

普通高等教育“十三五”规划教材

无机与分析化学实验

主编 高敏 胡敏和玲



西安交通大学出版社
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY PRESS

无机与分析化学实验

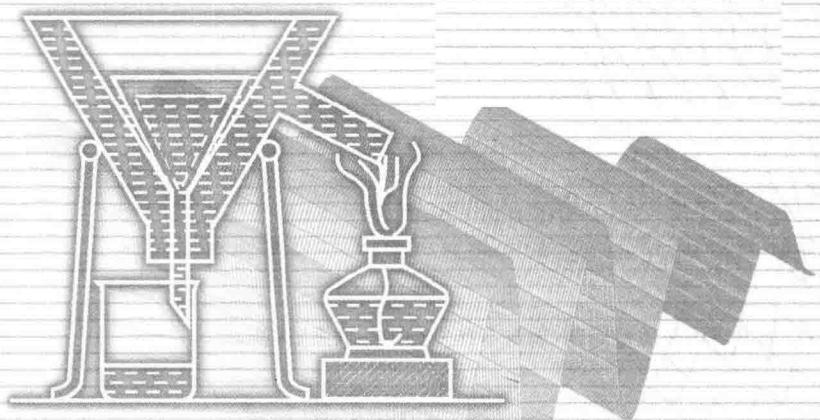
实验 教学 参考 教材



普通高等教育“十三五”规划教材

无机与分析化学实验

主编 高敏 胡敏 和玲



西安交通大学出版社
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY PRESS

图书在版编目(CIP)数据

无机与分析化学实验/高敏,胡敏,和玲主编. —西安:
西安交通大学出版社,2015.9

ISBN 978 - 7 - 5605 - 7730 - 2

I. ①无… II. ①高… ②胡… ③和… III. ①无机化
学-化学实验-高等学校-教材②分析化学-化学实验-
高等学校-教材 IV. ①061 - 33②0652. 1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 181174 号

书 名 无机与分析化学实验
主 编 高 敏 胡 敏 和 玲
策 划 张 梁
责任编辑 张卓磊 张 梁

出版发行 西安交通大学出版社
(西安市兴庆南路 10 号 邮政编码 710049)
网 址 <http://www.xjupress.com>
电 话 (029)82668357 82667874(发行中心)
(029)82668315(总编办)
传 真 (029)82668280
印 刷 陕西宝石兰印务有限责任公司

开 本 727mm×960mm 1/16 印张 13.5 彩页 1 页 字数 248 千字
版次印次 2015 年 12 月第 1 版 2015 年 12 月第 1 次印刷
书 号 ISBN 978 - 7 - 5605 - 7730 - 2/O · 512
定 价 30.00 元

读者购书、书店添货、如发现印装质量问题,请与本社发行中心联系、调换。

订购热线:(029)82665248 (029)82665249

投稿热线:(029)82665127

读者信箱:lg_book@163.com

版权所有 侵权必究

Foreword 前言

在高等学校化学课程的教学中,实验教学占有非常重要的地位。实验教学可以使学生更好地理解理论教学内容,提高学生发现问题、分析问题、解决问题的能力,养成严谨、求实、认真的科学态度,同时也是培养学生创新意识、创新精神和创新能力的重要环节。

《无机与分析化学实验》是根据化学、材料、生物、环境、化工、能源等专业的化学课程需要而编写的配套实验教材,也可供其他专业的学生和教师参考。

本书按照绪论、仪器和基本操作、实验数据处理、无机化学实验、分析化学实验的顺序编写,实验知识与技能由浅入深、循序渐进。除了实验操作和技能的训练、化学基本原理的验证、常见元素和化合物的性质、无机物的制备和提纯、基础定量分析实验外,还编写了综合、设计实验,增加了一些与教师自身科研相关的研究性、拓展性实验。对于一些相同的理论基础,分别编写了不同的实验内容,以便不同学校、不同专业的教师和学生根据实际情况自由选取。

本书第1、2、3、5章以及附录由高敏编写,第4章由胡敏编写,化学实验中心高培红老师参与提供和核对相关实验数据,无机化学实验中基础实验的实验六、七由张雯老师编写。编者力求使本书具有较高的科学性和系统性,同时又不乏鲜明的时代性,以及与实际生活紧密相关的趣味性。

全书由和玲教授精心审阅并提出宝贵的修改意见。

感谢西安交通大学教务处、化学系等领导和同事的热心帮助和支持!

