

初中教师进修用书



无机化学实验

福建人民出版社



初 中 教 师 进 修 用 书

无 机 化 学 实 验

王树熹 林紫荣
张 振 蔡秀真

编

福 建 人 民 出 版 社

无机化学实验

王树熹 林紫荣 张 振 蔡秀真 编

*

福建人民出版社出版

(福州得贵巷27号)

福建省新华书店发行

福建新华印刷厂印刷

开本787×1092毫米 1/32 6.125印张 143千字

1985年5月第1版

1985年5月第1次印刷

印数: 1—9,690

书号: 7173·703 定价: 0.85元

目 录

怎样进行无机化学实验	(1)
无机化学实验中的安全操作和事故处理	(1)
无机化学实验基本操作	(4)
实验一 玻工操作及塞子钻孔	(40)
实验二 台秤和分析天平的使用	(46)
实验三 置换法测定镁当量	(59)
实验四 中和热的测定	(63)
实验五 胶体溶液	(67)
实验六 化学反应速度	(71)
实验七 溶液的配制	(76)
实验八 酸碱滴定	(78)
实验九 醋酸电离度和电离常数的测定	(82)
实验十 电离平衡和盐类水解	(84)
实验十一 沉淀溶解平衡	(88)
实验十二 离子交换法测定氯化铅的溶解度和 溶度积	(91)
实验十三 氧化还原与电化学	(97)
实验十四 阿佛加德罗常数的测定	(100)
实验十五 卤素 (一)	(104)
实验十六 卤素 (二)	(109)
实验十七 氢、氧、过氧化氢	(112)
实验十八 硫和硫的化合物 (一)	(116)

实验十九	硫和硫的化合物 (二)	(119)
实验二十	氮及其化合物	(123)
实验二十一	磷及其化合物	(129)
实验二十二	磷酸一氢钠、磷酸二氢钠和 焦磷酸钠	(132)
实验二十三	碳、硅	(134)
实验二十四	锡、铅	(137)
实验二十五	碱金属和碱土金属	(141)
实验二十六	氯化钠的提纯	(145)
实验二十七	硼、铝	(149)
实验二十八	配合物的生成和性质	(152)
实验二十九	铜、银	(156)
实验三十	硫酸铜的制备	(160)
实验三十一	锌、汞	(162)
实验三十二	钛、钒、钼、钨	(166)
实验三十三	铬	(169)
实验三十四	锰	(172)
实验三十五	铁、钴、镍	(175)
实验三十六	纸色谱法分离鉴定金属离子	(179)
实验三十七	硫酸亚铁铵的制备	(182)
附录	实验内容的提示	(185)

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，弄清基本原理，操作步骤和实验方法以及注意事项，做到心中有数，有计划地进行实验。

二、遵守纪律，保持肃静，集中精神，按规范操作，细致观察，周密思考，科学分析，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及时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，应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。征得指导教师允许，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，并准时交给指导教师。

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,在实验过程中则应集中注意力,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,应立即采取紧急措施处理(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。当需要借助于嗅觉判别少量气体时,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.加热和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,要不停地搅拌并尽可能戴上保护眼镜。切忌离开工作岗位。

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)应严格防止进入口内或接触伤口。剩余的废液决不许倒入下水道,应统一回收后集中处理。

5.浓酸、浓碱具有强腐蚀性,使用时不要溅在皮肤或衣服上。要注意保护眼睛。稀释时(特别是浓硫酸),应在不断搅动下将它慢慢倒入水中,而不能相反进行,否则将发生迸溅。

6.使用的玻璃管或玻璃棒切割后应马上将断口烧熔保持圆滑;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、煤气使用完后应立即关闭。
8. 每次实验结束后，应将手洗净才能离开实验室。

二、意外事故的紧急处理

在实验过程中，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。可在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液、烫伤膏或万花油。

3. 酸（或碱）溅入眼内 立刻用大量水冲洗，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 如吸入氯气或氯化氢气体时，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，应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 迅速切断电源。必要时可进行人工呼吸。

