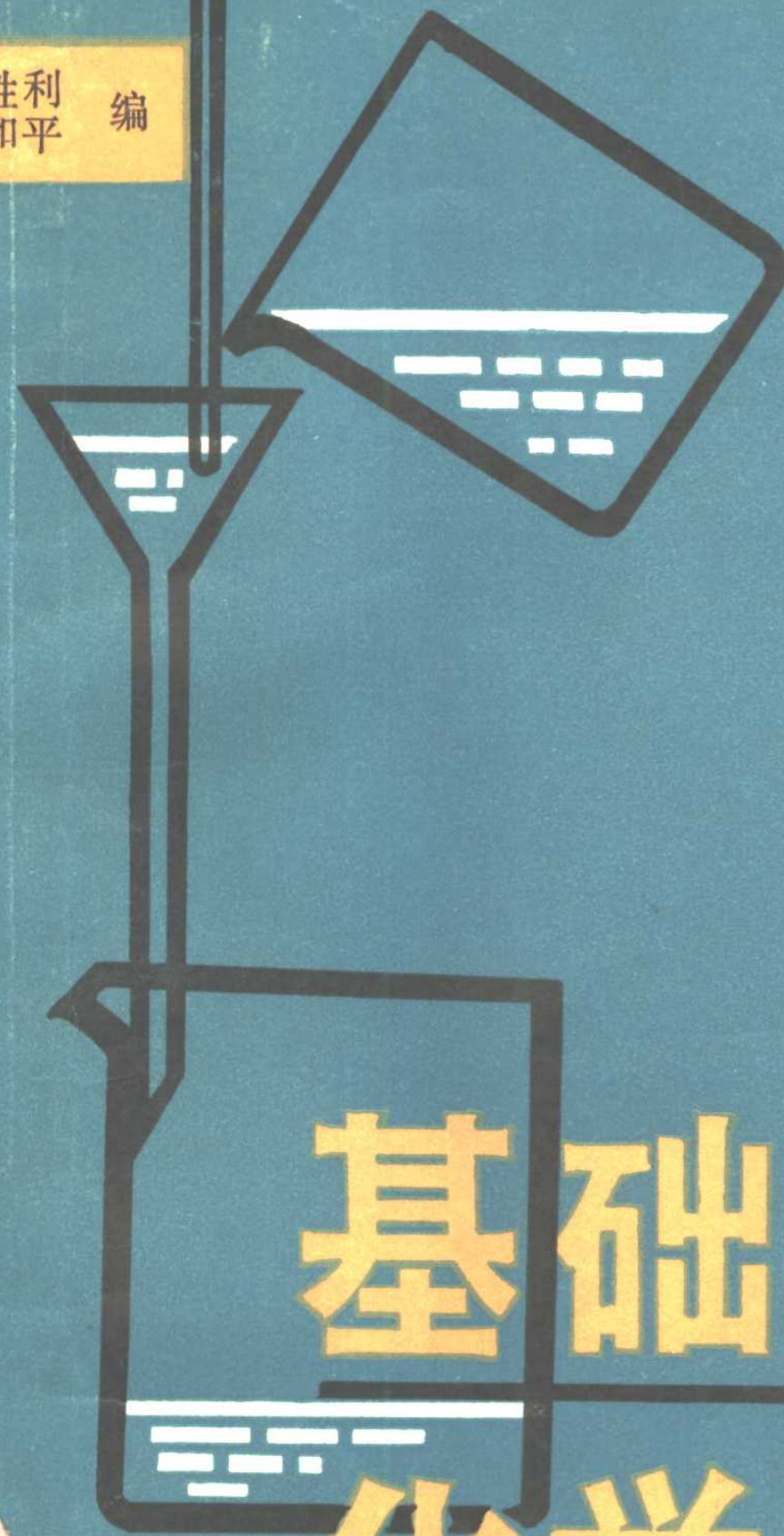


高胜利
郭和平

编

A stylized black line drawing on a teal background depicts a chemistry experiment. A beaker at the top right is tilted, pouring liquid into a funnel. The funnel is connected to a vertical tube that leads into a larger beaker at the bottom. Both the beakers contain liquid, represented by horizontal white lines. The title '基础无机化学实验' is printed in large, bold, yellow characters across the middle of the image, with the text partially overlaid by the beaker and tube lines.

基础无机 化学实验

陕西科学技术出版社

基础无机化学实验

高胜利 郭和平 编

陕西科学技术出版社

基础无机化学实验

高胜利 郭和平 编

陕西科学技术出版社出版

(西安北大街 131 号)

陕西省新华书店发行 西安新华印刷厂印刷

开本 787×1092 1/32 印张 13 插页 1 字数 285,000

1982 年 8 月第 1 版 1982 年 9 月第 1 次印刷

印数 1—3,500

统一书号: 7202·53 定价: 1.35 元

前 言

无机化学实验，对于加强无机化学基本理论、无机化合物性质和反应性能的理解，熟悉无机化合物的一般分离和制备方法，掌握无机化学的基本实验方法和基本操作技能，培养学生严谨的科学态度、分析问题和解决问题的能力具有重要的作用。

本书是根据教育部《无机化学实验》教学大纲的要求，以及多年使用统编教材《无机化学实验》（中山大学、辽宁大学等院校编）的过程中，在不断总结经验的基础上编写的，其中引用了有关书籍的资料。

本书除保留了原统编教材的大部分实验内容和特点外，我们做了以下工作：

一、增加了一些基本操作介绍，着重是实验中要用到的操作和已在实验室中增添的仪器、设备，并注意在实验中突出基本操作的反复训练。

二、注意了实验课的独立性及其与《无机化学》课程的关系，突出有关基础理论、无机制备方面的实验，以增强实验的广度和深度。具体是：

1、明确实验目的，讲明实验原理，写出必要的反应式，结合实验内容提出课后问题。

2、侧重于制备实验，尽量对产物进行一些项目的分析，要求学生建立“质”和“量”的概念。

3、元素部分的实验，突出常见元素，删繁就简，尽量对常见离子加以鉴定。

4、增添了部分新实验。

5、对一些实验的条件进行了摸索、改进。

三、增加了一些常用附表，并以R. G. Weast的《Hand-book of Chemistry and Physics》第58版为准，进行了校正，与其不符的表或数据写有出处。

四、对实验的题目、实验的平行方法、实验中可能存在的一些问题，以“注解”的形式加以介绍和讨论，可作为实验辅导材料。

本书的主要对象是综合性大学和高等师范院校化学系一年级的学生，其它各类院校也可参考选用。实验内容可根据具体情况进行取舍。

本书初稿写成后，由陈运生教授，刘翊纶、陈佩珩、姜相武副教授进行审校、修改，并将书名定为《基础无机化学实验》。

由于时间紧迫，水平有限，书中的缺点和错误在所难免，恳请读者批评指正。

编 者

一九八一年十二月于西北大学

目 录

实验规则	(1)
化学实验室安全守则	(2)
实验室常用仪器介绍	(7)
实验报告	(14)
实验基本操作	(19)
一、常用仪器的洗涤和干燥	(19)
二、加热、灼烧、干燥	(23)
三、搅拌	(37)
四、致冷	(40)
五、玻工操作和塞子钻孔	(42)
六、称量	(51)
七、液体体积的量度	(61)
八、化学药品的取用	(69)
九、气体的发生、净化、干燥和收集	(73)
十、无机制备中常用的基本操作	(77)
十一、焰色试验和熔珠试验	(86)
十二、实验室用水	(88)
化学计算中的有效数字	(96)
化学手册简介	(100)
实验一 常用仪器的认洗	(102)
实验二 玻工操作及塞子钻孔	(103)

实验三	称量练习·····	(107)
实验四	测定锌-铝合金的组成·····	(108)
实验五	固体密度的测定·····	(112)
实验六	气体密度法测定二氧化碳的分子量·····	(114)
实验七	氯化钠的提纯·····	(118)
实验八	阿佛加德罗常数的测定·····	(124)
实验九	硫酸铜的制备与提纯·····	(128)
实验十	硫酸亚铁铵的制备·····	(133)
实验十一	凝固点降低法测定葡萄糖的分子量·····	(136)
实验十二	化学反应热的测定·····	(140)
实验十三	中和滴定·····	(146)
实验十四	化学反应速度与活化能的测定·····	(152)
实验十五	醋酸电离度和电离常数的测定·····	(161)
实验十六	电离平衡和盐类水解·····	(165)
实验十七	碘酸铜溶度积的测定·····	(171)
实验十八	氯化铅溶度积的测定·····	(176)
实验十九	络合物的生成与性质·····	(180)
实验二十	测定 $I_3^- \rightleftharpoons I_2 + I^-$ 体系的平衡常数·····	(186)
实验二十一	氧化还原与电化学·····	(190)
实验二十二	碱金属和碱土金属·····	(196)
实验二十三	卤素·····	(208)
实验二十四	硫的化合物·····	(215)
实验二十五	非水溶剂重结晶法提纯硫化钠·····	(221)
实验二十六	氮和磷·····	(227)
实验二十七	磷酸一钠盐和磷酸二钠盐的制备·····	(235)
实验二十八	砷、锑、铋·····	(239)

实验二十九	焦磷酸钾的制备和无氰镀铜	(244)
实验三十	碳、硅、硼	(249)
实验三十一	胶体溶液	(256)
实验三十二	锡、铅	(261)
实验三十三	四氯化锡的制备	(268)
实验三十四	铜、银、锌、镉、汞	(272)
实验三十五	离子交换法分离锌和镉	(281)
实验三十六	铬、锰	(285)
实验三十七	由铬铁矿制取重铬酸钾	(291)
实验三十八	由软锰矿制取高锰酸钾	(296)
实验三十九	铁、钴、镍	(301)
实验四十	磺基水杨酸与 Fe^{3+} 络合物的组成及 稳定常数的测定	(306)
实验四十一	钛、钒、钼、钨	(312)
实验四十二	由黑钨矿制取三氧化钨	(318)
实验四十三	由三氧化钨制备金属钨粉	(323)
实验四十四	三氯化六氨合钴(Ⅱ)的制备及 组成的测定	(326)
实验四十五	从铈钠复盐中分离铈及混合稀土 氧化物的制备	(331)
实验四十六	常见阳离子的分离与鉴定	(334)
实验四十七	常见阴离子的分离与鉴定	(341)
实验四十八	荧光纯硫酸锌溶液的提纯	(345)
附录一	酸度计的使用说明	(352)
附录二	光电比色分析仪器	(356)
附录三	显微镜	(365)

附录四	气压计的使用方法·····	(366)
附录五	溶度积常数·····	(368)
附录六	若干重要无机化合物的溶解度·····	(371)
附录七	络离子的不稳定常数·····	(377)
附录八	弱碱的电离常数·····	(378)
附录九	弱酸的电离常数·····	(379)
附录十	标准电极电位·····	(380)
附录十一	一些无机酸碱水溶液的比重和 百分浓度·····	(387)
附录十二	若干特殊试剂的配制·····	(396)
附录十三	几种常用试纸的制备·····	(402)
附录十四	干燥气体的物质·····	(403)
附录十五	几种常用 pH 指示剂及其溶液的配制·····	(404)
附录十六	常用干燥剂的一般性能·····	(405)
附录十七	在不同温度下饱和水蒸气的压力·····	(406)
附录十八	对数表·····	(407)
元素周期表		

实验规则

一、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，熟悉实验的方法和步骤。

二、实验中要保持肃静，讨论或询问问题时要低声。要仔细观察，如实作好记录。认真思考问题。

三、实验中要经常保持台面、地面、架面、仪器和试剂瓶等的整洁，做到有条不紊。

四、实验中的废液（如酸等）要倒入废液桶，废固（如火柴梗、pH试纸、滤纸等）放在烧杯中，待实验完后倒入垃圾箱。上述物质严禁倒入水槽，以防水槽腐蚀和堵塞。

五、实验中要爱护各种设备、仪器，节约水、电、药品。

六、实验中作有毒、有腐蚀性气体产生的实验，要在通风橱内进行。

七、实验中仪器损坏者，应填好仪器损坏单，经指导教师填注意见、签名后方能向实验员换取。

八、遵守操作规程，听从教师指导，重视安全。未经教师允许，不得将化学药品带出实验室。

九、实验完毕，由值日生负责整理药品、打扫卫生。

十、实验完毕，根据原始记录，仔细处理数据，认真写出实验报告，交教师批阅。

化学实验室安全守则

在进行化学实验时，会经常使用水、电、煤气和各种仪器、药品。因此，重视安全操作，熟悉一般的安全知识是非常必要的。

实验安全是极为重要的。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，影响实验的正常进行。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。

一、实验室的一般安全守则

- 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，或临时中断煤气供应时，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销，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，应把实验台整理干净，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。

二、剧毒、易爆、易燃和具有 腐蚀性药品的使用规则

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、氢气与空气的混合物遇火要发生爆炸，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。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、高氯酸）及其混合物（氯酸钾与红磷、碳、硫等的混合物），不能研磨，否则易发生爆炸。

5、银氨溶液放久后会变成叠氮化银而引起爆炸，因此用剩的银氨溶液，应及时处理，并注意回收。

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。取用时，应在水下进行切割，用镊子夹取。

8、有机溶剂（乙醇、乙醚、苯、丙酮等）易燃，使用时，一定要远离明火。用后要把瓶塞塞严，放在阴凉的地方，最好放入沙箱内。

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、升汞和氰化物有剧毒，砷盐和钡盐毒性也很大，都不得进入口内或接触伤口。

11、汞易挥发，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面。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，以便把汞转变为硫化汞。

三、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。如果酸溅入眼内也用此法，只是碳酸氢钠溶液改用1%的浓度，禁用稀氨水。

4、受碱腐蚀：先用大量水冲洗，再用醋酸（20克/升）洗，最后用水冲洗。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、吸入刺激性气体：可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气，然后到室外呼吸新鲜空气。

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，然后用手指伸入喉部，促使呕吐，再送医院治疗。

四、灭火常识

一般起火的原因有四种：

(1)可燃的固态药品（如纤维制品）或液态药品（如乙醚）因接触明火或因处于高温下而燃烧；

(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，不要慌乱，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）的流通；

(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

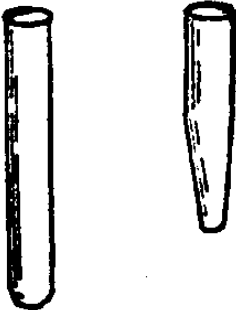
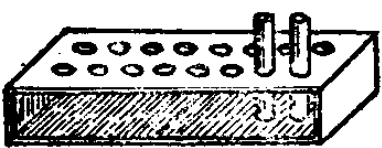
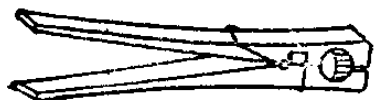
(1) 把沙土或石棉布覆盖在着火的物体上 (实验室都应备有沙箱和石棉布, 放在固定的地方)。

(2) 用泡沫灭火器喷射起火处, 泡沫就把燃烧的物体包住, 使火焰熄灭。

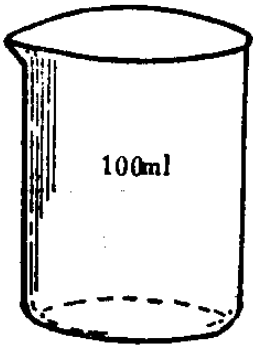
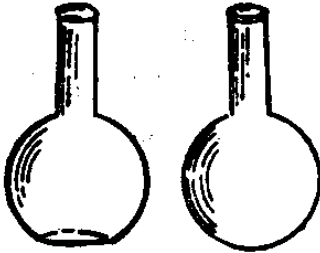
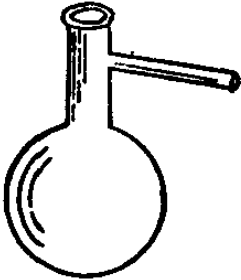
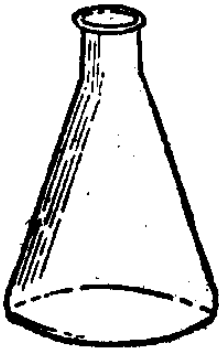
(3) 由电器设备引起的火灾, 要用四氯化碳灭火器和二氧化碳灭火器来扑灭, 这时比水重的四氯化碳和二氧化碳气体使燃烧物体与空气隔绝而把火扑灭。当然, 这两种灭火器也适用于扑灭其它火灾。

水能和某些化学药品 (如金属钠) 发生剧烈反应, 因而会引起更大的火灾。在这种情况下, 应该用沙土来灭火。

实验室常用仪器介绍

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 试管 离心试管  试管架	试管多以15(直径)× 150 (长度)等表示之。试管分硬质试管、软质试管;普通试管、离心试管。 试管架有木质和铝质的。	用作少量试剂的反应容器,便于操作和观察。 离心试管用于分析中的沉淀分离。 放试管用。	可直接用火加热。硬质试管可以加热至高温。 加热后不能骤冷,特别是软质试管更易破裂。
 试管夹	由木头或钢丝制成。	加热试管时夹试管用。	防止烧损或锈蚀。
 毛 刷	以大小、用途表示。如试管刷、滴定管刷。	洗刷玻璃仪器。	小心刷子顶端的铁丝撞破玻璃仪器。

续表 1

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 烧 杯	以容积 (毫升)大 小表示。 外形有 不同。	用作反 应物量较多 时的反应容 器。反应物 易混合均匀。	加热时,应放置 在石棉网上,使受 热均匀。
 平底烧瓶 圆底烧瓶	以容积 (毫升)表 示大小。	反应物 多、且需要 长时间加热 时,常用它 作反应容 器。	同 上
 蒸馏烧瓶	同 上	用于液 体蒸馏,也 可作制备某 些气体的容 器。	同 上
 锥形瓶	同 上	反应容 器。振荡很 方便,适用 于滴定操 作。	同 上