由于编者水平有限,书中存在的不足在所难免,敬请广大读者批评指正。

编者

2015年5月于西安交通大学

三、实验用品

1. 试剂

无水乙醇, 乙醚, H_2SO_4 (浓), $NaOH(s)$, $CaCO_3$ 。

2. 仪器

无机化学实验常用仪器, 台秤, 电子天平, 称量瓶, 烘箱。

四、实验步骤

- (1) 按实验清单认领无机化学实验常用仪器一套, 并熟悉其名称、规格、用途、使用方法和注意事项;
- (2) 洗涤认领的仪器, 并选用适当方法干燥洗涤后的仪器;
- (3) 用直接称量法准确称取 0.500 0 g 给定固体样品(精确到小数点后四位)两份;
- (4) 用差减法称 0.530 0~0.540 0 g 给定固体样品三份。

五、实验结果

1. 直接称量法

直接称量法的结果填入表 4-1-1。

表 4-1-1 直接称量法

	称量瓶或表面皿的质量/g	样品+称量瓶或表面皿的总质量/g	样品的质量/g
1			
2			

2. 差减法

差减法的结果填入表 4-1-2。

表 4-1-2 差减法

	样品+称量瓶或表面皿的总质量 m_1 /g	样品+称量瓶或表面皿的总质量 m_2 /g	样品的质量 m_3 /g ($m_1 - m_2$)
1			

续表 4-1-2

	样品+称量瓶或表面皿的总质量 m_1/g	样品+称量瓶或表面皿的总质量 m_2/g	样品的质量 m_3/g ($m_1 - m_2$)
2			
3			

思考题

1. 烘干试管时为什么管口略向下倾斜?
2. 什么样的仪器不能用加热的方法进行干燥,为什么?
3. 画出离心试管、多用滴管、量筒、容量瓶的简图,讨论其规格、用途和注意事项。

实验二 玻璃棒、滴管的制作

一、实验目的

1. 练习玻璃管(棒)的截断、弯曲、拉制和熔光等基本操作；
2. 完成玻璃棒、滴管和弯管的制作。

二、实验步骤

1. 酒精喷灯的使用

相关内容见 2.5.2 节。

2. 玻璃加工

1) 玻璃管(棒)的截断

将玻璃管(棒)平放在桌面上，左手按住要切割的部位，右手用锉刀的棱边用力锉出一道凹痕(图 4-1-1)。锉刀切割的部位须按一个方向锉。为保证截断后的玻璃管(棒)截面是平整，锉出的凹痕应与玻璃管(棒)垂直。然后双手持玻璃管(棒)，两拇指齐放在凹痕背面[图 4-1-2(a)]，并轻轻地由凹痕背面向外推折，同时两食指和拇指将玻璃管(棒)向两边拉[图 4-1-2(b)]，将玻璃管(棒)截断。若截面不平整，则不合格。

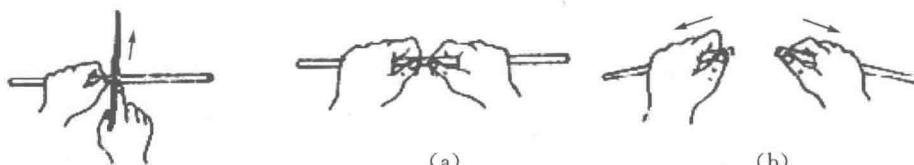


图 4-1-1 玻璃管的锉痕

图 4-1-2 玻璃管的截断

2) 熔光

切割的玻璃管(棒)的截断面的边缘很锋利，为变平滑须放在火焰中熔烧，此过程称为熔光(或圆口)。熔烧时，玻璃管(棒)的一头插入火焰中成 45°角熔烧，并不断来回转动玻璃管(棒)，直至管口平滑。

熔烧时，加热时间过短，管(棒)口不平滑；过长，管径会变小。而玻璃管转动不匀，会使管口不圆。灼热的玻璃管(棒)，应放在石棉网上冷却，切不可直接放在实

验台上,以免烧焦台面。亦不可用手触碰,以免烫伤。

3) 弯曲

第一步,烧管。先将玻璃管用小火预热一下,然后双手持玻璃管,把要弯曲的部位斜插入喷灯(或煤气灯)火焰中,以增大玻璃管的受热面积(也可在灯管上罩以鱼尾灯头扩展火焰,来增大玻璃管的受热面积),若灯焰较宽,也可将玻璃管平放于火焰中,同时缓慢而均匀地不断转动玻璃管,使之受热均匀(图 4-1-3)。两手用力均等,转速快慢一致,以免玻璃管在火焰中扭曲。加热至玻璃管发黄变软时,即可自焰中取出,进行弯管。

