

无机化学实验

华南理工大学无机化学教研室 编



华南理工大学出版社

无机化学实验

华南理工大学无机化学教研室 编

华南理工大学出版社

内 容 简 介

本书是根据全国高等学校工科《无机化学》课程教学的基本要求和结合作者多年来的教学经验编写的。全书共有27个实验，内容主要包括：无机化学实验的基本操作和各种仪器的使用；元素及其主要化合物的性质、制备及检验；化学反应速度、反应级数、活化能和银氨配离子配位数的测定，废水的处理等。

本书可作为高等学校工科化工类本科与专科的实验教材。

无机化学实验

华南理工大学无机化学教研室 编

*

华南理工大学出版社出版发行

(广州·五山)

广东省新华书店经销

华南理工大学印刷厂印刷

787×1092 16开本 7.5印张 170千字

1990年6月第1版 1990年6月第1次印刷

印数 1~4 000册

ISBN 7—5623—0192—1/O·17

定价 1.60元

前 言

根据我们多年的无机化学实验教学的实践,觉得已用过的实验教材有修改、补充和更新的必要,以切合目前一年级大学生的实际和提高实验教学质量。于是从1984年起,教研室便请几位多年从事无机化学实验教学的教师,着手编写“无机化学实验”讲义。1985年初稿试用,1986年又参照高等学校工科无机化学课程教学基本要求,对该讲义进行第一次修改,1988第二次修改。历经华南理工大学化工工艺类1985~1989年五届(每届约600人)学生的使用,师生反映效果良好。因而该讲义曾获华南理工大学优秀讲义奖。现再次修改,正式出版。

本教材具有如下特点:

一、加强基本操作技能的训练。除常见的无机化学实验使用的仪器操作之外,还安排了酒精喷灯、玻璃工的初步操作和橡皮塞钻孔实验;离子交换树脂的使用实验;萃取实验等。

二、适合教学的循序渐进,适当重复个别重要的内容,以巩固、提高。第一学期的教材内容以基本操作、测定实验为主;第二学期则以元素部分、制备及一些能提高学生思维的实验为主。本教材注意由简至繁、从少到多地适当编入需学生自行设计的实验。还安排实验习题课、离子分离与检定实验,分别作为第一、第二学期末的复习巩固、综合提高的内容。

三、实验内容的引进与创新。随着中学化学教学水平的提高,无机化学实验内容势必要更新、深化。本教材根据实验室条件和课时要求,精选、引进、新编一些实验内容。如为提高学生思维和数据处理能力的测定实验:“银氨配离子配位数的测定”和“化学反应速度、反应级数与活化能”;引入并加以改进的外国实验教材的实验:“一种配位化合物——草酸配铁酸钾的合成”;利用本教研室的科研项目中所做的试验,撰编为独有的新实验:“石油亚矾处理电镀厂含铬废水”、“石油亚矾对铁离子萃取的性能”等。

本书由林养素、彭子莹主编。参加编写工作的有:林养素(实验一、十二、二十三、二十四、二十六)、彭子莹(实验三、四、九、十四、十八、二十一)、郑雄卿(实验五、六、十五、二十七)、黎洁銮(实验十一、二十、二十五)、曾惠典(实验十三、十九)、谢国潮(实验十、十七)、梁福荣(实验二、二十二)、张培春(实验七、十六)、陈曼霞(实验八)。华南理工大学无机化学教研室其他老师和实验室工作人员,为本书稿的教学实践做了大量工作,在此谨表示感谢。

