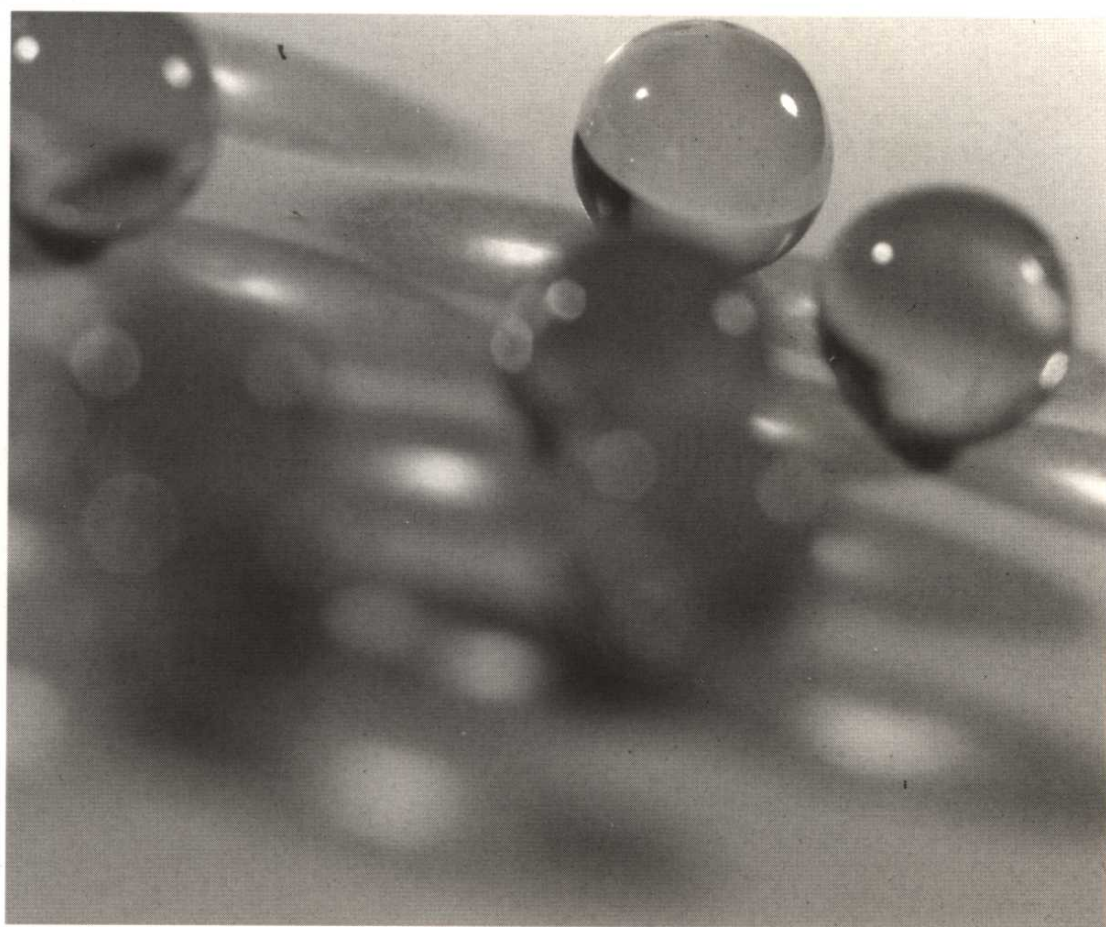


无机化学实验

常毓巍 主编



甘肃人民出版社

无机化学实验

主 编 常毓巍
副主编 苟如虎 杨敬军



甘肃人民出版社

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/常毓巍主编. —兰州:甘肃人民出版社, 2006. 4

ISBN 7-226-03404-2

I. 无... II. 常... III. 无机化学—化学实验
IV. 061-33

中国版本图书 CIP 数据核字(2006)第 038782

责任编辑:张菁

装帧设计:冯莉

无机化学实验

常毓巍 主编

甘肃人民出版社出版发行

(730000 兰州市南滨河东路 520 号)