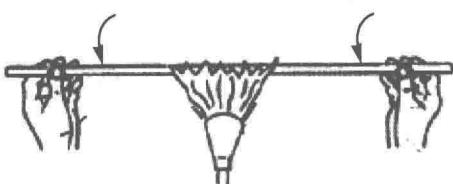


图 4-1-3 烧管方法



(a) 不吹气法



(b) 吹气法

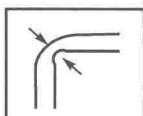
图 4-1-3 烧管方法

第二步,弯管。将变软的玻璃管取离火焰后稍等一两秒钟,使各部温度均匀,用“V”字形手法(两手在上方,玻璃管的弯曲部分在两手中间的正下方)(图 4-1-4)缓慢地将其弯成所需的角度。弯好后,待其冷却变硬才可撒手,将其放在石棉网上继续冷却。冷却后,应检查其角度是否准确,整个玻璃管是否处于同一个平面上。 120° 以上的角度可一次弯成,但弯制较小角度的玻璃管,或灯焰较窄,玻璃管受热面积较小时,需分几次弯制(切不可一次完成,否则弯曲部分的玻璃管就会变形)。首先弯成一个较大的角度,然后在第一次受热弯曲部位稍偏左或稍偏右处进行第二次加热弯曲,如此第三次、第四次加热弯曲,直至变成所需的角度为止。弯管好坏的比较和分析见图 4-1-5。



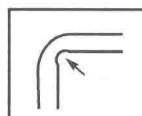
里外均匀平滑

(正确)



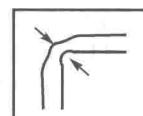
里外扁平

(加热温度不够)



里面扁平

(弯时吹气不够)



中间细

(烧时两手外拉)

图 4-1-5 弯管好坏的比较和分析

4) 制备毛细管和滴管

第一步,烧管。拉细玻璃管时,加热玻璃管的方法与弯曲玻璃管时基本一样,不过要烧得时间长一些,玻璃管软化程度更大一些,烧至红黄色。

第二步,拉管。待玻璃管烧成红黄色软化以后,从火焰取出,两手顺着水平方向边拉边旋转玻璃管(图 4-1-6),拉到所需要的细度时,一手持玻璃管向下垂一会儿。冷却后,按需要长度截断,形成两个尖嘴毛细管。如果要求细管部分具有一定厚度,应在加热过程中当玻璃管变软后,将其轻缓向中间挤压,减短它的长度,使管壁增厚,然后按上述方法拉细。

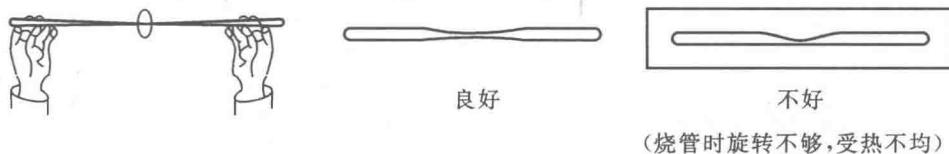


图 4-1-6 拉管方法和拉管好坏比较

第三步,制滴管的扩口。将未拉细的另一端玻璃管口以 45° 角斜插入火焰中加热,并不断转动。待管口灼烧至红色后,用金属锉刀柄斜放入管口内迅速而均匀地旋转(图 4-1-7),将其管口扩开。另一扩口的方法是待管口烧至稍软化后,将玻璃管口垂直放在石棉网上,轻轻向下按一下,将其管口外卷。冷却后,安上橡胶乳头即成滴管。

3. 实验用具的制作

(1)玻璃棒:切取 20 cm 长的小玻璃棒,将玻璃棒两端熔光、冷却,洗净后便可使用。

(2)小试管的玻璃棒:切取 18 cm 长的小玻璃棒,将中部置火焰上加热,拉细到直径约为 1.5 mm 为止。冷却后用三角锉刀在细处切断,并将切断处熔成小球,将玻璃棒另一端熔光、冷却,洗净后便可使用(图 4-1-8)。

