

大学基础化学实验丛书

无机化学 实验

Experiments in
Inorganic Chemistry

袁天佑 吴文伟 王清 编



华东理工大学出版社

EAST CHINA UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY PRESS

大学基础化学实验丛书

061-33
Y918

无机化学实验

Experiments in
Inorganic Chemistry

袁天佑 吴文伟 王清 编



华东理工大学出版社

EAST CHINA UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY PRESS

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/袁天佑 吴文伟 王 清 编. —上海:
华东理工大学出版社, 2005. 8

(大学基础化学实验丛书)

ISBN 7-5628-1723-5

I. 无... II. ①袁... ②吴... ③王... III. 无机化学
—化学实验—高等学校—教材 IV. O61-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2005)第 079542 号

大学基础化学实验丛书

无机化学实验

Experiments in Inorganic Chemistry

袁天佑 吴文伟 王 清 编

.....
策划编辑/文 浩

责任编辑/覃思晗

封面设计/王晓迪

责任校对/金慧娟

出版发行/华东理工大学出版社

地 址: 上海市梅陇路 130 号, 200237

电 话: (021) 64250306 (营销部)

传 真: (021) 64252707

网 址: www.hdlgpress.com.cn

印 刷/上海展强印刷有限公司

开 本/787×960 1/16

印 张/11.25

字 数/201 千字

版 次/2005 年 8 月第 1 版

印 次/2005 年 8 月第 1 次

印 数/1-6050 册

书 号/ISBN 7-5628-1723-5/O·141

定 价/18.50 元

内 容 提 要

本书参照教育部教学指导委员会“教学基本内容”的要求,依据我校历年来的实验教学实践,并参考了国内外理工科实验教材编写而成。全书共分 7 个部分:①无机化学实验的基本知识;②基本操作综合训练;③常数测定实验;④元素性质实验;⑤设计性实验;⑥综合性实验;⑦附录(收集和编写了一些实用而教材中不易汇集的内容,如某些试剂的配制、常见离子和化合物的颜色、常见物质的俗名和别名等)。本书共编入了 27 个实验,每一类实验都有选择的余地,可根据具体课时情况及需要选用。

本书可作为综合性大学化学、化工及相关专业的无机化学实验教材,也可供从事化学实验室工作或从事化学研究工作的人员参考。

序

广西大学化学实验中心组织编写的大学基础化学实验丛书,是一套由《无机化学实验》、《有机化学实验》、《分析化学实验》、《物理化学实验》组成的四大基础化学实验教材。它是广西大学化学化工学院化学系从事基础实验教学的教师,在实验教学经验积累的基础上,以使用多年的四大基础化学实验讲义为蓝本,经过修改与补充编写而成的。这套丛书中的综合实验融合了化学系教师科研成果的部分内容,因而颇具特色。

化学实验教学的改革在全国开展得如火如荼,改革的焦点在于通过实验提高学生的基本实验技能,培养学生的综合创新能力。基础化学实验正是培养学生基本实验技能的主要训练平台。

广西大学化学实验中心作为一个校级的公共基础实验平台,面对全校七个学院,为化学、化工、轻工、资源与环境、林学、农业科学、动物科学、生命科学、临床医学等多个学科专业的本科生开设基础化学实验。学生的人数多,面对的学科专业也多,在这种情况下通过四大基础化学实验完成基本实验技能的训练,颇具有挑战性,要牢牢地把握住实验技能训练的共性规律才能实现上述这一目的。该中心经过多年的教学实践,从容地应对了上述的挑战。现把精心策划和思考的四大基础化学实验讲义进行修改,编写成书作为系列实验教材进行出版。这不仅有利于该中心的实验教学,而且对其他兄弟院校的实验教学也有一定借鉴的意义。

选择一些编者所实践过的科研课题和研究方法,经过适当的简化,构成基础化学实验中的综合性实验,是一种值得提倡的做法。这是本套丛书的另一个特点。因为只有这样,才能使教学实验体系得到发展与更新,从而有利

■ 无机化学实验

于凸显实验基本方法和技能的重要性与现实性。

本套丛书的使用对象是多个学科专业的学生,在专业要求上既要兼顾化学与应用化学专业,又要兼顾其他专业,在强调与关注实验基本方法和技能之共性方面做得较好。相信本套丛书会受到广大师生的欢迎,取得预期的效果。



2005 年 8 月于康乐园

前言

无机化学实验的主要任务是通过实验教学,加深学生对无机化学基本理论和物质性质的理解,使学生掌握基础无机化学的基本实验方法和操作技能,培养学生严谨的科学态度、良好的分析问题与解决问题的能力。

本教材是为理科化学、工科化工和轻工类等各专业本科实验教学而编写的(打*的内容为选做实验),适应当前教学时数缩减而又倡导开设综合性、设计性实验以培养学生的动手能力和创新精神的形势。在所编写的实验中,我们有意识地安排了一些让学生通过独立思考、自行查阅资料、自行设计程序的实验项目,让学生能得到较多的训练和锻炼。

本教材主要依据我校历年来的实验教学实践,并参考了国内外理工科实验教材编写而成,部分实验还融会了本教研室教师们的研究成果。全书共编入 27 个实验,每个实验按 3~4 学时安排。在实验原理方面,基本操作实验和基本理论实验的实验原理按实验需要而写出;元素部分的实验原理则写得较为详细,比教材内容有所扩充,有利于学生通过实验进一步学习一些元素知识。在操作过程方面,基本操作实验和基本理论实验写得较详细;元素部分的实验操作过程则写得较简略。这样既保证让学生掌握基本理论和基本操作,又有助于培养学生独立进行实验操作的能力。附录中收集和编写了一些实用而教材中不易汇集的内容,有助于学生扩展知识面。

本教材主要由袁天佑、吴文伟和王清三位教师编写,谭承德、刘和清、江丽和李肖媛等教师也参与了部分内容的编写工作。在编写过程中,得到学校

■ 无机化学实验

各级领导的支持和许多教师的帮助,在讲义试用过程中还得到了无机化学实验室全体教师和实验人员的密切配合,在此深表谢意! 由于时间紧迫和编者水平有限,书中的缺点和错误在所难免,欢迎读者批评指正。

编者

2005 年 8 月

目 录

■ 第一章 无机化学实验的基本知识

第一节 无机化学实验的目的和学习方法	(1)
一、无机化学实验的目的	(1)
二、无机化学实验的学习方法	(1)
第二节 实验室工作规则	(2)
第三节 实验室中的安全操作和事故处理	(3)
一、安全守则	(3)
二、意外事故的紧急处理	(3)
三、常见废液的处理	(4)
第四节 无机化学实验中常用的仪器	(5)
第五节 无机化学实验的基本操作	(11)
一、玻璃仪器的洗涤和干燥	(11)
二、化学试剂的规格、存放及取用	(15)
三、加热装置	(19)
四、加热操作	(22)
五、称量仪器的使用	(26)
六、量筒、移液管、容量瓶和滴定管的使用	(31)
七、溶液和沉淀的分离	(36)
八、试纸与滤纸的使用	(40)
九、气体的制备、净化和干燥	(41)
十、pHS-3C 型数字 pH 计的使用	(45)
十一、722 型光栅分光光度计的使用	(48)
十二、DDS-11A 型电导率仪的使用	(50)
十三、水银气压计的使用	(52)
第六节 化学计算中的有效数字	(53)

无机化学实验

一、有效数字的概念	(53)
二、有效数字的运算规则	(54)
第七节 实验数据处理简介	(55)
一、误差的概念	(55)
二、作图方法简介	(57)
三、数据记录	(58)

第二章 基本操作综合训练

实验一	氯化钠的提纯	(59)
实验二	硫酸亚铁铵的制备	(62)
实验三	由胆矾精制五水硫酸铜	(64)
实验四	离子交换法制备纯水	(66)
实验五	分析天平的使用	(69)
实验六	三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备	(70)

第三章 常数测定实验

实验七	分光光度法测定碘酸铜溶度积常数	(72)
实验八	弱酸 pK 值的测定	(75)
实验九	置换法测定摩尔气体常数 R	(78)
实验十	分光光度法测定磺基水杨酸铜配合物的组成和稳定常数	(81)
实验十一	气体密度法测定二氧化碳的相对分子质量	(84)