甘肃天河印刷有限责任公司印刷

开本 850×1168 毫米 1/32 印张 4.375 插页 1 字数 108 千

2006 年 7 月第 1 版 2006 年 7 月第 1 次印刷

印数:1—1,000

ISBN 7-226-03404-2 定价:10.00 元

绪 言

一、无机化学实验的目的

无机化学实验是化学专业必修的基础实验课,它是后续课程的重要基础,在教学计划中占有非常重要的地位。

无机化学实验的主要目的是使学生掌握无机化学实验的基本操作技能;掌握常见元素的单质和化合物的典型反应;学会常见无机物的制备、分离、提纯和某些常数的测定方法;验证、巩固和加深无机化学基本理论和基本知识;培养学生具有正确观察、记录、分析、总结实验现象,合理处理数据、撰写实验报告、查阅参考文献、设计和改进简单实验的能力;培养学生具有实事求是的科学态度和良好的实验习惯,为胜任中学化学教学打下坚实的基础。

二、无机化学实验的步骤

无机化学实验一般分为预习、实验和书写实验报告三个阶段,具体要求如下:

1. 实验前要认真阅读实验教材,复习无机化学中的有关章节,明确实验目的和要求,了解实验原理和内容,设计或弄清操作步骤和注意事项,认真准备思考题。学生必须准备一本实验专用记录本(不能用散页纸张代替),用自己的语言或示意图写出预习笔记,做到简明扼要,一目了然,切勿按书照抄。

实验开始前,指导老师要抽查学生的预习笔记,凡是未做实验预习笔记或未准备好的学生,不准进行实验。

2. 实验中应严格遵守学生守则和实验室安全规则,认真操作,仔细观察并及时如实地记录现象和数据,养成一边实验一边记录的好习惯。遇到反常现象,要独立思考,仔细分析,力求自己解决

问题,必要时重做实验,得出正确结论。如要更改实验步骤或内容,须征得指导老师同意。

3. 实验结束时,对观察到的现象作出解释,得出结论,或者根据实验数据进行计算,按一定的格式及时写出实验报告。实验报告要求做到绘图规范、文理通顺、结论明确、字体端正、无错别字,并按时交给指导教师,不合格者退回重写。

三、学生守则

1. 实验前,认真作好实验准备工作,检查所需试剂、仪器是否齐全、完好。

2. 实验时,保持肃静,集中思想,认真操作,仔细观察实验现象,如实记录实验结果,积极思考问题。

3. 爱护公共财物,小心使用实验仪器和设备,注意节约用水、电和试剂。使用精密仪器时,必须严格按照操作规程进行,避免因粗枝大叶违章操作而损坏仪器。如果发现仪器有故障,应立即停止使用,报告教师及时处理。

4. 每人应取用自己的仪器,未经教师许可,不得动用他人的仪器。实验中若有损坏,应如实登记补领。

5. 实验台上的仪器应放置整齐,并经常保持台面清洁。

6. 取用药品试剂时,勿撒落或搞错,取用后及时盖好瓶盖,放回原处。仪器和药品严禁带出实验室。

7. 实验完毕后,应将玻璃仪器洗净,放回原处,整理好药品架和实验台面,打扫卫生,关好水、电、门、窗。

四、实验室安全规则

化学药品中,有很多是易燃、易爆、有腐蚀性或有毒的。所以,在化学实验中,必须十分重视安全问题,不能麻痹大意。在实验前,应充分了解安全注意事项,在实验中,要集中注意力,严格遵守操作规程,以避免事故的发生。

1. 对于易燃、易爆的物质要尽量远离火源。

2. 能产生有刺激性或有毒气体的实验,应在通风橱内(或通风处)进行。

3. 绝对不允许任意混合各种化学药品。倾注药品或加热液体时,不要俯视容器,也不要将正在加热的容器口对准自己或他人。凡使用电炉、煤气灯加热的实验,中途不得离开实验室。

4. 有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷化合物、汞及汞化合物、氰化物等)不得入口或接触伤口。剩余的废物和金属片不许倒入下水道,应倒入回收容器内集中处理。

5. 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,使用时切勿溅在衣服或皮肤上,尤其是眼睛上;稀释浓酸、浓碱时,应在不断搅拌下将它们慢慢倒入水中;稀释浓硫酸时更要小心,千万不可把水加入浓硫酸里,以免溅出烧伤。

6. 自拟实验或改变实验方案时,必须经教师批准后方可进行,以免发生意外事故。

7. 实验室内禁止饮食,实验完毕后洗净双手,方可离开实验室。

五、实验室意外事故的处理

1. 割伤。在伤口处涂抹紫药水或红药水等,再用纱布包扎。

2. 烫伤。在伤口处涂抹烫伤药或用苦味酸溶液清洗伤口,小面积轻度烫伤可以涂抹肥皂水。

3. 酸、碱腐伤。先用大量水冲洗。酸腐伤后,用饱和碳酸氢钠溶液或氨水溶液冲洗;碱腐伤后,用2%醋酸洗,最后用水冲洗。若强酸强碱溅入眼内,立即用大量水冲洗,然后相应地用1%碳酸氢钠溶液或1%硼酸溶液冲洗。

4. 溴灼伤。立即用大量水冲洗,再用酒精擦至无溴存在为止;或用苯或甘油洗,然后用水洗。

5. 磷灼伤。用1%硝酸银、1%硫酸铜或浓高锰酸钾溶液洗,然后包扎。

6. 若吸入溴蒸气、氯气、氯化氢,可吸入少量酒精和乙醚的混合气体;若吸入硫化氢气体而感到不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气。

7. 毒物不慎进入口中用催吐剂(约 30g 硫酸镁溶于 1 杯中),并用手指伸进咽喉部,促使呕吐,然后立即送医院治疗。

8. 触电。遇到触电事故,应先切断电源,必要时进行人工呼吸。

9. 火灾。若遇有机溶剂引起着火时,应立即用湿布或砂土等灭火;如果火势较大,可用泡沫灭火器灭火,切勿泼水,泼水会使火势蔓延。若遇电器设备着火,应先切断电源,然后用四氯化碳灭火器灭火,不能用泡沫灭火器,以免触电。实验人员衣服着火时,立即脱下衣服,或就地打滚。

10. 伤势较重者,立即送医院治疗。

目 录

绪言	(1)
第一编 基本操作和基本原理实验	(1)
实验一 安全教育和仪器认领	(1)
实验二 玻璃管(棒)的加工技术和塞子钻孔	(3)
实验三 称量	(10)
实验四 硝酸钾的制备与提纯	(11)
实验五 镁的相对原子质量的测定	(14)
实验六 溶液的配制	(17)
实验七 中和滴定	(20)
实验八 化学反应速度与活化能	(24)
实验九 凝固点降低法测定溶质的摩尔质量	(30)
实验十 $I_3^- \rightleftharpoons I^- + I_2$ 平衡常数的测定	(33)
实验十一 醋酸离解常数和离解度的测定	(35)
实验十二 酸碱平衡(一)和缓冲溶液	(38)
实验十三 酸碱平衡(二)	(41)
实验十四 氧化还原与电化学	(45)
实验十五 配位化合物的生成和性质	(48)
第二编 元素及化合物性质实验	(53)
实验十六 氯气、氯酸钾、次氯酸钠的制备及其性质	(53)
实验十七 卤化氢	(58)
实验十八 过氧化氢、硫和硫化物	(63)
实验十九 氮	(68)
实验二十 磷	(72)
实验二十一 碳、硅、硼	(76)

实验二十二	铝、锡、铅	(80)
实验二十三	碱金属和碱土金属	(84)
实验二十四	铜、银	(88)
实验二十五	锌、镉、汞	(92)
实验二十六	铬、锰	(95)
实验二十七	铁、钴、镍	(98)
实验二十八	实验废液的处理	(102)
第三编	综合设计实验	(105)
实验二十九	用硝酸铬制备涂料黄颜料	(105)
实验三十	由废铜屑制备氧化铜、硫酸铜晶体及其结晶 水的测定	(107)
实验三十一	由废锌皮制纯硫酸锌	(109)
实验三十二	由废铁屑制取硫酸亚铁(含七个结晶水)	(110)
实验三十三	常见阴离子混合液的分析	(111)
实验三十四	常见阳离子混合液的分析	(115)
实验三十五	纳米级 TiO_2 超细粉的水热合成	(118)
第四编	附录	(122)
附录一	国际相对原子质量表	(122)
附录二	溶度积常数	(123)
附录三	常见碱在水溶液中的电离常数(25℃)	(124)
附录四	常见酸在水溶液中的电离常数(25℃)	(125)
附录五	常见酸碱水溶液的密度(15℃)	(126)
附录六	常见酸碱水溶液的浓度(15℃)	(127)
附录七	某些离子和化合物的颜色	(128)
附录八	化学药品的规格	(130)
附录九	学生实验仪器单	(131)
附录十	元素周期表	(133)

第一编 基本操作和基本原理实验

基本操作和基本原理实验,主要内容是练习化学实验中的常用仪器及操作的要点。我们将基本操作贯穿于一些主要的化学原理和化学数据的测定实验中。通过实验训练学生掌握化学实验操作规范和灵活运用基本操作的能力,启迪学生思维,培养学生科学、严谨的作风。初步培养学生查阅、使用参考书及文献的能力。

实验一 安全教育和仪器认领

〔实验目的〕

1. 明确无机化学实验的目的和要求,学习实验室规则;
2. 认识与领取实验常用仪器,练习玻璃仪器的洗涤和干燥方法;
3. 练习绘制实验仪器和装置简图。

〔实验用品〕

1. 仪器:见学生实验仪器单。
2. 材料:去污粉、蒸馏水、铬酸洗液^[1]。

〔实验内容〕

1. 实验的目的性、实验室规则和安全守则教育
2. 认领仪器

按“学生实验仪器单”逐一对照认识和检查领到的仪器,熟悉其名称、规格、用途,并练习绘制仪器图。

3. 玻璃仪器的洗涤

(1) 自来水洗净试管

(2) 用去污粉洗涤烧杯

先用自来水冲洗烧杯的内壁,除去尘土一类污物,然后用湿的毛刷蘸取去污粉,洗刷烧杯内外壁和底部,再用自来水冲洗干净。如未达到要求,则重新用去污粉洗刷,直至冲洗后不挂水珠为止(定性、定量分析用的玻璃仪器,必须再用蒸馏水荡洗 2—3 次。)。洗好后请教师检查。

(3) 用铬酸洗液洗涤 1 支移液管

先用自来水洗净移液管内壁,再用洗耳球吸取移液管总容量 1/5 左右的铬酸洗液,然后将移液管倾斜(斜度以不使洗液流出管外为度)并慢慢转动,让移液管内壁全部为洗液所润湿。转几圈后,把洗液倒回原瓶内,然后用自来水把管壁上残留的洗液洗净,最后用少量蒸馏水洗 3 次。

4. 仪器的干燥

取 1 支试管在酒精灯上烤干后,交教师检查。将其余玻璃仪器洗净,按一定排列位置存放于实验柜内晾干。

〔思考题〕

1. 洗涤玻璃仪器的原则是什么? 一般采用哪几种方法? 怎样检查玻璃仪器已经洗涤干净?

2. 用铬酸洗液洗涤仪器时,应注意哪些事项?

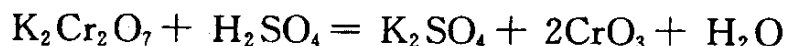
3. 烤干试管时,为什么使管口略向下倾斜?

〔注释〕

〔1〕铬酸洗液的配制方法

称取工业用重铬酸钾($K_2Cr_2O_7$)固体 10g 放入烧杯中,加入 30mL 热水溶解,冷却后,在搅拌下慢慢加入 170mL 浓硫酸,配成的铬酸洗液呈暗红色,贮存于细口玻璃瓶中备用。铬酸洗液贮存

过程中常有深红色的三氧化铬(CrO_3)晶体析出,其化学反应式为:



实验二 玻璃管(棒)的加工技术和塞子钻孔

〔实验目的〕

1. 了解酒精喷灯(或煤气喷灯)的构造、原理,掌握正确使用方法;
2. 学习玻璃管的切割、弯曲、拉制、熔烧等技术,掌握制作弯管、滴管、玻璃棒等的操作方法;
3. 学会塞子的选用、钻孔及装配等操作。

〔实验用品〕

1. 仪器:酒精喷灯(或煤气喷灯)、石棉网、锉刀、打孔器、米尺。
2. 药品:酒精(或煤油)。
3. 材料:玻璃管、玻璃棒、橡皮胶头、橡皮胶塞、小方木、火柴。

〔实验内容〕

1. 拉制 2 支~4 支滴管;
2. 拉制 60° 、 90° 、 120° 玻璃弯管各一个;
3. 切割、熔光玻璃搅棒两根;
4. 将塑料瓶装配为洗瓶;
5. 拉制 10 支毛细管(每支 10cm)。

