

沈君朴 白主心 主编

# 实验无机化学

天津大学出版社

# 实验无机化学

沈君朴 主编  
白主心

天津大学出版社

1989.9.

## 内 容 提 要

本书是根据全国高等工业学校无机化学课程教学的基本要求,为配合天津大学无机化学教研室编写的《无机化学》一书,在天津大学《实验无机化学》(1988年版)教材的基础上,改编而成。本书可作为高等工业学校化工、化学类型专业的无机化学实验教材,也可作夜大、电大的无机化学实验教材。

全书包括四部分,共选编了33个实验。

第一部分 无机化学实验的基本操作;

第二部分 无机化学实验基本仪器介绍;

第三部分 无机化学基础知识介绍;

第四部分 实验内容。实验内容又分为: I. 基本操作和基本理论方面的实验,共13个; II. 无机制备实验,共7个; III. 元素及化合物部分的实验,共5个; IV. 综合与设计性实验,共8个。由于学时数的关系,本书在使用时可酌情减少实验内容。

根据国家教委关于教材采用国际单位制的通知精神,本书基本采用国际单位制。

## 实 验 无 机 化 学

沈君朴 白主心 主编

\*

天津大学出版社出版

(天津大学内)

河北省永清县印刷厂印刷

新华书店天津发行所发行

\*

开本: 787×1092毫米<sup>1/16</sup> 印张: 11 字数: 275 千字

1989年9月第一版 1989年9月第一次印刷

印数: 1-6000

ISBN 7-5618-0165-3

O·19

定价: 1.90元

## 前 言

本书根据高等工业学校无机化学教学大纲的基本要求，配合天津大学无机化学教研室所编《无机化学》教科书编写。全书共分无机化学实验的基本操作、基本仪器介绍、基础知识介绍及实验内容（33个实验）四部分。

全书由沈君朴、白主心主编，龙玉英、叶长森、殷文钧、孙艺环参加编写，同时得到天津大学无机化学教研室、实验无机化学教研室有关同志的热情支持与帮助。北京科技大学马肇曾同志，河北工学院杨连福、常幼星、李景舜同志审定了本书。在此一并表示感谢。

在本书编写过程中，曾参阅了国内、外有关书刊和兄弟院校的教材，并从中吸取了某些内容，对此，作者特致谢意。

编者水平有限，对书中的缺点和错误敬请广大读者批评指正。

作 者

1988. 12

# 目 录

|                       |      |
|-----------------------|------|
| 导言                    | (1)  |
| [附]实验报告格式示例           | (2)  |
| 安全知识                  | (4)  |
| 第一部分 无机化学实验的基本操作      | (8)  |
| 一、玻璃仪器的洗涤与干燥          | (8)  |
| 二、试剂的取用方法和溶液的配制       | (9)  |
| 三、试管的使用               | (11) |
| 四、基本度量仪器的使用           | (12) |
| 五、天平的使用               | (15) |
| 六、灯的使用和加热操作           | (19) |
| 七、溶解、蒸发与结晶            | (23) |
| 八、沉淀(晶体)的分离与洗涤        | (24) |
| 九、气体的发生、净化、干燥与收集      | (27) |
| [附]气体钢瓶的使用            | (28) |
| 十、用试纸检试溶液及气体的性质       | (29) |
| 十一、玻璃加工操作             | (30) |
| 第二部分 无机化学实验基本仪器介绍     | (34) |
| 一、酸度计                 | (34) |
| 二、pXD-2型通用离子计         | (38) |
| 三、分光光度计               | (39) |
| 四、电导率仪                | (42) |
| 第三部分 与无机化学实验有关的基础知识介绍 | (46) |
| 一、测量误差与有效数字           | (46) |
| 二、化学实验中的数据表达法         | (51) |
| 三、水溶液中常见离子的分离与鉴定      | (52) |
| 四、水的净化和水质鉴定           | (64) |
| 第四部分 实验内容             | (68) |
| 一、基本操作和基本理论方面的实验      | (68) |
| 实验一 玻璃管(棒)的加工         | (68) |
| 实验二 电光天平的使用及气体常数的测定   | (69) |
| 实验三 氯化钡结晶水合物中结晶水含量的测定 | (71) |
| 实验四 反应速率与活化能的测定       | (72) |
| 实验五 氯化铵生成焓的测定         | (78) |
| 实验六 醋酸电离常数的测定         | (80) |

