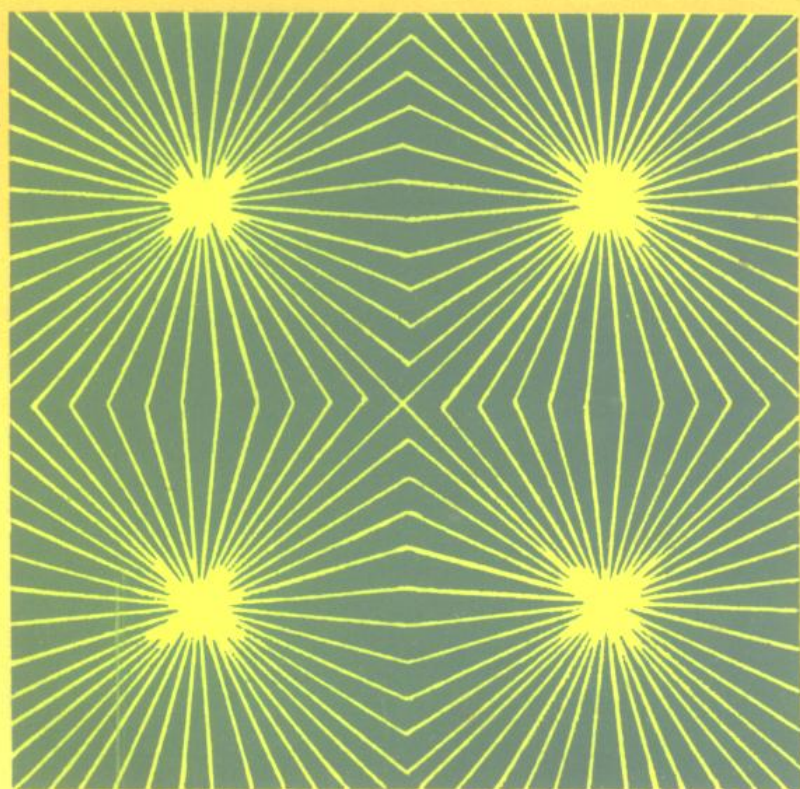


WUJIHUA XUE SHIYAN

无机化学实验

王朝敏 白炳贤 主编

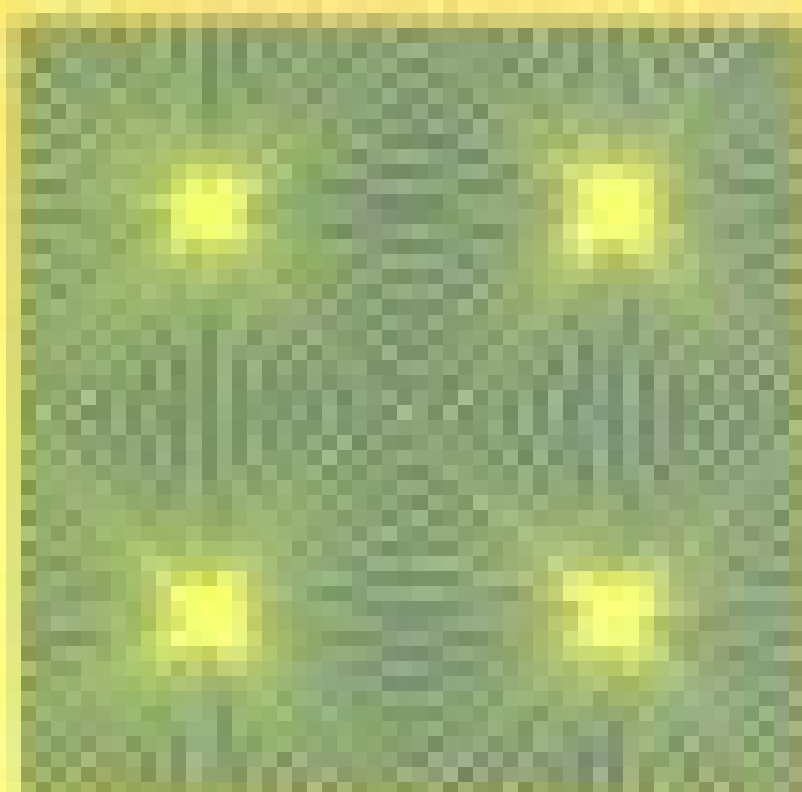


河南大学出版社

WULIJIAXUESHIXIAN

无机化学实验

第二版 下册



化学工业出版社

061-33

W14

448366

无机化学实验

主 编 王朝敏 白炳贤
副主编 陶偌偈 王光宙
梁 起 夏志清

河南大学出版社

(豫)新登字 09 号

D277 / 16

无机化学实验

主 编 王朝敏
白炳贤
责任编辑 马尚文

河南大学出版社出版
(开封市明伦街 85 号)
河南省新华书店发行
河南大学出版社电脑排版
中国科学院开封印刷厂印刷

开本: 787×1092 毫米 1/16 印张: 17.75 字数: 410 千字
1994 年 9 月第 1 版 1994 年 9 月第 1 次印刷
印数: 1—2000 定价: 8.60 元

ISBN7-81041-113-6/O·85

编写说明

本书是根据全国高师化学系无机化学教学大纲的基本要求,由河南师范大学和河南大学总结两校多年来教学实践经验编写成的。编写时注意以下几个方面:

1. 无机化学实验是一门独立开设的课程,为便于教学,在每个实验里都编写了实验原理或有关的重要化学反应式。

2. 把无机化学实验基本操作和化学原理实验等内容集中编排在前面,具体操作技能的训练主要分布于基本化学原理实验和元素部分实验中。这样既有利于学生查找有关的基本操作要领,又能使学生反复得到训练和提高。

3. 元素部分的实验内容按元素周期系编排,以利于与中学化学教学的衔接和与无机化学课堂教学的密切配合。

4. 选材内容比较广泛,选编的70个实验中,难易、繁简幅度大,选择余地宽,便于因地制宜组织实验教学。

5. 制备实验(包括一些三废处理、资源综合利用等)较多。有利于对学生进行基本操作的综合训练,有利于培养学生为经济建设服务的应用意识,提高学生解决科研和生产实际问题的能力。

6. 有较详细的附注。对实验的成败关键、注意事项和一些有关的知识与资料,在许多实验的附注中都有扼要的说明。这有助于学生提高实验的质量和扩大知识面。

7. 实验中药品和材料的用量,在保证实验效果的前提下力求节约,以节省经费开支,并减少对环境的污染。

本书由王朝敏、白炳贤任主编,陶佑偈、王光宙、梁起、夏志清任副主编。参加编写的有河南师范大学王朝敏、白炳贤、王光宙、李五聚、牛新书、张秀英、夏志清;河南大学陶佑偈、王敬平、黄普选、梁起。本书插图由梁起绘制。

