

# 无机化学实验

青岛海洋大学  
山东轻工业学院

青岛化工学院  
山东建材学院

合编

青岛海洋大学出版社

Wujishixiyan

# 无机化学实验

青岛海洋大学 青岛化工学院  
山东轻工业学院 山东建材学院

## 无机化学实验

青岛海洋大学 青岛化工学院  
山东轻工业学院 山东建材学院

\*

青岛海洋大学出版社出版发行

(青岛市鱼山路5号)

邮政编码:266003

新华书店经销

青岛新华印刷厂印刷

\*

1991年8月第1版 1993年5月第2次印刷

32开(850×1168毫米) 8.375印张 210千字

印数 5500-11000

ISBN 7-81026-039-1/O·18

定价:4.10元

## 编 者 的 话

本书是在总结青岛海洋大学、青岛化工学院、山东轻工业学院、山东建材学院实验教学经验的基础上，参照一些兄弟院校的实验教材编写而成的。主要目的是希望在有限的教学时数内（40~60学时）更好地完成无机化学实验独立设课后所应达到的基本要求。总实验数不多，但遵循了加强基础、突出重点、培养能力的原则。第四部分的制备实验，大都是各校提供的自编实验。本书可作为工科院校化工、冶金、环保、轻工、建材等各专业无机、普化实验教材，也可以供电大、函大、夜大及各类进修班、培训班使用。

参加本书编写的有青岛海洋大学宋其亮、赵鸣、于志刚，青岛化工学院麻孙华、傅洵、胡正水，山东轻工业学院张久愷、刘世修、刘耘，山东建材学院胡云霞、林璞、范玉华。由青岛化工学院傅洵、麻孙华、胡正水负责统稿，青岛海洋大学于志刚参加了部分统稿工作。某些实验后附的计算机程序由青岛化工学院傅有君编写。全部书稿经山东大学化学系沈静兰教授审阅并提出宝贵意见。本书在编写过程中还得到山东化学化工学会无机化学专业委员会的热情鼓励和支持，在此一并致谢。

由于编者的水平和时间所限，书中疏误之处难免，敬请读者批评指正。

编 者

1991年3月于青岛

# 目 录

## 编者的话

## 绪 论

- I、无机化学实验的目的和任务..... (1)
- II、无机化学实验课的学习方法..... (1)
- III、实验室工作规则..... (8)
- IV、实验室安全知识..... (9)

## 第一部分 基本操作实验

- I. 无机化学实验的基本操作综述 ..... (11)
  - 一、玻璃仪器的洗涤 ..... (11)
  - 二、干燥 ..... (14)
  - 三、加热 ..... (16)
  - 四、试剂与试剂的取用 ..... (21)
  - 五、液体体积的量度与溶液的配制 ..... (24)
  - 六、蒸发、结晶与固液分离操作 ..... (32)
  - 七、气体的发生、净化、干燥与收集 ..... (36)
  - 八、用试纸检测溶液及气体的性质 ..... (41)
- II. 误差和有效数字 ..... (41)
  - 一、误差 ..... (41)
  - 二、有效数字 ..... (44)
- III. 实 验 ..... (46)
  - 实验一 简单玻璃工操作 ..... (46)
  - 实验二 分析天平的使用 ..... (56)

实验三	酸碱滴定 .....	(65)
实验四	粗食盐的提纯 .....	(69)

## 第二部分 基本原理验证与特征常数测定

I. 综述 .....	(72)
一、实验设计的基本方法 .....	(73)
二、实验数据的处理 .....	(76)
II. 实验 .....	(81)
实验五 化学反应速度与活化能 .....	(81)
实验六 化学反应焓变的测定 .....	(91)
实验七 醋酸电离度与电离常数的测定 .....	(99)
实验八 电离平衡和沉淀反应 .....	(103)
实验九 硫酸铅溶度积常数的测定 .....	(109)
实验十 氧化还原反应和电化学 .....	(114)
实验十一 磺基水杨酸合铁(Ⅲ)配合物的组成及稳定常数的测定 .....	(121)

## 第三部分 元素及其化合物的性质 混合离子的分离与鉴定

I. 综述 .....	(129)
一、元素及其化合物的性质 .....	(129)
二、混合离子的分离与鉴定 .....	(134)
II. 实验 .....	(136)
实验十二 P区(I): 卤素、硫、氮、磷 .....	(136)
实验十三 P区(II): 锡、铅、铋、铊 .....	(144)
实验十四 d区: 铬、锰、铁、钴、镍 .....	(150)
实验十五 ds区: 铜、银、锌、镉、汞 .....	(160)
实验十六 配位化合物 .....	(168)

