

无机化学 实验

李文藻 陈骏如 宋德镇 等编



四川大学出版社

无机化学实验

李文藻 陈骏如 宋德镇 等编

四川大学出版社

责任编辑：陈昭麟

封面设计：李 玫

无 机 化 学 实 验

李文藻 陈骏如 宋德镇 等编

四川大学出版社出版发行（成都四川大学内）
四川省新华书店经销 百花中学印刷厂印刷

开本787×1092毫米1/16 印张13.625 字数325千

1988年10月第1版 1988年10月第1次印刷

印数：1—5000册

ISBN 7—5614—0084—5/O · 18

定价2.33元

前 言

本书为化学系一年级无机化学实验课教材。全书按教学大纲要求，遵循加强基础、突出重点、培养能力的原则，由浅入深，由简单到综合，分阶段而又有系统地安排了50余个实验。在实验内容前编写了无机化学实验的有关基础知识，实验内容后列有常用实验数据和特殊试剂的配制方法等。

实验内容分为五部分。第一部分为基本操作和技术，安排了12个实验，目的是使学生对无机化学实验中所涉及的基本操作和常用仪器的使用进行系统训练。第二部分为基本原理和常数测定，安排了16个实验，让学生验证无机化学中的一些基本原理，并学习测量某些常数及使用某些测量仪器。第三部分为元素及其化合物，安排了13个实验，让学生熟悉常见元素及其化合物的重要性质，灵活运用所学的知识，综合分析解决实验中的一些问题。第四部分是无机制备，在上面训练的基础上安排了10个实验，让学生进一步掌握一些无机制备的基本方法。第五部分是自拟方案实验，设计了6个题目，让学生自己查阅文献，自拟实验方案，独立完成实验，以训练学生独立实验的能力。

为了加深学生对实验内容的理解，每一个实验都未直接写出目的要求，让学生通过实验自己归纳总结。为逐步培养学生独立分析、解决问题的能力，实验操作的叙述前详后略，且在第一、二、三部分实验之末编写了能概括总结本部分内容的多种形式的综合练习实验，由学生定时独立完成。

为扩大学生知识视野，帮助学生掌握实验成败的关键，在每一个实验后面都编写了一定数量的注释。此外，实验的题目和某些内容按教学时数有所增加，使用时可酌情选择。

本书集作者多年的教学经验，广泛参考国内外有关教材和资料，几经修改，编写而成。此书除适用于综合性大学化学系一年级无机化学实验课教学外，也可作师范院校化学系，工科院校化工、冶金等专业大一化学实验教材，还可作为中学化学教师的教学参考资料。

参加本书编写的有李文藻、陈骏如、宋德镇、陈平华、张载杰、赖琼钰，由李文藻、陈骏如、宋德镇统稿。全部书稿经刘维铭、唐维瑶两位副教授审阅、修改，部分书稿经程书麟、潘蔚曾、孙世荣三位副教授审阅、修改。本书在编写过程中，得到四川大学化学系无机化学教研室的同志们们的热情鼓励和支持，在此一并致谢。

限于编者的水平，书中疏误之处难免，敬请读者批评指正。

编 者

1988年1月于四川大学

目 录

前言

化学实验规则	(2)
化学实验安全守则	(3)
化学实验中一般伤害的救护与灭火常识	(4)
无机化学实验的任务和学习方法	(6)
无机化学实验基础知识	(10)
一、 无机化学实验常用仪器介绍	(10)
二、 常用玻璃仪器的洗涤和干燥	(17)
三、 试剂及取用	(19)
四、 玻璃管(棒)的简单加工	(20)
五、 容量仪器及使用	(22)
1. 量筒及使用	(22)
2. 移液管及使用	(22)
3. 滴定管及使用	(23)
4. 容量瓶及使用	(26)
六、 称量仪器及使用	(27)
七、 无机制备常用的基本操作	(31)
1. 固体研磨	(31)
2. 加热	(31)
3. 固体和液体的分离	(34)
4. 蒸发和结晶	(36)
5. 固体的干燥	(36)
6. 气体的发生、净化和收集	(37)
八、 试管实验的操作	(39)
九、 基本测量仪器	(41)
1. 气压计的使用	(41)
2. 比重计的使用	(42)
3. 酸度计的使用(以HSD—2型为例)	(43)
4. 72型分光光度计的使用	(45)
5. DDS—11型电导仪的使用	(47)

