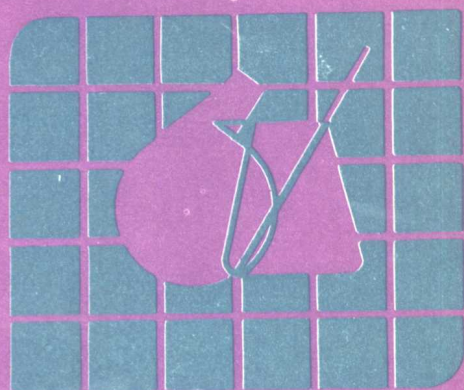


INORGANIC CHEMISTRY Experiment

无机化学实验

张伯南
马德宪 编著
齐秀珍



1-33

东北工学院出版社

无机化学实验

张伯南 马德宪 齐秀珍 编著

东北工学院出版社

内 容 简 介

本书是为选矿、钢铁冶金、有色冶炼、冶金物化、材料等专业的本科生而编写的。包括 25 个实验和 15 个检查性实验, 涉及定量实验、性质实验和制备提纯实验等三方面内容。有些实验是根据专业教学的需要自行设计的, 力图做到既加深化学基础理论、基本知识的理解, 又加强实验技能的训练。为了加强学生独立实验和综合分析问题的能力, 在性质实验后又安排了自拟实验。本书对实验操作技术及仪器使用叙述详细, 便于学生自学。

本书是工科院校非化工类各专业无机化学课程的实验教材, 也可供业大、电大、函大学生使用。

无 机 化 学 实 验

张伯南 马德宪 齐秀珍 编著

东北工学院出版社出版
(沈阳 南湖)

辽宁省新华书店发行
东北工学院印刷厂印刷

787×1092 1/16

印张: 10.5 字数: 252 千字

1988 年 4 月第 1 版

1988 年 4 月第 1 次印刷

印数 1~3 000 册

责任编辑: 朱玉媛

责任校对: 刘淑芳

ISBN 7-81006-057-9/O·5

定 价: 2.18 元

前 言

无机化学实验是大学一年级无机化学课的重要组成部分，其内容大致可分为三类：与基础理论相联系的定量实验；有关基础理论和元素及其化合物基本性质的性质实验；单质和化合物的制备和提纯实验。

定量实验的目的是巩固和加深对无机化学基础理论的理解，熟悉一些较精密仪器如电光天平、pH 计、分光光度计、电位差计等的使用方法，掌握准确称量、配制准确浓度溶液、处理实验数据、绘图等科学实验的基本操作和基本技能。这些实验对学生严格要求是很必要的，每个实验都应有良好的效果。实验质量是严格要求的客观标准。多年来我们对这些实验逐个地进行了反复的研究、改进和实践，取得了较好的实验效果，能达到对学生严格要求的目的。

性质实验的目的是通过实践使学生对电离、氧化还原、配合物等几部分理论能较全面地深入理解，并熟悉一些元素及其化合物重要性质的感性知识，以便灵活掌握这些理论和知识。由于元素及其化合物内容繁多，只选择了部分重要金属及其主要化合物进行实验。根据我们的体会，只有学生能应用学过的知识不断地思考和解决具体问题，才能培养出学生分析问题和解决问题的能力，因此我们在每个性质实验后面都安排了自拟实验。

制备和提纯实验的主要目的是熟悉溶解、过滤、蒸发、结晶、减压过滤、灼烧、萃取、气体净化等基本化学操作和有关仪器的使用。这部分内容主要是我们根据工厂和研究所参观实习获得的资料结合无机化学实验课的需要，自己设计编写的，内容偏重于金属和金属化合物。

实验教材中写原理部分是必要的，它能使学生在实验前对实验内容达到基本理解，有利于实验的顺利进行。在性质实验原理中涉及许多化学反应方程式，只给出反应物和产物，中间用箭头表示，而没写成等式，以培养学生书写化学方程式的能力。每个实验中都有检查题，它能督促学生作好实验准备工作。在检查题中还安排了许多与实验内容相结合的计算题以培养学生的化学计算能力。

在 25 个实验后面给出了 15 个检查性实验。以帮助学生巩固已学的知识和实验技能，检查学生独立完成实验的能力，教师可根据学生对检查性实验完成的情况给予评定。这个评定也可作为学生实验课考核的成绩。