7. 起火 起火后，要立即进行灭火，要采取措施防止火势蔓延（如切断电源，移走易燃药品等）。要根据起火原因选用合适的灭火方法。一般的小火可用湿布、石棉或砂子复盖燃烧物，即可达到灭火。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，应赶快脱下衣服，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，具体方法应根据实验的要求、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，也有尘土和其他不溶性物质，还可能有油污。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他不溶性物质脱落下来。

2. 用去污粉和合成洗涤剂刷洗 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砂，刷洗时起摩擦作用，使洗涤的效果更好。经过去污粉和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、细砂和洗涤剂。

3. 用浓盐酸（粗）洗 可以洗去附着在器壁上的氧化剂，如二氧化锰等。

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很高，由于所用仪器容积精

确，形状特殊，不能用刷子机械地刷洗，而是要用洗液（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，它具有很强的氧化性，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 $1/5$ ）。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，以便重复使用。

(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，失去去污能力，不能再继续使用。

(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

干净又不致于浪费洗涤液。

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：

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，应注意把仪器的口朝下（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（见图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，把水珠赶掉。最后，烤到不见水珠时，使管口朝上，以便把水气赶尽。



图1 烤干试管

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

后倒出酒精或丙酮和水。待留在仪器内的酒精或丙酮挥发后，仪器则为干燥。

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程度。

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毫升等，可根据需要来选用。量取液体时，要按图2所示，使视线与量筒内液体的弯月面的最低处保持水平，偏高或偏低都会读不准而造成较大的误差。图2中正确读数为25.0ml，视线偏高或偏低时，会误读为26.0ml或23.5ml。

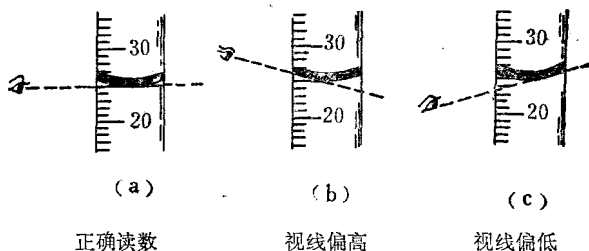
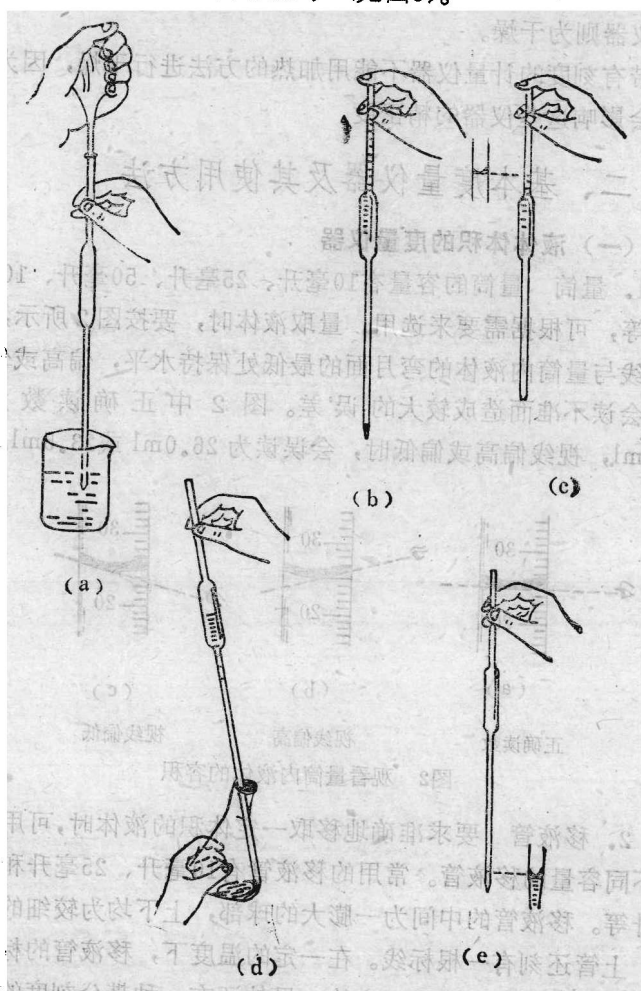


