

城市 建设环境保护 CITY

郭秋生 主编

ENVIRONMENTAL
PROTECTION IN URBAN
CONSTRUCTION

中国建筑工业出版社

微型无机化学实验

(第2版)

于 涛 主编

 北京理工大学出版社
BEIJING INSTITUTE OF TECHNOLOGY PRESS

版权专有 侵权必究

图书在版编目(CIP)数据

微型无机化学实验 / 于涛主编. —2 版. —北京:北京理工大学出版社,
2011. 1

ISBN 978 - 7 - 5640 - 4123 - 6

I. ①微… II. ①于… III. ①无机化学 - 化学实验 - 高等学校 - 教材 IV. ①O61 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 259986 号

出版发行 / 北京理工大学出版社

社 址 / 北京市海淀区中关村南大街 5 号

邮 编 / 100081

电 话 / (010)68914775(办公室) 68944996(批销中心) 68911084(读者服务部)

网 址 / <http://www.bitpress.com.cn>

经 销 / 全国各地新华书店

印 刷 / 保定市中华美凯印刷有限公司

开 本 / 787 毫米 × 1092 毫米

印 张 / 10.25

字 数 / 237 千字

版 次 / 2011 年 1 月第 2 版 2011 年 1 月第 6 次印刷

印 数 / 1 ~ 4000 册

定 价 / 19.80 元

责任校对 / 陈玉梅

责任印制 / 边心超

图书出现印装质量问题, 本社负责调换

第2版前言

无机化学实验是配合《无机化学》课程开设的一门实验课程。通过对本课程的学习,有助于对无机化学基本理论和基本知识的理解、巩固、扩大、加深和提高。无机化学实验不仅能培养学生独立操作、观察记录、分析归纳、方案设计、撰写报告等分析问题和解决问题的能力,更重要的是通过实验教学,训练科学实验的方法和技能,培养“厚基础、宽口径、强能力、高素质”全面发展的综合型人才。

本教材第一版是在我校历年实验教学实践和教改试用基础上,精心筛选收录了一些较为成熟的实验方案,并将微型实验引入教学。实验内容的选择和编排注意由浅入深、由简到繁、绿色环保、突出实用,在实验教学中产生了良好的效果。本次教材修订仍然本着精简实用,注重基础技能训练的原则,同时注意与无机化学实验技术的飞速发展和教学改革新形势的需要相适应,基本保持了第一版的原有实验内容和形式。

现代化学发展迅速,实验技术手段日新月异,让学生尽可能多地了解掌握新的分析测试方法,接触、使用新的分析测试仪器尤为重要。通过对不同内容实验的操作和实验仪器的使用,有助于拓宽学生的知识面,使学生了解更多的实验方法和技术,在实验技能和动手能力上得到更多的训练和培养。同一化学特征常数的测定可以采用不同测试手段,同一测定方法也可用于不同的实验内容,同一化合物的提纯和制备可以有不同的方法路线。本教材力求使学生在实验的基础上理论联系实际,对所学知识有更深刻的认识,举一反三,有所创新。

本次修订侧重在两个方面,一是针对第一版中有争议的实验内容进行了修改和补充,包括实验条件、图表设计等,力求更为简明和科学。比如常见实验仪器的介绍采用了列表的形式,更为直观。二是对无机实验中使用的测量和分析仪器的介绍进行了调整和更新。比如分析天平的使用,考虑到目前半自动的光电分析天平已逐渐被更为简单、快捷、精确的全自动电子分析天平所替代,本版教材引入了电子天平的使用。但考虑到光电分析天平有助于培养学生动手能力,而且一些院校和单位的科研条件有限,仪器尚未更新换代,关于光电分析天平的内容予以了保留。

本次修订工作的参编人员有于涛、杨敏丽、庞雪蕾、赵海燕等,最后由于涛统稿整理,庞雪蕾、赵海燕完成校稿。本书在编写过程中也得到了河北科技大学理学院无机教研室和实验中心同志的支持和帮助,在此表示由衷的感谢。

