

高等学校试用教材

无机化学实验

中山大学、辽宁大学等校编

人 民 教 育 出 版 社



高等学校试用教材

无机化学实验

中山大学、辽宁大学等校编

人民教育出版社

高等学校试用教材

无机化学实验

中山大学、辽宁大学等校编

人民教育出版社

新华书店北京发行所发行

北京新华印刷厂印装

1978年5月第1版 1978年9月第1次印刷

书号 13012·0138 定价 0.52 元

编 者 的 话

无机化学实验的主要任务是通过实验教学,加深对无机化学中基本理论、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,掌握基础无机化学的基本实验方法和操作技能,培养学生严谨的科学态度、分析问题与解决问题的能力。

根据教育部理科教材会议关于编写教材的指导思想,在编写《无机化学实验》试用教材过程中,我们回顾了建国二十八年来无机化学实验教学中的实践经验,注意到国外这方面的发展动向,结合我国社会主义建设和发展文化科学事业的需要,在教材中加强了基础理论、无机制备方面的实验和基本操作的训练。在部分制备实验中对产物进行了限量分析或定量分析,要求学生建立“质”和“量”的观念。另外,在教材中增添了诸如使用酸度计和分光光度计等仪器的实验内容,并要求学生掌握正确的操作方法。对于元素及其化合物的性质的验证实验,则删繁就简,力求突出它们的主要化学性质。

本教材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,其他院校也可参考选用。教材中所安排的实验总数和某些实验的内容,超过了无机化学实验课程所规定的学时,各院校在使用时可根据具体情况进行取舍。

本试用教材是由中山大学、辽宁大学、北京大学、南开大学、吉林大学、南京大学、山东大学、西北大学、山西大学、北京师范大学、上海师范大学等十一所学校参加,通过制订大纲,分工协作编写而成,并由中山大学、辽宁大学负责主编工作。在编写过程中还进行

了互相复核。根据审稿会议的决定,推荐中山大学张晋丰、古胜良、辽宁大学吕云阳、吉林大学杜尧国、南开大学姚凤仪等五位同志组成统稿小组修改定稿。

由于时间紧迫和水平有限,书中的缺点和错误在所难免,欢迎各院校师生批评指正。

《无机化学实验》教材编写组

1978年3月于广州

目 录

编者的话	1	的测定	65
实验规则	1	实验六 硫酸铜的制备	68
无机化学实验室安全守则	2	实验七 硫酸亚铁铵的制 备	71
无机化学实验常用仪器介绍	5	实验八 非水溶剂重结晶 法提纯硫化钠	73
无机化学实验基本操作	12	实验九 化学反应速度	75
一、常用仪器的洗涤和干 燥	12	实验十 强酸强碱的中和 滴定	79
二、加热的方法	14	实验十一 醋酸电离度和电 离常数的测定	82
三、玻璃操作和塞子钻孔	20	实验十二 电离平衡和盐类 水解	84
四、称量	24	实验十三 碘酸铜溶度积的 测定	87
五、液体体积的度量	33	实验十四 碱金属	90
六、化学药品的取用	40	实验十五 碱土金属	93
七、气体的发生、净化、干 燥和收集	43	实验十六 氯化钠的提纯	96
八、无机制备中常用的基 本操作	46	实验十七 从碳酸氢铵和氯 化钠制备碳酸钠	98
实验一 玻璃棒、滴管的制 作和洗瓶的装配	52	实验十八 氧化还原与电化 学	102
实验二 固体密度的测定	55	实验十九 卤素	105
实验三 置换法测定镁的 当量	57	实验二十 氢、氧、过氧化氢	110
实验四 分子量的测定	60	实验二十一 硫的化合物	113
一、气体密度法测定二氧 化碳的分子量	60	实验二十二 氮和磷	116
二、杜马法测定四氯化碳 的分子量	62	实验二十三 磷酸一、二钠	
实验五 阿佛加德罗常数			

	盐的制备	120
实验二十四	焦磷酸钾的制备和无氰镀铜	122
实验二十五	砷、锑、铋	126
实验二十六	碳和硅	130
实验二十七	胶体溶液	133
实验二十八	锡和铅	136
实验二十九	四氯化锡的制备	140
实验三十	硼和铝	142
实验三十一	硝酸铝的制备	145
实验三十二	络合物的生成和性质	148
实验三十三	银氨络离子配位数的测定	150
实验三十四	磺基水杨酸铜络合物的组成及稳定常数的测定	153
实验三十五	铜、银、锌、镉、汞	157
实验三十六	离子交换法分离锌和镉	162
实验三十七	由钛铁矿提取二氧化钛	166
实验三十八	钒、铬、钼、钨	169