编 者

1990年2月

目 录

前言

无机化学实验须知	(1)
一、明确实验目的	(1)
二、掌握学习方法	(1)
三、遵守实验规则	(2)
四、注意安全操作	(6)
五、意外事故处理	(6)
六、有效数字简介	(6)
无机化学实验中的常用仪器	(8)
实验一 基本操作	(10)
实验二 酸碱滴定	(14)
实验三 摩尔气体常数的测定	(18)
附 误差的概念	(20)
实验四 化学反应速度、反应级数与活化能	(22)
实验五 电离平衡和沉淀反应	(27)
附 电动离心机的使用方法和注意事项	(30)
实验六 氮、磷	(31)
实验七 锡、铅、砷、锑、铋	(34)
实验八 氧、硫	(39)
实验九 卤素	(44)
实验十 水的净化及其纯度检测	(48)
附1 纯水的电导率	(50)
附2 电导仪及电导率仪的使用方法	(51)
实验十一 醋酸电离度和电离常数的测定	(54)
附1 酸度计的使用方法	(55)
附2 标准缓冲溶液的配制及其pH值与温度关系对照表	(58)
实验十二 实验习题课	(60)
实验十三 氧化还原与电化学	(62)
实验十四 电位法测定难溶盐的溶度积	(66)

实验十五	电势法测定反应的平衡常数	(69)
实验十六	硫酸亚铁铵的制备	(71)
附	普通过滤法和减压过滤法操作	(77)
实验十七	铁、钴、镍	(77)
实验十八	银氨配离子配位数的测定	(81)
实验十九	配位化合物	(84)
实验二十	硫酸铜的提纯	(88)
实验二十一	草酸配铁(Ⅲ)酸钾的制备	(90)
实验二十二	铜、银、锌、镉、汞	(92)
实验二十三	用石油亚砷处理电镀厂含铬废水	(96)
实验二十四	石油亚砷对铁离子萃取的性能	(99)
实验二十五	铬、锰	(101)
实验二十六	离子分离与检定	(105)
实验二十七	废定影液中回收金属银	(107)
总附录		(109)
附录1	常用元素的国际原子量表	(109)
附录2	某些浓酸碱的近似浓度	(110)
附录3	酸碱指示剂的变色范围	(110)
附录4	不同温度下的饱和水蒸气压	(111)
附录5	弱电解质的电离常数	(113)
附录6	难溶电解质的溶度积	(114)

无机化学实验须知

一 明确实验目的

无机化学是以实验为基础的科学。要很好掌握无机化学基本理论和基础知识，认识物质的化学性质，就必须亲自进行一定的实验。《无机化学实验》是与《无机化学》平行独立开出的必修的基础课程。

学生亲自动手做实验，可以逐步达到下列各项目的：

1. 可以获得物质变化的第一手感性知识，进一步熟悉元素及其化合物的重要性质和反应，掌握重要无机化合物的一般制备和分离的方法，掌握某些基本常数的测定原理和方法，加深对其基本原理和基础知识的理解和运用；

