

— 高等学校教材 —

无机化学实验

北京大学无机化学教研室編

人 民 教 育 出 版 社



无机化学实验

北京大学无机化学教研室編

人民教育出版社



本书是由北京大学无机化学教研室华彤文、叶于浦、应礼文、李声崇、项斯芬、刘筠英、臧希文、孙淑声、严宣申、陈良璧、杨毅英、陈潭、罗淑仪、万嘉铸、刘佛岸和胡锡俊等同志，参照综合大学化学专业(五年制)无机化学实验教学大纲(草案)，根据本教研室多年积累的教学经验编写而成的。

本书内容包括无机化学的基本操作，一些重要无机物质的性质和制备以及若干基本概念的验证。

本书可作为综合大学和高等师范院校化学专业无机化学课程实验部分的教材。

无机化学实验

北京大学无机化学教研室编

北京市书刊出版业营业许可证出字第2号

人民教育出版社出版(北京景山东街)

人民教育印刷厂印装

新华书店北京发行所发行

各地新华书店经售

统一书号K13010·1116 开本 850×1168 $\frac{1}{32}$ 印张 6 $\frac{10}{16}$

字数 160,000 印数 0,001—2,500 定价(6) 0.65

1963年12月第1版 1963年12月北京第1次印刷

序 言

化学实验在化学教学中占有十分重要的地位。化学系一年级无机化学实验的任务在于训练学生，使他们能够正确地掌握实验的基本方法与基本技能；能够从观察到的实验事实中得出结论，以验证和巩固所学到的理论知识；能够逐步具有独立的工作能力和严谨的科学作风。

为了达到这些目的，本书安排了以下几方面的内容：重要元素及其化合物性质的实验，某些无机化合物的合成，某些基本概念和某些物质的物理常数的验证。

实验基本操作的训练和实验室安全知识的教育，是实验课程任务的一个重要方面。本书把有关实验室安全守则和实验基本操作的内容集中起来，安排在实验部分的前面，以便教师和学生对这部分内容有一个全面的、系统的了解。对安全守则的具体执行和对实验基本操作的反复练习，则安排在各个实验内，以便使学生能够逐步掌握。

本书共有四十三个实验，一般可在 200—250 学时的实验课程中完成。但在安排实验时间时，应留有余地，以便使学生有充分的时间来仔细观察现象和反复思考，使教师有可能来安排补做、选做实验和总结考查。各兄弟院校可紧密配合课堂讲授，并结合具体情况，选择实验内容和安排各实验的顺序。

在本书中还有不少缺点，希望读者随时提出意见，以便再版时进行修改，使本书渐臻完善。

北京大学无机化学教研室

1963 年 6 月

目 录

序言	vi
实验规则	1
化学实验室安全守则	1
一、实验室的一般安全守则	2
二、易燃的和具有腐蚀性的药品与毒品的使用规则	2
三、灭火常识	3
四、实验室中一般伤害的救护	5
无机化学实验基本操作	6
一、仪器的洗涤	6
二、仪器的干燥	8
三、试剂及其用法	9
四、基本度量的仪器和这些仪器的使用方法	14
五、加热的方法	15
六、固体的溶解	18
七、物质的分离	19
八、固体的干燥	25
实验一 煤气灯的使用	26
实验二 玻璃操作和塞子钻孔	29
实验三 台秤与天平的使用	34
实验四 硝酸钾的制备	43
实验五 硫酸亚铁铵的制备	44
实验六 硫酸铜的制备	46
实验七 当量的测定	48
一、直接法测定锡的当量	48
二、置换法测定锌的当量	51
实验八 分子量的测定	54
一、杜马法测定四氯化碳的分子量	54

二、气体密度法测定二氧化碳的分子量	57
实验九 溶液	59
实验十 酸碱滴定	62
实验十一 $\text{HCl}-\text{H}_2\text{O}$ 体系的沸点曲线	66
实验十二 电解质溶液	70
实验十三 化学反应速度	73
实验十四 电解质溶液的平衡	77
实验十五 氧化还原与电化学	80
实验十六 物质的结构和组成与性质的关系	84
实验十七 氢、氧与过氧化氢	88
实验十八 卤素	92
实验十九 氯化钠的提纯	101
实验二十 硫	104
实验二十一 二氯化二硫的制备	110
实验二十二 氮	112
实验二十三 磷	117
实验二十四 砷、锑、铋	122
实验二十五 碳与硅	127
实验二十六 胶体溶液	130
实验二十七 锡与铅	132
实验二十八 四氯化锡的制备	136
实验二十九 硼与铝	138
实验三十 碱金属	141
实验三十一 碱土金属	144
实验三十二 铜与银	149
实验三十三 锌、镉、汞	151
实验三十四 钛与钒	156

