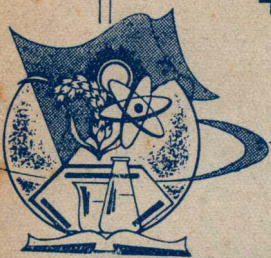


中等专业学校试用教材



无机化学实验

吉林省石油化工学校 编

化学工业出版社

中等专业学校试用教材

无机化学实验

吉林省石油化工学校 编

化学工业出版社

本书是根据1978年化工部南宁教材会议上制定的《无机化学编写大纲》编写的，主要是配合无机化学的教学，其内容主要有三个方面：实验室基本知识、无机化学实验基本操作、主要无机物的性质实验等。

本书可作为化工中等专业学校无机化学实验的教科书。

中等专业学校试用教材

无机化学实验

吉林省石油化工学校 编

*

化学工业出版社 出版

(北京和平里七区十六号楼)

化学工业出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行

*

开本 $787 \times 1092^{1/32}$ 印张 2 字数45千字印数1·23,150

1980年6月北京第1版1980年6月北京第1次印刷

书号15063·3167(K-206)定价0.17元

编 者 的 话

无机化学实验的主要任务是通过实验教学，加深对无机化学中基本理论、无机化合物性质和反应性能的理解，熟悉无机化合物的一般分离和制备方法，掌握无机化学的基本实验方法和操作技能，培养学生严谨的科学态度和分析问题、解决问题的能力。

本教材是为了配合化工类中专《无机化学》的教学而编写的，各校在使用时可根据自己的条件进行适当的增删。

本教材是根据化工部南宁教材编写会议制定的《无机化学编写大纲》由吉林省石油化工学校张增智，罗光和两位同志编写的，由于时间紧迫和水平有限，有不当之处请各校师生批评指正。

《无机化学》编写组

一九七九年二月

目 录

一、实验规则	1
二、化学药品的取用	2
三、实验室安全规则	3
四、实验室中一般伤害的处理	4
五、灭火常识	5
六、无机化学中的基本仪器	6
实验一 玻璃仪器的洗涤和煤气灯等的使用	6
实验二 玻璃管操作和塞子钻孔	13
实验三 食盐的提纯	19
实验四 溶液的配制	22
实验五 化学反应速度与化学平衡	22
实验六 电解质溶液	26
实验七 电解质溶液的电解	27
实验八 卤素及其化合物的性质实验	28
实验九 硫的化合物性质实验	32
实验十 氮和磷及其化合物性质实验	34
实验十一 碳硅硼的化合物性质实验	37
实验十二 钾、钠、钡、钙、镁及其化合物性质实验	39
实验十三 铝及其化合物的性质实验	43
实验十四 锡、铅的化合物性质实验	44
实验十五 铜、银的化合物性质实验	46
实验十六 络合物的生成和性质实验	48
实验十七 锌、镉、汞的化合物性质实验	50
实验十八 铬、锰的化合物性质实验	53
实验十九 铁、钴、镍的化合物性质实验	56
实验二十 硫酸亚铁铵的制备	59

一、实验规则

1. 实验前应遵守的规则

(1) 实验前应认真阅读实验讲义和有关教材,以便对实验目的、要求、原理和操作步骤有足够的了解和掌握。

(2) 不得私自进入实验室。在上课前十分钟经指导教师允许后才可以进入实验室。

(3) 应准备好记录本,以便做记录。

(4) 实验前应该把自己的实验台擦净,然后洗涤仪器。

2. 实验过程中应遵守的规则

(1) 不得大声谈笑。

(2) 随时保持实验台的整洁,火柴杆、纸张、碎玻璃等物质,不要随手乱丢,也不要投入水槽,应该把它们放入废物缸中。

(3) 进行实验时,应细心观察实验的每一过程,并研究过程的每一细节。把看到的和想到的及时地记录在记录本上。

(4) 实验后的废液,如果没有回收意义,应该倒入废物缸中,不要倒入水槽中。

3. 实验后应遵守的规则

(1) 实验结束后应立即洗涤仪器和擦净实验台。

(2) 应根据原始记录,联系理论知识,认真处理实验数据,分析问题,写出实验报告,按时交给指导教师。

(3) 把实验室打扫干净,经教师允许后才能离开实验室。

二、化学药品的取用

根据药品中杂质含量的不同，我国把试剂级化学药品分为优级纯、分析纯和化学纯三种规格。可以根据实验的不同要求选用不同级别的试剂。一般说来，在无机化学实验中，化学纯级别的试剂已够用，只有在个别的实验中才需要使用分析纯级别的试剂。

固体试剂一般都装在易于拿取的广口瓶中，液体试剂或配制的溶液则盛放在易于倒取的细口瓶或带有滴管的滴瓶中。见光易分解的试剂（例如硝酸银等）则应盛放在棕色瓶中。每一个试剂瓶上都应贴有标签，上面写明试剂的名称、浓度（若为溶液时）和日期。在标签外面应涂上一层蜡来保护它。

1. 固体试剂的取用规则

（1）不能用手拿取化学试剂，必须用干净的药勺取试剂。用过的药勺必须洗净和擦干后才能再使用，以免沾污试剂。

（2）取用药品后，必须立即盖上瓶塞，并且应该避免盖错瓶塞。取完药品后，应该把药品瓶放回原处。

（3）取用和称量固体试剂时，应按照讲义中规定的量取出，未指定用量时应尽量取用最小量，千万注意不要多取。取多了的药品，不能倒回原瓶，可放在指定容器中供他人使用。

（4）一般的固体试剂可以在干净的纸上或表面皿上进行称量。具有腐蚀性，强氧化性或易潮解的固体试剂不能在纸上称量。不准使用滤纸来盛放和称量固体试剂，以免浪费。

（5）有毒药品必须在教师指导下才能取用。

2. 液体试剂的取用规则

（1）从滴瓶中取用液体试剂时，滴管决不能触及所使用的容器器壁，以免沾污。滴管放回原滴瓶时不要放错。不准用

自己的滴管到瓶中取药。

(2) 取用细口瓶中的液体试剂时, 先将瓶塞反放在桌面上, 不要弄脏。然后把试剂瓶上贴有标签的一面握在手心中, 逐渐倾斜瓶子, 倒出试剂。试剂应该沿着洁净的试管壁流入试管或沿着洁净的玻璃棒注入烧杯。取出所需量后逐渐竖起瓶子, 把瓶口剩下的一滴试剂碰到试管或烧杯中去, 以免液滴沿着瓶子外壁流下。盖瓶盖时不要盖错。

(3) 定量取用液体药品时, 可使用量筒或移液管。取多了的试剂不能倒回原瓶, 可倒入指定容器中供他人使用。

三、实验室安全规则

(1) 煤气灯不使用时, 一定要关闭进气开关, 否则煤气大量逸出会引起中毒、燃烧和爆炸事故。

(2) 实验室内严禁饮食、吸烟。实验完毕, 必须洗净双手。

(3) 易燃药品(如乙醇、乙醚、丙酮、汽油、苯、二硫化碳等)应远离火源, 并且不能直接用火加热, 一旦燃着必须用砂子来覆盖火焰。

(4) 钾、钠和白磷等暴露在空气中易燃烧。所以钾、钠应保存在煤油中, 白磷则可保存在水中。取用它们时要用镊子。

(5) 能产生有刺激性或有毒气体的实验必须在通风橱内进行。

(6) 有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物、氰化物等)不得进入口内或接触伤口。剩余的废液也不能随便倒入下水道。

(7) 不纯的氢气遇火易爆炸, 操作时必须严禁接近烟火。在点燃前, 必须先检验并确保纯度。银氨溶液不能保存, 因久

置后也易爆炸。某些强氧化剂（如氯酸钾、硝酸钾、高锰酸钾等）或其混合物不能研磨，否则将引起爆炸。

（8）浓酸、浓碱具有强腐蚀性，切勿使其溅在皮肤或衣服上，眼睛更应注意。稀释它们时（特别是浓硫酸），应将它们慢慢倒入水中，而不能相反进行，以避免飞溅。

（9）不要俯视正在加热的液体，以免烫伤。当加热试管时，试管口不要对着自己或旁人。不要俯向容器去嗅放出的气体，应离开一些，慢慢地用手把逸出的气体扇向自己的鼻子。

（10）金属汞易挥发，它通过人的呼吸而进入体内，逐渐积累会引起慢性中毒。所以不能把汞洒落在桌上或地上。一旦洒落，必须尽可能收集起来，并用硫磺粉盖在洒落的地方，使汞转变为不挥发的硫化汞。

（11）实验室所有药品不得携出室外。用剩的有毒药品应交还给教师。

（12）离开实验室，应检查一下水门、电门、煤气开关、门窗是否关闭。

四、实验室中一般伤害的处理

（1）玻璃管割伤，伤口内若有玻璃碎片，须先挑出，然后抹上红药水并进行包扎。

（2）烫伤，切勿用水冲洗。在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液，或用浓高锰酸钾溶液润湿伤口，至皮肤变为棕色。

（3）酸（或碱）溅入眼内，立刻先用大量水冲洗，然后相应地用硼酸溶液或饱和碳酸氢钠溶液冲洗，最后再用水冲洗。

（4）吸入氯、氯化氢等刺激性或有毒气体时，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，应立即到通风处或室外呼吸新鲜空气。

(5) 毒物进入口内时, 先把 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, 然后立即送医院。

(6) 触电, 首先切断电源, 然后在必要时进行人工呼吸。

五、灭 火 常 识

一般起火的原因有四种:

(1) 可燃的固体药品或液体药品因接触火焰或处在高温下而燃烧。

(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(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)。

一旦起火, 千万不能惊慌失措, 要沉着、冷静果断地根据起火的原因和火场周围的情况, 采取不同的扑灭方法:

1. 防止火势扩展

(1) 关闭煤气灯和停止加热。

(2) 停止通风以减少空气流通。

(3) 拉开电闸以免引起电线燃烧。

(4) 把一切可燃性物质(特别是有机物质和易爆炸的物质)移至远处。

2. 扑灭火焰

扑灭火焰一般常采用下面几种方法:

(1) 固体物质着火, 一般可把沙子抛洒在着火的物体上(各实验室都应备有沙箱, 并放在固定的位置上), 就可灭火。

(2) 用泡沫灭火器喷射起火处, 泡沫就把燃烧物体包住, 使它与空气隔绝, 而使火焰熄灭。

(3) 用四氯化碳灭火器(四氯化碳沸点低、比重大、不可燃)喷洒在燃烧物表面, 四氯化碳液体迅速气化, 生成比重较大的气体使燃烧物体与空气隔绝, 而把火焰熄灭。此法最适合于扑灭电火花引起的火灾, 注意, 电气设备引起着火时, 要先切断电源, 不能用泡沫灭火器和水去灭火, 而要用此方法灭火。

(4) 只有火场及其周围没有存放与水发生剧烈反应的药品(如金属钠)时才能用水来灭火。

(5) 衣服着火时, 应迅速用水或湿布抹熄。抹不熄时, 应立即将衣服脱下, 千万不能乱跑, 以免火势扩大。

六、无机化学中的基本仪器

无机化学实验仪器如图 1、2 所示。

实验一 玻璃仪器的洗涤和煤气灯等的使用

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”两字的含义决不是我们日常所说的干净, 而是具有纯净的意思。

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;

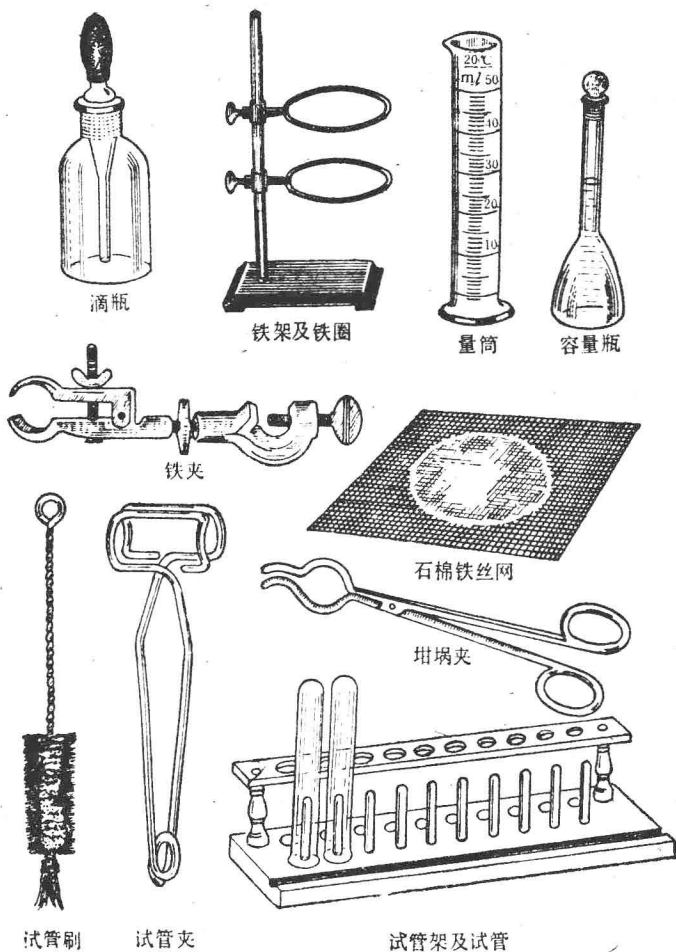


图 1 无机化学实验仪器（一）



图 2 无机化学实验仪器 (二)

(1) 用水刷洗 用毛刷就水刷洗,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脱落下来。但往往洗不去油污和有机物质。

(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、细沙等混合而成的。使用时，首先把要洗的仪器用水湿润（水不能多），撒入少量去污粉，然后用毛刷擦洗。碳酸钠是一种碱性物质，具有强烈的去油污能力，而细沙的摩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，采取“少量多次”的原则。这样洗出来的仪器的器壁就完全干净了，把仪器倒置时就会观察到仪器中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 这种洗液是由等体积的浓硫酸和饱和的重铬酸钾溶液配制而成的，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，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。转几圈后，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，因为铬酸洗液的成本较高。但实验要求高的仪器除外。

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。当洗液洗用到出现绿色时（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这种物质的性质, 对症下药, 采用适当的药品来处理它。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, 决不能再布或纸去擦拭。否则, 至少布或纸的纤维将会留在器壁上而沾污仪器。

2. 仪器的干燥

(1) 加热烘干 洗净的仪器可以放在电烘箱内 (控制在 105°C 左右) 烘干。应先尽量把水倒干, 然后放进去烘。一些常用的烧杯, 蒸发皿可置于石棉网上用小火烤干。试管则可以直接用火烤干, 但必须把试管向下, 以免水珠倒流炸裂试管 (图 3)。同时要不断来回移动试管, 烤到不见水珠后, 将管口朝上, 赶尽水汽。

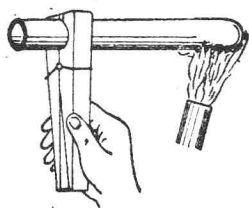


图 3 烤干试管

(2) 晾干和吹干 洗净的仪器如果不马上用, 可倒置于干净的实验柜内或仪器架上晾干。

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。为了使这些仪器很快干燥, 可以在已洗净的仪器中加入少量易挥发的有机溶剂 (最常用的是酒精或酒精与丙酮按体积比 1:1 的混合物), 然后倾斜并转动仪器, 使器壁上的水与这些有机溶剂互相溶解混合, 然后倾出它们。少量残留在仪器中的混合物, 很快就挥发而干燥, 假如利用吹风机往仪器中吹风, 那就干得更快。

二、煤气灯、酒精灯和酒精喷灯的使用

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。它的式样虽多, 但构造原理是一样的。它由灯管和灯座所组成

(见图4)。灯管的下部有螺旋，可与灯座相连，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（见图5）：

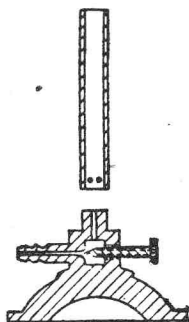
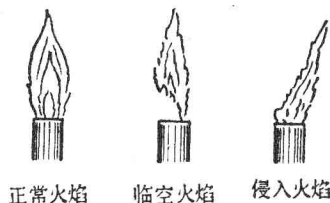


图4 煤气灯的构造



图5 正常火焰的各部分

1—氧化焰；2—还原焰；3—焰心



正常火焰

临空火焰

侵入火焰

图6 各种火焰的形状

内层(焰心)——煤气、空气混合物并未燃烧, 温度低, 约为 300°C 左右。

中层(还原焰)——煤气不完全燃烧, 并分解为含碳的产物, 所以这部分的火焰具有还原性, 称为“还原焰”, 温度较高, 火焰呈淡蓝色。

外层(氧化焰)——煤气完全燃烧, 过剩的空气使这部分火焰具有氧化性, 称为“氧化焰”, 温度最高。高温点在还原焰上部的氧化焰中, 约为 $800\sim 900^{\circ}\text{C}$ 。火焰呈淡紫色。实验时, 一般都用氧化焰来加热。

当空气或煤气的进入量调节得不合适时, 会产生不正常的火焰(见图6)。当煤气和空气的进入量都很大时, 火焰就临空燃烧, 称为“临空火焰”。当引燃用的火柴熄灭时, 它也立刻自行熄灭。当煤气进入量很小, 而空气进入量很大时, 煤气会在灯管内燃烧而不是在灯管口燃烧, 这时还能听到特殊的嘶嘶声和看到一根细长的火焰。这种火焰叫做“侵入火焰”。它将烧热灯管, 一不小心就会烫伤手指。有时在煤气灯使用过程中, 煤气量突然因某种原因而减少, 这时就会产生侵入火焰, 这种现象称为“回火”。遇到临空火焰或侵入火焰时, 应关闭煤气门, 重新调节和点燃。

2. 酒精灯

酒精灯一般是玻璃制的, 其灯罩带有磨口(见图7)。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, 一般以不超过其总容量的 $\frac{2}{3}$ 为宜; 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