

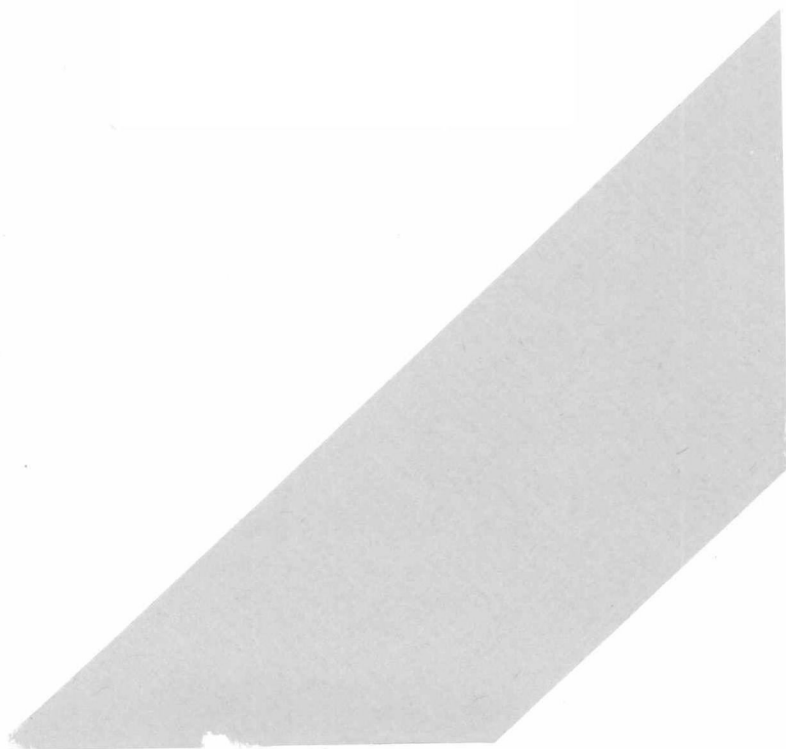
无机化学实验

陈 灏 刘宝廷 编

中央广播电视大学出版社

无机化学实验

陈 颢 刘宝廷 编



中央广播电视大学出版社

无机化学实验

陈 颢 刘宝廷 编

*

中央广播电视大学出版社出版

新华书店北京发行所发行

印刷厂印装

*

开本 $787 \times 1092 \frac{1}{16}$ 印张 9.25 千字 218

1988 年 9 月第 1 版 1989 年 2 月第 1 次印刷

印数 1—15000

定价 2.00 元

ISBN 7-304-00346-4/O6·4

前 言

无机化学是一门实验科学。要想很好地领会和掌握无机化学的基本理论和基础知识,进一步掌握元素及其化合物的重要性质和反应,熟悉重要无机化合物的制备方法,就必须亲自进行实验。通过实验,学生自己动手,实际训练各种操作,可以培养正确地掌握化学实验的基本操作方法和技能技巧;培养学生严谨的科学态度,良好的实验作风以及分析问题解决问题的能力。因此,实验在无机化学教学中占有十分重要的地位。

本书主要内容有:实验基本操作的训练和实验室安全知识教育;基本概念和一些物理化学数据的测定;无机化合物的制备;常见元素及其化合物性质的实验。书后附有实验报告。

本书是根据电视大学无机化学实验教学大纲的要求,配合电大化工、轻工(含食品营养专业)无机化学课程选编的,学生实验时数(不包括考核和机动时数)不得少于40学时,书中共有21个实验,其中有些是供学生选做的,课内实验内容的选择和顺序的安排可以根据各地情况而异,但其中带有*号的内容为全国统一要求必做的内容。有的实验两个可以合并一次完成。

