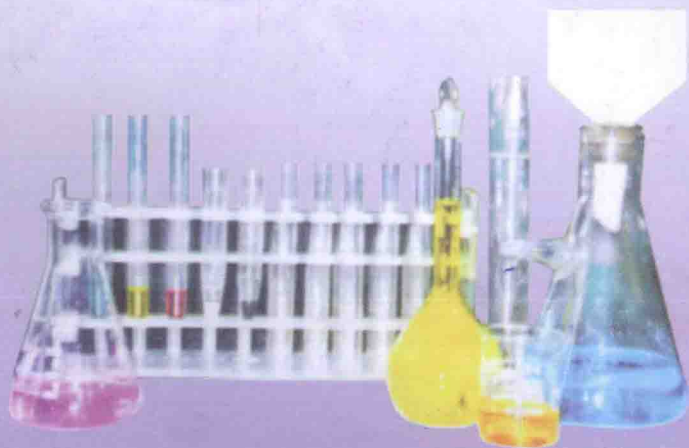


高等学校教材

WUJI HUAXUE SHIYAN

无机化学实验

黄仕华 周惠珍 范玉葆 主编



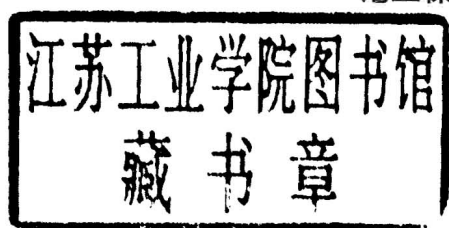
河海大学出版社

无机化学实验

黄仕华

周惠珍 主编

范玉葆



河海大学出版社

内 容 提 要

本书是与无机化学紧密配套的一本实验教材,包括基本操作、物理常数测定、元素性质及无机物制备、综合实验等内容。书末附有实验参考答案和某些实验数据处理的计算机程序。可供大专院校相关专业师生使用。

特约审稿 魏元训

责任编辑 卢黎明

责任校对 孙 禹

无机化学实验

黄仕华 周惠珍 范玉葆 主编

出版发行:河 海 大 学 出 版 社

(地址:南京市西康路1号, 邮政编码:210098)

经 销:江 苏 省 新 华 书 店

印 刷:南 京 京 新 印 刷 厂

开本 850×1168 毫米 1/32 印张 7 字数 182 千字

1997年5月第1版 1997年5月第1次印刷

印数 1—5100 册

ISBN 7—5630—1069—6

O·67

定价:10.00 元

河海版图书若有印装错误,可向承印厂调换

前 言

本书是南京化工大学化学工程、无机非金属材料、高分子材料和应用化学等专业一年级无机化学实验教材。全书包括基本操作、物理常数测定、元素性质及无机物制备、综合实验等内容。其主要特点是:本书是与无机化学紧密配套的一本实验教材,它能加深学生对无机化学平衡理论和元素性质的理解,进而可提高理论课的教学质量;本书是我校无机化学教研室实验教学长期积累的经验总结,并被历届同学使用,内容较成熟;本书实验每次能在2~3小时内完成,且药品易得、装置简单、现象明显,具有实用性;本书附有实验参考答案和某些实验数据处理的计算机程序,便于教师和学生参考和使用。

本书由黄仕华(实验10、21、23)、周惠珍(实验6(I)、11、14、20、22、24、附录1.3)、范玉葆(实验3、5、6(II)、19、附录1.1、1.2)、刘宝春(实验7、12、18、27)、田丹碧(实验4、9、15、附录2)、王济奎(实验13、17、28)、刘建兰(实验16、25、26)、顾国亮(实验0、8)、翟立新(实验1、2)编写。全书内容由黄仕华统稿,其插图均由顾国亮绘制。

本书编写基础的《无机化学实验讲义》主编周孝棣教授和参编谢渭根、郑克珉、徐学文、李中玉副教授现已退休,但对本书的出版仍很关心,周先生对本书书稿提了许多宝贵意见,并亲自作了修改;教务处、应用化学系领导和教材科同志对本书的出版给予了很