附

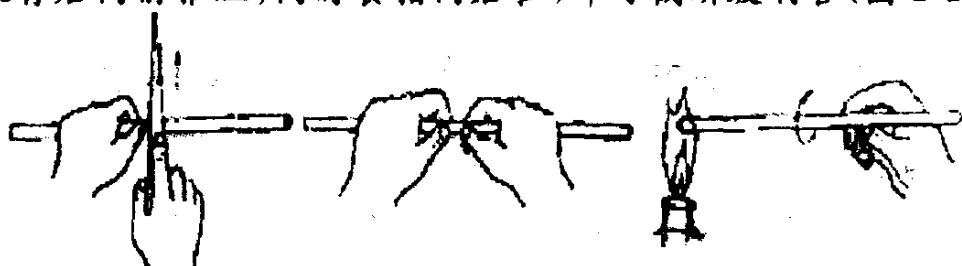
玻璃管(棒)的加工技术

玻璃管的加工有切割、熔烧、弯曲、抽拉、扩口等。

1. 玻璃管的截断

选择干净、粗细合适的玻璃管并平放于实验桌面上,一手捏紧玻璃管,另一只手持锉刀,用锉刀的棱沿着拇指指甲在需截断处用力向前锉一下(注意不允许来回锉,以免磨损锉刀和锉痕不平

整),并锉出一道凹痕。锉出来的凹痕应与玻璃管垂直,以能保证玻璃管截断后截面平整。双手手持玻璃管锉痕的两侧,拇指放在划痕背后向前推压,同时食指向后拉,即可截断玻璃管(图 2-1)。



1.玻璃管的锉痕 2.玻璃管的截断 3.玻璃管(棒)截面的熔光

图 2-1 玻璃管切割及熔光

如果玻璃管较粗,用上述方法截断较困难,可用玻璃管骤热或骤冷易裂的性质,采用下列方法进行:将一根末端拉细的玻璃管在灯焰上加热至白炽,使之成熔球,立即触及到用水滴湿的粗玻璃管的锉痕处,锉痕处骤然受强热而断裂。

玻璃管的截断面很锋利,容易将手划破,而且难以插入塞子的圆孔内,因此需将其断面在酒精喷灯的氧化焰(即外焰处,温度最高)熔烧光滑。操作时可将截面斜插入氧化焰中,同时缓慢地转动玻璃管使之熔烧均匀,直至光滑为止。熔烧的时间不可太长,以免管口收缩。灼烧后的玻璃管应放于石棉网上冷却,切不可放于桌面上,以免烧焦桌面,也不能用手去摸,以免烫伤。

2. 玻璃管的弯曲

弯玻璃管时,左右手心向上,用拇指、食指和中指扶住玻璃管,一手用力转动玻璃管,另一手不负责转动,只负责从动,以保证玻璃管始终在一条轴线上转动(图 2-2)。先将玻璃管于弱火焰中左右移动预热,以除去管中的水汽。然后将欲弯曲的部位放在氧化焰中加热,并不断慢慢转动玻璃管,使之受热均匀(受热部分约宽 5cm)。当玻璃管加热到适当软化但又不会自动变形时(玻璃管颜色变黄),迅速离开火焰,然后轻轻地顺势弯曲至所需角度。若欲将玻璃管弯成很小的角度,可分几次弯曲。玻璃管的弯曲部分、

厚度和粗细必须保持均匀。具体操作如下：

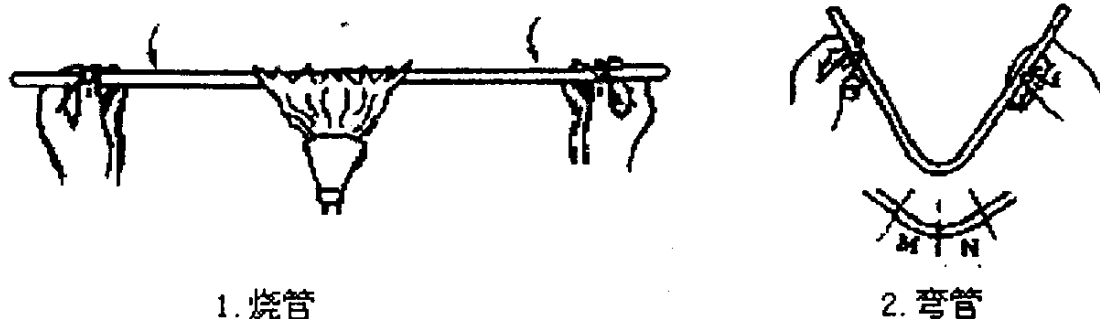


图 2-2 玻璃管的弯曲

(1) 在一端套乳胶头(或塞软纸),两手持玻璃管,在 $2/3$ (或 $1/2$)处灼烧并平稳转动(使之均匀受热,注意双手要保持固定的距离,以防玻璃管软化时扭曲、拉长或缩短),待玻璃管刚软化后固定加热某一处(使之过火),待玻璃管加热至发黄变软时取出。