第四章 元素性质实验

实验十二	电离平衡	(87)
实验十三	沉淀反应	(90)
实验十四	氧化还原反应	(93)
实验十五	配位化合物	(97)
实验十六	锂 钠 钾 镁 钙 锶 钡	(100)
实验十七	碳 硅 硼 氮 磷	(104)
实验十八	锡 铅 锑 铋	(110)
实验十九	氧 硫 氯 溴 碘	(115)
实验二十	铬 锰 铁 钴 镍	(122)
实验二十一	铜 银 锌 镉 汞	(130)

■ 第五章 设计性实验

实验二十二 混合负离子的分析	(137)
实验二十三 混合正离子的分离与鉴定	(138)
实验二十四 从废定影液中回收金属银	(139)
实验二十五 由软锰矿制备硫酸锰	(141)

■ 第六章 综合性实验

实验二十六 硫代硫酸钠的制备	(144)
实验二十七 由粗铋直接制备高纯氧化铋	(146)

■ 附 录

附录 I 某些试剂的配制	(152)
附录 II 常见沉淀物的 pH 值	(154)
附录 III 常见离子和化合物的颜色	(156)
附录 IV 常见物质的俗名和别名	(163)

■ 参考文献	(168)
--------------	-------

第一章

无机化学实验的基本知识

第一节 无机化学实验的目的和学习方法

一、无机化学实验的目的

无机化学实验是学习无机化学的重要环节,通过实验可以巩固和扩大课堂上所获得的知识,掌握基本的操作技能,培养独立工作和分析问题、解决问题的能力,并养成良好的工作作风,为学习后续课程、参加实际工作和开展科学研究打下良好基础。

二、无机化学实验的学习方法

要达到实验目的,须有正确的学习态度和学习方法。主要应抓住以下三个环节:

1. 认真预习

- (1) 认真阅读实验教材和教科书中的有关内容。
- (2) 明确实验的目的,弄清实验原理。
- (3) 了解实验的内容、步骤、操作过程和实验时应当注意的问题。
- (4) 写出预习报告(内容包括简要的原理、步骤、做好实验的关键、应注意的安全问题等)。

2. 做好实验

- (1) 严格遵守实验室工作规则,实验过程中保持安静。
- (2) 按照实验讲义进行实验,认真操作,细心观察,如实记录实验现象。
- (3) 当实验现象出现异常时,要认真检查其原因,并细心地重做实验。
- (4) 当遇到自己无法解决的疑难问题时,向指导教师请教。

3. 写好实验报告

实验结束后要及时写好实验报告。根据不同的实验内容,选用不同的实验报告格式。实验报告的内容大致包括:

- (1) 实验目的、实验内容。
- (2) 实验记录。包括实验现象、原始数据。
- (3) 实验结果。包括对实验现象进行分析和解释,对原始数据进行处理,在元素实验中应写出相关反应的化学方程式,对实验结果进行讨论。
- (4) 对实验中发现的问题提出自己的见解,对实验内容和方法提出改进意见。

第二节 实验室工作规则

1. 实验时应保持安静,不得大声喧哗,不得随意走动。
2. 集中精力,认真操作,仔细观察各种现象,如实做好记录。
3. 爱护国家财物,小心使用仪器和实验室设备,注意节约水、电。
4. 实验台上的仪器、试剂瓶等应整齐地摆放在一定的位置上,注意保持台面的整洁。
5. 使用药品时应注意下列几点:
 - (1) 药品应按规定量取用,如果书中未规定用量,应注意节约使用。
 - (2) 取用固体药品时,注意不要撒落在实验台上。
 - (3) 药品自瓶中取出后,不能再倒回原瓶中,以免带入杂质而引起瓶中药品变质。
 - (4) 试剂瓶用过,应立即盖上塞子,并放回原处,以免和其他瓶上的塞子搞错,混入杂质。
 - (5) 同一滴管在未洗净时,不得在不同的试剂瓶中吸取溶液。
 - (6) 凡实验用过又规定要回收的药品,应倒入指定的回收瓶中。
 - (7) 未经教师同意,不得使用试剂进行讲义以外的实验。
6. 使用精密仪器时,必须严格按照操作规程进行操作,细心谨慎,避免损坏仪器。如发现仪器有故障,应立即停止使用,报告指导教师,及时排除故障。
7. 实验后,废纸、火柴梗和碎玻璃等应倒入垃圾箱内,酸性废液、毒性较大的废液应倒入废液缸内,严禁倒入水槽,以防堵塞或锈蚀下水管道或造成环境污染。
8. 实验后,应将仪器洗刷干净,放回规定位置,并将实验台整理清洁。
9. 值日生要认真打扫和整理实验室,检查水、电、门、窗是否关好,以保持实验室的整洁和安全。

第三节 实验室中的安全操作和事故处理

一、安全守则

1. 一切易燃、易爆物质的操作都要在离火较远的地方进行。
2. 一切有毒的或有恶臭的物质的实验,都应在通风橱中进行。
3. 不用湿的手、物接触电源。点燃的火柴用后应立即熄灭,不得乱扔。
4. 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。
5. 在闻瓶中气体的气味时,鼻子不能直接对着瓶口(或管口),而应用手轻轻扇动少量气体进行嗅闻。
6. 稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢注入水中,并不断搅拌,切勿将水注入浓硫酸中。
7. 不得随意混合各种化学药品,以免发生意外事故。
8. 禁止在实验室内饮、食、抽烟,防止有毒药品(如铬盐、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞及汞的化合物、氰化物等)进入口内或接触伤口。
9. 强氧化剂(如氯酸钾、硝酸钾、高锰酸钾等)或其混合物不能研磨,以防引起爆炸。银氨溶液不能留存,因久置后会析出黑色的氮化银沉淀,极易爆炸。
10. 每次实验后,应把手洗干净后才离开实验室。

二、意外事故的紧急处理

1. 割伤:伤口内若有异物,须先挑出,然后涂上碘酒或贴上“创可贴”包扎,必要时送医院治疗。
2. 烫伤:切勿用水冲洗。可在烫伤处涂上烫伤膏或万花油。
3. 受强酸腐蚀:立即用大量水冲洗,再用饱和碳酸氢钠或稀氨水冲洗。
4. 受浓碱腐蚀:立即用大量水冲洗,再用3%~5%醋酸或硼酸饱和溶液冲洗,最后再用水冲洗。
5. 酸(或碱)溅入眼内,应立即用大量水冲洗,再用3%~5%碳酸氢钠溶液(或3%硼酸溶液)冲洗,然后立即到医院治疗。
6. 火灾:要立即灭火,并采取措施防止火势扩展(如切断电源,移走易燃药品等)。灭火的方法可根据起火原因选择合适的方法:

(1) 一般的起火:小火用湿布、砂子覆盖燃烧物即可灭火;大火可以用水、泡沫灭火器、二氧化碳灭火器灭火。

(2) 活泼金属如 Na、K、Mg、Al 等引起的着火,不能用水、泡沫灭火器、二氧化碳灭火器灭火,只能用砂土、干粉灭火器灭火;有机溶剂着火,切勿使用水、泡沫灭火器灭火,而应该用二氧化碳灭火器、专用防火布、砂土、干粉灭火器等灭火。

(3) 电器着火:首先关闭电源,再用防火布、干粉、砂土等灭火,不可用水、泡沫灭火器灭火,以免触电。

(4) 当身上衣服着火时,切勿惊慌乱跑,应赶快脱下衣服或用专用防火布覆盖着火处,或就地卧倒打滚,也可起到灭火的作用。

7. 因吸入硫化氢气体而感到不适(头晕、胸闷、欲吐)时,应立即到室外呼吸新鲜空气。在吸入刺激性或有毒气体如氯气、氯化氢时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气解毒。

8. 遇毒物进入口时,可内服一杯含有 5~10 mL 稀硫酸铜溶液的温水,再用手指伸入咽喉部,促使呕吐,然后立即送医院治疗。

9. 若被磷火烧伤,应立即用纱布浸泡 5% 硫酸铜溶液敷在伤处 30 min,除去磷的毒害后,再按一般烧伤的治理方法处置。

10. 触电:立即切断电源。必要时进行人工呼吸,找医生抢救。

三、常见废液的处理

1. 废酸液:用塑料桶承接酸度较大的废水,加碱调节 pH 至 6~8 后就可排出(若有沉渣,则应先清除,以防堵塞下水道)。

2. 废铬酸洗液:可用高锰酸钾氧化法使其再生,继续使用。氧化方法是:先在 110~130 °C 不断搅拌加热浓缩,除去水分后,冷却至室温,然后缓慢加入高锰酸钾粉末。加入量为每 1000 mL 加 10 g 左右,直至溶液呈深褐色或微紫色,边加边搅拌。然后直接加热至刚有三氧化铬出现,停止加热。稍冷,通过玻璃砂芯漏斗过滤,除去沉淀;冷却后析出红色三氧化铬沉淀,再加适量硫酸使其溶解即可使用。少量的废洗液可加入废碱液或石灰使其生成氢氧化铬(Ⅲ)沉淀,将此废渣埋入地下。

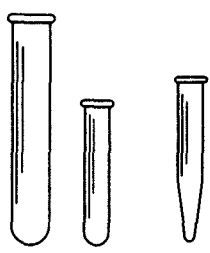
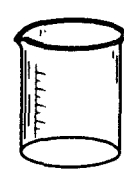
3. 含氰废液:氰化物属于剧毒物质,含氰废液必须经过认真处理后才能排放。少量的含氰废液可先加氢氧化钠调至 $\text{pH} > 10$,再加入几克高锰酸钾使 CN^- 氧化分解。量大的含氰废液可用碱性氯化法处理。先用碱调至 $\text{pH} > 10$,再加入漂白粉(或次氯酸钠)使 CN^- 氧化成氰酸盐,并进一步分解为二氧化碳和氮气。

4. 含汞废液:先调 pH 至 8~10 后,加适当过量的硫化钠使之生成硫化汞沉淀,并加硫酸亚铁使过量的 S^{2-} 生成硫化亚铁沉淀,从而吸附硫化汞共沉淀下来(清液含汞量可降至 $0.02 \text{ mL} \cdot \text{L}^{-1}$ 以下)。静置并让沉淀物沉降后,清液排放,少量沉渣埋于地下,若有大量沉渣可用焙烧法回收汞,但要在通风橱中进行。

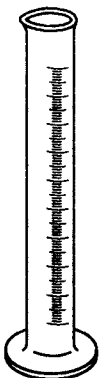
5. 含重金属离子的废液:最有效和最经济的处理方法是,加碱或加硫化钠把重金属离子变为难溶性的氢氧化物或硫化物沉淀,过滤分离,清液排放,残渣掩埋。

第四节 无机化学实验中常用的仪器

表 1-1 常用的仪器简表

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 试管 离心试管	试管以外径×长度 (单位:mm×mm)表示 离心试管以容积(单 位:mL)表示	用作少量试液的反 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	加热后不能骤冷,以 防试管破裂 盛试液不超过试管 的 $1/3 \sim 1/2$ 离心试管不能直接 加热
 烧杯	以容积(单位:mL) 表示	用于盛放试剂或用 作反应容器	加热时应放在石棉 网上
 锥形瓶	以容积(单位:mL) 表示	反应容器。振荡方 便,常用于滴定操作	加热时应放在石棉 网上

续表

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 滴瓶	以容积(单位: mL)表示	用于盛放试液或溶液	滴管不能互换, 不能长期盛放浓碱液
 量筒	以容积(单位: mL)表示	用于量取一定体积的溶液	不能受热
 称量瓶	以外径 $\times$ 高(单位: mm $\times$ mm)表示	用于准确称取固体	不能受热, 瓶塞不能互换
 表面皿	以口径(单位: mm)表示	盖在烧杯上	不得用火加热
 蒸发皿	以口径(单位: mm)或容积(单位: mL)表示	用于蒸发液体或溶液	瓷制蒸发皿加热后不能骤冷