2. 可以学会正确地掌握基本操作方法，正确地使用常用仪器，获得准确的实验数据和结果；

3. 可以培养独立工作和独立思考的能力，如独立地准备和进行实验的能力，细致地观察和记录现象，归纳、综合、正确地处理数据的能力；

4. 可以养成学生具有实事求是的科学态度，理论联系实际的科学方法以及准确、细致、整洁等良好的科学习惯。

无机化学实验的任务就是要通过整个无机化学实验教学逐步地达到上述各项目的，同时便于学生进一步学习其他后继化学课程和实验，并为培养学生初步的科研动手能力打下基础。

二 掌握学习方法

要达到上述目的，就必须有正确的学习态度和正确的学习方法。本课程的学习方法大体需要经过下列三个程序：

1. 预习

为了使实验能获得良好的效果，实验前必须进行预习。预习应达到下列要求：

- (1) 认真阅读实验教材、教科书和参考资料中的有关内容；

- (2) 明确本实验目的、有关原理，了解内容、步骤、操作方法和注意事项。认真思考各实验中所列的“问题”；

- (3) 在预习的基础上，写好预习报告（称为实验报告Ⅰ）方能进行实验。若发现学生没有预习并且没有写预习报告，教师可让学生停止本次实验。

2. 实验

根据实验教材上所规定的实验、步骤（若是“设计实验”，学生自己设计的方法和步骤需经教师批准）进行操作，并应做到下列几点：

- (1) 认真操作，细心观察现象，及时地、如实地做好详细记录（记录在实验报告Ⅰ上成为实验报告Ⅱ）。

- (2) 如果发现实验现象和理论不符合，应首先尊重实验事实，并认真分析和检查

原因。可以做对照试验、空白试验或自行设计的实验来校对。必要时应多次重做试验，从中得到有益的科学结论。

(3) 实验全过程应勤于思考，仔细分析，力争自己解决问题。但遇到疑难问题而自己难以解决时，可提请指导教师指点。

(4) 在实验过程中应保持肃静，严格遵守实验室工作规则。

(5) 做完实验，要把实验记录（实验报告Ⅱ）交教师审阅后，方能离开实验室。

3. 最后实验报告

实验完毕后应对实验进行解释并作出结论，或根据实验数据进行处理和计算，独立完成最后实验报告（也称实验报告Ⅲ）按时交指导教师批阅。若有实验现象、解释、结论、数据、计算等不符合要求，或实验报告写得草率者，应重做实验或重写报告。

书写实验报告应字迹端正、简明扼要、整齐清洁。

实验报告一般包括下列几个部分：

(1) 实验目的。

(2) 实验步骤 尽量用简图、表格、化学式或符号等表示。

(3) 实验现象或数据记录 把实验中观察到的现象或测得的各种数据记录下来。

(4) 解释、结论或数据的处理和计算 根据实验的现象进行分析、解释、得出正确的结论，写出反应方程式。或根据记录的数据进行计算，并将计算结果与理论值比较，分析产生误差的原因。

以上所述实验过程必须经历的三个主要环节，是考核学生实验成绩的重要依据。

P 3~5 举出三种不同类型的实验报告格式，供参考使用。

三 遵守实验规则

为保持正常的实验环境和良好的工作秩序，防止意外事故发生，人人必须遵守下列实验规则。

1. 实验前清点仪器。如发现有破损或缺少应立即报告教师，按规定手续向实验准备室补领。实验时仪器如有损坏，亦应按规定向实验准备室换取新仪器。未经教师同意，不得拿别的位置上的仪器。

2. 实验时应保持肃静，集中思想，注意安全，仔细观察，积极思考，如实记录。

3. 实验时应保持实验室和桌面清洁整齐。火柴梗、废纸屑、废液、金属屑等应投入废纸篓或倒入废液桶中，严禁投入水槽内，以防水槽和下水管道堵塞或腐蚀。

4. 实验时要爱护国家财物，小心地使用仪器和实验设备，注意节约水、电和药品。使用精密仪器时，必须严格按照操作规程进行，要谨慎细致。如发现仪器有故障，应立即停止使用，及时报告指导教师。打破、弄坏仪器要登记、更换（或者要适当赔偿）。

药品应按规定量取用，自瓶中取出药品后，不应将药品倒回原瓶中，以免带入杂质；取用药品后，应立即盖上瓶塞，以免搞错瓶塞，沾污药品。放在指定地方的药品不得擅自拿走。

5. 实验完毕后将玻璃仪器洗涤干净，放回原处，整理好桌面，要离开实验室时应先报告指导老师检查后方能离开。

1. 无机化学测定实验报告

实验名称: _____

专业 _____ 班级 _____ 室 _____ 号 _____ 姓名 _____ 日期 _____

实验目的:

测定原理 (简述):

数据记录和结果处理 (可用表格):

问题和讨论 (分析造成误差的主要原因等):

教师签名: _____

2. 无机化学性质实验报告

实验名称: _____

专业 _____ 班级 _____ 室 _____ 号 _____ 姓名 _____ 日期 _____

实验目的:

实验内容 (简单步骤)	实验现象	解释和反应方程式
一、 1. ∴ 结论:		
二、 结论:		

讨论或小结:

教师签名: _____

3. 无机化学制备实验报告

实验名称: _____

专业 _____ 班级 _____ 室 _____ 号 _____ 姓名 _____ 日期 _____

实验目的:

基本原理 (简述):

简单流程 (可用框图):

实验过程主要现象:

实验结果:

产品外观

产 量

产 率

问题和讨论:

教师签名: _____

6. 每次实验后由学生轮流值勤, 负责整理公用桌面、药品、仪器、打扫地面、水槽, 清倒废液、废渣、检查各种水、电开关; 关紧门窗等。

7. 实验室内的一切物品(仪器、药品、产物、工具等)不得带离实验室。

四 注意安全操作

化学药品中有许多是有腐蚀性或有毒的, 有些是易燃、易爆的, 所以我们需要十分重视安全操作问题。只要我们在实验前充分了解安全注意事项, 实验过程中集中注意力严格遵守操作规程, 那么, 各种事故均可能避免发生。

1. 能产生有刺激性或有毒物质的实验, 都应在通风橱中或通风口前进行。

2. 使用酒精灯, 应随用随点, 不用时盖上灯罩。不要用已点燃的酒精灯去燃点别的酒精灯, 以免酒精流出而失火。易燃物质, 应尽可能远离火焰。

3. 加热试管时, 不要将试管口指向自己或别人, 也不要俯视正在加热的液体, 以免溅出的液体把人烫伤。

4. 在闻瓶中气味时, 鼻子不能直接对着瓶口(或试管口), 而应用手把少量气体轻轻扇向自己。

5. 浓酸、浓碱具有强腐蚀性, 切防溅在衣服、皮肤、尤其眼睛上。稀释浓硫酸时, 应将浓硫酸慢慢地注入水中, 并不断搅动, 切勿将水注入浓硫酸中, 以免产生局部过热, 使浓硫酸溅出, 引起灼伤。

6. 每次实验后, 应把手洗净, 才可离开实验室。严禁在实验室内饮食和吸烟。

五 意外事故处理

1. 若受强酸灼伤, 应立即用大量水冲洗, 然后涂上碳酸氢钠油膏或凡士林; 若受浓碱溅伤, 应立即用大量水冲洗, 然后用柠檬酸或硼酸饱和溶液洗涤, 涂上凡士林。

2. 遇烫伤事故, 可用高锰酸钾或苦味酸揩洗灼伤处, 再涂上凡士林或烫伤油膏。

3. 割伤, 应立即用药棉揩净伤口(伤口内若有玻璃碎片, 应先挑出), 涂上紫药水或红药水, 再用纱布包扎。如果伤口较大, 应立即到校医院医治。

4. 如若吸入氯、氯化氢气体, 可即吸入少量酒精和乙醚的混和蒸气以解毒; 若吸入硫化氢气体而感到不适或头晕时, 应立即到室外呼吸新鲜空气。

5. 如因酒精、苯或醚等引起着火时, 应立即用湿布或砂土等扑灭, 如火势较大, 可使用四氯化碳灭火器或泡沫灭火器, 但不可用水扑救。如遇电气设备着火, 必须先切断电源, 再用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火, 绝对不可用水或泡沫灭火器。