|                            |       |
|----------------------------|-------|
| 实验七 单、多相离子平衡·····          | (85)  |
| 实验八 氯化铅活度积的测定·····         | (88)  |
| 实验九 氧化—还原反应·····           | (93)  |
| 实验十 物质结构和性质的关系·····        | (94)  |
| 实验十一 硫氰酸铁配位离子配位数的测定·····   | (99)  |
| 实验十二 水的净化(离子交换法)·····      | (101) |
| 实验十三 钴和镍的分离·····           | (104) |
| I. 离子交换法·····              | (104) |
| II. 萃取分离法·····             | (106) |
| 二、无机制备实验·····              | (110) |
| 实验十四 试剂氯化钠的制备·····         | (110) |
| 实验十五 硫酸亚铁铵的制备·····         | (113) |
| 实验十六 硝酸钾的制备及其溶解度的测定·····   | (115) |
| 实验十七 由钛铁矿制备二氧化钛·····       | (117) |
| 实验十八 高锰酸钾的制备·····          | (119) |
| 实验十九 四氯化锡的制备·····          | (120) |
| 实验二十 氯化硼的制备·····           | (122) |
| 三、元素及其化合物部分的实验·····        | (125) |
| 实验二十一 p区元素重要非金属化合物的性质····· | (125) |
| 实验二十二 p区元素重要金属化合物的性质·····  | (129) |
| 实验二十三 d区元素重要化合物的性质(一)····· | (133) |
| 实验二十四 d区元素重要化合物的性质(二)····· | (137) |
| 实验二十五 ds区元素重要化合物的性质·····   | (140) |
| 四、综合实验与设计性实验·····          | (144) |
| 实验二十六 综合实验(一)·····         | (144) |
| 实验二十七 综合实验(二)·····         | (145) |
| 实验二十八 综合实验(三)·····         | (145) |
| 实验二十九 综合实验(四)·····         | (146) |
| 实验三十 设计性实验(一)              |       |
| (由铜为原料制备硫酸铜)·····          | (146) |
| 实验三十一 设计性实验(二)             |       |
| (由废铁片(屑)制备硫酸铁铵)·····       | (147) |
| 实验三十二 设计性实验(三)             |       |
| (硫代硫酸钠的制备)·····            | (147) |
| 实验三十三 设计性实验(四)             |       |
| (磷酸氢二钠的制备)·····            | (147) |
| 附录                         |       |
| 附录一 化学试剂的规格·····           | (148) |
| 附录二 常见阳、阴离子主要鉴定反应·····     | (148) |
| 附录三 实验室常用酸、碱溶液的浓度·····     | (159) |
| 附录四 酸碱指示剂·····             | (160) |
| 附录五 常用缓冲溶液的pH范围·····       | (160) |

|     |                      |       |
|-----|----------------------|-------|
| 附录六 | 实验室某些试剂的配制.....      | (161) |
| 附录七 | 不同温度下饱和水蒸气的压力Pa..... | (163) |
| 附录八 | 国际原子量表(1983年).....   | (164) |
| 附录九 | 常用化学手册、参考文献简介.....   | (165) |

# 导 言

无机化学是一门实践性很强的学科。它的每一项重要发现都以实践为基础，通过实验发现和发展理论，又通过实验检验理论的正确性。因此，化学实验是学好化学理论的重要教学环节。

独立设置化学实验课是根据化学理论的实际需要提出的，其教学任务和要求是：

(1) 通过实验使学生获得大量的感性知识，例如，定律的验证，常数的测定，物质的分离、提纯和合成技术等。进而巩固和加深对无机化学中某些基本理论和基本知识的理解，这是单纯的理论课教学所难以得到的。

(2) 通过实验使学生掌握基本的实验方法和操作技能，培养学生实事求是的科学态度和良好的科学素质。这些能力与素质的培养是学生今后进行科学研究的工作基础。因此，《实验无机化学》作为一门基础化学的实验课，还担负着为后继课程打好基础的任务。

实验无机化学课程由以下教学环节组成：

## 1. 课堂讲授

主要讲授实验无机化学课的目的和要求，实验室工作安全知识及与实验无机化学内容有关的基本原理和基础知识。如无机合成的基本原理、分离提纯物质的基本知识和数据处理等内容。

## 2. 实验环节

通过该环节完成实验无机化学基本操作和技能的训练，验证基本理论和规律，掌握无机合成、物质分离提纯的基本原理和方法。

## 3. 成绩考核

每次实验均根据学生对实验的预习情况、完成实验的情况、实验报告的质量及独立工作、独立思考问题的能力来评定成绩。每学期安排有阶段性考查与期末考试。学生的总成绩由平时成绩和期末考核成绩决定。

为了达到教学要求，学生必须有正确的学习态度和学习方法，做到：

### 1. 实验前的预习

预习是实验前必须完成的，是获得良好实验效果的保证。为此，学生在实验前必须认真预习，明确实验目的和要求，弄清实验原理、实验操作技术及全部实验内容；了解实验中应注意的事项，写好预习报告。预习报告是进行实验的依据，它应包括扼要的实验步骤、操作要点、实验条件及注意事项。对预习中发现的疑难问题可通过答疑在课前解决。实验前教师要对学生的预习情况进行检查。学生达到预习要求后，方可进行实验。

### 2. 实验

实验是培养学生实际操作能力、观察思维能力和严谨科学态度、良好的科学素质的重要环节。学生必须独立、认真地完成全部实验内容。

实验时学生要严格遵守实验室规则，注意安全操作，严格控制实验条件，在整个实验过程中必须全神贯注，认真观察现象、详细记录原始数据，并注意培养自己严谨的科学态度，



注意发现实验中出现的各种问题。遇到疑难问题和异常现象难以解决时，可提请教师帮助解决。

### 3. 实验报告

实验报告是实验的总结，它反映了学生的实验水平，学生必须按标准格式按时完成。实验报告应记载清楚、结论明确、文字简练、书写整齐。实验报告一般包括下列三部分：

(1) 预习部分。在实验前完成。预习报告不要照抄教材内容，应尽量用简图、化学式、符号等表示。

(2) 实验现象和数据记录。在实验进行中及时记录。实验现象记录要正确、全面，原始数据要完整，不允许追记，更不允许弄虚作假。

(3) 解释、结论或数据处理、结果分析、问题讨论。在实验后完成。

## 附 实验报告格式示例

### 一、“测定实验”实验报告格式示例

实验名称：HAc电离常数的测定

系 \_\_\_\_\_ 专业 \_\_\_\_\_ 年级 \_\_\_\_\_ 班  
学号 \_\_\_\_\_ 姓名 \_\_\_\_\_ 实验日期 \_\_\_\_\_

