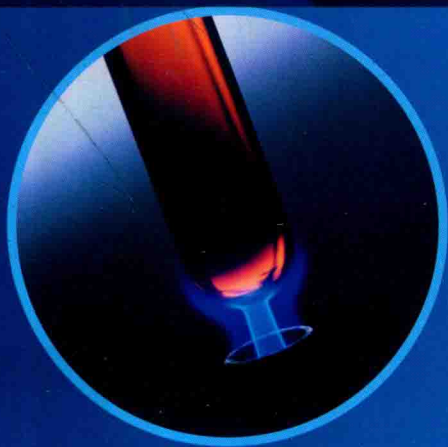


WUJI HUAXUE SHIYAN

无机化学实验

■ 仇晓阳◎著



中国原子能出版社

无机化学实验

仇晓阳◎著

中国原子能出版社

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/仇晓阳著.--北京:中国原子能出版社,2018.2

ISBN 978-7-5022-8868-6

I. ①无… II. ①仇… III. ①无机化学—化学实验
IV. ①O61-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2018)第 033030 号

内 容 简 介

无机化学实验是研究无机化合物的制备、化学常数的测定、元素及其化合物的性质、物质的定量分析方法以及基本操作和相关原理的化学实验。本书对无机化学中涉及的相关实验进行了研究,主要内容包括:基本操作实验、基本原理与常数测定实验、无机化合物的制备实验、元素化合物性质实验、应用性和综合性实验等。本书结构合理,条理清晰,内容丰富,是一本值得学习研究的著作。

无机化学实验

出版发行 中国原子能出版社(北京市海淀区阜成路 43 号 100048)

责任编辑 张琳

责任校对 冯莲凤

印刷 三河市铭浩彩色印装有限公司

经销 全国新华书店

开本 787mm×1092mm 1/16

印张 20

字数 259 千字

版次 2018 年 8 月第 1 版 2018 年 8 月第 1 次印刷

书号 ISBN 978-7-5022-8868-6 定价 70.00 元

网址: <http://www.aep.com.cn>

E-mail: atomep123@126.com

发行电话: 010-68452845

版权所有 侵权必究

前 言

无机化学实验是化学、化工、应用化学、环境化学等多种学科必修的第一门基础化学实验,它既是一门独立的学科,又与相应的理论课相互配合,集知识传授、能力培养和素质教育于一体。它是研究无机化合物的制备、化学常数的测定、元素及其化合物的性质、物质的定量分析方法以及基本操作和相关原理的化学实验,是培养化学实验技能与专业素质的最基础的实践环节。

本书注重与理论教材的相互融合及互补,使实验与理论既自成体系,又互为依托,相辅相成,强调系统性与相对独立性。撰写的内容具有以下特点。

(1)涉及的基础知识和基本操作内容全面、翔实,利于读者主动灵活地在各个实验中反复训练,使读者的基本操作规范化、系统化,提高实验技能。对实验仪器和设备的介绍配有插图,并详细地介绍了使用方法和使用时的注意事项,以便读者尽快掌握正确的使用方法和操作技能。

(2)在实验内容的选择上,注重实验的知识性、趣味性和实用性,使实验更加贴近生活、贴近社会,更符合认知规律。同时也没有选择那些过时、陈旧、实验时间过长和一般实验室难以进行的实验。

(3)探索无机化学实验的绿色化。在实验设计上,尽量使用无毒或低毒试剂,试剂的浓度和用量也尽可能减少,并对实验产生的尾气和废液设计了相应的处理方法,以培养读者的环保理念。

(4)选取的实验内容除传统、经典实验之外,也注重反映最新的化学前沿信息,以开阅读者的视野。

全书共六章。第一章为化学实验基础知识,第二章为基本操作实验,第三章为基本原理与常数测定实验,第四章为无机化合物的制备实验,第五章为元素化合物性质实验,第六章为应用性和综合性实验。

本书旨在帮助读者进行预习和开展实验,启迪思维,从而养成良好的实验习惯和体味实验的关键所在,为今后的学习、工作及从事科学研究打下坚实的基础。在撰写过程中,参考了无机化学实验教材和有关著作、文献,在此向有关作者表示诚挚的敬意和谢意。