十、 实验数据的处理知识	(50)
--------------	--------

实验:

I 基本操作和技术	(53)
实验一 常用仪器的认领和玻璃仪器的洗涤、干燥	(53)
实验二 玻璃管(棒)的简单加工和洗瓶的装配	(54)
实验三 二氧化碳分子量的测定	(55)
实验四 氯酸钾百分含量的测定	(57)
实验五 镁当量的测定	(58)
实验六 溶液的性质和配制	(60)
实验七 强酸、强碱的中和滴定	(63)
实验八 综合练习(一)	(66)
实验九 硝酸钾的制备	(68)
实验十 五水硫酸铜的制备和提纯	(68)
实验十一 氯化铵的提纯	(69)
实验十二 综合练习(二)	(71)
II 基本原理和常数的测定	(72)
实验十三 凝固点降低法测定萘的分子量	(72)
实验十四 氢氧化钠和醋酸中和热的测定	(75)
实验十五 镁和盐酸反应热的测定	(78)
实验十六 化学反应速度及活化能的测定	(81)
实验十七 电离平衡	(84)
实验十八 醋酸电离常数和电离度的测定	(86)
实验十九 沉淀平衡	(88)
实验二十 离子交换法测定氯化铅的溶度积	(89)
实验二十一 氧化还原与电化学	(92)
实验二十二 亚佛加德罗常数的测定	(94)
实验二十三 四氨合铜(II)配离子的 ΔG° 和稳定常数的测定	(96)
实验二十四 电动势法测定卤化银的溶度积	(98)
实验二十五 磺基水杨酸与三价铁离子配合物的组成及稳定常数的测定	(100)
实验二十六 $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ 稳定常数的测定	(103)
实验二十七 晶体结构	(105)
实验二十八 综合练习(三)	(108)
III 元素及其化合物	(110)
实验二十九 碱金属和碱土金属	(110)
实验三十 卤素	(114)
实验三十一 硫	(118)
实验三十二 氮、磷	(122)
实验三十三 砷、锑、铋	(126)

实验三十四	碳、硅、锡、铅	(129)
实验三十五	硼、铝	(132)
实验三十六	综合练习〈四〉	(134)
实验三十七	铜、银、锌、镉、汞	(136)
实验三十八	铁、钴、镍	(138)
实验三十九	铬、锰	(142)
实验四十	钒、钛、钼、钨	(144)
实验四十一	综合练习〈五〉	(148)
Ⅶ 无机制备		(150)
实验四十二	从浓缩卤水中萃取硼及硼的萃取率的测定	(150)
实验四十三	纸色层法分离、分析混合离子溶液	(152)
实验四十四	由金属镁制备氮化镁	(155)
实验四十五	从磷矿粉制备正磷酸钠	(157)
实验四十六	从废钒触媒中回收、提纯五氧化二钒	(158)
实验四十七	从钛铁矿制备二氧化钛	(159)
实验四十八	从软锰矿制备高锰酸钾	(161)
实验四十九	三氯化六氨合钴(Ⅲ)的合成	(163)
实验五十	反式一氯化二氯二(乙二胺)合钴(Ⅲ)的合成	(164)
实验五十一	三草酸根合铁(Ⅲ)酸钾的制备及组成测定	(166)
Ⅷ 自拟方案实验		(169)
一、	由铜制备二水醋酸铜	(169)
二、	由锌制备碳酸锌	(169)
三、	由铅制备碱式碳酸铅	(169)
四、	由二氧化锰制备碳酸锰	(169)
五、	合成二氨二亚硝基合镍(Ⅱ)	(169)
六、	合成硝酸六氨合钴(Ⅲ)	(169)
附录		(170)
一、	不同温度下的饱和水蒸气压	(170)
二、	几种常用酸、碱的百分浓度和比重	(172)
三、	不同温度下某些气体在水中的溶解度	(174)
四、	不同温度下若干无机化合物的溶解度	(177)
五、	一些难溶化合物的溶度积	(183)
六、	一些酸、碱在水溶液中的电离常数	(186)
七、	常见元素及其化合物的标准电极电势	(188)
八、	某些配合物的稳定常数	(195)
九、	常见物质的颜色	(203)
十、	一些特殊试剂和试液的配制	(209)
十一、	本书中某些未知物的鉴别结果	(211)

