

高等教育“十三五”规划教材

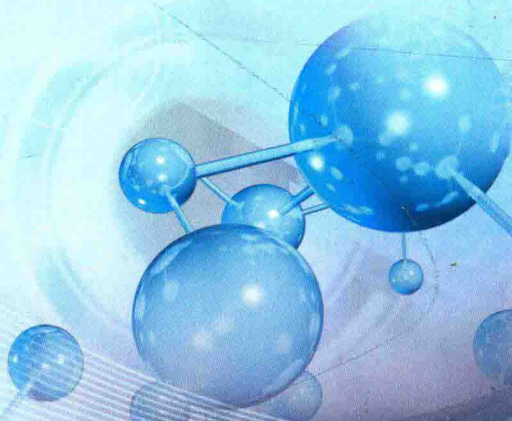


无机化学实验

周智华 薛丽梅 主编

Wuji Huaxue Shiyān

Wuji Huaxue Shiyān



中国矿业大学出版社

China University of Mining and Technology Press

规划教材

无机化学实验

主 编 周智华 薛丽梅

副主编 龙云飞

中国矿业大学出版社

内 容 提 要

无机化学实验是化学化工类专业学生的必修课程,本教材内容包括:基本实验方法、无机化学实验常用仪器和技术等、化学反应基本原理、化学量及常数的测定、元素化合物的性质、无机化合物的制备与提纯等。本教材在编写过程中结合无机化学多年教学实践的经验,借鉴国内外高校在无机化学实验改革方面的经验,立足基础训练,突出对学生综合能力的培养;既满足学生个性发展需要,又注重培养学生分析问题、解决问题的能力。本书可供全国高等院校化学、化工、材料、环境、冶金、生物类专业及相关专业的无机化学实验课使用,也可供从事化学实验室测试人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/周智华,薛丽梅主编. —徐州:
中国矿业大学出版社, 2017. 7
ISBN 978 - 7 - 5646 - 3538 - 1
I. ①无… II. ①周… ②薛… III. ①无机化学—化
学实验—高等学校—教材 IV. ①O61—33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2017)第 107336 号

书 名 无机化学实验
主 编 周智华 薛丽梅
责任编辑 周 红
出版发行 中国矿业大学出版社有限责任公司
(江苏省徐州市解放南路 邮编 221008)
营销热线 (0516)83885307 83884995
出版服务 (0516)83885767 83884920
网 址 <http://www.cumtp.com> E-mail: cumtpvip@cumtp.com
印 刷 徐州中矿大印发科技有限公司
开 本 787×960 1/16 印张 12.75 字数 229 千字
版次印次 2017 年 7 月第 1 版 2017 年 7 月第 1 次印刷
定 价 28.00 元

(图书出现印装质量问题,本社负责调换)

前 言

无机化学实验是化学相关专业的的主要基础课之一,其重在使学生掌握化学实验的基本知识、化学实验的基本操作技能等。本书主要内容包括无机化学实验常用仪器和操作技术等、化学反应基本原理、化学量及常数的测定、元素化合物的性质、无机化合物的制备与提纯等,以及一定量的综合性、设计性和研究性实验项目。这些实验既加强了学生基础实验的训练,又为学生提供一个综合运用知识、自主探究实验的平台。本书借鉴国内外高校在无机化学实验改革方面的经验,立足基础训练,突出对学生综合能力的培养;既满足学生个性发展需要,又注重培养学生分析问题、解决问题的能力。全书涉及的实验内容共42个,其中基本操作实验5个,常数测定实验10个,制备实验9个,元素性质实验9个,其他9个。本书可作为高等理科类院校和其他综合性工科院校化学类专业的无机化学实验教材使用,也可作为各类院校相关专业的基础化学实验教材和其他化学工作者的参考书籍。

本书由湖南科技大学教授周智华、黑龙江科技大学教授薛丽梅担任主编,由湖南科技大学龙云飞教授担任副主编,参加编写的还有湖南科技大学陈述副教授、周再春教授、李晓湘副教授,黑龙江科技大学赵玉华高工等。