由于作者水平有限,加之时间仓促,错误和遗漏在所难免,恳请读者批评指正。

作 者

2017 年 12 月

目 录

第一章 化学实验基础知识	1
第一节 无机化学实验的目的	1
第二节 实验室安全知识	2
第三节 化学实验中的数据表达与处理	6
第四节 实验常用仪器	19
第二章 基本操作实验	27
实验一 仪器的认领、洗涤和干燥	27
实验二 天平的使用	33
实验三 溶液的配制	45
实验四 酸碱滴定	54
第三章 基本原理与常数测定实验	65
实验一 化学反应速率和活化能的测定	65
实验二 化学平衡常数的测定	72
实验三 醋酸解离常数的测定	78
实验四 碘化铅溶度积常数的测定	89
实验五 配位化合物的生成和性质	93
实验六 银氨配离子配位数及稳定常数的测定	96
实验七 水溶液中的解离平衡	99
实验八 酸碱反应与缓冲溶液	102
实验九 氧化还原反应	106
实验十 直接碘量法测定维生素 C 的含量	109
第四章 无机化合物的制备实验	112
实验一 氯化钠的提纯	112

► 无机化学实验

实验二	硫酸铜的提纯	116
实验三	碳酸钠的制备	119
实验四	硫酸亚铁铵的制备	121
实验五	硫代硫酸钠的制备	125
实验六	醋酸铬(Ⅱ)水合物的制备	128
实验七	三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备	130
实验八	三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备	137
实验九	葡萄糖酸锌的制备及含量测定	139
第五章	元素化合物性质实验	145
实验一	s 区金属元素(碱金属、碱土金属)	145
实验二	p 区非金属元素 I (硼、碳、硅、氮、磷)	151
实验三	p 区非金属元素 II (氧、硫、卤素)	162
实验四	p 区金属元素(铝、锡、铅、铋、铊)	170
实验五	ds 区金属元素(铜、银、锌、镉、汞)	175
实验六	d 区金属元素 I (钛、钒、铬、锰)	185
实验七	d 区金属元素 II (铁、钴、镍)	193
实验八	常见阳离子的分离与鉴定 I	197
实验九	常见阳离子的分离与鉴定 II	204
实验十	常见非金属阴离子的分离与鉴定	208
第六章	应用性和综合性实验	214
实验一	含 Cr(VI)废水的处理	214
实验二	水中溶解氧及大气中二氧化硫含量的测定 ...	218
实验三	海带中碘的提取	222
实验四	柠檬酸的提取——柠檬酸钙的制备	226
实验五	未知阳离子液的定性分析	228
实验六	未知阴离子液的定性分析	234
实验七	水热法制备纳米二氧化锡	239
实验八	废旧电池的回收利用	243
实验九	水的总硬度测定	245
实验十	食品总酸度的测定	249

附录 1 重要理化数据	254
附录 1.1 中华人民共和国法定计量单位	254
附录 1.2 元素的相对原子质量	257
附录 1.3 常用化合物的摩尔质量	258
附录 1.4 常用酸碱试剂浓度及密度	262
附录 1.5 常用指示剂	263
附录 1.6 常用缓冲溶液	266
附录 1.7 常用基准物及其干燥条件	268
附录 1.8 酸、碱的解离常数	268
附录 1.9 溶度积常数	271
附录 1.10 某些配离子的标准稳定常数(298.15 K) ...	273
附录 1.11 标准电极电势(298.15 K)	275
附录 1.12 水的物性数据	280
附录 1.13 几种常用液体的折射率	281
附录 1.14 常用溶剂的物性常数	282
附录 1.15 不同温度下液体的密度	284
附录 1.16 几种液体的黏度	285
附录 1.17 常见基团的化学键的红外吸收特征频率 ...	286
附录 2 常见化合物的溶解性	291
附录 3 常见离子及化合物的颜色	296
附录 4 常见阳离子的鉴定	299
附录 5 常见阴离子的鉴定	306
参考文献	309

第一章 化学实验基础知识

第一节 无机化学实验的目的

实验是人类研究自然规律的一种基本的科学方法,化学是一门以实验为基础的学科。在无机化学中,实验占有极其重要的地位。无机化学实验的学习目的是:

(1)通过观察实验现象,直接获取大量的化学事实,经过思考、归纳和总结,从感性认识上升到理性认识,加深对无机化学基本理论的理解,并进一步用于指导实验。

(2)经过严格的训练,能较规范地掌握基本操作技术,正确使用各类仪器,培养独立操作能力和准确取得实验数据的能力。

(3)通过综合性实验,掌握正确记录、处理数据和表达实验结果的方法,训练对实验现象进行分析判断、逻辑推理和得出结论的能力,培养分析和初步解决实际化学问题的能力。

(4)通过设计性实验,逐渐能自己动手查找资料、设计方案、实施试验、观察现象、获取数据、分析问题、解决问题,通过独立操作和对实验数据、实验结果的处理和总结,培养独立工作和独立思考的能力。

(5)培养实事求是的科学态度,理论联系实际的科学方法以及准确、细致、整洁等良好的科学习惯,具备较高的科学实验素质,为以后的学习和工作打下坚实的基础。

第二节 实验室安全知识

一、安全守则

进行化学实验,经常要用水、电、煤气,各种仪器,易燃、易爆、腐蚀性以及有毒的药品等,因此实验室安全极为重要。如果不遵守安全规则而发生事故,不仅会导致实验失败,还会伤害人的健康,并给国家财产造成损失。相反,若在思想上充分重视安全工作,在行动上做到认真预习,掌握实验中的安全注意事项,集中精力进行实验,严格遵守操作规程,便能避免事故的发生。现将实验室安全守则介绍如下:

(1)熟悉实验室环境,了解电源、煤气总阀、急救箱和消防用品的位置及使用方法。

(2)一切易燃、易爆物品的操作应远离火源。严禁用火焰或电炉等明火直接加热易燃液体。

(3)能产生有刺激性、有毒和有恶臭气味气体的实验,应在通风橱内或通风口处进行。

(4)严禁用手直接接触化学品。使用具有强腐蚀性的试剂,如强酸、强碱、强氧化剂等,应特别小心,防止溅在衣服、皮肤,尤其是眼睛上。稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢注入水中,并不断搅动,切勿将水倒入浓酸中,以免因局部过热,使浓硫酸溅出,引起灼伤。

(5)加热时,操作要严格遵守操作规程。

(6)实验室内任何药品不得进入口中或接触伤口,有毒药品如重铬酸钾、可溶性钡盐、铅盐、砷的化合物、氰化物等更应特别注意。

(7)有毒废液不得倒入水槽,以免与水槽中的残液作用而产

生有毒物质。

(8)实验室电器设备的功率不得超过电源负载能力。电器设备使用前应检查是否漏电,常用仪器外壳应接地。使用电器时,要通读仪器使用说明书,掌握电器的正确使用方法,注意安全,不能用湿手接触电器插头。

二、意外事故处理

1. 割伤

首先挑出伤口异物,然后涂上红药水或紫药水,再用纱布包扎,必要时送医院诊治。

2. 烫伤

切忌用水冲洗,可在烫伤处涂抹烫伤药(如红花油),不要把烫伤的水泡挑破,严重者送医院治疗。

3. 酸伤

先用大量水冲洗,然后用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水冲洗,最后再用水冲洗。

4. 碱伤

先用大量水冲洗,再用3%~5%醋酸溶液或3%硼酸溶液冲洗,最后再用水冲洗。

5. 吸入有毒气体

吸入溴蒸气、氯气、氯化氢、硫化氢、一氧化碳等有毒气体后,应立即离开实验室,转移到空气新鲜的地方。

6. 触电

迅速切断电源,如不能切断电源,要用木棍挑开电线或戴上

绝缘橡皮手套,使触电者脱离电源,切不可用手去拉触电者。把触电者转移到空气新鲜的地方,解开衣服,使其全身舒展,必要时进行人工呼吸等急救措施。

7. 中毒

误吞毒物,最常用的急救方法是给中毒者先服催吐剂如肥皂水,或给予面粉和水、鸡蛋白、牛奶、食用油等缓和刺激,然后用手指伸入喉部以促使呕吐,立即送医院治疗。若有毒物质溅入眼睛或皮肤上,要用大量水冲洗。

三、天火常识

(一) 起火原因

(1) 可燃物质(如纤维制品、乙醚、乙醇等)因接触火焰或处于较高温度而燃烧。

(2) 可自燃物质(如白磷)因接触空气或长时间的氧化作用而燃烧。

(3) 由于化学反应(如金属钠与水反应)而引起燃烧或爆炸。

(4) 电火花引起燃烧。

(二) 灭火措施

万一起火,绝对不能慌乱,应根据起火的原因及火场情况,立即采取如下措施。

1. 报警

若火势较大,应立即向消防部门报警。

2. 防止火势扩大

立即关闭煤气和停止加热,切断电源,移去一切可燃物质等。

3. 扑灭火焰

物质燃烧除需要空气外,还要有一定的温度,故灭火的原则一是降温,二是使燃烧物与空气隔绝。为此,根据起火原因,可选择如下的灭火方法:

(1)一般起火可用泡沫灭火器喷射起火处,但此法不适用于电器火灾。

(2)金属和有机溶剂着火时,可用二氧化碳灭火器、四氯化碳灭火器或 1211 灭火器灭火。

(3)电器设备起火时,可用二氧化碳灭火器、四氯化碳灭火器或 1211 灭火器喷射燃烧物以灭火。

(4)实验人员衣服着火时,切勿惊慌乱跑,应立即脱下衣服或用石棉布覆盖着火处,或就地卧倒打滚,使火焰熄灭。

四、实验室废液的处理

(1)实验中经常会产生某些有毒的气体、液体和固体,都需要及时排弃,特别是某些剧毒物质,如果直接排出就可能污染周围空气和水源,污染环境,损害人体健康。因此,对废液、废气和废渣要经过一定的处理后,才能排弃。

(2)产生少量有毒气体的实验应在通风橱内进行,通过排风设备将少量毒气排到室外(使排出气在外面大量空气中稀释),以免污染室内空气。产生毒气量大的实验必须备有吸收或处理装置。如二氧化氮、二氧化硫、氯气、硫化氢、氟化氢等可用导管通入碱液中,使其大部分被吸收后排出,一氧化碳可点燃转化成二氧化碳。少量有毒的废渣常埋于地下(应有固定地点)。下面主要介绍几种常见废液的一般处理方法。

①实验中通常大量的废液是废酸液。废酸缸中的废酸液可先用耐酸塑料网纱或玻璃纤维过滤,滤液加碱中和,调 pH 至

6~8 后就可排出。少量滤渣可埋于地下。

②实验中含铬废液量大的是废铬酸洗液。可以用高锰酸钾氧化法使其再生,继续使用。氧化方法:先在 $110\sim 130^{\circ}\text{C}$ 下不断搅拌加热浓缩,除去水分后,冷却至室温,缓缓加入高锰酸钾粉末。每 $1\,000\text{ mL}$ 废洗液加入 10 g 左右,直至溶液呈深褐色或微紫色但不要过量。边加边搅拌直至全部加完,然后直接加热至溶液变成橙红色,停止加热。稍冷,通过玻璃砂芯漏斗过滤,除去沉淀;冷却后析出红色三氧化铬沉淀,再加适量硫酸使其溶解即可使用。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,将此废渣埋于地下。

③氰化物是剧毒物质,含氰废液必须认真处理。少量的含氰废液可先加氢氧化钠调至 $\text{pH}>10$,再加入漂白粉,使 CN^- 氧化成氰酸盐,并进一步分解为二氧化碳和氮气。

④含汞盐废液应先调 pH 至 $8\sim 10$ 后,加适当过量的硫化钠,生成硫化汞沉淀,并加硫酸亚铁而生成硫化亚铁沉淀,从而吸附硫化汞沉淀下来。静置后分离,再离心,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,大量残渣可用焙烧法回收汞。但要注意一定要在通风橱内进行。

⑤对含重金属离子的废液,最有效和最经济的处理方法是: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,再过滤分离,少量残渣可埋于地下。

第三节 化学实验中的数据表达与处理

化学实验的任务,就是准确测定实验对象中与物质性质相关的若干物理量的直接的或间接的实验数据,如颜色的变化、试样或产品的质量、标准溶液的体积、样品的熔点沸点、物质的吸光度、指示电极的电位、物质的结构谱图等。但由于仪器和实验人

员感官的限制,实验测量获取的数据只能满足一定程度的准确性。因此,学会科学地记录和处理实验数据,并以合理的形式整理出实验结果,成为化学实验课程的重要任务之一。

一、实验数据记录

在化学实验中,观测的实验数据或计算得到的实验结果,不仅应表明试样中待测组分的含量大小,而且还要能表明测定结果的准确程度。因此,及时地记录实验过程中的数据与现象,正确完整地撰写实验报告,成为实验中一项重要的工作内容,也是化学实验人员应具备的基本技能。实验前应认真预习,将实验名称、目的和要求、原理、实验内容、操作方法和步骤等简单扼要地写在专门的实验记录本上。同时,实验数据的记录须遵循以下几点:

(1)使用专门的实验记录本。实验记录本应标上页码,不要撕去其中任何一页,更不要擦抹或涂改,若写错可以划去重写,记录时必须用钢笔或圆珠笔。

(2)实验中观察到的现象、数据和结果应及时如实地写在记录本上,做到准确、详尽、清楚。坚持实事求是的科学态度,严禁随意增删或更改实验数据。

(3)记录实验数据时,应做到数据的准确度与分析的准确度相适应(即注意有效数字的位数)。

(4)记录内容力求简练详尽,比如设计一定的表格用于记录实验数据。实验的每一个数据,都是一次的测量结果,所以重复观测时即使数据完全相同也要如实记录下来。

(5)实验中使用仪器的类型、编号以及试剂的规格、化学式、分子量、浓度等,都应记录清楚,以便实验总结时。进行核对或作为查找失败原因的参考依据。

实验结束时,在仔细复核实验数据并报送指导教师后方可离开实验室。

二、有效数字及运算规则

(一)有效数字

在化学实验中,经常用仪器来测量某些物理量,对测量数据所选取的位数,以及在计算时,该选几位数字,都要受到所用仪器的精确度的限制。从仪器上能直接读出(包括最后的一位估计读数在内)的几位数字通常称为有效数字。任何超越或低于仪器精确度的有效数字位数的数字都是不正确的。

例如,20 mL 量筒的最小刻度为 1 mL,两刻度之间可估计出 0.1 mL,用量筒测量溶液体积时,最多只能取到小数点后第一位。如 16.4 mL,是三位有效数字。又如 50 mL 滴定管的最小刻度是 0.1 mL,两刻度之间可估计到 0.01 mL 用滴定管测量溶液体积时,可取到小数点后第二位,如 16.42 mL,是四位有效数字。

以上这些测量值中,最后一位(即估计读出的)为可疑数字,其余为准确数字。所有的准确数字和最后一位可疑数字都称为有效数字。任何一次直接测量,其数值都应记录到仪器刻度的最小估计数,即记录到第一位可疑数字。

有效数字构成的测定值必然是近似值,所以测定值的运算应按照近似计算规则进行。

数字“0”,当它用于表示小数点的位置,而与测定的准确程度无关时,不是有效数字;当它用于表示与测定的准确程度有关的数值大小时,就是有效数字。这与“0”在数值中的位置有关。

(1)第一个非零数字前的“0”不是有效数字,如:

0.048 9 三位有效数字

0.000 9 一位有效数字

(2)非零数字中的“0”是有效数字,如:

2.007 6 五位有效数字

4 202 四位有效数字

(3) 小数中最后一个非零数字后的“0”是有效数字, 如:

2.320 0 五位有效数字

0.870% 三位有效数字

(4) 以“0”结尾的整数, 有效数字的位数难以判断, 如: 48 900 可能是三位、四位或五位有效数字。在此情况下, 应根据测定值的准确程度改写成指数形式, 如:

4.89×10^4 三位有效数字

4.890×10^4 四位有效数字

$4.890\ 0 \sim 10^4$ 五位有效数字

(二) 数值的进舍修约规则

(1) 拟舍弃数字的最左一位数字小于 5 时, 则舍去, 即保留的各位数字不变。如:

将 12.328 9 修约到一位小数, 得 12.3

将 12.328 9 修约成两位有效数字, 得 12

(2) 拟舍弃数字的最左一位数字大于 5 或虽等于 5 而其后并非全部为 0 的数字时, 则进 1, 即保留的末位数字加 1。如:

将 1 268 修约到“百”位数, 得 13×10^2

将 1 268 修约成三位有效数字, 得 127×10

将 20.504 修约到“个”位数, 得 21

(3) 拟舍弃数字的最左一位数字是 5, 右边无数字或皆为 0 时, 若所保留的末位数字为奇数则进 1, 为偶数则舍弃。如:

将 0.075 修约成一位有效数字, 得 0.08

将 2.050 修约成两位有效数字, 得 2.0

(4) 负数修约时, 先将它的绝对值按上述规则进行修约, 然后在修约值前面加上负号。如:

将 -485 修约成两位有效数字, 得 -48×10

(5) 拟修约数字应在确定修约位数后一次修约获得结果, 而不应多次按上述规则连续修约。如: