

高等学校教材

无机化学实验

(第二版)

华东化工学院无机化学教研组 编



人民教育出版社

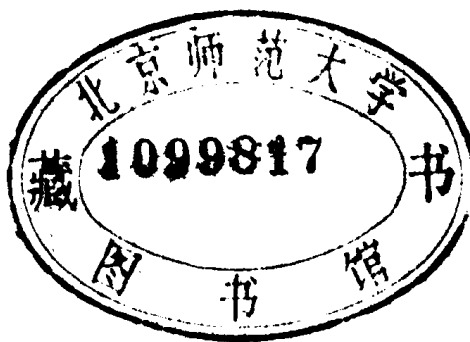
高等学校教材

无机化学实验

(第二版)

华东化工学院无机化学教研组 编

101/50/27



人民教育出版社

高等学校教材
无机化学实验
(第二版)

华东化工学院无机化学教研组 编

*

人民教育出版社出版
新华书店北京发行所发行
上海中华印刷厂印装

开本 787×1092 1/16 印张 9.5 字数 215,000

1979年2月第1版 1982年12月第2版

1983年4月第5次印刷

印数 123,001—146,500

书号 13012·0278 定价 0.75元

第二版前言

本书第一版自 1979 年 2 月出版,已经试用三年。根据全国许多高等工业学校在试用过程中所提出的宝贵意见,参照 1980 年 5 月在上海举行的高等学校工科化学教材编审委员会扩大会议审订的《无机化学教学大纲》以及 1982 年 6 月在安徽芜湖召开的工科化学教材编审委员会普通化学和无机化学编审小组审定的《高等工业学校无机化学教学大纲补充说明》的精神,并注意了有利于学生积极思考,提高学生应用理论知识解决实际问题的能力,对第一版的实验内容作了适当的修订和增删。主要有:(1)增加了无机制备和基本操作训练的实验;(2)充实了无机反应在离子分离和鉴定方面的应用,补充了一些思考性实验内容;(3)改变了某些常数测定的实验;(4)纠正了已经发现的错误,修改和补充了某些实验现象不够明显的内容。

在使用第二版时,可根据 1982 年 6 月安徽芜湖会议审定的《无机化学教学大纲补充说明》的建议,选做 18~20 个实验。

本书第二版由杨炳良副教授主编,陈培德参加编写。

本书由华南工学院无机化学教研室林养素、吴天才、黎洁銮、李彩英审稿,经龙惕吾教授复审,同意作为高等学校教材出版。

限于编者水平,错误和缺点仍所难免,敬希读者继续批评指正。

华东化工学院无机化学教研组

1982 年 7 月

编写说明

工科院校化工类《无机化学实验》试用教材是根据 1977 年 11 月高等学校工科化学教材编写会议制订的《无机化学》教材编写大纲(初稿)的要求编写的。1978 年 9 月在上海召开了实验选材审编会议。华南工学院、大连工学院、成都工学院、天津大学、清华大学、浙江大学、合肥工业大学、上海纺织工学院、南京化工学院、北京化工学院、上海化工学院和上海化工学院四川分院等十二所院校参加了会议。会议决定,以上海化工学院的无机化学实验讲义为基础,结合大连工学院的无机化学实验讲义并选用其他兄弟院校的某些实验,由上海化工学院负责编写。华南工学院负责审阅。

本实验教材在编写过程中注意了以下几点:

1. 密切配合大连工学院无机化学教研室编写的《无机化学》教材,以利于理论与实际的联系。
2. 加强基本操作的训练。通过元素化合物以及无机制备等实验,使学生能正确地熟练掌握无机化学实验中最基本的实验操作技能(如试管反应、加热、过滤、蒸发等)。
3. 为了培养学生独立工作和思考的能力。在实验教材中,安排了数据的处理和曲线绘制等科学方法的内容,并由学生自己设计一些具有思考性的实验。
4. 为了加深对所学理论的理解,实验内容中,编入了某些测定常数的实验以及使用某些重要的常规仪器,如分析天平、酸度计、电导率仪、光电比色计、72 型分光光度计等,并在不同的实验中,适当重复使用这些仪器,从而进一步提高学生的实验操作技能。
5. 贯彻少而精的原则。每个实验的内容尽量能使学生在 2 学时内完成。同时列入了一些标有星号(*)的实验内容,供各校根据具体情况选做。
6. 结合目前国内中学化学的基础以及各大专院校现有仪器和设备条件的具体情况,实验内容具有较广泛的适应性。书中共编入了三十一个实验,各校可根据具体情况选做二十个,其中无机制备实验的内容,不宜少于二个。

本实验教材由杨炳良同志主编,蔡光缵和陈培德同志协助编写。南京化工学院、浙江大学、上海纺织工学院和华南工学院协助复做。最后经华南工学院龙惕吾教授主审,张兴泰、范琼嘉同志参加审定。

由于编写时间仓促,限于编者水平,错误缺点在所难免,敬希读者批评指正。

上海化工学院无机化学教研组

1978 年 12 月

目 录

无机化学实验的目的和学习方法	1
实验室工作规则	6
实验室工作中的安全操作	7
实验室中意外事故的处理	8
无机化学实验中的基本仪器	9
无机化学实验的基本操作	10
一、煤气灯的使用法	10
二、酒精灯、酒精喷灯的使用法	10
三、玻璃仪器的洗涤	11
四、加热方法	12
五、试剂的取用法	12
六、沉淀的分离和洗涤	13
七、量筒和容量瓶的使用法	16
八、台秤的使用法	17
九、石蕊试纸和 pH 试纸的使用法	18
化学计算中的有效数字	19
实验一 煤气灯的使用和玻璃操作	21
实验二 天平的使用	24
实验三 二氧化碳分子量的测定	29
实验四 气体常数的测定	32
实验五 化学反应热效应的测定	35
实验六 化学反应速度和化学平衡	38
实验七 化学平衡常数的测定(比色法)	41
实验八 电离平衡	47
实验九 沉淀反应	51
实验十 酸碱滴定	54
实验十一 弱酸电离常数的测定	59
一、pH 法测定醋酸的电离常数	59
(一) 滴定曲线法	59
(二) pH 值测定法	61
二、电导率法测定醋酸的电离常数	63
实验十二 硫酸钙溶度积的测定(离子交换法)	67

实验十三	氧化还原反应	70
实验十四	氯、溴、碘的化合物	73
实验十五	硫的化合物	76
实验十六	氮和磷	79
实验十七	锡、铅、铋、铊	82
实验十八	配位化合物	85
实验十九	钛和钒	88
实验二十	铬和锰	91
实验二十一	铁、钴、镍	95
实验二十二	铜、银	98
实验二十三	锌、镉、汞	101
实验二十四	氯化钠的提纯	104
实验二十五	硫酸铜的提纯	106
实验二十六	硫酸亚铁铵的制备	108
实验二十七	去离子水的制备(离子交换法)	110
实验二十八	二氧化铅的制备	113
实验二十九	锌钡白的制备	115
实验三十	铬酸铅(铬黄颜料)的制备	118
实验三十一	高锰酸钾的制备	120
实验三十二	分子筛的合成	122
实验三十三	铁氧体法处理含铬废水	126
实验三十四	从废钒催化剂中提取五氧化二钒	128
实验三十五	从“烂板液”中回收锌	130
实验三十六	从硼镁泥提取七水硫酸镁	132
附录 I	一些元素的原子量表	134
附录 II	在不同温度下饱和水蒸气的压力	135
附录 III	弱电解质的电离常数	136
附录 IV	难溶电解质的溶度积	137
附录 V	常见阳离子与一些试剂的反应	138
附录 VI	常见离子鉴定方法汇总表	140
附录 VII	某些试剂的配制	141
附录 VIII	四位对数表	143

无机化学实验的目的和学习方法

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中所获得的知识,为理论联系实际提供了具体的条件。

通过实验,可以培养学生正确地掌握实验操作的基本技术,正确地使用常用仪器,获得准确的实验数据和结果。

通过实验,可以培养学生独立工作和思考的能力。例如,独立地准备和进行实验,细致地观察和记录现象,从而作出科学的结论。

通过实验,还可以培养学生具有实事求是的科学态度,准确、细致、整洁等良好的习惯,培养学生逐步地掌握科学研究的方法。

无机化学实验的学习方法

要达到实验的目的,必须有正确的学习态度和学习方法。无机化学实验的学习方法,大致可分为下列三个步骤:

1. 预习

为了使实验能够获得良好的效果,实验前必须进行预习。预习应达到下列要求:

- (1) 阅读实验教材和教科书中的有关内容;
- (2) 明确实验的目的;
- (3) 了解实验的内容、步骤、操作过程和实验时应当注意的地方;
- (4) 认真思考实验前应准备的问题。

2. 实验

根据实验教材上所规定的方法、步骤和试剂用量来进行操作,并应该做到下列几点:

- (1) 认真操作,细心观察,并把观察到的现象,如实地详细记录在实验报告中。
- (2) 如果发现实验现象和理论不符合,应认真检查其原因,并细心地重做实验。
- (3) 实验中遇到疑难问题而自己难以解释时,可提请教师解答。
- (4) 在实验过程中应该保持肃静,严格遵守实验室工作规则。

3. 实验报告

做完实验后,应解释实验现象,并作出结论,或根据实验数据进行计算,完成实验报告,交指导教师审阅。

实验报告应该写得简明扼要,整齐洁净。

实验报告一般应包括下列三个部分:

- (1) 实验步骤 尽量用简图、表格、化学式、符号等表示。
- (2) 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。
- (3) 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。

下面举出的是四种不同类型的实验报告格式, 供参考。

无机化学实验报告

二氧化碳分子量的测定

班级

姓名

日期

一、实验目的

二、数据记录

装满空气的锥形瓶连塞子的质量

$W_1 =$

装满 CO_2 的锥形瓶连塞子的质量

第一次

$W_{2(1)} =$

第二次

$W_{2(2)} =$

第三次

$W_{2(3)} =$

装满水的锥形瓶连塞子的质量

$W_3 =$

锥形瓶的容积

$$V = \frac{W_3 - W_1}{1}$$

$V =$

实验时的室温

$t =$

实验时的大气压

$p =$

三、实验结果

1. 数据计算

(1) 锥形瓶内空气重 ($W_{\text{空气}}$)

$$W_{\text{空气}} = \frac{pVM_{\text{空气}}}{RT} =$$

(2) 空瓶(连塞子)重 ($W_{\text{瓶}}$)

$$W_{\text{瓶}} = W_1 - W_{\text{空气}} =$$

(3) 锥形瓶中 CO_2 的质量 (W_{CO_2})

$$W_{\text{CO}_2} = W_2 - W_{\text{瓶}} =$$

(4) 二氧化碳对空气的相对密度 ($D_{\text{空气}}$)

$$D_{\text{空气}} = \frac{W_{\text{CO}_2}}{W_{\text{空气}}} =$$

(5) 二氧化碳的分子量

$$M_{\text{CO}_2} = 29.0 D_{\text{空气}} =$$

2. 百分误差计算和讨论

$$\text{百分误差} = -\frac{|M_{\text{理论值}} - M_{\text{CO}_2}|}{M_{\text{理论值}}} \times 100\% =$$

造成此误差的主要原因可能是:

无机化学实验报告

电 离 平 衡

班级

姓名

日期

一、实验目的

二、实验内容

1. 同离子效应

(1) 步骤 2 ml 0.1 M 氨水 + 酚酞 + NH_4Ac (固)

现象

解释

(2) 步骤

现象

解释

2. 盐类的水解和影响盐类水解的因素

(1) 0.1 M NaCl

实验 pH 值 =

计算 pH 值 =

0.1 M NaAc

实验 pH 值 =

计算 pH 值 =

0.1 M NH_4Cl

实验 pH 值 =

计算 pH 值 =

(2) 温度对水解的影响。

步骤 2 ml 1 M NaAc + 酚酞 $\xrightarrow{\Delta}$

现象

解释

(3) 溶液酸度对水解的影响

步骤

现象

方程式和解释

3. 能水解的盐类间的相互反应

(1) 现象

方程式

(2) 现象

方程式

(3) 现象

方程式

4. 缓冲溶液的配制及其 pH 值的测定

编号	溶 液 配 方	pH 计算值	pH 测定值
1	25 ml 1 M 氨水 + 25 ml 0.1 M NH_4Cl		
2	25 ml 0.1 M HAc + 25 ml 1 M NaAc		
3	25 ml 1 M HAc + 25 ml 0.1 M NaAc		
4	25 ml 0.1 M HAc + 25 ml 0.1 M NaAc		

5. 缓冲溶液的缓冲性能

编 号	4 溶 液 中	pH 计 算 值	pH 测 定 值
(1)	加入 10 滴 0.1 M HCl		
(2)	再加入 20 滴 0.1 M NaOH		

结论

无机化学实验报告

氯、溴、碘的化合物

班级

姓名

日期

实验目的

1. 比较卤化氢的还原性。
2. 了解氯的含氧酸及其盐的性质。
3. 了解卤素离子的鉴定法。

实验内容、步骤	现象记录	解释和结论
1. 卤化氢还原性的比较 (1) 几粒 NaCl 晶体 + 数滴浓 H_2SO_4, 加热。 分别用 pH 试纸、KI-淀粉试纸、$\text{Pb}(\text{Ac})_2$ 试纸在管口检验产生的气体。 (2) 几粒 NaBr 晶体 + 数滴浓 H_2SO_4, 微热。 分别用 pH 试纸、KI-淀粉试纸、$\text{Pb}(\text{Ac})_2$ 试纸在管口检验产生的气体。 (3) 几粒 NaI 晶体 + 数滴浓 H_2SO_4, 微热。 分别用 pH 试纸、KI-淀粉试纸、$\text{Pb}(\text{Ac})_2$ 试纸在管口检验产生的气体。	产生无色气体。 pH 试纸呈强酸性。 KI-淀粉试纸没有立即变蓝。 $\text{Pb}(\text{Ac})_2$ 试纸略有白色混浊。 反应逸出红棕色气体。 pH 试纸呈酸性。 KI-淀粉试纸立即变蓝。 $\text{Pb}(\text{Ac})_2$ 无明显变化。 产生紫红色气体。 pH 试纸显酸性。 KI-淀粉试纸变蓝。 $\text{Pb}(\text{Ac})_2$ 试纸变黑。	反应产生的气体是 HCl。 HCl 还原性弱, 不能被浓 H_2SO_4 氧化。 $\text{NaCl} + \text{H}_2\text{SO}_4(\text{浓}) \xrightarrow{\Delta} \text{NaHSO}_4 + \text{HCl}\uparrow$ 红棕色气体是 Br_2。 HBr 可被浓 H_2SO_4 氧化成 Br_2。 $\text{NaBr} + \text{H}_2\text{SO}_4(\text{浓}) \xrightarrow{\Delta} \text{NaHSO}_4 + \text{HBr}$ $2\text{HBr} + \text{H}_2\text{SO}_4(\text{浓}) = \text{SO}_2\uparrow + \text{Br}_2\uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$ $\text{Br}_2 + 2\text{KI} = \text{I}_2 + 2\text{KBr}$ 紫红色气体为 I_2。 HI 有较强的还原性, 可使浓 H_2SO_4 还原并放出 $\text{H}_2\text{S}\uparrow$。 $\text{NaI} + \text{H}_2\text{SO}_4(\text{浓}) = \text{NaHSO}_4 + \text{HI}$ $8\text{HI} + \text{H}_2\text{SO}_4(\text{浓}) = \text{H}_2\text{S}\uparrow + 4\text{I}_2 + 4\text{H}_2\text{O}$ $\text{H}_2\text{S} + \text{Pb}(\text{Ac})_2 = \text{PbS}\downarrow(\text{黑色}) + 2\text{HAc}$ 实验 1 证明卤化氢还原性的强弱次序为: $\text{HI} > \text{HBr} > \text{HCl}$
2. 次氯酸盐的氧化性 2ml 氯水中逐滴加 2 M NaOH 至碱性(用 pH 试纸检查), 溶液分成三试管。 试管 1 + 2 M HCl。 试管 2 + KI 溶液和淀粉溶液。 试管 3 + 数滴品红溶液。	pH 试纸呈碱性。 产生的气体使 KI-淀粉试纸变蓝。 溶液变蓝。 品红褪成无色。	$2\text{NaOH} + \text{Cl}_2 = \text{NaClO} + \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$ 酸性溶液中 NaClO 氧化 Cl^- 产生 $\text{Cl}_2\uparrow$。 $\text{NaClO} + 2\text{HCl} = \text{NaCl} + \text{Cl}_2\uparrow + \text{H}_2\text{O}$ $\text{NaClO} + 2\text{KI} + \text{H}_2\text{O} = \text{NaCl} + \text{I}_2 + 2\text{KOH}$ NaClO 有漂白性。

无机化学实验报告

氯化钠的提纯

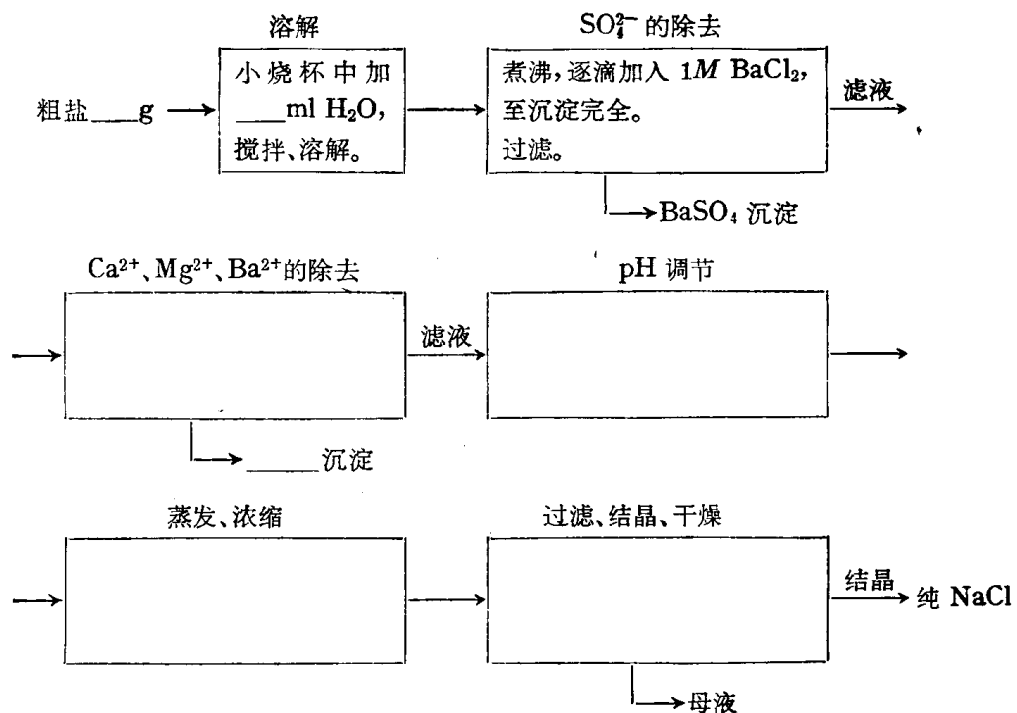
班级

姓名

日期

一、实验目的

二、提纯步骤



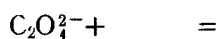
纯 NaCl 结晶重 ___ g

纯 NaCl 产率=

三、产品纯度检验

检 验 方 法	现象(粗盐溶液)	现象(精盐溶液)
加 BaCl ₂ 溶液		
加 (NH ₄) ₂ C ₂ O ₄ 溶液		
加 NaOH+ 镁试剂		

离子方程式



四、讨论

(根据产率、纯度和本人在操作中遇到的问题简单谈谈实验后的体会。)

实验室工作规则

1. 遵守纪律,保持肃静,集中思想,认真操作。
2. 仔细观察各种现象,并如实地详细记录在实验报告中。
3. 实验后,废纸、火柴梗和废液等应倒在废物缸内,严禁倒入水槽内,以防水槽淤塞和腐蚀;碎玻璃应放在废玻璃箱内回收。
4. 爱护国家财物,小心使用仪器和实验室设备,注意节约水、电和煤气。
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,尽量少用。
 - (2) 取用固体药品时,注意勿使其撒落在实验台上。
 - (3) 药品自瓶中取出后,不应倒回原瓶中,以免带入杂质而引起瓶中药品变质。
 - (4) 试剂瓶用过后,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,不应在不同的试剂瓶中吸取溶液。
 - (6) 实验教材中规定在实验做过后要回收的药品,都应倒入回收瓶中。
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,避免粗枝大叶而损坏仪器。如发现仪器有故障,应即停止使用,报告指导教师,及时排除故障。
7. 实验后,应将仪器洗刷干净,放回规定的位置,把实验台用抹布揩净。最后检查煤气龙头和水龙头是否关紧。

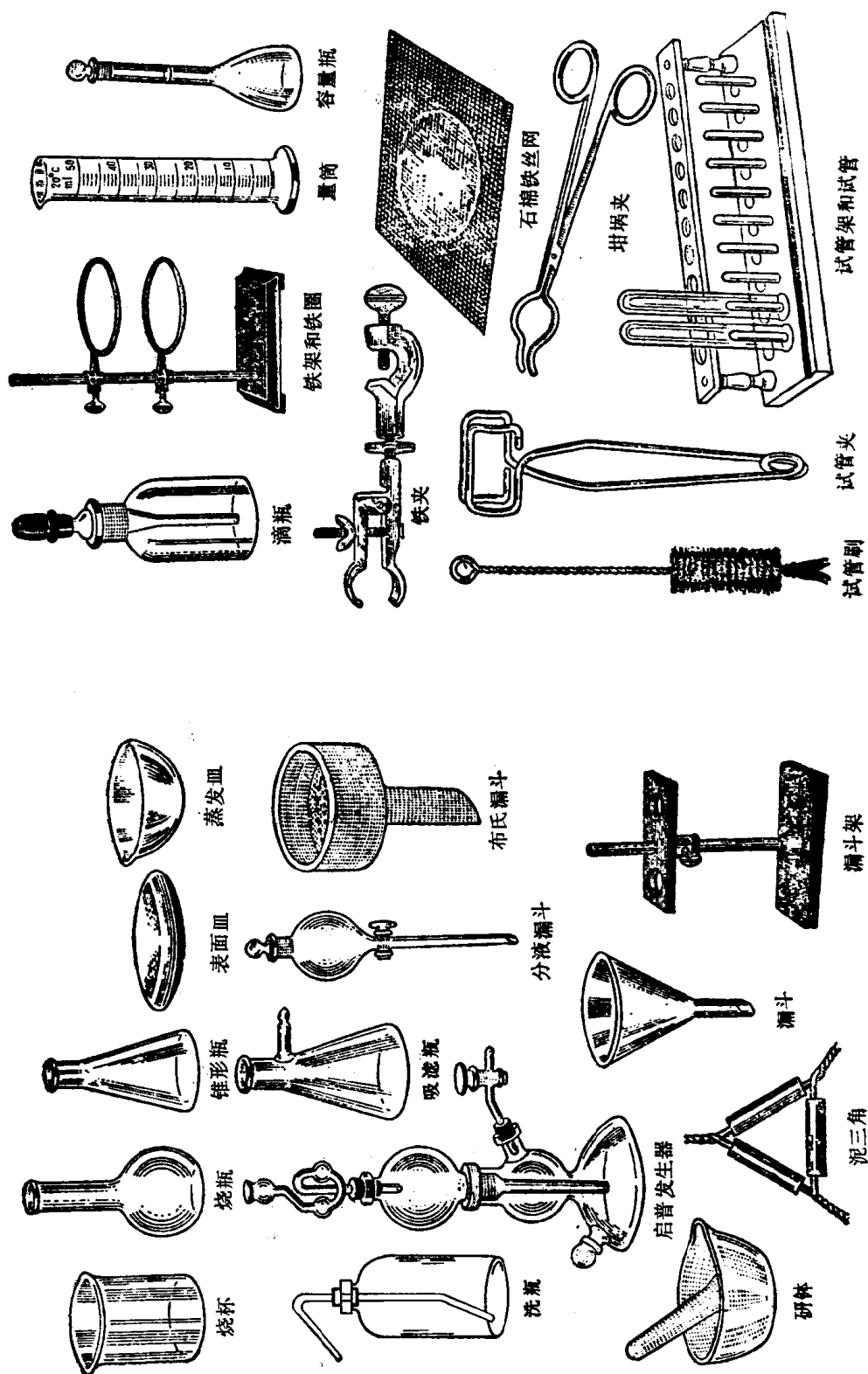
实验室工作中的安全操作

1. 一切有毒的或有恶臭的物质的实验,都应在通风橱中进行。
2. 一切易挥发的和易燃的物质的实验,都应在离火较远的地方进行,并应尽可能在通风橱中进行。
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. 在闻瓶中气体的气味时,鼻子不能直接对着瓶口(或管口),而应用手把少量气体轻轻扇向自己的鼻孔。
5. 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。

实验室中意外事故的处理

1. 烫伤: 可用高锰酸钾或苦味酸溶液揩洗灼伤处, 再搽上凡士林或烫伤油膏。
2. 受强酸腐伤: 应立即用大量水冲洗, 然后搽上碳酸氢钠油膏或凡士林。
3. 受浓碱腐伤: 应立即用大量水冲洗, 然后用柠檬酸或硼酸饱和溶液洗涤, 再搽上凡士林。
4. 割伤: 应立刻用药棉揩净伤口, 搽上龙胆紫药水, 再用纱布包扎。如果伤口较大, 应立即到医护室医治。
5. 火灾: 如因酒精、苯或醚等引起着火时, 应立即用湿布或沙土等扑灭; 如火势较大, 可使用 CCl_4 灭火器或 CO_2 泡沫灭火器, 但不可用水扑救, 因水能和某些化学药品(如金属钠)发生剧烈的反应而引起更大的火灾。如遇电气设备着火, 必须使用 CCl_4 灭火器, 绝对不可用水或 CO_2 泡沫灭火器。

无机化学实验中的基本仪器



无机化学实验的基本操作

一、煤气灯的使用法

实验室中如果备有煤气,在加热操作中,常用煤气灯。煤气由导管输送到实验台上,用橡皮管将煤气龙头和煤气灯相连。煤气中含有毒的物质(但是它的燃烧产物却是无害的),所以绝不可把煤气逸到室内。不用时,一定要注意把煤气龙头关紧。煤气有着特殊的气味,漏出时极易嗅出。

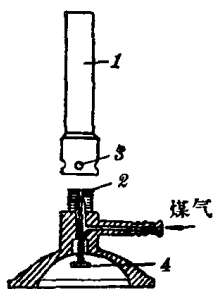


图 1 煤气灯的构造

观察煤气灯的构造时(图 1),可以转下管 1,这时可以看到灯座的煤气出口 2 和空气入口 3。转动管 1,能够完全关闭或不同程度地开放空气入口,以调节空气的输入量。灯座下有螺丝 4,可控制煤气的输入量。

当煤气完全燃烧时,生成不发光亮的无色火焰,可以得到最大的热量。但当空气不足时,煤气燃烧不完全,会析出碳质,生成光亮的黄色火焰。不发光亮的无色火焰(图 2),可以分为三个锥形的区域:内层 1,在这里空气和煤气进行混合,并未燃烧;中层 2,在这里煤气不完全燃烧,由于煤气的组成为含碳的产物,这部分的火焰具有还原性,称为“还原焰”;外层 3,在这里煤气完全燃烧,但由于含有过量空气,这部分火焰具有氧化性,称为“氧化焰”。

在煤气火焰中,各部分温度的高低,如图 2 所示。

如果点燃煤气时,空气入口开得太大,进入的空气太多,就会产生“侵入火焰”。此时煤气在管内燃烧,并发生“噓噓”的响声,火焰的颜色变成绿色,灯管被烧得很热。发生这种现象时,应该关上煤气,待灯管冷却后,再关小空气入口,重新点燃。(必须注意,在产生侵入火焰时,灯管很烫,切勿立刻用手去关小空气入口,以免烫伤)。

在一般情况下,加热试管中的液体时,温度不需很高,这时可将煤气灯上的空气入口和煤气龙头关小些;在石棉网上加热烧杯中的液体时,火焰温度可调得高些。

煤气量的大小,一般可以用煤气龙头来调节,也可用煤气灯下的螺丝来调节。

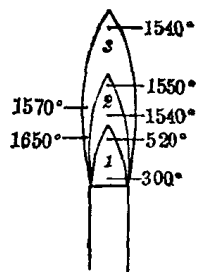


图 2

二、酒精灯、酒精喷灯的使用法

在没有煤气的实验室中,常使用酒精灯(图 3)或酒精喷灯(图 4)进行加热。

酒精灯的温度,通常可达 $400\sim 500^{\circ}\text{C}$;酒精喷灯通常可达 $700\sim 1000^{\circ}\text{C}$ 。

1. 酒精灯的使用法 酒精灯一般是玻璃制的,其灯罩带有磨口。不用时,必须将灯罩罩