实验三十五	由钛铁矿提取二氧化钛·····	159
实验三十六	铬·····	161
实验三十七	氯化二氯四水合铬(Ⅲ)的制备与性质·····	164
实验三十八	钼与钨·····	166
实验三十九	由白钨矿制取三氧化钨·····	169
实验四十	锰·····	171
实验四十一	高锰酸钾的制备和纯度的测定·····	173
实验四十二	铁、钴、镍·····	176
实验四十三	金属与酸、碱的作用·····	181
附录	·····	186
表一	标准电极电位·····	186
表二	溶度积·····	192
表三	20°C 时若干重要无机化合物的溶解度·····	193
表四	酸、碱在水溶液中的离解常数·····	197
表五	络离子的不稳定常数·····	199
表六	实验室常用酸、碱的浓度·····	199
表七	不同温度下的饱和水蒸气压·····	200
表八	原子量表·····	202
表九	四位对数表·····	203
表十	元素周期表·····	206

实验規則

一、課前应認真預习,明确实验的目的要求,了解实验的步驟、方法和基本原理。

二、实验过程中要正确操作、仔細观察、認真記錄和深入思考。

三、严格遵守实验室各項制度。注意安全,爱护仪器,節約药品,保持实验室的整洁。

四、遵从教师的指导。作完实验后,应把原始記錄交給教师签字后,方可結束实验。

五、实验完毕后,应把实验桌、仪器和药品整理干净。

六、应根据原始記錄,联系理論知識,認真地处理数据,分析問題,写出实验报告,按时交給教师。实验报告的内容应包括实验的目的要求、简单的实验原理、扼要的实验步驟、实验現象和对实验現象的解釋,对于定量的实验,还应包括数据記錄和結果处理。

化学实验室安全守則

在进行化学实验时,会經常使用水、电、煤气和各种仪器、药品,重視安全操作,熟悉一般的安全知識是非常必要的。

注意安全是集体的事情。发生事故不仅損害个人的健康,还要危及周圍的人們,并使国家的财产受到損失,影响工作的正常进行。所以首先必須从思想上重視安全工作,决不能麻痹大意。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、認真小心地进行操作和观察現象,并应严格遵守操作

規程。

一、實驗室的一般安全守則

1. 實驗前, 应做好預习工作, 熟悉每个具体操作中的安全注意事項。
2. 必須熟悉實驗室及其周圍的环境和水門、煤氣門、電閘的位置。
3. 用完煤氣后, 或遇临时中断煤氣供应时, 应立即把煤氣門关闭。如遇漏煤氣时, 应停止实验, 进行檢查。
4. 使用电器时, 要謹防触电, 不要用湿的手、物接触电插銷。实验后, 应把連接电源的插銷拔下。
5. 严禁在實驗室內飲食或把食具带进實驗室。
6. 实验完毕后, 应把实验桌整理干淨, 把手洗淨, 檢查水門和煤氣門是否关严。值日生和最后离开實驗室的工作人員都应負責再檢查一遍, 并把水和煤氣的总門关闭, 拉开電閘。

二、易燃的和具有腐蝕性的药品与毒品的使用規則

1. 絕對不允許把各种化学药品任意混合, 以免发生意外事故。
2. 使用氫气时, 要严禁烟火。点燃氫气前, 必須檢查氫气的純度。进行发生大量氫气的实验时, 应把廢气通至室外, 并需注意室内的通風。
3. 濃酸、濃碱具有强腐蝕性, 不要把它們洒在皮肤或衣物上。廢酸应傾入酸缸, 但不要往酸缸中傾倒碱液, 以免因酸碱中和放出大量的热而发生危險。
4. 强氧化剂(如氯酸钾、高氯酸)和某些混合物(如氯酸钾与紅磷的混合物)易发生爆炸, 保存及使用这些药品时, 应注意安全。
5. 銀氨溶液久置后易发生爆炸, 用后不要把它保存起来, 应傾

入水槽中。

6. 活泼金属钾、钠等不要与水接触或暴露在空气中,应保存在煤油内,并在煤油内对它们进行切割。取用它们时,要用镊子。

7. 白磷有剧毒,并能灼伤皮肤,切勿与人体接触;在空气中易自燃,应保存在水内。取用它时,要用镊子。

8. 有机溶剂(乙醇、乙醚、苯、丙酮等)易燃,使用时,一定要远离火焰,用后应把瓶塞塞严,放在阴凉的地方。

9. 下列实验应在通风橱内进行:

(1)制备具有刺激性的、恶臭的和有毒的气体(如硫化氢、氯气、一氧化碳、二氧化氮、二氧化硫、溴等)或进行能产生这些气体的反应时;

(2)进行能产生氟化氢的反应时;

(3)加热或蒸发盐酸、硝酸、硫酸时。

10. 昇汞和氰化物有剧毒,不得进入口内或接触伤口。砷盐和铋盐也很毒,不得进入口内。

11. 汞易挥发,它在人体内会积累起来,引起慢性中毒。不要把它洒落在桌上或地上,汞洒在地上不易收拾干净,它将要长年累月地散发有毒的蒸气,危害实验室工作人员的健康。如遇汞洒落时,必须把它尽可能地收集起来,并用硫黄粉盖在洒落的地方,以便把汞转变为硫化汞。

三、灭火常識

一般起火的原因有四种:

(1)可燃的固态药品(如纖維制品)或液态药品(如乙醚)因接触火焰或处在較高的温度下而燃烧;

(2)能自燃的物质由于接触空气或长时间的氧化作用而燃烧(如白磷的自燃);

(3) 化学反应(如金属钠与水的反应)引起的燃烧和爆炸;

(4) 电火花引起的燃烧(例如, 电热器材因接触不良而出现火花, 导致附近可燃气体着火)。

要根据起火的原因和火场周围的情况, 采取不同的扑灭方法。

起火后, 一般应立即采取以下措施:

1. 防止火势扩展

(1) 关闭煤气门和停止加热;

(2) 停止通风以减少空气(氧气)流通;

(3) 拉开电闸以免引燃电线;

(4) 把一切可燃的物质(特别是有机物质和易爆炸的物质)移至远处。

2. 扑灭火焰

化学实验室常采用使燃烧物质隔绝空气的办法来灭火, 常用的方法有以下三种:

(1) 把沙土抛洒在着火的物体上(实验室都应备有沙箱和沙袋, 并应把它们放在固定的地方);

(2) 用泡沫灭火器(碳酸氢钠与硫酸铝溶液作用产生氢氧化铝和二氧化碳泡沫)喷射起火处, 泡沫就把燃烧的物体包住, 与空气隔绝, 而使火焰熄灭(此法不适用于电火花引起的火灾);

(3) 用四氯化碳灭火器(四氯化碳沸点低、比重大、不会被引燃)喷射燃烧物的表面, 四氯化碳液体即迅速气化, 成为很重的气体, 包住燃烧物体, 使燃烧物体与空气隔绝, 而把火焰熄灭(此法最适合于扑灭电火花引起的火灾)。

水能和某些化学药品(如金属钠)发生剧烈的反应, 因而引起更大的火灾。在这种情况下, 应该用沙土来灭火。只有当火场及其周围没有存放能跟水发生剧烈反应的药品(如金属钠)时, 才能用水来灭火。

四、实验室中一般伤害的救护

1. 割伤：在伤口上抹红药水或紫药水。
2. 烫伤：在伤口上抹烫伤药，或用浓高锰酸钾溶液润湿伤口，至皮肤变为棕色。
3. 受酸腐蚀：先用水冲洗，再用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水洗，最后用水冲洗。
4. 受碱腐蚀：先用水冲洗，再用醋酸溶液(20 克/升)洗。酸或碱溅入眼中时，用硼酸溶液洗。
5. 受溴腐蚀：用苯或甘油洗，再用水洗。
6. 受磷灼伤：用 1% 硝酸银、1% 硫酸铜或浓高锰酸钾溶液洗，然后进行包扎。
7. 吸入溴蒸气、氯气、氯化氢：可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气。
8. 毒物进入口内：把 5—10 毫升稀硫酸铜溶液加入一杯温水中，内服之。用手指伸入喉部，促使呕吐，然后送医。
9. 伤势较重者，经急救后，应立即送医院检查和治疗。