图2 观看量筒内液体的容积

2. 移液管 要求准确地移取一定体积的液体时，可用各种不同容量的移液管。常用的移液管有10毫升、25毫升和50毫升等。移液管的中间为一膨大的球部，上下均为较细的管颈，上管还刻有一根标线。在一定的温度下，移液管的标线至下端出口间的容量是一定的。另外还有一种带分刻度的移液管，它的中间没有球部，一般称为吸量管，可用来移取10毫升以下的液体。每支移液管上都标有它的容量和使用温度。

移液管的使用方法如下（见图3）。



(a) 吸液；(b) 把液体吸至刻度之上；(c) 把液面调节至刻度；
(d) 放出液体；(e) 留在移液管下部的液体。

图3 移液管的使用方法

(1) 依次用洗液、自来水、蒸馏水洗涤移液管（可以用洗耳球将洗液等吸入移液管内进行洗涤），洗净的移液管内壁应不挂水珠。用蒸馏水洗后，要用滤纸将移液管下端内外的水吸去，然后用被移取的液体洗三次（每次用量不必太多，吸液体至刚进球部即可），以免被移取的液体被残留在移液管内壁的蒸馏水所稀释。

(2) 在烧杯内装入比要移取的量多1~2倍的液体，然后把移液管的尖端伸入液体中，右手拇指及中指拿住管颈标线以上的地方，左手拿洗耳球，并用洗耳球把液体吸入移液管内至标线以上。迅速拿走洗耳球，以右手的食指按住管口，然后稍微放松食指或轻轻转动移液管，使液面缓慢而平稳地下降，直到液体弯月面与标线相切，即按紧食指，使液体不再流出。

(3) 把移液管的尖端靠在接受容器的内壁上，放松食指，令液体自由流出。这时应该容器倾斜而使移液管直立。当液体不再流出时，还要稍等片刻，再把移液管拿开。最后，移液管的尖端还会剩余少量液体，但原来在标定移液管的体积时，并未把这部分液体计算在内，所以不必要用外力把这点液体吹入接受容器内。

(4) 采用以上操作方法，从移液管中自由流出的液体正好是移液管上标明的体积。如果实验所要求的准确度较高，还需要对移液管进行校正。

3. 容量瓶 容量瓶是带细颈的平底瓶，瓶口配有磨口玻璃塞或塑料塞。容量瓶的颈部刻有标线，并在瓶上标明使用温度和容量（表示在标明的温度下液体充至标线时的容积）。容量瓶是为配制准确浓度的溶液用的，常和移液管配合使用。

容量瓶的使用方法如下：

(1) 使用前应检查是否漏水。为此，在瓶内加水，塞好瓶塞，左手拿瓶，右手顶住瓶塞，将瓶倒立，观察瓶塞周围是否有水漏出。如不漏，把塞子旋转 180° ，塞紧后倒置，试验这个方向是否漏水。合适的瓶塞要用小绳系在瓶颈上，以免打碎或遗失。

(2) 容量瓶是配溶液用的，如果用固体物质配制溶液，要先在烧杯内把固体溶解，再把溶液转移到容量瓶中（见图4），然后用蒸馏水洗涤烧杯4~5次，洗涤液也倒在容量瓶中，再慢慢往瓶中加水至颈部的标线。当瓶内溶液体积达到容积的 $3/4$ 时，应将容量瓶沿水平方向摇动使溶液初步混合，然后加蒸馏水至标线，塞好瓶塞，用食指顶住瓶塞，用另一只手的手指顶住瓶底（较小的容量瓶，不必用手指顶住瓶底），将瓶倒转和摇动多次，使溶液混合均匀（图5）。



