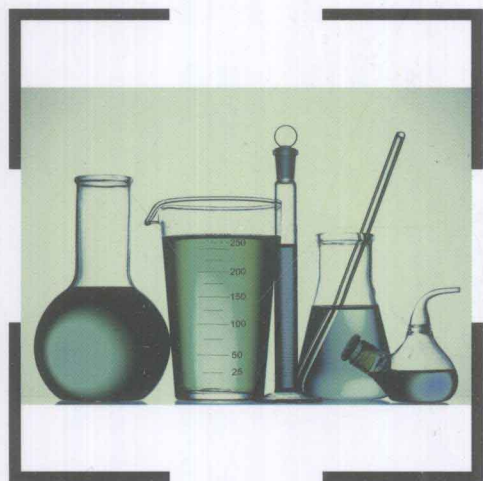


21世纪高等院校实验教学改革与创新系列教材

Inorganic Chemistry Experiment

无机化学实验



杨立新 © 主编



湘潭大学出版社

21 世纪高等院校实验教学改革与创新系列教材

无机化学实验

主 编：杨立新

副 主 编：刘恩辉 朱启安 苏国钧

参编人员(按姓氏笔画为序)：

齐红蕊 李涛海 易 捷

周元清 曹 靖

湘潭大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验 / 杨立新主编. — 湘潭 : 湘潭大学出版社, 2011.9

ISBN 978-7-81128-347-1

I. ①无… II. ①杨… III. ①无机化学—化学实验—高等学校—教材 IV. ①O61-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 179600 号

无机化学实验

杨立新 主编

责任编辑: 丁立松

封面设计: 胡 瑶

出版发行: 湘潭大学出版社

社 址: 湖南省湘潭市 湘潭大学出版大楼

电话(传真): 0731-58298966 邮编: 411105

网 址: <http://xtup.xtu.edu.cn>

印 刷: 国防科技大学印刷厂

经 销: 湖南省新华书店

开 本: 787×1092 1/16

印 张: 17.5

字 数: 426 千字

版 次: 2011 年 9 月第 1 版 2011 年 9 月第 1 次印刷

书 号: ISBN 978-7-81128-347-1

定 价: 36.00 元

(版权所有 严禁翻印)

总 序

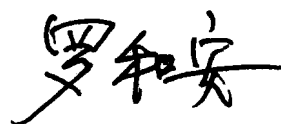
为了提高国家的持续发展能力、综合实力和国际竞争力,党中央、国务院提出构建创新型国家体系、增强自主创新能力的战略,鼓励创造,鼓励创新,特别是鼓励原始创新。创新的关键在人才,人才的成长靠教育。推动教育事业特别是高等教育事业的发展,培养和造就一大批基础扎实、具有创新精神和创新能力的高素质拔尖人才,是构建国家创新体系、建设创新型国家的基础。

正是在这样的背景下,湘潭大学出版社经过精心策划,组织实验教学一线的专家和教师编写了这套“21 世纪高等院校实验教学改革与创新系列教材”。实验教学是培养学生创新能力的基本途径,是培养高素质创新人才教学体系的重要组成部分。目前,对作为连接理论与实践的纽带和激发学生发现问题、研究问题、独立解决问题能力的重要环节——实践教学的研究,还显得相对不足;对如何进一步深化实验教学改革,创新实验教学方法、途径,以更好地发挥实验教学对培养学生创新思维与创造技能的平台作用方面的研究与探讨,尚待深入;已出版的实验教材还比较零散,不成体系和规模,高质量、高水平的实验教材建设与实验教学之间还存在一定的差距。随着科技的发展,各种实验手段、实验仪器不断更新,传统实验教学中的许多范例、方法,既不能体现与学科发展相适应的前沿性,也不能体现与产业相衔接的应用性,许多实验教材严重滞后于实验教学的现实需要和教学改革的进程。要实现创新人才培养的重要目标,必须重视实验教学;要实现教学目标,达到好的教学效果,则必须以实验教材为基础,必须有好的实验教材作支撑。因此,湘潭大学出版社出版的这套实验教学改革与创新系列教材就非常有意义。

这套教材最大的特点是融入了许多新的实验教学理念和教学方法,引入了新的实验手段与实验方法,尤其是增加了计算机技术在实验中的应用,有利于激发学生的学习兴趣,增强学生对现代高新技术的了解,具有一定的新颖性和前瞻性。教材范围涵盖了物理、化学、计算机、机械等几大传统学科专业,并注意区分了理科和工科教学过程中各自的侧重,做到

了理工交融,也较好地实现了实践性与理论性、基础性与先进性、基本技能与学术视野、传统教学与开放教学的相互结合。好的实验教材既是实验教学成果的直接反映,也是先进的实验教学理念传播的重要载体。相信湘潭大学社出版的这套系列教材,能够为我们提供有益的借鉴,也相信广大教育理论研究和教师,在不断推进实验教学改革与创新过程中,一定能够探索出新的经验,推出新的成果,编写出更多的精品教材,进一步推广先进的实验教学理念和教学方法,提升实验教学质量与水平,为培养高素质的创新人才,建设创新型国家作出新的贡献。

是为序。

A stylized handwritten signature in black ink, reading '罗和安' (Luo He'an).

2009 年 3 月

前 言

无机化学实验作为大学理工科基础化学实验教学基本内容之一,对训练学生的动手能力、观察能力,培养学生的分析问题和解决问题的能力起着十分重要的作用。本书在湘潭大学化学学院无机化学教研室编写的《无机化学实验》的基础上,根据“高等学校基础课实验教学示范中心建设标准”和“拓宽基础、加强复合、提高素质、发展个性”,以及理论性与实践性相结合、基础性与先进性相结合、基本技能与学术视野相结合的实验教学理念,充分考虑无机化学学科的发展和教学改革的需要及仪器设备的更新情况编写而成。全书包括无机化学实验基础知识、无机化学基础实验、无机化学综合实验与化学基本数据和用表 4 个部分,涉及 55 个实验项目、多种常用仪器设备和各种玻璃仪器的操作使用。

本书安排的 31 个基础实验项目分为基本操作、基本原理和元素化学 3 个方面,包括无机化学的各个分支领域,这有利于学生基本技能的训练和对实验方法、理论知识的掌握。24 个综合实验项目分为制备实验和研究型实验 2 个方面,着重强调了无机化合物的制备技术与方法以及对特定应用研究或基础研究方向的实验过程和原理,目的是希望学生能从实验中领会化学科学创造物质的魅力,体会化学实验的乐趣,进一步掌握实验技能和提高认知能力,培养学生良好的实验习惯,提高学生的创新素质和能力。

本书有以下几个特点:第一,在实验原理的叙述上注重与无机化学理论课程的联系,在实验方法的介绍中注意实验的设计思路,便于学生把实验内容与实验原理、元素性质联系起来。第二,在实验方法上强化了实验基本操作的规范性,在实验中给出了注意事项,加强了实验的指导作用,并及时更新了实验手段与方法,仪器的使用方法编排在相对应的实验内容之中,以让学生有充足的机会阅读仪器使用说明和使用要求。第三,在实验部分设计了规范的数据记录及处理分析表格,有利于培养学生实验过程的严谨性和规范性,便于学生对实验结果的记录、总结和表述,提高实验报告撰写质量等。第四,在第四篇中给出了数据的物理意义和相应的解释说明。

本书由杨立新任主编,由湘潭大学化学学院杨立新、刘恩辉、朱启安、苏国钧、齐红蕊、李涛海、易捷、周元清和曹靖共同编写而成。编写过程中得到了湘潭大学化学学院领导和湘潭大学出版社朱美香编审的大力支持和帮助,在此一并表示衷心感谢!

本书可作为高等学校化学化工类和材料、药学类各专业的无机化学实验课程教材,也可供从事有关化学化工研究的科研人员参考。

限于编者水平,书中错漏之处在所难免,恳请读者和同行不吝赐教,给予批评指正。

编 者

2011 年 8 月

目 录

第一篇 无机化学实验基础知识

1.1 怎样做好无机化学实验	(1)
1.1.1 明确实验目的	(1)
1.1.2 掌握学习方法	(1)
1.1.3 遵守实验规则	(2)
1.1.4 注意实验安全	(3)
1.1.5 防火与灭火	(4)
1.1.6 防爆炸	(6)
1.2 无机化学实验常用仪器介绍	(8)
1.3 无机化学实验基本操作	(19)
1.3.1 酒精灯、酒精喷灯的使用方法	(19)
1.3.2 玻璃仪器的洗涤	(19)
1.3.3 加热方法	(20)
1.3.4 试剂的取用	(21)
1.3.5 沉淀的分离与洗涤	(21)
1.3.6 量筒、容量瓶、移液管和滴定管的使用	(24)
1.3.7 台秤的使用	(27)
1.3.8 试纸的使用	(27)
1.4 误差的概念、有效数字与作图方法	(28)
1.4.1 测定结果的准确度和精密度	(28)
1.4.2 定量分析中误差产生的原因	(29)
1.4.3 消除或减免误差、提高分析准确度的方法	(31)
1.4.4 有效数字及运算规则	(32)
1.4.5 作图方法简介	(33)
1.5 实验报告的写法	(34)

第二篇 无机化学基础实验

2.1 基本操作实验	(38)
实验 1 氯化钠的提纯	(38)
实验 2 分析天平的使用	(41)
实验 3 溶液的配制和酸碱滴定	(48)
实验 4 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 离子的萃取分离	(52)
实验 5 离子交换法制纯水	(57)

2.2 基本原理实验	(61)
实验 6 阿伏伽德罗常数的测定	(61)
实验 7 凝固点降低法测定硫的相对分子质量	(64)
实验 8 化学反应速度与化学平衡	(68)
实验 9 Fe^{3+} 与 I^- 反应级数的测定	(72)
实验 10 电解质溶液的均相平衡	(77)
实验 11 醋酸电离度和电离常数的测定	(80)
实验 12 沉淀平衡	(84)
实验 13 二氯化铅溶度积的测定	(87)
实验 14 氧化还原与电化学	(91)
实验 15 配位化合物生成和配位平衡	(95)
实验 16 磺基水杨酸合铁(Ⅲ)配合物的组成及其稳定常数的测定	(99)
实验 17 银氨配离子配位数的测定	(104)
实验 18 摩尔气体常数的测定	(107)
2.3 元素化学实验	(112)
实验 19 碱金属和碱土金属	(112)
实验 20 碳、硅、硼	(116)
实验 21 锡、铅、铝	(119)
实验 22 氮和磷	(122)
实验 23 砷、锑、铋	(126)
实验 24 过氧化氢、硫及其化合物	(130)
实验 25 卤素	(134)
实验 26 铜和银	(139)
实验 27 锌、镉、汞	(143)
实验 28 钛和钒	(146)
实验 29 锰、铬、钼、钨	(149)
实验 30 铁、钴、镍	(154)
实验 31 水溶液中钠、钾、铵、镁、钙、钡等离子的分离和检出	(158)

第三篇 无机化学综合实验

3.1 制备实验	(162)
实验 32 转化法制备硝酸钾	(162)
实验 33 由废铜屑制备硫酸铜	(166)
实验 34 二氧化铅的制备	(168)
实验 35 硫酸亚铁铵的制备	(170)
实验 36 硫代硫酸钠的制备	(173)
实验 37 磷酸二氢钠和磷酸氢二钠的制备	(176)
实验 38 铬酸铅的制备	(178)
实验 39 十二钨磷酸的制备	(180)
实验 40 由钛铁矿制备二氧化钛	(182)

目 录

实验 41	由铬铁矿制备重铬酸钾	(184)
实验 42	由软锰矿制备高锰酸钾	(187)
实验 43	从废钒催化剂中提取五氧化二钒	(191)
3.2	研究型实验	(193)
实验 44	铁氧体法处理含铬废水	(193)
实验 45	活性氧化锌的制备	(195)
实验 46	铝的阳极氧化与着色	(199)
实验 47	三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备、性质和组成	(204)
实验 48	电解法制备高铁酸钾	(208)
实验 49	二元羧酸的化学振荡反应	(211)
实验 50	化学镀及塑料电镀	(214)
实验 51	净水剂聚合氯化铝的制备	(222)
实验 52	水合草酸合铜(Ⅱ)酸钾晶体的控制生长	(226)
实验 53	水热法制备纳米氧化铁	(230)
实验 54	溶胶-凝胶法制备纳米级钛酸铅	(233)
实验 55	未知物的研究	(235)
第四篇 化学基本数据和用表		
4.1	不同温度下水的饱和蒸气压	(237)
4.2	气体在水中的溶解度	(238)
4.3	常用酸、碱的浓度	(239)
4.4	常用缓冲溶液的 pH 范围	(239)
4.5	常见沉淀物生成时的 pH 值	(240)
4.6	某些无机化合物的溶解度	(242)
4.7	常见金属化合物在水中的溶解性	(244)
4.8	酸碱指示剂	(245)
4.9	常见阳离子的分离和鉴定方法	(246)
4.10	常见阴离子的鉴定方法	(248)
4.11	常见配离子的稳定常数	(250)
4.12	弱电解质的电离常数	(250)
4.13	溶度积常数	(252)
4.14	常见离子和化合物的颜色	(253)
4.15	某些试剂的配制	(255)
4.16	标准电极电势	(258)
4.17	氯化钾溶液的电导率	(264)
4.18	化学试剂的规格	(266)
4.19	常用有机试剂的沸点和相对密度	(266)
4.20	元素的相对原子质量	(267)
参考文献		(269)

第一篇 无机化学实验基础知识

1.1 如何做好无机化学实验

1.1.1 明确实验目的

化学是一门实验性很强的学科,而无机化学又是所有化学课程的基础。为了很好地领会和掌握无机化学的基本理论和基础知识,认识物质的化学性质,无机化学实验教学是不可缺少的重要环节。

通过实验,使学生获得大量物质变化的第一手感性知识,进一步熟悉元素及化合物的重要性质和反应,掌握重要无机化合物的制备及分离方法,掌握某些基本常数的测定原理和方法,将课堂上讲授的基本概念、基础理论、基础知识得到理解、验证、巩固和运用。

通过实验,培养学生正确地掌握实验的基本操作,得出准确的数据和结果。实验基本操作的训练具有极其重要的意义,它是培养学生逐步掌握科学研究方法的基础。

通过实验,培养学生独立思考和独立工作能力。要求学生能独立地准备并进行实验;细致地观察和记录实验现象;归纳、综合、正确处理实验数据;写出合格的实验报告等。

通过实验,培养学生的科学工作态度和习惯。科学工作态度是指实事求是的作风,忠实于所观察的客观现象和所得的数据。科学工作习惯是指操作正确、观察细致、记录准确、安排合理、整齐清洁等。

无机化学实验的任务就是通过无机化学实验教学,逐步地达到上述目的,为学生进一步学习后续化学课程和实验打下基础,培养其基本的科研能力。

1.1.2 掌握学习方法

要达到实验的目的就必须具备良好的学习态度和掌握正确的学习方法。无机化学实验的学习方法大致可分为下列三个步骤:

1. 预习。预习是做好实验的前提,预习应达到下列要求:仔细阅读实验教材和教科书中的有关内容;明确本实验的目的;了解实验的内容、步骤、操作过程和实验时应当注意的事项;在预习的基础上,写好预习报告;准备实验思考题。学生没有预习或者预习不够充分,教师可暂停该学生进入实验室,直至做好预习以后再进行实验。

2. 操作。在实验过程中应保持肃静,严格遵守实验室规则。根据实验教材内容和指导教师的要求独立完成实验的每一步操作,要求操作认真、观察仔细、记录翔实。若发现有实验异常现象,首先应停止该步操作,分析产生异常的各种可能原因,再继续操作,或通过对照试验、空白试验或自己重新设计实验完成该步操作。遇到疑难问题经自己思考分析仍难以解决时,可提请指导教师帮助答疑。做完实验,整理实验台,搞好实验室卫生,并将实验记录

交教师审阅签字后方能离开实验室。

3. 实验报告。实验报告是对实验项目的总结。一般包括下列内容：

(1) 实验目的。主要写出通过本次实验应该掌握哪些方面的基本知识点和哪些基本操作等。

(2) 实验内容和实验原理。要求用自己的语言,精炼地把相关实验内容和实验原理描述完整。

(3) 实验步骤、实验现象以及现象解释。要求尽量用简图、表格、化学式或通用的符号等书写,对实验过程中所观察到的实验现象加以解释。

(4) 数据处理和结果讨论。根据记录的数据进行计算处理,并将结果与理论值比较,分析产生误差的原因,根据对实验现象的解释和数据处理得出实验结论。

以上所述实验过程必须经历的三个主要环节是考核学生无机化学实验成绩的重要依据和标准。

1.1.3 遵守实验规则

1. 实验前一定要做好预习和实验准备工作,检查所需的药品、仪器是否齐全,如发现破损或缺少,应立即报告指导教师,按规定手续向实验准备室补领。未经老师同意,不得擅自拿他人使用的仪器。公用仪器和临时公用的仪器用毕应洗净,并立即送回原处。实验时损坏仪器,如属责任事故,应按规定赔偿,然后向实验预备室换领新仪器。

2. 遵守纪律,保持肃静,集中思想,认真操作,不准大声喧哗,不得到处乱走。

3. 仔细观察各种现象,如实做好记录。离开实验室前,原始记录必须经指导教师签字。

4. 实验台上的仪器应有条理地放在一定的位置,并经常保持台面整洁。废纸、火柴梗、碎玻璃和废液等均应分别收集、处理,严禁倒入下水池,以防水池淤塞和腐蚀下水管道。

5. 爱护国家财物,小心使用仪器设备,注意节约用水、用电和各种试剂。

6. 使用药品时应注意以下几点:

(1) 药品应按规定量取用,如果书中未规定用量,应注意节约,尽量少用。

(2) 取用固体药品时,注意勿使其撒落在实验台和地面上。

(3) 药品自瓶中取出后,不应再倒回原瓶中,以免带入杂质而引起瓶中药品变质。

(4) 试剂瓶使用完毕,应立即盖好塞子,并放回原处,以免和其他试剂瓶上的塞子搞错,混入杂质。

(5) 同一滴管在未洗净时,不应在不同的试剂瓶中吸取溶液。

(6) 实验教材中规定的在实验完成后要回收的药品,都应倒入回收瓶中。

7. 使用精密仪器时,必须严格按操作规程进行操作,细心谨慎,避免粗枝大叶而损坏仪器。如发现仪器有故障,应立即停止使用,报告教师,及时排除故障。

8. 实验后应将玻璃器皿洗刷干净,放回规定位置。实验台和试剂架等必须揩净,最后检查水龙头是否关紧,电闸是否断开。

9. 每次实验后由学生轮流值勤,负责打扫和整理实验室,并检查水龙头、门、窗是否关紧,电闸是否拉掉,以保持实验室的整洁和安全。

10. 实验室的一切物品,未经实验室主管人员同意,不得带出实验室,一经发现,视情节轻重给以纪律处分。

11. 如果发生意外事故,应保持镇静,不要惊慌失措;遇有烧伤、烫伤、割伤时应立即报告教师,及时急救和治疗。

1.1.4 注意实验安全

进行化学实验时,除水电以外,还有很多易燃、易爆、有腐蚀性和有毒性的化学药品,熟悉一般的安全知识和防范措施,重视安全操作是非常必要的。

发生安全事故不仅损害个人的健康,还会危及周围的人,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注意事项。在实验过程中,应集中精力,严格遵守安全守则,以防意外事故的发生。再次,要学会一般救护措施,一旦发生意外事故,可进行及时处理。最后,对于实验室的废液,也要了解和学会简单的处理措施,以保持实验室环境不受污染。

1. 实验室安全守则

(1) 不要用手、湿物接触电源。水电一经使用完毕,就立即关闭水龙头,拉掉电闸。点燃的火柴用后立即熄灭,不得乱扔。

(2) 严禁在实验室内饮食、吸烟、喝水或把食具带进实验室。实验完毕,必须洗净双手。

(3) 绝对不允许随意混合各种化学药品,以免发生意外事故。

(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,取用时要用镊子。一些有机溶剂,如乙醚、乙醇、丙酮、苯等,极易引燃,使用时必须远离明火、热源,取后应立即盖紧瓶塞。

(5) 能产生有毒、有刺激性气体的实验,都要在通风橱内进行。在闻瓶中气体的气味时,鼻子不能直接对着瓶口或管口,而应用手把少量气体轻轻扇向鼻孔。

(6) 加热、浓缩液体的操作要十分小心,加热试管时,要用试管夹夹住试管,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,以免被溅出的液体烫伤。浓缩溶液时,特别是有晶体出现之后,要不停地搅拌,更不能离开正在进行的实验台。

(7) 使用酒精灯,应随用随点,不用时盖上罩。不要用已点燃的酒精灯去点燃别的酒精灯,以免酒精流出而着火。

(8) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,使用时,不要溅在皮肤或衣服上,更应注意保护眼睛。稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢地注入水中,并不断搅动,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。

(9) 有毒药品,如重铬酸盐、钡盐、铅盐、砷化物、汞及其化合物、氰化物等,不得进入口内或接触伤口。剩余废液不得倒入下水道,应倒入指定的容器,回收后集中处理。

(10) 含氧气的氢气遇火易爆炸,操作时必须严禁接近明火。在点燃前,必须先检查并确保纯度。银氨溶液不能留存,因久置会变成氮化银,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。

(11) 金属汞易挥发,并通过呼吸道而进入人体内,逐渐积累会引起慢性中毒。所以做金属汞的实验时,应特别小心,不得把金属汞洒落在桌上或地上。一旦洒落,必须尽可能地收集起来,并用硫黄粉盖在洒落的地方,使金属汞转化成不易挥发的硫化汞。

(12) 将玻璃管或玻璃棒切割后,应立即将断口烧熔保持圆滑,玻璃碎片要放在回收容

器内,不要丢在地面或桌面上。

2. 意外事故的处理

(1) 创伤:伤处不能用手抚摸,也不能用水洗涤。若是玻璃割伤,应先把碎玻璃从伤处挑出,小伤浅伤可涂络合碘,或用创可贴包敷,严重时立即送医院处理。

(2) 烫伤:伤处皮肤未破时,可涂擦饱和碳酸氢钠溶液或用碳酸氢钠粉调成糊状敷于伤处,也可涂抹烫伤膏或万花油。如果伤处皮肤已破,可涂些紫药水或1%高锰酸钾溶液。

(3) 酸腐蚀:先用大量水冲洗,再用饱和碳酸氢钠溶液(或稀氨水、肥皂水)浸洗,最后再用水冲洗。如果酸液溅入眼内,用大量水冲洗后送医院诊治。

(4) 碱腐蚀:先用大量水冲洗,再用2%醋酸溶液或饱和硼酸溶液浸洗,最后用水冲洗。如果碱液溅入眼中,用硼酸溶液冲洗后送医院治疗。

(5) 液溴或溴蒸气腐蚀:用苯或甘油洗涤伤口,再用水洗。

(6) 单质磷灼伤:用1%硝酸银、5%硫酸铜或高锰酸钾溶液洗涤伤口,然后就医处理。

(7) 吸入刺激性或有毒气体的解毒方法有:

① 吸入氯气、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;

② 吸入硫化氢或一氧化碳气体而感到不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气。氯气、溴中毒不可进行人工呼吸,一氧化碳中毒不可施用兴奋剂。

(8) 毒物进入人体腹腔:将5~10 mL稀硫酸铜溶液加入一杯酒水中,内服后用手指伸入咽喉部促使呕吐,吐出毒物,然后送医院诊治。

(9) 触电:首先切断电源,然后在必要时进行人工呼吸。

(10) 起火:要立即一面灭火,一面防止火势蔓延(如采取切断电源,移走易燃、易爆物品等措施)。灭火要针对起火原因和着火物质,选用合适的方法。一般的小火可用湿布、石棉布或沙子覆盖燃烧物即可灭火;火势大时可使用泡沫灭火器。但电器设备所引起的火灾,只能使用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火,不能使用泡沫灭火器灭火,以免触电。实验人员衣服着火时,切勿惊慌乱跑,赶快脱下衣服,或用石棉布覆盖着火处(就地卧倒打滚,也可起到灭火的作用)。

1.1.5 防火与灭火

实验室经常使用易燃物,也经常产生易燃物,如果对此缺乏足够的认识,就容易发生危险,引发火灾。

物质的导热性决定该物质向周围散发热量的因素之一。导热性低的物质易积累热量而易燃。这些物质如果在着火点以下进行缓慢氧化而通风不良时,容易逐渐积累热量,一旦达到着火温度时会发生自燃。如浸过油或沾染油漆的破布和废物,常因自燃而引起燃烧以致造成火灾。此外,电火、煤气和乙醇等有机溶剂所发生的火灾也较为常见。

在充满易燃物蒸气的室内,特别是有机试剂瓶未盖紧瓶盖时,要特别注意烟火以及电闸、电机、电池、静电、化学反应等所发生的火花。

下面这些物质彼此混合,特别容易引起火灾,尤其应该注意:

活性炭与硝酸铵;沾染了强氧化剂(如氯酸钾)的衣服;抹布与浓硫酸;可燃性物质(木材、织物等)与浓硝酸;有机物与液氧;铝与有机氯化物;硝酸铵或氯酸钾与有机物混合;磷化氢、硅烷、烷基金属及白磷等与空气接触;易燃性气体、液体与火种。

万一发生火灾,不能惊慌失措,要冷静、果断、迅速地采取措施进行扑救。灭火的原则是:移去或隔绝燃料的来源,隔绝空气(氧),降低温度,对不同物质引起的火灾,扑救的方法也不同,具体灭火方法见表 1.1。

表 1.1 实验室常见燃烧物及灭火方法

燃 烧 物	灭 火 方 法	说 明
羊毛、纸张、纺织物、废物一类的普通易燃物	沙、水以及碱、酸、灭火器	隔绝空气,降温
石油、油、苯、油漆、油脂一类	二氧化碳灭火器、泡沫灭火器、石棉布或普通麻袋	隔绝空气,适用于室内一些珍贵物件或仪器上灭火
醇、醚之类	水	冲淡,降温,隔绝氧
在电表、仪器上或附近的燃烧	四氯化碳、溴代甲烷、二氧化碳灭火器	不导电,对人安全
电动机燃烧(电器)	四氯化碳、溴代甲烷、二氧化碳灭火器	使用沙、水及泡沫会损坏仪器
可燃性气体燃烧	任何液体或气体的灭火器	关闭气源,尽量不通气。注意可能与空气混合后引起的爆炸
钠、钾、碳化物、磷化物等与水起反应而形成的燃烧	干沙	使用水或泡沫反而助长火势。卤代烃与轻金属能起强烈反应

救火时,灭火器是方便而有效的器具。但是,灭火器的种类很多,性能和效用各异,平时必须熟悉清楚,实验室常用的有以下几种:

(1) 二氧化碳灭火器:利用 CO_2 气体的阻燃性质,可以扑灭轻微火灾,还可以扑灭电火,用完可以重装。

(2) 二氧化碳泡沫灭火器:它具有二氧化碳灭火器的优点,同时产生的泡沫具有隔绝氧气的作用,但由于泡沫是良导体,所以不能用于扑灭电器失火。

(3) 四氯化碳(或溴代甲烷)灭火器:它是常用的而且灭火效果最好的一种灭火器,但遇火能分解成烟或氯化氢,有时还会产生极毒的光气,所以,只适用室外或通风的室内灭火。但绝不可用于碱土金属存在时的火灾,因为那会引起爆炸。据报道,溴代甲烷的效力比其他灭火剂高几倍,但其毒性不低于四氯化碳。

(4) 液体卤化碳氢化物灭火器:这类液体和四氯化碳一样,在燃烧物上,能形成惰性的沉重蒸气,达到隔绝空气的目的。此类灭火器可用于扑灭电火。

除表 1.1 中所提到的各类灭火器外,沙箱(袋)、石棉布、水等在适宜的场合下是有效的灭火器材,平时必须准备妥当,做到有备无患。一旦发生火灾,除互相配合奋力扑救外,更要及时报告消防部门,以便采取有效措施,从而减少损失。在失火时或救火中,若衣服着火,千万不要乱跑,因为这会由于空气的迅速流动而加剧燃烧,应当躺在地上,并就地滚动,这样一方面可压熄火焰,另一方面也免得火焰烧到头部。

1.1.6 防爆炸

剧烈的氧化反应、放热反应体系存在着气体或极细的粉尘、反应以极快速度进行时,就可能产生爆炸。易爆气体或粉尘是否发生爆炸,与其浓度、压力、温度、催化剂等因素有关,其中浓度以爆炸极限表示。爆炸极限是指易爆气体或粉尘在空气中发生爆炸的最高浓度和最低浓度,浓度在爆炸极限以外不会发生爆炸。

易燃性物质与某些混合物(如炸药)接触极易爆炸。很多不稳定的物质在分解时易产生爆炸,这类物质往往是分子中含某些原子团,如有一O—O—基的过氧化物,含有=N—Cl基的氮的氯化物,含有一N₃原子团的叠氮酸及某些盐,含有一C≡C—基的炔化合物等。

在实验室日常工作中,可能遇到爆炸反应的典型例子简述如下:

1. 乙醚。常温具有很高蒸气压,蒸气的相对密度比空气大2.6倍,着火点是18℃,每升空气中含1g乙醚蒸气就能自燃。所以对它不能用直接加热,而只能用水浴加热。

乙醚长期与空气接触时,会逐渐氧化而生成爆炸性极强的亚乙基过氧化物。所以,在蒸发过程中,往往由于过氧化物的逐渐积累而产生爆炸。通常这种氧化物的沸点较乙醚高,因此爆炸往往发生在蒸馏的末尾。但只要采取有效措施,乙醚的爆炸完全可以避免。在使用乙醚时,如果发现有过氧化物存在,可加入2mol/L硫酸亚铁的酸性溶液来消除危险。为了除去氧化物分解出的乙醛和乙酸,可与铬酸液共同摇荡,然后加氢氧化钠使其呈碱性,分离后加入碳酸钠进行蒸馏,经过这样处理之后使用就安全了。

2. 高氯酸。高氯酸与还原剂或有机物反应可能发生爆炸。无水的高氯酸自身也能爆炸,浓度在60%~70%时它的性能较稳定,超过85%以上,就会逐渐变色而爆炸。一般商品的浓度为72.4%。

3. 高氯酸镁。高氯酸镁是一种干燥剂,通常情况下很稳定,但与强酸或有机物混合用易发生爆炸。

4. 高氯酸酯类。高氯酸酯类具有强烈爆炸性质,因此它的乙醇溶液(除含相当量的水之外),绝对不可以加热。

5. 硝酸钴。硝酸钴与硝酸、亚硝酸、某些有机物混合时,易产生雷酸及乙硝肪酸,两者都可能爆炸,如有痕量重金属存在,这一反应将被加快。

6. 高锰酸钾。高锰酸钾晶体和浓硫酸相混加热立即爆炸。

7. 过氧化二苯甲酰。只要混入少量有机物或从热的氯仿中结晶过氧化二苯甲酰时,都易爆炸。

8. 硝酸铵。硝酸铵是一种极强的氧化剂,与有机物混合特别危险。硝酸铵本身也极易受热分解,在处理大量硝酸铵时,分解反应一旦发生,就可能引起危害很大的爆炸。

9. 甲酸。浓甲酸不稳定,易爆炸。

10. 碳化物。铜、铁以及其他碳化物易爆炸。

11. 银氨溶液。久存的银氨溶液会变成易爆炸的氮化银。

12. 物质混合引起爆炸。下列实验室常用物质混合可能引起爆炸:

① 过氧化物与镁、锌或铝;

② 硝酸与锌、镁或其他活泼轻金属;

③ 氯酸盐、硝酸盐与镁及铝;钠或钾遇水;

- ④ 铝粉与过硫酸铵遇水；
- ⑤ 硝酸镁与锌粉遇少量水；
- ⑥ 氯酸盐与硫化锑；
- ⑦ 氯酸盐与氰化物；氯酸盐及高氯酸盐与浓硫酸；
- ⑧ 氯酸盐、硝酸盐、硝酸与磷；
- ⑨ 硝酸盐与氯化亚锡；
- ⑩ 硝酸盐与酯类；
- ⑪ 亚硝酸盐与氰化钾；
- ⑫ 硝酸钾与醋酸钠；
- ⑬ 硝酸钠与硫氰化钡；
- ⑭ 高锰酸钾与硫酸、硫磺、甘油或有机物；
- ⑮ 三氧化铬与硫磺、甘油或有机物；
- ⑯ 氯酸盐与有机物；
- ⑰ 二氧化锰与有机物；
- ⑱ 硝酸与噻吩；
- ⑲ 有机物及铝(合金)在硝酸盐、亚硝酸盐加热；
- ⑳ 液态空气或液态氧与有机物。

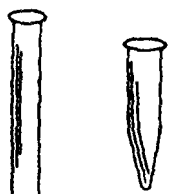
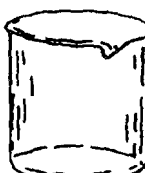
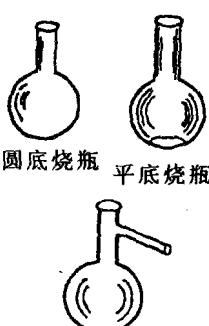
13. 违章操作引起爆炸。如违章操作高压气体,高压气体钢瓶所导致的恶性爆炸是极为可怕的。

在使用危险物质时,为了消除爆炸的可能性,应遵守以下规则:在保证实验精确度的条件下,使用易爆药物尽量减至最小量;易爆物不能直接在火上加热;及时销毁爆炸性物质的残渣,去掉危险源;使空气中的粉尘量降低或混入惰性粉尘;按章操作高压气体、高压钢瓶;操作易燃气体、液体时要使室内空气流畅并严禁明火;使用安全套、罩和防护板。

针对不同的危险源,可以采用不同的方法。如卤氮化合物用氨,叠氮化合物及雷酸盐用酸化法,偶氮化合物可与水共同煮沸,乙炔化合物用硫化铵分解,过氧化物用还原法。

1.2 无机化学实验常用仪器介绍

表 1.2 无机实验常用仪器简介

仪 器	规 格	主要用途	注意事项	说 明
 试管 离心试管	玻璃制品,分硬质和软质,有普通试管和离心试管。普通试管又有翻口、平口、有刻度、无刻度、有支管、无支管、有塞、无塞等几种。离心试管也有刻度和无刻度的。 (1) 有刻度的试管和离心试管按容量(mL)划分,常用的有5、10、15、20、25、50等规格。 (2) 无刻度试管按管外径(mm)×管长(mm)划分,有8×70、10×75、10×100、12×100、15×150、30×200等规格	(1) 在常温或加热条件下用作少量试剂反应容器,便于操作和观察。 (2) 收集少量气体用。 (3) 支管试管还可检验气体产物,也可接到装置中用。 (4) 离心试管用于沉淀分离	(1) 反应液体不超过试管容积1/2,加热时不超过1/3。 (2) 加热前试管外面要擦干,加热时要用试管夹。 (3) 加热液体时,管口不要对人,并将试管倾斜与桌面成45°,同时不断振荡,火焰上端不能超过管里液面。 (4) 加热固体时,管口应略向下倾斜。 (5) 离心试管不可直接加热	(1) 防止振荡时液体溅出或受热溢出。 (2) 防止有水滴附着时受热不均使试管破裂。 (3) 防止液体溅出伤人。扩大加热面防止暴沸。 (4) 增大受热面,避免管口冷凝水流回灼热管底而引起破裂
 烧杯	玻璃质,分硬质、软质,有一般型和高型,有刻度和无刻度等几种。 按容量(mL)分,有50、100、150、200、250、500等规格。此外还有1.5、10的微型烧杯	(1) 常温或回流条件下作大量物质反应容器。 (2) 配制溶液用。 (3) 代替水槽用	(1) 反应液体不能超过烧杯容量的2/3。 (2) 加热前要将烧杯外壁擦干,烧杯底要垫石棉网	(1) 防止搅动时液体溅出或沸腾时液体溢出。 (2) 防止玻璃受热不均匀而破裂
 圆底烧瓶 平底烧瓶 蒸馏烧瓶	玻璃质,分硬质和软质,有平底、圆底、长颈、短颈、细口、厚口和蒸馏烧瓶几种。 按容量(mL)分,有50、100、250、500、1000等规格。此外还有微型烧瓶	圆底烧瓶:在常温或加热条件下供化学反应用,因球形瓶底受热面积大,耐压性好。 平底烧瓶:配制溶液可代替圆底烧瓶,因平底放置平稳。 蒸馏烧瓶:用于液体蒸馏和少量气体发生装置	(1) 盛放液体的量不能超过烧瓶容量的2/3,也不能太少。 (2) 须固定在铁架台上,下面垫石棉网再加热,不能直接加热,加热前外壁必须擦干。 (3) 放在桌面上,下面要放置木环或石棉杯	(1) 避免加热时喷溅或破裂。 (2) 避免受热不均匀而破裂。 (3) 防止滚动而打破