

上海电视大学化学系教材

无机化学实验

(包括定性分析)

上册

上海电视大学

学习的生动活泼和主动性从何而来？对学生来说，最根本的，是来自为革命而学的思想。为革命而学，就会摆脱种种个人主义的束缚而取得主动。为革命而学，站得高，看得远，有雄心大志，就不会把眼光局限于考试的分数和一时的表面的成绩，因而取得主动。为革命而学，远大的理想激起巨大的努力，就会有顽强的斗志和坚持不懈的毅力，因而在困难和挫折面前，取得主动。为革命而学，要的是符合人民需要的真才实学，这也就处处从实际出发，摆脱种种脱离实际的形式主义的条条和框框的束缚，而取得主动。主动了，才能生动活泼。

——摘录于《前线》一九六五年第十二期社论

目 录

无机化学实验的目的和学习方法	1
实验室规则	2
实验室工作中的安全操作	2
实验室中意外事故的处理	3
无机化学实验中的基本仪器	4
无机化学实验基本操作	6
一、仪器的洗涤	6
二、仪器的干燥	8
三、酒精灯、酒精喷灯及煤气灯的使用法和各种 加热方法	9
四、量筒和容量瓶的使用方法	12
五、试剂的取用法	14
六、洗瓶的使用	16
七、沉淀的过滤和洗涤	17
八、气体的净化与干燥	23
九、气体的制备和收集方法	25
十、固体的研磨和溶解	27
十一、溶液的蒸发和浓缩	28
十二、结晶	28
十三、结晶的干燥	29
十四、比重计的使用方法	29
十五、石蕊试纸和 pH 试纸的使用方法	30
十六、台秤的使用	31

实验一	煤气灯的使用	32
实验二	玻璃管操作和塞子钻孔	36
实验三	溶液和溶液的制备	41
实验四	电解质溶液	44
实验五	氯、溴、碘	45
实验六	氧和硫	49
实验七	氮和磷	52
实验八	无机制备	56
一、	硫酸铜的重结晶	56
二、	食盐的提纯	59
三、	硫酸亚铁七水合物的制备	61
四、	硫酸亚铁铵的制备	63
附录		65
表 1	一些元素的原子量表	65
表 2	在不同温度下饱和水蒸气的压力	66
表 3	一些酸和碱的百分浓度和比重	67
表 4	难溶物质的溶度积	70
表 5	弱电解质的电离常数 (K) ($t=25^{\circ}\text{C}$)	71
表 6	某些试剂的配制	72
表 7	四位对数表	73
对数和四位对数表的使用法		75

无机化学实验的目的和学习方法

无机化学实验的目的

无机化学是一门以实验为基础的科学。要很好地领会和掌握无机化学的基本理论和事实材料，就必须亲自进行实验。因此，实验是学习无机化学的重要环节。

通过实验，要求熟悉化学实验中常用玻璃仪器的性能、用途及学会正确使用这些仪器的方法，学会正确配制溶液、加热、过滤、蒸发等基本操作，因为每个操作都各有其特点，需要遵守一定的规程，否则将导致不正确的结果。

通过实验，掌握重要元素及其化合物的基本化学性质，并且学会一般的分离、提纯及制备某些无机物的方法，从而更好的把所学知识运用于实际工作中。

通过实验，要求大家用所学理论来解释实验中所遇到的现象，学会如何分析判断实验结果的正确性，这样不仅加深和巩固对课堂知识的理解，同时培养了解决实际问题的能力，为学习后继课程和工作上的创造、革新，打下良好基础。

因为本实验的学时数有限，只能安排几个最基本的实验，要达到上述目的，有待于同志们根据自己工作的需要，和在本单位条件许可的情况下补充进行一些实验，以加强本课程的实践性环节。

无机化学实验的学习方法

为了达到实验的目的，必须有正确的学习态度和学习方法。首先，在实验前要认真预习，预习的要求是阅读实验教材，教科书中有关内容，明确实验的目的、原理、步骤、正确操作方法及实验注意事项，做到心中有数。如果事先没有准备好就做

实验只能“照方配药”，知其然而不知其所以然，这样做的效果是不好的。在预习时，把实验的目的、步骤简要地写在练习本上，实验时，把观察到的现象及时记录在实验步骤的旁边，实验后，对现象作出结论和解释。