限于时间及编者水平,本书难免存在疏漏之处,请读者批评指正。

编 者
2017年5月

目 录

无机化学实验的基本知识	1
实验一 仪器的认领、洗涤和干燥	6
实验二 灯的使用、玻璃管加工和塞子钻孔	12
实验三 台秤的使用和溶液配制	20
实验四 试剂的取用和试管操作	25
实验五 气体的发生、净化、干燥和收集	30
实验六 二氧化碳相对分子质量的测定	39
实验七 摩尔气体常数的测定	42
实验八 化学反应热效应的测定	45
实验九 粗食盐的提纯	49
实验十 硫酸亚铁铵的制备	56
实验十一 碳酸钠的制备	58
实验十二 硫酸铜的制备与提纯	60
实验十三 氯化铵的提纯	63
实验十四 碱式碳酸铜的制备	66
实验十五 一种钴(Ⅲ)配合物的制备	69
实验十六 水的净化	73
实验十七 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 离子的分离	83
实验十八 pH 法测醋酸电离常数	90
实验十九 电导率法测醋酸的电离常数	93
实验二十 硫酸钡溶度积的测定	98
实验二十一 化学平衡常数的测定(分光光度法)	101
实验二十二 $\text{I}_3^- \rightleftharpoons \text{I}_2 + \text{I}^-$ 体系平衡常数的测定	109

实验二十三	氧化还原反应	112
实验二十四	铬离子和 EDTA 二钠盐的反应活化能的测定	117
实验二十五	银氨配离子配位数的测定	120
实验二十六	硫代硫酸钠的制备和应用	123
实验二十七	化学反应速度与活化能	127
实验二十八	由软锰矿制取高锰酸钾	134
实验二十九	硫酸铜中结晶水的测定	136
实验三十	卤素、氧、硫(Ⅰ)	138
实验三十一	卤素、氧、硫(Ⅱ)	143
实验三十二	氮、磷、硅、硼	146
实验三十三	碱金属、碱土金属、铝	152
实验三十四	锡、铅、铋、铊	156
实验三十五	铜、银、锌、镉、汞	161
实验三十六	钛、钒、钼、钨	166
实验三十七	铬、锰	170
实验三十八	铁、钴、镍	173
实验三十九	常见阴离子的分离与鉴定	177
实验四十	常见阳离子的分离与鉴定	182
实验四十一	趣味实验	190
实验四十二	镍催化剂的制备及测定	195
参考文献		197

无机化学实验的基本知识

一、无机化学实验的目的和学习方法

(一) 无机化学实验的目的

无机化学实验是学习无机化学的重要环节。

通过无机化学实验,巩固和扩展课堂中所学得的知识,为理论联系实际提供具体的条件。

通过这门实验,培养学生正确地掌握实验操作基本技术,正确地使用常用仪器,获得准确的实验数据和结果。

通过这门实验,培养学生独立工作、思考以及解决实际问题的能力。例如,独立地准备、进行实验,细致地观察、记录现象从而作出科学的结论。

通过这门实验,还可以培养学生具有实事求是的科学态度,准确、细致、整洁等良好的习惯,以及掌握科学研究的方法。

(二) 无机化学实验的学习方法

要达到该课程的实验目的,必须有正确的学习态度和学习方法。具体包括以下几方面:

1. 认真预习

为安全操作,避免伤害事故的发生,要求学生特别重视实验室工作守则、实验室安全守则和安全防护常识等方面的知识。为此,特别要求学生做好实验前的预习工作,因为只有预先充分了解实验目的和要求、实验内容和实验操作步骤的前提下,才能在实验课的有限时间内顺利地完成任务。预习时需要做到以下几点:

- (1) 阅读实验教材和教科书中的有关内容;
- (2) 明确实验目的;
- (3) 了解实验的内容、步骤、操作过程和实验时应当注意的事项;
- (4) 认真思考实验前应准备的问题。