(一) 实验目的

(二) 简要实验步骤

#### 1. 配制系列已知浓度的HAc溶液

标准HAc溶液的浓度 \_\_\_\_\_  $\text{mol} \cdot \text{l}^{-1}$

| 溶液编号 | HAc的体积/ml | H <sub>2</sub> O的体积/ml |
|------|-----------|------------------------|
| 1    | 3.00      | 45.00                  |
| 2    | 6.00      | 42.00                  |
| 3    | 12.00     | 36.00                  |
| 4    | 24.00     | 24.00                  |
| 5    | 48.00     | 0                      |

#### 2. 按由稀到浓顺序测定1\*~5\*HAc溶液的pH值。

(三) 数据记录和结果处理

实验室提供的标准HAc溶液的浓度： \_\_\_\_\_  $\text{mol} \cdot \text{l}^{-1}$

测定时溶液的温度： \_\_\_\_\_  $^{\circ}\text{C}$

结果处理：

| 溶液编号 | HAc浓度( $\text{mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) | 测得的pH值 | $c(\text{H}^+)$ | $K_{\text{HAc}}$ | $\alpha_{\text{HAc}}$ |
|------|-------------------------------------------|--------|-----------------|------------------|-----------------------|
| 1    |                                           |        |                 |                  |                       |
| 2    |                                           |        |                 |                  |                       |
| 3    |                                           |        |                 |                  |                       |
| 4    |                                           |        |                 |                  |                       |
| 5    |                                           |        |                 |                  |                       |

误差分析:

## 二、“制备实验”实验报告格式示例

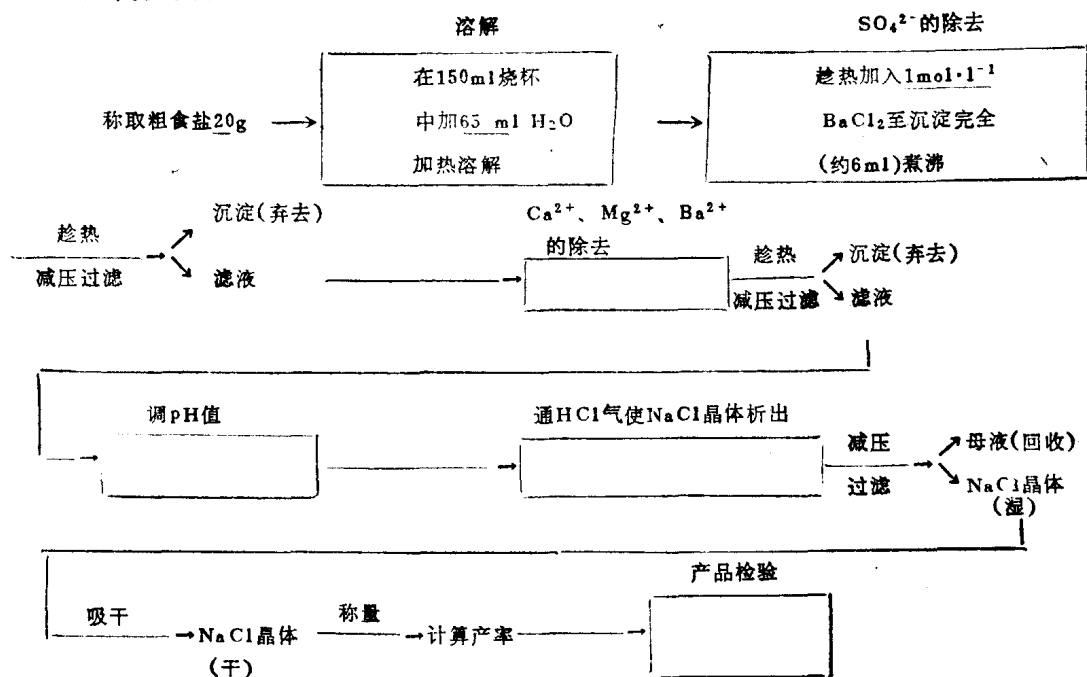
实验名称: 试剂NaCl的制备

系 \_\_\_\_\_ 专业 \_\_\_\_\_ 年级 \_\_\_\_\_ 班 \_\_\_\_\_

学号 \_\_\_\_\_ 姓名 \_\_\_\_\_ 实验日期 \_\_\_\_\_

(一) 实验目的

(二) 简要实验步骤



(三) 实验结果

产量: \_\_\_\_\_ 产率: \_\_\_\_\_

产品等级: \_\_\_\_\_

(四) 问题与讨论

## 三、“验证性实验”实验报告格式示例

实验名称: 单、多相离子平衡

系 \_\_\_\_\_ 专业 \_\_\_\_\_ 年级 \_\_\_\_\_ 班 \_\_\_\_\_

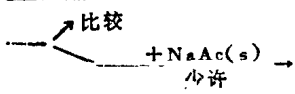
学号 \_\_\_\_\_ 姓名 \_\_\_\_\_ 实验日期 \_\_\_\_\_