本书在编写过程中,参阅了一些公开出版的相关书籍、教材和文献资料,主要参考文献列在本书最后,在此对所参阅文献的作者深表谢意。

由于编者水平有限,书中疏漏之处在所难免,敬请使用本书的教师和学生指正,并请提出宝贵意见和建议,以便日后本书不断完善。

编者
2010年10月

前 言

无机化学实验课是化工、轻工、纺织、环保、应用化学等专业的一门基础化学实验课。作为新生入校后的第一门实践性课程，其教学目的不仅仅限于验证理论知识，更重要的是通过本门课程的教学，向学生展示科学的实验方法，训练学生的基本实验技能，培养严肃认真的学习态度，使学生逐步学会对实验现象的观察、分析、判断、推理及归纳总结，提高分析问题、解决问题和独立工作的能力。

随着教学改革深入，我们把微型化学实验引入无机化学实验课教学中。经过多年的教学实践，开展微型无机化学实验教学不但加强和培养了学生严谨科学的实验态度，强化了基本实验技能的训练，提高了单位学时的信息量，取得了预期的教学效果；同时还大幅度地降低了药品和材料的用量，为学校节省了设备开支，并能减轻环境污染。

依据教育部制定的高等工业学校无机化学课程教学基本要求，结合几年来教学改革的实践，吸取了一些兄弟院校的教学经验，我们编写了本册微型无机化学实验教材，并且试用多年，经过不断修订完善，现已较好地满足了当前实验教学的要求。

本教材在编写过程中，力求突出如下特点：

一、自成体系，适合做单独设课教材

无机化学实验单独设课，要求教学应自成体系。我们在教材中加入了实验原理的内容，供学生预习和复习时参考。实验原理的内容侧重于实验所涉及的基本理论和实验现象的理论解释和可能出现的反常现象的原因及处理等。

本教材精选实验 27 个，实验内容分为五类：实验基本操作常识；基本操作与技能训练；用光、电仪器测定特征常数；元素及化合物性质；无机化合物的提纯、制备；综合、设计性实验。同时在附录中提供了实验中需要的有关数据。

二、启迪思维，注重学生能力培养

为了克服“照方抓药”的弊端，在每个实验内容中除了明确目的要求外，还根据每次实验需要完成的教学任务编入了“预习必答”，让学生在每次实验前对本次实验的原理、内容以及操作细节都做到心中有数，提高学习的主动性，把实验课作为实践尝试和探索知识的机会。为配合学生课后复习，加入了引导学生归纳总结、推理提高的复习思考题。

三、结合实际，拓宽学生知识面

学生经过一段实验技能的基本训练后，需要一个发展自己才智，独立完成某项任务的机会。在综合、设计性实验内容中，选择了有一定实用性的小课题，包括两篇外文实验原文，要求学生自己查阅有关资料，设计实验方案，在教师指导下完成。进一步培养学生的分析思考和动手能力，加深和巩固课堂教学内容。

四、精简实用，注重基础技能训练

本教材选用的实验力求具有代表性，不求多，只求精，避免实验过程简单重复，实验内容考虑到学科发展以及基础实验能力培养的要求，同时，注重与理论教学有机结合，所选实验基本涵盖了无机化学实验中的基本实验操作和技能训练，在有限的实验学时中，让学生掌

握和了解更多的实验技能和相关知识。

本书由于涛担任主编和统稿，赵才担任主审，杨敏丽、陈兰菊、葛战勤、杨晓东、李立等分别参与了第二章、第三章、第四章、第五章、第六章的编写和校对工作。

本教材是在多年教学实践中集体研究的基础上编写的，在这里我们非常感谢这么多年来为开展和探索微型无机化学教学付出辛勤劳动的许荣玉、钮银锋、李永峰等老教师，同时在编写过程中得到作者所在单位和同行专家的大力支持和帮助，在此一并致谢。

