

高等学校教材

无机化学实验

(1981年修订本)

中山大学等校编



高等教育出版社



高等学校教材

无机化学实验

(1981年修订本)

中山大学等校 编

高等教育出版社

高等学校教材
无机化学实验

(1981年修订本)

中山大学等校编

*

高等教育出版社出版
新华书店北京发行所发行
辽宁省建平县印刷厂印装

*

开本787×1092 1/16 印张12.5 插页1 字数280,000
1978年5月第1版 1981年12月第2版 1983年8月第1次印刷
印数 00,001—14,000
书号 13010·0826 定价 1.05 元

《修订本》说明

一九七八年出版的高校试用教材《无机化学实验》(中山大学、辽宁大学等十一所学校编)一书,在几年的试用过程中,收到的效果总的来说是好的。但是由于当时的历史条件,特别是时间比较紧迫,试用教材在内容方面还存在着某些遗漏,有些地方欠准确甚至有误。一九八〇年在长春召开的理科化学教材编审委员会,委托中山大学根据新制订的《无机化学实验教学大纲》的要求以及在各兄弟院校试用过程中所积累经验的基础上,对试用教材进行修订。

根据上述原则,我们对试用教材的实验逐个复核,并进行了分析和研究,删去了“固体密度的测定”和“硝酸铝的制备”等五个实验,增添了“镁和盐酸反应热的测定”和“ $I_3^- \rightleftharpoons I_2 + I^-$ 体系平衡常数的测定”等十二个实验,其余实验也都作了不同程度的修改和补充。一九八一年六月在广州召开了审稿会,由理科化学教材编审委员会无机化学教材编审小组的代表,部属综合性大学和高等师范院校的代表,以及试用教材主编单位之一的辽宁大学的代表参加,对《修订本》初稿进行了认真审查,提出修改意见。根据代表们的意见,我们对每个实验内容再次修正最后定稿。

新增添的实验主要包括一些物理化学数据的测定和简单的无机制备两方面的内容。前者是为了配合目前无机化学教学的需要,后者则是为了加强元素及其化合物性质方面的实验。通过这两方面的实验,对于学生的基本操作训练也有所加强。根据《无机化学实验教学大纲》的规定,无机化学实验共148学时,但在《修订本》中却包括了五十个实验,数量比较多了一些。这主要是考虑到各兄弟院校的具体情况不尽相同,采用本教材时有较多的选择余地。

参加《修订本》修订工作的有张晋丰、郭桃先、陈美延、林有的、马蕃、郑带娣、庞乃章以及古胜良等同志。书中大部分插图是由北京化工学校制图教研组的同志重新绘制。在这次修订过程中,北京大学化学系普通化学教研室的严宣申同志以及其他兄弟院校的许多同志给我们提出了许多宝贵意见,在此一并致谢。由于我们的水平有限,缺点和错误在所难免,希望读者批评指正。