由自己实践后所获得的知识，如不加以记录、总结很快就会忘记，也不能在已有实践的基础上进一步提高。

实 验 室 規 則

1. 实验时，各人取用自己的仪器，用毕洗净，立即送回原处，如有仪器损坏，必须及时登记，照章赔偿。

2. 放在指定地方的药品为了便于别人取用，不能擅自拿走。

3. 实验时，实验台上的仪器应整齐地安放在一定位置，并经常保持实验台的清洁。

4. 废纸、碎玻璃、酸性废液应倒入废液缸内，切勿倒入水槽内，以防水管淤塞和腐蚀，碱性废液倒入水槽内并用水冲洗。

5. 每次实验后，由学员轮流打扫和整理公用药品台，以保持实验室的清洁。

实 验 室 工 作 中 的 安 全 操 作

1. 一切有毒或有恶臭的物质的实验，都应在通风橱中进行。

2. 一切挥发性和易燃物质的实验，都应在离火较远的地方进行，并应尽可能地在通风橱中进行。

3. 加热试管时，不要将试管口指向自己或别人，也不要俯视正在加热的液体，以免溅出的液体把人烫伤。

4. 在闻气体的气味时，不能用鼻子直接对着气体的瓶口或管口，而应用手把少量气体轻轻扇向自己。

5. 稀释浓硫酸时，应将浓硫酸慢慢地注入水中，并不断搅拌，切勿将水注入浓硫酸中，以免产生局部过热，使浓硫酸溅出，引起灼伤。

6. 酒精灯或煤气灯应随用随点。不用时，酒精灯应盖上罩子，煤气灯应关紧煤气龙头，以免引起火灾和煤气中毒。

7. 每次实验完毕后，应把手洗净，才可离开实验室。

实验室中意外事故的处理

1. 在扑灭燃着的苯、醚或火油时，应该用砂子（切勿用水）盖住它们。

2. 烫伤：可用高锰酸钾或苦味酸溶液揩擦灼伤处，再搽上凡士林或烫伤油膏。

3. 吸入 Br_2 蒸气或 Cl_2 气体时，可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气以解毒；吸入 H_2S 气体而感觉到头晕时，应到室外呼吸新鲜空气。

4. 受强酸腐伤：应立即用大量水冲洗，然后搽上碳酸氢钠油膏或凡士林。

5. 受浓碱腐伤：应立即用大量水冲洗，然后用 1% 柠檬酸或硼酸饱和溶液洗涤，再搽上凡士林。

6. 受液 Br_2 腐伤：应立即用苯或甘油洗涤伤处，再用水冲洗。

7. 割伤：应立刻用水洗净伤口，搽上龙胆紫药水，再用

纱布包扎；如果伤口较大，应立刻到医务室医治。

无机化学实验中的基本仪器



烧杯



平底烧瓶



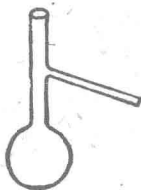
锥形烧瓶



表面皿



蒸发皿



蒸馏烧瓶



启普氏发生器



吸滤瓶



布氏漏斗



研钵



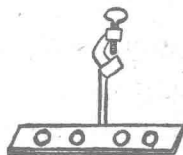
分液漏斗



滴液漏斗



漏斗



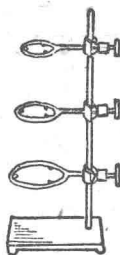
漏斗架



泥三角



容量瓶



铁架及铁圈



铁夹



滴瓶



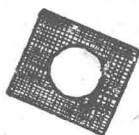
坩埚夹



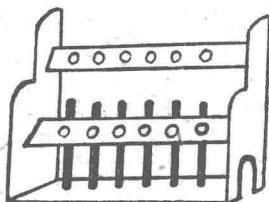
试管刷



试管夹



石棉铁丝网



试管架



试管及离心管

一般玻璃仪器介紹

名 称	规 格	应用范围和使用方法
试 管	硬质与普通二种 容量一般10、20、 30毫升	在试管中可进行少量物质的化学反应，摇荡和加热都比较方便。硬质试管可以加热至高温，但不宜骤冷，普通试管若突然用高温加热易于破裂，且在高温时容易熔融变形。
离 心 管	底部呈锥形的试 管容量一般是5、 10毫升	用于少量沉淀与溶液分离，在其中进行化学反应时，容易观察沉淀的生成和沉淀的颜色，只能在水浴中加热。
烧 杯	容量一般是 10、 50、100、250、 500、1000毫升	主要用于配制溶液、溶解样品、溶液加热或蒸发、进行沉淀反应等。隔石棉网加热，不应直接加热，加热时注意使烧杯外面底部干燥，且加热均匀。
锥形烧瓶	容量一般是 50、 250、500毫升	可用作反应器，用于盛放液体，在容量分析中作滴定实验时用，便于使物质迅速搅匀能在石棉网上加热。

