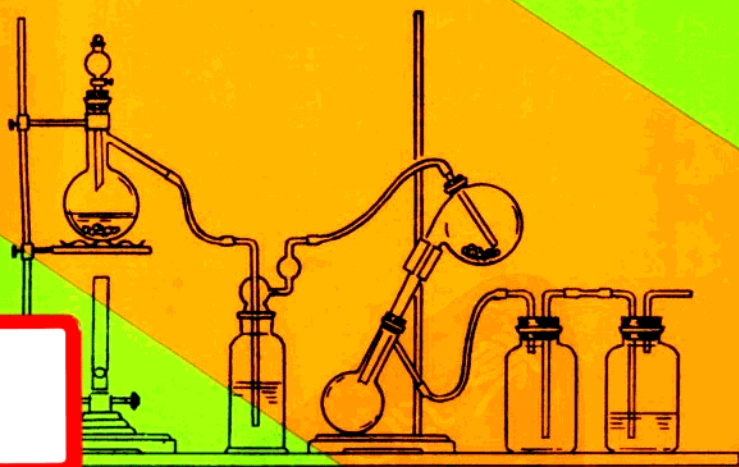


# 普通化学实验

(第二版) 北京大学化学系普通化学教研室



## 第二版前言

自 1981 年本书第一版问世以来,又经过将近 10 年的教学实践,第二版在实验内容上作了适当的增删、合并和更新,增加了无机制备和选做实验的比例,删掉了部分与后续课重复或较为陈旧的实验,并注意加强基本操作和基本技能的训练。在编写上,安排部分实验由学生自行设计方案,教材仅给予提示或启发,以引起学生的兴趣、调动学生的主观能动性,并有利于能力和科学思维方法的培养。

第二版新增的实验有:分子与晶体结构、草酸亚铁的制备及化学式的测定、三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备及酸根阴离子电荷数的测定、三种铬(Ⅲ)和草酸根配合物的制备及性质等。删减的实验有:  $\text{KClO}_3$ - $\text{KCl}$  混合物中  $\text{KClO}_3$  质量分数  $w$  (即百分含量)的测定、二氧化碳分子量的测定、胶体溶液、氯化二氯四水合铬(Ⅲ)的制备等。此外,还对部分实验内容作了调整和补充。第二版共包括 45 个实验。

普通化学实验是一门独立的课程,但在内容上又必须与课堂讲授紧密配合,相辅相成。因此,可以说本书和华彤文、杨骏英编著的《普通化学原理》(1989 年,北京大学出版社)及严宣申、王长富编著的《普通无机化学》(1987 年,北京大学出版社)两本课堂讲授教材是一套大学一年级化学课的组合式教材,用时可分可合。

本教研室有关的同志对第二版的修订和实验的改进或更新进行了大量的工作,并由胡学复、严洪杰、刘淑珍执笔整理,严宣申审阅定稿。

自第一版发行以来,兄弟院校的同行对本书提出过不少宝贵的意见,历届使用本教材的学生也曾提出许多有益的建议,对本书

的修订帮助很大,在此表示衷心的感谢。由于我们的水平所限,错误和不妥之处恳请读者批评指正。

普通化学教研室

1990.2

# 第一版前言

在化学教学中,实验占有重要地位。大学一年级普通化学实验课的主要任务是:引导学生仔细观察实验现象,直接获得化学感性认识;测定实验数据并加以正确处理与概括;巩固并加深对所学理论知识理解。训练学生正确掌握化学实验的基本方法和基本技能。培养学生严谨的科学态度、良好的实验作风以及分析解决问题的独立工作能力。

本书是大学一年级化学实验课的教材。其主要内容有:基本操作的训练;基本概念的实验和若干物理化学数据的测定;无机化合物的制备和提纯;常见元素及其化合物性质的试验;水溶液中常见离子的分离和检出。

有关化学基本概念、基本定律的实验是普通化学实验课的重要内容。本书安排这方面实验时,尽量提出“定量”的要求。这样,既有利于基本操作的严格训练,又巩固了所学基本概念。为此,本书安排了测定反应热、活化能、电离常数、溶度积常数、配合物配位数等的实验。

