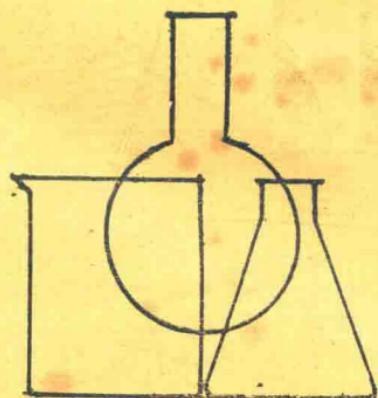


无机化学实验



山东省《无机化学实验》编写组

前　　言

无机化学实验是化学教学的一个重要组成部分，是化学系重要基础课程之一。通过无机化学实验的教学使学生加深对无机化学的基本概念、基本理论、元素及其化合物性能等的理解，掌握无机化学的实验方法和操作技能，同时培养学生严谨的科学态度、良好的实验作风，并初步具有分析问题、解决问题和独立工作的能力。

本技能的训练和规范化并介绍了有关的安全知识，书末还附有实验过程所需的一些数据。全书共编有三个实验课题（其中包括 5 个实验习题），教材可根据实际情况选做 33 个课题。

本书由昌潍师专、济宁师专、德州师专、聊城师专四校无机化学教研室同志参加编写，并请山东师范大学肖春模教授，曲阜师范学院刘树祥老师审订全稿。由于编者水平有限，加以成稿时间仓促，缺点错误在所难免，恳请读者在使用中提出宝贵意见。

编写组

83年6月

目 录

前言

| | |
|-----------------------|----|
| 学生实验守则 | 1 |
| 实验室安全知识 | 1 |
| 《无机化学实验课》的学习方法 | 4 |
| 无机化学实验常用仪器介绍 | 9 |
| 无机化学实验常用器皿及实验装置平面图的画法 | 9 |
| 无机化学实验基本操作 | 16 |
| 一、常用玻璃仪器的洗涤和干燥 | 16 |
| 二、基本度量仪器及其使用方法 | 19 |
| 三、加热的方法 | 36 |
| 四、试剂的取用 | 42 |
| 五、气体的发生、净化、干燥和收集 | 44 |
| 六、物质的分离 | 47 |
| 七、溶解和结晶 | 53 |
| 八、试纸的使用 | 53 |
| 九、其他 | 55 |
| 误差与数据处理 | 58 |
| 水的纯度 | 62 |
| 实验一、仪器的认领和洗涤 | 64 |
| 实验二、玻璃加工和塞子打孔 | 65 |
| 实验三、称量练习 | 70 |
| 实验四、溶液的配制 | 72 |
| 实验五、强酸强碱的中和滴定 | 74 |
| 实验六、胶体溶液 | 79 |

| | |
|--------------------------|-----|
| 实验七、置换法测定镁的当量..... | 83 |
| 实验八、气体密度法测定三氧化碳的分子量..... | 88 |
| 实验九、化学反应速度与化学平衡..... | 91 |
| 实验十、硫酸铜的制备..... | 100 |
| 实验十一、电离平衡和盐类水解..... | 103 |
| 实验十二、醋酸电离度和电离常数的测定..... | 109 |
| 实验十三、沉淀反应..... | 112 |
| 实验十四、氯化钠的提纯..... | 115 |
| 实验十五、离子交换法测定氯化铅的溶度积..... | 118 |
| 实验十六、元素周期律与分子结构..... | 124 |
| 实验十七、氧化还原与电化学..... | 130 |
| 实验十八、电解法测定阿佛加德罗常数..... | 136 |
| 实验十九、卤素（一）..... | 140 |
| 实验二十、卤素（二）..... | 144 |
| 实验二十一、氢、氧、过氧化氢..... | 148 |
| 实验二十二、硫的化合物..... | 152 |
| 实验二十三、氮和磷..... | 156 |
| 实验二十四、磷酸一、二钠盐的制备..... | 160 |
| 实验二十五、碳和硅..... | 163 |
| 实验二十六、未知液的分析..... | 166 |
| 实验二十七、锡和铅..... | 171 |
| 实验二十八、硼和铝..... | 174 |
| 实验二十九、碱金属和碱土金属..... | 178 |
| 实验三十、络合物的生成及性质..... | 181 |
| 实验三十一、银氨络离子配位数的测定..... | 185 |
| 实验三十二、铜和银..... | 190 |