2. 做好实验

根据实验教材规定的方法、步骤和试剂用量来进行操作并应该做到下列几点:

(1) 认真操作,细心观察,并把观察到的现象及时、如实、详细地记录在实验记录本中。

(2) 如果发现实验现象和理论不符合,应认真检查其原因,并细心地重做实验。

(3) 实验中遇到疑难问题而自己难以解释时,可提请教师解答。

(4) 在实验过程中应该保持安静,并严格遵守实验室工作守则。

3. 写好实验报告

做完实验后,应解释实验现象并作出结论或根据实验数据进行计算,交指导教师审阅。

实验报告应该写得简明扼要、整齐。实验报告一般应包括下列几个部分:

(1) 实验步骤。用简图、表格、化学式、符号等表示。

(2) 实验现象或数据记录。把实验中观察到的现象或测得的各种数据记录下来。

(3) 解释、结论、数据处理和计算。根据实验现象进行分析、解释,得出正确的结论,写出反应方程式,或根据记录的数据进行计算,并将计算结果与理论值比较,分析产生误差的原因。

二、实验室安全守则

(1) 熟悉实验室环境,了解急救箱和消防用品的位置及其正确使用方法。

(2) 电器使用完毕立即拔下插头,不要用湿手接触电源。水和煤气用后,立即关闭阀门。火柴点燃用完后要立即熄灭,火柴梗不要乱扔。

- (3) 有毒和有刺激性气味产生的实验都应在通风橱内进行。
- (4) 使用易燃物(如酒精、乙醚等)时应远离火源,用毕及时盖紧瓶塞。
- (5) 使用强酸、强碱、溴、氢氟酸等具有强腐蚀性的试剂时,要特别当心,切勿撒在皮肤或衣服上,特别注意佩戴防护镜保护好眼睛。
- (6) 使用有毒试剂(如汞、砷、铅等化合物,尤其是氰化合物)时,不得触及皮肤和伤口。试验后的废液应收集到指定的容器内,待统一集中处理。
- (7) 未经教师允许,严禁任意混合各种药品,做与课堂实验无关的其他实验,以免发生意外事故。
- (8) 勿直接俯视容器中的化学反应或正在加热的液体。
- (9) 严禁在实验室内饮食、吸烟或把食具带进实验室。实验室药品严禁入口,实验完毕,把手洗净后方可离开。
- (10) 从学生的安全角度考虑,学生实验过程中不能穿拖鞋、短裤进入实验室,须穿好实验服方能开始实验。

三、实验室意外事故处理

实验过程中,学生尽量按照实验规程进行实验,如发生意外事故,重伤时应该立即送医院治疗。轻伤时可采取如下措施处理:

1. 割伤

不能用水冲洗。伤口内若有碎片应先挑出,涂上红药水,必要时撒些消炎粉后进行包扎。伤势较重时先对伤口周围进行消毒处理,用纱布或清洁物品按住伤口压迫止血后立即送往医院。

2. 烫伤

轻度烫伤可涂抹烫伤药膏。

3. 浓碱、酸灼伤

皮肤或眼内沾上酸(或碱),立即用大量水冲洗,然后用饱和 Na_2CO_3 溶液(或硼酸溶液)冲洗,最后再用水冲洗。如被浓硫酸溅到,应先用药棉等洁净物尽量吸收后,再按上法处理。不小心吸入刺激性或有毒气体而感到不适时,立即到室外呼吸新鲜空气。

4. 触电

立即切断电源,必要时需要进行人工呼吸。

5. 起火

不慎起火,切勿慌张,应立即灭火,并采取措施,防止火势蔓延。先切断电源、关闭煤气总阀,拿走易燃物品等。小面积着火时,可用湿布或砂子等覆盖燃烧物;火势较大时,根据不同的着火情况,使用不同的灭火器材。实验人员衣服着火时,勿惊慌乱跑,可就地卧倒打滚来灭火。