本书可能有不妥当甚至错误的地方，希望使用的同志给予批评和指正，使我们能在改进中前进。

编 著 者

1987 年 3 月

目 录

前 言

对学生实验课的要求	(1)
有效数字与计算规则	(2)
一 氯化钠的提纯	(5)
二 天平和称量	(12)
〔实验一〕 差减法称量 NaCl	(15)
〔实验二〕 表面皿的称量	(15)
三 气体常数的测定	(17)
〔实验一〕 气体常数的测定	(18)
〔实验二〕 自拟实验	(19)
四 溶液的配制	(21)
〔实验一〕 配制 $0.10\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{CuSO}_4$ 、 $0.05\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 、 0.10 $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{Na}_2\text{SO}_4$ 、 $0.05\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 溶液各50mL	(22)
〔实验二〕 配制 $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NaOH}$ 溶液 50mL	(22)
〔实验三〕 配制 $1.0\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液 50mL	(22)
〔实验四〕 配制约 $0.1000\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 准确浓度的 NaCl 溶液 250mL	(23)
〔实验五〕 准确浓度溶液的稀释	(23)
五 凝固点下降测定相对分子质量	(27)
六 化学反应速度	(31)
〔实验一〕 H_2O_2 与 HI 反应速度 $v = k[\text{H}_2\text{O}_2]^x[\text{HI}]^y$ 中 x 和 y 值的测定	(32)
〔实验二〕 温度对化学反应速度的影响	(35)
七 化学反应焓变的测定	(37)
〔实验一〕 硫酸铜溶液与锌反应焓变的测定	(38)
〔实验二〕 金属铜的回收	(39)
八 pH 法测定 HAc 的电离常数	(41)
〔实验一〕 HAc 电离常数的测定	(42)
〔实验二〕 缓冲溶液	(44)
九 电导率法测定弱电解质的电离度和电离常数	(47)
〔实验一〕 HAc 溶液电离度的测定(25℃)	(48)
〔实验二〕 HCl 溶液电离度的测定(25℃)	(50)
十 电解质溶液	(53)
〔实验一〕 同离子效应	(55)

〔实验二〕	盐类的水解	(55)
〔实验三〕	沉淀的生成	(55)
〔实验四〕	沉淀的溶解	(56)
〔实验五〕	沉淀的转化	(56)
〔实验六〕	自拟实验	(56)
十一	离子交换法测定 CaSO_4 的溶解度	(59)
〔实验一〕	CaSO_4 溶解度的测定	(60)
〔实验二〕	CaSO_4 饱和溶液交换前后溶液中 Ca^{2+} 和 SO_4^{2-} 的检查	(62)
十二	氧化还原反应	(65)
〔实验一〕	氧化还原反应与电极电位	(67)
〔实验二〕	影响氧化还原反应方向的因素	(68)
〔实验三〕	影响氧化还原反应速度的因素	(68)
〔实验四〕	自拟实验	(69)
十三	电极电位	(71)
〔实验一〕	浓度对电极电位的影响	(72)
〔实验二〕	Ag_2CrO_4 溶度积的测定	(74)
十四	电解和电化学腐蚀	(78)
〔实验一〕	电解	(80)
〔实验二〕	金属的电化学腐蚀	(80)
〔实验三〕	金属保护	(82)
十五	配合物	(83)
〔实验一〕	复盐和配盐在水溶液中性质的比较	(84)
〔实验二〕	配合物的稳定性	(85)
〔实验三〕	配合反应与酸碱反应	(85)
〔实验四〕	配合反应与沉淀反应	(85)
〔实验五〕	配合反应与氧化还原反应	(86)
〔实验六〕	自拟实验	(86)
十六	磺基水杨酸与 Fe^{3+} 配合物的组成和稳定常数的测定 (分光光度法)	(89)
十七	磁化率的测定	(96)
十八	氧化铝的制备和性质	(103)
〔实验一〕	$\text{Al}(\text{OH})_3$ 和 Al_2O_3 的制备和性质	(104)
〔实验二〕	柱色谱	(105)
十九	锡、铅、锑、铋化合物的性质	(109)
〔实验一〕	Sn^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Sb^{3+} 、 Bi^{3+} 氢氧化物的酸碱性	(110)
〔实验二〕	锡、铅、锑、铋的硫化物及硫代酸盐	(110)
〔实验三〕	锡、铅、锑、铋化合物的氧化还原性	(110)