限于编者水平，疏漏和欠妥之处，请多指正，我们将继续不断完善和充实实验教材内容。

编 者

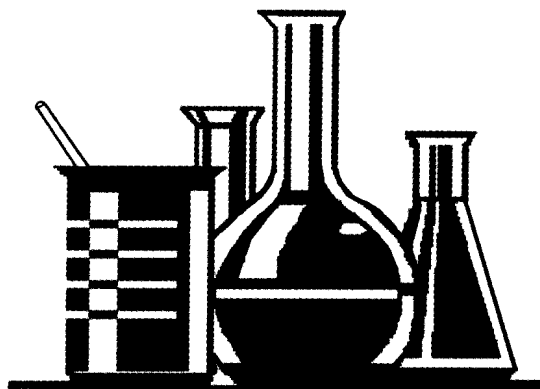
2004 年 5 月

目 录

第一章 实验基本操作和基本常识	(1)
第一节 无机化学实验基本操作	(3)
一、无机化学实验常用仪器介绍	(3)
二、常用仪器的洗涤和干燥	(8)
三、加热方法	(9)
四、液体试剂体量的量度	(10)
五、试剂的取用和溶液的配制	(11)
六、称量	(13)
七、气体的发生、净化、收集	(18)
八、蒸发、结晶及固液分离	(19)
九、试纸的使用	(21)
第二节 怎样做好无机化学实验	(22)
一、明确实验的意义和目的	(22)
二、掌握学习方法	(22)
三、遵守实验规则	(23)
四、注意实验安全	(24)
五、实验室的应急处理	(25)
第三节 如何写好实验报告	(26)
一、误差的概念、有效数字和作图法简介	(26)
二、实验报告的书写格式和要求	(29)
第二章 基本操作与技能训练	(31)
实验一 酒精喷灯的使用和玻璃管、棒的加工	(33)
实验二 分析天平的使用	(36)
实验三 摩尔气体常数的测定	(39)
附：DMY2 型水银气压计使用说明	(41)
实验四 化学反应速率和活化能	(43)
实验五 化学反应热效应的测定	(48)
实验六 银氨配离子配位数的测定	(51)
第三章 用光、电仪器测定特征常数	(55)
实验七 pH 法测定醋酸电离常数	(57)
附：PHS - 2F 型酸度计使用说明	(58)
实验八 电导率法测定硫酸钡溶度积	(60)
附：DDS - 307 电导率仪及其使用方法	(62)
实验九 化学平衡常数的测定	(65)

附：722 型可见分光光度计的使用操作	(67)
实验十 原电池电动势和电极电势的测定	(70)
第四章 元素及化合物性质	(73)
实验原理综述 (1)	(75)
实验十一 主族元素	(79)
实验十二 常见阴离子的分离与鉴定	(85)
实验十三 过渡金属元素	(88)
实验十四 常见阳离子的分离与鉴定	(96)
第五章 无机化合物的提纯、制备	(101)
实验原理综述 (2)	(103)
实验十五 试剂氯化钠的提纯	(105)
实验十六 由含铜原料制取硫酸铜	(108)
实验十七 硫酸铜的提纯	(110)
实验十八 利用废干电池的锌皮制锌钡白	(112)
实验十九 过氧化钙的制备及含量分析	(114)
实验二十 硫酸铝的制备	(117)
第六章 综合、设计性实验	(119)
实验二十一 由废干电池中的 MnO_2 制取 KMnO_4	(121)
实验二十二 硫酸亚铁和硫酸亚铁铵的制备	(123)
实验二十三 $\text{Cr}(\text{III})$ 配合物八面体晶体场分裂能的测定	(125)
实验二十四 三草酸合铁(III)酸钾的制备	(128)
实验二十五 用废铁屑制备三氯化铁	(131)
实验二十六 从印制电路腐蚀液回收硫酸铜	(132)
实验二十七 外文实验 (一)	(133)
实验二十八 外文实验 (二)	(136)
附录	(138)
一、常见元素的原子量表	(138)
二、常用酸、碱的浓度	(138)
三、0 ~ 100 $^{\circ}\text{C}$ 水的饱和蒸气压	(139)
四、难溶电解质的溶度积常数	(140)
五、弱电解质的电离常数 (25 $^{\circ}\text{C}$)	(142)
六、标准电极电势	(143)
七、部分配离子的不稳定常数	(148)
八、常见离子和化合物的颜色	(150)
九、无机化学常用试剂的配制	(154)
参考文献	(156)