前 言

本书为化学系一年级无机化学实验课教材。全书按教学大纲要求，遵循加强基础、突出重点、培养能力的原则，由浅入深，由简单到综合，分阶段而又有系统地安排了50余个实验。在实验内容前编写了无机化学实验的有关基础知识，实验内容后列有常用实验数据和特殊试剂的配制方法等。

实验内容分为五部分。第一部分为基本操作和技术，安排了12个实验，目的是使学生对无机化学实验中所涉及的基本操作和常用仪器的使用进行系统训练。第二部分为基本原理和常数测定，安排了16个实验，让学生验证无机化学中的一些基本原理，并学习测量某些常数及使用某些测量仪器。第三部分为元素及其化合物，安排了13个实验，让学生熟悉常见元素及其化合物的重要性质，灵活运用所学的知识，综合分析解决实验中的一些问题。第四部分是无机制备，在上面训练的基础上安排了10个实验，让学生进一步掌握一些无机制备的基本方法。第五部分是自拟方案实验，设计了6个题目，让学生自己查阅文献，自拟实验方案，独立完成实验，以训练学生独立实验的能力。

为了加深学生对实验内容的理解，每一个实验都未直接写出目的要求，让学生通过实验自己归纳总结。为逐步培养学生独立分析、解决问题的能力，实验操作的叙述前详后略，且在第一、二、三部分实验之末编写了能概括总结本部分内容的多种形式的综合练习实验，由学生定时独立完成。

为扩大学生知识视野，帮助学生掌握实验成败的关键，在每一个实验后面都编写了一定数量的注释。此外，实验的题目和某些内容按教学时数有所增加，使用时可酌情选择。

本书集作者多年的教学经验，广泛参考国内外有关教材和资料，几经修改，编写而成。此书除适用于综合性大学化学系一年级无机化学实验课教学外，也可作师范院校化学系，工科院校化工、冶金等专业大一化学实验教材，还可作为中学化学教师的教学参考资料。

参加本书编写的有李文藻、陈骏如、宋德镇、陈平华、张载杰、赖琼钰，由李文藻、陈骏如、宋德镇统稿。全部书稿经刘维铭、唐维瑶两位副教授审阅、修改，部分书稿经程书麟、潘蔚曾、孙世荣三位副教授审阅、修改。本书在编写过程中，得到四川大学化学系无机化学教研室的同志们们的热情鼓励和支持，在此一并致谢。

限于编者的水平，书中疏误之处难免，敬请读者批评指正。

编 者

1988年1月于四川大学

化学实验规则

一、实验前要认真预习，明确实验目的，了解实验的基本原理、方法、步骤、有关基本操作及安全注意事项。

二、遵守纪律，不迟到早退，保持实验室内安静。

三、实验过程中要听从教师的指导。正确操作、认真思考并将实验中的一切现象、数据如实地记在专用的记录本上。

四、随时注意保持工作区域的整洁。废液倒入废液缸，火柴梗、用后的试纸、滤纸等和废物可放入烧杯中，待实验结束后一起倒入垃圾箱内，严禁将上述物质倒入水槽，以免腐蚀和堵塞水槽及下水道。实验结束后，将实验桌、仪器和药品架整理干净，值日生负责做好整个实验室的清洁。

五、用后的仪器要即时洗净，特别是公用仪器，使用后要主动整理、洗净放回原处。

六、严格遵守使用水、电、煤气、易燃、易爆以及有毒药品等的安全规则，养成节约的良好习惯。

七、遵守实验室的各种制度，爱护药品、仪器。损坏仪器要填写仪器报损单，经教师批准签字后方可换取。

八、实验后，根据原始记录，联系理论知识，认真分析问题，处理数据，按要求格式写出实验报告，按时交给教师批阅。

九、要生动活泼、主动积极地学习。对实验现象（包括异常现象）的解释、测定结果的分析等，要大胆地发表个人的见解，踊跃地参加讨论。对实验内容、安排等可提出改进意见，但须经教师同意方可执行。