〔实验四〕	Pb^{2+} 的难溶盐	(111)
〔实验五〕	自拟实验	(111)
二十	铜、银、锌、镉、汞化合物的性质	(112)
〔实验一〕	Cu^{2+} 、 Ag^{+} 、 Zn^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Hg^{2+} 与 NaOH 溶液的反应	(115)
〔实验二〕	Cu^{2+} 、 Ag^{+} 、 Zn^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Hg^{2+} 与氨水的反应	(115)
〔实验三〕	Cu^{2+} 、 Ag^{+} 、 Zn^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Hg^{2+} 与 Na_2S 溶液的反应	(115)
〔实验四〕	Hg^{2+} 与 KI 溶液的反应	(115)
〔实验五〕	铜化合物价态的变化	(115)
〔实验六〕	汞化合物价态的变化	(116)
〔实验七〕	自拟实验	(116)
二十一	从钒渣中提取五氧化二钒(萃取法)	(117)
〔实验一〕	钒渣的焙烧和浸出	(119)
〔实验二〕	由 NaVO_3 浸出液制取 V_2O_5	(119)
〔实验三〕	V_2O_5 的性质	(120)
二十二	钛、铬、锰化合物的性质	(122)
〔实验一〕	+3 价铬化合物的性质	(124)
〔实验二〕	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 和 CrO_4^{2-} 的互变	(124)
〔实验三〕	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 的氧化性	(124)
〔实验四〕	Mn^{2+} 和 MnO_2 的性质	(125)
〔实验五〕	KMnO_4 在不同介质中的氧化性和 K_2MnO_4 的歧化反应	(125)
〔实验六〕	钛化合物的性质	(125)
〔实验七〕	自拟实验	(125)
二十三	铁、钴、镍化合物的性质	(127)
〔实验一〕	铁、钴、镍氢氧化物的性质	(129)
〔实验二〕	Fe^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Co^{2+} 、 Ni^{2+} 与氨水的反应	(129)
〔实验三〕	Fe^{3+} 、 Fe^{2+} 、 Co^{2+} 、 Ni^{2+} 的鉴定	(129)
〔实验四〕	Fe^{2+} 、 Co^{2+} 、 Ni^{2+} 硫化物的性质	(130)
〔实验五〕	Fe^{3+} 及 Fe^{2+} 的氧化还原反应	(130)
〔实验六〕	自拟实验——混合金属离子的分离与鉴定	(130)
二十四	萃取和离子交换法分离 Fe^{3+}、Co^{2+}、Ni^{2+} 混合溶液	(131)
〔实验一〕	萃取法分离 Fe^{3+} 、 Co^{2+} 、 Ni^{2+} 混合溶液中的 Fe^{3+}	(132)
〔实验二〕	离子交换法分离 CO^{2+} 和 Ni^{2+} 的混合溶液	(133)
二十五	草酸钴、氯化钴和金属钴粉的制备	(135)
〔实验一〕	草酸钴和氧化钴的制备	(136)
〔实验二〕	草酸钴焙烧热分解温度的测定和 H_2 还原法制取钴粉	(136)
	检查性实验	(141)
	一、气体摩尔体积的测定	(141)
	二、铝-锌合金中铝和锌重量百分比的测定	(141)

三、硫代硫酸钠与硫酸作用反应级数的测定	(141)
四、碘化钾与过二硫酸钾作用反应级数的测定	(142)
五、 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 电离常数的测定	(142)
六、 HNO_2 电离常数的测定	(143)
七、离子交换法测定难溶化合物的溶解度 (一)	(143)
八、离子交换法测定难溶化合物的溶解度 (二)	(143)
九、电位法测定难溶盐 Ag_2X 的溶度积	(144)
十、电位法测定难溶盐 Ag_2MoO_4 的溶度积	(144)
十一、化合物性质实验 (一)	(144)
十二、化合物性质实验 (二)	(145)
十三、化合物性质实验 (三)	(145)
十四、化合物性质实验 (四)	(146)
十五、化合物性质实验 (五)	(146)
附 表	(147)
1. 常用元素的相对原子质量	(147)
2. 常用酸碱溶液的浓度	(147)
3. 常用的一些酸碱指示剂	(148)
4. 常用酸碱在水溶液中的离解常数 (25°C)	(148)
5. 难溶化合物的溶度积 ($18\sim 25^\circ\text{C}$)	(149)
6. 标准电极电位 (25°C)	(151)
7. 常用配合物的稳定常数	(154)

对学生实验课的要求

一、预习

1. 认真阅读实验教材，对实验目的、原理、内容和方法应有基本理解。
2. 在实验记录本上写好检查题中所提问题的书面材料，实验课前交教师审查。
3. 准备好检查题中提出的问题的口头答案，以备教师在实验时提问。

二、实验

1. 按操作规程使用仪器设备，仔细观察现象，如实地记好实验记录。
2. 实验结果误差太大，要重做。
3. 爱护仪器设备，若损坏仪器设备要报告指导教师。
4. 节约水、煤气、电，并注意安全。
5. 实验过程中，要保持肃静，遵守纪律，听从教师和实验室技术人员的指导。
6. 实验完毕要做好仪器设备和实验台的整洁工作。

三、实验报告

每次实验后必须写实验报告，关于实验报告的写法提出下面参考意见：

1. 定量实验报告

- (1) 概括性地写出实验原理和操作。
- (2) 根据实验记录进行数据处理或绘图得出结果。
- (3) 写出结论并对结果和实验中的问题进行讨论。
- (4) 不准任意修改实验数据，必须用坐标纸绘图，图要清晰。

2. 性质实验报告

这类实验中的小实验较多，内容广而杂，应抓住中心问题将报告写得少而精。

- (1) 写出每个小实验的标题。因其通常可反映实验的中心问题。
- (2) 实验步骤要简明，只写必要的条件（如浓度和体积等），可用符号和表格等表示。
- (3) 实验现象要表达正确，也可用各种符号表示。
- (4) 写出化学反应方程式（必须配平）。
- (5) 简明地写出结论或解释。

这类实验报告没有统一的格式，为了简明可根据具体情况将上面(2)、(3)、(4)项内容有机地结合起来。

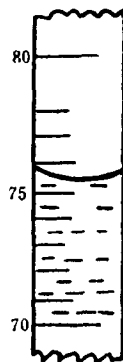
3. 制备和提纯实验的报告

- (1) 用流程图表示整个过程，每步过程用文字或符号标明实验条件和现象。
- (2) 给出每步有关的化学反应方程式。
- (3) 写出实验结果，必要时可对结果和实验中的问题进行讨论。