6. 遇有触电事故, 首先应切断电源, 必要时, 施行人工呼吸。伤势较重者, 应尽快送往医院救治。

六 有效数字简介

1. 有效数字

实验中, 为了得到准确的结果, 不仅要选用适当的仪器测定各种量的数值, 还要正确地记录和运算。究竟用多少位数字表示测量或运算结果, 这是不能随意任取的, 而是

要从所用仪器的精确程度来确定测量数据。从仪器上能直接读出（包括最后一位估计读数在内）的几位数字通常称为有效数字。

例如，用100ml量筒测量溶液的体积，它的壁上刻有100条刻度线，最小刻度为1ml。如果测量溶液，弯月面在34~35之间（图0-1a）由刻度线直接可读出的数字是34，在34~35之间还可以目视估计出一个0.6的数值，溶液的体积是34.6ml。34.6称为有效数字，是三位有效数字。34可由量筒直接读出，习惯称它为可靠数字。而0.6是估计出来的，它可能较0.6多一些（如0.7）也可能少一些（如0.5），这数值是不大准确的，我们习惯称它为可疑数字。所以有效数字是由可靠数字和一位可疑数字组成的。如果溶液的体积用滴定管来测量时，由于滴定管最小刻度是0.1ml，即在每毫升间还划分有十格小刻度线，如图0-1b所示，弯月面在24.4~24.5之间，24.4可直接读出，为可靠数字，而在0.4~0.5

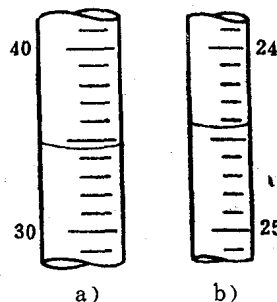


图 0-1 读数示意图

之间可用目视读出0.05，为可疑数字。正确读数是24.45ml，是四位有效数字。用滴定管量测溶液体积可以量至小数点后第二位。因此有效数字不仅代表测量的结果，同时也反映了测量的精确度。在上面的第二个例子中，不能记录为24.4ml或24.450ml。因为前者缩小了实验的精确度，而后者却超越了实验的精确度。任何超越或低于仪器精确限度的有效数字的数值，都是不恰当的。由此可见，任何一次直接测量，其数值都要记录到仪器刻度的最小估计读数，即记录到第一位可疑数字。

有效数字的位数可从下面几个数字来说明：

有效数字	0.12	0.100	24.45	5.060	3 000
有效数字的位数	二位	三位	四位	四位	不确定

从上面几个数字可以看出，如果“0”在数字的前面时，它只表示小数点的位置，不包括在有效数字的位数中，小数点的位置与测量的精确度无关，但与测量所用的单位有关。如24.45ml用升为单位则得0.024 45L，两者的有效数字都是四位。0.000 017 5的有效数字为三位，可写成 1.75×10^{-5} 。如果“0”在数字的中间或最后，则表示一定的数值，应当包括在有效数字的位数中。如5.060是四位有效数字。最后的“0”，不是多余的，丢掉它就相当于降低了测量的精确度。所以，有效数字最后的零是不能任意增减的。至于像3 000、3 100中以“0”结尾的正整数，“0”的意义不够确切，其有效数字的位数只能按照实际测量的精确度来确定，并用指数符号表示有效数字的位数。若它们各有二位有效数字，应分别表示为 3.0×10^3 和 3.1×10^3 ；若它们各有三位有效数字，则应分别表示为 3.00×10^3 和 3.10×10^3 。 3×10^3 则只表示一位有效数字。

2. 有效数字的运算规则

(1) 数字位数的整理 几个数据进行运算往往需要先统一有效数字的位数。在确定了有效数字保留的位数之后，按“四舍五入”的原则弃去多余的数字。也有用“四舍六入五留双”的原则，即当尾数 ≤ 4 时，弃去；当尾数 ≥ 6 时，进位；尾数等于5时，如果进位后得偶数则进位，如弃去后得偶数则弃去。例如，将2.604、2.605和2.615分别整理成三位数，按“四舍六入五留双”原则，则分别得2.60、2.60和2.62。