编者衷心感谢河南师范大学化学系和河南大学化学化工系师生的关怀和鼓励,感谢娄全龄教授、周绪亚教授一贯的热情支持。编者热忱地期待广大师生和读者对本书的批评和指正。

编 者

1994年1月

目 录

无机化学实验的目的	(1)
无机化学实验的学习方法	(1)
化学实验室工作规则	(5)
化学实验室安全知识	(5)
无机化学实验常用仪器介绍	(8)
无机化学实验基本操作	(17)
一、常用仪器的洗涤和干燥	(17)
二、加热的方法	(18)
三、液体体积的度量	(22)
四、化学药品的取用	(25)
五、溶解与结晶	(26)
六、溶液与沉淀的分离	(27)
七、气体的发生、净化、干燥和收集	(29)
八、石蕊试纸和 pH 试纸的使用	(34)
九、普通温度计	(34)
十、相对密度计(比重计)	(35)
实验数据	(36)
一、误差概念	(36)
二、有效数字概念及计算法则	(37)
三、作图方法简介	(38)
实验 1 实验导言和仪器认领	(40)
实验 2 玻璃细工和塞子钻孔	(44)
实验 3 台秤和分析天平的使用	(49)
实验 4 置换法测定镁的相对原子质量	(59)
实验 5 气体密度法测定二氧化碳的相对分子质量	(62)
实验 6 硫酸铜结晶水的测定	(65)
实验 7 酸碱滴定	(67)
实验 8 胶体溶液	(70)
实验 9 化学反应速度和活化能	(73)
实验 10 电离平衡和盐类的水解	(77)
实验 11 $I_3^- \rightleftharpoons I^- + I_2$ 体系平衡常数的测定	(80)
实验 12 醋酸电离度和电离常数的测定	(83)
实验 13 沉淀平衡	(85)
实验 14 碘酸铜溶度积的测定	(87)
实验 15 金属氢氧化物沉淀 pH 值的测定	(89)

实验 16	硝酸钾溶解度与温度的关系	(91)
实验 17	过氧化氢分解热的测定	(93)
实验 18	氯化铅在水溶液中的熵和焓	(97)
实验 19	氢光谱 分子的极性	(100)
实验 20	氧化还原反应	(103)
实验 21	电极电势的测量	(107)
实验 22	电解与电镀	(110)
实验 23	电解法测定阿伏加德罗常数	(113)
实验 24	卤素	(115)
实验 25	从海带中提取单质碘	(118)
实验 26	氢 氧 过氧化氢	(120)
实验 27	硫和硫化物	(123)
实验 28	硫代硫酸钠的制备和应用	(127)
实验 29	氮	(131)
实验 30	氯化铵的制备	(134)
实验 31	磷	(136)
实验 32	磷酸二氢钠、磷酸氢二钠和焦磷酸钠的制备	(139)
实验 33	砷 锑 铋	(142)
实验 34	碳 硅 硼	(145)
实验 35	碱金属和碱土金属	(148)
实验 36	氯化钠的提纯	(151)
实验 37	转化法制备纯硝酸钾	(153)
实验 38	去离子水的制备和检验	(155)
实验 39	铍 铝	(160)
实验 40	明矾的制备	(162)
实验 41	锡 铅	(164)
实验 42	无水二氯化锡的制备	(167)
实验 43	二氧化铅的制备	(169)
实验 44	铜 银	(171)
实验 45	氯化亚铜的制备	(174)
实验 46	硫酸铜的制备	(177)
实验 47	由含银废液制取硝酸银	(180)
实验 48	锌 镉 汞	(183)
实验 49	由锌灰制备硫酸锌和提取金属镉	(186)
实验 50	氯化锌的制备	(189)
实验 51	锌钡白的制备	(191)
实验 52	配合物的生成和性质	(194)
实验 53	三草酸合铁(Ⅲ)酸根离子电荷的测定	(197)
实验 54	磺基水杨酸铁(Ⅲ)配合物的组成及其稳定常数的测定	(200)