大支持和帮助。编者对他们表示衷心感谢。

由于编者水平有限,不当之处,恳请读者指正。

编者于南京化工大学

1996 年 3 月

目 录

实验 0	实验室规则及常见玻璃仪器介绍	(1)
实验 1	基本操作	(13)
实验 2	硫酸铜提纯	(24)
实验 3	化学反应速率与活化能的测定	(26)
实验 4	酸碱滴定	(39)
实验 5	醋酸电离常数的测定	(47)
实验 6	设计性实验	(61)
实验 7	电离平衡	(65)
实验 8	沉淀反应	(70)
实验 9	电动势法测定氢氧化锌溶度积	(75)
实验 10	氧化还原与电化学	(78)
实验 11	离子交换法制备去离子水	(83)
实验 12	分子结构和晶体结构模型	(87)
实验 13	配位化合物	(94)
实验 14	分光光度法测定 $[\text{Ti}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ 的分裂能	(99)
实验 15	卤素	(104)
实验 16	硫	(109)
实验 17	氮、磷	(114)
实验 18	碳、硅、硼	(120)
实验 19	锡、铅、锑、铋	(126)
实验 20	碱金属和碱土金属	(132)

实验 21	钛、铬、锰	(137)
实验 22	铁、钴、镍	(142)
实验 23	铜、银、锌、镉、汞	(148)
实验 24	混合离子的分离与鉴定	(154)
实验 25	硫酸亚铁铵的制备	(158)
实验 26	废铜屑制备硫酸铜	(161)
实验 27	氯化亚铜的制备	(163)
实验 28	铝的阳极氧化	(165)
附录 1	常用仪器介绍	(168)
附录 1.1	酸度计	(168)
附录 1.2	电导仪和电导率仪	(176)
附录 1.3	721 型分光光度计	(179)
附录 2	标准数据	(180)
附录 2.1	弱酸在水中的离解常数	(180)
附录 2.2	溶度积常数	(181)
附录 2.3	配位化合物的累积稳定常数	(183)
附录 2.4	标准电极电位	(185)
附录 2.5	不同温度下水的饱和蒸气压	(188)
附录 2.6	常用酸、碱的浓度	(190)
附录 3	实验内容参考答案	(191)
参考文献		(216)

实验 0 实验室规则及 常见玻璃仪器介绍

实验目的

1. 了解实验室的规则；
2. 了解实验室的安全守则；
3. 了解实验室意外事故处理的一些方法和手段；
4. 了解和认识实验室常用仪器的规格、用途和使用时的注意事项。

实验内容

1. 实验室规则

实验室是进行科学实验的地方,是理论指导实践和实践验证理论的场所。为了加强实验室的管理,进入实验室的人员必须遵守下列实验室的规则。

①进入实验室要遵守纪律,保持安静,听从指导教师安排。

②实验前要清点仪器,如有缺损,应报告指导教师,及时向实验预备室补领,未经同意,不得私自动用他人位置上的仪器。

③实验中,要认真操作,遵守试剂取用规则,注意节约药品和材料。仔细观察现象,如实记录实验结果。

④要保持实验室清洁整齐,实验中的火柴梗、废纸屑、废液、金属屑等应投入指定的废纸篓或废液桶中,严禁投入或倒入水槽中,以防下水管堵塞或腐蚀。

⑤要爱护实验室的设施,严禁私自移动或随意动用实验室内的仪器设备。

⑥实验后,应将仪器洗涤干净,放回原处,搞好实验室清洁卫

生。

⑦实验结束后,要检查水、电、气,确保安全后,关好门窗,方可离开实验室。

⑧实验室的药品、材料、工具等不得擅自带离实验室。

2. 实验室安全守则

进行化学实验时,经常要使用水、电、煤气,以及易燃、易爆或具有腐蚀性、毒性的化学药品,所以实验前充分了解实验室的安全注意事项,是十分必要的。从而保证实验时,能集中思想,注意安全操作,以避免事故的发生。

①实验室内严禁吸烟、饮食、打闹。

②绝不允许任意混合不明性质的各种化学药品,以免发生意外事故。

③浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿让其溅在皮肤或衣服上,尤其应保护好自己的眼睛。稀释浓酸(尤其是浓硫酸)时,应将它们慢慢注入水中,并不断搅拌,以免溅出伤人。绝不可按相反次序进行操作。

