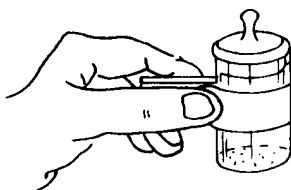


图 3 称量瓶拿法

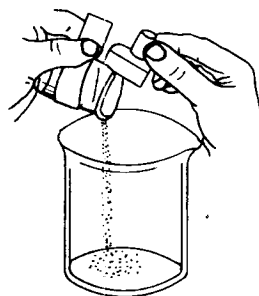


图 4 由称量瓶内倒样品

在洁净干燥的称量瓶中，装入略多于实验用量的试样。测定天平的零点后，用洁净的纸条叠成 1 cm 的纸带套在称量瓶上，左手拿住纸带的尾部（图 3），将称量瓶放在天平左盘的中央，选取适量的砝码放在右盘使之平衡，称出称量瓶加试样的质量（准确至 0.1 mg），记下砝码的数值。然后再用纸带将称量瓶取出，在容器的上方用附着洁净纸片的右手打开瓶盖，慢慢倾斜称量瓶，用瓶盖轻敲瓶口上部，使试样逐渐落入容器中（图 4）。一面用瓶盖轻敲瓶口上部，一面转动称量瓶，待试样接近需要量时，继续用瓶盖轻敲瓶口，同时逐渐将瓶身竖起，使粘在瓶口的试样落在容器内或回到称量瓶中。再把称量瓶放回天平盘，关好天平门，准确称出其质量。两次称量读数之差即为容器中试样的质量。按上述方法称量可连续称取多份试样。

4. 分析天平的使用规则

(1) 根据称量要求的精度和被称物体的质量，选择适当分度值和载荷的天平进行称量，所称物体的质量不得超过天平的最大载荷。

(2) 称量前必须用软毛刷清扫天平，然后检查天平是否水平，并调节天平的零点。

(3) 天平的前门不得随意打开，它主要供装卸、调节和维修用。取放物体和加减砝码只能打