6. 受溴腐蚀等伤

用苯或甘油洗伤处,然后再用水洗。

7. 受白磷灼伤

用1.0%硝酸银溶液,5.0%硫酸铜或浓高锰酸钾溶液洗后进行包扎。

8. 吸入刺激性或有毒气体

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、溴中毒者不可进行人工呼吸,一氧化碳中毒者不可用兴奋剂。

四、实验室的急救工具和药品

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。

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。

五、实验室废液的处理

(1) 无机化学实验中的废液大部分是废酸液。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)中和到pH值为6~8时,即可排出。少量滤渣用碱中和后可埋于地下。

(2) 无机化学实验中失效的铬酸洗液。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,过滤后将废渣埋于地下。

(3) 少量的含氰化物的废液可先加氢氧化钠调至 $\text{pH} > 10$,再加适量的高锰酸钾使 CN^- 氧化分解;大量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) 含有汞盐的废液,先用碱性物质调节 pH 值为 8~10 后,再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。清液含汞量达到环保标准可直接排放。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。

实验一 仪器的认领、洗涤和干燥

一、实验目的

熟悉无机化学实验室的规则和要求。领取无机化学实验中常用仪器，熟悉其名称规格，了解使用注意事项，落实责任制，学习常用仪器的洗涤和干燥方法。

二、实验预习

- (1) 了解无机化学实验常见的仪器及用途。
- (2) 了解仪器洗涤和干燥方法。

三、化学实验常用仪器

实验室常用仪器见图 1-1。

四、玻璃仪器的洗涤

化学实验室经常使用各种玻璃仪器，而这些仪器是否洁净常常会影响到实验结果的准确性，所以应该保证所使用的仪器必须洁净。这里“洁净”的含义比我们日常生活中所说的干净程度要高，它主要是指“不含妨碍实验准确性的杂质”。

为保证玻璃仪器的洁净，需对其进行洗涤。洗涤玻璃仪器的方法很多，应根据实验的要求、污物的性质和沾污的程度来选择。一般说来，附着在仪器上的污物既有可溶性物质，也有尘土和其他不溶性物质，还有油污