第一章 实验基本操作和基本常识



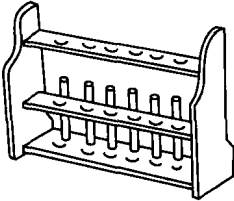
内容简介：本章内容主要为学生在进入实验室，学习无机化学实验以前做准备，主要包括无机化学实验的常用仪器介绍、使用方法、注意事项等；无机实验的基本实验操作和实验技能、操作要求以及制备、分析和鉴定技术等；学习无机化学实验的建议和要求、基本的实验室安全卫生常识以及怎样学习本课程、做好实验和写好实验报告等。

第一节 无机化学实验基本操作

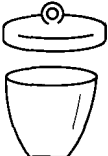
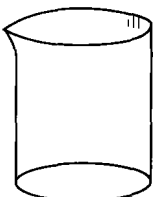
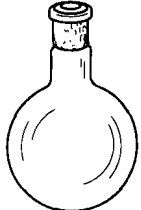
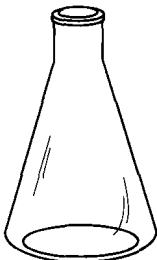
一、无机化学实验常用仪器介绍

在无机化学实验课开课前，实验室教师为每位学生配齐一套常用的微型无机化学实验仪器（此套仪器在使用期间归学生个人保管，期末交回）并配合录像教学，使学生对常用仪器的使用操作有一个初步的认识和了解。无机化学实验常用仪器以玻璃仪器为主，这些玻璃仪器一般按用途可分为容器类（烧杯、试管等）、量器类（移液管、量筒等）和特殊用途类（如干燥器、漏斗等），按性能可分为可加热类（如试管、烧杯等）和不可加热类（如容量瓶、表面皿等）。见表1-1。

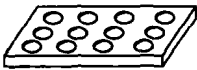
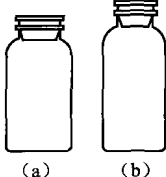
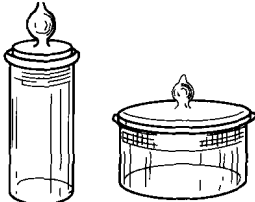
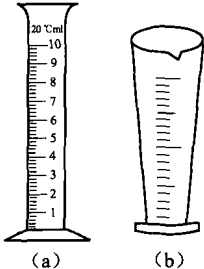
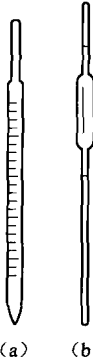
表1-1 无机化学常用仪器介绍

仪 器	名 称	用 途	注意事项
	试管 (test tube)	常用做反应器，便于操作、观察，用药量少，也可用于收集少量气体	可直接加热，但不能骤冷；加热时用试管夹夹持，管口不要对着人，注意受热均匀；放在试管内的液体不超过容积的1/2，加热的液体不超过1/3
	离心试管 (centrifuge tube)	用于少量沉淀的分离和辨认	不能直接用火加热，必要时可用水浴加热
	试管夹 (test tube clamp)	用于夹持试管	夹持在试管的中上端，不要把拇指按在夹的活动部位；要从试管底部套上或取出
	试管架 (test tube rack)	用于存放试管	加热后的试管应用试管夹夹住悬放在架上，铝制试管架要防止酸碱腐蚀