| | |
|------------------------|-----|
| 实验三十三、锌、镉、汞..... | 192 |
| 实验三十四、铬和锰..... | 195 |
| 实验三十五、铁、钴、镍..... | 199 |
| 实验三十六、硫酸亚铁铵的制备..... | 203 |
| 实验三十七、印相..... | 205 |
| 实验习题一..... | 211 |
| 实验习题二..... | 212 |
| 实验习题三..... | 213 |
| 实验习题四..... | 214 |
| 实验习题五..... | 215 |
| 附录一、雷磁25型酸度计使用说明..... | 215 |
| 附录二、某些无机试剂的保存..... | 219 |
| 附录三、化学实验室常用数据表..... | 222 |
| 表一、实验室常用酸碱的浓度..... | 222 |
| 表二、弱酸和氨在水溶液中的电离常数..... | 223 |
| 表三、不同温度下的饱和水蒸气压..... | 224 |
| 表四、溶度积常数..... | 227 |
| 表五、标准电极电位表..... | 231 |
| 表六、络离子的不稳定常数..... | 240 |
| 表七、元素原子量表..... | 241 |

学生实验守则

一、实验前要认真预习，明确目的要求，了解实验步骤、方法和基本原理。

二、实验时严格遵守操作步骤和规程，注意安全，实验过程中要仔细观察，认真记录、独立思考。

三、遵守实验室各项规章制度，爱护仪器，节约药品，水电。并保持室内安静和整洁。

四、实验完毕，立即洗净仪器，把药品、仪器整理好，把地面打扫干净。离开实验室前，必须检查电源插头或闸刀是否拉开，水龙头是否关闭等。实验室的药品、仪器等一律不准带出实验室。

五、根据记录，认真写出实验报告，按时交给指导教师。

六、不经教师允许，不得擅自更改实验操作步骤和规程。

实验室安全知识

一、实验室的一般安全守则

1、使用电器时谨防触电，不要用湿的手或物去接触插销。实验完毕，要切断电源，如果实验过程停电，应拉开电闸；发现漏电要停止实验，报告指导教师。

2、在实验室内严禁药品入口，更不能吃东西。实验完毕要洗手。

3、用完煤气后，应把气门关闭。用完酒精喷灯（挂式）后，要把酒精管路关闭，并把剩余的酒精倒回原瓶。

4、实验过程中，药品不要弄在自己或别人的皮肤或衣服上。

二、易燃的、具有腐蚀性的药品及毒品的使用规则。

1、不允许把各种药品任意混合，以免发生意外事故。

2、氢气与空气混合遇火要发生爆炸，所以制氢气要远离明火，点燃氢气前一定要检验纯度。

3、浓酸、浓碱具有强腐蚀性，注意不要洒在衣服或皮肤上，废酸倒入酸缸，但不要把碱液倒入酸缸，以免中和产生大量热，发生危险。稀释它们（特别是浓硫酸）应将酸慢慢倒入水中，以免迸溅。

4、钾、钠有腐蚀性，白磷有毒。所以不能与皮肤接触，取用时应用摄子，而白磷在空气中又易自燃，所以，钾、钠保存在煤油中，白磷保存在水中。

5、有毒药品（如重铬酸钾钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物，特别是氧化物）不能进入口内或接触伤口。废液也不能随便倒入下水道。