有效数字与计算规则

在科学实验中，为了得到准确的结果，不仅要选用适当的实验仪器测定各种量的数值，还要正确地记录和运算。究竟用多少位数字代表测量或运算结果，这是实验中一个很重要的问题。测量数据的确定主要决定于所用仪器的精密程度。数据取的位数过少，低于测量所能达到的精密度是错误的；取的位数过多，超过测量允许的范围也是错误的，它不仅不能代表真实情况，还会带来不必要的繁琐计算。实验所获得的数值不仅表示某个量的大小，还应反映测量这个量的准确程度。能够正确代表一个测量结果，具有一定位数的一组数字称为有效数字。

在化学实验中，常用 100 mL 量筒测量溶液的体积，它的壁上刻有 100 条刻线表示 100mL。如量一个溶液，它的弯月面是在 75~76mL 之间，由刻线直接读出的数字是 75，但在 75~76 之间又可用肉眼估计出一个 0.4 的数值，所以溶液的体积是 75.4mL。这个数字称为有效数字，也常说三位有效数字。75 是由量筒刻线直接读出的，我们习惯称它为可靠数字。而 0.4 是估计出来的，它可以较 0.4 多一些也可能少一些，这个数值是不太准的，我们习惯称它为可疑数字，所以有效数字是由可靠数字和一位可疑数字组成的。可疑数字能说明仪器测量的限度，在这个例子中说明用 100mL 量筒量取溶液只能准确到小数点后第一位。因此有效数字不仅代表测量的结果，同时也反映了测量的准确度，在这个测量中将 75.4mL 写成 75mL 或 75.42mL 都是错误的。



在定量化学实验中常用 50mL 滴定管量测溶液的体积，它除了有 0~50mL 代表多少毫升的大刻线外，还在每毫升间有划分十格的小刻线，所以它可量测溶液体积至小数点后第二位数值，如 24.13mL。这是一个四位有效数字，24.1 是可靠数字，而 0.03 是可疑数字。又如用万分之一天平称量物重时，可获得 12.7896g，是 6 位有效数字，12.789 是可靠数字而 0.0006 是可疑数字。这个测量的准确度可达到小数点后的第四位。

由此可见任何一次直接测量值都要记到仪器刻度的最小估计读数，即记到第一位可疑数字。

有效数字的位数可从下面几个数字来说明：

有效数字	75.4	0.0754	24.13	0.02413	5.080	5000
位数	三位	三位	四位	四位	四位	不确定

从上面这几个数可以看到：关于有效数字中数字零的问题。

若零在数字前面，其中的零数字都不是有效数字，它只表示小数点的位置，而与测量的精密度无关，但与测量所用的单位有关。如前面的例子中滴定管量得溶液体积为 24.13mL，若取升为单位则得 0.02413L，两者的有效数字都是四位。在无机化学中许多重要常数都出现这个问题，如醋酸电离常数等于 0.0000175，它的有效数字是三位，为了明确地表示有效

数字, 常用指数表示, 即写成 1.75×10^{-5} 。

当零在数字中间或最后时, 则表示一定的数值, 应当包括在有效数字的位数中, 如 5.080 是四位有效数字。在一般概念上, 好象最后的零是可有可无的, 甚至有人还认为保留最后的零是多余的。实际上它是不能舍掉的! 因为丢掉最后的零就相当于降低了测量的精密度。当用 100mL 量筒量得溶液体积为 75.4mL 时, 却不能写成 75.40 mL, 在数字后增加“0”就相当于提高了测量的精密度。所以有效数字最后的零是绝对不能任意增减的。

小数点右边以零结尾的大数, 必须用指数符号写出, 才能确定有效数字的位数。如: 5000 若写成 5.0×10^3 二位有效数字

5.00×10^3 三位有效数字

5.000×10^3 四位有效数字

有效数字的计算规则如下。

1. 加减计算:

① $\begin{array}{r} 15.34 \\ 0.0085 \\ +) 1.434 \\ \hline 16.7825 \\ \downarrow \\ 16.78 \end{array}$	② $\begin{array}{r} 15.34 \\ 0.0042 \\ +) 1.431 \\ \hline 16.7752 \\ \downarrow \\ 16.78 \end{array}$	③ $\begin{array}{r} 15.34 \\ -) 1.2314 \\ \hline 14.1086 \\ \downarrow \\ 14.11 \end{array}$	④ $\begin{array}{r} 15.34 \\ -) 1.2144 \\ \hline 14.1256 \\ \downarrow \\ 14.12 \end{array}$
---	---	--	--

因为可疑数字与可疑数字, 可疑数字与可靠数字相加减仍然是可疑数字。所以上面 4 个例中最后三位数字都是可疑数字。故规定在有效数字的加减结果中只保留一位可疑数字, 它后的第一位数字小于 5 则舍去 (例①), 大于 5 则在保留的可疑数字上加 1 (例③); 若恰好等于 5, 而保留的可疑数字为奇数则加 1, (例②), 若为偶数则舍掉 (例④)。