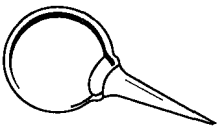
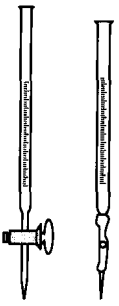
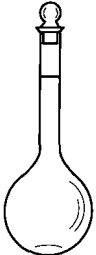
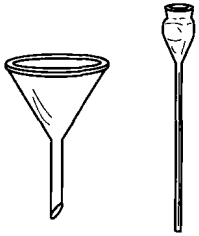
续表

仪 器	名 称	用 途	注意事项
	蒸发皿 (evaporation pan)	用于蒸发溶剂或浓缩溶液	可直接加热,但不能骤冷;蒸发溶液时不可加得太满,液面不能超过容积的2/3
	坩埚 (crucible)	用于灼烧固体,使其反应(如分解)	可直接加热至高温,灼烧时应放于泥三角上,应用坩埚钳夹取;取下的灼热坩埚不能直接放在桌上,要放在石棉网上,应避免聚冷
	坩埚钳 (crucible tongs)	用于夹持坩埚和坩埚盖	不能和化学药品接触,以免腐蚀;放置时,令其头部朝上;夹持高温坩埚时,钳尖需预热
	燃烧匙 (combustion spoon)	用于燃烧少量固体物质	可直接用于加热,遇能与Cu、Fe反应的物质时要在匙内铺细砂或垫石棉绒
	烧杯 (beaker)	用于配制、浓缩、稀释溶液。也可用做反应器和用于给试管水浴加热等	可加热至高温,使用时注意不要使温度变化过于剧烈,应受热均匀,加热时应垫石棉网;根据液体体积选用不同规格烧杯
	圆底烧瓶 (round bottom flask)	用做在加热条件下进行的反应器	不能直接加热,应垫石棉网加热或使用电热套加热;所装液体的量不应超过其容积的1/2
	锥形瓶 (taper bottle)	可作反应容器或装置气体发生器;因其体长口小便于振荡,常用做滴定容器或蒸馏液接受器	可加热至高温,使用时注意不要使温度变化过于剧烈,使受热均匀时加热应垫石棉网

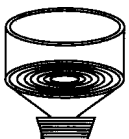
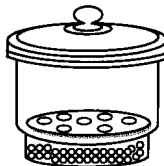
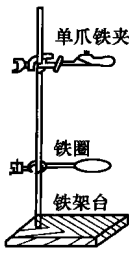
续表

仪 器	名 称	用 途	注意事项
	点滴板 (spot plate)	用于点滴反应，一般不需分离的沉淀反应，尤其是显色反应	不能加热；不能用于含氢氟酸和浓碱溶液的反应
	滴瓶 (drop bottle)	用于盛放每次只需数滴的液体试剂	碱性试剂要用带橡皮塞的滴瓶盛放；见光易分解的物质用棕色瓶盛放
	(a) 广口瓶 (wild-mouth bottle) (b) 细口瓶 (narrow-mouth bottle)	用于分装各种试剂，广口瓶盛放固体，细口瓶盛放液体	瓶口内侧磨砂，且与瓶塞一一对应，切不可盖错。玻璃塞不可盛放强碱，滴瓶内不可久置强氧化剂等，需要避光保存时用棕色瓶
	称量瓶 (weighing bottle)	用于差减法称量试样的容器。因有磨口塞，可以防止瓶中的试样吸收空气中的水分和 CO_2 等，适用于称量易吸潮的试样	不能直接用火加热；瓶的盖子是磨口配套的，不得丢失、弄乱；称量瓶使用前应洗净烘干，不用时应在磨口处垫一小纸片，以方便打开盖子
	(a) 量筒 (measuring cylinder) (b) 量杯 (measuring cup)	用于粗略量取液体的体积	要根据所要量取的体积数，选择大小合适的规格，以减少误差。不能加热；不能用做反应器，不得直接在其内配制溶液
	(a) 吸量管 (measuring pipet) (b) 移液管 (transfer pipette)	用于精确量取一定体积的液体	使用前洗涤干净，用待吸液润洗

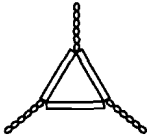
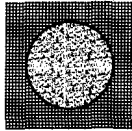
续表