实验 55	钛 钒	(204)
实验 56	由钛铁矿提取二氧化钛	(207)
实验 57	从废钒触媒中回收五氧化二钒	(210)
实验 58	铬 锰	(212)
实验 59	由铬铁矿制取重铬酸钾	(215)
实验 60	铬黄颜料的制备	(217)
实验 61	铁氧体法处理含铬废水	(219)
实验 62	由软锰矿制备高锰酸钾	(222)
实验 63	钼 钨	(225)
实验 64	由辉钼矿制取钼酸铵	(227)
实验 65	由白钨矿制取三氧化钨	(229)
实验 66	铁 钴 镍	(231)
实验 67	硫酸亚铁铵的制备	(234)
实验 68	三氯化六氨合钴(Ⅱ)的制备	(237)
实验 69	二氯化六氨合镍(Ⅱ)的制备	(239)
实验 70	生物体中钙、铁、磷元素的定性鉴定	(241)
附录 1	DDS-11A 型电导率仪使用说明	(244)
附录 2	72 型分光光度计使用说明	(245)
附录 3	酸度计的使用说明	(246)
附录 4	福廷式气压计的使用说明	(249)
附录 5	一些无机化合物的溶解度	(251)
附录 6	溶度积常数	(253)
附录 7	弱电解质的电离常数	(254)
附录 8	常见配离子的稳定常数	(256)
附录 9	标准电极电势	(257)
附录 10	不同温度下水的饱和蒸气压	(264)
附录 11	常用酸碱的浓度	(265)
附录 12	常见金属化合物在水中的溶解性	(266)
附录 13	气体在水中的溶解度	(267)
附录 14	常见沉淀物的 pH 值	(267)
附录 15	某些离子和化合物的颜色	(268)
附录 16	某些指示剂的配制	(270)
附录 17	危险药品的分类、性质和管理	(271)
附录 18	几种常用的化学手册	(272)
附录 19	国际相对原子质量表	(273)

无机化学实验的目的

自然科学中,化学是一门实验性很强的学科。在化学教学中,实验占有极其重要的地位。无机化学实验是大学化学专业第一门必修实验课。它的目的是:

- ① 引导学生直接获得化学感性知识,从而巩固和加深对所学无机化学基本原理和基础知识的理解。
- ② 训练学生正确地掌握基础无机化学实验的基本操作方法和技能技巧。
- ③ 提高学生独立工作能力及分析问题和解决问题的能力。
- ④ 培养学生严谨的科学态度,良好的科学素养和科学的思维方法。使学生初步掌握科学研究的方法。
- ⑤ 增强学生的科技开发应用意识,促使教学更好地为经济建设服务。

无机化学实验的学习方法

1. 预习 充分预习是保证做好实验的一个重要环节。预习时,应通过阅读实验教材、教科书和参考资料中的有关内容,明确本实验的目的,了解本实验的有关原理、操作方法及注意事项等。在预习的基础上,写出实验操作提纲,并认真思考完成本实验的关键问题。

2. 提问和检查 实验课一开始,指导教师要对学生进行提问和检查。一方面了解学生的预习情况,另一方面可以具体地指导学生的学习方法。若发现学生预习不够充分,教师可让学生停止实验,要求在掌握了实验内容之后,再进行实验。

3. 进行实验 根据实验教材上所规定的方法、步骤和试剂用量进行操作,并应做到以下几点:

- ① 认真操作,细心观察,如实做好记录。
- ② 如发现实验现象与理论不符合,应首先尊重实验事实。然后认真检查其原因,重做实验,直到得出正确的结论。
- ③ 实验过程中要勤于思考,仔细分析,力争自己解决问题。若遇疑难问题而自己难以解释时,可提请教师解答。
- ④ 实验过程中要保持肃静,严格遵守实验室工作规则。

4. 写实验报告 实验结束后,应对实验现象进行解释,并作出结论,或根据实验数据进行处理和计算。按一定格式及时写出实验报告,交指导教师审阅。书写实验报告应做到简明扼要,结论明确,绘图规范,字体端正。

附 注

无机化学实验报告的书写格式(供参考)

一、测定实验报告

实验名称 _____ 室温 _____ °C
气压 _____ kPa

_____ 班 _____ 组 姓名 _____ 日期 _____

测定原理(简述)

数据记录和结果处理

问题和讨论

二、制备实验报告

实验名称 _____ 室温 _____ °C
气压 _____ kPa

_____ 班 _____ 组 姓名 _____ 日期 _____

基本原理(简述)

