

无机化学实验

袁书玉 主编

清华大学出版社

(京) 新登字 158 号

内 容 简 介

本书是清华大学化工、材料及环境工程等专业一年级无机化学实验课程的教材。全书共 5 章, 33 个实验。主要包括: 基本操作和基本理论的实验, 无机化合物的制备、提纯和分析, 常见元素和化合物的性质及离子的分离鉴定, 并引入部分微型化学实验和计算机处理、核对实验数据。

全书采用法定单位制, 并在附录中摘编了较新的数据资料, 供查阅。

本书可供各大专院校化工、环境、材料、冶金、轻工等专业的师生及实验室人员使用。

图书在版编目 (CIP) 数据

无机化学实验/袁书玉主编. —北京: 清华大学出版社, 1996

ISBN 7-302-02084-1

I. 无… II. 袁… III. 无机化学-实验-教材 IV. 061-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (96) 第 00607 号

出版者: 清华大学出版社 (北京清华大学校内, 邮编 100084)

印刷者: 北京海淀区清华园印刷厂

发行者: 新华书店总店北京科技发行所

开 本: 787×1092 1/16 印张: 11.25 字数: 266 千字

版 次: 1996 年 2 月第 1 版 1996 年 2 月第 1 次印刷

书 号: ISBN 7-302-02084-1/O·168

印 数: 0001—4000

定 价: 9.20 元

前 言

化学是一门实验性较强的学科，实验教学是化学教学过程的重要环节。在化学实验中，学生借助仪器、试剂观察通常条件下难以发现和理解的自然过程和规律，加深对无机化学基本理论的理解，掌握元素和无机化合物的基本性质，了解无机化合物的一般制备、提纯和分析方法。特别要提出的是，通过实验课可以学习实验基本操作，培养查阅文献、设计实验方案的能力。

本书是针对无机化学实验课的要求而编写的，是清华大学化学化工、材料及环境工程等专业一年级无机化学实验教材。本书共分 5 章，33 个实验。

本书在编写过程中注意以下几点：

1. 虽然无机化学实验课与无机化学课、化学分析课有密切的关系，但它是一门独立的课程。本书是根据该课程的特点编写而成，可作为无机化学实验课教材，独立使用。

2. 根据科学实验的需要安排教学实验，而不以学科分割，因而在一定程度上模糊了无机化学实验和化学分析实验的界限。

3. 为培养学生严谨的科学作风，实验开始便给出了“定量”概念，如在实验 1 分析天平称量练习实验中提出偏差概念。

加强设计性、综合性实验和计算机在无机化学实验中的应用，并将微型化学实验引入教学实验。

4. 为突出实验操作训练的重要性，将基本仪器、基本操作技术编为第 1 章。

在附录中编写了较新的数据用表和有关资料，供学生实验时查阅。

5. 全书采用法定单位制。

书中加 * 的实验为选做实验。

参加本书编写工作的还有王致勇教授、连祥珍副教授。蔡作乾老师对本教材的编写给予了热情支持，在此表示感谢。

在编写教材过程中参考了国内外无机化学实验教材和专著，从中得到不少有益的启发。

编 者

1995 年 8 月于清华大学

目 录

绪论	1
1. 化学实验安全守则	1
2. 实验规则	2
第 1 章 基本仪器和基本操作技术	3
1. 实验常用仪器	3
2. 玻璃仪器的洗涤	9
3. 化学试剂的取用	10
4. 加热方法	10
5. 启普发生器	13
6. 气体钢瓶	13
7. 气体的干燥和净化	14
8. 气体的收集	14
9. 蒸发浓缩与重结晶	15
10. 溶液与沉淀的分离	15
11. 移液管、容量瓶和滴定管	17
12. 实验室常用称量仪器	21
13. 密度计	24
14. 25 型酸度计	25
15. PHXB-302K 酸度计	26
16. DDS-11A 型电导率仪	26
17. 721 型分光光度计	27
18. 误差与偏差	28
19. 有效数字	29
第 2 章 物理常数的测定	33
实验 1 分析天平称量练习	33
实验 2 镁相对原子质量的测定	35
实验 3 二氧化碳相对分子质量的测定	37
实验 4 溶液的配制	39
实验 5 酸碱滴定练习	41
实验 6 pH 法测定醋酸解离常数	45
实验 7 电导法测定醋酸解离常数 (含微型实验)	47
实验 8 未知物摩尔质量和酸解离常数测定	49
实验 9 阿佛加德罗常数的测定	50