仪 器	名 称	用 途	注意事项
	洗耳球 (rubber suction bulb)	主要用于吸量管或移液管定量抽取液体, 还可以把密闭容器里的粉末状物质吹散	使用洗耳球进行移液操作时, 注意将移液管或吸量管插入待移溶液底部, 防止液面下降后吸入空气
 (a) (b)	(a) 酸式滴定管 (acid burette) (b) 碱式滴定管 (alkali burette)	滴定管用于滴定分析操作或精确量取一定体积的溶液	碱式滴定管盛碱性溶液, 酸式滴定管盛酸性或氧化性溶液, 两者不能混用; 碱式滴定管不能盛氧化性溶液; 见光易分解的滴定溶液宜用棕色滴定管
	胶头滴管 (dropper)	用于吸取或滴加液体, 定滴数地加入滴液	胶头滴管必须专用, 不可一支多用, 加液时不能伸入容器, 更不能接触容器; 不能倒置, 也不能平放于桌面上, 应插入干净的瓶中或试管内; 胶帽老化或漏气, 要及时更换
	容量瓶 (volumetric flask)	配制准确精度的溶液或定量地稀释溶液	不能在容量瓶里进行溶质的溶解; 不能进行加热, 若溶质在溶解过程中放热, 要待溶液冷却后再进行转移; 只能用于配制溶液, 不能储存溶液; 容量瓶用毕应及时洗涤干净, 在塞子与瓶口之间夹一条纸条, 防止瓶塞与瓶口粘连
 (a) (b)	(a) 漏斗 (funnel) (b) 长颈漏斗 (long neck funnel)	用做过滤或用于向小口容器中注入液体, 长颈漏斗多用于装配反应器, 便于注入反应液	不能用火直接加热, 必要时可用水浴漏斗套加热; 长颈漏斗应将长管末端插入液面下, 防止气体逸出

续表

仪 器	名 称	用 途	注意事项
	分液漏斗 (separating funnel)	用于分离密度不同且互不相溶的液体；作反应器的随时加液装置	分液时，下层液体从下口放出，上层液体从上口倒出；不宜盛碱性液体
(a)  (b) 	(a) 布氏漏斗 (buchner funnel) (b) 吸滤瓶 (suction bottle)	用于减压过滤	注意防止倒吸
	干燥器 (desiccator)	用于贮存易吸湿的试剂	不可将太热的物体放入干燥器中；用于干燥的变色硅胶变粉红色后及时处理，可在 120° 烘干受潮的硅胶，待其变蓝后反复使用，直至破碎不能用于止
	研钵 (mortar)	用于研磨固体物质	小心使用，尽量不要敲击
	表面皿 (watch glass)	盖在蒸发皿或烧杯上，以免液体溅出或灰尘落入	不能用火直接加热
	铁架台 (iron stand) 铁环 (iron ring) 铁夹 (iron grip)	用于固定或放置反应容器，铁环有时还可以代替漏斗架使用	用铁架台及铁夹夹持仪器后，整套仪器的重心应落在铁架台底盘中部；夹持仪器不易太紧（可能夹破仪器）或太松（易脱落），以仪器不能转动为宜

续表

仪 器	名 称	用 途	注意事项
	洗瓶 (washing bottle)	用于盛放蒸馏水或去离子水的洗涤仪器	远离火源
	泥三角 (pipeclay triangle)	用于盛放加热的坩埚和小蒸发皿	灼烧的泥三角不要滴上冷水, 以免瓷管破裂; 选择泥三角时, 要使搁在上面的坩埚所露出的上部, 不超过本身高度的 1/3
	药勺 (spoon)	用于取固体样品	注意保持洁净
	石棉网 (asbestos wire gauze)	用于使加热容器受热均匀	要尽量避免与水接触, 减少腐蚀
	三脚架 (tripod)	用于放置较大或较重的加热容器, 多和石棉网一起使用	—
	试管刷 (test tube brush)	用于洗刷玻璃仪器	—

