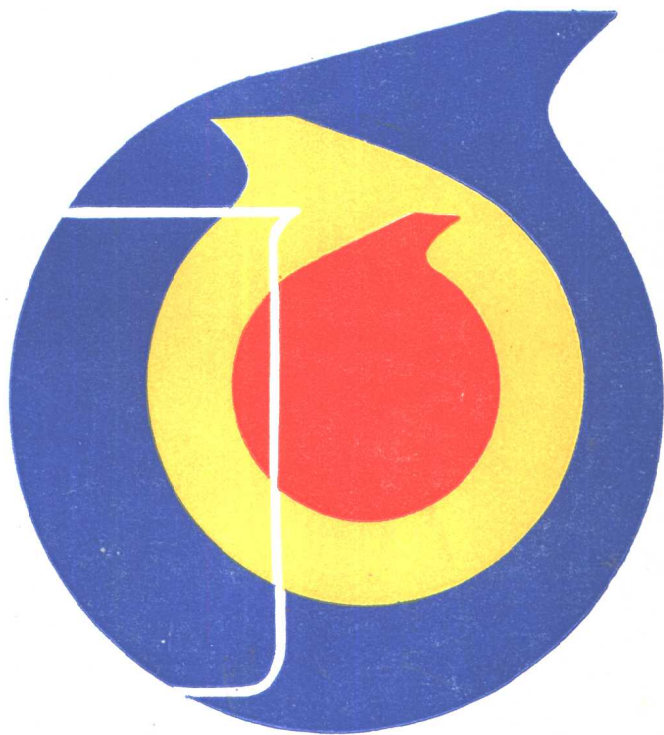


# 基础无机 化学实验

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

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

本书是南开大学化学系无机化学课程组长期教学工作的成果。选材内容较广,难易、繁简幅度较大,便于因材施教、因地制宜。编入的60个实验,既有作为大学化学专业基础课的无机化学实验的基本技能和方法的训练,又有旨在培养学生分析和解决问题能力的综合性实验。另有实验预习题和报告单,供学生填写后交教师批阅,发还学生后装订成册保存。

与本书配套的《基础无机化学实验指导书》,供教师和实验员备课和准备实验药品仪器用。

## 基础无机化学实验

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: 850×1168 1/32 印张: 15.875

字数: 423千 印数: 1-6,000

ISBN7-310-00392-6/O·58 定价: (共二册)7.65元

## 序

大概是六、七年前，偶然与姚凤仪副教授谈起进一步提高基础无机化学实验课教学质量的问题，他表示决心编写一本在内容上具有科学性、新颖性、综合性和选择性，在形式上具有逻辑性和艺术性的基础无机化学实验教材。我完全赞同他的这种想法，并提出了一些建议。

在借鉴国内外专业资料，尤其是总结自身多年来实验课教学经验的基础上，经过姚凤仪副教授及其同事们坚持不懈的努力，终于将这部教材奉献在读者面前，这是值得祝贺的。希望广大读者在使用过程中，对本书的不足之处提出改进意见，共同为提高我国基础无机化学实验教学质量做出贡献。

张 允 什

1991年7月于南开大学

# 前 言

化学是一门实验性很强的学科。在化学教学中，实验占有特殊的重要地位。

无机化学实验，是大学化学专业及其相关专业学生的第一门必修化学实验课。该课程的主要任务是：引导学生通过观察实验现象，直接获得化学感性认识；巩固并加深对所学理论知识的理解；训练学生正确掌握基础无机化学实验的基本技能和基本方法；培养学生严谨的科学态度、良好的科学素养以及分析问题和解决问题的能力。

为了便于各类学校与化学密切相关的专业有针对性地进行选择，便于教师贯彻因材施教的方针，本书选材内容较广，难易、繁简幅度较大。为了培养学生综合分析问题和独立解决问题的能力，作者拟就了一些综合性较强的实验和一些独立设计方案的实验。本书的主要内容有：基本操作训练；若干物理化学数据或常数的测定；某些无机物质的制备或提纯；常见元素单质及主要化合物的性质。

本书所选实验内容，虽多为南开大学教学实践的积累及某些国内外书刊上的成熟之作，恐仍有不足之处，敬希选用者在使用过程中提出补充、修改意见，以日臻完善。

本书附有单页的实验预习题和报告单，供学生写预习报告和实验报告用。所写报告交教师批阅后发还学生，可以装订保存。同时出版的《基础无机化学实验指导书》，可供教师及实验员用来备课和准备实验器材药品。