无机化学实验基本操作

一、仪器的洗涤

化学实验室经常使用玻璃仪器和瓷器。用不干净的仪器进行实验时，往往得不到准确的结果，所以应该保证这些仪器是很干净的。

洗涤仪器的方法很多，应根据实验的要求、污物的性质和沾污的程度来选择。

一般来说，附着在仪器上的污物有尘土和其他不溶性物质，可溶性物质，有机物质和油污。针对这些情况，可以分别用下列方法洗涤：

1. 刷洗或水洗 用试管刷刷洗可以使附着在仪器上的尘土和其他不溶性物质脱落下来，用水洗则可以除去可溶于水的物质。在一般情况下，是把两者结合起来，即用水刷洗仪器。

2. 用去污粉或肥皂可以洗去油污和有机物质，若仍洗不干净，可用热的碱溶液洗。

3. 用浓盐酸（粗）可以洗去附着在器壁上的氧化剂如二氧化锰。

4. 在进行精确的定量实验时，即使少量杂质也会影响实验的准确性，因而要求用洗液来洗涤仪器。洗液是等体积的浓硫酸和饱和重铬酸钾溶液的混合物，具有很强的氧化性、酸性和去污能力。

洗涤是这样进行的。往仪器内加入洗液，其用量约为仪器总容量的 $1/5$ 。然后使仪器倾斜，慢慢转动仪器，使仪器的内壁全部为洗液润湿，最后把洗液倒回原来瓶内，再用水把残留在仪器上的

洗液洗去。如果用洗液把仪器浸泡一段时间或者用热的洗液洗，则效率更高。

使用洗液时，必须注意以下几点：

(1)使用洗液前，最好用水或去污粉把仪器洗一遍。

(2)应该尽量把仪器内的水去掉，以免把洗液冲稀。

(3)洗液用后应倒回原来瓶内，可以重复使用。应该把装洗液的瓶子盖严，以防止洗液吸水。

(4)不要用洗液去洗具有还原性的污物(如某些有机物质)，因为这些物质会把洗液中的重铬酸钾还原为硫酸铬(洗液的颜色由原来的深棕色变为绿色)。已变为绿色的洗液，不具有氧化性，不能继续使用。

(5)洗液具有很强的腐蚀性，会灼伤皮肤和破坏衣物。如果不慎，把洗液洒在皮肤、衣物和实验桌上，应立即用水冲洗。

用上述方法洗涤后的仪器，还要用水洗去洗涤剂。

经自来水洗净的仪器上，往往还留有 Ca^{++} 、 Mg^{++} 、 Cl^- 等离子。如果实验中不允许这些杂质存在，应该用蒸馏水把它们洗去。但是，使用蒸馏水的目的，只是洗去附着在仪器内壁上的自来水，所以应该尽量少用蒸馏水。

洗涤仪器时，应该符合少量(每次用少量的洗涤剂)多次(洗的次数多一些)的原则。这样做，不但是为了节约，而且能提高效率，使仪器洗得更干净。

已洗净的仪器的器壁上，不应附着有不溶物或油污。这样的器壁可以被水完全润湿。如果加水于仪器，把仪器倒转过来，水即顺着器壁流下，器壁上只留下一层既薄又均匀的水膜，而无水珠附着在上面，则表示仪器已经洗净。

已洗净的仪器，不能用布或纸擦拭，因为布或纸的纤维会留在器壁上而沾污仪器。

二、仪器的干燥

可以用加热的方法来干燥仪器：

(1) 烘干 洗净的仪器可以放在恒温箱内烘干。放置仪器时，应注意使仪器的口朝下(倒置后不稳的仪器则应平放)。应该在恒温箱的最下层放一瓷盘，承受从仪器上滴下的水珠，使其不与电炉丝接触，以免损坏电炉丝。

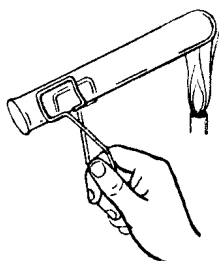


图 1. 烘干试管

(2) 烤干 烧杯或蒸发皿可置于石棉网上，用火烤干。试管的干燥也常用此法。操作时，试管要略为倾斜，管口向下，并不时地来回翻转试管，以赶掉水气(图 1)。最后，管口应朝上，以便把水气赶尽。

也可以在不加热的情况下干燥仪器：

(1) 晾干 洗净的仪器可倒置于干净的实验柜内(倒置后不稳定的仪器如量筒等，则不宜这样做)或仪器架上晾干。

(2) 吹干 用压缩空气(或吹风机)把仪器吹干。

(3) 用有机溶剂干燥 有些有机溶剂可以和水互相溶解，最常用的是酒精。在仪器内加入少量酒精，把仪器倾斜，转动仪器，器壁上的水即与酒精混合，然后倾出酒精和水。最后，留在仪器内的酒精挥发，而使仪器干燥。往仪器内吹入空气，可以使酒精挥发得快一些。