由于水平所限、书中缺点和错误在所难免,欢迎读者批评指正。

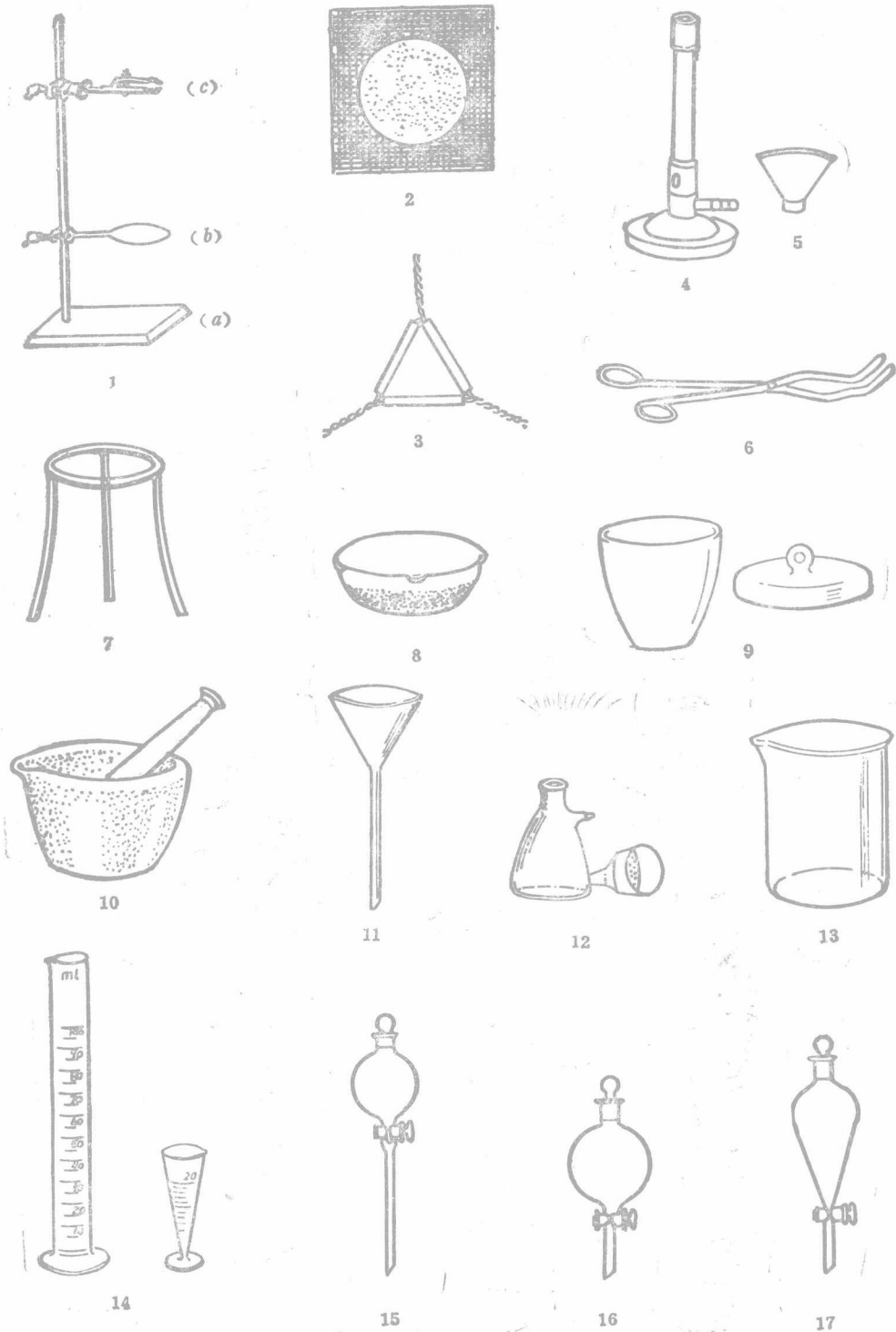
编者 1983年9月

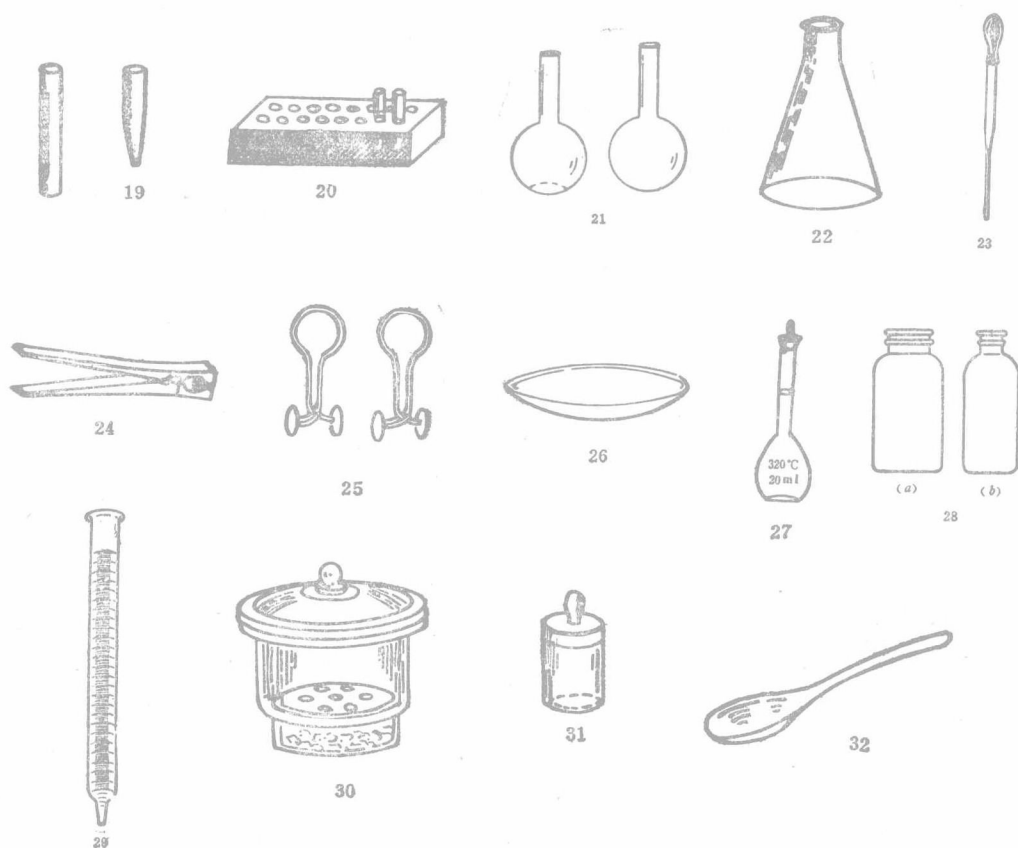
目 录

化学实验室常用仪器	1
常用仪器清单	3
实验规则	4
第一部分 化学实验技术	5
一、安全	5
二、记录结果	6
三、称重	8
四、有关液体的操作	14
五、溶解与结晶	18
六、煤气灯和酒精喷灯	18
七、气体的发生、净化和收集	19
八、试纸的使用	22
九、其它	23
第二部分 实 验	25
实验一* 灯的使用和玻璃操作	25
实验二* 台秤和分析天平的使用	30
实验三 量气法测定锌铝合金的组成	31
实验四 中和热的测定	33
实验五* 化学反应速率	36
实验六 化学平衡	38
实验七* 电离平衡与沉淀平衡	40
实验八* 氧化还原与电化学	42
实验九 物质的性质与周期律	45
实验十 配合物的生成和性质	48
实验十一* 卤素	50
实验十二* 硫及其化合物	53
实验十三* 氮和磷	54
实验十四* 碳、硅、硼	57
实验十五* 主族金属元素	59
实验十六* 铬、锰、铁	61
实验十七* 铜、银、锌、镉、汞	63
实验十八 阴离子的鉴定	66
实验十九 阳离子的鉴定	73
实验二十 硫酸铜的制备	78
实验二十一* 硫代硫酸钠的制备和应用	79
分 实 验 报 告	83

实验	灯的使用和玻璃操作	83
实验	台秤和分析天平的使用	85
实验	化学反应速率	87
实验	电离平衡与沉淀平衡	89
实验	氧化还原与电化学	93
实验	卤素	97
实验	硫及其化合物	101
实验	氮和磷	103
实验	碳、硅、硼	107
实验	主族金属元素	109
实验	铬、锰、铁	113
实验	铜、银、锌、镉、汞	117
实验	阴离子的鉴定	121
实验	阳离子的鉴定	125
实验	硫代硫酸钠的制备和应用	129
附录		131
附录一	试液和特殊试剂	131
附录二	无机化学实验室常用数据表	133