(2) 加减法 几个数据相加或相减时, 它们的和或差的有效数字的保留, 应以小数点后面位数最少者为准。例如, 将18.2154、2.561、4.52、1.002相加, 其中4.52的小数点后仅有两位数, 其位数最少, 故应以它作标准:

$$\begin{array}{r} 18.22 \\ 2.56 \\ 4.52 \\ + 1.00 \\ \hline 26.30 \end{array}$$

(3) 乘除法 几个数据相乘或相除时, 它们的积或商的有效数字位数, 应以几个数据中有效数字位数最少者为准, 与小数点位置无关。例如 $34.64 \times 0.0123 \times 1.07892$, 可先简化为三位数后计算

$$34.6 \times 0.0123 \times 1.08 = 0.460$$

在较复杂的乘除计算过程中, 中间各步可暂时多保留一位不定值数字, 以免多次四舍五入而造成误差的积累。待到最后结束时, 再弃去多余的数字。

(4) 对数计算 真数及其对数的定值部分(尾数)其有效数字的位数相同, 即真数有几位有效数字, 则其对数的尾数也应有几位有效数字。如大气压 $p = 1.014 \times 10^5 \text{ Pa}$ 是四位有效数字, 其对数应为 $\lg p = 5.0060$ 。这里对数的整数部分5不是有效数字, 它仅是10的方次。

对数的尾数有几位有效数字, 则其反对数也应有几位有效数字。如 $\text{pH} = 11.20$, 其有效数字为二位, 所以 $[\text{H}^+] = 6.3 \times 10^{-12} \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ 。

应该指出的是, 目前电子计算器愈来愈普及, 在计算过程中, 似不必随时(每一步)整理有效数字的位数。但应注意在取用最后结果时, 必须保留适当的有效数字的位数。这是因为测量结果数值、计算的精确度不应超过测量的精确度。