用布或纸擦干仪器会使纤维附着在器壁上而将已洗净的仪器弄脏。

带有刻度的计量仪器不能用加热的方法进行干燥，因为加热会影响这些仪器的精密程度。

三、试剂及其用法

按照杂质含量的多少，化学试剂可分为工业、化学纯、分析纯、保证试剂四种规格。应根据实验要求，分别选用不同规格的试剂。

固体试剂装在广口瓶内，液体试剂则盛在细口瓶或带有滴管和橡皮塞(或软木塞)的试剂瓶内。见光容易分解的试剂(如硝酸银)应装在棕色的试剂瓶内。每一个试剂瓶上都贴有标签，以表明试剂的名称、浓度和纯度。

为了得到准确的实验结果，取用试剂时，应遵守以下的规则，以保证试剂不受污染和不会变质。

(1) 试剂不能与手接触。

(2) 要用洁净的牛角勺取用固体试剂。用滴管取用液体试剂时，不应把滴管伸入到其他液体中或与接受容器的器壁接触，倾注液体试剂时，同样不能接触接受容器。

(3) 用完试剂后，一定要把瓶塞盖严，把瓶放回原处。

(4) 盖瓶塞和放回滴管时，绝对不许张冠李戴。

(5) 已取出的试剂不能再放回试剂瓶内。

另外，取用试剂时，应尽可能少用。这样既可以节省试剂，又便于操作和仔细观察现象，得到较好的实验结果。

一、液体试剂的取用

一般可用滴管或者倾注法取用液体。倾注液体时，要使用洁净的玻璃棒，以免液体洒在外面(图2)。

应当注意，不要使加入反应容器内的液体超过容器总容量的 $\frac{2}{3}$ ；加入试管的液体，则以不超过试管总容量

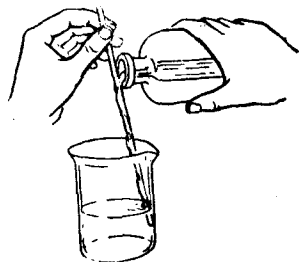


图2. 倾注液体

的 $\frac{1}{2}$ 为宜。

在进行某些实验(如在试管里进行的反应)时,无须准确地量取试剂,所以不必每次都用量筒,只要学会估计从瓶内取用的液体的量即可。为此,必须知道,要取 2 毫升液体应该由滴管中滴出多少滴液体,5 毫升液体占一个 20 毫升试管的总容量的几分之几,等等。作为一个化学工作者,应该反复练习估量液体的操作,直到熟练掌握为止。

要求准确地移取一定体积的液体时,可用移液管(根据不同需要,可选用容量不同的移液管)。在一定的温度下,移液管的上端刻度至下端出口间的容量是一定的。其使用方法如下:

1. 依次用洗液、自来水、蒸馏水洗滌之,最后用被量取的液体洗三遍,以避免被量取的液体为残留在移液管内壁的蒸馏水所稀释。

2. 在烧杯内装入比要移取的量多 1—2 倍的液体。把移液管

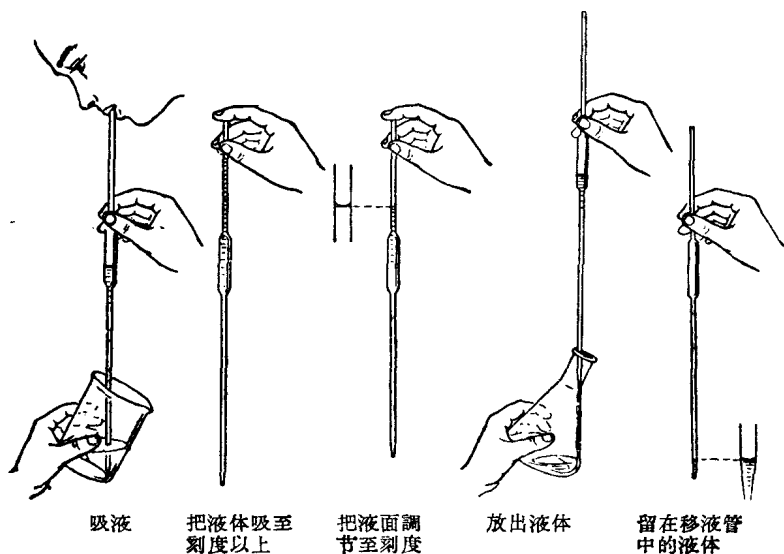


图 3. 移液管的使用方法