实验三十九	由铬铁矿制取重铬酸钾	172
实验四十	由白钨矿制取三氧化钨	175
实验四十一	由三氧化钨制备金属钨粉	177
实验四十二	锰	179
实验四十三	铁、钴、镍	181
实验四十四	三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备及组成的测定	185
附录一	25 型酸度计使用说明	188
附录二	72 型分光光度计使用说明	192
附录三	标准电极电位	196
附录四	若干重要无机化合物的溶解度	201
附录五	实验室常用酸、碱的浓度	206
附录六	一些酸和氨在水中的电离常数	207
附录七	溶度积常数	208
附录八	络离子的不稳定常数	210
附录九	不同温度下的饱和水蒸气压	211
附录十	原子量表	213
附录十一	四位对数表	215

实 验 规 则

一、实验前应认真预习,明确目的要求,弄清操作步骤、方法和基本原理。作好计划,做到心中有数。

二、实验过程中要听从教师的指导。要保持安静。要正确操作,细致观察、认真记录和周密思考。特别要注意安全、整洁和节约,养成良好的习惯。

三、实验完毕,立即把仪器洗刷干净,并整理好药品和实验台。根据原始记录,按规定的不同格式,简明地写出报告,准时交给教师。

无机化学实验室安全守则

化学药品中,有很多是易燃、易爆、易腐蚀性和有毒性的。所以在化学实验室中工作,首先必须在思想上十分重视安全问题,决不能麻痹大意。其次,在实验前应充分了解本实验中的安全注意事项,在实验过程中则集中注意力,并严格遵守操作规程,才能避免事故的发生。假如由于各种原因而发生事故,应立即紧急处置(措施见后)。实验室的安全守则如下:

一、水、电、煤气一经使用完毕就立即关闭。

二、实验室内严禁饮食、吸烟。实验完毕,必须洗净双手。

三、绝对不允许任意混合各种化学药品,以免发生意外事故。

四、钾、钠和白磷等暴露在空气中易燃烧。所以钾、钠应保存在煤油中,白磷则可保存在水中。取用它们时要用镊子。一些有机溶剂(如乙醚、乙醇、丙酮、苯等)极易引燃,使用时必须远离明火,用毕立即盖紧瓶塞。

五、不纯的氢气遇火易爆炸,操作时必须严禁接近烟火。在点燃前,必须先检验并确保纯度。银氨溶液不能保存,因久置后也易爆炸。某些强氧化剂(如氯酸钾、硝酸钾、高锰酸钾等)或其混合物不能研磨,否则将引起爆炸。

六、浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿使其溅在皮肤或衣服上,眼睛更应注意。稀释它们时(特别是浓硫酸),应将它们慢慢倒入水中,而不能相反进行,以避免迸溅。

七、能产生有刺激性或有毒气体的实验必须在通风橱内进行。

八、有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化

合物、特别是氰化物)不得进入口内或接触伤口。剩余的废液也不能随便倒入下水道。

九、金属汞易挥发,它通过人的呼吸而进入体内,逐渐积累会引起慢性中毒。所以不能把汞洒落在桌上或地上。一旦洒落,必须尽可能收集起来,并用硫磺粉盖在洒落的地方,使汞转变成不挥发的硫化汞。

十、实验室所有药品不得携出室外。用剩的有毒药品应交还给教师。

实验过程中,如发生安全事故,可采取如下救护措施:

一、玻璃管割伤:伤口内若有玻璃碎片,须先挑出,然后抹上红药水并包扎。

二、烫伤:切勿用水冲洗。在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液,烫伤膏或万花油(广州生产)均可。

三、酸(或碱)溅入眼内:立刻先用大量水冲洗,然后相应地用饱和碳酸氢钠溶液或硼酸溶液冲洗,最后再用水冲洗。

四、吸入刺激性或有毒气体:吸入氯、氯化氢气体时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气使之解毒。吸入硫化氢气体而感到不适时,立即到室外呼吸新鲜空气。