简单流程

实验过程主要现象

实验结果

产品外观

产 量

问题和讨论

三、性质实验报告

实验名称 _____ 室温 _____ °C
气压 _____ kPa

_____ 班 _____ 组 姓名 _____ 日期 _____

实 验 内 容	实 验 现 象	解 释 和 反 应

讨 论

小 结

化学实验工作规则

① 实验前一定要做好预习和实验准备工作,以便心中有数,科学安排时间。如要更改实验步骤或做规定以外的实验,应先征得教师同意。

② 实验时要保持肃静,集中注意力认真操作,不得擅自离开实验室去做别的工作。

③ 严格遵守安全守则。学生进实验室要了解水、电、煤气开关,通风设备,灭火器材,救护用品的配备情况和安放地点,并能正确使用。使用易燃、易爆和剧毒药品时,要严格遵守操作规程,防止意外事故发生。

④ 爱护实验室各种仪器、设备,注意节约水、电和煤气。实验室的仪器药品和材料不得携出室外他用。临时公用的仪器,用后要洗净,送回原处。使用精密仪器时要严格按照操作规程,避免粗枝大叶而损坏仪器。

⑤ 按规定的量取用药品和材料。放在指定地方的药品不得擅自拿走。取用药品后,及时盖好瓶盖,以免搞错而沾污药品。

⑥ 实验时应保持实验室和桌面清洁。待用仪器、药品要摆得井然有序。装置要求规范、美观;废纸、火柴梗、碎玻璃等固体物应丢入废物箱,不得随地乱扔或丢入水槽。实验完毕,应将仪器洗净,放入柜内,擦净桌面,洗净双手,关闭水、电、煤气闸门后方可离开实验室。

⑦ 值日生负责整理好公用仪器和药品,擦净地面,清理水槽和废物箱。检查电源、煤气、水龙头、玻璃窗是否关闭,以保持实验室的整洁安全。

化学实验室安全知识

进行化学实验时,要严格遵守关于水、电、煤气和各种仪器、药品的使用规定。化学药品中有些是易燃、易爆、有毒、有腐蚀性的;有些化学反应是具有危险性的。因此,在进行化学实验时,思想上要高度重视安全操作。实验前应充分了解有关安全注意事项,严防事故发生。

一、实验室安全守则

① 严禁用湿手和湿物接触电源。水、电、煤气一经使用完毕,应立即关闭。点燃的火柴用后立即熄灭,不得乱扔。

② 实验室内严禁饮食、吸烟或带进餐具。

③ 使用易挥发和易燃物质,尽可能使其远离明火。

- ④ 不允许随意混合各种化学药品,以免发生意外事故。
- ⑤ 金属钾、钠常保存在煤油中,白磷则保存在水中。取用它们时要用镊子。固体药品不允许用手直接取用。
- ⑥ 点燃氢气前,必须先检查并确保纯净。银氨溶液不能久存,因久置后会变成氮化银,易爆炸。
- ⑦ 嗅闻气体时应用手轻拂气体,把少量气体煽向自己再闻。能产生有刺激性或有毒气体(如 H_2S , Cl_2 , CO , NO_2 , SO_2 , Br_2 等)的实验必须在通风橱内(或通风处)进行。
- ⑧ 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿洒在衣服和皮肤上,更应注意防护眼睛。稀释浓硫酸时,必须把浓硫酸慢慢倒入水中,并搅拌。切忌将水倒入浓硫酸中,以免迸溅伤人。
- ⑨ 有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物、特别是氰化合物)不得进入口内或接触伤口。实验后的残液应倒入废液缸内。未用完的有毒药品应交给老师处理。
- ⑩ 加热试管时,不得将管口朝向人,也不要俯视正在加热的液体,以防液体溅出伤人。