有关元素及其化合物性质的试验是普通化学实验课的又一重要内容。本书力图克服繁琐、突出重点,引导学生通过对比和鉴别掌握这些知识。书中除安排了适量无机化合物制备和提纯实验外,鉴于硫化氢系统分析对学习元素基本性质有积极作用,本书将 18 种阳离子和 11 种阴离子的分离检出与元素性质试验穿插安排,以利于调动学生学习的积极性和主动性。

实验基本操作的训练和实验室安全知识的教育是实验课的一个重要任务。本书把这些内容集中编排在前面,以便师生对这部分内容有较系统的了解。当然,其各项的具体要求则应结合实验反复

练习,逐步掌握。

本书共有 48 个实验,其中有些是供学生课余选做的。课内实验应留有余地,以便使学生有充分时间仔细观察、深入思考。实验内容的选择和实验顺序的安排可视课程情况而定。

由于编者水平有限,本书缺点错误在所难免,恳请读者批评指正。

编 者

1981.4

# 目 录

## 绪 论

|                        |     |
|------------------------|-----|
| (一) 普通化学实验的目的和要求 ..... | (1) |
| (二) 实验规则 .....         | (2) |
| (三) 化学实验安全守则 .....     | (2) |

## I 实验基本操作

|                        |      |
|------------------------|------|
| I-1 实验常用基本仪器 .....     | (7)  |
| I-2 常用玻璃仪器的洗涤和干燥 ..... | (10) |
| I-3 基本度量仪器及其使用方法 ..... | (14) |
| I-4 试剂及其取用 .....       | (24) |
| I-5 加热的方法 .....        | (27) |
| I-6 气体的发生、净化和收集 .....  | (33) |
| I-7 溶液与沉淀的分离 .....     | (37) |
| I-8 溶解与结晶 .....        | (44) |
| I-9 试纸的使用 .....        | (46) |
| I-10 其他 .....          | (48) |

## II 仪器和方法

|                        |      |
|------------------------|------|
| II-1 台秤与分析天平的使用 .....  | (50) |
| II-2 pH S-2 型酸度计 ..... | (59) |
| II-3 72 型光电分光光度计 ..... | (65) |
| II-4 水的纯度 .....        | (71) |
| II-5 误差与数据处理 .....     | (75) |

## II 实验部分

|          |                                       |       |
|----------|---------------------------------------|-------|
| 实验 II-1  | 分析天平的称量练习 .....                       | (86)  |
| 实验 II-2  | 溶液的配制 .....                           | (89)  |
| 实验 II-3  | 酸碱滴定 .....                            | (91)  |
| 实验 II-4  | 凝固点降低法测分子量 .....                      | (94)  |
| 实验 II-5  | 中和热的测定 .....                          | (98)  |
| 实验 II-6  | 电解法测定阿佛加德罗常数及气体常数 .....               | (103) |
| 实验 II-7  | 化学反应速率与活化能 .....                      | (107) |
| 实验 II-8  | 醋酸电离常数的测定 .....                       | (112) |
| 实验 II-9  | 酸碱及沉淀溶解平衡 .....                       | (115) |
| 实验 II-10 | 醋酸银溶度积的测定 .....                       | (118) |
| 实验 II-11 | 离子交换法测定氯化铅的溶解度 .....                  | (121) |
| 实验 II-12 | 氧化还原 .....                            | (124) |
| 实验 II-13 | 配合物 .....                             | (127) |
| 实验 II-14 | 银氨配离子配位数的测定 .....                     | (131) |
| 实验 II-15 | 电位法测定乙二胺合银( I )配离子的配位数<br>及稳定常数 ..... | (135) |
| 实验 II-16 | 分光光度法测定乙二胺合铜( II )<br>配离子的组成 .....    | (138) |
| 实验 II-17 | 分子与晶体结构 .....                         | (140) |
| 实验 II-18 | 提纯氯化钠 .....                           | (145) |
| 实验 II-19 | 硫酸亚铁铵的制备 .....                        | (149) |
| 实验 II-20 | 五水合硫酸铜的制备 .....                       | (151) |
| 实验 II-21 | 高锰酸钾的制备 .....                         | (153) |
| 实验 II-22 | 沉淀及其离心分离 .....                        | (157) |
| 实验 II-23 | 碱金属和碱土金属 .....                        | (159) |
| 实验 II-24 | 卤素 .....                              | (164) |