无机化学实验中的常用仪器

无机化学实验中常用的基本仪器如图0-2所示。

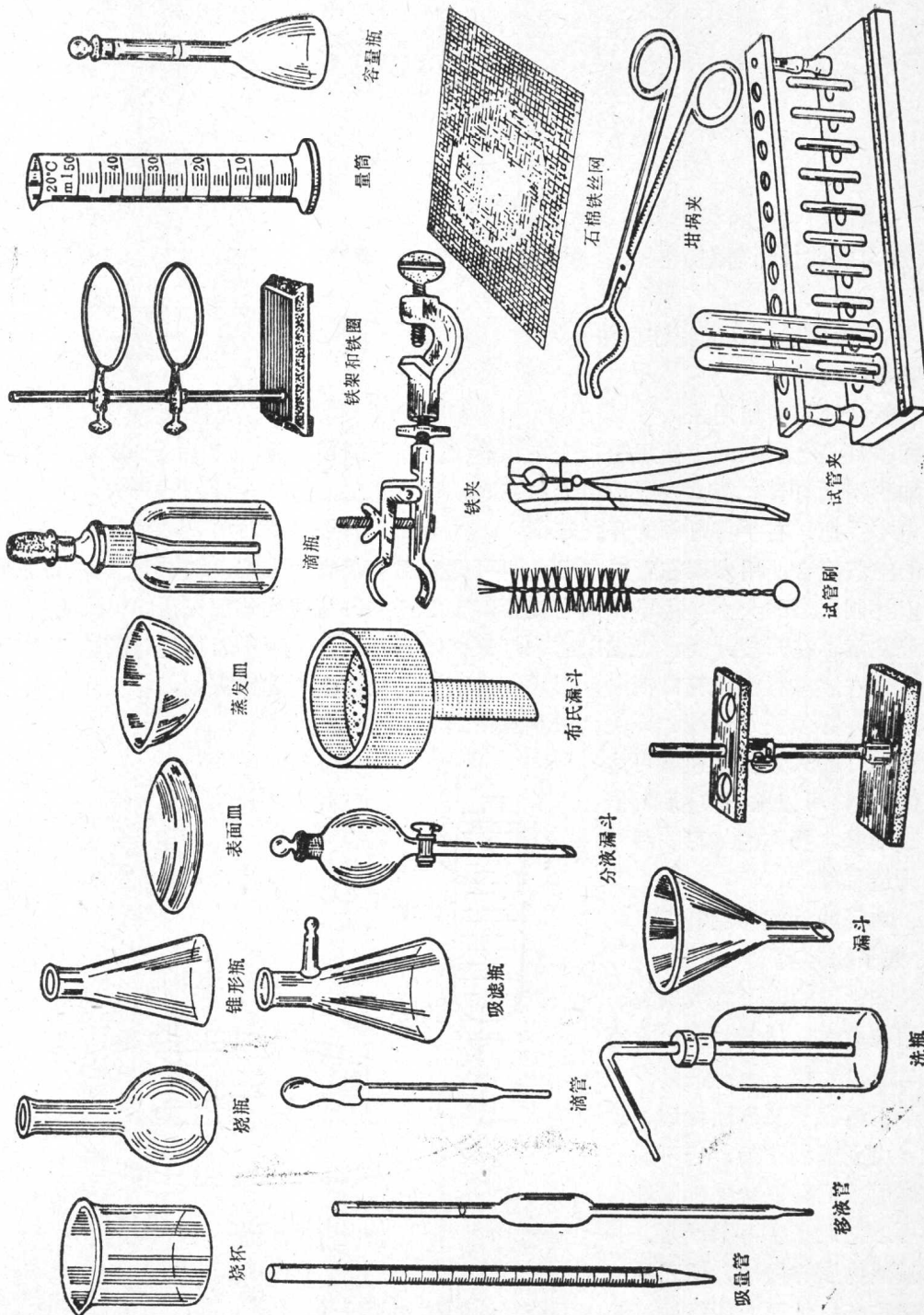


图 0-2 无机化学实验中的常用仪器

实验一 基本操作

目的

1. 了解酒精喷灯的构造、使用方法；
2. 练习玻璃管的切割、圆口、弯曲角度的方法；滴管、玻璃棒，以及玻璃匙的制作方法；
3. 练习橡皮塞钻孔的操作方法。

实验操作的说明

一、酒精喷灯的使用法

酒精喷灯是金属制的。使用前，先在预热盆上注入酒精至满，然后点燃盆内的酒精，以加热铜质灯管。待盆内酒精将近燃完时，开启开关（先打开储罐的开关，后用左手抓住电木手把，右手将灯管的开关左旋），这时由于酒精在灼热灯管内气化，并与来自气孔的空气混合，用火柴在管口点燃，即可得到温度很高的火焰。调节灯管的开关螺丝，可以控制火焰的大小。用毕，向右旋紧灯管的开关，可使火焰熄灭。

应该注意，在开启开关、点燃以前，灯管必须充分灼烧，否则酒精在灯管内不会全部气化，会有液态酒精从管口喷出，形成“火雨”，甚至会引起火灾。

不用时，必须关好储罐的开关，以免酒精漏失，造成危险。

酒精喷灯的火焰温度通常可达700~1000℃，可以软化玻璃，借此进行玻璃基本操作的练习。酒精喷灯的构造见图1-1。

二、塞子的种类和钻孔

1. 塞子的种类

实验室常用的塞子有玻璃塞、软木塞和橡皮塞。玻璃塞上有磨口，能与磨口的瓶子塞得很紧，但这种瓶子不适应于装碱性物质。软木塞能够用压塞机压缩，它不易与有机物作用，但易被酸碱所侵蚀。橡皮塞可以把瓶子塞得很严紧，并可以耐碱性物质的侵蚀，但它易被强酸和某些有机物质（如汽油、苯、氰仿、丙酮等）所侵蚀。

