

無機化學實驗

С. А. БАЛЕЗИН 等著
南開大學無機化學教研組譯



中央人民政府高等教育部推薦
高等學校教材試用本



無機化學實驗

C. A. 巴列金, Г. C. 拉蘇莫夫斯基, A. И. 斐里科著
南開大學無機化學教研組譯

商務印書館

本書係根據蘇聯國營化學出版社(Госхимиздат)出版的巴列金(С. А. Бalezин)、拉蘇莫夫斯基(Г. С. Разумовский)、斐里科(А. И. Филько)合著的“無機化學實驗”(Лабораторные работы по неорганической химии) 1948年版譯出的。原書經蘇聯高等教育部審定為高等學校化學系用教學參考書。

本書共包括四十七個實驗,係以涅克拉索夫“普通化學教程”為參考而編寫的。

參加本書翻譯和校訂工作的為南開大學化學系無機化學教研組申泮文、余仲建、馬維、史慧明、姚允弢、宋銀柱、李謙初、邱陵、王耕霖、張自愛、蕭緒玲、汪小蘭、潘靜芬、李義方、劉友玖等同志。

本書由南開大學化學系主任兼無機化學教研組主任邱宗岳先生作最後審校。

無 機 化 學 實 驗

南開大學無機化學教研組譯

★版權所有★

商 務 印 書 館 出 版

上海河南中路二一號

中國圖書發行公司 總經理

商務印書館北京廠 印刷

(58424·3)

1953年7月初版 版面字數227,000

(12月第3次印)8,001—16,000 定價¥13.500

原 序

本書中包括了高等學校化學系普通化學及無機化學教學大綱中所規定的一切要目，書中最後一章提供了一些無機化學製備實驗。這些實驗乃是本實驗課程的總結部份，同時可以用來檢查學生們對於本課程的實際材料與理論材料的掌握情況。

根據我們的經驗，我們認為，學生們在參加實驗之前，必須事先熟習與實驗有關的教材（在每一實驗中都提供了教科書中應參考的章節）。

經取得涅克拉索夫教授的同意，本書中包括了涅克拉索夫教授所著“普通化學教程”第一版中所載的各項實驗材料。不過，本書的內容並不僅限於此，其中還廣泛的利用了我們所著的師範學院用的實驗課本（巴列金、拉蘇莫夫斯基、斐里科：“普通化學實驗”），以及本書最後所列的一些參考書。

本書中所提供的實驗，都曾在莫斯科國立列寧師範學院的無機化學實驗室中作過實地的試驗。

本書原稿承涅克拉索夫教授予以審查，並承他提供了許多寶貴的意見，作者僅在此致以誠摯的感謝。

作者

目 錄

1. 實驗規則和技術	1
2. 當量的測定	21
3. 二氧化碳氣分子量的測定	27
4. 物質的蒸氣密度與分子量的測定	30
5. 純物質	34
6. 氧	40
7. 酸、鹼和鹽的製備	46
8. 氫	52
9. 過氧化氫	55
10. 化學反應速度與化學平衡	58
11. 溶液	62
12. 溶液的製備	70
13. 電離	72
14. 冰點降低法測定分子量	77
15. 酸鹼滴定	80
16. 在溶液中的化學平衡 溶度積	85
17. 金屬的電動次序 電解	88
18. 氯 氯化氫	92
19. 氯的含氧化合物	96
20. 吸附作用	101

21. 溴·碘·氟	105
22. 鈺	111
23. 硫·硫化氫·硫化物	116
24. 硫的含氧化合物	121
25. 催化作用	130
26. 鉻	133
27. 鉬·鎢·鈾	139
28. 氮·氨	143
29. 絡化合物	150
30. 氮的含氧化合物	154
31. 磷	163
32. 水解	170
33. 砷·銻·鉍	173
34. 鈳	182
35. 碳	184
36. 矽	192
37. 膠體溶液	196
38. 錫·鉛	200
39. 鈦·鎢·鈳	208
40. 硼·鋁	211
41. 鎂 鹼土金屬	217
42. 鋅·鎳	225
43. 汞	230
44. 鹼金屬	237
45. 銅·銀	242

46. 鐵·鈷·鎳	248
47. 無機製備	260

附 錄

作業解答	279
1. 化學元素的原子量	280
2. 在不同溫度下水蒸汽的壓力	281
3. 鹽和鹼在水中的溶解度(18°C)	282
4. 不同溫度下鹽類在水中的溶解度	283
5. 氣體在水中的溶解度	284
6. 酸、鹼百分濃度和比重	285
7. 0.1N 電解質水溶液的電離度	286
8. 一些弱電解質的電離常數	287
9. 一些難溶物質的溶度積	288
10. 一些絡合物的不穩定常數	289
11. 一些金屬的電動次序和標準電勢	289
12. 對數表	290
參考文獻	292