(一) 实验目的

(二) 实验内容

| 实验步骤                                                                                                      | 现象    | 反应方程式                                                    | 解释或结论 |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|----------------------------------------------------------|-------|
| (一)<br>1. $0.1\text{mol} \cdot \text{l}^{-1} \text{HAc}$<br>+ 甲基橙 $\xrightarrow{3\text{ml}}$ 摇匀<br>+ 1~2滴 | 溶液呈红色 | $\text{HAc} \rightleftharpoons \text{H}^+ + \text{Ac}^-$ |       |

续表

| 实 验 步 骤                                                                           | 现 象                              | 反应方程式                            | 解释或结论                                                          |
|-----------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------------------------------------|
|  | 溶液由红变黄                           |                                  | $c(\text{Ac}^-)$ 增加, $\text{HAc}$ 电离平衡向左移动, $c(\text{H}^+)$ 下降 |
| 16开纸横板的 $\frac{1}{2}$                                                             |                                  |                                  | $\frac{1}{2}$                                                  |
| $\frac{1}{2} \times \frac{2}{3}$                                                  | $\frac{1}{2} \times \frac{1}{3}$ | $\frac{1}{2} \times \frac{2}{3}$ | $\frac{1}{2} \times \frac{1}{3}$                               |

### (三) 问题与讨论

## 安 全 知 识

进行化学实验,经常要接触到水、电、煤气及很多易燃、易爆、有腐蚀和有毒的化学药品,因此熟悉实验室的安全知识,学会一般自救和救护方法是确保实验工作正常进行、实验者的人身安全和国家财产免遭损失的重要保证。

### 一、化学实验安全守则(简介)

(一) 必须熟悉实验室环境,了解与安全有关的一切设施(如电闸、水管阀门、煤气管阀门、急救箱和消防用品等)的位置和使用方法。

(二) 产生有毒有刺激性气体的实验(如 $\text{H}_2\text{S}$ 、 $\text{Cl}_2$ 、 $\text{Br}_2$ 、 $\text{NO}_2$ 、 $\text{SO}_2$ 、 $\text{CO}$ 等),应在通风橱内进行。

(三) 对于性质不明的化学试剂,严禁任意混合,更不能尝试化学试剂的味道,以免发生意外事故。

(四) 使用易燃的有机溶剂(酒精、乙醚、丙酮、苯)时,要远离火源,用毕应及时盖紧瓶塞。钾、钠和白磷等在空气中易燃的物质,应隔绝空气存放(如钾、钠保存在煤油中,白磷保存在水中),取用它们时必须使用镊子。

(五) 使用浓酸、浓碱、溴等具有强腐蚀性试剂时,切勿溅在皮肤和衣服上。为了保护眼睛,应配备防护眼镜。

(六) 使用有毒试剂(如汞盐、砷盐、铅盐、可溶性钡盐、氟化物、氰化物等)时,不得接触皮肤和伤口,更不能进入口内。试验后的废液不能随意倒入水槽或废液桶中,应倒入指定的容器内,以便集中处理。

(七) 加热试管中的液体时,不要将试管口朝向他人或自己,也不要俯视正在加热的液体,以免溅出的液体把眼、脸灼伤。闻气体的气味时,不能用鼻直接对准瓶口或试管口,应用手把少量气体轻轻地扇向自己。

(八) 实验后的废弃物应倒入废液桶内;滤纸、破玻璃片等需投入纸篓,绝不能倒入水槽内,以防管道堵塞和腐蚀。

(九) 使用电器设备,不能用湿手操作,以防触电。工作完毕应拔下电源插头。

(十) 实验室内严禁饮食、吸烟,并禁止将实验室试剂及实验产品带出室外。

(十一) 每次实验毕,应整理好实验用品。把手洗净,方可离开实验室。值日的学生一

定要把水、煤气阀门关闭好，拉下电闸，关好门窗。

## 二、实验室中意外事故的处理

(一) 割伤：轻微的划伤，可在伤口处涂上红药水。伤口内若有玻璃碎片，应先取出，然后涂上红药水、洒上消炎粉并用纱布包扎。如果伤口被污染，可先用3%  $\text{H}_2\text{O}_2$  溶液洗涤伤口。伤口较深、出血过多时，可用云南白药止血或扎止血带，并立即送医院救治。

(二) 烫伤：轻度烫伤可在烫伤处涂敷烫伤药（如 $\text{ZnO}$ 药膏、鱼肝油药膏、獾油或京万红等），皮肤发红，不能涂油膏（因会导致起泡），一般可用 $\text{KMnO}_4$ 溶液润湿伤口至皮肤变棕色为止。注意切勿用水冲洗，更不要把烫起的水泡挑破。

(三) 酸腐伤：如遇酸液洒到皮肤上时，先用大量水冲洗，后用饱和 $\text{NaHCO}_3$ 溶液（肥皂水也可）冲洗，再用水冲洗，然后外敷 $\text{ZnO}$ 软膏。酸液溅入眼中时，应先用大量水冲洗，再用2%  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 溶液洗眼，最后用蒸馏水冲洗。