6、强氧化剂（如氯酸钾）和某些物质混和时（如氯酸钾和碳、硫、磷的混和）易发生爆炸，保存及使用时要注意安全。

7、有机溶剂如乙醇、乙醚、苯、丙酮等易燃，使用时要远离明火。

8、汞易挥发，在人体内会积累起来，引起慢性中毒。注意不要洒落在桌上、地上。洒落时应立即尽量全部收集起来，并在洒落的地方覆盖硫磺粉，使残余的汞转变为硫化汞。

9、产生有刺激性或毒性气体的实验应在通风橱内进行。如有 H_2S 、 Cl_2 、 CO 、 SO_2 、 NO_2 、 Br_2 、 HF 的生成或加热盐酸、硝酸等。要在通风橱内进行实验。

三、实验室中一般伤害的救护

1、烫伤：在伤口涂以獾油或万花油或烫伤膏。

2、酸腐蚀：先用大量清水冲洗，然后用饱和碳酸氢钠或 1% 的氨水洗伤处，最后用水冲洗。若溅入眼内也用此法。氢氟酸灼烧，立即用水及上法冲洗伤口至苍白，并涂以甘油与氧化镁糊（2：1）。

3、碱腐蚀：用大量水冲洗，然后用 2% 的硼酸或 3% 的醋酸冲洗。

4、溴腐蚀：用 1 体积氨水（25%），1 体积松节油和 10 体积酒精（95%）混合液，洗涤色扎。

5、汞化合物入口：用炭粉洗胃，服用大量牛奶（1 升）或鸡蛋解毒。

6、吸入刺激性气体：可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气，然后到室外呼吸新鲜空气。

7、割伤：应先将伤口内的玻璃碎片取出，在伤口抹红药水或紫药水，撒些消炎粉包扎。

四、灭火常识

实验室起火时，不要惊慌，可根据不同的起火原因进行灭火，首先切断电源，关掉煤气开关，搬走易燃易爆的物品，一般可采取以下措施：

1、自燃品：如黄磷、硝酸纤维等在空气中能剧烈氧化而自燃。由自燃品引起火灾时，用砂土泡沫灭火器或二氧化碳灭火器灭火。

2、遇水燃烧品，如钾钠及碳化钙等，因遇水而引起火灾时，可用干砂土、小苏打粉扑灭。

3、易挥发液体引起的燃烧，可用砂土或二氧化碳灭火器灭火。

4、电器设备引起的火灾，不能用水或泡沫灭火器灭火，应立即切断电源，只能用四氯化碳灭火器或二氧化碳灭火器来扑灭。

5、一般小火，可用湿布、石棉布或沙土复盖在燃烧物体上即可灭火（实验室应备有砂箱、石棉布等放在固定位置）。

“无机化学实验课”的学习方法

为完成实验目的任务，必须有正确的学习态度和方法，学习方法大致分为下列三个步骤：

一、预习。为做好实验，课前必须预习，预习中应达到下列要求：

1、阅读实验教材和教科书中有关内容，查阅有关数据。

2、明确实验目的。

3、了解实验内容、步骤、实验原理和应注意的问题。

4、拟订出实验提纲，写出实验报告前半部分。

二、实验。在实验过程中要求做到以下几点：

1、认真操作，细心观察，把观察到的实验现象详细地记录在实验报告中。

2、发现实验现象与理论不符时，在认真找出原因后，

再重做。

3、实验中遇到疑难问题，要思考分析问题，以求解决。若自己解决有困难，可请教师解答。

实验过程要遵守实验室规章制度。

三、实验报告