本书是在张允什教授编写思想指导下及其所提供资料启发下，由姚凤仪副教授负责总体设计、选取内容、终审定稿的。参加编写

工作的教师（以姓氏笔划为序）有尹立华、王岚、只秉文、张求稳、张泽民、杨喜增和姚凤仪。

本书内容包括60个实验和有关的仪器及操作技术，覆盖面较广，选择余地较大，可供各类大专院校无机化学或普通化学实验课选用。

编者

1991年于南开大学

# 目 录

## 序

## 前 言

### 第一篇 绪论 ..... ( 1 )

- 一 实验守则 ( 1 )
- 二 实验室安全 ( 1 )
- 三 实验数据 ( 3 )
- 四 化学手册 ( 9 )

### 第二篇 仪器和技术 ..... ( 11 )

- 一 常用玻璃仪器的洗涤和干燥 ( 11 )
- 二 灯的使用和玻璃操作 ( 14 )
- 三 台秤、天平和称量 ( 19 )
- 四 量筒、容量瓶、移液管、滴定管和液体体积的度量 ( 27 )
- 五 温度计、显微熔点测定仪和熔点、沸点的测定 ( 35 )
- 六 蒸发皿和溶液的浓缩、蒸发、结晶 ( 41 )
- 七 固液分离操作 ( 42 )
- 八 坩埚和固体灼烧 ( 47 )
- 九 试剂及其取用 ( 48 )
- 十 试纸及其使用 ( 50 )
- 十一 气体的发生、净化、干燥和收集 ( 51 )
- 十二 钢瓶及其使用 ( 55 )
- 十三 气压计及其使用 ( 59 )
- 十四 酸度计及其使用 ( 60 )
- 十五 分光光度计及其使用 ( 66 )

### 第三篇 实验内容 ..... ( 71 )

#### 第一章 常数的测定 ..... ( 71 )

- 实验一 阿佛加德罗常数的测定 ( 71 )

- 实验二 固体密度的测定 ( 74 )
- 实验三 物质的鉴别 ( 76 )
- 实验四 气体常数的测定 ( 79 )
- 实验五 测定硫化铜的化学式 ( 82 )
- 实验六 水合物分子式的测定 ( 83 )
- 实验七 挥发性液体分子量的测定 ( 85 )
- 实验八 凝固点下降法测定分子量 ( 86 )
- 实验九 酸碱滴定 ( 89 )
- 实验十 草酸克当量的测定 ( 92 )
- 实验十一 水合焓的测定 ( 93 )
- 实验十二 氯化铅在水溶液中的熵和焓 ( 96 )
- 实验十三 正二价离子盐的溶解度与Gibbs自由能 ( 98 )
- 实验十四 丙酮碘化作用的动力学研究 ( 100 )
- 实验十五 化学反应速度与活化能 ( 104 )
- 实验十六 酸碱平衡的电测量研究 ( 107 )
- 实验十七 氯化铅溶度积的测定 ( 112 )
- 实验十八 电势法测定氢氧化镉的溶度积 ( 116 )
- 实验十九 金属氢氧化物沉淀pH值的测定 ( 120 )
- 实验二十 原电池 ( 122 )
- 实验二十一 浓度对电极电势的影响 ( 124 )
- 实验二十二 法拉第常数的测定 ( 128 )
- 实验二十三 配位化合物平衡常数的光谱测定 ( 131 )
- 实验二十四 银氨配离子生成常数的测定 ( 133 )
- 实验二十五 Job法测定配位化合物的分子式 ( 135 )
- 第二章 无机物的制备..... ( 139 )
- 实验二十六 氯化钠的提纯 ( 139 )
- 实验二十七 硫代硫酸钠的制备 ( 141 )
- 实验二十八 硫酸铝钾的制备 ( 144 )
- 实验二十九 硝酸铝的制备及硝酸的回收 ( 145 )
- 实验三十 粗铜的电解精炼和硫酸铜的制备 ( 149 )
- 实验三十一 电解制备过二硫酸钾 ( 152 )