二、常用仪器的洗涤和干燥

1. 仪器的洗涤

化学实验中使用的玻璃器皿在使用前必须清洗干净, 以保证实验得到正确的结果。洗涤方法如下:

(1) 水洗和刷洗

① 振荡水洗: 在玻璃仪器内, 倒入约占总容积 1/3 的自来水, 稍用力振荡片刻, 倒掉。重复 2~3 次。

② 毛刷刷洗：用毛刷蘸少量去污粉、肥皂粉刷洗仪器（由外到里），每次刷洗用水不必太多。刷至仪器洁净后，用自来水冲洗干净。

③ 蒸馏水或去离子水漂洗：用自来水洗净的仪器，还需用蒸馏水（或去离子水）漂洗2~3次，洗净的仪器应透明、不挂水珠。

（2）玻璃仪器上化学物质的清洗

有时由于反应物质附着在仪器壁上，用毛刷也难于刷洗干净，应通过试剂相互作用把这些物质转化为可溶性物质洗去。例如：铁盐引起的黄色污染可加入稀盐酸或稀硝酸溶解片刻；使用高锰酸钾后的沾污可用草酸溶液洗去；粘在器壁上的二氧化锰可用浓盐酸处理；银镜反应黏附的银或有铜附着时，可加入硝酸后加热。

2. 仪器的干燥

① 倒置晾干：将洗净的仪器倒置在滴水架上任其滴水晾干。

② 热（冷）风吹干：如急需尽快干燥，可用电吹风或冷热风干燥器直接吹干。带有刻度的计量仪器 and 移液管、容量瓶等不能用高温加热的方法干燥，可用冷吹风。

③ 加热烘干：洗净的仪器可放在烘箱〔见图1-1（a）〕中烘干（控温105℃左右），放入烘箱前应尽量把水倒干。能加热的仪器如烧杯、蒸发皿等可置于石棉网上用小火烤干，容器外壁的水滴应先擦干。试管可直接用小火烤干，但必须试管口向下倾斜，防止水珠倒流炸裂试管，火焰不宜集中一个部位，应从底部开始，缓慢移至管口，并左右转动（试管口始终向斜下方），直至烘烤到无水珠，最后将试管口向上赶尽水汽。

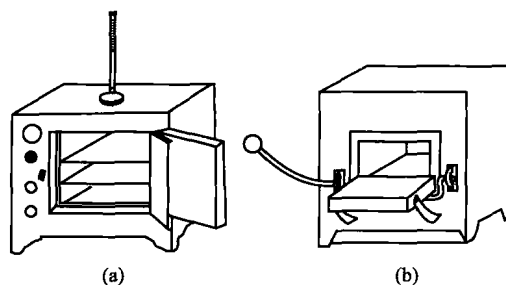


图1-1 电烘箱和马福炉

（a）电烘箱；（b）马福炉

三、加热方法

实验室内常用的加热器皿有烧杯、烧瓶、蒸发皿、试管等。这些器皿能承受一定的温度，但不能骤热或骤冷。因此，在加热前必须将器皿外壁的水擦干，开始加热时，应尽可能使用小火和弱火，加热后不能立即与潮湿物体接触。

（1）加热烧杯、烧瓶中的液体

在烧杯、烧瓶等玻璃仪器中加热液体时，玻璃仪器必须放在石棉网上，以防止受热不均而破裂。液体体积不超过烧杯容积的1/2，烧瓶的1/3。加热含较多沉淀的液体，或需蒸干时，应用蒸发皿。

（2）加热试管中液体

加热时用试管夹夹持试管上部，以手腕关节缓缓摇动。不要集中加热某一部分，并注意试管口不得对着人或有危险品的方向，液体量不超过试管容积的1/3。

（3）加热试管中的固体

加热试管中的固体时，必须使试管口稍向下倾斜，以免凝结的水珠倒流回灼热的试管底，而使试管炸裂。

（4）坩埚的加热