

基础无机化学 实验指导书

南开大学化学系无机化学课程组编



南开大学出版社

基础无机化学实验 指 导 书

南开大学化学系无机化学课程组 编

南开大学出版社

内 容 简 介

本书与《基础无机化学实验》配合，供实验指导教师和实验员做好实验课的准备作用。内容包括仪器药品、组织教学、操作指导、方案设计、实验结果与数据处理等。系南开大学无机化学课程组长期教学工作的成果。可供各高等院校化学专业及相关专业作为教材或教学参考资料用。

基础无机化学实验指导书

南开大学化学系无机化学课程组 编

南开大学出版社出版

(天津八里台南开大学校内)

邮政编码300071 电话349318

新华书店天津发行所发行

河北省邮电印刷厂印刷

1991年9月第1版

1991年9月第1次印刷

开本：787×1092 1/32

印张：6.875

字数：156千

印数：1—3,500

ISBN7-310-00391-8/O·57

定价：2.80元

前 言

实验指导教师的基本任务是指导学生完成所规定的实验内容，达到所预期的目的要求；而实验员的基本任务则是完成实验课的各项准备工作。为了帮助实验指导教师和实验员利用《基础无机化学实验》教材顺利完成各自承担的基本任务，与上述实验教材中的实验内容相对应，我们编写了这本《基础无机化学实验指导书》。

该指导书按不同类型实验提供给实验指导教师和实验员以略有差异的“指导”内容：

“常数的测定”实验（实验一至实验二十五）包括仪器药品、组织教学、操作指导、实验结果、参考书目；

“无机物的制备”实验（实验二十六至实验四十二）包括产品介绍、仪器药品、组织教学、操作指导、产品要求、有关反应、参考书目；

“单质及化合物的性质”实验（实验四十三至实验六十）包括仪器药品、方案设计、组织教学、操作指导、特殊反应、参考书目。

在此，仅就其中的有关问题作一必要的说明：

1. 仪器药品 该栏目中介绍了完成每个实验所必需的仪器、药品、原材料，其中的“数量”以每人实验用量计。

2. 组织教学 该栏目中一般包括讲授要点、示范操作、实验安排三项内容；而所写内容皆系撰写人实践经验总结，仅供参考。

2465/07

3. 操作指导 该栏目中着重介绍了有关实验中需要特别注意的操作技术。实验指导教师了解这些内容后，可在适当时机提请学生周知。

4. 实验结果 对于常数的测定，应该有一定的数量要求。本栏目中针对不同实验提出了不同的误差要求；有的还示出了撰写人多次实验的平均结果，以供参考。

5. 产品介绍 对于无机物的制备实验，应该对所制备的无机物有所认识。本栏目中介绍了所制备无机物的名称、化学式、结构、主要物理性质和化学性质。对此，实验指导教师可酌情向学生介绍。

6. 产品要求 制备无机物应该有产量、产率、外观、熔沸点、纯度等方面的要求，达到要求者为合格产品。本栏目中列出了对所制备产品的基本要求。

7. 方案设计 对于要求学生自行设计方案的实验，本栏目提出了可供参考的一种方案，虽然还会有许多方案可供选择。实验指导教师应该在学生先行提出方案的基础上加以指正，切忌首先和盘托出该参考方案或自己设计的方案，否则将会丧失进行此类实验的意义。

本指导书各实验的撰写人即《基础无机化学实验》各实验的撰写人。编者期望此书在教学实践中能起到一定的指导作用，但由于水平、经验有限，所述内容难免有误，恳请广大实验指导教师、实验员和学生提出修改、补充意见，以期日后改进。

编 者

于南开大学

目 录

实验一	阿佛加德罗常数的测定	(1)
实验二	固体密度的测定	(3)
实验三	物质的鉴别	(6)
实验四	气体常数的测定	(9)
实验五	测定硫化铜的化学式	(12)
实验六	水合物分子式的测定	(14)
实验七	挥发性液体分子量的测定	(16)
实验八	凝固点下降法测定分子量	(18)
实验九	酸碱滴定	(21)
实验十	草酸克当量的测定	(24)
实验十一	水合焓的测定	(26)
实验十二	氯化铅在水溶液中的熵和焓	(28)
实验十三	正二价离子盐的溶解度与Gibbs自由能	(30)
实验十四	丙酮碘化作用的动力学研究	(33)
实验十五	化学反应速度与活化能	(36)
实验十六	酸碱平衡的电测量研究	(39)
实验十七	氯化铅溶度积的测定	(43)
实验十八	电位法测定氢氧化镉的溶度积	(46)
实验十九	金属氢氧化物沉淀pH值的测定	(51)
实验二十	原电池	(53)
实验二十一	浓度对电极电势的影响	(57)
实验二十二	法拉第常数的测定	(59)