(四) 碱腐伤：当碱液洒到皮肤上时，先用大量水冲洗，再用2%  $\text{HAc}$ 溶液冲洗，最后用水冲洗干净，并涂敷硼酸软膏。碱液溅入眼内时，先用大量水冲洗，再用3%  $\text{H}_3\text{BO}_3$ 溶液冲洗，最后用蒸馏水冲洗。

(五) 溴腐伤：用 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 或10%  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液洗涤伤口，再用水冲洗干净，并涂敷甘油。

(六) 磷灼伤：用5%  $\text{CuSO}_4$ 溶液或 $\text{KMnO}_4$ 溶液冲洗伤口，并用浸过 $\text{CuSO}_4$ 溶液的绷带包扎。

(七) 可溶于水的化学药品灼伤眼时，先用水冲洗眼睛，以排出化学药品（但不允许进行化学的中和）。然后送医院治疗。

(八) 吸入刺激性或有毒气体：如吸入 $\text{Br}_2$ 蒸气、 $\text{Cl}_2$ 、 $\text{HCl}$ 等气体时，可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气使之解毒。吸入 $\text{H}_2\text{S}$ 气体感到不适时，应立即到室外呼吸新鲜空气。

(九) 毒物误入口内，可取5~10 ml稀 $\text{CuSO}_4$ 溶液加入一杯温水中，内服后用手指伸入咽喉，促使呕吐，然后立即送医院治疗。

(十) 触电时，先切断电源，必要时进行人工呼吸。

(十一) 伤势较重时，应及时抢救，并立即送医院治疗。

## 三、消防

消防应以防为主。万一不慎起火，切不要惊慌，应根据不同的着火情况，采用不同的灭火措施。

(一) 实验过程中着火时，可采取下列措施：

### 1. 防止火势蔓延

(1) 停止加热，立即关闭煤气总阀。

(2) 拉下电闸，切断电路。

(3) 把一切可燃物质和易燃、易爆物质移至远处。

### 2. 灭火

一般物质燃烧要有空气并达到一定温度。所以灭火一般均采用降温 and 燃烧物质与空气隔绝的方法。

化学实验室常用的灭火方法有：

(1) 小面积着火可用水、湿布、石棉布或砂子覆盖燃烧物来灭火。火势较大时可用泡沫

灭火器灭火。对油类、有机物的燃烧，切忌用水灭火。因为大多数有机物不溶于水，比重又小于水，因此用水不仅不能灭火，反而会扩大燃烧面积，使火势蔓延。

(2) 精密仪器或电线着火应当用四氯化碳灭火 ( $\text{CCl}_4$  沸点低, 比重大, 不会被引燃), 把  $\text{CCl}_4$  喷射于燃烧物的表面,  $\text{CCl}_4$  液体迅速气化, 覆盖于燃烧物上, 使燃烧物与空气隔绝而灭火。也可用干粉灭火器灭火。

(3) 金属或有机溶剂燃烧时, 可用砂子或石棉布灭火。

(4) 衣服着火时应立即用毯子、麻袋之类蒙盖在着火者身上, 切不要慌张跑动, 否则加强气流流动, 使燃烧加剧。

### 3. 必要时报火警

(二) 常用灭火器类型及适用范围, 见表1。

表1 常用灭火器类型及适用范围

| 类 型            | 药 物 成 分                                         | 适 用 失 火 类 型                                 |
|----------------|-------------------------------------------------|---------------------------------------------|
| 泡沫式灭火器         | $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 、 $\text{NaHCO}_3$ | 适用于一般起火及油类失火                                |
| 高倍数泡沫<br>灭 火 器 | 脂肪醇、硫酸钠加稳定剂、抗燃剂                                 | 适用于火源集中、泡沫容易堆积等场合的火灾及大型油池、室内仓库、油类、木材、纤维等的失火 |
| 二氧化碳灭火器        | 干冰 ( $\text{CO}_2$ )                            | 适用于电器失火                                     |
| 干粉灭火器*         | $\text{NaHCO}_3$ 等物质, 加入适量润滑剂和防潮剂               | 适用于扑灭油类、可燃气体、电器设备、精密仪器、文件记录和遇水燃烧等物品的初起火灾    |
| 四氯化碳灭火器        | 液态 $\text{CCl}_4$                               | 适用于电器失火**                                   |
| 1211灭火器        | $\text{CF}_2\text{ClBr}$                        | 灭火效果好, 主要适用于油类、有机溶剂、高压电气设备、精密仪器等失火          |

## 四、无机化学实验室常见废液的处理

在无机化学实验中经常会产生各种有毒的废气、废液和废渣 (三废)。如果对其不加处理而任意排放, 不仅污染周围空气、水源和环境, 造成公害, 而且对三废中的有用或贵重成分不予回收, 在经济上也是个损失。因此化学实验室三废的处理是一个很重要的问题。

**有毒废气的排放:** 产生少量有毒气体的实验可在通风橱中进行, 使有毒气体通过排风设备排至室外 (被大量空气稀释), 确保室内空气不被污染。产生大量有毒气体或剧毒气体的实验必须有吸收或处理有毒气体的措施。如  $\text{Cl}_2$ 、 $\text{H}_2\text{S}$ 、 $\text{SO}_2$ 、 $\text{NO}_2$ 、 $\text{HF}$ 、 $\text{HCN}$  等酸性气体可用碱液吸收后排放;  $\text{NH}_3$  可用  $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液吸收后排放;  $\text{CO}$  可点燃转化为  $\text{CO}_2$  气体后再排放。

实验室中少量有毒废渣应集中深埋于指定的地点。有回收价值的废渣应回收利用。

下面介绍几种常见废液的处理方法:

### (一) 废酸液或废碱液的处理

将含酸废液和含碱废液中和, 剩余的酸或碱可用  $\text{NaOH}$  (或  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) 或  $\text{H}_2\text{SO}_4$  调至  $\text{pH} = 6 \sim 8$  后排放。如果废酸液或废碱液中含有废渣应过滤后排放。

\* 干粉灭火器上装有二氧化碳作为喷射动力, 干粉灭火器喷出的粉末能覆盖在燃烧物上, 构成阻碍燃烧的隔离层, 它同时受热分解出  $\text{CO}_2$ , 并有中断燃烧连锁反应的作用, 因此灭火速度快。兼有泡沫式、 $\text{CO}_2$  和  $\text{CCl}_4$  灭火器的优点。

\*\*  $\text{SO}_2$  着火严禁使用  $\text{CCl}_4$  灭火器扑灭, 否则会产生光气一类的有毒气体 (硫代光气  $\text{CSCl}_2$ )。

## (二) 含铬废液的处理

含铬废液大量的是含铬废洗液。一般处理方法有二种。

1. 在酸性含铬废液中加入 $\text{FeSO}_4$ , 将 $\text{Cr(VI)}$ 还原为 $\text{Cr}^{3+}$ , 然后加入 $\text{NaOH}$  (或 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) 调节溶液的 $\text{pH} = 6 \sim 8$ , 加热至 $80^\circ\text{C}$ 左右, 通入适量空气, 使 $\text{Cr}^{3+}$ 以 $\text{Cr(OH)}_3$ 的形式与 $\text{Fe(OH)}_3$ 一起沉淀而除去。

2. 用 $\text{KMnO}_4$ 氧化法将废铬酸洗液再生。方法是将该液在 $110 \sim 130^\circ\text{C}$ 条件下浓缩, 待浓缩液冷却至室温后, 加入 $\text{KMnO}_4$ 粉末, 注意边加边搅拌至溶液呈深褐色或微紫色为止。然后加热至有 $\text{SO}_3$ 产生, 停止加热。稍冷后用玻璃砂漏斗抽滤, 除去沉淀物。滤液冷却后析出 $\text{CrO}_3$ 沉淀。在含有 $\text{CrO}_3$ 沉淀的溶液中加入适量浓 $\text{H}_2\text{SO}_4$ 又成洗液。

## (三) 含氰废液的处理

少量含氰废液可用 $\text{NaOH}$ 调节溶液的 $\text{pH}$ 值, 在 $\text{pH} > 10$ 的条件下, 加入适量 $\text{KMnO}_4$ 将 $\text{CN}^-$ 氧化。较大的含氰废液可用次氯酸盐进行处理, 方法是在 $\text{pH} > 10$ 的条件下, 加入足量的次氯酸盐溶液, 充分搅拌, 放置一夜, 使氰化物完全分解为 $\text{CO}_2$ 和 $\text{N}_2$ , 最后将处理液中中和至 $\text{pH} = 6 \sim 8$ 后排放。

## (四) 含汞废液的处理

含汞废液处理方法较多, 实验室处理少量含汞废液常采用化学沉淀法。此法是在含 $\text{Hg}^{2+}$ 废液中加入 $\text{Na}_2\text{S}$ , 使 $\text{Hg}^{2+}$ 形成难溶性的 $\text{HgS}$ 从废液中除去。为确保处理后的清液达到排放标准 ( $\text{Hg}^{2+}$ 含量 $\leq 0.02\text{mg} \cdot \text{l}^{-1}$ ), 要求加入过量的 $\text{Na}_2\text{S}$ , 但过量的 $\text{Na}_2\text{S}$ 又易导致 $\text{HgS}$ 生成 $[\text{HgS}_2]^{2-}$ 而溶解, 影响处理效果。为了解决这一问题可在含 $\text{Hg}^{2+}$ 废液中加入适量的对水质影响不大的 $\text{FeSO}_4$ , 使 $\text{Fe}^{2+}$ 与过量 $\text{Na}_2\text{S}$ 作用, 生成 $\text{FeS}$ 沉淀, 起到吸附 $\text{HgS}$ 而又加速 $\text{HgS}$ 沉淀的作用。沉淀过滤后, 少量残渣可深埋于地下。如果残渣量较多时, 可用焙烧法回收汞。

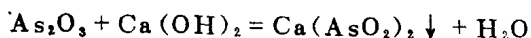
目前较好的处理方法是离子交换法, 该法处理效率高, 但成本也较高, 所以少量含汞废液的处理不采用此法。

## (五) 含重金属离子废液的处理

处理含重金属离子废液最经济最有效的方法是加入 $\text{Na}_2\text{S}$  (或 $\text{NaOH}$ ) 使重金属离子形成难溶性的硫化物 (或氢氧化物) 而分离除去。