化学实验室常用仪器





1. 铁架台: (a)铁架 (b)铁环 (c)铁夹; 2. 石棉网; 3. 泥三角; 4. 煤气灯;
 5. 鱼尾灯头(火焰散布器); 6. 坩埚钳; 7. 三角架; 8. 蒸发皿; 9. 坩埚;
 10. 研钵; 11. 漏斗; 12. 吸滤瓶及布氏漏斗; 13. 烧杯; 14. 量筒及量杯;
 15. 滴液漏斗; 16. 圆形分液漏斗; 17. 梨形分液漏斗; 18. 试管; 19. 离心试管;
 20. 试管架; 21. 烧瓶; 22. 锥形瓶; 23. 滴管; 24. 试管夹; 25. 节流夹;
 26. 表面皿; 27. 容量瓶; 28. 试剂瓶: (a) 广口瓶 (b) 细口瓶; 29. 量气管;
 30. 干燥器; 31. 称量瓶; 32. 药勺。

常用仪器清单

石棉板	1 块	滤纸(9 厘米)	25 张
烧杯(50、100、200、500 毫升)	各 1 只	平底烧瓶(125、300、500 毫升)	各 1 只
广口瓶(1/3 升)	2 只	漏斗(65 毫米)	1 只
煤气灯(或酒精喷灯)	1 架	量气管(50 毫升)	1 支
毛细管(25 厘米)	1 支	玻璃片(10×10 厘米)	3 块
铁夹	1 只	分液漏斗	1 个
坩埚及盖(00*)	2 套	火柴	1 盒
坩埚钳	1 把	医用滴管	1 支
有刻度量筒(25、100 毫升)	各 1 只	试管夹	2 只
无刻度量筒(125 毫升)	3 只	集气水槽	1 只
蒸发皿(60*)	1 只	铁圈(8 厘米)	1 只
锉刀	1 把	铁架(45 厘米)	1 只
橡皮连接管(5 厘米)	1 个	试管(16×150 毫米)	12 支
橡皮塞		试管(25×200 毫米)	1 支
8*双孔	3 只	试管刷	1 支
5*双孔	1 只	试管架	1 个
4*双孔	1 只	温度计(−10~110°C)	1 支
4*单孔	1 只	泥三角	1 只
1*单孔	1 只	U型管	1 只
橡皮管(7 厘米)	60 厘米	表面皿(80 厘米)	1 个
橡皮管(5 厘米)	60 厘米	石棉网(10×10 厘米)	1 块
药勺	1 只	抹布	1 块
搅棒(5 毫米×30 厘米)	1 支		

实 验 规 则

1. 实验前应认真预习,明确实验的目的要求,了解实验的基本原理、方法和步骤。
2. 实验前要做好实验的准备工作,检查实验所需的药品、仪器是否齐备。做规定以外的实验,应先经教师允许。
3. 实验过程中要集中精神,认真操作,仔细观察,积极思考,认真记录。要保持实验室的安静。
4. 严格遵守实验室的各种制度,注意安全,爱护仪器,节约用药,保持实验室的整洁。
5. 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;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。
6. 实验完毕后,应将所用仪器和药品整理好并把实验桌及地面打扫干净。最后关好电门、水和煤气龙头。
7. 实验完毕后,应根据原始记录,联系理论知识,认真处理数据、分析问题,写出实验报告,按时交给教师。防止互相抄袭实验报告的不良倾向发生。
8. 发生意外事故应保持冷静,不要惊慌失措;化学灼伤、烫伤、割伤应立即报告教师,及时急救和治疗。