图4 转移溶液到容量瓶中



图5 容量瓶的拿法

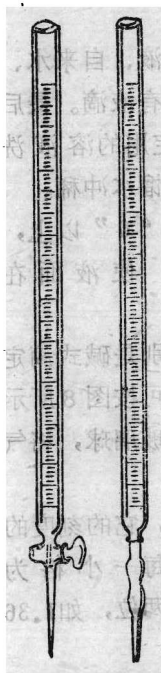
(3) 热溶液要冷却至室温时才能倾入容量瓶中，否则溶

液的体积会有误差。

(4) 必要时, 容量瓶的体积也应进行校正。

4. 滴定管 滴定管分为酸式和碱式两种(见图6), 除了碱性溶液应放在碱式滴定管中外, 其它溶液都使用酸式滴定管。

(1) 性能。酸式滴定管的下端为一玻璃活塞, 开启活塞, 液体即自管内滴出。使用前, 先把活塞取下, 洗净后用滤纸把水吸干或吹干, 然后在活塞的两头涂一层很薄的凡士林, 把活塞塞好, 转动活塞, 使活塞与塞槽接触的地方呈透明状态, 然后在滴定管内装水, 试验活塞是否漏水。



(a) (b)

(a) 酸式滴定管

(b) 碱式滴定管

图6 滴定管

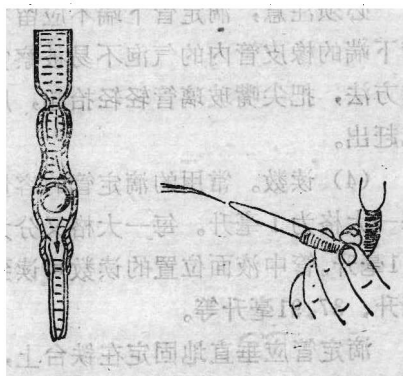


图7 碱式滴定管
下端的结构

图8 碱式滴定管
排气泡法

碱式滴定管的下端用橡皮管连接一支一端有尖嘴的小玻璃管。橡皮管内装一个玻璃圆球，以代替玻璃活塞（碱溶液能与玻璃活塞和塞槽作用，久之，活塞即打不开，所以碱式滴定管不能用玻璃活塞）。用左手拇指和食指轻轻地往一边挤压玻璃球外面的橡皮管，使管内形成一条缝隙（如图7所示），溶液即自滴定管中滴出（注意，挤压玻璃球时，手指要放在球部的稍上一些的地方，如果放在球的下部，则在放手时，会在尖嘴玻璃管中出现气泡）。

(2) 洗涤方法。滴定管在使用前依次用洗液、自来水、蒸馏水洗。洗净后，滴定管的内壁上不应附着有液滴。最后用少量（每次约用滴定管容积的 $1/5$ 左右）滴定用的溶液洗三遍，以免加入管内的溶液被留在管壁上的蒸馏水冲稀。

(3) 装溶液。将溶液加到滴定管中至刻度“0”以上，开启活塞或挤压玻璃球，让多余的溶液滴出，使液面在“0.00”刻度处。

必须注意，滴定管下端不应留有气泡，特别是碱式滴定管下端的橡皮管内的气泡不易被察觉。为此，可按图8所示的方法，把尖嘴玻璃管轻轻抬起，用手指挤压玻璃球，将气泡赶出。

(4) 读数。常用的滴定管的容量为50毫升，它的刻度的每一大格为1毫升。每一大格又分为十小格，每一小格为0.1毫升。管中液面位置的读数可读到小数点后两位，如1.36毫升、37.91毫升等。

滴定管应垂直地固定在铁台上，滴定管内的液面呈弯月形，读数时，视线应与弯月面下部实线的最低点保持同一水平面上，偏高或偏低都会带来误差。为了便于观察和读数，可在滴定管后衬一“读数卡”，读数卡可用一中间涂有