化学实验室安全守则

进行化学实验，经常要使用水、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。假如马马虎虎，不遵守安全规则而发生事故，不仅会导致实验失败，而且还会伤害人的健康，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：

- 一、 不能在实验室内饮食、吸烟。实验结束必须洗净双手方可离开实验室。
- 二、 水、电、煤气、酒精灯一经使用完毕就应立即关闭。实验结束后，值日生和最后离开实验室的人员应再一次检查它们是否被关好。
- 三、 绝不允许任意混合各种化学药品，以免发生事故。
- 四、 浓酸、浓碱具有强腐蚀性，切勿让其溅在皮肤或衣服上，尤其应注意保护自己的眼睛。稀释时（特别是稀释浓硫酸），应将它们慢慢注入水中，绝不能按相反的顺序进行。
- 五、 一些有机溶剂（如乙醚、乙醇、丙酮、苯等）极易挥发和引燃，使用时必须远离明火，用后要立即塞紧瓶塞，放于阴凉处。
- 六、 加热时，操作要严格遵守操作规程。
- 七、 制备或实验产生具有刺激性、恶臭和有毒的气体时，必须在通风橱内进行。
- 八、 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、汞的化合物、氰化物等）更应特别注意。
- 九、 有毒废液不得倒入水槽，以免与水槽中的残酸作用而产生有毒气体。
- 十、 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，人体与电器导电部分不能直接接触，也不能用湿手接触电器插头。

化学实验中一般伤害的救护与灭火常识

万一不慎，实验中发生了事故，绝不能惊慌，除即时报告教师外，应立即采取适当的处理措施。现就实验中一般伤害的救护和灭火常识介绍如下：

一、 救护措施

实验室中要准备简易药箱，根据受伤情况可进行如下处理：

1. 割伤： 先取出伤口内的异物，然后在伤口上抹上红汞药水或撒上消炎粉并用纱布包扎。

2. 烫伤： 在受伤处可抹烫伤药、万花油、黄色苦味酸溶液，也可用浓高锰酸钾溶液润湿烫伤处至皮肤呈棕色，不要用凡士林、油脂涂伤口，也不能用水冲洗。

3. 受酸腐蚀： 先用大量水冲洗，再用饱和碳酸氢钠溶液（或稀氨水）冲洗，最后用水再冲洗一次。酸液溅入眼内也可用此法处理。

4. 受碱腐蚀： 先用大量水冲洗，再用醋酸溶液（20克/升）冲洗，最后用水冲洗。碱液溅入眼内，可用硼酸溶液冲洗，然后再用水冲洗。

5. 吸入刺激性、有毒气体： 根据吸入气体的性质，可采取不同的方法处理。如吸入溴蒸气、氯气、氯化氢气体时，可吸入少量乙醇和乙醚混合的蒸气。吸入硫化氢气体而感到不适时，应立即到室外吸入新鲜空气。

6. 毒物进入口内： 把5~10毫升约5%的硫酸铜溶液加入到一杯温开水中，内服后用手指伸入咽喉部，以促使呕吐。

若伤势较重，经上述简单处理后，应立即送医院救护。

二、 灭火常识

1. 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) 电火花引起的燃烧。

2. 灭火措施

万一起火，绝不能慌乱，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，移走一切可燃物质等。

(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，可用砂子或石棉布复盖于着火物体上，或用1211灭火器灭火。

③ 电器设备起火时，可用二氧化碳、四氯化碳或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复盖着火处，或就地卧倒打滚，使火焰熄灭。

总之，一旦起火，千万要镇静，只要立即采取正确的灭火措施，就能迅速将火扑灭。

无机化学实验的任务和学习方法

化学是研究物质及其变化的一门科学。它的发生、发展都是建立在实验基础上的，从此角度出发，化学是一门实验科学，可以说没有实验就没有化学。因此，实验在化学教学中占有相当重要的地位。