第一部分 化学实验技术

一、安 全

进行化学实验时，要会正常使用水、电、煤气和各种仪器、药品。有很多化学药品是易燃、易爆、具有腐蚀性和毒性的，因此，重视安全操作，熟悉一般的安全知识是十分必要的。

注意安全不仅是个人的事情，因为发生了事故不仅损害个人的健康，还要危及周围的人们，并使国家的财产受到损失。所以，一定要从思想上重视安全工作，决不能麻痹大意。

(一) 实验室的一般安全守则

1. 必须熟悉实验室及其周围的环境和水、煤气的阀门、电闸的位置。
2. 不要用湿的手、物接触电源。水、电、煤气一经使用完毕立即关闭。
3. 严禁在实验室内饮食，吸烟。
4. 绝不允许把各种化学药品任意混和，以免发生意外事故。
5. 氢气与空气的混合气体遇火要发生爆炸，因此产生氢气的装置要远离明火，点燃氢气前，必须先检查氢气的纯度。
6. 强氧化剂和某些物质的混和物(如氯酸钾和红磷、碳、硫等的混和物)易发生爆炸，使用这些药品时不能研磨，并注意保存。
7. 银氨溶液放久后会变成氮化银而引起爆炸，因此用剩下的银氨溶液必须酸化后回收。
8. 活泼金属钾、钠等不要与水接触或暴露在空气中，应将它们保存在煤油中。取用它们时要用镊子。一些有机溶剂(如乙醚、乙醇、丙酮、苯等)易燃，使用时，一定远离明火，用后要把瓶塞塞严，放在阴凉的地方。
9. 浓酸和浓碱具有强腐蚀性，不要把它们洒在皮肤或衣物上。废酸应倒入废酸缸内，但不要往酸缸中倾倒碱液，以免因酸碱中和放出大量的热而发生危险。
10. 制备具有刺激性的、恶臭的和有毒的气体或进行能产生这些气体的反应时(如硫化氢、氯气、一氧化碳、二氧化氮、二氧化硫、溴等)；进行能产生氟化氢的反应时；加热或蒸发盐酸、硝酸、硫酸时，均应在通风橱内进行。
11. 可溶性汞盐、铬的化合物、钋化物、砷盐、铋盐、镉盐和钡盐都有毒，不得进入口内或接触伤口，其废液也不能倒入下水道，应统一回收并处理。
12. 金属汞易挥发，它通过人的呼吸而进入体内，逐渐积累会引起慢性中毒。所以不能把汞洒落在桌上或地上。一旦洒落，必须尽快收集起来，并用硫黄粉盖在洒落的地方，使汞转变成不挥发的硫化汞。

13. 实验室所有药品不得随意取用。用剩的药品药品应交还给教师。

(二) 实验意外一般事故的处理

1. 割伤 防止不能用手捉摸,也不能用水洗涤,应先把碎玻璃从伤处挑出。轻伤可涂以紫药水(或红汞、碘酒),严重消炎并包扎。

2. 烫伤 在伤处上抹烫伤药如獾油或万花油,用浓高锰酸钾溶液润湿伤口至皮肤变为棕色。

3. 受酸腐蚀 先用大量水冲洗,再用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水洗,最后再用水冲洗。如果酸溅入眼内也用此法。

4. 受碱腐蚀 先用大量水冲洗,再用2%醋酸溶液或饱和硼酸溶液洗,最后再用水洗。如果碱溅入眼中,可用硼酸溶液洗,再用水洗。

5. 受溴腐蚀 用苯或甘油洗,再用水洗。

6. 受白磷灼伤 用1%硝酸银溶液、1%硫酸铜溶液或浓高锰酸钾溶液洗后,进行包扎。

7. 吸入刺激性气体 可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气,然后到户外呼吸新鲜空气。

8. 毒气进入口内 把5~10毫升稀硫酸铜溶液加入一杯温水中,内服后,然后用手指伸入喉部,促使呕吐,再送医院治疗。

9. 触电 首先切断电源,然后在必要时进行人工呼吸。

10. 起火 起火后,要立即一面灭火,一面防止火势扩展(如拉开电闸,关闭煤气门停止加热,将一切可燃物质移至远处等)。灭火的方法要根据起因选用合适的方法。一般小火可用湿布、石棉布或沙土覆盖在着火的物体上。火势大时,可用泡沫灭火器喷射起火点。但由电器设备引起的火灾,不能用泡沫灭火器,以免触电,只能用四氯化碳灭火器和二氧化碳灭火器来扑灭。水能和某些化学药品(如金属钠)发生剧烈反应,引起更大的火灾。在这种情况下,应该用沙土来灭火。实验人员衣服着火时,切勿惊慌乱跑,应赶快脱下衣服或用石棉布覆盖着火处。

二、记录结果

化学研究工作者应把实验记录看成是他最珍贵的财产。在记录本中应总结所做的工作和所得到的结果。

做完实验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,然后根据记录独立完成实验报告,交指导教师审阅。实验报告应书写简明、清晰。定性数据和定量数据具有完全同等的重要性,不应加以省略。在记录定量数据时,要严格注意有效数字的应用。