二、实验室意外事故的处理

1. 割伤 若是被玻璃割伤,应先将碎玻璃从伤口挑出,然后涂以红药水或紫药水,必要时撒些消炎粉再用绷带包扎。
 2. 烫伤 切忌用水冲洗。伤处皮肤未破时,可用碳酸氢钠粉调成糊状敷于伤处,也可擦烫伤药膏;如果伤处已破,可擦些紫药水或 10% 高锰酸钾溶液。
 3. 受酸(或碱)腐蚀致伤 先用大量水冲洗,然后相应地用饱和碳酸氢钠溶液(或硼酸溶液)冲洗,最后再用水冲洗。
 4. 受溴腐蚀致伤 用苯或甘油洗伤处,然后再用水洗。
 5. 受白磷灼伤 用 1% 硝酸银溶液,5% 硫酸铜或浓高锰酸钾溶液洗后进行包扎。
 6. 吸收刺激性或有毒气体 吸入氯气或氯化氢时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气使之缓解。吸入硫化氢或一氧化碳气体感到不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气。但应注意,对氯、溴中毒不可进行人工呼吸,一氧化碳中毒不可用兴奋剂。
 7. 毒物进入口内 把 5~10 毫升 5% 硫酸铜溶液加入一杯温水中,口服后,用手指伸入咽喉部,促使呕吐,吐出毒物,然后立即送医院。
 8. 起火 因酒精、苯或乙醚等引起小火,应立即用湿布或沙土等扑灭。若遇电器设备着火,必须先切断电源,再用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火。
 9. 触电 首先切断电源,然后在必要时进行人工呼吸。
- 上述事故中,对伤势较重者,应立即送医院。

三、实验室急救工具

1. 消防器材 灭火器(如泡沫灭火器、四氯化碳灭火器、二氧化碳灭火器)、黄沙等。
2. 急救药箱 红药水、3% 碘酒、紫药水、烫伤药膏、3% 双氧水、70% 酒精、2% 醋酸、

1%硼酸、饱和碳酸钠溶液、5%硫酸铜、甘油、凡士林、消炎粉、绷带、纱布、药棉、棉花签、橡皮膏、医用镊子、剪刀等。

四、实验室废液的处理

① 无机化学实验中的废液较多的是废酸液。可先用耐酸塑料窗纱或玻璃纤维过滤，滤液加碱(用废碱液更好)中和，调 pH 达 6~8 时，即可排出。少量滤渣可埋于地下。

② 无机化学实验中含铬废液量大的是废铬酸洗液。这可用高锰酸钾氧化使其再生，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(Ⅲ)沉淀，然后将废渣埋于地下。

③ 少量的含氰化物的废液可先加氢氧化钠调至 $\text{pH} > 10$ ，再加几克高锰酸钾使 CN^- 氧化分解；量大的含氰化物废液可先用碱调至 $\text{pH} > 10$ ，再加入漂白粉，使 CN^- 氧化成氰酸盐，进而分解为二氧化碳和氮气。

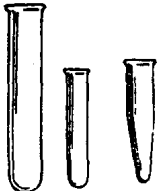
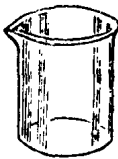
④ 含有汞盐的废渣应调 pH 至 8~10 后，加适当过量的硫化钠，使其生成硫化汞沉淀。再加硫酸亚铁，则有硫化亚铁沉淀生成。它可吸附硫化汞，然后一起沉淀下来。静置后过滤。清液含汞量可降到 $0.02\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 以下排放。少量残渣可埋于地下，若残渣量大，可在通风橱内采用焙烧法回收汞。

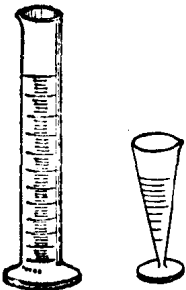
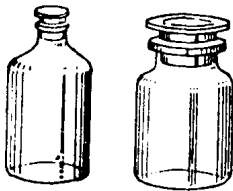
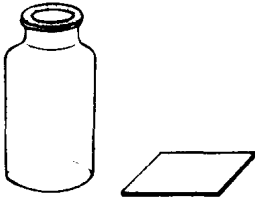
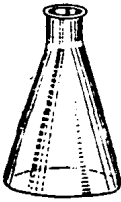
⑤ 含重金属离子的废液，最好是加碱或硫化钠把重金属离子变成难溶性的氢氧化物或硫化物而沉积下来，进而过滤分离，少量残渣可埋于地下。