实验二十三	配位化合物平衡常数的光谱测定·····	(63)
实验二十四	银氨配离子生成常数的测定·····	(66)
实验二十五	Job法测定配位化合物的分子式·····	(69)
实验二十六	氯化钠的提纯·····	(72)
实验二十七	硫代硫酸钠的制备·····	(75)
实验二十八	硫酸铝钾的制备·····	(80)
实验二十九	硝酸铝的制备及硝酸的回收·····	(83)
实验三十	粗铜的电解精炼和硫酸铜的制备·····	(87)
实验三十一	电解制备过二硫酸钾·····	(91)
实验三十二	无水二氯化锡的制备·····	(97)
实验三十三	无水四碘化锡的合成·····	(101)
实验三十四	离子交换法分离 Co^{2+} 和 Cr^{3+} ·····	(104)
实验三十五	离子交换法分离 $\text{Cr}(\text{III})$ 的水合异构体·····	(107)
实验三十六	由硝酸铬制备涂料地板黄·····	(109)
实验三十七	镍配合物的合成及其组成的测定·····	(112)
实验三十八	由钛铁矿提取二氧化钛·····	(116)
实验三十九	从菱锰矿制备金属锰·····	(119)
实验四十	从废钒触媒中回收五氧化二钒·····	(129)
实验四十一	从废定影液中制取单质银或硝酸银·····	(132)
实验四十二	由可伐合金制备钴、镍盐·····	(138)
实验四十三	s区元素单质及化合物的性质·····	(143)
实验四十四	卤素·····	(148)
实验四十五	氧和硫·····	(151)
实验四十六	氮和磷·····	(154)
实验四十七	硅和硼·····	(157)
实验四十八	p区非金属元素化合物的性质·····	(160)

实验四十九	铝	(167)
实验五十	锡和铅	(169)
实验五十一	砷、锑和铋	(171)
实验五十二	<i>p</i> 区金属元素单质及化合物的性质	(174)
实验五十三	铜和银	(178)
实验五十四	锌、镉和汞	(183)
实验五十五	<i>ds</i> 区元素化合物的性质	(186)
实验五十六	钛和钒	(192)
实验五十七	铬、钼和钨	(195)
实验五十八	锰	(197)
实验五十九	铁、钴和镍	(199)
实验六十	<i>d</i> 区元素单质及化合物的性质	(202)

实验一 阿佛加德罗常数的测定

仪 器 药 品

1. 仪器

名 称	规 格	数 量
分析天平	万分之一	1 架
烧 杯	100ml	1 个
量 筒	100ml	1 个
直流电源	10V	1 台
变 阻 箱	150 Ω	1 个
毫 安 表	100mA	1 个

2. 材料

名 称	规 格	数 量
纯紫铜片	60 × 20 × 1mm	2块
砂 纸	0 号、000号	各1小块
导 线	50cm(带夹子)	4根
棉 花		1小团

3. 药品

名 称	规 格	数 量
硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	化学纯	10g
硫酸(浓)	化学纯	2ml
无水乙醇	化学纯	少量

组 织 教 学

1. 讲授要点

讲授目的要求、简要原理和操作要点。

2. 示范操作

指导教师进行天平称量和仪器连接的示范操作。

3. 实验安排

让学生先进行天平称量，然后安装仪器，经指导教师检查合格，方可进行电解实验。实验结束后，进行数据处理，归还仪器。

操 作 指 导

1. 电阻箱的阻值不要放在零处，以防短路损坏仪器。

2. 两个电极要垂直放置。实验过程中要特别注意维持电流的稳定性，以免产生较大误差。

3. 电解完毕漂洗或擦洗电极时，一定要轻轻清洗（尤其是阴极），以免金属脱落引起误差。

实 验 结 果

理论值： 6.02×10^{23}

误差要求： $\pm 5\%$

参 考 书 目

- (1) 中山大学、辽宁大学等校编，《无机化学实验》，人民教育出版社(1978)
- (2) 南开大学化学系无机化学教研室编，《无机化学实验》(讲义)(1983)