中山大学化学系无机化学教研室

一九八一年九月

目 录

<p>《修订本》说明.....1</p> <p>怎样进行无机化学实验.....1</p> <p>无机化学实验中的安全操作和 事故处理.....2</p> <p>无机化学实验常用仪器介绍.....4</p> <p>无机化学实验基本操作.....10</p> <p>一、常用仪器的洗涤和干燥.....10</p> <p>二、加热的方法.....11</p> <p>三、玻璃操作和塞子钻孔.....15</p> <p>四、称量.....18</p> <p>五、液体体积的度量.....22</p> <p>六、化学药品的取用.....27</p> <p>七、气体的发生、净化、干燥和收集.....29</p> <p>八、结晶和固液分离.....30</p> <p>九、普通温度计、石蕊试纸和 pH 试 纸的使用.....33</p> <p>误差概念 有效数字 作图.....35</p> <p>实验一 玻璃管(棒)和滴管的制作 洗瓶的安装.....39</p> <p>实验二 硫酸亚铁铵的制备.....41</p> <p>实验三 由废铜屑制备硫酸铜.....43</p> <p>实验四 氯化钠的提纯.....45</p> <p>实验五 分析天平的使用.....47</p> <p>实验六 硫酸铜结晶水的测定.....48</p> <p>实验七 置换法测定金属的当量.....50</p> <p>实验八 气体密度法测定二氧化碳 的分子量.....52</p> <p>实验九 凝固点下降法测定硫的分 子量.....54</p> <p>实验十 阿伏加德罗常数的测定.....57</p> <p>实验十一 硝酸钾溶解度与温度的关系.....59</p> <p>实验十二 胶体溶液.....61</p> <p>实验十三 化学反应速度和速度常 数的测定.....65</p>	<p>实验十四 强酸强碱的中和滴定.....68</p> <p>实验十五 $I_3^- \rightleftharpoons I_2 + I^-$ 体系平衡 常数的测定.....71</p> <p>实验十六 醋酸电离常数和电离度的 测定.....74</p> <p>实验十七 电离平衡和沉淀反应.....76</p> <p>实验十八 碘酸铜溶度积的测定.....80</p> <p>实验十九 镁和盐酸反应热的测定.....83</p> <p>实验二十 氧化还原反应和电化学.....86</p> <p>实验二十一 碱金属和碱土金属.....90</p> <p>实验二十二 卤素.....94</p> <p>实验二十三 氢、氧、过氧化氢.....98</p> <p>实验二十四 硫及其化合物.....101</p> <p>实验二十五 氮和磷.....104</p> <p>实验二十六 磷酸一氢钠、磷酸二氢钠 和焦磷酸钠的制备.....107</p> <p>实验二十七 碳、硅和硼.....109</p> <p>实验二十八 铍和铝.....112</p> <p>实验二十九 硫酸铝的制备.....114</p> <p>实验三十 锡和铅.....116</p> <p>实验三十一 四氯化锡的制备.....119</p> <p>实验三十二 砷、锑和铋.....121</p> <p>实验三十三 络合物的生成和性质.....124</p> <p>实验三十四 银氨络离子配位数的测定.....127</p> <p>实验三十五 磺基水杨酸铜络合物组成 和稳定常数的测定.....129</p> <p>实验三十六 铜、银、锌、镉、汞.....132</p> <p>实验三十七 从铜镉渣回收金属镉.....135</p> <p>实验三十八 钛、钒、钼和钨.....137</p> <p>实验三十九 从钛铁矿提取二氧化钛.....140</p> <p>实验四十 四氯化钛的制备.....142</p> <p>实验四十一 从白钨矿制取三氧化钨.....144</p> <p>实验四十二 由黑钨矿制取三氧化钨.....146</p>
---	---

实验四十三	氢还原法制备钨粉.....	149	附录一	雷磁 25 型酸度计使用说明.....	167
实验四十四	铬和锰.....	151	附录二	72型分光光度计使用说明.....	170
实验四十五	由铬铁矿制取重铬酸钾.....	154	附录三	福廷式气压计的使用说明.....	172
实验四十六	由软锰矿制取高锰酸钾.....	156	附录四	不同温度下若干常见无机化 合物的溶解度(克/100克水).....	174
实验四十七	铁、钴、镍.....	158	附录五	溶度积常数.....	181
实验四十八	三草酸根络铁(III)酸钾 的制备.....	161	附录六	一些酸和碱在水溶液中的电 离常数(约 0.1—0.01N).....	183
实验四十九	三草酸络铁(III)酸根离 子的电荷测定(离子交换 法).....	162	附录七	某些络离子的不稳定常数.....	184
实验五十	三氯化六氨合钴(III)的 合成和组成测定.....	164	附录八	标准电极电势(25°C).....	187
	* * *		附录九	不同温度下的饱和水蒸气压.....	192
			附录十	四位对数表.....	193
				元素周期表(书末插页)	

怎样进行无机化学实验

一、实验前应认真预习,明确目的要求,弄清有关基本原理、操作步骤和方法以及安全注意事项。做到心中有数,有计划地进行实验。

二、严守纪律,保持肃静,集中精神,操作规范,细致观察,周密思考,科学分析,并认真记录。

三、听从教师指导,严守安全守则。

四、爱护国家财产,小心使用仪器和设备,节约药品、水、电和煤气。

五、注意实验室的整洁卫生,废纸、火柴梗、碎玻璃以及各种废液等应放入废物缸或其他规定的回收容器内,养成良好的习惯。

六、实验结束后,随即将仪器洗刷干净并放回原处。整理好药品,擦干净实验台面,清理水槽和周围地面,最后检查煤气开关和自来水开关是否关紧,电源是否切断。得到指导教师允许,方能离开实验室。