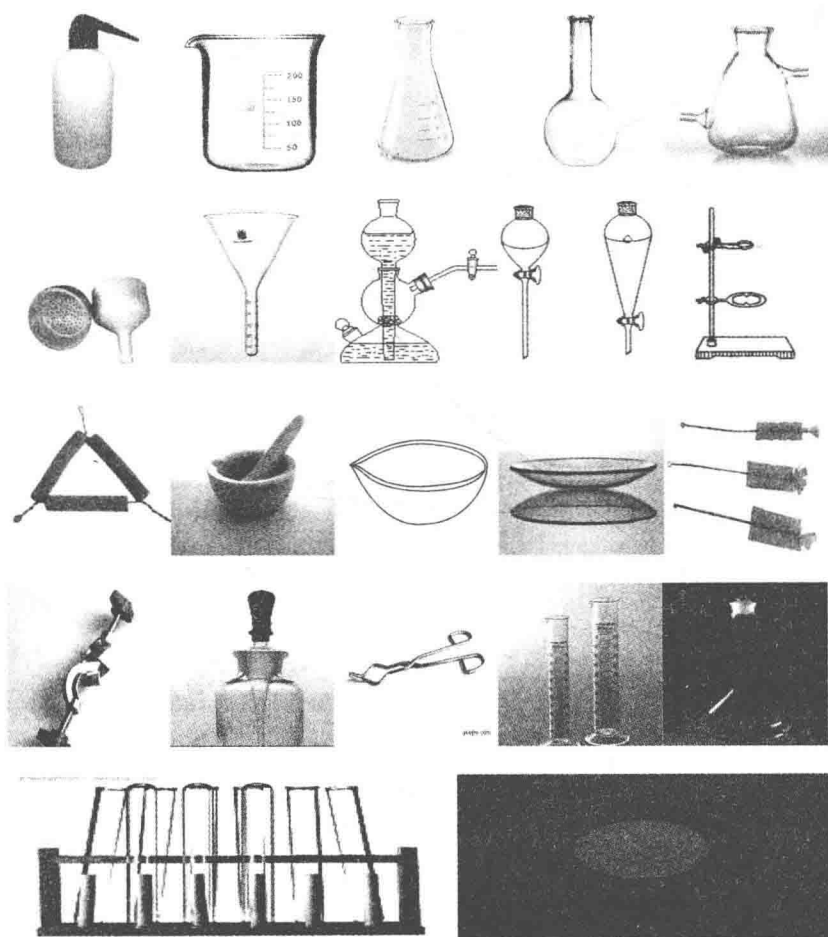


图 1-1 无机化学实验常用的仪器

和有机物质。针对具体情况,可以分别采用下列方法洗涤。

1. 振荡水洗

具体振荡水洗操作见图 1-2。

2. 用水刷洗

这种方法是借助于毛刷刷洗,可以使附着在仪器上的尘土和不溶性物质脱落下来。刷洗后,再用水连续振荡数次,必要时还应用蒸馏水洗涤三次。可按图 1-3 所示的步骤进行具体操作。



图 1-2 振荡水洗

(a) 烧瓶的振荡; (b) 试管的振荡

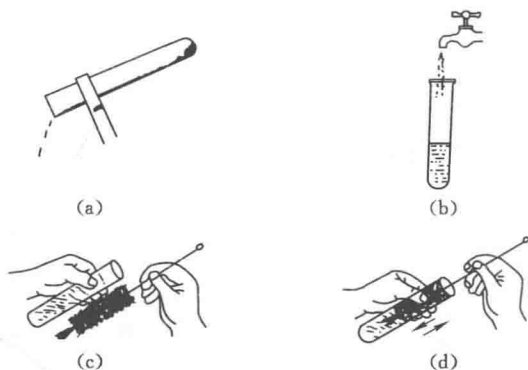


图 1-3 毛刷刷水洗

(a) 倒废液; (b) 注入一半的水; (c) 选好毛刷, 确定手拿位置; (d) 来回柔力刷洗

3. 用去污粉、肥皂或合成洗涤剂刷洗

肥皂和合成洗涤剂的去垢原理已众所周知, 不再赘述。去污粉是由碳酸钠、白土、细沙等混合而成。使用时, 首先把要洗的仪器用少量水润湿, 撒入少许去污粉, 然后用毛刷擦洗。碳酸钠的水溶液呈碱性, 具有强的去污能力, 借细沙的摩擦作用以及白土的吸附作用, 增强了对仪器清洗的效果。待仪器的内外壁都经过仔细的擦洗后, 再用自来水冲洗干净, 直至没有细微的白色颗粒状粉末留下。最后用蒸馏水冲洗仪器内壁三次(采用少量多次的原则)。把仪器倒置观察仪器没有水珠附着器壁, 只留下均匀的水膜, 则表示仪器已经洗净(见图 1-4)。

4. 用铬酸洗液洗

铬酸洗液是由等体积的浓硫酸与饱和重铬酸钾溶液配制而成的。它

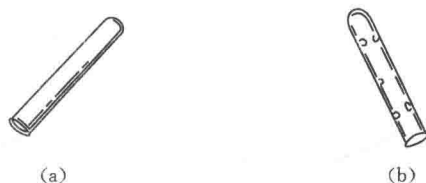


图 1-4 仪器洗净与否的标准

(a) 洗净:水均匀分布;(b) 未洗净:器壁附着水珠

具有很强的氧化性、酸性和去污能力。在进行精确的定量实验时,往往遇到一些口小、管细的仪器,很难用上述方法洗涤,此时就要采用铬酸洗液。洗涤的步骤是:往仪器内加入少量洗液,将仪器倾斜并慢慢转动,使仪器的内壁全部被洗液润湿,保持片刻,把洗液倒回原瓶内,再用水冲洗仪器上的残留洗液,最后用蒸馏水冲洗三次。