续

名 称	规 格	应 用 范 围 和 使 用 方 法
平底烧瓶	容量一般 250、500、1000毫升	用于配制溶液，加热液体，或安装洗瓶。不得直接加热须隔石棉网加热，防止骤冷骤热。
圆底烧瓶	分硬质、普通二种，容量一般250、500、1000毫升	用于进行蒸馏、煮沸、加热时进行各种反应操作。硬质玻璃的圆底烧瓶可以直接加热，普通圆底烧瓶需隔石棉网加热。
蒸馏烧瓶	容量一般 100、250、500毫升	在常压下蒸馏液体时用，亦能作为反应容器，隔石棉网加热，注意受热均匀。加热时，铁夹子夹在边管上侧的颈部，安装时应保护边管。
量 筒	容量一般是 10、50、100、250、500、1000毫升	用于量取一定体积的液体。使用时应根据所量液体的体积选择适当大小的量筒。不能加热，不能用作反应器，也不能装热的液体物。
漏 斗	有长颈和短颈二种。口径一般是 40、50、70、90、120毫米	用于过滤及将溶液或粉状固体转移到小口容器中时使用。
表 面 皿	直径一般是4.6、9、12、14厘米	主要用来复盖烧杯，也可用来称取固体药品。只能在水浴上加热。

无机化学实验基本操作

一、仪器的洗涤

化学实验室里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，所以应该保证这些仪器是很干净的。要求大家在每次实验完毕后应立即将仪器洗净。

洗涤仪器的方法很多，应根据实验的要求，污物的性质和沾污的程度来选择。无机实验中常用最简单的刷洗法。

用试管刷来刷洗仪器，在仪器内装满水，用适当大小的刷子擦去内壁上不溶于水的物质，不但要擦试污物，而且要擦试器皿的全部内壁。把水倒出后，用湿刷子刷洗的方法是不正确的，因为这样会把污物涂抹在内壁上。

用刷子洗滌时要小心,不要被试管刷顶端的铁丝撞破仪器,不要把玻璃擦出痕来。因此,用刷子时要注意保护毛刷的顶端。

洗净的要求: 干净的仪器一定可以完全被水沾湿, 在表面上留下一层均匀的水膜, 如果洗完以后仍然看到一些小水珠附着在内壁上, 这就表示仪器上有油脂或其他污秽物, 这时用去污粉、硷灰(不纯的 Na_2CO_3) 等可洗去油污和有机物质, 若仍洗不干净, 可用热的碱溶液洗, 如器壁上附着有氧化剂如二氧化锰, 可用浓盐酸(粗)洗。

在进行精确的分析实验时, 即使少量杂质也会影响实验的准确性, 因而要求用洗液来洗滌仪器。洗液是等体积的浓硫酸和饱和重铬酸钾溶液的混合物, 具有很强的氧化性、酸性和去污能力。

洗滌是这样进行的, 往仪器内加入洗液, 其用量约为仪器总容量的 $\frac{1}{6}$ 。然后使仪器倾斜, 慢慢转动仪器, 使仪器的内壁全部为洗液润湿, 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。(第一次洗下的水倒入废液缸内)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, 最好用水或去污粉把仪器洗一遍, 并尽量把仪器内的水去掉, 以免把洗液稀释。

2. 洗液用后应倒回原来瓶内, 可以重复使用, 已变为绿色的洗液不具氧化性不能使用(其中的重铬酸钾已还原为硫酸铬)。装洗液的瓶子要用塞子盖好, 以防止洗液吸水。

3. 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。

经自来水洗净的仪器上, 往往还留有 Ca^{++} 、 Mg^{++} 、 Cl^- 等离子。如果实验中不允许这些杂质存在, 应该用蒸馏水把它

们洗去。但是使用蒸馏水的目的，只是洗去附着在仪器内壁上的自来水，所以尽量少用蒸馏水。

洗涤仪器时，应该符合少量（每次用少量洗涤剂）多次（洗的次数多一些）的原则。这样做，不但是为了节约，而且能提高效率，使仪器洗得更干净。

已洗净的仪器，不能用布或纸擦拭，因为布或纸的纤维会留在器壁上而沾污仪器。

二、仪器的干燥

干燥仪器可以采用下列方法：

洗净的仪器可以放在电烘箱内烘干。在电烘箱内放置仪器时，应该注意使仪器的口朝上，以免水珠滴入电烘箱内，损坏电炉丝。



图1 烘干试管

烧杯或蒸发皿可以放在石棉网上，用小火烘干。

试管可用直接火加热烘干。操作时，先将试管外壁揩干，然后将试管略为倾斜，管口向下，在小火中不时地来回翻转试管，以赶掉水汽，最后应使管口朝上，再加热片刻，以赶尽水汽（图1）。

