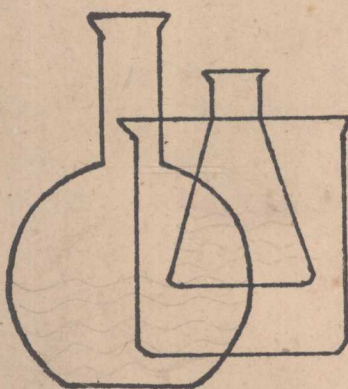


无机化学实验

主 编 彭夷安



湖南医学专科学校普化教研室

前 言

无机化学实验是学习无机化学的重要环节。

通过实验，可以加深对无机化学中基本理论、基本概念的理解，进一步熟悉元素及其化合物的重要性质和反应，掌握重要无机化合物的一般分离和制备方法。

通过实验，可以培养学生正确地掌握实验操作的基本技术，正确地使用常用仪器，获得准确的实验数据和结果。

通过实验，还可以培养学生具有严谨的科学态度，实事求是的作风，严肃认真、有条不紊的良好习惯，并在抽象思维能力、解决问题能力、独立工作能力等方面得到相应的训练，培养学生逐步地掌握科学研究的方法。

本教材根据高等专科学校药剂、检验专业的教学大纲要求和教材内容，注意突出专业特点及与后续课程衔接，参考各高等院校有关资料，吸收近年国内外刊物中的实验改进意见，在原来无机化学实验讲义的基础上，经本校1985~1988年四届学生使用后，改编而成。

本书共编入实验二十八个。其主要内容有：基本操作的训练；基本理论的实验；常见元素及其化合物性质的实验；简单的无机制备实验；水溶液中常见离子的分离和检出。

本书由彭夷安主编。参加编写和实验的还有李其华、黄莺、陈卫果、曾丽华等同志。

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

1989年4月

长沙市卫生学校图书馆



CW0118824

目 录

实验规则	(1)
实验室安全守则及事故处理	(3)
无机化学实验常用仪器介绍	(5)
无机化学实验基本操作	(12)
一、玻璃仪器的洗涤和干燥	(12)
二、加热的方法	(13)
三、试剂的取用	(15)
四、沉淀的分离和洗涤	(17)
五、溶解与结晶	(19)
六、气体的发生、净化和收集	(20)
七、玻璃操作和塞子钻孔	(22)
八、量筒、容量瓶、移液管和滴定管的使用	(24)
九、台秤、扭力天平和分析天平的使用	(30)
十、普通温度计的使用	(36)
十一、试纸的使用	(36)
酸度计及其使用	(38)
分光光度计及其使用	(41)
数据处理	(44)
实验一 玻璃操作 洗瓶装配	(50)
实验二 氯化钠的提纯	(52)
实验三 硫酸铜的制备	(54)
实验四 二氧化碳分子量的测定	(56)
实验五 分析天平的称量练习	(59)
实验六 溶液的配制和酸碱滴定	(61)
实验七 量气法测定气体常数R	(64)
实验八 凝固点降低法测定硫的分子量	(67)
实验九 化学反应速度与活化能	(70)
实验十 $I_3^- \rightleftharpoons I^- + I_2$ 平衡常数的测定	(75)
实验十一 醋酸电离度和电离常数的测定	(78)
实验十二 电离平衡与沉淀反应	(80)
实验十三 醋酸银溶度积的测定	(84)
实验十四 碘酸铜溶度积的测定	(87)

实 验 规 则

一、实验前应认真预习，明确目的要求，弄清有关基本原理、操作步骤和方法以及安全注意事项。做到心中有数，有计划地进行实验。

二、遵守纪律，保持肃静，集中思想，认真操作，细致观察，如实、认真记录。

三、爱护国家财产，小心使用仪器和设备，节约药品和水、电。

四、实验台上的仪器应整齐地放在一定的位置上，并经常保持台面的清洁。废纸、火柴梗和碎玻璃等应倒入垃圾箱内，废液应倒入废液缸内，严禁倒入水槽，以防堵塞。

五、使用精密仪器时，必须严格按照操作规程进行操作，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，报告老师，及时排除故障。

六、实验后，应将所用仪器洗净并整齐地放回实验柜内。如有损坏，必须及时登记补领。由老师检查并在原始记录本上签字后，方可离开实验室。

七、每次实验后，由学生轮流值日，负责打扫和整理实验室，并检查水、电开关及门、窗是否关紧，以保持实验室的整洁和安全。

八、做完实验后，应根据原始记录，联系理论知识，认真处理数据，分析问题，写出简明扼要、整齐洁净的实验报告，按时交指导教师审阅。

下面举出几种不同类型的实验报告格式，供参考。

I、无机化学测定实验报告

实验名称：_____

室温 _____

班级 _____

姓名 _____

日期 _____

一、实验目的：

二、实验原理（简述）：

三、数据记录和结果处理：

可用表格的形式列出实验测定的数据并进行计算或作图，得到结果。

四、问题和讨论：

可将计算结果与理论值（或文献值）比较，分析产生误差的原因。

I、无机化学制备实验报告

实验名称：_____ 室温 _____
 班级 _____ 姓名 _____ 日期 _____

- 一、实验目的：
- 二、基本原理（简述）：
- 三、简单流程：
可用图表表示
- 四、实验结果：
产品外观：
产量：
产率：
- 五、产品纯度检验：
可列表说明
- 六、问题和讨论：
可根据产率、纯度和本人在操作中遇到的问题谈谈实验后的体会。

II 无机化学性质实验报告

实验名称：_____ 室温 _____
 班级 _____ 姓名 _____ 日期 _____

- 一、实验目的：
- 二、实验内容：用表格表示。

实验内容	实验现象	解释和反应式
例：		
1、氯、溴、碘氧化性的比较：		
(1) 5滴0.1MKI + 5滴CCl ₄ ， 逐滴加入Cl ₂ 水溶液至过量。	CCl ₄ 层变为紫红色。 Cl ₂ 水过量则紫红色消失。	$2I^- + Cl_2 = 2Cl^- + I_2$ $I_2 + 5Cl_2 + 6H_2O = 10HCl + 2HIO_3 \text{ (无色)}$
(2) 5滴0.1MKBr + 5滴CCl ₄ ， 逐滴加入Cl ₂ 水溶液至过量。	CCl ₄ 层变为橙红色。 Cl ₂ 水过量则变为浅黄色。	$2Br^- + Cl_2 = 2Cl^- + Br_2$ $Br_2 + Cl_2 = 2BrCl \text{ (浅黄)}$
(3) 5滴0.1MKI + 5滴CCl ₄ ， 逐滴加入Br ₂ 水溶液。	CCl ₄ 层变为紫红色。	$2I^- + Br_2 = 2Br^- + I_2$
2、碘的氧化性：(略)		
三、小结：1、氧化性Cl ₂ > Br ₂ > I ₂ 2、…… 3、……		
四、问题和讨论：可讨论实验中的“反常”现象或分析实验不成功的原因。		

实验室安全守则及事故处理

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，并严格按照操作规程操作。

2、有毒、有刺激性的气体操作都应在通风橱内进行。决不能将鼻子直接对着瓶口或管口去嗅放出的气体，而应当用手将少量气体轻轻扇向自己的鼻孔。

3、倾注试剂或加热液体时，不要俯视容器，加热的试管口也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，尽可能戴上防护眼镜。

4、严禁在实验室内饮食、抽烟。有毒的药品（如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷化合物、汞化合物，特别是氰化物）严防进入口内或接触伤口。剩余的废液也不能随便倒入下水道，可回收后集中处理。

5、绝对不允许随意混合各种化学药品，以免发生意外事故。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。

6、浓酸、浓碱具有强腐蚀性，使用时不要溅在皮肤或衣服上，眼睛更应防护。稀释时（特别是稀释浓硫酸）应在不断搅动下将它们慢慢倒入水中，而不能相反操作，以免迸溅。

7、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，玻璃碎片决不能丢在地面、桌面或水槽内。

8、水、电使用完毕立即关闭，点燃的火柴用后立即熄灭，不得乱扔。

9、实验室所有药品不得携出室外，用剩的有毒药品应交还给老师。

10、每次实验结束后，应将手洗净才可离开实验室。

二、事故处理

1、玻璃割伤：先挑出碎玻璃，然后涂上碘酒并包扎。

2、烫伤：切勿用水冲洗。伤处皮肤未破时可抹烫伤膏、凡士林或万花油；如果伤处皮肤已破，可涂些紫药水或高锰酸钾稀溶液。

3、受溴腐蚀致伤：用苯或甘油洗涤伤口，再用水洗。

4、酸（或碱）溅入眼内：立刻用大量水冲洗，然后用碳酸氢钠溶液（或硼酸溶液）冲洗，最后再用水冲洗。

5、受磷灼伤：用1%硝酸银，1%硫酸铜或浓高锰酸钾溶液洗涤伤口，然后包扎。

6、吸入刺激性或有毒气体：吸入氯、氯化氢气体时，可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气解毒。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。

7、毒物进入口内：把5~10毫升稀硫酸铜溶液加入一杯温水内服后，用手指伸入

咽喉部位促使呕吐，然后立即送医院。

8、触电：立刻切断电源，必要时进行人工呼吸。

9、起火：起火后，要立即一面灭火，一面防止火势蔓延（如切断电源，移走易燃药品等）。一般的小火可用湿布、石棉布或砂子复盖燃烧物。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和二氧化碳灭火器来灭火，不能使用泡沫灭火器，以免触电。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或就地卧倒打滚。

三、废液处理：

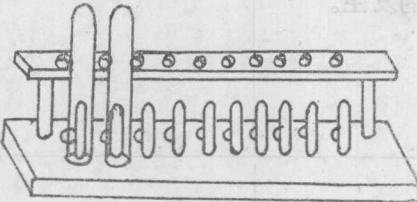
1、废铬酸洗液：可用高锰酸钾氧化法使其再生，继续使用。少量的废洗液可加入废碱液或石灰使其生成氢氧化铬沉淀，将此废渣埋于地下。

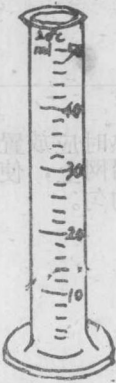
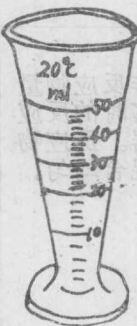
2、含氰废液：少量的含氰废液可先加氢氧化钠调至 $\text{PH} > 10$ ，再加入几克高锰酸钾使 CN^- 氧化分解。量大的含氰废液先用碱调至 $\text{PH} > 10$ ，再加入次氯酸钠使 CN^- 氧化分解。

3、含汞盐废液：先调节 PH 至 $8 \sim 10$ 后，加适当过量的硫化钠使生成硫化汞沉淀，并加硫酸亚铁，生成硫化亚铁沉淀，从而吸附硫化汞共沉淀下来。少量残渣可埋于地下，大量残渣可用焙烧法回收汞，但要注意一定要在通风橱内进行。

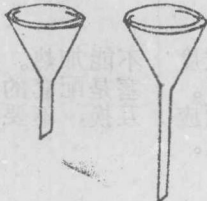
4、含重金属离子的废液：加碱或硫化钠使其变成难溶性的氢氧化物或硫化物而沉积下来，少量残渣可埋于地下。

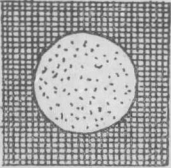
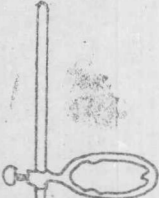
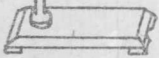
无机化学实验常用仪器介绍

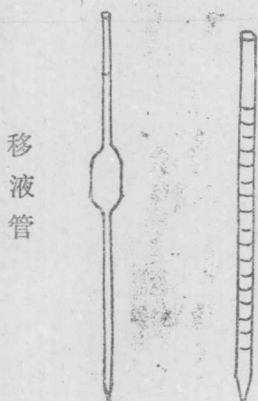
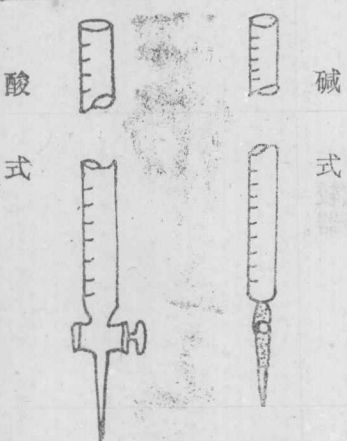
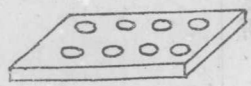
仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
试 管  离心试管	分硬质试管，软质试管；普通试管，离心试管。普通试管以管口外径×长度(mm)表示。离心试管以毫升数表示。	用作少量试剂的反应容器，便于操作和观察。离心试管还可用作定性分析中的沉淀分离。	可直接用火加热。硬质试管可以加热至高温。加热后不能骤冷，特别是软质试管更易破裂。离心试管只能用水浴加热。
 试 管 架	试管架有木质、铝质、铜质、有机玻璃的。	放试管用。	
试管夹 	由木料或粗钢丝制成。	加热试管时夹试管用。	防止烧损或锈蚀。
毛 刷 	以大小和用途表示。如试管刷、滴定管刷等。	洗刷玻璃仪器。	小心刷子顶端的铁丝撞破玻璃仪器。
 烧 杯	以容积(毫升)大小表示。外形有高、低之分。	用作反应物量较多时的反应容器。反应物易混合均匀。	加热时应放置在石棉网上，使受热均匀。

仪 器	规格	用途	注意事项
 圆底烧瓶	以容积(毫升)表示。	反应物多,且需长时间加热时常用它作反应容器。	加热时应放置在石棉网上,使受热均匀。
 蒸馏烧瓶	同 上	用于液体蒸馏,也可用于少量气体的发生。	同 上
 锥形瓶	同 上	反应容器。振荡很方便,适用于滴定操作。	同 上
 量筒  量杯	以所量度的最大容积(毫升)表示。	用于量度一定体积的液体。	不能加热,不能用作反应容器。

仪 器	规格	用途	注意事项
 容量瓶	以刻度以下的容积(毫升)大小表示。	配制准确浓度的溶液时用。配制时液面应恰在刻度上。	不能加热。磨口瓶塞是配套的,不能互换,不要打碎。
 称量瓶	以外径(毫米)×高(毫米)表示。分“扁形”和“高形”两种。	要求准确称取一定量的固体时用。	不能直接用火加热。盖子和瓶子是配套的,不能互换。
 干燥器	以外径(毫米)大小表示。普通干燥器和真空干燥器。	内放干燥剂,可保持样品或产物的干燥。	防止盖子滑动而打碎。红热的物品待稍冷后才能放入。未完全冷却前要每隔一定时间开一开盖子,以调节器内的气压。
 药勺	由牛角、瓷、或塑料制成。现多数是塑料制品。	拿取固体药品用。药勺两端各有一个勺,一大一小,根据取药量多少选用。	不能用以取灼热的药品。
   滴瓶 细口瓶 广口瓶	以容积(毫升)大小表示。	广口瓶用于盛放固体药品。滴瓶、细口瓶用于盛放液体药品。不带磨口塞子的广口瓶可作集气瓶。	不能直接用火加热。瓶塞不要互换。如盛放碱液时,要用橡皮塞,不能用磨口瓶塞,以免时间长了,玻璃磨口瓶被腐蚀粘牢。
 表面皿	以口径(毫米)大小表示。	盖在烧杯上,防止液体迸溅或其它用途。	不能用火直接加热。

仪 器	规格	用途	注意事项
 漏斗 长颈漏斗	以口径(毫米)大小表示。	用于过滤等操作。长颈漏斗特别适用于定量分析中的过滤操作。	不能用火直接加热。
 吸滤瓶 布氏漏斗	吸滤瓶以容积大小表示。布氏漏斗以容积(毫升)或口径(厘米)大小表示。	两者配套使用于无机制备中的减压过滤。用水泵或真空泵降低压力,以加速过滤。	
 分液漏斗	以容积(毫升)大小和形状(球形、梨形)表示。	用于互不相溶的液-液分离。也可用于少量气体发生装置中加液。	不能用火直接加热。磨口的漏斗塞子不能互换。活栓处不能漏液。
 蒸发皿	以口径(厘米)或容积(毫升)大小表示。有瓷、石英、铂等不同质地的蒸发皿。	蒸发液体用。随液体性质不同可选用不同质地的蒸发皿。	能耐高温,但不宜骤冷。蒸发溶液时,一般放在石棉网上加热。也可直接用火加热。
 坩埚	以容积(毫升)大小表示。有瓷、石英、铁、镍或铂等不同质地。	灼烧固体时用。随固体性质不同可选用不同质地的坩埚。	可直接用火灼烧至高温。灼热的坩埚不要直接放在桌上(可放在石棉网上)。

仪 器	规格	用途	注意事项
 石棉网	由铁丝编成，中间涂有石棉。有大、小之分。	加热时，垫上石棉网能使受热物体均匀受热，不致造成局部过热。	不能与水接触。以免石棉脱落或铁丝锈蚀。
 铁夹  铁环  铁架		用于固定或放置反应容器。铁环还可以代替漏斗架使用。	
 三脚架	铁制品，有大小高低之分，比较牢固。	放置较大或较重的加热容器。	
 研钵	以口径大小表示。有用瓷、玻璃、玛瑙或铁来制作的。	用于研磨固体物质。按固体的性质和硬度选用不同的研钵。	不能用火直接加热。

仪 器	规格	用途	注意事项
 水浴锅	铜或铝制品	用于间接加温，也用于控温实验。	
 移液管 吸量管	以刻度以下的容积(毫升)大小表示。	准确地移取一定体积的液体时使用。	未标明“吹”字的容器，不要将残留在尖嘴内的液体吹出，因为校正容量时，未考虑这一滴液体。
 酸式 碱式 滴定管	以刻度以下的容积(毫升)大小表示。“酸式”和“碱式”两种。	滴定时准确测量溶液体积的量器。	使用前应检查旋塞是否漏液，转动是否灵活。
 点滴板	若干凹穴的厚磁板，表面有白色或黑色两种。	用于一、二滴微量液体的反应。可节约药品，方便观察。	

仪 器	规格	用途	注意事项
 启普发生器	以容积（毫升）大小表示。	液体与固体作用制备气体时使用。	容器不能加热。固态物质要呈块状。
 酒精灯		用于加热。	酒精量不可超过容积的 $\frac{2}{3}$ ；应使用外焰加热；熄灭时必须用灯帽盖灭。
 洗瓶	有玻璃洗瓶和塑料洗瓶。	用于洗涤仪器和沉淀。	
 漏斗架	一般为木质。	过滤时置放漏斗用。	

无机化学实验基本操作

一、玻璃仪器的洗涤和干燥

1、仪器的洗涤

在化学实验中经常要使用各种玻璃仪器,而这些仪器是否干净,常常影响到实验结果的准确性。这里的所谓“干净”,主要是指“不含妨碍实验准确性的杂质”的意思。

洗涤玻璃仪器的方法很多,可根据实验的要求、污物的性质和沾污的程度分别用下列方法洗涤:

(1)用水刷洗 在仪器内注入约占总容量 $1/3$ 的自来水,稍用力振荡后把水倒掉,照此连洗数次。

(2)毛刷刷洗 每次刷洗的自来水不必太多,毛刷应来回轻移。洗净后,再用水连续振荡数次,最后用蒸馏水淋洗一两次,才可使用。

(3)用去污粉或洗衣粉洗 玻璃仪器如沾有油污,首先须将要洗的仪器用少量水湿润,洒入少许去污粉或洗衣粉,然后用毛刷刷洗。再用自来水冲洗干净(冲洗到没有微细的白色颗粒状粉末留下为止)。最后用蒸馏水淋洗一两次,方可使用。

(4)用铬酸洗液洗 对于口小、管细的仪器(如移液管、容量瓶等),很难用上述方法洗涤,这时可采用铬酸洗液。使用时先往仪器内加入少量洗液,使仪器倾斜并慢慢转动(不要流出!),让仪器内壁全部为洗液湿润。再转动仪器,使洗液在仪器内壁流动,洗液流动几圈后,把洗液倒回原瓶内。然后用自来水把仪器上残留的洗液洗去,最后用蒸馏水淋洗一两次,才能使用。

必须指明:能用别的方法洗干净的仪器,就不要用铬酸洗液洗,因为 Cr(VI) 具有毒性,流入下水道后对环境有严重污染。

洗液的吸水性很强。应该随时将装洗液的瓶子盖严,以防吸水,降低去污能力。洗液反复使用直到出现绿色,就失去了去污能力,不能继续使用。

附:铬酸洗液的配制方法——将5克固体重铬酸钾溶于10毫升水中,然后缓缓加入100毫升浓硫酸,边倒边搅拌。

(5)特殊物质的去除 应根据沾着物性质对症下药。例如,仪器上沾有二氧化锰,可用浓盐酸或浓硫酸处理;又如银镜反应时沾附的银可用浓硝酸处理。

凡是已洗净的仪器,决不能再布或纸去擦拭。否则反而沾污仪器。

洗净的玻璃仪器应该透明且不挂水珠。

2、仪器的干燥

(1)加烘热干 将仪器放在电热干燥箱(又叫烘箱)内加热干燥。放置的仪器口

要朝上,温度不宜过高(一般应控制在 100°C 以下)。烧杯、蒸发皿等可置于石棉网上用小火烤干(容器外壁的水珠应先揩干)。试管则可以直接用火烤干,但必须先使试管口朝下倾斜,以免水珠倒流炸裂试管(图1)。火焰也不要集中在一个部位,应从底部开始,缓慢向下移至管口,如此反复烘烤到不见水珠后,再将管口朝上,把水汽烘干干净。

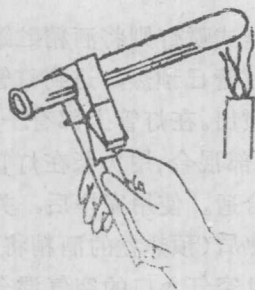


图1 烤干试管

(2) 晾干或吹干 不急等用的仪器在洗净后就可以放置于干燥处,任其自然晾干。带有刻度的计量仪器,不能用加热的方法进行干燥,否则会影响仪器的精密度。可加一些易挥发的有机溶剂(最常用酒精和丙酮)到已洗净的仪器中去,倾斜并转动仪器,使器壁上的水与有机溶剂互相溶解,然后倒出。少量残留在仪器中的混合液很快挥发而干燥。或利用吹风机干燥。

二、加热的方法

1. 加热的装置

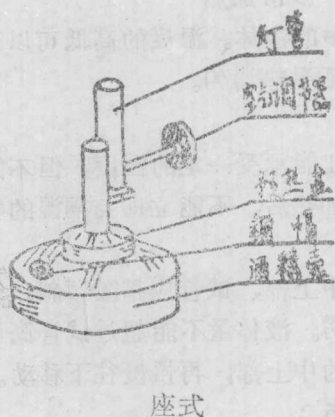
(1) 酒精灯 酒精灯的火焰温度在 $400\sim 500^{\circ}\text{C}$ 。使用时先检查灯芯,并修整,加入酒精量为 $1/2\sim 2/3$ 壶,然后用火柴点燃待用。

熄灭酒精灯的火焰时,只要灯帽盖上即可,切勿用嘴去吹。

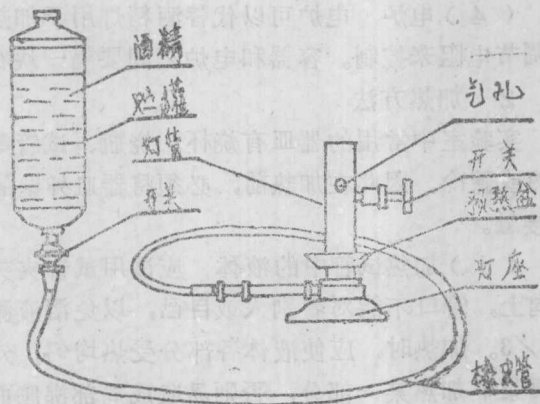
酒精灯内需要添加酒精时,应把火焰熄灭,然后利用漏斗把酒精加入灯内。

点燃时,切不可用点燃的酒精灯直接对火,否则灯内的酒精会洒出,引起燃烧而发生火。

(2) 酒精喷灯 其火焰温度约在 900°C 左右,而且火焰受气流影响小,温度稳定。常用的酒精喷灯分座式和挂式两种(图2)。



座式



挂式

图2 酒精喷灯的类型和构造

使用前先在预热盆内注上酒精,然后用火柴点燃以预热灯管,待预热盆内的酒精将