实验三十二	无水二氯化锡的制备 ( 155 )
实验三十三	无水四碘化锡的合成 ( 158 )
实验三十四	离子交换法分离 $\text{Co}^{2+}$ 和 $\text{Cr}^{3+}$ ( 160 )
实验三十五	离子交换法分离 $\text{Cr}(\text{III})$ 的水合异构体 ( 164 )
实验三十六	由硝酸铬制备涂料地板黄 ( 167 )
实验三十七	镍配合物的合成及其组成的测定 ( 169 )
实验三十八	由钛铁矿提取二氧化钛 ( 173 )
实验三十九	从菱锰矿制备金属锰 ( 175 )
实验四十	从废钒触媒中回收五氧化二钒 ( 181 )
实验四十一	从废定影液中制取单质银或硝酸银 ( 183 )
实验四十二	由可伐合金制取钴盐和镍盐 ( 185 )
<b>第三章 单质及化合物的性质</b> ..... ( 193 )	
实验四十三	<i>s</i> 区元素单质及化合物的性质 ( 193 )
实验四十四	卤素 ( 197 )
实验四十五	氧和硫 ( 201 )
实验四十六	氮和磷 ( 203 )
实验四十七	硅和硼 ( 206 )
实验四十八	<i>p</i> 区非金属元素化合物的性质 ( 208 )
实验四十九	铝 ( 209 )
实验五十	锡和铅 ( 210 )
实验五十一	砷、锑和铋 ( 211 )
实验五十二	<i>p</i> 区金属元素单质及化合物的性质 ( 213 )
实验五十三	铜和银 ( 214 )
实验五十四	锌、镉和汞 ( 216 )
实验五十五	<i>ds</i> 区元素化合物的性质 ( 217 )
实验五十六	钛和钒 ( 218 )
实验五十七	铬、钼和钨 ( 219 )
实验五十八	锰 ( 222 )
实验五十九	铁、钴和镍 ( 224 )
实验六十	<i>d</i> 区元素单质及化合物的性质 ( 226 )
<b>附录</b> ..... ( 228 )	

- 一 不同温度时水的饱和蒸气压 ( 228 )
- 二 实验室常用酸、碱溶液的浓度 ( 232 )
- 三 弱酸和弱碱在水溶液中的电离常数 ( 233 )
- 四 难溶电解质的溶度积常数 ( 235 )
- 五 金属氢氧化物沉淀的pH值 ( 239 )
- 六 标准电极电势 ( 240 )
- 七 某些配合物的不稳定常数 ( 256 )

# 第一篇 绪 论

## 一 实验守则

(一)实验进行前,要认真预习,明确实验的目的要求和基本原理,通晓实验的方法和步骤,了解仪器的性能和药品的性质,进而完成预习题,交指导教师阅示。

(二)实验过程中,要正确操作,仔细观察,如实记录,认真思考;要爱护仪器,节约药品;要维护整洁,保持肃静;要注意安全,严防事故。

(三)实验完毕后,要把仪器清洗净、药品整理好,把实验台和地面打扫干净;要根据原始记录,认真分析问题,处理数据,写出实验报告,交指导教师阅批。

(四)遵从教师的指导,遵守实验室的各种规章制度。

## 二 实验室安全

化学药品中,很多是易燃、易爆、易腐蚀、有毒的;化学反应中,很多是剧烈的,有些是危险的。因此,在化学实验室工作,首先必须从思想上十分重视安全问题,不可麻痹大意;其次,实验前应充分了解本实验中的安全注意事项,实验过程中则要集中注意力,并严格遵守操作规程;假如由于某种原因而发生事故,应立即紧急处置。

(一)实验室的一般安全守则

1.水、电或煤气一经使用完毕,应立即关闭水门、电闸或煤气

门。

2. 实验室内严禁饮食；实验完毕，必须洗净双手。

3. 绝对不允许任意混合各种化学药品，以免发生意外事故。

4. 钾、钠和白磷暴露在空气中易燃烧，所以钾、钠应保存在煤油中，白磷则可保存在水中；取用它们时要用镊子。一些有机溶剂（如乙醚、乙醇、丙酮、苯等）极易引燃，使用时必须远离明火，用毕要立即盖紧瓶塞。

5. 不纯的氢气遇火易爆炸，操作时必须严禁接近明火。在点燃前，必须先检验并确保纯度。银氨溶液久置后易爆炸，故不得保存。某些强氧化剂（如氯酸钾、硝酸钾、高锰酸钾等）或某些混合物（如氯酸钾与硫磺或红磷等）不能研磨，否则易引起爆炸。

6. 浓酸、浓碱具有强腐蚀性，切勿使其洒在皮肤或衣服上，应注意勿溅入眼内。稀释它们时（特别是浓硫酸），应将它们慢慢倒入水中，而不能相反进行，以避免迸溅。

7. 能产生有刺激性或有毒气体的实验（如  $H_2S$ 、 $HF$ 、 $HCl$ 、 $Cl_2$ 、 $SO_2$ 、 $NO_2$ 、 $Br_2$  等），必须在通风橱内进行。

8. 有毒药品，如可溶性的钡盐、镉盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物、铬（Ⅵ）的化合物，特别是氰化物，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、处理。