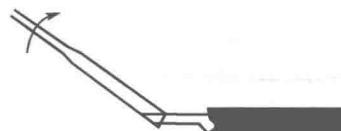


图 4-1-7 玻璃管扩口

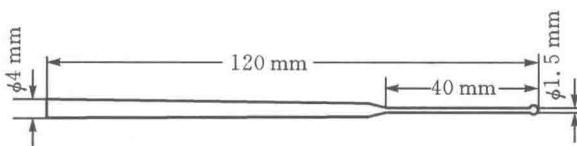


图 4-1-8 小玻璃棒

(3)乳头滴管:切取 26 cm 长(内径约 5 mm)的玻璃管,将中部置火焰上加热,拉细玻璃管。要求玻璃管细部的内径为 1.5 mm,毛细管长约 7 cm,切断并将切口熔光。把尖嘴管的另一端加热至发红变软,然后在石棉网上压一下,使管口外卷,冷却后,套上橡胶乳头即制成乳头滴管(图 4-1-9)。

052

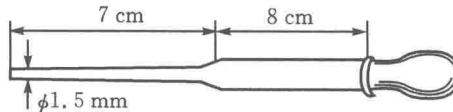


图 4-1-9 滴管

(4) 60° 和 120° 弯管的制作：切取一段的玻璃管，将中部置火焰上加热，弯好 60° 角后，再弯 120° 角。

三、注意事项

- (1)切割玻璃管、玻璃棒时要防止划破手。
- (2)使用酒精喷灯前，必须先准备一块湿抹布备用，以防失火。
- (3)灼热的玻璃管、玻璃棒，须放在石棉网上冷却，切不可直接放在实验台上，防止烧焦台面；未冷却之前，不可用手触摸，以防烫伤。

思考题

1. 酒精灯和酒精喷灯的使用过程中，应注意哪些安全问题？
2. 在加工玻璃管时，应注意哪些安全问题？
3. 切割玻璃管(棒)时，应怎样正确操作？

实验三 化学反应速率与活化能的测定

一、实验目的

- 掌握 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 与 KI 反应的速率、反应级数、速率常数和反应的活化能的测定方法；
- 验证浓度、温度、催化剂对化学反应速率的影响；
- 学会用 excel 软件对数据进行简单处理。

二、实验原理

本实验是通过水溶液中的过二硫酸铵和碘化钾这一慢速反应，采用初始速率法，用不同浓度、温度下反应速率的差异去求速率常数、反应级数及活化能。 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 与 KI 在水溶液中发生如下反应：



其离子方程式为



速率方程式为

$$v = kc^m(\text{S}_2\text{O}_8^{2-})c^n(\text{I}^-)$$

式中， $c(\text{S}_2\text{O}_8^{2-})$ 为反应 $(\text{S}_2\text{O}_8^{2-})$ 的起始浓度； $c(\text{I}^-)$ 为反应 (I^-) 的起始浓度； v 为该温度下的瞬时速率； k 为速率常数； m 为 $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 的反应级数； n 为 I^- 的反应级数。

近似地利用平均速率代替瞬时速率 v ，则

$$v = kc^m(\text{S}_2\text{O}_8^{2-})c^n(\text{I}^-) \approx -\frac{\Delta c(\text{S}_2\text{O}_8^{2-})}{\Delta t} = \bar{v}$$

为了测定 Δt 时间内 $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 的浓度变化，在反应体系中加入一定量已知浓度 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液和指示剂淀粉溶液进行检测。原理是反应(1)进行的同时，KI 与 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 发生如下反应：



反应(2)为快反应，可瞬间完成，而反应(1)为慢反应，反应(1)生成的 I_3^- 立即与 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 作用，生成无色的 $\text{S}_4\text{O}_6^{2-}$ 和 I^- ，一旦 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 耗尽，反应(1)生成的 I_3^- 立即与淀粉作用，使溶液显蓝色，记录溶液变蓝所用时间 Δt 。

Δt 即为 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 完全反应所用时间，由于实验中所用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的起始浓度相等，因

054

而每份反应在所记录时间内 $\Delta c(S_2O_8^{2-})$ 都相等, 从反应(1)和反应(2)中的关系可知, $S_2O_8^{2-}$ 所减少的物质的量是 $S_2O_8^{2-}$ 的两倍, 每份反应的 $c(S_2O_8^{2-})$ 都相同, 即有如下关系:

$$\bar{v} = \frac{-\Delta c(S_2O_8^{2-})}{\Delta t} = \frac{\Delta c(S_2O_8^{2-})}{2\Delta t} = \frac{c(S_2O_8^{2-})}{2\Delta t}$$