实验十七	常见阴离子混合液的分离与鉴定	(173)
实验十八	常见阳离子混合液的分离与鉴定	(184)

## 第四部分 无机化合物的制备

I.	综 述	(196)
	一、无机制备路线的设计与选择	(196)
	二、化学原理在无机制备中的应用	(197)
	三、无机制备中的提纯	(199)
II.	实 验	(202)
	实验十九 硝酸钾的制备	(202)
	实验二十 硫酸亚铁铵的制备	(204)
	实验二十一 由废牙膏皮制取氧化铝	(207)
	实验二十二 氧化镍的制备	(210)
	实验二十三 高锰酸钾的制备和纯度测定	(215)
	实验二十四 由锆英砂制备氯化锆酰	(219)

## 附 录

附录一	酸度计基本原理及其使用	(221)
附录二	电导率仪	(226)
附录三	分光光度计原理及使用	(228)
附录四	实验室常用酸碱溶液的浓度	(230)
附录五	某些弱酸弱碱的电离常数	(231)
附录六	某些物质的溶度积常数	(233)
附录七	标准电极电位	(236)
附录八	常见配离子的稳定常数	(244)
附录九	几种特殊试剂的配制	(247)
附录十	常见离子与化合物的颜色	(250)
附录十一	常见阴、阳离子与常用试剂的反应总表	(251)

附录十二 国际原子量表.....	(255)
附录十三 常用化学手册简介.....	(258)
<b>主要参考文献.....</b>	<b>(259)</b>



# 绪 论

化学是一门实验性很强的学科，在化学教学中实验占有十分重要的地位。无机化学实验是大学的第一门实验课。它不仅对无机化学理论教学有重要作用，而且是后继化学课及其他与之相关的交叉学科的科学实验基础。

## I、无机化学实验的目的和任务

概括起来，无机化学实验应达到如下目的：

1. 通过实验获得大量的感性认识，加深对无机化学基本理论和概念的理解；
2. 训练基本的实验操作技术，培养良好的实验基本技能和素养；
3. 学习如何获得可靠而必要的实验数据，如何对实验结果和现象进行分析，归纳和处理，以得到科学的推断，以及如何正确地表达实验结果；
4. 通过各个具体实验的内容和环节，培养实事求是、严谨细致的科学态度和工作作风以及良好的实验习惯。

## II、无机化学实验课的学习方法

要学好这门课除了要有正确的学习态度外，还要有正确的学习方法。

### 1. 实验前预习

预习是做好实验、取得良好实验效果的前提和保证。预习时应该做到：

- (1) 认真阅读实验教材，查阅有关参考资料，明确实验目的，弄清实验原理，了解实验内容以及实验中的注意事项。

(2) 写好预习报告。预习报告中要写明实验步骤及注意事项，并留出恰当的位置以记录实验现象及数据。文字要求简练，可使用必要的符号和图表。

## 2. 实验过程

实验是培养学生实际操作能力，观察思维能力，严谨科学态度以及良好实验素质的具体环节，因而也是最重要的环节。学生在实验时必须独立地、认真地进行操作，按拟定好的步骤细心操作、仔细观察、严密思考、认真记录。记录的现象和数据要真实，不得涂改。如发现实验失败或与理论发生矛盾时要检查原因或请老师帮助解决。

## 3. 实验后总结

实验报告是实验后的总结，实验报告写得好坏，反映了学生的实验水平和工作能力。不同类型实验的报告格式不同，但总的来说都应该达到：记叙清楚、文字简练、书写整齐、结论明确、讨论深透。

格式一：“化合物制备或提纯”式，报告中主要应包括：实验目的，实验步骤，实验结果以及讨论四个部分。详见“硫酸亚铁铵的制备”实验报告，供参考。

格式二：“基本常数测试”式，报告主要包括：实验目的、实验步骤与数据记录、数据处理及讨论四部分。详见“醋酸电离度及电离常数的测定”实验报告，供参考。

格式三：“性质验证”式，包括：实验目的、实验内容（实验步骤、现象记录、解释与结论）及讨论三部分。详见“P区（Ⅰ）：锡、铅、铋、铊”实验报告，供参考。

# 无机化学实验报告

## 实验二十 硫酸亚铁铵的制备

班级\_\_\_\_\_姓名\_\_\_\_\_日期\_\_\_\_\_

### 一、实验目的

1. 了解复盐的制备方法；
2. 训练加热、过滤、蒸发、结晶等基本操作；
3. 了解目视比色法检验产品中微量杂质的分析方法。

### 二、实验步骤

#### 1. 铁屑去油污

- a. 用10%Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>20cm<sup>3</sup>洗涤铁屑2g；
- b. 倾析法洗净铁屑。

#### 2. 硫酸亚铁制备

- a. 洗净铁屑与15cm<sup>3</sup>3mol·dm<sup>-3</sup>H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>反应，反应缓慢时可以加热。
- b. 补充蒸发掉的水分。
- c. 当反应不再冒气泡时，可以停止反应。
- d. 趁热用抽滤法过滤。

#### 3. 硫酸亚铁铵制备

- a. 计算(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>用量，配成饱和溶液。
- b. 混合(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>和FeSO<sub>4</sub>溶液，调节pH=1~2。
- c. 用小火蒸发浓缩至溶液出现晶膜为止（不能搅拌）。
- d. 冷却至室温，(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O结晶出来，减压过滤，用滤纸吸干结晶，称重。

得：(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O \_\_\_\_\_ g

#### 4. 产品纯度检验（Fe（Ⅲ）的限量分析）

将1g样品放入25cm<sup>3</sup>比色管中，加15cm<sup>3</sup>蒸馏水、2cm<sup>3</sup>2mol·dm<sup>-3</sup>HCl及1cm<sup>3</sup>1mol·dm<sup>-3</sup>KSCN，冲稀至刻度，摇匀，与标准溶液比较。

### 三、实验结果

按2g铁屑计算(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>的理论用量\_\_\_\_g

实际得到(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O的产量\_\_\_\_g

理论应得(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O的产量\_\_\_\_g

实际产率： $\frac{\text{实际产量}}{\text{理论产量}} \times 100\% =$

产品级别：

### 四、讨论

(根据产率、纯度和本人操作讨论做好实验应注意的关键问题)。

# 无机化学实验报告

## 实验七 醋酸电离度与电离常数的测定

班级\_\_\_\_\_ 姓名\_\_\_\_\_ 日期\_\_\_\_\_

### 一、实验目的

1. 用 pH 法测定醋酸的电离度与电离常数
2. 学习正确使用酸度计
3. 练习溶液的配制和酸碱滴定基本操作

### 二、实验步骤与数据记录

#### 1. 醋酸浓度的测定

用移液管吸取未知浓度的 HAc 溶液  $25.00\text{cm}^3$ ，加 2~3 滴酚酞，用标准 NaOH 溶液滴定 HAc 至微红。

滴 定 序 号	1	2	3
HAc 溶液量/ $\text{cm}^3$	25.00		
标准 NaOH 溶液浓度/ $\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$			
标准 NaOH 溶液用量/ $\text{cm}^3$			
HAc 溶液测定浓度/ $\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$			
HAc 溶液的平均浓度/ $\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$			

#### 2. 配制不同浓度醋酸并测 pH 值

用移液管吸取上述 HAc 溶液  $2.50\text{cm}^3$ 、 $5.00\text{cm}^3$  和  $25.00\text{cm}^3$  分别放于  $50\text{cm}^3$  容量瓶中，用蒸馏水冲稀至刻度，摇匀。

取 4 个  $50\text{cm}^3$  干燥的干净小烧杯，分别倒入上面配制的 HAc 溶液约  $25\text{cm}^3$ ，第四个烧杯放原始 HAc 溶液，按由稀到浓的次序测

pH 值。

HAc 浓度/mol·dm <sup>-3</sup>				
pH 值				

### 三、数据处理

按  $\alpha = \frac{[H^+]}{C}$ ,  $K_a = \frac{C\alpha^2}{1-\alpha}$  处理数据, 填入下表:

溶液编号	$\frac{C_{HAc}}{\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}}$	pH	$\frac{[H^+]}{\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}}$	电离度 $\alpha$	电离常数 $K_a$	
					测定值	平均值
1						
2						
3						
4						

### 四、结果讨论

与手册中查到的数据比较, 求出相对误差。

讨论造成误差的原因 (从实验过程中分析)。

# 无机化学实验报告

## 实验十三 P 区 (II): 锡、铅、锑、铋

班级 \_\_\_\_\_ 姓名 \_\_\_\_\_ 日期 \_\_\_\_\_

### 一、实验目的(略)

### 二、实验内容

实验内容与操作步骤	现象记录	解释与结论
<p>1. 锡、铅、锑、铋低价态溶液的配制和水解作用</p> <p>(1) 用台称称取约 <math>0.5\text{gSnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}</math> 溶解于约 <math>6.6\text{cm}^3 6\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{HCl}</math>, 加水冲稀至 <math>20\text{cm}^3</math> 即得约 <math>0.1\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{SnCl}_2</math> 溶液。</p> <p>(2) 取少量 <math>\text{SbCl}_3</math> 溶液逐渐加水稀释</p> <p>缓慢滴加 <math>6\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}</math> 的 <math>\text{HCl}</math> 重新稀释</p> <p><math>\text{BiCl}_3</math> 溶液加水稀释</p> <p style="text-align: center;">⋮</p>	<p>有白色沉淀产生</p> <p>白色沉淀溶解</p> <p>白色沉淀重新出现</p> <p>有白色沉淀产生</p> <p style="text-align: center;">⋮</p>	<p>配制 <math>\text{SnCl}_2</math> 溶液先加入 <math>\text{HCl}</math>, 以防止水解</p> <p><math>\text{SbCl}_3</math> 发生水解</p> $\text{SbCl}_3 + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{SbOCl} \downarrow + 2\text{HCl} \quad (\text{白})$ <p>上述反应逆向进行</p> <p>仍发生水解反应</p> $\text{BiCl}_3 + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{BiOCl} \downarrow + 2\text{HCl} \quad (\text{白})$ <p style="text-align: center;">⋮</p>

三、讨论：主要说明实验中的体会，如哪些实验现象不够明显或不成功，讨论其原因。

### Ⅲ、实验室工作规则

进行化学实验经常要接触到水、电、煤气以及易燃、易爆、有腐蚀和有毒的化学药品。因此，遵守实验室工作规则是十分重要的，要求每个学生做到：

1. 实验前一定要充分预习，检查所需药品、仪器是否齐全和安全。

2. 实验时要遵守实验纪律，集中精神、认真操作，仔细观察现象并如实详细记录实验结果。

3. 爱护国家财物，小心使用仪器和实验室各种设备。注意节约用水、电和煤气。应取用自己的仪器，不得动用他人仪器和公用仪器，临时借用的仪器用毕后应洗净，送还原处。仪器损坏时，必须及时向老师报告，主动赔偿。

4. 实验过程中应保持台面清洁、不准随地乱丢废纸、火柴梗及其他废物。废弃物应当放在废物箱内。

5. 使用药品时应注意：

(1) 按教材规定量取用，若书中没有注明用量，应注意节约，尽量少用。

(2) 药品取出后，不能再倒回原瓶。

(3) 试剂瓶用过后应立即盖上盖子，试剂瓶不得随意挪动位置。

6. 使用精密仪器时，必须严格按操作规程进行操作，细心谨慎，避免粗枝大叶而损坏仪器。若发现仪器有故障，应立即停止使用并报告教师及时排除。

7. 实验完毕后，应将使用的仪器洗净，放入橱中。实验台、试剂架必须擦净。检查水、电和煤气是否关闭。每次实验完毕后由学生轮流值日，并负责整个实验室的安全、卫生检查。

8. 若发生意外事故，应保持镇静，不要慌乱，要及时有效地处理事故。



#### IV、实验室安全知识

##### 1. 实验安全守则

(1) 使用电器设备，不能用湿手操作，以防触电。工作完毕后，应立即拔去电源插头。

(2) 进行有毒、有刺激气味物质的实验，如  $\text{H}_2\text{S}$ 、 $\text{SO}_2$ 、 $\text{NO}_2$ 、卤素等，应在通风橱内进行。

(3) 进行易燃、易爆物质的实验都要远离火源，试剂使用完毕后应立即盖紧塞子。

(4) 加热试管时，不要将试管口朝向他人或自己，也不能俯视正在加热的液体，以防液体溅出伤人。闻气体的气味时，不能用鼻直接对准瓶口或试管口，应用手把少量气体轻轻地扇向自己。

(5) 实验室内严禁饮食，吸烟或带进餐具。实验完毕后必须洗净手。

##### 2. 实验室意外事故处理

(1) 割伤 轻者可在伤口上涂上红药水，伤口内若有碎玻璃应先取出，然后再涂红药水，洒上消炎粉，用纱布包扎好。重者，伤口深度大，可先用止血药止血，并立即送医院。

(2) 烫伤 轻者可在伤处敷上烫伤膏或獾油，注意切勿用水洗伤口，更不能把烫起水泡挑破。

(3) 被强酸灼伤 先用水洗，然后用饱和  $\text{NaHCO}_3$  溶液洗，再敷上  $\text{ZnO}$  软膏。酸液溅入眼内应先用大量水冲，再用 2%  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  溶液洗眼，最后用蒸馏水洗。

(4) 被强碱灼伤 先用水洗，再用 2%  $\text{HAc}$  溶液洗，再用水洗后敷上硼酸软膏。碱液溅眼应先用大量水冲洗，再用 3%  $\text{H}_3\text{BO}_3$  溶液洗眼，最后用蒸馏水洗。

(5) 吸入有毒气体 立即到室外呼吸新鲜空气。

(6) 触电时 应首先切断电源，必要时进行人工呼吸。