無機化學實驗

1. 實驗規則和技術

1) 工作規則

在進行化學試驗時，必須嚴守下列規則：

1. 預先閱讀教科書中有關的章節和聽課時所寫下的筆記，並熟習工作內容。
2. 在還沒有檢查過實驗所需的一切用具(容器、儀器、藥劑)之前，不要開始實驗。
3. 在工作中應確實遵守實驗指導內所指定的規則和實驗次序。
4. 遵守一切必要的預防措施(在通風櫥中進行實驗，謹慎的處理易燃的和有危險性的物質)。
5. 進行實驗時，細心注意實驗的過程，並研究過程中所有的細節。
6. 當工作終結後，把所在的工作地點清理整齊。
7. 當實驗終結後，將反應中的一切觀察和反應式即刻記錄在報告本上。
8. 當記錄時，應按次寫下日期、實驗題目、實驗內容(畫下所用的儀器的圖)，觀察的結果、反應式、計算和結論。

2) 使用藥劑的規則

藥劑無論是在溶液狀況或固體情況下，都要保存在玻璃容器內(瓶

子、罐子)，並用玻璃(磨口的)蓋、橡皮塞或軟木塞蓋起來的。在每個裝有藥劑的瓶子上，應該貼有標籤，指出藥劑的名稱和它的性質(“工業用的”、“純的”、“分析用的”、“化學純”)，並表示出其濃度(指溶液)。

使用藥劑時應遵守下列規則：

1. 如果關於藥劑的量沒有指明，應儘可能的取用小量(爲了在實驗中消耗最少的時間與材料)。

2. 剩餘的藥劑不要傾棄，也不要倒回原來的容器裏。

3. 取用藥劑後，應立刻用塞子將瓶子或罐子蓋好，並放回原處。

4. 乾的藥劑應用特製的小匙，磁製的或金屬製的小鏟來取用，小匙或小鏟在任何時候都必須保持清潔和乾燥，每當使用後，應隨即將它擦拭乾淨(最好用濾紙)。

5. 如果用移液管來取用藥劑，在任何情況下，都不能用未經洗淨的同一移液管自另一容器內取用藥劑。

3) 在實驗室工作中的預防措施

1. 一切有毒物質和惡臭物質的實驗，都應在通風櫥中進行。

2. 關於揮發性的與易燃物質的一切實驗，應在離火較遠的地方進行，並應儘可能的在通風櫥中進行。

3. 在熄滅引燃着的苯、酒精或醚時，要用沙子來蓋住它們的火焰。

4. 遇有燙傷時(由於熾熱物體引致的)，用濃的高錳酸鉀溶液把傷口略爲濕潤，或用高錳酸鉀的晶體揩拭傷處更好，使得皮膚變爲棕色。或用一小塊棉花蘸上燙傷藥來處理(燙傷藥可從藥店裏買)。

5. 遇有強烈的燙傷和中毒時，應立即就醫診治。

6. 稀釋濃酸時，特別是硫酸，應將酸注入水內，切勿把水注入酸中。

7. 傾注藥劑時，切勿俯視在容器上，免得飛沫濺在臉上或衣服上。

8. 不要俯視在正加熱的液體，因它會從容器中濺出。
9. 當加熱試管時，不要使試管口向着自己，或向着與自己並排的人的側面。
10. 不要俯向容器去嗅放出的氣體，應離的較遠，慢慢的用手把離開容器的氣流煽向自己。
11. 如有液體飛沫落到臉上或手上，必須用水洗淨，並用布揩乾，假若濺了強酸的飛沫，那末臉和手用水洗後，接着再用稀的蘇打溶液來洗，最後把臉洗淨，直到被濺的那塊皮膚不再感到滑潤為止。
12. 離開實驗室時，應檢查一下煤氣的龍頭，是否已經關閉。

4) 天平與衡重

天平是化學實驗室中必需的用具，因此在實驗室中要求每一工作者具有衡重和使用天平的技能。

在化學實驗室中常常使用的天平有：粗天平、普通化學天平和分析天平。

粗天平（“工業天平”）使用在當誤差在 1—2 克上下而無大礙的工作中。

普通化學天平測定重量可精確到 0.01 克，它們常常用在綜合工作中，以稱出原料和確定所得成品的重量。

分析天平則是最精確的天平，主要用在化學分析，這種天平衡量可精確到 0.0001 克。

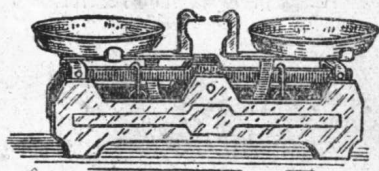
依不同類型的天平，決定了它所使用的砝碼，在粗的衡量中用粗砝碼，在普通化學天平上用精細砝碼，在分析天平上使用分析砝碼。普通化學天平和分析化學天平所使用的砝碼組是裝置在特製的盒子中。平常用的砝碼可以用手拿，但精細的和分析用的砝碼不許用手拿取，只能

用鑷子來鑷取。

天平應放在規定的地方，在此處應常加看管，使它們不會遭到震動、蒸氣的作用、金屬的腐蝕、並保持清潔。分析天平要求更小心的處理，移動它們原來的位置是不能被許可的。

粗天平可以放置在任何地方，普通化學天平時常放在實驗木台上，或是放在靠近實驗台的小桌子上，而分析天平則須放置在隔離的天平室中。

當用粗天平平衡重時(第1圖)，應先將欲衡物體放在事先已衡過重量的盒子或盤子中，而不要直接放在天平的盤子內。當稱量液體物質時，必須注意不使它滴落在天平的盤上。稱酸液時更需特別小心，稱量時在一帶有漏斗的容器中先裝入少量所要求的液體，然後放在天平上，用一有嘴的杯子或小燒瓶，緩緩地把液體添入容器內，直到天平平衡為止。稱量發煙的或有氣味的液體，則須在通風櫥中進行。



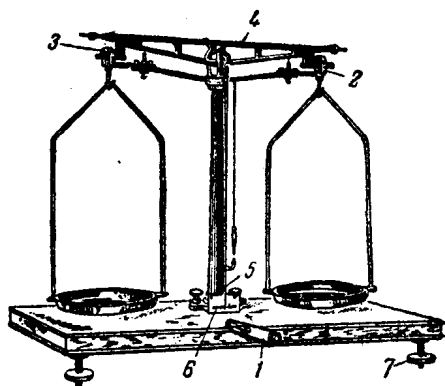
第1圖 粗天平。

稱量任何物質的重量時(如裝有物品的瓶子、儀器等)，應把它放置在左方盤子上，砝碼放在右邊盤子上。先放大砝碼，然後放較小的，直到天平平衡為止。

在普通化學天平(第2圖)上稱量則較用粗天平為複雜。在開始稱量之前應檢查一下天平是否正常，還可以試一下它的示度是否正確。普通化學天平和分析天平一樣，有一稱為旋扭的1，當天平未在使用時，它支持着天平的盤，和放鬆未載重的天平樑，稱重時須把旋扭落下。為此在普通化學天平或分析天平都在下面有一柄或手輪，當它被轉動時(通常普通化學天平向右轉，分析天平向左轉)，旋扭落下，天平盤即

掛在盤勾 2 上，立於天平樑 4 上的刀口 3 上。

如果天平是很正確的話，那麼旋扭放下後，指針 5 將指到刻度 6 的零點上（中間的刻度）；或將平衡的擺動，直到停止於零點的刻度上。如果指針不停止在零點上，應立即檢查天平是否站立得正好垂直。在



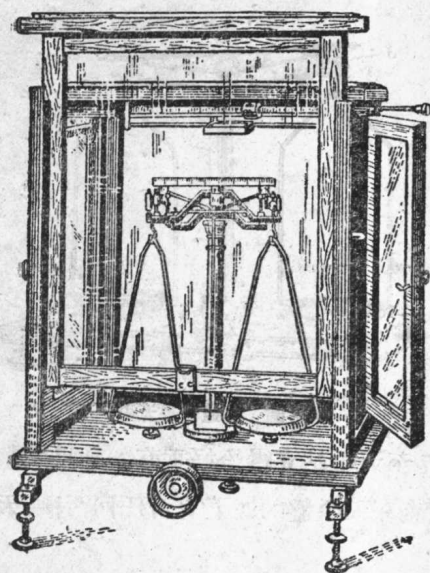
第 2 圖 普通化學天平。

必要的情形下，調整裝置的螺旋 7 至天平站立得恰好垂直。如果調整後天平指針仍不在零點上，必須檢查在天平盤的底下有否任何污穢，天平的刀口是否清潔。

檢查過天平後，即可開始稱量（如果天平有不正確處，應請教師來幫助）。小心的釋放指針。注意天平指針的偏度。當左方盤上稱物的重量等於右方的砝碼重時，指針自中間刻度向某一方的偏度，不應該大於一個刻度。

作任何稱量時，在左方的盤上放一張紙，把欲稱物放在紙上，而在右方（在相同的紙上）依次加放砝碼。開始時先放大的砝碼。加新砝碼時應當釋放旋扭，注意天平的指針，然後再轉動旋扭。並如此繼續選砝碼，直到指針指着零的刻度而不動時為止。依照砝碼盒子空下的孔來計算所得的重量（放置的砝碼的總和），當砝碼往盒子裏放回時再校對一次。

分析天平（第 3 圖）在結構上和外形上都不同於精密天平，它永遠關在有前門和側門的玻璃匣子內。所有天平匣子的門在稱量時和不使用時必須關閉着。



第3圖 分析天平。

如上所述，分析天平的稱量能精確到 0.0001 克，因此天平的砝碼只到 0.001 克。而在一般天平中 0.0001 克的砝碼是沒有的，它的代替物稱為游碼（游碼是用白金絲彎成 J 字的形狀），掛在天平的樑上。

分析天平的樑，具有從 0 到 100 的刻度，每隔一對刻度有一刻痕，游碼即可放置在這刻度上（藉特設的槓桿裝置的幫助），以增加放砝碼盤一方的重量。

用分析天平的工作比用精密天平更費事，但是它們有許多相同點，在稱量之前應檢查一下分析天平是否有故障。

小心的開啓與放下旋扭時，天平應有正確的擺動。必須當指針處於刻度的中央時，才能啓動旋扭。每當放進或取出天平的負荷（小砝碼或所稱物）和沿着天平樑的刻度移動游碼時，都要放下旋扭。

在進行稱量時應利用天平匣的側門，不要用正面的門。它們只有在天平的旋扭放落後纔能開啓和關閉。

在普通化學天平上或分析天平上進行稱量時，應嚴格遵守下列規則：

1. 不要將熱的、濕的、或不潔的物品放在天平盤上。
2. 不得將稱量的物品直接的放在天平盤上。
3. 稱量的物品應放在左方的盤上，砝碼則放的右方的盤上，稱量的

物品和砝碼都應放在稱盤的正當中。

4. 從砝碼盒拿出砝碼與自天平內拿出砝碼放回原盒時，總是只能用鑷子來夾取，並在任何情況下，不得將砝碼放置在桌上。

5. 不得從別的砝碼組內借用砝碼。如果在均衡一物體時，任一組砝碼還不够用，這就是說明在衡重時沒有遵守使用天平的規則。

6. 在同一實驗中，對各種物質的逐次稱量，必須在同一天平上用同一付砝碼來測定。

7. 稱完後，一定要把天平的旋扭放下，在天平上並不得有任何遺留物品。

8. 在工作完了後，檢查一下天平和砝碼是否已完全按置就緒。

5) 燈

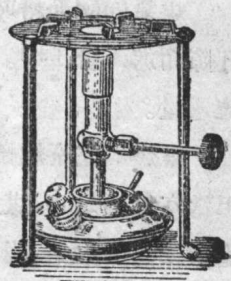
在實驗室中爲了加熱，人們常使用如下各種儀器：酒精燈、煤氣燈、電燈、電熔爐等等。

酒精燈通常是玻璃的，帶有磨口的蓋（第4圖），燈中有一棉花的燈心，其中裝有變性酒精，但如無變性酒精時可用廢酒精或污染了的酒精。酒精燈不能供給很熱的火焰，所以人們很少用到它，當實驗是在試管中進行時，用它是方便的，工作完後應將燈蓋好，以免酒精蒸發。

在沒有煤氣供給的實驗室中，常用汽油燈或煤油燈（第5圖）。這一類燈有許多相同的地



第4圖 酒精燈。



第5圖 噴燈。

方，它們的使用法則幾乎是一樣的。這類燈都有一圓形的槽，在槽中先燃起少量的酒精或汽油，當燈燒至夠熱後，向貯油器中打入空氣，在空氣壓力下，汽油或煤油即進入燈管。要熄滅此種燈時，打開氣門以放出空氣，或者把輸出汽油或煤油的活門關閉，然後再把貯油器中的空氣放出。

如果實驗室中備有煤氣，則在加熱操作中，常用本生或托氏煤氣燈。

可燃氣體(煤氣)沿着帶有氣門的導管輸送到實驗台上，用橡皮管和煤氣燈相連。

煤氣中含着有毒的雜質(它的燃燒產物却是無害的)，所以絕不許可把煤氣放出到室內。不用時一定要注意氣門是否關緊。煤氣有着特殊的氣味，所以當它從不緊的氣門中漏出時，極易察覺。