(2) 左手持短处并压紧乳胶头,而右手持长端,并用嘴轻轻吹玻璃管,边吹边弯曲(过火一头朝外)。注意:弯曲时不能过猛过快。

(3) 将弯曲的玻璃管再进行熔烧,按(2)方式进行同样操作,直到弯至要求为止(60° 或 90°)。

(4) 在弯曲好的玻璃管的短处进行熔烧,按拉制滴管的方式拉制蒸馏水瓶管。

弯曲要求:内侧不瘪、两侧不鼓、角度正确、不偏不歪,而且弯曲后的玻璃管要在同一平面上(不能有扭曲现象),图 2-3 为弯管好坏的比较分析。

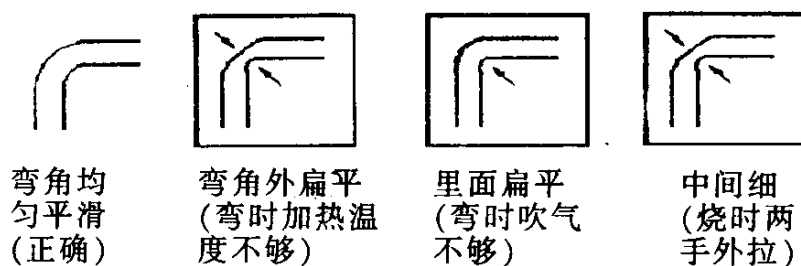
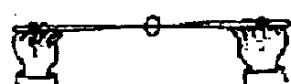


图 2-3 弯管好坏的比较与分析

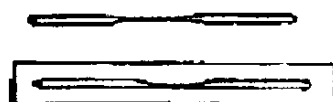
在加热和弯曲玻璃管时,不要扭曲,如果弯管不在同一平面内,此时可再对弯管处进行加热并加以修正,使弯管两侧在同一平面内。若遇到弯管内侧凹陷时,可将凹进去的部位在火焰中烧软,用手或塞子封住弯管的一端,用嘴向管内吹气,直至凹进去的部位变得平滑为止。

3. 玻璃管的拉细(拉制滴管)

拉细玻璃管与弯曲玻璃管的加热方法相同。选取粗细、长度适当的干净玻璃管,两手持玻璃管的两端,将中间部位放于火焰中加热,边加热(受热面积比弯曲玻璃管要窄些)边向一个方向转动,待玻璃足够软(烧成红黄色或放开右手立刻下垂的程度,即比弯曲玻璃管要软),从火焰中取出。待2s后,左右手以同样速度将管子向两侧拉伸,拉伸时先慢拉,后用力拉,将拉制好的玻璃管放于石棉网上冷却。再将拉制好的滴管口置于弱火焰中灼熔(去掉其锋利的断口)至发红即可(边灼烧边旋转),最后在滴管口上套上乳胶头(图2-4、图2-5)。



1. 抽拉



不好
(烧管对弯转不够, 受热不均)
2. 拉管好坏比较

图 2-4 玻璃管的抽拉

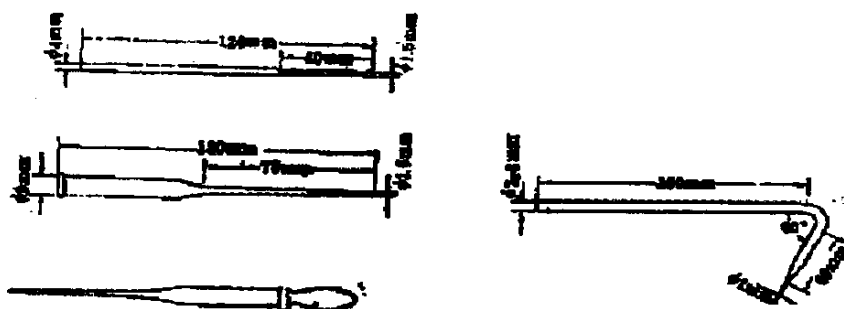


图 2-5 玻璃棒、滴管及洗瓶用的弯管

产品标准:拉成的细管与原管应在同一轴线上,而且尖嘴要拉得匀正,尖嘴的坡度不要太陡。

注意:拉伸时绝对不允许使玻璃管上下移动(这样制得的滴管不是圆形、不对称且不均匀);玻璃管拉好后两手不要马上松开,仍要慢慢转动,直至拉伸部位变硬为止。

4. 玻璃棒熔烧

将切割好的玻璃棒的一头置于氧化焰处熔烧,边旋转边熔烧,直至将玻璃棒头熔烧为圆形(或椭圆形)即可(图 2—1.3)。按同样方式熔烧另一头,将熔烧后的玻璃棒置于石棉网上冷却。