④使用极易挥发和易燃的有机试剂时,要远离明火,用完后应立即塞紧瓶塞。

⑤加热试管时,不要将试管口对准自己或别人,更不要俯视正在加热的液体,以免液体溅出伤人。

⑥制备具有刺激性的、恶臭的、有毒的气体(如 H_2S 、 Cl_2 、 CO 、 SO_2 、 Br_2 等)或能产生这些气体的实验时,以及加热或蒸发盐酸、硝酸、硫酸时必须在通风橱内进行。

⑦嗅闻气体时,鼻子不能直接对准瓶口或管口,应用手轻拂气体,把少量气体扇向自己后再闻。

⑧实验室内任何药品不得进入口中或接触伤口,特别是有毒药品,如重铬酸盐、可溶性钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物、氰化物等,更应注意。

⑨水、电、煤气、酒精灯一经使用完毕就应立即关闭或熄灭,最

后离开实验室的人员应再检查一次开关是否关好。

⑩每次实验后应做到把双手洗净再离开实验室。

3. 意外事故的处理

实验过程中,万一发生事故,不应慌张,应及时采取处理措施,具体方法如下:

①割伤 先看伤口内有无异物,若有要先取出异物,再用药棉揩净伤口,并用碘酒或红药水涂抹,然后用纱布包扎好。若伤口过大,应立即去医务室治疗。

②烫伤 在伤口处抹上黄色苦味酸溶液、高锰酸钾稀溶液、烫伤膏、凡士林或万花油均可。

③受酸腐蚀 应立刻用大量水冲洗,然后用碳酸氢钠溶液或硼酸溶液冲洗,最后再用水冲洗。

④受碱腐蚀 应立刻用大量水冲洗,然后用柠檬酸、硼酸或稀醋酸冲洗,最后再用水冲洗。

⑤吸入刺激性或有毒性气体,根据吸入气体的性质,采取不同的方法处理。

若吸入溴蒸气、氯气、氯化氢气体时,可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸汽,使之解毒。

若吸入硫化氢气体而感不适时,应立即到室外吸入新鲜空气。

⑥毒物进入口内,将5~10mL约5%的硫酸铜溶液加入到一杯温开水中,内服后,用手指伸入咽喉部,以促使其呕吐,然后立即送医院治疗。

⑦触电 首先应立即切断电源,然后在必要时进行人工呼吸。

⑧起火 起火要根据起火原因,选用合适的方法。一般小火,可用湿布、石棉布或砂子覆盖燃烧物。火势大时,可使用泡沫灭火器,若是电器设备引起的火灾,应立即切断电源,并用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火,切勿使用泡沫灭火器以防触电。衣服着火时,切勿慌张,应赶快脱下衣服,或用石棉布覆盖着火处,或就地卧倒打滚。

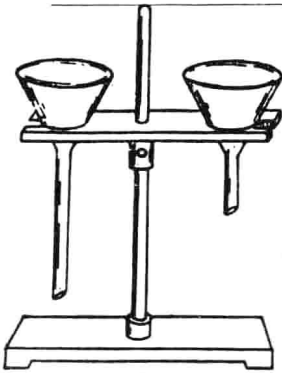
⑨无论什么原因受伤,伤势重者应立即送医院治疗。

4. 化学实验常用仪器介绍

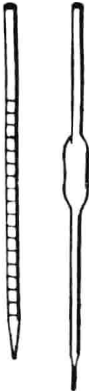
表 0.1 化学实验常用仪器表

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;离心试管以容积(mL)表示。	用作少量试剂的反应容器,便于操作和观察。离心试管还可用于定性分析中的沉淀分离。	可以直接用火焰加热,加热后不能骤冷,否则容易破裂。离心试管只能在水浴中加热。
 烧杯	以容积(mL)表示,外形有高、低之分。	用作反应物较多时的反应容器,反应物易混合均匀。	加热时应放在石棉网上,使之受热均匀。
 量筒	以所能量度的最大容积(mL)表示。	用于较粗略的量度,能量度一定体积的液体。	不能加热,不能用作反应容器。
 表面皿	以口径(mm)大小表示。	可盖在烧杯上,防止液体迸溅或作其它用途。	不能在火焰上直接加热。

