

普通化学实验

北京大学化学系普通化学教研室

北 京 大 学 出 版 社

普通化学实验

北京大学化学系普通化学教研室



北京卡片商店1001

北京人民教育出版社

本书是北京大学化学系普通化学教研室总结近几年实验课教学经验而编写的。全书由杨以文、应礼文、严洪杰、程敦慧执笔整理，华彤文审阅定稿。另外，陈凤、严宣申、杨骏英、项斯芬、王长富、范景暉、陈景祖、王连波、刘淑珍等积极协助进行了很多工作。

本书内容包括四十八个实验及有关的实验基本操作，可供大学一年级化学实验课选用。

普通化学实验

北京大学出版社出版

(北京大学校内)

新华书店北京发行所发行

北京大学印刷厂排版

中国科学技术情报研究所印刷厂印刷

850×1168毫米 32开本 10印张 253千字

1981年12月第一版 1981年12月第一次印刷

印数：1—40000

统一书号：13209·35 定价：1.25元

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的理解。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问题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、络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，本书将十八种阳离子和十一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。

本书共有四十八个实验，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年4月

目 录

前言

实验规则.....	1
化学实验室安全守则.....	1
一、实验室的一般安全守则.....	2
二、易燃的和具有腐蚀性的药品及毒品的使用规则.....	2
三、实验室中一般伤害的救护.....	3
四、灭火常识.....	4
普通化学实验基本操作.....	6
一、常用玻璃仪器的洗涤和干燥.....	6
二、基本度量仪器及其使用方法.....	8
(一) 液体体积的度量仪器 (量筒、移液管、容量瓶、滴定管).....	8
(二) 温度计的使用.....	16
(三) 秒表的使用.....	16
(四) 气压计的使用.....	17
(五) 比重计的使用.....	18
三、试剂及其取用.....	19
四、加热的方法.....	21
五、气体的发生、净化和收集.....	25
六、溶液与沉淀的分离 (倾析法、过滤法、离心分离法).....	29
七、溶解与结晶.....	36
八、试纸的使用.....	37
九、其他 (保干器、点滴板、干燥管).....	39
台秤与天平的使用.....	41
PHS-2型酸度计.....	51
72型光电分光光度计.....	58
水的纯度.....	64
误差与数据处理.....	70

实验一	煤气灯的使用	79
实验二	玻璃操作和塞子钻孔	82
实验三	KClO_3 - KCl 混合物中 KClO_3 百分含量的测定	87
实验四	天平的称量练习	90
实验五	量气法测定锌铝合金组成	93
实验六	二氧化碳分子量的测定	97
实验七	溶液的配制	100
实验八	酸碱滴定	103
实验九	凝固点降低法测分子量	106
实验十	中和热的测定	110
实验十一	化学反应速度与活化能	116
实验十二	弱酸弱碱电离平衡	121
实验十三	醋酸电离常数的测定	124
实验十四	沉淀的生成与溶解	127
实验十五	醋酸银溶度积的测定	130
实验十六	离子交换法测定氯化铅的溶解度	133
实验十七	氧化还原	137
实验十八	阿佛加德罗常数的测定	141
实验十九	络合物	144
实验二十	银氨络离子配位数的测定	148
实验二十一	磺基水杨酸铁络合物的组成及稳定常数的测定	151
实验二十二	胶体溶液	156
实验二十三	氯化钠提纯	159
实验二十四	硫酸亚铁铵的制备	163
实验二十五	硫酸铜的制备	165
实验二十六	高锰酸钾的制备	169
实验二十七	氯化二氯四水合铬(Ⅲ)的制备	173
实验二十八	沉淀及其离心分离	176

实验二十九	碱金属、碱土金属	179
实验三十	水溶液中 Na^+ 、 K^+ 、 NH_4^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Ba^{2+} 等离子的分离和检出	184
实验三十一	卤素	188
实验三十二	未知液的分析(一)	194
实验三十三	氧、硫	196
实验三十四	氮、磷	202
实验三十五	碳、硅、硼	208
实验三十六	未知液的分析(二)	213
实验三十七	砷、锑、铋	215
实验三十八	铝、锡、铅	219
实验三十九	铜、银、锌、镉、汞	224
实验四十	水溶液中 Ag^+ 、 Pb^{2+} 、 Hg^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Bi^{3+} 、 Zn^{2+} 等离子的分离和检出	227
实验四十一	未知液的分析(三)	231
实验四十二	钛、钒	232
实验四十三	铬、锰	236
实验四十四	铁、钴、镍	239
实验四十五	水溶液中 Fe^{3+} 、 Co^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Al^{3+} 、 Cr^{3+} 、 Zn^{2+} 等离子的分离和检出	245
实验四十六	合金试样的分析	249
实验四十七	未知液的分析(四)	252
实验四十八	固体试样的分析	254
附录一	水溶液中常见离子的分离和检出	257
附录二	试液和特殊试剂	292
附录三	普通化学实验室常用数据表	295
表一	不同温度下的饱和水蒸气压	295
表二	常见无机化合物在水中的溶解度	296
表三	气体在水中的溶解度	298