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。在这种情况下可用冷空气吹干，用易挥发性的溶剂冲洗等。

在实验结束后，可将洗净的仪器倒置在干净的实验柜内或仪器架上晾干。但是应该注意，一些倒置后不稳定的仪器（如

量筒)不宜采用此法。

三、酒精灯、酒精喷灯及煤气灯的使用法和各种加热方法

灯的使用

在实验室中，常使用酒精灯(图2)、酒精喷灯(图3)或煤气灯进行加热。

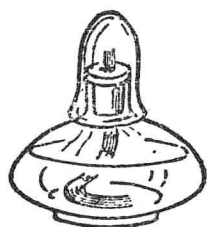


图2 酒精灯

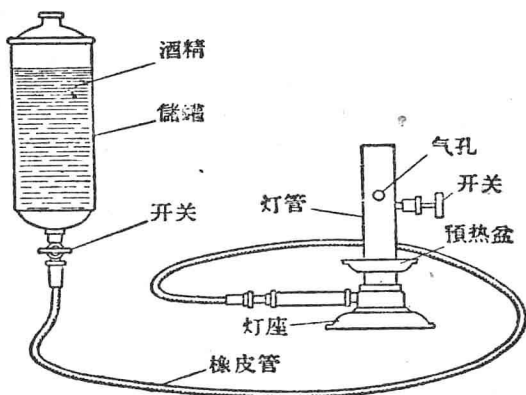


图3 酒精喷灯的构造

酒精灯的温度通常可达 $400\sim 500^{\circ}\text{C}$ ；酒精喷灯或煤气灯通常可达 $700\sim 1000^{\circ}\text{C}$ 。

1. 酒精灯的使用法

酒精灯一般是玻璃制的，其灯罩带有磨口。不用时，必须将灯罩罩上，以免酒精挥发。酒精易燃，使用时必须注意安全：

- ①灯内酒精不能装得太满，一般不宜超过其总容量的 $\frac{2}{3}$ ；
- ②点燃酒精灯之前，应先将灯头提起，吹去灯内的酒精蒸气；
- ③应

该用火柴点燃，不要用点燃着的酒精灯直接去点燃，否则灯内的酒精会洒在外面，引起燃烧；④需要添加酒精时，应先将火焰熄灭，然后借漏斗将酒精加入灯内；⑤要熄灭灯焰时，可将灯罩盖上，切勿用嘴去吹。

2. 酒精喷灯的使用法

酒精喷灯一般是金属制的。使用前，先在预热盆上注入酒精至满，然后点燃盆内的酒精，以加热铜质灯管。待盆内酒精将近燃完时，开启开关。这时由于酒精在灼热灯管内气化，并与来自气孔的空气混合，如以火燃点管口，即可得温度很高的火焰。调节开关的螺丝，可以控制火焰的大小。用毕后，向右旋紧开关，即可使灯焰熄灭。

应该注意，在开启开关、点燃管口以前，必须充分灼烧灯管，否则，酒精在灯管内不会全部气化，会有液体酒精由管口喷出，形成“火雨”，甚至引起火灾；喷灯不用时，必须关好储罐的开关，以免酒精漏失，造成危险。

3. 煤气灯的使用法

煤气灯是化学实验室中最常用的加热器具，其构造和使用方法见实验一。

加热方法

实验室中常用的仪器有烧杯、烧瓶、磁蒸发皿、试管等。这些仪器能够承受一定的温度，但不能骤热或骤冷，因此在加热前，必须将容器外面的水擦干，加热后不能立即与潮湿的物体接触。

当加热液体时，液体一般不宜超过容器总容量的一半。

1. 在烧杯、烧瓶等玻璃仪器中加热液体

在烧杯、烧瓶等玻璃仪器中加热液体时，玻璃仪器必须放在石棉网上(图4)，否则容易因受热不均而破裂。

2. 在水浴上加热

当要加热在 100° 以上容易分解的溶液，或维持一定的温度来进行各种实验时，需使用水浴加热(图5)。水浴一般是铜制的水锅(图6)，水浴上面可以放置大小不同的铜圈，以承受各种器皿(水浴也可用盛有水的烧杯来代替)。