2. 乘除计算:

例如 5.44×0.48

$$\begin{array}{r} 5.44 \\ \times 0.48 \\ \hline 4352 \\ 2176 \\ \hline 2.6112 \longrightarrow 2.6 \end{array}$$

因可疑数字与可疑数字, 可疑数字与可靠数字相乘除也都是可疑数字。所以上面相乘中 4352 都是可疑数字, 而 2176 中的 6 是可疑数字, 乘积中的 6112 都是可疑数字, 故获得乘积的有效数字为 2.6。

若将 5.44×0.48 中的 5.44 也取 2 位则得

$$\begin{array}{r} 5.4 \\ \times 0.48 \\ \hline 432 \\ 216 \\ \hline 2.592 \longrightarrow 2.6 \end{array}$$

这个计算结果与前面计算结果相同, 但计算确简化了。所以有效数字相乘除可按照下面规则进行。以位数最少的有效数字为标准, 其它有效数字和获得的积和商都取这个最少位数的相同位数 (最后一位数值确定按照前面加减计算中的规定)。

例如

① $1.05782 \times 25.64 \times 0.0121 = 1.06 \times 25.6 \times 0.0121 = 0.328$

② $25.64/1.05782 = 25.64/1.058 = 24.23$

3. 在所有计算式中,如遇有常数 π 、 e 及乘子 $\sqrt{2}$ 和一些取自手册的常数,有效数字的位数可认为无限的,按需要取有效数字的位数。例如当计算式中有效数字最低者是二位,则上述常数可取二位或三位。

4. 对数计算

真数有几个有效数字,则其对数的尾数也应有几个有效数字。例如大气压 $p = 1.014 \times 10^5 \text{ Pa}$ 是四位有效数字,它的对数 $\lg p = \lg 1.014 \times 10^5 = \lg 10^5 + \lg 1.014 = 5 + 0.0060 = 5.0060$ 对数的整数部分不是有效数字(5.0060 中的 5)因对数的整数部分为 10 的幂次。

对数的尾数有几个有效数字,则其反对数也应有几个有效数字。如在 pH 值计算时, $\text{pH} = 5.25$ 即 $-\lg[\text{H}^+] = 5.25$ 尾数是二位有效数字,则 $[\text{H}^+] = 5.6 \times 10^{-6} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$,不能写成 $[\text{H}^+] = 5.623 \times 10^{-6} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

5. 使用计算器进行计算时,虽然计算器上能显示出许多位数,但在取用最后结果时,必需注意保留适当的有效数字位数,这是因为测量结果数值计算的准确度不应该超过测量的准确度。

一 氯化钠的提纯

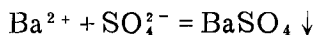
【目的】

1. 了解氯化钠提纯的基本化学方法。
2. 学习台平和煤气灯的使用及溶解、过滤、蒸发、结晶等化学基本操作。
3. 了解食盐中主要杂质 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和 SO_4^{2-} 的检查方法。

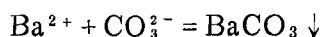
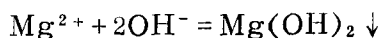
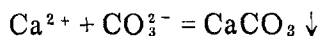
【原理】

氯化钠化学试剂都是由粗食盐提纯制得的。粗食盐中含有不溶性杂质如泥沙等，可用溶解过滤的方法除去。粗食盐中还含有可溶性杂质，主要是 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和 SO_4^{2-} ，它们可用下面方法除去。

粗食盐溶液中加入稍过量的 BaCl_2 溶液，即可将 SO_4^{2-} 转化为难溶解的 BaSO_4 沉淀



然后过滤除去。滤液中加入 Na_2CO_3 溶液则发生下列反应



这样食盐溶液中的杂质 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和沉淀 SO_4^{2-} 时代入的过量 Ba^{2+} 都转化为难溶的化合物，经过滤法除去。

溶液中过量的 Na_2CO_3 可加入纯盐酸中和经过加热除去，然后溶液经过蒸发结晶获得纯氯化钠。

食盐溶液中是否含有 Ca^{2+} 和 Mg^{2+} 可用下面方法检查。

取少量食盐溶液加入饱和 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液，若有 Ca^{2+} 则发生白色 CaC_2O_4 沉淀。

取数滴食盐溶液加入 1 滴镁试剂，若发生蓝色沉淀，证明有 Mg^{2+} 。

镁试剂（对硝基苯偶氮间苯二酚）是一种红紫色的碱性溶液，加入食盐溶液中，若有 Mg^{2+} 则生成 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 沉淀， $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 对镁试剂有显著的吸附作用而显蓝色。

【仪器和药品】

仪器：性质实验常用仪器〔烧杯、试管、离心管、滴管、玻璃棒、量筒(10mL)、洗瓶、试管架、试管夹、煤气灯、石棉网、三脚架、点滴板〕，玻璃漏斗、漏斗架、台平、蒸发皿（带柄）