2. 塞子的钻孔

实验时有时要在塞子内插入温度计或玻璃管，这时必须在塞子内钻孔。钻孔时要用钻孔器（打孔机），它有一组粗细不同的金属管，一端有柄，另一端很锋利，可用来钻

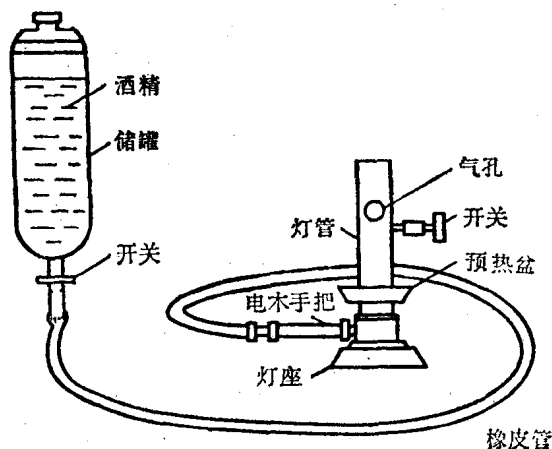


图1-1 酒精喷灯的构造

孔(图1-2)。另外还有一个带柄的铁条,用于捅出钻孔时进入钻孔器中的橡皮或软木。

钻孔的步骤如下:

选择一个比要插入橡皮塞的玻璃管略粗一点(不要太粗)的钻孔器,将塞子小的一端向上,平放在桌面上。左手持橡皮塞,右手握住钻孔器的柄,在选定的位置上,使钻孔器沿一个方向旋转,同时用力向下压,钻到半深时,反方向旋转

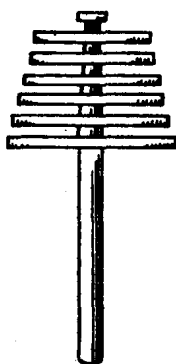


图 1-2 钻孔器

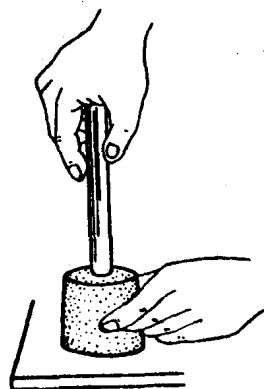


图 1-3 钻孔法

并拔出钻孔器,再用同法从塞子大的一端对准原孔的位置钻入,直到打通为止。钻孔器中的橡皮用铁条捅出。钻孔时应注意,钻孔器必须和塞子的平面垂直,以免把孔钻斜(图1-3)。

钻软木塞孔的方法与钻橡皮塞基本相同。钻孔前,首先用压塞机把软木塞压紧实一些,以免钻孔时钻裂。其次,选择钻孔器的直径应比要插入的玻璃管直径略小一些,因为软木塞没有橡皮塞那么大的弹性。

在橡皮塞上钻孔时,要用润滑剂(水或甘油)涂在钻孔器前端,以减少钻孔器与橡皮塞间的摩擦力。

钻孔完后,先要试验玻璃管和塞孔是否合适,如果塞孔太小,可以用圆锉把孔锉大些。如果玻璃管可以毫不费力地插入塞孔,则表示塞孔太大。

将玻璃管装配进已打孔的塞子时,应用水润滑,慢慢旋转推进去,切不可一时用力过猛,以致玻璃管折断,弄伤手指(有条件时应戴纱手套操作)。

三、玻璃操作

1. 玻璃管及玻璃棒的切割和圆口

将玻璃管(或棒,下同)平放在桌子的边缘上,左手抓住玻璃管并用拇指按住要切割的地方,右手用锉刀的棱边(或薄片小砂轮的棱边),在要切割的部位用力向前或向后锉一下(要求向一个方向锉,不要来回拉锉),使锉出一道深而短的凹痕。然后用双手持玻璃,两个拇指按在切痕的背面(使凹痕向前方),用瞬间力,大拇指向前一推,同时两手左右拉开,玻璃管即折成两段(图1-4)。

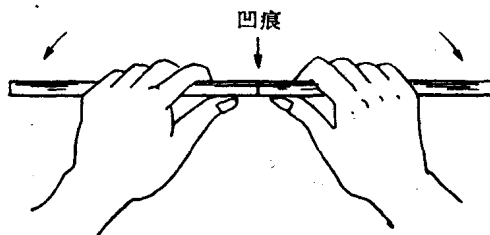


图 1-4 玻璃管的切割