无机化学实验是综合大学化学系开出的第一门必修基础实验课，是大学化学实验的起点和基石，是一门独立的课程，但又与无机化学课程有着紧密的、不可分割的、相互促进的联系。它的主要任务是：通过实验引导学生直接获得感性认识，巩固和加深对无机化学有关理论、无机物反应性能的理解，了解一些无机物的一般制备、分离、提纯方法，正确掌握无机化学实验的基本操作、基本技能；学会观察实验现象，准确测定实验数据，并能正确处理、概括和表达实验结果；培养严谨的科学态度，良好的实验素养，分析解决问题和实际动手的独立工作能力。

为完成无机化学实验课的任务，要求学生不仅要有正确的学习态度，还要有正确的学习方法。根据无机化学实验课的特点，可采取如下的学习方法：

一、 预习

实验课要求学生既要动手做实验，又要动脑思考问题。因此实验前必须预习，做到心中有数，否则不仅会影响实验的顺利进行，还可能发生不应有的事故，所以预习是做好实验的前提和保证。预习时应该做到：认真阅读实验教材和有关的参考书，并查阅有关数据；明确实验目的，了解实验内容和有关基本操作及仪器使用的方法；熟悉安全注意事项；写出预习笔记。

二、 讨论

为使学生进一步明确实验原理、操作要点、注意事项和加深对实验现象、结果的理解，在实验前、后教师将组织各种形式（提问、归纳总结、演示等）的师生共同参加的讨论，学生一定要认真准备，积极参加。

三、 实验

在教师指导下，学生独立地进行实验，是实验课的主要教学环节，也是训练学生正确掌握实验基本操作、基本技能、培养能力的重要手段，应当充分重视。具体要求是：按拟定的实验步骤正确地独立操作，做到手、脑并用；仔细观察实验现象，认真测定实验数据，如实地作好记录；实验过程中，严格要求，自觉培养良好的实验素养。

四、实验报告

完成实验报告是对所学知识进行归纳和提高自己的过程，也是培养严谨的科学态度、实事求是精神的重要措施，应认真对待。一般报告应包括实验目的、原理、步骤、记录（现象或数据）、结果和讨论等内容。各类实验的报告格式可以不同。现列出以下几种报告格式以供参考。

测 定 实 验

实验题目 镁当量的测定

实验目的

1. 练习正确使用分析天平。
2. 熟悉测量气体体积的方法（学习正确观测量气管内液面的位置，掌握检查装置是否漏气的方法）。
3. 加深对元素当量、气体分压概念的理解。

基本原理

金属镁与过量稀硫酸反应，置换出的氢气重量与消耗掉的镁的重量之比等于它们的当量之比——当量定律。

在一定温度（ t ）和压力（ P ）下，测定一定量的金属镁与过量稀硫酸作用置换出的氢气体积（ V_{H_2} ），根据理想气体状态方程： $PV=nRT=\frac{W}{M}RT$ ，由下式可求出置换出的氢气的重量（ W_{H_2} ）：

$$W_{H_2} = \frac{p_{H_2} \cdot V_{H_2} \cdot M_{H_2}}{RT}$$

式中 $p_{H_2} = P - p_{H_2O}$ ， $T = 273 + t$ ，

进而求得镁当量： $E_{Mg} = \frac{W_{Mg}}{W_{H_2}} \times 1.008$

实验步骤 （略）

数据记录和处理

实 验 序 号	1	2
镁 条 重 量 $W_{Mg}(g)$	0.0334	
反应后量气管内水面位置 (ml)	36.40	
反应前量气管内水面位置 (ml)	0.50	
置换出的氢气体积 $V_{H_2}(ml)$	35.90	
室 温 $t(^{\circ}C)$ $T(K)$	23.0 296.2	
大 气 压 $P(mmHg)$	725.7	
室温时的饱和水蒸气压 $P_{H_2O}(mmHg)$	21.068	
氢 气 分 压 $P_{H_2}(mmHg)$	704.6	
氢 气 重 量 $W_{H_2}(g)$	2.763×10^{-3}	
镁 的 当 量 E_{Mg}	12.2	
百分误差 (%) = $\frac{E_{实} - E_{理}}{E_{理}} \times 100\%$	0	

讨论 (略)