## (六) 含砷废液的处理

实验室中含砷废液的处理可采用石灰法。方法是在含砷废液中加入 $\text{Fe}^{3+}$ 盐, 并加入石灰乳使溶液至碱性, 即生成难溶性的亚砷酸钙或砷酸钙, 新生成的 $\text{Fe(OH)}_3$ 与其发生共沉淀和吸附作用而从废液中将砷除去。



此外, 还可利用硫化砷的难溶性, 在含砷废液中通入 $\text{H}_2\text{S}$ 或加入 $\text{Na}_2\text{S}$ 以除去含砷化合物。

# 第一部分 无机化学实验的基本操作

## 一、玻璃仪器的洗涤与干燥

### (一) 玻璃仪器的洗涤

用不洁净的仪器进行实验,往往得不到准确的结果,因此进行化学实验首先要求把仪器洗涤干净,每次用过后也要立即洗涤。洗涤仪器的方法是:

1. 对试管、烧杯、量筒等普通玻璃仪器,可在容器内先注入1/3左右的自来水,选用大小合适的刷子蘸取去污粉刷洗,如果用水冲洗后,仪器内壁能均匀地被水润湿而不沾附水珠,证实洗涤干净。如果有水珠沾附容器内壁,表示容器内壁仍有油脂或其它垢迹污染,应重新洗涤以去除油污。必要时再用蒸馏水冲洗2~3次。

使用毛刷洗涤试管时,注意刷子顶端的毛必须顺着伸入试管中,并用食指抵住试管末端,避免刷洗时用力过猛而将底部穿破。洗涤试管时应该一支一支地洗,不要同时抓住几支试管一起刷洗。

2. 在进行精确定量实验时,一些容量仪器(如滴定管、移液管、容量瓶等)的洗净程要求较高,而且这些仪器形状又特殊,不宜用刷子刷洗,因此常用洗液\*进行洗涤。方法是先将容器用水冲洗,然后加入少量洗液,转动容器使其内壁全部为洗液浸润,经一段时间后,将洗液倒回原瓶,再用自来水冲洗干净,最后用蒸馏水冲洗2~3次。

使用洗液时,必须注意以下几点:

- (1) 使用洗液前,应先用水刷洗仪器,尽量除去其中污物。
- (2) 应尽量把仪器中残留水倒掉,以免将洗液稀释,影响洗涤效果。
- (3) 洗液用后应倒回原瓶,以便重复使用。
- (4) 洗液具有很强的腐蚀性,易灼伤皮肤和腐蚀衣物,使用时应注意安全。
- (5) 变成绿色的洗液( $K_2Cr_2O_7$ 被还原为 $Cr_2(SO_4)_3$ 的颜色)不再具有氧化性和去污能力。

### (二) 仪器内沉淀垢迹的洗涤方法

在实验时,一些不溶于水的沉淀垢迹常常牢固地沾附在容器的内壁,需根据其性质,选用适当的试剂,通过化学方法除去。下面介绍几种常见垢迹的处理方法,见表2。

\* ①洗液是由浓 $H_2SO_4$ 和饱和 $K_2Cr_2O_7$ 溶液组成。配法是称取 $K_2Cr_2O_7$ 固体25g,溶于50ml $H_2O$ 中,冷却后往溶液中慢慢加入浓 $H_2SO_4$  450ml,边加边搅拌,切勿将 $K_2Cr_2O_7$ 溶液加到浓 $H_2SO_4$ 中。

②因铬的化合物有毒,用它洗涤过的容器在器皿表面常残留痕迹量的含铬化合物。因此,近年来有人建议用王水洗涤玻璃仪器,效果很好。但王水不稳定,应该现用现配。

表2 常见垢迹处理方法

| 垢 迹                                                              | 处 理 方 法                                                                                                                                       |
|------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 沾附在器壁上的 $\text{MnO}_2$ 、 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 、<br>碱土金属的碳酸盐等 | 用盐酸处理<br>$\text{MnO}_2$ 垢迹需用 $\geq 6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1} \text{HCl}$ 才能洗掉                                                         |
| 沉积在器壁上的银或铜                                                       | 用硝酸处理                                                                                                                                         |
| 沉积在器壁上的难溶性银盐                                                     | 一般用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液洗涤。 $\text{Ag}_2\text{S}$ 垢迹则需用热、浓 $\text{HNO}_3$ 处理                                                  |
| 沾附在器壁上的硫磺                                                        | 用煮沸的石灰水处理。反应原理如下：<br>$3\text{Ca}(\text{OH})_2 + 12\text{S} \xrightarrow{\Delta} 2\text{CaS}_5 + \text{CaS}_2\text{O}_3 + 3\text{H}_2\text{O}$ |
| 残留在容器内的 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 或 $\text{NaHSO}_4$<br>固体        | 加水煮沸使其溶解，趁热倒掉                                                                                                                                 |
| 不溶于水、不溶于酸或碱的有机物和<br>胶质等污迹                                        | 用有机溶剂洗，常用的有机溶剂有酒精、丙酮、苯、四氯化碳、<br>石油醚等                                                                                                          |
| 煤焦油污迹                                                            | 用浓碱浸泡（约一天左右），再用水冲洗                                                                                                                            |
| 蒸发皿和坩埚内的污迹                                                       | 一般可用浓 $\text{HNO}_3$ 或王水洗涤                                                                                                                    |
| 瓷研钵内的污迹                                                          | 取少量食盐放在研钵内研洗，倒去食盐，再用水洗净                                                                                                                       |