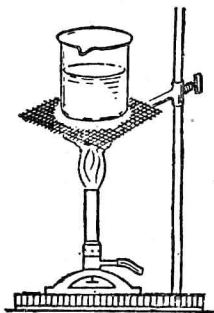


图4 烧杯加热

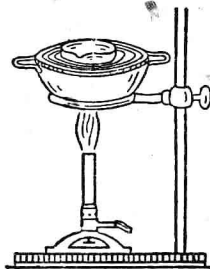


图5 水浴加热

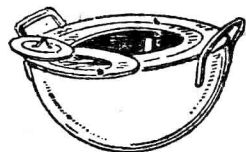


图6 水浴锅

使用水浴时，应注意下列两点：

(1) 水浴内盛水的量不要超过其总容量的 $\frac{3}{4}$ ，并应随时补充少量的热水，以经常保持其中有占总容量 $\frac{1}{4}$ 左右的水量。

(2) 当不慎将水浴中的水烧干时(此时煤气灯上的火焰呈绿色)，应立刻停止加热，待水浴冷却后，再加水继续使用。

3. 在试管中加热液体

试管中的液体一般可直接放在火焰上加热(图7)，但易分解的物质则应放在水浴中加热。

在火焰上加热试管时，应注意以下几点：

(1) 应该用试管夹夹持试管的中上部(微热时，可用拇指、食指和中指持试管)。

(2) 试管应稍微倾斜，管口向上，以免烧焦试管夹或烤痛

手指。

(3)应使液体各部分受热均匀,先加热液体的中上部,再慢慢往下移动,然后不时地上下移动,不要集中加热某一部分,否则将使蒸气骤然发生,液体冲出管外。

(4)不要将试管口对着别人或自己的脸部,以免溶液溅出时把人烫伤。

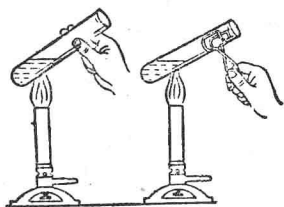


图7 加热试管内的液体

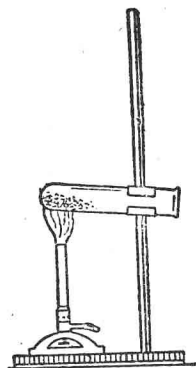


图8 加热试管中的固体

4. 在试管中加热固体

在试管中加热固体时,必须注意不要使凝结在试管上的水珠流到灼热的管底,使试管破裂,而必须使试管口稍微向下倾斜。试管可用试管夹夹持起来加热,有时也可用铁夹固定起来加热(图8)。

四、量筒和容量瓶的使用方法

量筒

量筒是化学实验中量取液体试剂的量具,它是一种具有刻度的玻璃圆筒。量筒的容量分为10毫升、50毫升、100毫升、500毫升等数种。使用时,把要量取的液体注入量筒中,使视线

与量筒内液体凹面的最低处保持水平,然后读出量筒上的刻度,即得液体的容量(图9)。

在进行某些实验时,如果不需要十分准确地量取试剂,可以不必每次都用量筒,只要学会估计从试剂瓶内倒出液体的量即可。例如,知道2毫升液体占一支15毫升试管总容量的几分之几,移取2毫升液体应该由滴管中滴出多少滴液体,等等。

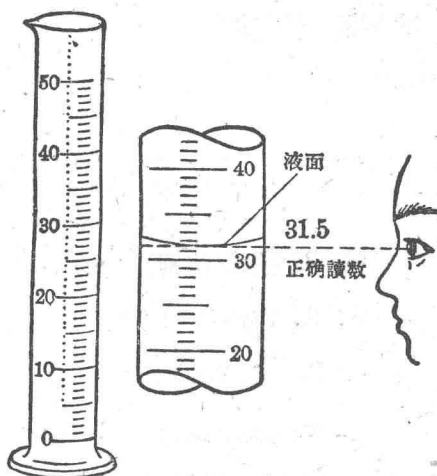


图9 量筒及其读数法



图10 容量瓶

容量瓶

容量瓶是用来准确地配制一定体积和一定浓度的溶液的量具。例如,用来配制一定体积的一定克分子浓度或当量浓度的溶液。在容量瓶的颈部有一刻度线。在一定温度时,瓶内到达刻度线的液体的体积是一定的。图10所示为20℃时容量为100毫升的容量瓶。使用时,先将容量瓶洗净,再将一定量的固体溶质放在烧杯中,加少量蒸馏水溶解。将此溶液沿着玻璃棒小