实验 10	碘酸铜溶度积的测定	51
实验 11	5-磺基水杨酸合铜 (II) 配离子的组成和稳定常数的测定	53
第 3 章	化学反应速率、热效应与溶液中的平衡	56
实验 12	化学反应速率与活化能	56
实验 13	反应热效应的测定	78
实验 14	弱酸弱碱解离平衡	79
实验 15	氧化还原与电极电位的测定 (部分微型实验)	86
实验 16	沉淀的生成与溶解平衡	90
实验 17	配位化合物	94
第 4 章	某些元素性质	100
前言		100
实验 18	s 区元素	100
实验 19	p 区常见金属元素	102
实验 20	氮、磷、氧、硫	104
实验 21	卤素	108
实验 22	ds 区元素	111
实验 23	铬和锰	112
实验 24	铁、钴、镍	113
实验 25	混合离子分离鉴定	116
参考文献		118
第 5 章	无机物制备、提纯与分析	119
概述		119
1. 无机物制备的反应		119
2. 无机物制备的方法		119
3. 无机物的提纯方法		121
4. 物质的分析方法		124
实验 26	硫酸亚铁铵的制备与限量分析	124
实验 27	粗食盐的提纯	125
实验 28	碳酸钠的制备与分析	127
实验 29	高锰酸钾的制备	128
实验 30	由铬铁矿制备重铬酸钾和产品分析	129
实验 31	用氢还原法自 NiO 制备 Ni	131
实验 32	三草酸合铁 (III) 酸钾的合成和结构测定	133
实验 33	无水四氯化锡的制备 (微型实验)	136
附录		138
1. 不同温度下水的饱和蒸气压		138
2. 不同温度下无机化合物和有机酸的金属盐在水中的溶解度		138
3. 实验室常用酸碱浓度		143

4. 普通有机溶剂的性质	143
5. 化学试剂的规格	143
6. 常用酸碱指示剂	144
7. 某些酸、碱的解离常数	144
8. 难溶化合物的溶度积	146
9. 标准电极电势 (298.15K)	150
10. 金属配合物累积生成常数	158
11. 特殊试剂的配制	162
12. 常见阳离子的鉴定方法	163
13. 常见阴离子的鉴定方法	167
14. 元素相对原子质量表 (1993 年)	169
15. 无机化学常用工具书	172

绪 论

1. 化学实验安全守则

(1) 化学实验室安全守则

- 1) 熟悉实验室水、电闸的位置。
- 2) 用完酒精灯、电炉等加热设备，应立即关闭，拔插销。
- 3) 使用电器设备时，不要用湿手接触插销，以防触电。
- 4) 严禁在实验室内饮食。
- 5) 实验完毕，将仪器洗净，把实验桌面整理好。洗净手后，离开实验室。
- 6) 值日生负责实验室的清理工作，离开实验室时检查水门、电闸是否关好。

(2) 易燃、具腐蚀性药品及毒品的使用规则

- 1) 浓酸和浓碱等具有强腐蚀性的药品，不要洒在皮肤或衣物上。
- 2) 不允许在不了解化学药品性质时，将药品任意混合，以免发生意外事故。
- 3) 使用易燃、易爆化学品，例如氢气、强氧化剂（如氯酸钾）时，要首先了解它们的性质，使用中，应注意安全。
- 4) 有机溶剂（如苯、丙酮、乙醚）易燃，使用时要远离火焰。
- 5) 制备有刺激性的、恶臭的、有毒的气体（如 H_2S ， Cl_2 ， CO ， SO_2 等），加热或蒸发盐酸、硝酸、硫酸时，应该在通风橱内进行。
- 6) 氰化物、砷盐、铋盐、可溶性汞盐、铬的化合物、镉的化合物等都有毒，不得进入口内或接触伤口。