### （三）仪器的干燥

1. 晾干：把洗净的仪器倒置于干净的仪器柜中或木钉上晾干。
2. 烤干：用煤气灯小火烤干。
3. 吹干：用吹风机吹干。
4. 烘干：将洗净的仪器放在电热烘干箱内烘干（控制烘箱温度在  $105^\circ\text{C}$  左右），仪器放进烘箱前应尽量把水倒净，并在烘箱的最下层放一个搪瓷盘，接受从容器上滴下的水珠，以免直接滴在电炉丝上损坏炉丝。
5. 有机溶剂的快速干燥：方法是先用少量丙酮等有机溶剂淋洗一遍，然后晾干。

## 二、试剂的取用方法和溶液的配制

固体试剂一般都用广口瓶贮放。液体试剂则盛在细口的试剂瓶中，最常用的有平顶试剂瓶和滴瓶两种。见光易分解的试剂（如  $\text{AgNO}_3$  等）应装在棕色瓶中。试剂瓶的瓶盖一般都是磨口的。但盛强碱性试剂（如  $\text{NaOH}$ 、 $\text{KOH}$ 、 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）及  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  溶液的瓶塞应换用橡皮塞。每个试剂瓶上都应贴上标签，并标明试剂的名称、纯度、浓度和配制日期，绝对不能在试剂瓶中装入与标签不相符合的试剂，以免造成差错。标签外面应涂蜡或用透明胶带保护它。

### （一）固体试剂取用法

1. 取用固体试剂一般用牛角匙。牛角匙两端为大小两个匙，取大量固体时用大匙，取少量固体时用小匙。牛角匙必须干净且应专匙专用。
2. 试剂取用后，要立即把瓶塞盖严（注意不要盖错），并将试剂瓶放回原处。
3. 要求取一定量的固体试剂时，可把固体放在纸上或表面皿上，在台称上称量（要求准确称取时可用称量瓶，在电光天平上称量）。具有腐蚀或易潮解的固体不能放在纸上，应



放在表面皿或其它玻璃容器内进行称量。

称量固体试剂时，注意不要多取。多取的试剂（特别是纯度较高的试剂），不能倒回原试剂瓶，否则会影响瓶内试剂的纯度。

4. 固体颗粒较大时，可在干净的研钵中研碎。研钵中所盛固体量不得超过研钵容积的  $\frac{1}{3}$ 。

## （二）液体试剂取用法

### 1. 从平顶塞试剂瓶中取用试剂的方法

先取下瓶塞，仰放在实验台上，用左手拿住容器（如试管、量筒等），右手握住试剂瓶，让试剂瓶的标签向着手心，倒出所需量的试剂，如图 1 所示。倒完后应将试剂瓶口在容器上靠一下，再使瓶子竖直，这样可避免遗留在瓶口的试剂从瓶口流到瓶的外壁。

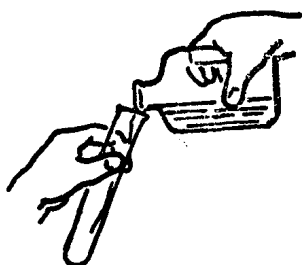


图 1 往试管中倒取液体试剂

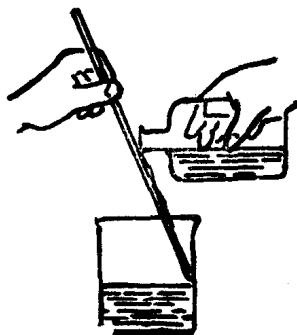


图 2 往烧杯中倒入液体试剂

把液体从试剂瓶中倒入烧杯时，用右手握瓶，左手拿玻璃棒，使棒的下端斜靠在烧杯中，将瓶口靠在玻璃棒上使液体沿着玻璃棒往下流，如图 2 所示。

### 2. 从滴瓶（图 3）中取用少量试剂的方法

提起滴管，使管口离开液面，用手指捏紧滴管上部的橡皮头，排去空气，再把滴管伸入试剂瓶中吸取试剂。往试管中滴加试剂时，必须注意只能把滴管尖头放在管口上方滴加，如图 4 所示，不能伸入试管内，以免滴管尖端碰到管壁上沾附其它溶液。一只滴瓶上的滴管不能用来移取其它试剂瓶中的试剂。也不能用实验者自己的滴管伸入试剂瓶中去吸取试剂。



图 3 滴瓶

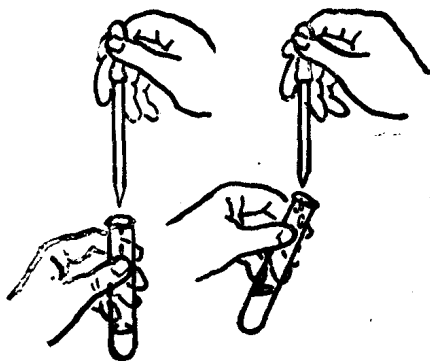


图 4 往试管滴加液体

### 3. 定量取用液体试剂可使用量筒或移液管。

## （三）溶液的配制