五、毒物进入口内:把5—10毫升稀硫酸铜溶液加入一杯温水中,内服后,用手指伸入咽喉部,促使呕吐,然后立即送医院。

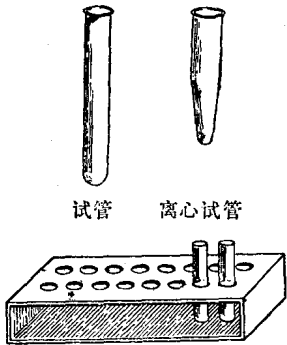
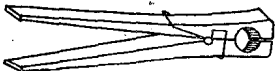
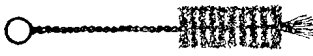
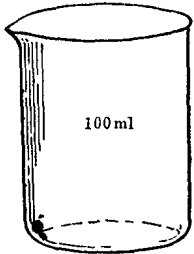
六、触电:首先切断电源,然后在必要时进行人工呼吸。

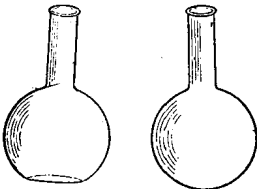
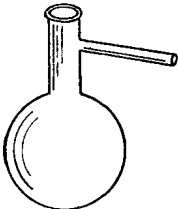
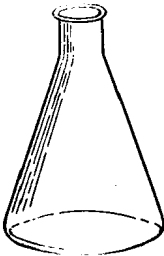
七、起火:起火后,要立即一面灭火,一面防止火势扩展(如采取切断电源,移走易燃药品等措施)。灭火的方法要根据起因选用合适的方法。一般的小火可用湿布、石棉布或砂子复盖燃烧物,即可灭火。火势大时可使用泡沫灭火器。但电器设备所引起的火灾,只能使用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火,不能使用泡沫灭火

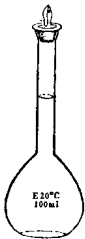
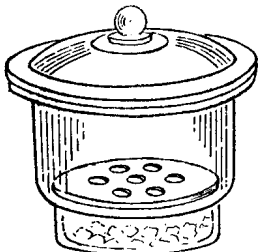
器,以免触电。实验人员衣服着火时,切勿惊慌乱跑,赶快脱下衣服,或用石棉布复盖着火处。(就地卧倒打滚,也可起到灭火的作用)

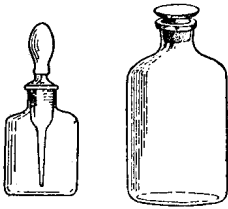
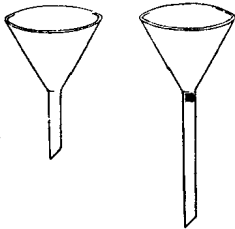
八、伤势较重者,立即送医院。

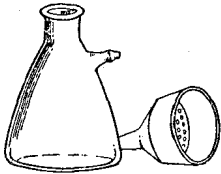
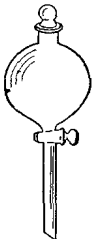
无机化学实验常用仪器介绍

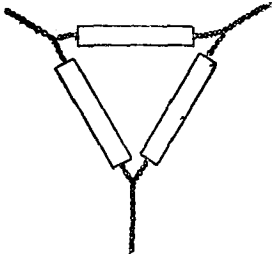
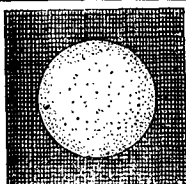
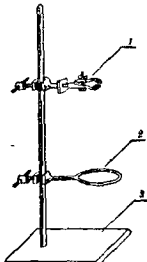
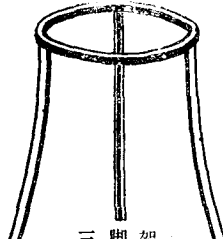
仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 试 管 离心试管 试 管 架	试管多数以容积(毫升)表示之。 试管分硬质试管、软质试管；普通试管，离心试管。 试管架有木质和铝质的。	用作少量试剂的反应容器，便于操作和观察。 离心试管还可用于定性分析中的沉淀分离。 试管架放试管用。	可直接用火加热。硬质试管可以加热至高温。 加热后不能骤冷，特别是软质试管更易破裂。
 试 管 夹	由木头或钢丝制成。	加热试管时夹试管用。	防止烧损或锈蚀。
 毛 刷	以大小和用途表示。如试管刷、滴定管刷等。	洗刷玻璃仪器。	小心刷子顶端的铁丝撞破玻璃仪器。
 烧 杯	以容积(毫升)大小表示。 外形有不同。	用作反应物量较多时的反应容器。反应物易混合均匀。	加热时应放置在石棉网上，使受热均匀。

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 平底烧瓶 圆底烧瓶	以容积(毫升)表示大小。	反应物多,且需长时间加热时,常用它作反应容器。	同 上
 蒸馏烧瓶	同 上	用于液体蒸馏,也可用于少量气体的发生。	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
 量 筒	以所能量度的最大容积(毫升)表示。	用于量度一定体积的液体。	不能加热。不用作反应容器。量度体积时以液面的弯月形最低点为准。

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 容量瓶	以刻度以下的容积(毫升)大小表示。	配制一定体积的溶液时用。配制时液面应恰在刻度上。	不能加热。瓶塞是配套的,不要打碎,不能互换。
 称量瓶	以外径(毫米)×高(毫米)表示。 分“扁形”和“高形”两种。	要求准确称取一定量的固体时用。	不能直接用火加热。盖子和瓶子是配套的,不能互换。
 干燥器	以外径(毫米)大小表示。 分普通干燥器和真空干燥器。	内放干燥剂,可保持样品或产物的干燥。	防止盖子滑动打碎。红热的东西待稍冷后才能放入。
 药 勺	由牛角、瓷或塑料制成。现多数是塑料的。	拿取固体药品用。药勺两端各有一个勺,一大一小。根据用药量大小分别选用。	取用一种药品后,必须洗净,并用滤纸屑擦干后,才能取用另一种药品。

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 滴 瓶 细 口 瓶  广 口 瓶	以容积(毫升)大小表示。	广口瓶用于盛放固体药品。滴瓶、细口瓶用于盛放液体药品。不带磨口塞子的广口瓶可用作集气瓶。	不能直接用火加热。瓶塞不要互换。不能盛放碱液,以免腐蚀塞子。
 表 面 皿	以口径(毫米)大小表示。	盖在烧杯上,防止液体迸溅或其他用途。	不能用火直接加热。
 漏 斗 长 颈 漏 斗	以口径(毫米)大小表示。	用于过滤等操作。长颈漏斗特别适用于定量分析中的过滤操作。	不能用火直接加热。

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 吸滤瓶 布氏漏斗	布氏漏斗为瓷质，以容量(毫升)或口径大小表示。吸滤瓶以容积大小表示。	两者配套使用于无机制备中晶体或沉淀的减压过滤。利用水泵或真空泵降低吸滤瓶中压力时将加速过滤。	滤纸要略小于漏斗的内径，才能贴紧。先开水泵，后过滤。过滤完毕后，先分开水泵与吸滤瓶的连结处，后关水泵。
 分液漏斗	以容积大小和形状(球形，梨形)表示。	用于互不相溶的液-液分离。也可用于少量气体发生器装置中加液。	不能用火直接加热。漏斗塞子不能互换。活塞处不能漏液。
 蒸发皿	以口径或容积大小表示。 有用瓷、石英、铂来制作的。	蒸发液体用。随液体性质之不同可选用不同质的蒸发皿。	能耐高温，但不宜骤冷。蒸发溶液时，一般放在石棉网上加热。
 坩 埚	以容积大小表示。 有用瓷、石英、铁、镍或铂来制作的。	灼烧固体用。随固体性质之不同可选用不同质的坩埚。	可直接用火灼烧至高温。热的坩埚不要放在桌上。稍冷后，移入干燥器中存放。

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 泥三角	由铁丝弯成, 套有瓷管。有大, 小之分。	灼烧坩埚时放置坩埚用。	
 石 棉 网	由铁丝编成, 中间涂有石棉。有大, 小之分。	石棉是一种不良导体, 它能使受热物体均匀受热, 不致造成局部高温。	不能与水接触, 以免石棉脱落或铁丝锈蚀。
 1. 铁夹 2. 铁环 3. 铁架		用于固定或放置反应容器。铁环还可以代替漏斗板使用。	
 三 脚 架	铁制品, 有大小、高低之分, 比较牢固。	放置较大或较重的加热容器。	