表四	普通有机溶剂的性质	298
表五	实验室常用酸、碱的浓度	299
表六	常用酸碱指示剂	299
表七	酸碱在水溶液中的离解常数	300
表八	溶度积常数	301
表九	标准电极电势	302
表十	络离子的稳定常数	307
	四位对数表	308

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、方法和步骤。

二、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。

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

四、遵从教师的指导。

五、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。

六、应根据原始记录，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。

化学实验室安全守则

在进行化学实验时，会经常使用各种仪器、药品和水、电、煤气。因此，重视安全操作，熟悉一般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。

一、实验室的一般安全守则

(一) 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。

(二) 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。

(三) 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。

(四) 严禁在实验室内饮食。

(五) 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

二、易燃的和具有腐蚀性的药品及毒品的使用规则

(一) 绝对不允许把各种化学药品任意混合，以免发生意外事故。

(二) 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。

(三) 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。

(四) 强氧化剂（如氯酸钾）和某些混合物（如氯酸钾与红磷、碳、硫等的混合物）易发生爆炸，保存及使用这些药品时，应注意安全。

(五) 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。

(六) 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。

(七) 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，应在水下进行切割，在取用时，也要用镊子。

(八) 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。

(九) 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）。

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。

(十) 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。

(十一) 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，以便把汞转变为硫化汞。

三、实验室中一般伤害的救护

(一) 割伤 在伤口上抹红药水或紫药水，撒些消炎粉并包扎。如为玻璃器皿扎伤，应先挑出伤口里的玻璃碎片再包扎。

(二) 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。

(三) 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。

(四) 受碱腐蚀 先用大量水冲洗，再用醋酸（20克/升）

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。

(五) 受溴腐蚀 用苯或甘油洗，再用水洗。

(六) 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。

(七) 吸入刺激性气体 可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气，然后到户外呼吸新鲜空气。

(八) 毒物进入口内 把5—10毫升稀硫酸铜溶液(~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。

四、灭火常识

(一) 起火原因 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）因接触火焰或处在较高的温度下而燃烧；
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）。

(二) 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：

1. 防止火势的扩展

(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) 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)。

(2) 火势大时可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,不能用泡沫灭火器,以免触电,只能用四氯化碳灭火器和二氧化碳灭火器来扑灭。这时很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。当然这二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。

普通化学实验基本操作

一、常用玻璃仪器的洗涤和干燥

(一) 仪器的洗涤

化学实验室经常使用玻璃仪器和瓷器。用不干净的仪器进行实验时，往往得不到准确的结果，所以应该经常保持所使用的仪器是干净的。

洗涤仪器的方法很多，应当根据实验的要求，污物的性质和沾污的程度来选择。一般来说，附着在仪器上的污物有可溶性物质，也有尘土和其它不溶性物质，还有油污。针对这些情况，可以分别用下列方法洗涤：

1. 用水刷洗 可以洗去可溶性物质，又可以使附着在仪器上的尘土和其它不溶性物质脱落下来。

2. 用去污粉或合成洗涤剂刷洗 由于去污粉中含有碳酸钠，它和合成洗涤剂一样，都能够除去仪器上的油污。去污粉中还含有白土和细沙，刷洗时起摩擦作用，使洗涤的效果更好。经过去污粉或合成洗涤剂洗刷过的仪器，要多用自来水冲洗，以除去附着在仪器上的白土、细沙或洗涤剂。

3. 用浓盐酸(粗)洗 可以洗去附着在器壁上的氧化剂，如二氧化锰。

4. 用浓硫酸-重铬酸钾洗液洗 在进行精确的定量实验时，对仪器的洁净程度要求更高，所用仪器容积精确、形状特殊，不能用刷子机械地刷洗，就要用洗液(或粗的浓硝酸)清洗。这种洗液是由浓硫酸(粗)与重铬酸钾配制成的^①，它具有很强的氧

^① 这种洗液的具体配法是：将25克 $K_2Cr_2O_7$ 固体溶于50毫升水中，然后向溶液中加入450毫升浓 H_2SO_4 ，边加边搅。切勿将 $K_2Cr_2O_7$ 溶液加到浓 H_2SO_4 中！

化性，对有机物和油污的去污能力特别强。

用洗液洗涤仪器时，先往仪器内加少量洗液（其用量约为仪器总容量的 $\frac{1}{6}$ ）。然后将仪器倾斜并慢慢转动，使仪器的内壁全部为洗液润湿，这样反复操作，最后把洗液倒回原来瓶内，再用水把残留在仪器上的洗液洗去。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。

使用洗液时，必须注意以下几点：

（1）使用洗液前，应先用水刷洗仪器。尽量除去其中的污物。

（2）应该尽量把仪器内残留的水倒掉，以免水把洗液冲稀。

（3）洗液用后应倒回原来瓶内，可以重复使用。

（4）洗液具有很强的腐蚀性，会灼伤皮肤和破坏衣物。如果不慎把洗液洒在皮肤、衣物和实验桌上，应立即用水冲洗。

（5）已变成绿色的洗液（重铬酸钾还原为硫酸铬的颜色）不具有氧化性，不能去污，不能继续使用。

（6）Cr(VI)有毒，清洗残留在仪器上的洗液时，第一、二遍的洗涤水不要倒入下水道，应统一处理。

用以上各种方法洗涤后的仪器，经自来水冲洗后，往往还残留有 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Cl^- 等离子。如果实验中不允许这些杂质存在，则应该用蒸馏水或去离子水把它们洗去。用蒸馏水或去离子水洗时，每次用量不必太多。“少量多次”是洗涤仪器时应遵循的重要原则。这样洗，洗涤效率高，既洗得干净又不致浪费洗涤液。

已洗净的仪器的器壁上，不应附着有不溶物或油污。器壁可以被水润湿。如果把水加到仪器上，再把仪器倒转过来，水会顺着器壁流下，器壁上只留下一层既薄又均匀的水膜，并无水珠附着在上面，这样的仪器才算洗得干净。

已经洗净的仪器，不能用布或纸擦拭，因为布或纸的纤维会留在器壁上沾污仪器。

(二) 仪器的干燥

洗净的仪器如需干燥可采用以下方法:

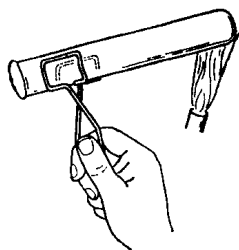


图1 烤干试管

1. 烘干 洗净的仪器可以放在电热干燥箱(也叫烘箱)内烘干。但放进去之前应尽量把水倒净。放置仪器时,应注意使仪器的口朝下(倒置后不稳的仪器则应平放)。可以在电热干燥箱的最下层放一个搪瓷盘,以接受从仪器上滴下的水珠,不使水滴到电炉丝上,以免损坏电炉丝。

2. 烤干 烧杯和蒸发皿可以放在石棉网上用小火烤干。试管可以直接用小火烤干(图1)。操作时,试管要略为倾斜,管口向下,并不时地来回移动试管,把水珠赶走。最后,烤到不见水珠时,使管口朝上,以便把水气赶走。

3. 晾干 洗净的仪器可倒置在干净的实验柜内(倒置后不稳定的仪器如量筒等,则应平放)或仪器架上晾干。

4. 吹干 用压缩空气或吹风机把仪器吹干。

5. 用有机溶剂干燥 有些有机溶剂可以和水互相混溶,最常用的是酒精和丙酮。在仪器内加入少量酒精或丙酮,把仪器倾斜,转动仪器,器壁上的水即与酒精或丙酮混合,然后倾出酒精或丙酮和水。最后留在仪器内的酒精挥发,仪器干燥。

用布或纸擦干仪器后,会将纤维附着在器壁上而将已洗净的仪器弄脏,所以不应采用这一方法。

带有刻度的计量仪器不能用加热的方法进行干燥,因为加热会影响这些仪器的精密度。

二、基本度量仪器及其使用方法

(一) 液体体积的度量仪器

1. 量筒 量筒的容量有 10 毫升、25 毫升、50 毫升、100