9. 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，必须尽可能收集起来，并用硫磺粉盖在洒落的地方，使汞转变成不挥发的硫化汞。保存汞的容器内必须加水将汞覆盖。

10. 实验室所有药品不得携出室外。用剩的有毒药品应交还给教师。

## （二）实验室中的急救

1. 割伤：在伤口处抹上红药水、撒些消炎粉并包扎；伤口内若有玻璃碎片，须先挑出，然后敷药包扎。

2. 烫伤：在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液、烫伤膏或万花

油，切勿用水冲洗。

3. 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。

4. 酸蚀：首先用大量水冲洗，然后用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水洗，最后再用水冲洗。

5. 碱蚀：首先用大量水冲洗，然后用醋酸（20克/升）洗，最后再用水冲洗。如果碱溅入眼中，则先以硼酸溶液洗，再用水洗。

6. 溴蚀：先用苯或甘油洗，再用水洗。

7. 吸入刺激性或有毒气体：吸入氯、氯化氢气体时，可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气使之解毒；吸入硫化氢气体而感到不适时，立即到室外呼吸新鲜空气。

8. 毒物进入口内：把5—10毫升稀硫酸铜溶液（约5%）加入一杯温水中，内服后，用手指伸入咽喉部，促使呕吐，然后立即送医院治疗。

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。一般的小火可用湿布、石棉布或砂子覆盖燃烧物，即可灭火。火势大时可使用泡沫灭火器。但电器设备所引起的火灾，只能使用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火，不能使用泡沫灭火器，以免触电。当然这两种灭火器也适用于扑灭其它火灾。实验人员衣服着火时，切勿惊乱，应赶快脱下衣服，或用石棉布覆盖着火处。（就地卧倒打滚，也可起到灭火的作用。）切断电源、关闭煤气门、移走易燃药品、停止通风等，都是必须采取的措施。

以上系伤害较轻或火势较小的应急救护措施。若伤势较重，则应立即送医院；火势较大，则应立即报火警。

### 三 实验数据

在化学实验中，往往要进行许多定量测定。实验结论，有些靠

定量测定直接获得，有些则要根据实验数据推算而得。这里，必然涉及测量和计算的准确性问题以及实验数据如何处理的问题。下面就介绍一些与此密切相关的若干基本知识。

### (一) 测量误差

#### 1. 误差概念

实验的准确度系指测定值与真实值之间的偏离程度。一般说来，实验测得数据与真实数据之间总有差别，这种差别就叫做误差。它可用绝对误差和相对误差二种方式来表示。实验测得数值与真实数值的差叫绝对误差。例如称得某一物体的重量为2.1750克，该物体的真实重量为2.1751克；又如称得物体的重量为0.2175克，而它的真实重量为0.2176克，则称量中的绝对误差分别为：

$$2.1750 - 2.1751 = -0.0001(\text{克})$$

$$0.2175 - 0.2176 = -0.0001(\text{克})$$

这种表示方式，只能显示出误差的绝对值的大小，而误差在测定结果中所占的比例，即测定结果的准确程度是不能表示出来的，因此又有相对误差的表示方法。

相对误差等于绝对误差与真实数值之比乘以100%。由于一般分析测定中误差的数值是相当小的，而样品的真实数值又是未知的，因此相对误差就等于绝对误差与测得值的平均值之比乘以100%。在前例里，相对误差分别等于：

$$\frac{-0.0001}{2.1750} \times 100\% = -0.005\%$$

$$\frac{-0.0001}{0.2175} \times 100\% = -0.046\%$$

从相对误差的计算可以看出：在称量过程中，称量的绝对误差虽然相等，但由于被称量物体的重量不同，因而相对误差就有所不同。显然，当被称量物体的重量较大时，相对误差就比较小，称量的准确程度也就比较高。

## 2. 产生误差的原因

产生误差的原因很多，一般可分为系统误差和偶然误差两大类。所谓系统误差系指由某些固定因素造成的误差，它使实验结果系统偏高或偏低。这些固定的影响因素有：测定方法不完善，仪器不够精确，试剂不够纯，等等。它们可以通过改善方法、校正仪器、提纯试剂等措施而减少其影响程度。所谓偶然误差系指由一些难以控制的偶然因素造成的误差，而误差的数值时大、时小、时正、时负。这些偶然因素有：仪器性能的微小变化，操作人员处理各份试样或估计某些读数的微小差别，等等。它们可以通过“多次测定、取平均值”的方法来减小其影响程度。