(3) 实验室中一般伤害的救护

- 1) 割伤：先挑出伤口的异物，然后用红药水、紫药水或消炎粉处理。
- 2) 烫伤：涂抹烫伤药（如万花油），不要把烫的水泡挑破。
- 3) 酸伤：先用大量水冲洗，再用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水冲洗，最后再用水冲洗。
- 4) 碱伤：先用大量水冲洗，再用醋酸溶液（ $20\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ）或硼酸溶液冲洗，最后用水冲洗。
- 5) 吸入溴蒸气、氯气、氯化氢气体后，可吸入少量酒精和乙醚混合蒸气。

(4) 灭火常识

物质燃烧需要空气和一定的温度，所以通过降温或者将燃烧的物质与空气隔绝，便能达到灭火的目的。可采取以下措施：

- 1) 停止加热和切断电源，避免引燃电线，把易燃、易爆的物质移至远处。
- 2) 用湿布、石棉布、沙土灭火。

小火用湿布、石棉布覆盖在着火的物体上便可方便地扑灭火焰，对钠、钾等金属着

火，通常用干燥的细沙覆盖。严禁使用某些灭火器如 CCl₄ 灭火器，因 CCl₄ 和钾、钠等发生剧烈反应，会强烈分解，甚至爆炸。

3) 使用灭火器

不同的灭火器有不同的应用范围，不能随便使用。表 1 给出常用灭火器及其应用范围。

表 1 灭火器种类及其应用范围

灭火器名称	应 用 范 围
泡沫灭火器	用于油类着火。这种灭火器与 Al ₂ (SO ₄) ₃ 溶液作用产生 Al(OH) ₃ 和 CO ₂ 泡沫,泡沫把燃烧物质包住,与空气隔绝而灭火。因泡沫能导电,因此不能用于扑灭电器着火
二氧化碳灭火器	内装液态 CO ₂ ，用于扑灭电器设备失火和小范围油类及忌水的化学品着火
1211 灭火器	内装 CF ₂ ClBr 液化气。适用于油类、有机溶剂、精密仪器、高压电器设备
干粉灭火器	这种灭火器内装 NaHCO ₃ 等盐类物质与适量的润滑剂和防潮剂，用于油类、可燃气体、电器设备、精密仪器、图书文件等不能用水扑灭的火焰。
四氯化碳灭火器	内装液态 CCl ₄ ，用于电器设备和小范围的汽油、丙酮等的着火

2. 实验规则

(1) 实验前认真预习，明确实验目的和要求，了解实验的基本原理、方法、步骤。写好预习报告。

(2) 实验中认真观察、记录现象，按照要求进行操作，保持实验室的安静。

(3) 遵守实验室的各项制度。爱护仪器，节约药品、水、电。

(4) 听从教师和实验室工作人员的指导。

(5) 实验完毕，做好实验室的整理工作。及时完成实验报告。

第 1 章 基本仪器和基本操作技术

1. 实验常用仪器 (表 2)

表 1.1 实验常用仪器

仪 器	规 格	用 途	注意事项
1	分硬质试管、软质试管、普通试管、离心试管 普通试管以(管口外径×长度)/mm表示,离心试管以其容积/mL表示 试管架有木质和铝质的等等	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 试管架用于存放试管	加热后不能骤冷,以防试管破裂 盛试液不超过试管的 1/3~1/2
2	竹制、钢丝制	用于夹拿试管	防止烧损(竹质)或锈蚀
3	以大小和用途表示,如试管刷、烧杯刷等	洗刷玻璃仪器	谨防刷子顶端的铁丝撞破玻璃仪器
4	以容积/mL表示	用于盛放试剂或用作反应器	加热时应放在石棉网上

续表

仪 器	规 格	用 途	注意事项
5	以 容 积/ 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
6	以 容 积/ mL 表 示	用 于 量 取 一 定 体 积 的 液 体	不 能 受 热
7	以 容 积/ mL 表 示	用 于 配 制 准 确 浓 度 的 溶 液	不 能 受 热
8	以 （ 外 径 × 高 ） / mm 表 示	用 于 准 确 称 取 固 体	

仪 器	规 格	用 途	注意事项
9	以外径/ mm 表示	用于干燥或保干试剂	不得放入过热物品
10	牛角、瓷质或塑料制	取固体试剂	试剂专用，不得混用
11	以容积/ mL 表示	用于盛放试液或溶液	滴管不得互换，不能长期盛放浓碱液
12	以容积/ mL 表示	细口瓶和广口瓶分别用于盛放液体试剂和固体试剂	
13	以口径/ mm 表示	盖在烧杯上	不得用火加热

续表

仪 器	规 格	用 途	注意事项
14	以口径/ mm 表示	用于过滤	不得用火加热
15	布氏漏斗为瓷质，以容量/ mL 或口径/ mm 表示，吸滤瓶以容积/ mL 表示	用于减压过滤	不得用火加热
16	以容积/ mL 和形状（球形、梨形）表示	用于分离互不相溶的液体，也可用作发生气体装置中的加液漏斗	不得用火加热
17	以口径/ mm 或容积/ mL 表示，材质有瓷、石英、铂等	用于蒸发液体或溶液	一般忌骤冷、骤热，视试液性质选用不同材质的蒸发皿

续表			
仪 器	规 格	用 途	注意事项
18	以容积/ mL 表示 材质有瓷、石英、铁、镍、铂等	用于灼烧试剂	一般忌骤冷、骤热，依试剂性质选用不同材质的坩埚
19	有大小之分	支承灼烧坩埚	
20	有大小之分	支承受热器皿	不能与水接触
21		用于固定或放置容器	
1—铁夹；2—铁环；3—铁架			

续表

仪 器	规 格	用 途	注意事项
22	有大小、高低之分	支承较大或较重的加热容器	
23	以口径/mm表示，材质有瓷、玻璃、玛瑙或铁等	用于研磨固体试剂	不能用火直接加热。依固体的性质选用不同材质研钵
24		用于燃烧物质	
25	铜质或铝质，有大、中、小之分	用于水浴加热	

仪 器	规 格	用 途	注意事项
26	以 容 积/ mL 表 示	可作为长时间 加热的反应容器	加热时应放在 石棉网上
27	以 容 积/ mL 表 示	用于液体蒸馏， 也可用于制取少 量气体	加热时应放在 石棉网上

2. 玻璃仪器的洗涤

洗涤方法概括起来有下面几种：

- (1) 用水刷洗：可以洗去可溶性物质，又可使附着在仪器上的尘土等洗脱下来。
- (2) 用去污粉或合成洗涤剂刷洗：能除去仪器上的油污。
- (3) 用浓盐酸洗：可以洗去附着在器壁上的氧化剂，如二氧化锰。
- (4) 铬酸洗液：将 8g 研细的工业 $K_2Cr_2O_7$ 加入到温热的 100mL 浓硫酸中小火加热，切勿加热到冒白烟。边加热边搅动，冷却后储于细口瓶中。洗涤方法：