如果发现实验现象、解释、结论、数据、计算等不符合要求,或实验报告写得草率者,应重做实验或重写报告。

附注:有效数字

1. 有效数字

有效数字是实际能够测量到的数字。在化学实验中,经常需要对某些物理量进行测量并根据测得的数据

进行计算。到底要采取几位有效数字,这要根据测量仪器和观察的精确程度来决定。例如,在用最小刻度为1mL的量筒测量液体体积时,测得体积为20.5mL,其中20mL是直接由量筒刻度读出的,而0.5mL是肉眼估计的,因此上述液体在量筒中的准确读数可表示为 20.5 ± 0.1 mL,它的有效数字为3位,在记录测量数据时,任何超过或低于仪器精确程度的有效位数的数字都是不恰当的。如果上例记为20mL或20.50mL均不正确,因为前者缩小了仪器的精确度,后者夸大了仪器的精确度。

有效数字的位数可以用下面几个数值来说明:

数值	0.0012	0.0102	0.1020	12	12.0	12.00
有效数字位数	2位	3位	4位	2位	3位	4位

数字1,2,3,4,5...9都可作为有效数字。只有“0”有些特殊,它在数字的中间或数字后面时,则表示一定的数量,应当包括有效数字的位数中,但是,如果“0”在数字的前面时;它只是定位数字,用来表示小数点的位置,而不是有效数字。

值得指出的是若以“0”为结尾的正整数,有效数字位数不定。例如12000,可能是二位、三位、四位甚至是五位有效数字。这种数应根据有效数字情况改写为指数形式。如为二位则改写为 1.2×10^4 ;如为三位则改写为 1.20×10^4 ;等等。

可见,“0”在小数的数字后是有效数字。以“0”为结尾的正整数,则有效数字位数不定。

综上所述,有效数字与数学上的数有着不同的含义。数学上的数只表示大小,有效数字则不仅表示量的大小,而且反映了所用仪器的准确程度。

2. 有效数字的运算规则

(1) 加法和减法 在进行加减运算时,应以小数点后面位数最少的数为基准,用四舍五入法弃去多余的数字,再进行计算。

例如,将 18.3 0.07 2.48 三数相加,它们的和为:

$$\begin{array}{r} 18.3 \\ 0.07 \\ +) 2.48 \\ \hline 20.85 \end{array} \quad \text{应改为 } 20.9$$

显然,三个数值中的18.3是小数点后面位数最少者,其余两个数值在小数点后面皆是两位,应当用四舍五入法弃去多余的数字,再进行计算。所以上述三个数值之和可化简为:

$$\begin{array}{r} 18.3 \\ 0.1 \\ +) 2.5 \\ \hline 20.9 \end{array}$$

(2) 乘法和除法 在进行乘除运算时,所得的有效数字的位数,应与各数中最少有效数字位数相同,而与小数点的位置无关。

例如,1.312与23相乘时:

$$\begin{array}{r} 1.312 \\ \times) 23 \\ \hline 3936 \\ 2624 \\ \hline 30176 \end{array} \quad \text{应改为 } 30$$

同加减法一样,也可先取舍后运算。即:

$$\begin{array}{r} 1.3 \\ \times) 23 \\ \hline 39 \\ 26 \\ \hline 29.9 \end{array} \quad \text{应改为 } 30$$

另外,对于第一位的数值大于8的数,则有效数字的总位数可多算一位,例如9.46,虽然只有三位数字,但

第一位的数大于8,所以运算时可看作四位。

(3) 对数 进行对数运算时,对数值的有效数字只由尾数部分的位数决定,首数部分为10的幂数,不是有效数字。如2345为四位有效数字,其对数 $\lg 2345 = 3.3701$,尾数部分仍保留四位,首数“3”不是有效数字不能记成 $\lg 2345 = 3.370$ 。又如pH值的计算,若 $[H^+] = 4.9 \times 10^{-11}$ 这是两位有效数字,所以 $pH = -\lg[H^+] = 10.31$ 。反过来,由 $pH = 10.31$ 计算 $[H^+]$ 时,也只能记作 $[H^+] = 4.9 \times 10^{-11}$,而不能记成 4.898×10^{-11} 。

三、称 重

在化学实验中,测定物质的质量是最基本的操作。在各种不同的化学实验中,由于对质量准确度的要求不同,需要使用不同类型的天平称量。常用的天平种类很多,尽管在结构上各有差异,但它们都是根据杠杆原理设计而制成的。本课程着重介绍台秤和分析天平的使用。

(一) 台秤(台式天平)

台秤用于粗略的称重,它能迅速地称量物体的质量,但精确度不高。一般能称准至0.1g。

1. 台秤的构造

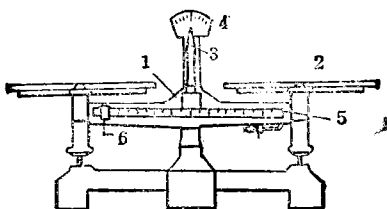


图1 台秤

1. 横梁; 2. 盘; 3. 指针; 4. 刻度盘; 5. 游码标尺; 6. 游码。

台秤的构造如(图)所示。台秤的横梁架在台秤座上。横梁的左右有两个盘子。横梁的中部有指针与刻度盘相对,根据指针在刻度盘左右摆动情况,可以看出台秤是否处于平衡状态。

2. 称量

在称量物体之前,要先调整台秤的零点。将游码拨到游码标尺的“0”位处,检查台秤的指针是否停在刻度盘的中间位置。如果不在中间位置,可调节台秤托盘下面的螺旋,使指针在离刻度盘的中间位置左右摆动大致相等时,则台秤即处于平衡状态,此时指针即能停在刻度盘的中间位置,将此中间位置称为台秤的零点。

称量物体时,左盘放称量物,右盘放砝码。砝码要用镊子夹取。当称量物的质量在10g或5g以下时,可移动游码标尺上的游码。当添加砝码到台秤的指针停在刻度盘的中间位置时,台秤处于平衡状态。此时指针所停的位置称为停点。零点与停点相符时(零点与停点之间允许偏差1小格以内),砝码的质量就是称量物的质量。

3. 称量时应注意以下几点:

(1) 不能称量热的物体。

(2) 称量物不能直接放在托盘上。根据情况决定称量物放在纸上、表面皿或其它容器中。

的旋钮,降下托梁架,使三口玛瑙刀口与相应的玛瑙平板接触,同时盘托下降,使天平处于摆动状态。当不便天平或加减砝码和取放称量物时,一定要将升降枢的旋钮关闭,使天平梁和盘托被托起,刀口与平板脱离,以保护刀口。

(6) 天平足 天平盒下面有三只足,前方两只足上装有螺旋,可使天平足升高或降低,以调节天平的水平位置。天平是否处于水平位置,可观察天平盒内的气泡水平仪。

(7) 天平盒(箱) 由木框和玻璃制成的,将天平装在盒内,以防止气流、灰尘、水蒸气对天平和对称量的影响。盒前有一个可以上下移动的玻璃门,一般是不开的,只有在清理和调整天平时使用。两侧的边门,供取放称量物和加减砝码时用,要随开随关,不得敞开。

(8) 砝码 每架天平都有一盒专用的砝码。1g 以上的砝码是用铜合金或不锈钢制的;1g 以下的砝码是片状的,是用铝合金制的;游码是用铝丝或铂丝制的。

每盒砝码,皆由大小不同的克码、片码和游码所组成。一般采用以下组合形式:

100g	1 个	500mg	1 个
50g	1 个	200mg	2 个
20g	2 个	100mg	1 个
10g	1 个	50mg	1 个
5g	1 个	20mg	2 个
2g	2 个	10mg	1 个
1g	1 个	游码	1 个



图3 砝码盒

2. 阻是天平的使用法

(1) 检查天平 在使用天平之前,首先要检查天平是否正常,是否水平。发现不正常情况不要自己乱动,应向指导教师报告,以便及时调整和修理。

(2) 测定天平的零点 天平的零点,指天平不载重时,打开升降枢的旋钮后,天平处于平衡状态时指针在刻度盘上所指示的位置。每次称量之前都要先测定天平的零点。零点最好在10附近,一般要在8~12之间。如果零点离10太远,应请教师调正。零点的读数要估计到小数后一位数。要多练习才能读准。

(3) 测定天平空载灵敏度 天平的灵敏度一般规定为在天平梁的游码标尺上增加1mg砝码时,而引起天平的零点与停点之间所偏差的格数。天平越灵敏,偏差的格数越多。



图4 刻度盘的刻度

若天平的零点为10.5,载重1mg时天平的停点为13.0,则

$$\text{天平空载灵敏度} = \frac{\text{停点} - \text{零点}}{1\text{mg}} = \frac{(13.0 - 10.5)\text{格}}{1\text{mg}} = 2.5\text{格} \cdot \text{mg}^{-1}$$

灵敏度亦可用感量表示。感量是指针偏移一格时所需的毫克数,因此

$$\text{感量} = \frac{1}{\text{灵敏度}}$$

若天平的灵敏度为2.5格 mg^{-1} ,则其

$$\text{感量} = \frac{1}{2.5} = 0.4\text{mg} \cdot \text{格}^{-1}$$

(4) 物体的称量 以称量坩埚为例,来说明物体的称量过程。

先测定天平的零点,若测得的零点为10.5。

将粗略称量过质量的坩埚(如约重13g)放在天平的左盘上,用镊子夹取13g砝码放在天

平的右盘上。如此时指针向右偏移,说明坩埚实际质量要大于 13g;再加 1g 砝码时,指针则向左偏移,说明坩埚实重小于 14g。也就是说,坩埚的质量是在 13~14g 之间。再适当增减砝码和调节游码位置,直到使砝码增到 13.120g,再用游码操纵杆将游码架在游码标尺(右侧)的 2mg 处,即砝码的总质量为 13.122g,此时指针停在刻度盘的范围,通常将天平载重时指针在刻度盘上所指示的平衡位置,称为平衡点或称为停点。如此时的停点为 9.5,在零点 10.5 的右侧,虽接近零点,但砝码一侧还轻,若将游码移到 3mg 处,即砝码的总质量为 13.123,则停点为 12.5,在零点的左侧,说明砝码一侧又重了。因此,从停点与零点之间关系,可以判断坩埚的质量是在 13.122~13.123g 之间。也就是说实际相差的质量是在 1mg 以下(即小于 1mg)。1mg 以下的质量可以通过天平的灵敏度来计算。天平的灵敏度指在天平盘任何一方增加 1mg 砝码(用游码操纵杆将游码架在游码标尺上)质量时,使天平的两次停点(恰在零点的两侧)相差的格数,即以格·mg⁻¹或 mg·格⁻¹表示。天平的灵敏度一般要求在 2~4 格·mg⁻¹之间。现以称量坩埚的过程为例说明怎样由载重时的灵敏度来计算坩埚的质量。

天平的零点 10.5

砝码的质量 13.123g 停点 12.5

13.122g 停点 9.5

载重时灵敏度 12.5-9.5 3.0(格·g⁻¹)或

0.33(mg·格⁻¹)

坩埚的质量 照轻的计算应加所差的 mg 数:

$$13.122(\text{g}) + \frac{10.5-9.5}{3.0}(\text{mg}) = 13.1223(\text{g})$$

照重的计算,应减去所差的 mg 数:

$$13.123(\text{g}) - \frac{12.5-10.5}{3.0}(\text{mg}) = 13.1223(\text{g})$$

从坩埚的称量过程来看:整克的数值由砝码决定,小数点后的第一位和第二位数值由砝码决定,小数后的第三位数值由游码决定,小数点后第四位数值是通过灵敏度计算出来的。当然,第四位数值亦可将游码放在游码标尺恰当的小格上,使停点与零点刚好重合而求得。但这是不易办到的。

(5) 固体试样的称取

用天平称取试样时,一般常采用直接法或差减法。

(1) 直接法

有些固体试样没有吸湿性,在空气中性质稳定,可用直接法称量。称量时,将固体试样放在已称过质量的表面皿上或其它容器中,然后根据所需试样的质量,在右盘上放好砝码,再用角匙将试样逐渐加到表面皿或其它容器中,直到天平平衡为止。

(2) 差减法

有些试样易吸水或在空气中性质不稳定,可用差减法来称取。先在一个干燥的称量瓶中装一些试样,在天平上准确称量之,设称得的质量为 W_1 ,再从称量瓶中倾倒出一部分试样于容器内,然后再准确称量之,设称得的质量为 W_2 ,前后两次称量的质量之差, $W_1 - W_2$,即为

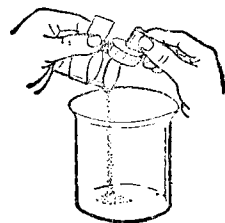


图5 固体试样的倒出