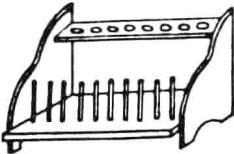
续表 0.1

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 漏斗、漏斗架	以口径(mm)大小表示。外形有长、短之分。	整套装置用于过滤等操作,其中长颈漏斗适用于定量分析中的过滤;短颈漏斗适合于热过滤。	漏斗板凹槽面应向上。
 蒸发皿	以口径(cm)表示或容积(mL)表示,可以由瓷、石英、铂等不同材料制成。	用于蒸发液体,随液体性质不同,选用不同材料的蒸发皿。	可耐高温,但不宜骤冷。蒸发溶液一般放在石棉网上加热,也可用火直接加热。
 酒精灯	以容积(mL)大小表示,一般用玻璃制成。	用于实验中的一般加热。	所加的酒精不要超过容积的三分之二。
 锥形瓶	以容积(mL)大小表示。	反应容器,主要用于滴定操作,便于振荡。	加热应放置在石棉网上,使之受热均匀。

续表 0.1

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 移液管	以所量取的最大容积(mL)表示。	精确量取一定体积的液体时用。	移液管用后应立即洗净,具有精确刻度的容器不能放在烘箱内烘干。
 洗耳球	一般由橡胶制成。	通常与移液管联用,用于移取一定体积的液体。	不要将液体吸入球内。
 洗瓶	以容积(mL)表示,一般用塑料制成。	用于洗涤或冲洗反应器壁上所挂有的液体或固体颗粒。	

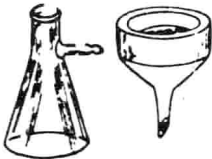
续表 0.1

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 酸、碱滴定管	以容积(mL)大小表示,根据用途又有酸式、碱式之分。	主要用于定量分析中的滴定操作。	装酸或碱前,首先要用水试漏。
 试管架	用木料、铝或有机玻璃制成。	用于放置试管。	试管应倒置于试管架中。
 药勺	由牛角、瓷或塑料制成,两端分别有一大一小勺。	用于取用固体试剂,根据取用药量的多少,可选用两端的大勺或小勺。	不能用于取用灼热的固体,用后应洗净擦干备用。

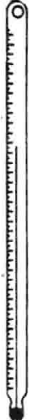
续表 0.1

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 试管夹	一般用木料制成。	用于加热试管时夹持试管。	不要把拇指按在试管夹的活动部分, 试管夹要从试管的底部套上或取下。
 研钵	以口径大小表示, 有瓷、玻璃、玛瑙或铁质之分。	用于研磨固体物质, 按固体的性质和硬度选用不同质地的研钵。	不能用火加热, 不能作反应容器, 只能研磨, 不能敲击。
 三角架	铁制品, 有大小、高低之分。	放置较大或较重的加热容器。	使用时要保持三角架水平。
 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, 铁丝锈蚀。

续表 0.1

仪 器	规 格	用 途	注意事项
 试剂瓶	以容积大小表示,颜色有无色、棕色之分。	滴瓶、细口瓶用于盛放液体药品,广口瓶用于盛放固体药品。	不能用火加热,瓶塞不要互换,若盛放碱液时,要用橡皮塞,以防玻璃瓶塞被腐蚀粘牢。
 泥三角	用铁丝弯成,套有瓷管。有大小之分。	灼烧坩埚时,盛放坩埚用。	
 吸滤瓶、布氏漏斗	布氏漏斗为瓷质,以口径(cm)大小表示。 吸滤瓶以容积(mL)表示。	两者配套使用于无机制备中晶体或沉淀的减压过滤。利用水泵或真空泵降低吸滤瓶中压力以加速过滤。	
 容量瓶	以刻度以下的容积(mL)表示。	用于准确配制一定体积浓度的溶液。	不能受热。瓶塞要配套,不能互换。

续表 0.1

仪 器	规 格	用 途	注意事项
 点滴板	以孔数表示,瓷质。	用于点滴反应。	
 干燥器	以口径大小表示。分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。
 试管刷	以大小和用途表示,如试管刷、滴定管刷等。	洗刷玻璃仪器。	勿使刷子顶端的铁丝碰破玻璃仪器。
 温度计	以所能量度的最高温度表示,并有水银、酒精之分。	用于测量温度。	所测得温度不能超出温度计所能测的最高温度。