### (二)有效数字

#### 1. 概念

在任何实验测量之后，都有一个记录和处理测量数据的问题。如上所述，各种实验测量都难免出现误差，而记录和处理测量数据都应与测量误差相适应，如实地反映误差的大小和测量的准确程度。

例如，50毫升滴定管，最小刻度为0.1毫升，在两刻度之间可再估计一位读数。这样，如23.16毫升的读数，前三位数是准确的，最后一位是估计出来的。通常，只保留最后一位不准确数字，而其余数字均为准确数字的那种数字被称为有效数字。显然，有效数字不仅能表示量的大小，而且能表示称量误差。若用感量为0.0001克的分析天平称12.5000克试样，则其绝对误差为0.0001克，相对误差为

$$\frac{0.0001}{12.5000} \times 100\% = 0.0008\%$$

记录测量数据时不能随意乱写，否则就会夸大或缩小准确度。如上例称出12.5000克试样后若记成12.50克，则相对误差就由

$$0.0008\% \text{ 夸大到 } \frac{0.01}{12.5000} \times 100\% = 0.08\%.$$

414579

关于“0”的作用，则因其位置不同而异：

①“0”在数字前仅起定位作用，而其本身不是有效数字。如0.0813中，数字8前面的两个0都不是有效数字；该数的有效数字只有三位。

②“0”在数字中则是有效数字。如7.05中的0是有效数字，该数有三位有效数字；3.0069中的两个0都是有效数字，该数有五位有效数字。

③“0”在小数的数字后也是有效数字。如12.5000中的三个0都是有效数字，该数有六位有效数字。

这样，如0.0500中数字5前面的两个0不是有效数字，而5后面的两个0却是有效数字；该数有三位有效数字。又如0.4070中，小数点前的0不是有效数字，小数点后的两个0都是有效数字；该数有四位有效数字。

④以“0”结尾的正整数，其有效数字的位数不定。如85000的有效数字可因改写成不同的指数形式而有所不同；若写成 $8.5 \times 10^4$ ，则认作有两位有效数字；若写成 $8.50 \times 10^4$ ，则有一位有效数字。

此外，在化学计算中表示倍数或分数的数字，如

$\text{NaCl}$ 的质量 =  $3 \times \text{NaCl}$ 的摩尔质量  
中的3，

$$\text{KMnO}_4\text{的氧化还原当量} = \frac{\text{KMnO}_4\text{的摩尔质量}}{5}$$

中的5，因其都是自然数而非测量值，故不应看作只有一位有效数字，而应是无限多位的有效数字。

## 2. 运算法则

①加法和减法 在加或减运算中，所得和或差的有效数字的位数，应以各个数值中小数点后位数最少的数为准。例如，将氯的相对原子质量35.453和氢的相对原子质量1.00797相加（可疑数以“?”标出）：



$$\begin{array}{r}
 35.453 \\
 \quad ? \\
 + 1.00797 \\
 \quad ? \\
 \hline
 36.46097 \quad \longrightarrow 36.461 \\
 \quad ???
 \end{array}$$

所得氯化氢的相对分子质量应取36.461，而不是36.46097。

上述计算采用了先运算后取舍的方法。一般情况下可先取舍后运算，如：

$$\begin{array}{r}
 35.453 \rightarrow 35.453 \\
 1.00797 \rightarrow + 1.008 \\
 \hline
 36.461
 \end{array}$$

②乘法和除法 在乘或除运算中，所得积或商的有效数字的位数，应以各项中有效数字位数最少的数为准。例如，0.625乘以22：

$$\begin{array}{r}
 0.625 \\
 \quad ? \\
 \times 22 \\
 \quad ? \\
 \hline
 1250 \\
 \quad ???? \\
 1250 \\
 \quad ? \\
 \hline
 13.750 \rightarrow 14 \\
 \quad ????
 \end{array}$$

所得积应为14，而非13.750。若先取舍后运算，则为

$$\begin{array}{r}
 0.625 \rightarrow 0.63 \\
 22 \rightarrow \times 22 \\
 \hline
 126 \\
 \hline
 126 \\
 \hline
 13.86 \rightarrow 14
 \end{array}$$

③对数 在对数运算中，对数值的首数（整数部分）不是有效数字，其有效数字仅由尾数（小数部分）的位数确定，而其尾数的有效数字的位数应与相应的真数相同。例如，有三份溶液的氢离子浓度( $H^+$ )分别为0.02000M、0.020 M和0.02 M，其对数值( $\lg(H^+)$ )应分别取 $\overline{2.3010}$ 、 $\overline{2.30}$ 和 $\overline{2.3}$ ，因而它们的pH( $-\lg(H^+)$ )值