|           |                                                                                                                                                      |       |
|-----------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| 实验 III-25 | 未知液的分析(一)                                                                                                                                            | (169) |
| 实验 III-26 | 氧、硫                                                                                                                                                  | (170) |
| 实验 III-27 | 氮、磷                                                                                                                                                  | (177) |
| 实验 III-28 | 碳、硅、硼                                                                                                                                                | (182) |
| 实验 III-29 | 未知液的分析(二)                                                                                                                                            | (187) |
| 实验 III-30 | 砷、锑、铋                                                                                                                                                | (190) |
| 实验 III-31 | 铝、锡、铅                                                                                                                                                | (193) |
| 实验 III-32 | 铜、银、锌、镉、汞                                                                                                                                            | (198) |
| 实验 III-33 | 水溶液中 $\text{Ag}^+$ 、 $\text{Pb}^{2+}$ 、 $\text{Hg}^{2+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Bi}^{3+}$ 、 $\text{Zn}^{2+}$<br>等离子的分离和检出                       | (201) |
| 实验 III-34 | 未知液的分析(三)                                                                                                                                            | (205) |
| 实验 III-35 | 钛、钒                                                                                                                                                  | (206) |
| 实验 III-36 | 铬、锰                                                                                                                                                  | (209) |
| 实验 III-37 | 铁、钴、镍                                                                                                                                                | (213) |
| 实验 III-38 | 水溶液中 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$ 、 $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Cr}^{3+}$ 、<br>$\text{Zn}^{2+}$ 等离子的分离和检出 | (218) |
| 实验 III-39 | 未知液的分析(四)                                                                                                                                            | (223) |
| 实验 III-40 | 固体试样的分析                                                                                                                                              | (226) |
| 实验 III-41 | 纸上色层分析                                                                                                                                               | (229) |
| 实验 III-42 | 草酸亚铁的制备及化学式的测定                                                                                                                                       | (232) |
| 实验 III-43 | 三草酸合铁(III)酸钾的制备及酸根阴离子<br>电荷数的测定                                                                                                                      | (234) |
| 实验 III-44 | 铬(III)和草酸根( $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ )三种配合物的制备<br>及性质                                                                                             | (237) |
| 实验 III-45 | 含铬(VI)废液的处理                                                                                                                                          | (240) |

## IV 附录和附表

|      |                |       |
|------|----------------|-------|
| IV-1 | 水溶液中常见离子的分离和检出 | (242) |
| IV-2 | 试液和特殊试剂        | (278) |



|          |                               |       |
|----------|-------------------------------|-------|
| N-3      | 普通化学实验室常用数据表 .....            | (281) |
| 表 N-3.1  | 不同温度下水的饱和蒸气压 .....            | (281) |
| 表 N-3.2  | 常见无机化合物在水中的溶解度 .....          | (282) |
| 表 N-3.3  | 气体在水中的溶解度 .....               | (285) |
| 表 N-3.4  | 普通有机溶剂的性质 .....               | (286) |
| 表 N-3.5  | 实验室常用酸、碱的浓度 .....             | (286) |
| 表 N-3.6  | 实验室常用酸、碱指示剂 .....             | (287) |
| 表 N-3.7  | 弱酸电离常数(25℃) .....             | (287) |
| 表 N-3.8  | 难溶化合物的溶度积常数 $K_{sp}$ (室温) ... | (288) |
| 表 N-3.9a | 标准电极电势(25℃,在酸性溶液中) .....      | (290) |
| 表 N-3.9b | 标准电极电势(25℃,在碱性溶液中) .....      | (292) |
| 表 N-3.10 | 配离子稳定常数 $K_{稳}$ (室温) .....    | (294) |

# 绪 论

## (一) 普通化学实验的目的和要求

普通化学实验是大学化学系一年级学生的必修课。普通化学实验课的主要目的是使学生正确掌握化学实验的基本方法和基本技能,学会正确记录实验数据和现象,培养学生严肃认真、实事求是的科学态度和良好的实验作风;巩固和加深对所学理论知识的理解,并运用所学理论知识对实验现象进行分析、推理和联想;学习科学的思维方法。为此,本课程有如下基本要求:

### 1. 实验预习

实验前要充分预习,明确实验目的和要求,了解实验内容、方法和基本原理,做到心中有数。在预习的基础上写出预习报告,其内容主要包括:扼要写出实验目的、步骤;详细地设计一个原始数据和实验现象的记录表。

预习的好坏对实验效果及实验顺利与否影响很大。因此,对未预习的学生,必须首先预习,尔后经教师同意,方能进行实验。

### 2. 实验记录

要备有专用记录本(可与预习报告用同一个本子)。实验中要仔细观察、如实记录实验现象。实验记录要准确、整齐、清楚,不得用铅笔记录。所有数据记录要表格化,字迹清楚,不得随意涂改数据,如某个数据确有错误,可用笔轻轻圈去,并简单注明理由,便于检查。

### 3. 实验报告

每次实验完成后,要求写出实验报告。实验报告要求文字清楚整齐,语言简单明确。报告的内容包括:实验目的和原理、实验装置示意图、实验内容、原始数据和现象记录、对实验现象和结果的分析 and 解释、有关反应方程式、数据处理和作图以及对所做实验的小

结、改进意见等。

## (二) 实验规则

(1) 实验前应认真预习,明确实验的目的要求,了解实验的基本原理、方法和步骤。

(2) 实验过程中要正确操作、仔细观察、认真记录和深入思考。要保持实验室的安静。

(3) 严格遵守实验室的各种制度。注意安全,爱护仪器,节约药品,节约水、电,保持实验室的整洁。

(4) 尊重教师的指导。

(5) 实验完毕后,应把仪器和药品整理好并把实验桌及地面打扫干净。

(6) 根据原始记录,联系理论知识,认真地处理数据,分析问题,写出实验报告,按时交给教师。

## (三) 化学实验安全守则

在进行化学实验时,经常要用到各种仪器、药品和水、电、煤气。因此,重视安全操作,熟悉有关的安全知识是非常必要的。

注意安全是集体的事情。如果发生了事故不仅损害个人的健康,还要危及周围的人们,并使国家的财产受到损失,影响工作的正常进行。因此首先需要从思想上重视安全工作,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以及本实验中的安全注意事项。在实验过程中,应集中注意力,认真小心地进行操作和观察现象,并应严格遵守操作规程。

### 1. 化学实验室安全守则

(1) 必须熟悉实验室及其周围的环境和水门、煤气门、电闸的位置。

(2) 用完煤气后,或遇临时中断煤气供应时,应立即把煤气门关闭。如漏煤气,应停止实验,进行检查。

(3) 使用电器时,要谨防触电,不要用湿的手和物接触电插头。实验后,应将电器的电源切断。

(4) 严禁在实验室内饮食。

(5) 实验完毕后,应把实验桌整理干净,把手洗净,检查水门和煤气门是否关严。值日生和最后离开实验室的工作人员都应负责检查一遍,并把水和煤气的总门关闭,拉开电闸。

## 2. 易燃的和具有腐蚀性的药品及毒品的使用规则

(1) 绝对不允许把各种化学药品任意混合,以免发生意外事故。

(2) 氢与空气的混合气体遇火要发生爆炸,因此产生氢气的装置要远离明火。点燃氢气前,必须先检查氢气的纯度。进行产生大量氢气的实验时,应把废气通至室外,并要注意室内的通风。

(3) 浓酸和浓碱具有强腐蚀性,不要把它们洒在皮肤或衣物上。稀释浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$  时,切记必须把酸注入水中,而不可把水注入酸中。废酸应倒入酸缸中,但不要往酸缸中倾倒碱液,以免因酸碱中和放出大量的热而发生危险。

(4) 强氧化剂(如氯酸钾)和某些还原剂混合后(如氯酸钾与红磷、碳、硫等的混合物)易发生爆炸,使用这些药品时,应注意安全。

(5) 银氨溶液放久后会变成氮化银而引起爆炸,因此用剩的银氨溶液必须酸化后回收。

(6) 活泼金属钾、钠等不要与水接触或暴露在空气中,应将它们保存在煤油中,并用镊子取用。

(7) 白磷有剧毒,并能灼伤皮肤,切勿让它与人体接触。白磷在空气中易自燃,应保存在水内,并在水下进行切割,在取用时,也要用镊子。

(8) 使用易燃的有机溶剂(如乙醇、乙醚、苯、丙酮等)时,一定要远离明火。用后要把瓶塞塞严,放在阴凉的地方保存。

(9) 下列实验应在通风橱内进行:

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

- 进行能产生氟化氢的反应时。

- 加热或蒸发盐酸、硝酸、硫酸时。

(10) 可溶性汞盐、铬的化合物、氰化物、砷盐、铋盐、镉盐和钡盐都有毒,不得进入口内或接触伤口,其废液也不能倒入下水道,应统一回收并处理。

(11) 汞易挥发,它在人体内会积累起来,引起慢性中毒。因此,不要把汞洒落在桌上或地上,因为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。如遇洒落时,必须尽可能地把汞收集起来,并用硫磺粉盖在洒落的地方,以便使汞转变为硫化汞。

### 3. 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,撒些消炎粉并包扎。如被玻璃碎片扎伤,应先挑出伤口里的玻璃碎片再包扎。

(2) 烫伤 在伤口上抹烫伤药(如獾油或万花油),用浓高锰酸钾溶液润湿伤口至皮肤变为棕色。

(3) 受酸腐蚀 先用大量水冲洗,再用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水洗,最后再用水冲洗。

(4) 受碱腐蚀 先用大量水冲洗,再用醋酸溶液( $0.3 \text{ mol/L}$ )洗,最后再用水冲洗。如果碱溅入眼中,可用硼酸溶液洗,再用水洗。

(5) 受溴腐蚀 用苯或甘油洗,再用水洗。

(6) 受白磷灼伤 用1%硝酸银溶液、1%硫酸铜溶液或浓高锰酸钾溶液洗后,进行包扎。

(7) 吸入氯气、溴蒸气、碘蒸气等刺激性气体 可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气,然后到户外呼吸新鲜空气。

(8) **毒物进入口内** 把 5~10 mL 稀硫酸铜溶液( $\approx 5\%$ )加入一杯温水中,内服之,然后用手指伸入喉部,促使呕吐,再送医院治疗。

#### 4. 灭火常识

(1) **起火原因** 一般起火的原因有 4 种:

- 可燃的固态药品或液态药品因接触火焰或处在较高的温度下而燃烧。
- 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)。
- 化学反应(如金属钠与水的反应)引起的燃烧和爆炸。
- 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)。

(2) **灭火** 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,不要慌乱,一般应立即采取以下措施:

- 为防止火势扩展应立即关闭煤气门和停止加热;停止通风以减少空气(氧气)的流通;拉开电闸切断电源以免引燃电线;把易燃、易爆的物质移至远处。
- 迅速扑灭火焰,一般的小火可用湿布、石棉布或沙土覆盖在着火的物体上(实验室都应备有沙箱和石棉布,放在固定的地方);火势大时要用灭火器灭火。常用的灭火器及其使用如下表(第 6 页)所示。

常用灭火器的类型及适用范围

| 灭火器类型                   | 药液成分                                                             | 适用范围                                                                                           |
|-------------------------|------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 酸碱式<br>泡沫灭火器<br>二氧化碳灭火器 | $H_2SO_4$ 和 $NaHCO_3$<br>$Al_2(SO_4)_3$ 和 $NaHCO_3$<br>液态 $CO_2$ | 非油类和电器<br>油类<br>电器设备、小范围油类及忌水的化学物品                                                             |
| 四氯化碳灭火器                 | 液态 $CCl_4$                                                       | 电器设备、小范围的汽油、因 $CCl_4$ 和钾、钠等发生剧烈反应,会强烈分解,甚至爆炸。电石、 $CS_2$ 的失火也不能使用它,因为 $CCl_4$ 会与它们相互作用产生光气一类的毒气 |
| 干粉灭火器                   | 主要成分是 $NaHCO_3$ 等<br>盐类物质与适量的润滑剂<br>和防潮剂                         | 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                                                               |
| 1211 灭火器                | $CF_2ClBr$ 液化气                                                   | 特别适用于油类、有机溶剂、精密仪器、高压电器设备                                                                       |

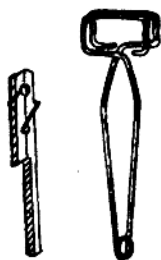
# I 实验基本操作

## I-1 实验常用基本仪器



图 I-1.1 普通化学实验常用仪器

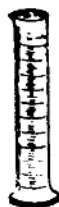




试管夹



试管



量筒



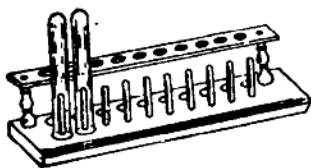
离心管



滴管



点滴板



试管架



石棉网

图 I -1.2 普通化学实验常用仪器