⑥ 对实验废液中有用的或者有价值的成分应予以回收利用。

(王朝敏)

无机化学实验常用仪器介绍

仪 器	规 格	主 要 用 途	使用方法和注意事项
 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。普通试管又分平口、翻口;有刻度、无刻度;有支管、无支管;有塞、无塞等几种。离心试管也分有刻度和无刻度。 规格: 有刻度试管和离心试管按容量(mL)分为: 5, 10, 15, 20, 25, 50, ……。 无刻度试管按外径(mm)×管长(mm)分为: 8×70, 10×75, 10×100, 12×100, 12×120, 15×150, 30×200, ……。	1. 作为常温或加热条件下小量试剂的反应容器。 2. 用于收集少量气体。 3. 支试管也用于检验气体产物或接到装置中。 4. 离心试管还用于定性分析中的沉淀分离。	1. 反应液体不超过试管容积的 $\frac{1}{2}$, 加热时不超过 $\frac{1}{3}$。 2. 可直接用火加热。但加热后不能骤冷。硬质试管可以加热至高温。离心试管只能用水浴加热。 3. 加热时要用试管夹夹持已擦干外壁的试管。 4. 加热液体时,将试管倾斜 45°, 管口不要对人,火焰上端不要超过管中液面。 5. 加热固体时,管口应略向下倾斜。
 烧杯	玻璃质,分硬质和软质;一般型和高型;有刻度和无刻度几种。 规格: 按容量(mL)分为: 50, 100, 150, 200, 250, 500, ……。 此外还有 1, 5, 10mL 的微型烧杯。	1. 作为常温或加热条件下,大量物质的反应容器。 2. 配制溶液用。 3. 代替水槽用。	1. 反应液体不得超过烧杯容量的 $\frac{2}{3}$。 2. 要擦干烧杯外壁,垫上石棉网加热,使受热均匀。

 量筒 量杯	玻璃质。 规格： 按刻度所能量度的最大容量(mL)分为：5, 10, 20, 25, 50, 100, 200, ……。 上口大下部小的叫量杯。	用于量取一定体积的液体或溶液。	1. 直接放在桌面上,读数时视线和液面水平,读取与弯月面底相切的刻度。 2. 不能用作实验(如溶解、稀释等)容器。 3. 不能加热和量取热溶液或液体。
 试剂瓶	玻璃质。有细口和广口;无色、棕色等。 规格： 按容量(mL)分,有 60, 100, 125, 250, 500, 1000, ……。	用于储存固体及液体药品。	1. 不能直接加热。 2. 瓶塞不能互换;盛放碱液时应用胶塞;对磨口的细口瓶,不用时应在磨口处垫上纸条。
 广口瓶	玻璃质,无塞,瓶口面是磨砂的,并配有毛玻璃盖片。 规格： 按容量(mL)分,常用的有 125 和 250。	1. 用于收集气体。 2. 用于气体燃烧实验。	1. 收集气体前瓶口要涂少许凡士林,并用毛玻璃片盖上,转动几下,使玻璃片与瓶口能密封;收满气体后,立即用玻璃片盖住瓶口。 2. 在做固体燃烧实验时,瓶底事先要放少量砂子或水。
 锥形瓶	玻璃质。分硬质和软质;有塞和无塞;广口、细口和微型几种。 规格： 按容量(mL)分,有 50, 100, 150, 200, 250, ……。	1. 用作反应容器。 2. 适用于滴定操作。	1. 加热时应垫上石棉网或置于水浴中,使用时勿使温度变化过于剧烈。 2. 盛液不能太多。