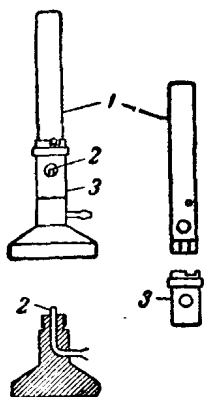
本生燈的構造有如第 6 圖所示。爲了熟悉此燈的構造，可以拔去管 1，就可看到煤氣經路的出口 2，空氣通過管 1 和鐵環 3 的通氣孔而進入燈中。轉動鐵環的孔，能够完全關閉或依不同大小程度開放以調節空氣的輸入。

托氏噴燈(第 7 圖)較本生燈更爲完善，它不僅能精確的調節空氣的輸入，並能同時調節煤氣的流入量。

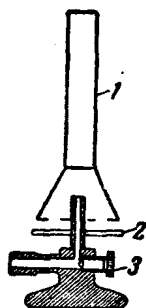
煤氣的調節藉助於氣門 3。空氣經過管 1 的錐形底部和盤 2 間的孔隙而進入管 1 中。轉動盤 2 能够改變孔隙的寬度以調節管中空氣的流入量。

當煤氣完全燃燒時，可以得到最大的熱量，這時生成無光的火焰。但當空氣不足時，煤氣燃燒不完全；這時會析出碳質，它部份的燃燒並造成光亮的火焰，關閉空氣入口時，火焰即變爲煙。

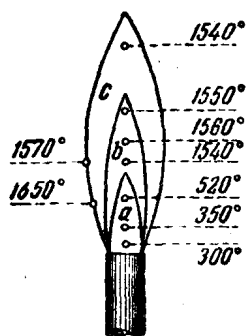
不發光亮的火焰(第 8 圖)可以分爲三個錐形的區域：



第6圖 本生燈。



第7圖 托氏噴燈。



第8圖 煤氣燈火焰的溫度。

內層 a, 在這裏空氣和煤氣進行混合, 並未燃燒。

中層 b, 在這裏煤氣作不完全燃燒, 由於煤氣的組份分解為含碳的產物, 這部份的火焰具有還原性。

外層 c, 在這裏煤氣完全燃燒, 由於過剩的空氣中的氧, 這部分火焰具有氧化性。

在煤氣火焰中各部份的近似溫度有如第 8 圖所示。

燃點煤氣時, 須在開放煤氣 2—3 秒鐘後和空氣入口不太大時燃點, 燃後再調節空氣入口使火焰不發亮光。

如果通入煤氣時, 空氣入口大開, 並在剛剛通煤氣的同時用火來燃點管 1, 那麼有時就會得到所謂的“侵入火焰”: 煤氣在氣孔 2 (第 6 圖) 處立即引燃, 在正常情況下, 煤氣應在管 1 的上端引燃, 而不應在管的內部燃燒。

在實驗工作的過程中, 是可能遇到侵入火焰的。平常當火焰侵入時可以聽到一種特殊的響聲。火焰很細並常常帶綠色 (如果燈管是銅製的), 燈管發強熱, 並有未燃燒完全的煤氣臭。

發生侵入的燃燒現象時, 應立即把氣門關上, 加以消除, 然後再重

新開放氣門，等放氣 2—3 秒鐘後再把燈引燃。

如果侵入現象未能及時發現，燈管會發強熱，那末就需要等到它變冷後再重新點燃。

6) 化學容器及其使用

在化學實驗中，大多數的操作是在精緻的特殊玻璃容器內進行的，此種玻璃較普通玻璃能更好的耐抗高溫。最常用的容器有玻璃的試管、燒杯、圓底燒瓶、平底燒瓶、錐形燒瓶和曲頸瓶(第 9—14 圖)。除了玻璃器皿之外還使用磁蒸發皿和磁坩堝(第 15、16 圖)。



第 9 圖 試管。



第 10 圖 燒杯。



第 11 圖 平底燒瓶。



第 12 圖 圓底燒瓶。

在實驗中爲了要把容器固定起來，常利用帶鐵環和鐵夾的鐵架(第 17 圖)。在加熱時爲使玻璃容器(燒瓶、燒杯)不致破裂，時常是把它們放置在帶石棉的金屬網上(第 18 圖)。

磁蒸發皿和坩堝，玻璃曲頸瓶和試管一般的都是在“直接火”上加熱(即不用金屬網)。當曲頸瓶和試管要加熱時，應先將燈焰放在試管