实验二 固体密度的测定

仪 器 药 品

1. 仪器

名 称	规 格	数 量
台 秤	感量0.1g	1 台
天 平	0.001g	1 台
滴 定 管	50ml	1 支

2. 药品

名 称	规 格	数 量
锡	分析纯	9g
铅	分析纯	8g
铜	分析纯	9g
铝	分析纯	3g
锌	分析纯	5g
磷	分析纯	9g

组 织 教 学

1. 讲授要点

(1) 实验结果的误差处理。

(2) 台秤、天平的构造、注意事项、准确度、数据记录；

滴定管的读数、准确度、数据记录。洗液的配制及使用。

2. 示范操作

台秤、天平的称量操作；酸式滴定管的洗涤及活塞涂油。

3. 实验安排

为了合理利用时间，实验开始时一部分学生可先熟悉天平操作，另一部分学生先洗涤滴定管，活塞涂油，练习读数。然后两部分学生互换。最后再开始正式实验。

操 作 指 导

1. 对滴定管的操作要求是：用洗液洗净滴定管；正确读数。

2. 固体未知物加至水中后，要充分振荡，赶尽气泡。但注意不要把水洒出。

3. 在固体未知物放到水中以前，整个实验过程中不要用手拿金属，以免玷污。

4. 滴定管中装入水及固体未知物加入水中后，要放置几分钟再读数，以保证读数准确。

实 验 结 果

1. 经作者多次实验，其结果为

一号未知物密度为 $7.21\text{g/ml} \pm 0.11\text{g/ml}$ ，是Sn；

二号未知物密度为 $11.00\text{g/ml} \pm 0.25\text{g/ml}$ ，是Pb；

三号未知物密度为 $8.57\text{g/ml} \pm 0.16\text{g/ml}$ ，是Cu；

四号未知物密度为 $6.87\text{g/ml} \pm 0.18\text{g/ml}$ ，是Zn；

五号未知物密度为 $2.56\text{g/ml} \pm 0.05\text{g/ml}$ ，是Al。

2. 误差要求

绝对误差不得超过 $0.4\text{g/ml} \pm 0.16\text{g/ml}$

参 考 书 目

- [1] 冯师颜, 《误差理论与实验数据处理》, 科学出版社(1964)
- [2] 中山大学、辽宁大学等校编, 《无机化学实验》, 人民教育出版社
(1978)
- [8] L.R.Morss and R.S.Boikess, "Chemical
Principles in the Laboratory" (1978)

实验三 物质的鉴别

仪器药品

1. 仪器

名 称	规 格	数 量
量筒	10ml	1 支
台秤	感量0.1g	公用
天平	0.0001g	1 个
试管	大	1 个
	小	4 个
温度计	0~50°C(精确至0.1°C)	1 支
	50~100°C(精确至0.1°C)	1 支
烧杯	50ml	1 个
移液管	10ml	1 支
煤气灯		1 个
铁架台		1 个
十字头		2 个
万能夹		2 个

2. 材料

玻璃管、沸石各备少量。

3. 药品

名 称	规 格	数 量
海波($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	分析纯	3 g
硼砂($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)	分析纯	3 g
明矾($\text{KAl}(\text{SO}_4)_3 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)	分析纯	3 g
无水乙醇	分析纯	30ml
异丙醇	分析纯	50ml
丙 酮	分析纯	50ml
氯 仿	分析纯	50m ^l

组 织 教 学

1. 讲授要点

量筒、移液管的规格、准确度；固体物质的熔点、液体物质的沸点的测定原理、方法。

2. 示范操作

量筒、移液管的使用方法；测定物质的熔、沸点的仪器安装；毛细管的拉制。

3. 实验安排

每个学生只发一种液态物质及一种固态物质。

操 作 指 导

1. 测量固体密度时，于量筒中加入试剂后，要静置几分钟再读数，以保证读数准确。加入固体样品时，要用长纸把固体送进去，不要贴到壁上或撒落，否则结果不准确。

2. 测定液体密度时，把液体未知物转入小烧杯中后，要迅速在天平上称量，因为所取的液体未知物都有挥发性，动作慢会造成较大的误差。

3. 在观察固体熔点或液体沸点时, 不易看到恒定不变的温度, 一般以固体刚完全熔化或液体刚开始沸腾时的温度为准。

实 验 结 果

误差要求:

密度相对误差在 $\pm 5\%$ 范围内;

熔点、沸点绝对误差 $\pm 4^\circ\text{C}$ 。

参 考 书 目

- [1] G. R. Herd, W. H. Nebergall and W. Herd, "Basic Laboratory Studies in College Chemistry", 6th Ed. (1980)
- [2] 中山大学、辽宁大学等校编, 《无机化学实验》, 人民教育出版社 (1978)
- [8] Roberte Weast, "CRC Handbook of Chemistry and Physics", 60th Ed. (1980)

实验四 气体常数的测定

仪 器 药 品

1. 仪器

名 称	规 格	数 量
试 管	40ml	1 支
试剂瓶	1000ml	1 个
烧 杯	1000ml	1 个
铁架台		1 个
夹 子		1 个
十字头、万能夹		各 1 个

2. 材料

名 称	规 格	数 量
玻璃管		120cm
乳胶管		12cm
橡皮塞	大、小	各 1 个

3. 药品

名 称	规 格	数 量
氟酸钾	分析纯	8 g
二氧化锰	分析纯	0.2g