在相同温度下, 固定 I^- 起始浓度, 而只改变 $S_2O_8^{2-}$ 的浓度, 分别测出反应所用时间 Δt_1 和 Δt_2 , 然后分别代入速率方程得

$$v_1 = \frac{-\Delta c(S_2O_8^{2-})}{\Delta t_1} = kc_1^m(S_2O_8^{2-})c_1^n(I^-)$$

$$v_2 = \frac{-\Delta c(S_2O_8^{2-})}{\Delta t_2} = kc_2^m(S_2O_8^{2-})c_2^n(I^-)$$

因为 $c_1(I^-) = c_2(I^-)$, 则通过, $\frac{\Delta t_2}{\Delta t_1} = \left[\frac{c_1(S_2O_8^{2-})}{c_2(S_2O_8^{2-})} \right]^m$, 求出 m 。

同理保持 $c(S_2O_8^{2-})$ 不变, 只改变 I^- 的浓度则可求出 n , $m + n$ 即为该反应级数。

由 $k = \frac{v}{c^m(S_2O_8^{2-})c^n(I^-)}$ 求出速率常数 k 。

由 Arrhenius 方程得

$$\ln k = \ln k - \frac{E_a}{RT}$$

式中, E_a 为反应的活化能; R 为摩尔气体常数, $R = 8.314 \text{ J}/(\text{mol} \cdot \text{K})$; T 为热力学温度。

通过以 $\ln k$ 对 $1/T$ 作图, 可得一直线, 由直线的斜率 ($E_a/2.303RT$) 可求得反应的活化能 E_a , 见图 4-1-10。

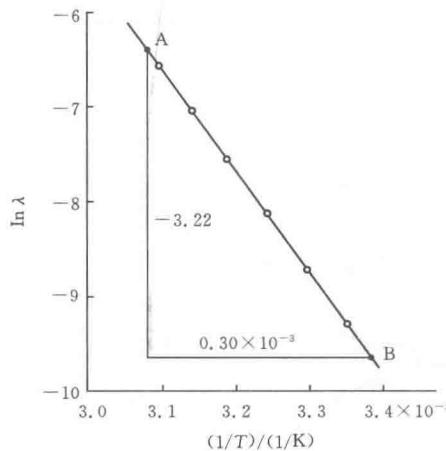


图 4-1-10

三、实验用品

1. 试剂

KI(0.2 mol/L), $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ (0.2 mol/L), $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (0.2 mol/L), $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ (0.02 mol/L), CuSO_4 (0.1 mol/L), $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0.01 mol/L), KNO_3 (0.2 mol/L), H_2O_2 (10%), MnO_2 (固体), 淀粉 0.2%, 锌粉, 锌粒, 冰。

2. 仪器

量筒, 烧杯(100 mL), 温度计, 秒表, 恒温水浴锅。

四、实验步骤

1. 浓度对化学反应速率的影响

在室温下, 分别用三只量筒取 20 mL 0.2 mol/L 的 KI、4 mL 0.2% 的淀粉、8 mL 0.01 mol/L 的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液, 倒入 100 mL 烧杯中, 搅匀。然后用另一只量筒量取 20 mL 0.2 mol/L 的 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液, 迅速加入到该烧杯中, 计时并不断搅拌, 至溶液变蓝, 读数, 记下反应的时间和温度。用同样的方法按表 4-1-3 完成实验, 并记录时间。为使每次实验中离子浓度和总体积不变, 不足的量分别用 0.2 mol/L 的 KNO_3 溶液和 0.2 mol/L 的 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 溶液补足。

2. 温度对化学反应速率的影响

按 4-1-3 中实验编号 4 的各试剂的用量, 在分别比室温高 10 °C、20 °C 的温度条件下进行实验。具体为将 KI、淀粉、 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 和 KNO_3 溶液放在一个 100 mL 烧杯中混匀, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 放在另一烧杯中, 水浴加热至所需温度后, 将 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液迅速倒入 KI 等混合液中, 同时计时并不断搅拌, 当溶液刚出现蓝色时, 读数, 记下反应时间和反应温度。

将这两次实验编号 6、7 的数据和实验编号 4 的数据记录在表 4-1-4 中, 求出不同温度下反应的速率常数。

表 4-1-3 浓度对化学反应速率的影响

实验编号		1	2	3	4	5
试液的体积 V/mL	0.2 mol/L $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$	20	10	5	20	20
	0.2 mol/L KI	20	20	20	10	5
	0.01 mol/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	8	8	8	8	8
	0.2% 淀粉	4	4	4	4	4
	0.2 mol/L KNO_3	0	0	0	10	15
反应物的起始 浓度 c/(mol/L)	$(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$					
	KI					
	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$					
反应开始至溶液显蓝色时所需时间 $\Delta t/\text{s}$						
反应的平均速率 $\bar{v}/[\text{mol}/(\text{L} \cdot \text{s})]$						
反应的速率常数 k						
反应级数		$m =$		$n =$		反应级数 = $m+n=$

表 4-1-4 温度对化学反应速率的影响

实验 编号	反应温 度 T/°C	反应时间 $\Delta t/\text{s}$	反应速率 $v/$ [$\text{mol}/(\text{L} \cdot \text{s})$]	反应速率 常数 k	$\lg\{k\}$	$(1/T)/(1/\text{K})$
4						
6						
7						

3. 催化剂对化学反应速率的影响

1) 单相催化

按表 4-1-3 实验编号 4 的各试剂的用量将 KI, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, KNO_3 和淀粉加入到 100 mL 烧杯中, 再按表 4-1-5 加入催化剂 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 溶液, 混匀并迅速加入 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液, 同时开始记录时间, 搅拌至溶液刚变蓝, 比较反应速率。

表 4-1-5 催化剂用量对化学反应速率的影响

实验编号	加入 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 溶液 (0.02 mol/L) 的滴数	反应时间 $\Delta t/\text{s}$	反应速率 v /[$\text{mol}/(\text{L} \cdot \text{s})$]
8	1		
9	5		
10	10		

2) 多相催化

取 2 支试管, 分别加入 2mL 10% 的 H_2O_2 溶液, 在一支试管中加入少量的已灼烧过 MnO_2 固体粉末, 观察比较两支试管中气泡产生的速率。

4. 接触面对化学反应速率的影响

在装有 2mL 0.1mol/L 的 CuSO_4 溶液的两只试管中分别加入少量锌粒和锌粉, 观察颜色变化的快慢。

思考题

- 本实验中为什么可以由反应溶液出现蓝色时间的长短来计算反应速率? 反应溶液出现蓝色后, 反应是否终止?
- 在实验过程中, 向 KI 、淀粉、 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 混合液中加入 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液时, 为什么必须迅速倒入?
- 若不用 $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$, 而用 I^- 或 I_3^- 的浓度变化来表示反应速率, 则反应速率常数 k 是否一样?

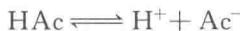
实验四 解离平衡

一、实验目的

1. 加深理解同离子效应、盐类水解平衡及其移动等基本原理和规律；
2. 学习缓冲溶液的配制方法，并试验其缓冲作用；
3. 学会弱酸或弱碱解离平衡常数的测量方法；
4. 学习使用 pH 计测定溶液 pH 的方法。

二、实验原理

弱电解质在水中存在解离平衡，如醋酸 HAc 为弱电解质，其水溶液存在下列平衡：



起始浓度 (mol/L)	c	0	0
平衡浓度 (mol/L)	$c - c\alpha$	$c\alpha$	$c\alpha$

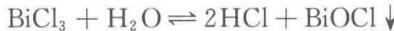
α 为解离度，则 HAc 的解离平衡常数 K_a^θ 为

$$K_a^\theta = \frac{[\text{H}^+][\text{Ac}^-]}{[\text{HAc}]} = \frac{[\text{H}^+]^2}{(c - [\text{H}^+])} \quad ([\text{H}^+] \approx [\text{Ac}^-])$$

若已知弱电解质的初始浓度并测量出解离平衡时氢离子浓度，可计算出弱电解质的解离平衡常数。

弱电解质溶液中加入含有相同离子的另一强电解质时，弱电解质的解离程度降低的效应称为同离子效应。

盐类水解可改变溶液 pH，因为水解时可释放出 H^+ 和 OH^- 生成弱电解质。如 BiCl_3 固体溶于水时就能产生 BiOCl 白色沉淀，同时使溶液的酸性增强。



缓冲溶液指的是弱酸及其盐或弱碱及其盐的混合溶液，当将其稀释或在其中加入少量的酸或碱时，溶液的 pH 改变很少。缓冲溶液的 pH（以 HAc 和 NaAc 为例）可用下式计算：

$$\text{pH} = \text{p}K_a^\theta - \lg \frac{c(\text{酸})}{c(\text{盐})} = \text{p}K_a^\theta - \lg \frac{c(\text{HAc})}{c(\text{Ac}^-)}$$

$c(\text{酸})$ 、 $c(\text{盐})$ 、 $c(\text{HAc})$ 、 $c(\text{Ac}^-)$ 均指平衡时物质的浓度。