药品： HCl (6mol·L⁻¹)、 H_2SO_4 (3mol·L⁻¹)、 BaCl_2 (25%)、 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ （饱和）、 Na_2CO_3 (10%)、镁试剂（0.01% 的 2mol·L⁻¹NaOH 溶液）、粗食盐、滤纸、pH 试纸

【实验】

先清洗好 2 个 100mL 烧杯，4 支试管，玻璃漏斗和蒸发皿以备使用。

1. 粗食盐的溶解和溶液中 Ca^{2+} 和 Mg^{2+} 的检查

在台平上称取粗食盐 10g 放入 100mL 烧杯中, 加入 40mL 去离子水, 将烧杯放在三角架上的石棉网上, 小火加热, 用玻璃棒搅拌使粗食盐溶解。

用滴管吸取食盐溶液 1mL 放入试管中, 加入 2~3 滴饱和 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液, 摇动试管, 观察是否发生白色沉淀。

用滴管吸取食盐溶液 2~3 滴滴入点滴板上的坑里, 然后加 1 滴镁试剂, 用玻璃棒搅动后, 观察是否出现蓝色沉淀。

2. 除去 SO_4^{2-}

向食盐溶液中加入 2mL 25% BaCl_2 溶液, 则发生白色 BaSO_4 沉淀, 然后将溶液小火加热 5 min 使 BaSO_4 沉淀聚集, 稍静置后过滤获得清液。

3. 除去 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Ba^{2+} 等

向前面获得的清液中加入 4mL 10% Na_2CO_3 溶液, 则发生 CaCO_3 、 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 、 BaCO_3 沉淀。将此溶液和沉淀加热 5 min 后, 过滤, 然后检查滤液中 Ba^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 是否除净。

取溶液 1mL 放入试管中加入 3 滴 $3\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液, 摇动试管 (有 CO_2 发生), 然后观察试管中溶液是否有混浊体出现, 若无混浊体, 证明 Ba^{2+} 已除净。

同前面方法一样检查 Ca^{2+} 和 Mg^{2+} 。

若溶液中存在 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 或 Ba^{2+} , 则向烧杯的溶液中再加入 1mL 10% Na_2CO_3 溶液, 重新加热和过滤, 若无 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Ba^{2+} 则进行下面操作。

4. 除去 CO_3^{2-} 和溶液的蒸发结晶

向去掉 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Ba^{2+} 的溶液中慢慢滴加 $6\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HCl}$ 溶液使食盐溶液 $\text{pH}=3\sim 4$ 。(将小块试纸放在点滴板上, 用玻璃棒沾取食盐溶液放在 pH 试纸上, 然后和 pH 比色板比色确定溶液的 pH 值)。溶液的 pH 值调好后, 将它倾入 100 mL 带柄蒸发皿中, 加热进行蒸发, 当溶液出现 NaCl 晶体和结晶膜时, 用小火加热, 并不断用玻璃棒搅拌溶液直至获得 NaCl 晶体。

当蒸发皿冷却后, 将 NaCl 晶体转移至滤纸上称重, 计算 NaCl 的产率。

实验后将 NaCl 倒入回收瓶中, 然后清理仪器和实验台。

【检查题】 准备好下列问题的口头答案, 以备教师实验时提问。

1. 怎样去掉粗食盐中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 SO_4^{2-} 等?
2. 除去食盐溶液中的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等杂质为什么用 Na_2CO_3 溶液而不用其它可溶性碳酸盐? 除去 CO_3^{2-} 为什么用盐酸而不用别的强酸?
3. 固液分离经常采用过滤的方法, 试说明过滤操作。

【附 注】

1. 玻璃仪器的洗涤

化学实验经常使用各种玻璃仪器如烧杯、试管等, 为了保证实验效果, 在实验前必须将使用的玻璃仪器洗净。方法如下:

(1) 用水刷洗

若玻璃仪器仅附有可溶性物质和尘土等, 可使用毛刷和自来水刷洗几次, 然后用洗瓶向仪器内壁吹入去离子水同时转动仪器或变换洗瓶水流方向, 使水能充分淋洗内壁, 每次用水量

不需太多，如此清洗两次即可使用。洗净的玻璃仪器，在其表面仅留一层均匀的水膜，如果壁上留有一些水珠，表明有油污或其它污物未被洗掉，应进一步洗涤。

(2) 用去污粉刷洗

若玻璃仪器壁上附有少量的油污和有机物，可将玻璃仪器壁用自来水润湿后，用毛刷蘸取少量去污粉（碳酸钠，白土和细砂的混合物）刷洗，然后用自来水洗去去污粉，再用去离子水吹洗内壁两次即可。

若玻璃仪器的油渍过多，可先用热的氢氧化钠或碳酸钠溶液处理，然后再清洗。

(3) 用洗液清洗

洗液是由等体积的浓硫酸和饱和重铬酸钾溶液相混合配制成的，它具有很强的氧化性，对有机物和油污的去掉能力很强，在定量实验中常使用，特别是对口小，管细的玻璃仪器，很难用前述方法清洗，可用洗液清洗。

用洗液清洗玻璃仪器时，先将仪器中残留的水倒尽，再加入少量洗液（用量约为仪器体积的 $1/5$ ），然后将仪器倾斜并慢慢转动，使仪器内壁全部为洗液润湿，这样反复操作，最后将洗液倒回原瓶，再用水将仪器上和内壁的洗液洗掉即可。如果用洗液把仪器浸泡一段时间或用热的洗液清洗，则效率更高。

注意：洗液用后应倒回原瓶，可重复使用，当洗液变为绿色时已失去清洗效果，不宜再用，洗液具有很强的腐蚀性会灼伤皮肤和破坏衣物。如洗液洒在皮肤、衣物或实验台上，应立即用水冲洗。

2. 台平

化学实验经常用天平称量固体物质的质量（习惯上称为重量，以后均用重量）。天平基本分为二种即台平和分析天平（后面实验介绍）。台平的精确度为 0.1g (100mg)，它的基本结构是一个等臂杠杆，它的一边放砝码，另一边放称量物，当天平梁处于平衡位置时，两臂所加重量相等，此时可由所加砝码的重量，测得称量物的重量。

台平结构如图 1-1 所示，台平有一横梁架在台平座上，托住左右两个称盘，在横梁中间的上面附有指针和刻度标尺。好用的台平应该是指针恰好停在刻度标尺中央位置，说明横梁两边成均衡状态。称量时若发现指针不在中央位置，应该调整横梁右边的平衡调节螺丝，使指针摆动均衡，最后停在刻度标尺中央位置，然后使用。

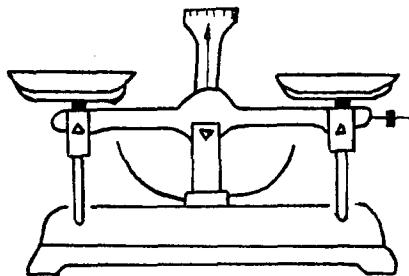


图 1-1 台平

化学实验最常称量粉状或粒状固体药品。当称量一定重量的固体药品时，可在两个台平盘上放两片等重的称量纸，右盘上加好所需重量的砝码，然后用牛角勺在左盘上慢慢加入粉状或粒状药品，当台平指针达到对称摆动，最后停在刻度标尺中央时，此时砝码重量即是称量的药品重量。

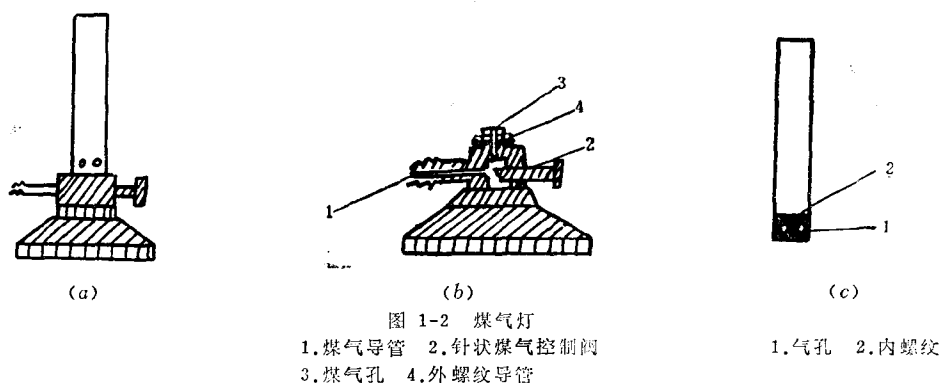
台平的载重量一般为 100g （也有 200g 的）。每个台平都有一组 50g 、 20g 、 20g 、 10g 、 5g 、 2g 、 2g 、 1g 砝码和 500mg 、 200mg 、 200mg 、 100mg 的片状砝码。

台平的使用虽较简单，但它是实验室中最常用的公用仪器，必须严格遵守使用规则。台平使用规则：

- (1) 称量物不得直接放在称盘上，必须用纸或表面皿盛之。
- (2) 不得称量热的物品。
- (3) 取用砝码用镊子，称量完毕后，一定要把砝码和镊子放回砝码盒中。
- (4) 保持台平整洁（特别是称盘），若有药品溅在台平上，必须立刻擦净。

3. 煤气灯的构造和使用方法

化学实验室使用的煤气灯，见图 1-2(a)。



煤气灯主要分为灯座和灯管二部分。灯座（图 1-2(b)）有煤气导管和一个带螺纹的针状煤气控制阀。当将控制阀顺时针方向旋转时，则在座内的尖端可将煤气导管截面逐渐缩小、直到堵死使煤气进不到灯座中；若将控制阀逆时针旋转时，则控制阀的尖端逐渐离开煤气导管，使煤气进入灯座，煤气量由小变大。灯座上部有一小段约 1cm 长具有外螺纹的金属导气管，管上有一出煤气的小孔。灯管（图 1-2(c)）是由长约 12cm 直径约 1.2cm 的金属管构成的。距下口约 0.5cm 的管壁上有 5 个小气孔，距下口约 1.2cm 这段管内壁有螺纹。若将灯管下口在灯座的外螺纹导管上顺时针旋转可将灯管扭在灯座上，当逆时针旋转时，灯管逐渐上升能使气孔与灯管内部相通，它的作用是调节进入灯管内的空气量。

使用煤气灯时，先用胶管将灯座上的煤气导管与煤气阀门相接，再将煤气灯上的控制阀和灯管顺时针方向旋紧。打开煤气阀门，将煤气灯上的控制阀微微打开，并在灯管口将煤气点燃，此时火焰成黄色。继续逆时针旋转煤气控制阀加大煤气量，当黄色火焰高度达约 10cm 时停止。（黄色火焰是由于煤气仅与外部空气中的氧燃烧不完全造成的，这种黄色火焰温度低，多烟，能熏黑仪器，不宜使用）。然后逆时针旋转灯管下部气孔与管内相通，由于空气从气孔进入灯管与煤气相混能使煤气燃烧完全，则火焰逐渐由黄色变为蓝色。当形成大约 3cm 左右的蓝色火焰时停止旋转。此种火焰即为正常使用的火焰。

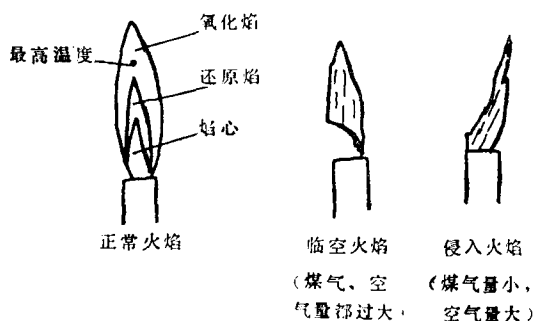


图 1-3 煤气灯火焰

正常火焰分为三个区域, (见图 1-3)。由于氧化焰处燃烧得最完全, 温度最高 (可达 $800\sim 900^{\circ}\text{C}$) , 所以使用时宜用氧化焰加热。

当煤气灯调成正常火焰后再继续旋转灯管加大空气量时, 会发生三种情况, (1) 将火焰吹灭; (2) 形成临空火焰 (管口约 1cm 左右看不到火焰, 而火焰在上面燃烧); (3) 形成侵入火焰 (在灯管内燃烧)。无论遇到那种不正常情况都应即时关闭煤气阀门, 待灯管冷却后重新按上面手续点好煤气灯。实验完毕后一定要将煤气阀门关紧, 以免煤气中毒。

4. 三脚架和石棉网

三脚架是用铁圈和三个细铁柱制成的, 见图1-4。石棉网是用细铁丝编成的方形网。网中央用石棉涂成圆形, 见图 1-5。当用烧杯、烧瓶、蒸发皿等器皿加热溶液时, 将石棉网放在三脚架上, 再将盛溶液的烧杯等容器放在石棉网中央的圆形石棉网上, 然后在石棉网下面用煤气灯加热, 石棉网的作用是避免将玻璃、陶瓷等容器烧坏。

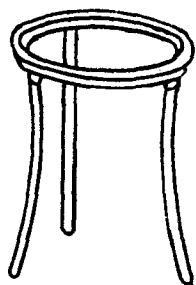


图 1-4 三脚架

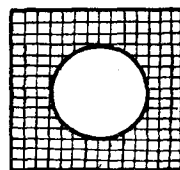


图 1-5 石棉网

5. 滴管、洗瓶和量筒

(1) 滴管的使用方法

滴管是由一根约 10cm 的玻璃管, 一端拉细, 另一端装一胶皮乳头构成的 (图1-6左)。滴管是作为吸取或滴加液体使用的。使用时姆指和食指拿住乳头, 将乳头按扁后, 再将滴管端部细管插入液体中, 当松开乳头时液体被吸入滴管中, 再慢慢挤压乳头, 可将管中液体逐滴加入指定的容器中 (图 1-6 右)。滴管在使用前必须清洗, 办法是先吸取去离子水后将水挤入下水槽中, 再吸取去离子水再挤掉, 如此法再用使用的溶液清洗两次, 然后再吸取溶液使用。滴管滴加液体大约 20 滴等于 1mL。

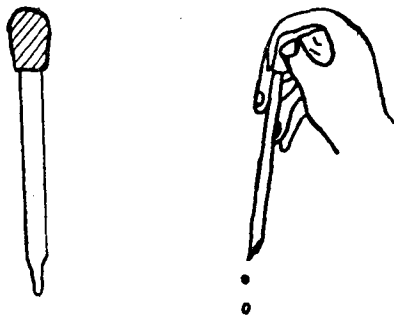


图 1-6 滴管

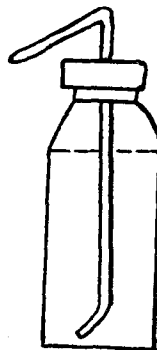


图 1-7 洗瓶

(2) 洗瓶的构造和使用方法