如果用洗液将仪器浸泡一段时间,或者用热的洗液洗,则去污效果更好。不过,操作时需要注意安全,不要让热洗液溅出,以免灼伤皮肤。

值得注意的是:能用别的方法洗涤干净的仪器,就不要用铬酸洗液,因为它成本较高,并易造成污染。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。铬酸洗液反复使用变为绿色后,就失去了去污能力,不能继续使用。洗过的仪器,决不能再布或纸去擦拭,这样会使布或纸的纤维残留在器壁上而引起污染。

洗涤仪器时要禁止如图 1-5 所示的操作。



图 1-5 不正确操作

(a) 未倒废液先冲水;(b) 不要几只试管一起刷

五、仪器的干燥

1. 自然晾干

不急用的仪器可以放在通风、干燥处,使其自然晾干[图 1-6(a)]。

2. 烤干

烧杯、蒸发皿等可以放在石棉网上并用小火焙干(容器外壁的水珠应擦去)。试管则可以直接用火烤干。操作时,把试管管口向下倾斜[图 1-6(b)],以免水珠倒流炸裂试管。同时,还须不断来回移动,使其受热均匀。最后将管口朝上,以便把水气赶尽。

3. 电风吹干、烘干或气流烘干

洗净的仪器可以用电吹风[图 1-6(c)]、放在恒温箱内[图 1-6(d)]或用气流烘干机烘干[图 1-6(e)]。在放进恒温箱之前应先尽量把仪器内水倒空(最好在恒温箱底层放一瓷盘,承接从仪器上滴下的水珠,以免损坏电炉丝),放置时应使仪器口向下。

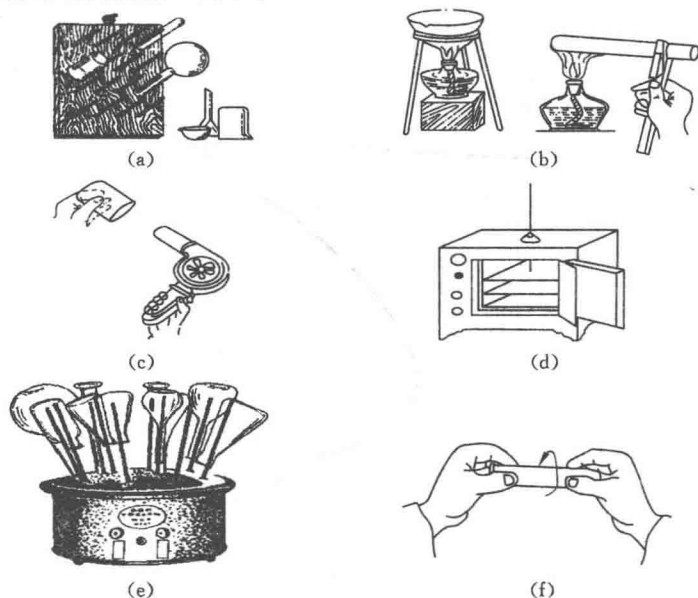


图 1-6 仪器干燥的方法

(a) 晾干;(b) 烤干(仪器外壁擦干后,用小火烤干同时要不断地摇动使受热均匀);

(c) 吹干;(d) 烘干(105°C 左右控温);(e) 气流烘干;(f) 快干法

4. 快干法 [图 1-6(f)]

通常可以在已洗净的仪器内放入一些易挥发的有机溶剂(最常用的是酒精或酒精与丙酮体积比为 1 : 1 的混合物)。倾斜并转动仪器,使仪器内壁的水与有机溶剂互相溶解,然后倒出,残留在仪器内的溶剂挥发后很快能使仪器干燥。

六、实验内容及方法

认领仪器、洗涤仪器、干燥仪器。