做完实验后，根据记录的现象得出结论，或根据实验数据整理出实验结果，交指导教师批阅。

实验报告要求语言简练，结论明确，书写正规整齐，报告一般包括下列三个部分：

1、实验步骤：步骤要求简要，尽量用简图、表格表示，不要照抄教材内容。（予以时完成）

2、现象或数据记录。（实验过程中填写）

3、解释、结论和数据计算：根据实验现象得出正确结论，要写出化学方程式。根据数据计算得出结果，如有误差，应分析其原因。

实验报告要求简明扼要，一般有表格式和文字叙述两种，下面举两例供参考。

实验报告告

实验名称 实验×× 氧化还原与电化学

姓名 _____ 日期 _____ 班级 _____ 成绩 _____

目的要求：一、掌握电极电势、介质和反应物浓度对氧化还原反应的影响。
二、定性观察并了解氧化态或还原态浓度的变化对电极电势的影响。

实验内容及装置图

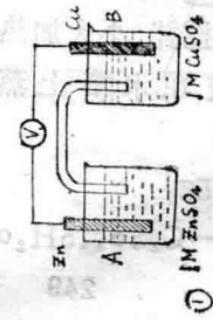
| 实验内容及装置图 | 观察到的现象 | 结论解释和化学方程式 |
|---|---|--|
| 一、电极电势与氧化还原反应的关系 1、向试管中加入0.5m10.1MKI和2滴0.1MFe ²⁺ 溶液，用0.1MKBr代替KI溶液做同样实验。CCl ₄ 层无变化。 2、向两支试管分别加入5滴饱和的碘水和溴水，各加0.5m10.1MFeSO ₄ 无变化。 | 试管底部的CCl ₄ 层呈紫红色。CCl ₄ 层无变化。 溴水褪色，碘水无变化。 | Fe ³⁺ 能氧化I ⁻ $2Fe^{3+} + 2I^- = I_2 + 2Fe^{2+}$ I ₂ 溶于CCl ₄ 呈紫红色。 Fe ³⁺ 不能氧化Br ⁻ 。 $Br_2 + 2Fe^{2+} = 2Br^- + 2Fe^{3+}$ 由实验知 $E^{\circ}_{Br_2/Br^-} > E^{\circ}_{Fe^{3+}/Fe^{2+}} > E^{\circ}_{I_2/I^-}$ 其中Br ₂ 是最强的氧化剂，I ⁻ 是最强的还原剂。 |
| 二、定性观察并了解氧化态或还原态浓度的变化对电极电势的影响。 | 溴水褪色，碘水无变化。 | |

续表

二、原电池

伏特计读数：

0.8V



电池反应： $Zn + Cu^{2+} \rightleftharpoons Zn^{2+} + Cu$
 ∵用伏特计测的是端电压，∴读数小于标准电动势1.1V。

降低 $[Cu^{2+}]$ 使 $E_{Cu^{2+}/Cu}$ 减小，
 ϵ 减小

降低 $[Zn^{2+}]$ 使 $E_{Zn^{2+}/Zn}$ 减小， ϵ 增大。

读数：
 读数：

在烧杯B中滴加 NH_3 、 H_2O 至沉淀
 沉解
 在烧杯A中也同样滴加 NH_3 、 H_2O

实验报告

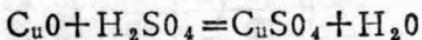
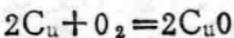
实验名称 实验×× 硫酸铜的制备 日期 _____