- 1) 先将玻璃器皿用水或洗衣粉洗刷一遍。
- 2) 尽量把器皿内的水去掉，以免冲稀洗液。
- 3) 用毕将洗液倒回原瓶内，以便重复使用。

洗液有强腐蚀性，勿溅在衣物、皮肤上。铬酸洗液有强酸性和强氧化性，去污能力强，适用于洗涤油污及有机物。当洗液颜色变成绿色时，洗涤效能下降（为什么？），应重新配制。

(5) 含 $KMnO_4$ 的 $NaOH$ 水溶液：将 10g $KMnO_4$ 溶于少量水中，向该溶液中注入 100mL 10% $NaOH$ 溶液即成。该溶液适用于洗涤油污及有机物。洗后在玻璃器皿上留下 MnO_2 沉淀，可用浓 HCl 或 Na_2SO_3 溶液将其洗掉。

(6) 盐酸-酒精（1:2）洗涤液：适用于洗涤被有机试剂染色的比色皿。比色皿应避免使用毛刷和铬酸洗液。

洗净的仪器器壁应能被水润湿，无水珠附着在上面。

用以上方法洗涤后的仪器，经自来水冲洗后，还残留有 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等离子，如需除掉这些离子，还应用去离子水洗 2~3 次，每次用水量一般为所洗涤仪器体积的 $\frac{1}{4} \sim \frac{1}{3}$ 。

3. 化学试剂的取用

(1) 固态试剂的取用

固态试剂一般都用药匙取用。药匙的两端为大小两个匙，分别取用大量固体和少量固体。

试剂一旦取出，就不能再倒回瓶内，可将多余的试剂放入指定容器。

(2) 液态试剂的取用

液态试剂一般用量筒量取或用滴管吸取。下面分别介绍它们的操作方法。

1) 量筒量取

量筒有 5，10，50，100 和 1000mL 等规格。如图 1-1 所示，取液时，先取下瓶塞并将它放在桌上。一手拿量筒，一手拿试剂瓶（注意别让瓶上的标签朝下），然后倒出所需量的试剂。最后斜瓶口在量筒上靠一下，再使试剂瓶竖直，以免留在瓶口的液滴流到瓶的外壁。

2) 滴管吸取

先用手指紧捏滴管上部的橡皮乳头，赶走其中的空气，然后松开手指，吸入试液，如图 1-2 所示。将试液滴入试管等容器时，不得将滴管插入容器。滴管只能专用，用完后放回原处。一般的滴管一次可取 1mL，约 20 滴试液。

如果需要更准确地量取液态试剂，可用后面介绍的仪器——滴定管和移液管等。

图 1-1 用量筒取液

图 1-2 用滴管加试剂
(a) 正确；(b) 不正确

4. 加热方法

(1) 酒精灯

酒精易燃，使用时注意安全，用火柴点燃（图 1-3），而不要用另外一个燃着的酒

精灯来点火，这样做，会把灯内的酒精洒在外面，使大量酒精着火引起事故。酒精灯不用时，盖上盖子，使火焰熄灭，不要用嘴吹灭。盖子要盖严，以免酒精挥发。

当需要往灯内添加酒精时，应把火焰熄灭，然后借助于漏斗把酒精加入灯内，加入酒精量为 $\frac{1}{2} \sim \frac{1}{3}$ 壶（图 1-4）。

图 1-3 点燃酒精灯

图 1-4 往酒精灯内添加酒精

(2) 酒精喷灯

酒精喷灯的构造见图 1-5。

使用方法：

1) 添加酒精

见图 1-6，加酒精时关好下口开关，灯内贮酒精量不能超过酒精壶的 $\frac{2}{3}$ 。

图 1-5 座式酒精喷灯的构造

图 1-6 添加酒精

1—灯管；2—空气调节器；3—预热盘；
4—铜帽；5—酒精壶

2) 预热

预热盘中加少量酒精点燃（见图 1-7），预热后有酒精蒸气逸出，便可将灯点燃。若无蒸气，用探针疏通酒精蒸气出口后，再预热，点燃。

3) 调节

旋转调节器调节火焰（见图 1-8）。

图 1-7 预热

图 1-8 调节

4) 熄灭

可盖灭，也可旋转调节器熄灭（见图 1-9）。