七、根据原始记录,严肃认真地写出实验报告,准时交给指导教师。

无机化学实验中的安全操作和事故处理

化学药品中,有很多是易燃、易爆、有腐蚀性和有毒性的。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)。

一、安全守则

1. 一切易燃、易爆物质的操作都要在离火较远的地方进行,并严格按照操作规程操作。
2. 有毒、有刺激性的气体的操作都要在通风橱内进行。有时需要借助于嗅觉判别少量的气体时,决不能将鼻子直接对着瓶口或管口,而应当用手将少量气体轻轻扇向自己的鼻孔。
3. 加热、浓缩液体的操作要十分小心,不能俯视加热的液体,加热的试管口更不能对着自己和别人。浓缩溶液时,特别是有晶体出现之后,要不停地搅拌,更不能离开工作岗位。尽可能戴上保护眼镜。
4. 绝对禁止在实验室内饮、食、抽烟。有毒的药品(如铬盐、钡盐、铅盐,砷的化合物,汞及汞的化合物,氰化物等)严格防止进入口内或接触伤口。剩余的废液也决不许倒入下水道,可回收后集中处理。
5. 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,使用时,不要溅在皮肤或衣服上,更应注意保护眼睛。稀释时(特别是浓硫酸),应在不断搅动下将它们慢慢倒入水中,而不能相反进行,以避免迸溅。
6. 使用的玻璃管或玻璃棒切割后马上将断口烧熔保持园滑,玻璃碎片要放在回收容器内,决不能丢在地面或桌面上。
7. 水、电、煤气使用完毕立即关闭。
8. 每次实验结束后,应将手洗净才可离开实验室。

二、意外事故的紧急处理

实验过程中,如发生意外事故,可采取如下救护措施:

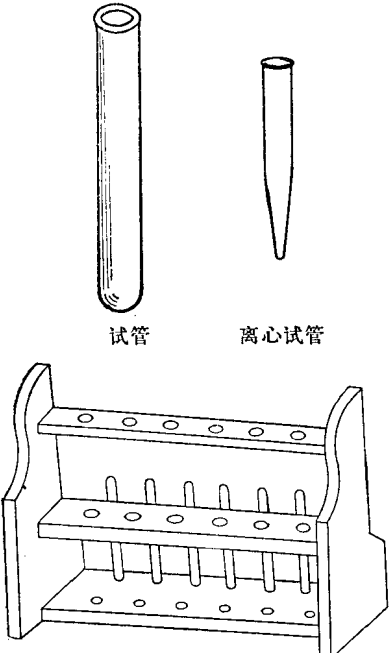
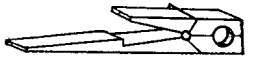
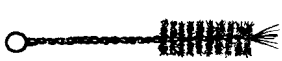
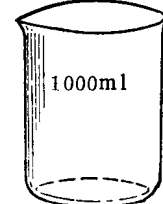
1. 玻璃割伤: 伤口内若有玻璃碎片,须先挑出,然后涂上红药水并包扎。
2. 烫伤: 切勿用水冲洗。在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液,烫伤膏或万花油(广州制造)均可。
3. 酸(或碱)溅入眼内: 立刻先用大量水冲洗,然后用饱和碳酸氢钠溶液(或硼酸溶液)冲洗,最后再用水冲洗。
4. 吸入刺激性或有毒气体,如吸入氯、氯化氢气体时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气使之解毒。吸入硫化氢气体而感到不适时,立即到室外呼吸新鲜空气。
5. 毒物进入口内: 把5—10毫升稀硫酸铜溶液加入一杯温水中,内服后,用手指伸入咽喉

部,促使呕吐,然后立即送往医院治疗。


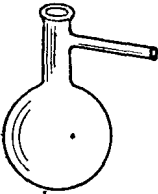
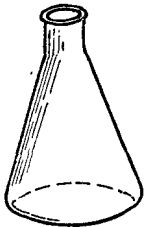

6. 触电: 立刻切断电源。在必要时进行人工呼吸。

7. 起火: 起火后,要立即灭火,采取措施防止火势扩展(如切断电源,移走易燃药品等)。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)。

无机化学实验常用仪器介绍

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 <p style="text-align: center;">试管 离心试管</p> <p style="text-align: center;">试 管 架</p>	<p>分硬质试管, 软质试管; 普通试管, 离心试管。普通试管以管口外径×长度(mm)表示。如: 25×150; 10×15 等。离心试管以毫升数表示。试管架有木质、铝质的。</p>	<p>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。</p>	<p>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。离心试管只能用水浴加热。</p>
 <p style="text-align: center;">试管夹</p>	由木料或粗钢丝制成。	加热试管时夹试管用。	防止烧损或锈蚀。
 <p style="text-align: center;">毛 刷</p>	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。
 <p style="text-align: center;">烧 杯</p>	以容积(毫升)大小表示。外形有高、低之分。	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。

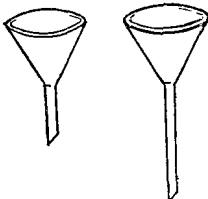
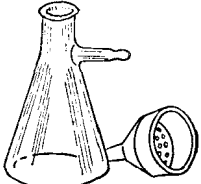



续表

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 <p>圆底烧瓶</p>	<p>以容积(毫升)表示。</p>	<p>反应物多,且需长时间加热时,常用它作反应容器。</p>	<p>同上</p>
 <p>蒸馏烧瓶</p>	<p>同上</p>	<p>用于液体蒸馏,也可用于少量气体的发生。</p>	<p>同上</p>
 <p>锥形烧瓶</p>	<p>同上</p>	<p>反应容器。振荡很方便,适用于滴定操作。</p>	<p>同上</p>
 <p>量筒</p>	<p>以所能量度的最大容积(毫升)表示。</p>	<p>用于量度一定体积的液体。</p>	<p>不能加热。不能用作反应容器。</p>

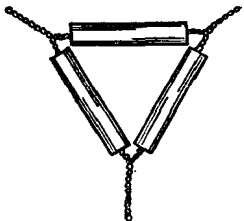
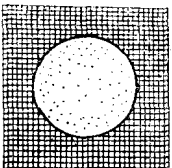
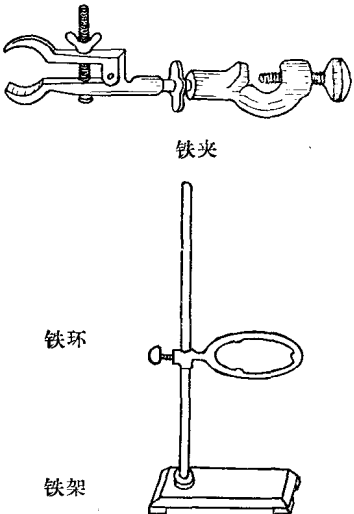
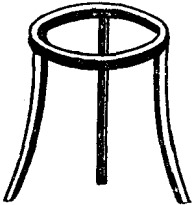
续表

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 <p>E20°C 100ml</p> <p>容量瓶</p>	以刻度以下的容积(毫升)大小表示。	配制准确浓度的溶液时用。配制时液面应恰在刻度上。	不能加热。磨口瓶塞是配套的,不能互换,不要打碎。
 <p>称量瓶</p>	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。
 <p>干燥器</p>	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。	防止盖子滑动而打碎。红热的物品待稍冷后才能放入。 未完全冷却前要每隔一定时间开一开盖子,以调节器内的气压。
 <p>药 勺</p>	由牛角、瓷或塑料制成。现多数是塑料制品。	拿取固体药品用。药勺两端各有一个勺,一大一小,根据取用药量多少选用。	不能用以取灼热的药品。
 <p>滴瓶 细口瓶 广口瓶</p>	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作集气瓶。	不能直接用火加热。瓶塞不要互换。如盛放碱液时,要用橡皮塞,不能用磨口瓶塞以免时间长了,玻璃磨口瓶塞被腐蚀粘牢。
 <p>表面皿</p>	以口径(毫米)大小表示。	盖在烧杯上,防止液体溅或其他用途。	不能用火直接加热。

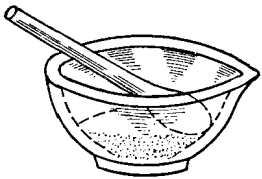


续表

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 <p>漏斗 长颈漏斗</p>	<p>以口径(毫米)大小表示。</p>	<p>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。</p>	<p>不能用火直接加热。</p>
 <p>吸滤瓶和布氏漏斗</p>	<p>布氏漏斗为瓷质，以容量(毫升)或口径(厘米)大小表示。吸滤瓶以容积大小表示。</p>	<p>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以加速过滤。</p>	
 <p>分液漏斗</p>	<p>以容积(毫升)大小和形状(球形,梨形)表示。</p>	<p>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。</p>	<p>不能用火直接加热。磨口的漏斗塞子不能互换。活栓处不能漏液。</p>
 <p>蒸发皿</p>	<p>以口径(厘米)或容积(毫升)大小表示。有瓷、石英、铂等不同质地。</p>	<p>蒸发液体用。随液体性质不同可选用不同质的蒸发皿。</p>	<p>能耐高温，但不宜骤冷。蒸发溶液时，一般放在石棉网上加热。也可直接火加热。</p>
 <p>坩 埚</p>	<p>以容积(毫升)大小表示。 有瓷、石英、铁、镍或铂等不同质地。</p>	<p>灼烧固体用。随固体性质之不同可选用不同质的坩埚。</p>	<p>可直接用火灼烧至高温。灼热的坩埚不要直接放在桌上(可放在石棉网上)。</p>

续表

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 <p style="text-align: center;">泥三角</p>	<p>由铁丝弯成，套有瓷管。有大、小之分。</p>	<p>灼烧坩埚时放置坩埚用。</p>	
 <p style="text-align: center;">石棉网</p>	<p>由铁丝编成，中间涂有石棉。有大、小之分。</p>	<p>加热时，垫上石棉网能使受热物体均匀受热，不致造成局部过热。</p>	<p>不能与水接触，以免石棉脱落或铁丝锈蚀。</p>
 <p style="text-align: center;">铁夹</p> <p style="text-align: center;">铁环</p> <p style="text-align: center;">铁架</p>		<p>用于固定或放置反应容器。铁环还可以代替漏斗架使用。</p>	
 <p style="text-align: center;">三脚架</p>	<p>铁制品，有大小高低之分，比较牢固。</p>	<p>放置较大或较重的加热容器。</p>	

续表

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 <p>研钵</p>	以口径大小表示。 有用瓷、玻璃、玛瑙或铁来制作的。	用于研磨固体物质。 按固体的性质和硬度选用不同的研钵。	不能用火直接加热。
 <p>燃烧匙</p>	铁制品或铜制品。	检验物质可燃性用。	
 <p>水浴锅</p>	铜或铝制品。	用于间接加热。也用于控温实验。	

无机化学实验基本操作

一、常用仪器的洗涤和干燥

1. 仪器的洗涤

化学实验室经常使用各种玻璃仪器,而这些仪器是否干净,常常影响到实验结果的准确性,所以应该保证所使用的仪器是很干净的。“干净”两字的含义比我们日常生活中所说干净程度要求要高,它主要是指“不含妨碍实验准确性的杂质”的意思。

洗涤玻璃仪器的方法很多,应根据实验的要求,污物的性质和沾污的程度来选用。一般说来,附着在仪器上的污物既有可溶性物质,也有尘土和其它不溶性物质,还有油污和有机物质。针对这种情况,可以分别采用下列洗涤方法:

(1) 用水刷洗 这种方法既可以使可溶物溶去,也可以使附着在仪器上的尘土和不溶物质脱落下来。但往往不能洗去油污和有机物质。

(2) 用去污粉,肥皂或合成洗涤剂洗 肥皂和合成洗涤剂的去垢原理已众所周知,不必重述。去污粉是由碳酸钠、白土、细沙等混合而成。使用时,首先把要洗的仪器用水湿润(水不能多),洒入少许去污粉,然后用毛刷擦洗。碳酸钠是一种碱性物质,具有强的去油污能力,而细沙的磨擦作用以及白土的吸附作用则增强了仪器清洗的效果。待仪器的内外器壁都经过仔细的擦洗后,用自来水冲去仪器内外的去污粉,要冲洗到没有微细的白色颗粒状粉末留下为止。最后,用蒸馏水冲洗仪器内壁三次,把由自来水中带来的钙、镁、铁、氯等离子洗去,每次的蒸馏水用量要少一些,注意节约。这样洗出来的仪器的器壁就干净了,把仪器倒置时就会观察到仪器内壁上的水可以完全流尽而没有水珠附着在器壁上。

(3) 用铬酸洗液洗 这种洗液的配制方法有好多种,例如将5克固体重铬酸钾溶于100毫升工业浓硫酸中就可得到这种洗液。它具有很强的氧化性,对有机物和油污的去污能力特别强。在进行精确的定量实验时,往往遇到一些口小、管细的仪器,很难用上述的方法洗涤,这时就可用铬酸洗液来洗。

往仪器内加入少量洗液。使仪器倾斜并慢慢转动,让仪器内壁全部为洗液湿润。再转动仪器,使洗液在仪器内壁流动,洗液流动几圈后,把洗液倒回原瓶内。然后用自来水把仪器壁上残留的洗液洗去。最后用蒸馏水洗三次。

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。但要注意安全,不要让热洗液溅出,以免灼伤皮肤。

能用别的洗涤方法洗干净的仪器,就不要用铬酸洗液洗,因为它具有毒性,流入下水道后对环境有严重污染。

洗液的吸水性很强。应该随时把装洗液的瓶子盖严,以防吸水,降低去污能力。洗液反复使

用直到出现绿色(重铬酸钾还原成硫酸铬的颜色),就失去了去污能力,不能继续使用。

(4) 特殊物质的去除 应该根据沾在器壁上的各种物质的性质,采用适当的方法或药品来处理它。例如沾在器壁上的二氧化锰用浓盐酸来处理时,就很容易除去。

凡是已洗净的仪器,决不能再用布或纸去擦拭。否则,至少布或纸的纤维将会留在器壁上反而沾污仪器。

2. 仪器的干燥

(1) 加热烘干 洗净的仪器可以放在电烘箱(控制在 105°C 左右)内烘干。应先尽量把水倒干,然后放进去烘(图 1)。一些常用的烧杯、蒸发皿等可置于石棉网上用小火烤干(容器外壁的水珠应先揩干)。试管则可以直接用火烤干,但必须先使试管口向下倾斜,以免水珠倒流炸裂试管(图 2)。火焰也不要集中在一个部位,应从底部开始,缓慢向下移至管口,如此反复烘烤到不见水珠后,再将管口朝上,把水汽烘赶干净。

(2) 晾干和吹干 不急等用的仪器在洗净后就可以放置于干燥处,任其自然晾干。

带有刻度的计量仪器,不能用加热的方法进行干燥,因为它会影响仪器的精密度。我们可以加一些易挥发的有机溶剂(最常用的是酒精或酒精与丙酮体积比为 1:1 的混合液)到已洗净的仪器中去,倾斜并转动仪器,使器壁上的水与有机溶剂互相溶解,然后倒出。少量残留在仪器中的混合液,很快挥发而干燥。假如利用吹风筒或压缩空气往仪器中吹风,那就干得更快。

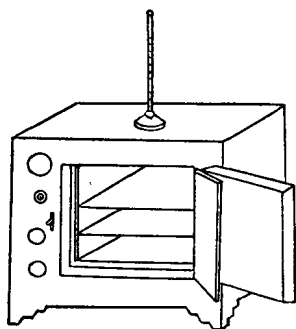


图 1 电烘箱

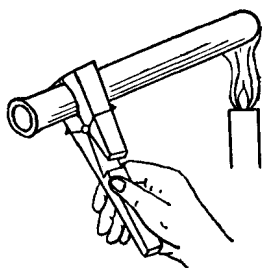


图 2 烤干试管

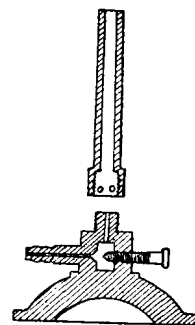


图 3 煤气灯的构造

二、加热的方法

1. 加热用的装置

(1) 煤气灯 煤气灯是化学实验室最常用的加热器具,使用十分方便。它的样式虽多,但构造原理是相同的。它由灯管和灯座所组成(图 3)。灯管的下部有螺旋,与灯座相连,灯管下部还有几个圆孔,为空气的入口。旋转灯管,即可完全关闭或不同程度地开启圆孔,以调节空气的进入量。灯座的侧面有煤气的入口,可接上橡皮管把煤气导入灯内。灯座下面(或侧面)有一螺旋形针阀,用以调节煤气的进入量。

当灯管圆孔完全关闭时,点燃进入煤气灯的煤气,此时的火焰呈黄色(系碳粒发光所产生的颜色),煤气的燃烧不完全,火焰温度并不高。逐渐加大空气的进入量,煤气的燃烧就逐渐完全,并且火焰分为三层(图 4):