姓名 _____ 级 _____ 班 _____ 成绩 _____

目的要求 一、练习并掌握水浴加热，蒸发浓缩、常压、减压及热过滤等基本操作。

二、了解用金属，酸为原料制备盐的方法。

原理：纯铜为不活泼金属，不能溶于非氧化性的酸中。单质铜在高温下灼烧，被空气中的 O_2 氧化为 CuO 。



趁热过滤除去不溶性杂质，蒸发浓缩、结晶、抽滤即得胆矾。

操作步骤 一、称取3g铜末，在坩埚中灼烧，并不断翻动，约40分钟左右待铜末几乎全部氧化为黑色氧化铜为止。

二、将灼烧所得 CuO ，冷却，移至蒸发皿中慢慢加入20mL $1:4H_2SO_4$ 边加边搅拌，小火加热溶解。

三、上边所得溶液在水浴上蒸发浓缩，冷却结晶后抽滤、称重。

产率计算 硫酸铜晶体重10.5g

理论计算产量 $Cu \rightarrow CuSO_4 \cdot 5H_2O$

$$63.5 \qquad \qquad \qquad 249$$

$$3 \qquad \qquad \qquad X \qquad X = 11.8(g)$$

$$\text{产率} = \frac{10.5}{11.8} \times 100\% = 89.0\%$$

无机化学实验常用器皿 及实验装置平面图的画法

一、无机化学实验常用器皿介绍

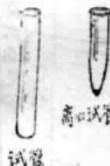
主要用于化学反应的仪器

规格：以容

玻璃仪器

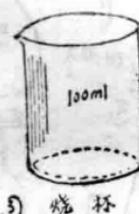
积表示大小

②



注意事项：

③



可用火直接



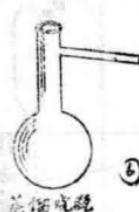
加热除试管



外，其他玻



璃仪器要垫



石棉网。

瓷质仪器可

瓷质仪器

耐高温。

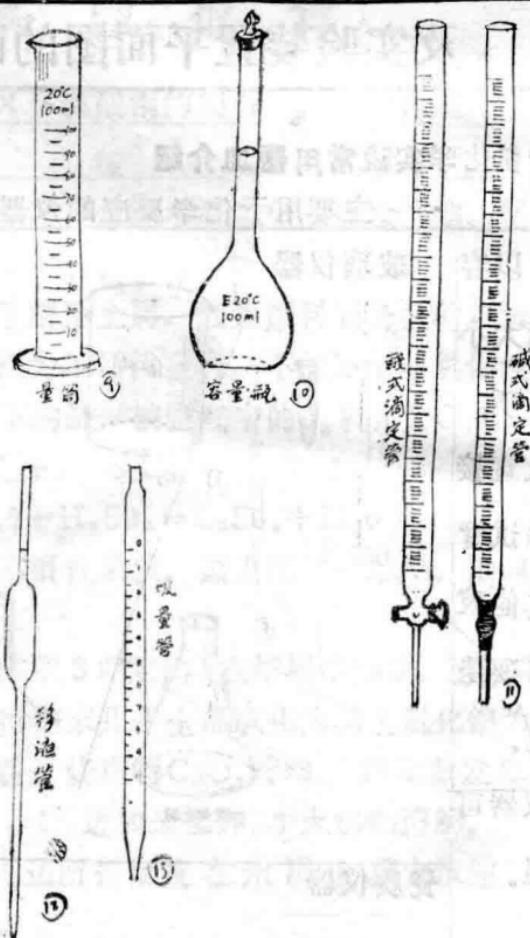


量度液体的仪器

规格：以容积

表示

注意事项：不能加热和盛热溶液。



分离仪器

分离仪器

规格：分液

漏斗和吸滤

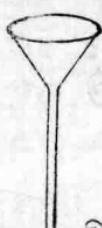
瓶以容积

表示

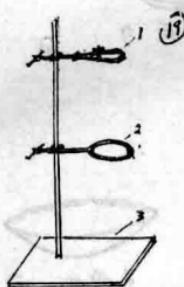
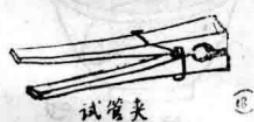
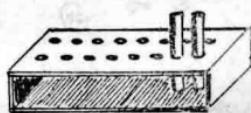
漏斗以口径表示

注意事项：

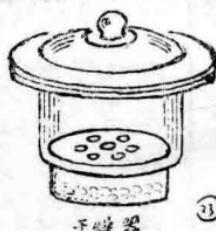
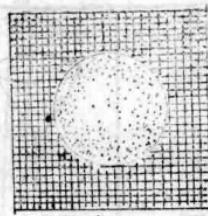
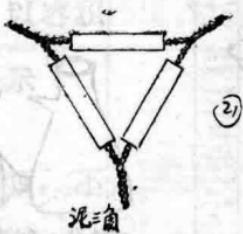
不能加热。



固定和放置器皿的仪器



1. 试管夹 2. 铁架 3. 铁架



其他