性 质 实 验

实验题目 碱金属、碱土金属

实验目的 (略)

实验内容 (仅写出部分内容作示例)

实 验 步 骤		实 验 现 象	结 论、解 释（包括反应式）
金属与水的反应	1. 在二盛水的烧杯中，分别加入绿豆大的一粒金属钠、钾（先去掉表面的煤油）。	金属钠浮游于水面，与水激烈反应，并熔成小球至完全反应。 金属钾不仅在水面熔成小球游动，并发火燃烧。	金属钠、钾为活泼的熔点较低的轻金属，都能与水激烈反应，放出大量的热，使钠、钾熔成小球。钾比钠的活泼性更强。
	在水溶液中各加入1~2滴酚酞指示剂。	溶液均变为红色。	$2\text{Na} + 2\text{H}_2\text{O} = 2\text{NaOH} + \text{H}_2 \uparrow$ $2\text{K} + 2\text{H}_2\text{O} = 2\text{KOH} + \text{H}_2 \uparrow$

制 备 实 验

实验题目 硝酸钾的制备

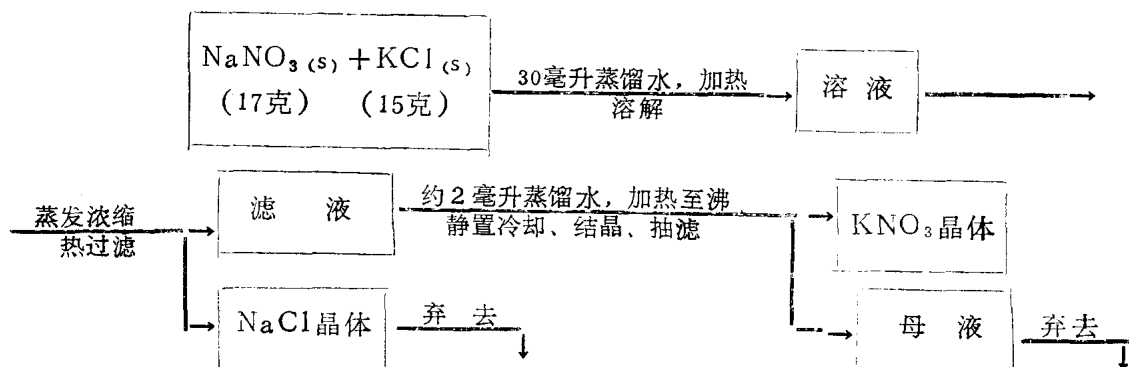
实验目的

1. 了解复分解反应制备易溶盐的一种方法及原理。
2. 学习无机制备的一些基本操作。
3. 掌握热过滤的适用范围及操作方法。

基本原理

在KCl和NaNO₃的混合溶液中，存在着Na⁺、K⁺、Cl⁻、NO₃⁻四种离子，它们可以组成四种盐。由这些盐的溶解度与温度的关系可知，NaCl溶解度几乎不随温度的上升而改变，KNO₃则增大得很多。因此，只要把上述混合溶液加热蒸发、浓缩，使NaCl在高温下结晶析出，趁热将它分离，再让滤液冷却，则可使KNO₃晶体析出。

实验步骤



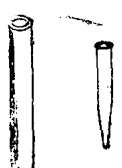
产品为白色针状（或柱状）晶体，重量为10.5克。

计算产率（略）

讨论（略）

无机化学实验基础知识

一、无机化学实验常用仪器介绍

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 试管 离心试管	分硬质试管、软质试管；普通试管、离心试管。 普通试管以管口外径×长度(mm)表示，如15×150。离心试管以毫升数表示。	用作少量试剂的反应容器，便于操作和观察。离心试管还可用于定性分析中的沉淀分离。	可直接用火焰加热，硬质试管可加热至高温。加热后不能骤冷，特别是软质试管，很易破裂。离心试管只能在水浴中加热。
 烧杯	以容积(ml)表示。外形有高、低之分。	用作反应物量较多时的反应容器，反应物易混合均匀。	加热时，应放置在石棉网上，使受热均匀。
 烧瓶	以容积(ml)表示。	反应物量多，且需长时间加热时，常用它作反应容器。	同 上