注意:不能用氧化焰以外的火焰熔烧玻璃棒(因其他火焰燃烧不完全,使烧制的玻璃头发黑)。

5. 拉制毛细管

选取粗细、长度适当的干净玻璃管,两手持玻璃管的两端,将中间部位放于火焰中加热。边加热边向一个方向转动,待玻璃足够软(烧成红黄色或放开右手立刻下垂的程度,即比弯曲玻璃管要软),从火焰中取出,左右手以较快的速度将管子向两侧拉伸(速度的快慢和拉伸的幅度将影响毛细管的粗细)。再将拉制好的毛细管用锉刀小心地切割到适当长度,将一端管口置于弱火焰中灼熔封闭,另一端小心熔光(勿使之封闭!)

6. 装配洗瓶

将弯好的弯管插入橡皮塞中,即成洗瓶(图 2—6)。



图 2—6 塑料洗瓶

实验室所用的塞子有软木塞、橡皮塞和玻璃磨口塞。前两者

常用于钻孔,以配插温度计或玻璃导管等。选用塞子时,除了要选择材料外,还要根据容器口的大小来选择合适的塞子。软木塞由于质地松软,以致严密性较差,而且容易被酸碱损坏;但与有机物的作用小,不被有机溶剂所膨胀,因此常用于与有机物接触的场所。橡皮塞弹性好,可将瓶子塞得严密,并且耐强碱腐蚀,因此在化学实验中比较常用。塞子的大小一般以能刚好塞进容器瓶 $1/2\sim 1/3$ 为宜,塞子插入过多或过少均不合适。选好塞子后,还得选口径大小合适的钻孔器打孔。钻孔器由一组直径不同的金属管组成,一端有柄,另一端的管口很锋利可用于钻孔,另外每组还配有一个带柄的细铁棒,用于捅出钻孔时进入钻孔器内的橡皮或软木(图 2-7.1)。

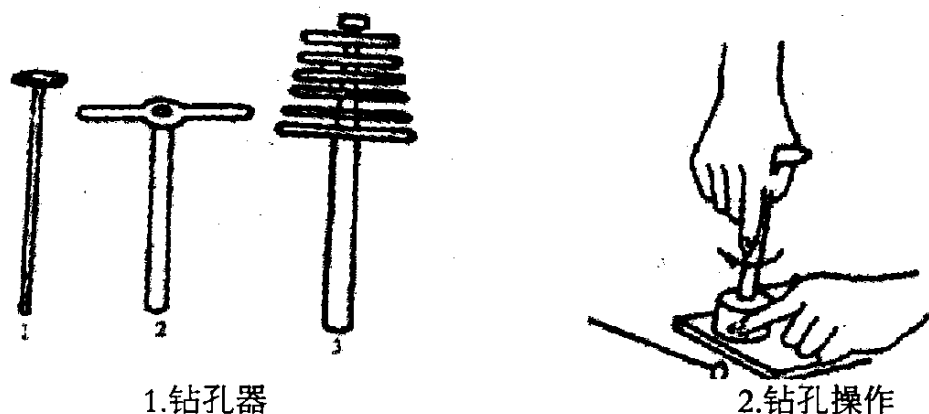


图 2-7 钻孔器和钻孔操作

钻孔前,根据所要插入塞子的管子直径大小来选择钻孔器。由于橡皮具有弹性,应选比欲插管子外径稍大的钻孔器,而对弹性小的软木塞,应选比欲插管子外径稍小的钻孔器,这样可以保证导管插入塞子后能很好地密封。

钻孔方法:用笔在塞子的两面画出中心(即画一“十”字线),将塞子的小端朝上并平放于下面垫有木板的桌面上,左手持塞子,右手握钻孔器的柄,同时在钻孔器的管口处涂点水或甘油,将钻孔器按在选定的位置上(图 2-7.2),以顺时针方向,边旋转边用力向