

高等学校教材

无机化学与化学分析实验

天津大学无机化学教研室 编

主编 杨秋华 余莉萍

高等教育出版社

高等学校教材

无机化学与化学分析实验

Wuji Huaxue yu Huaxue Fenxi Shiyan

天津大学无机化学教研室 编

主编 杨秋华 余莉萍

高等教育出版社·北京

内容提要

本书是在天津大学原有的无机化学及分析化学实验教材的基础上编写而成的，是与天津大学编《无机化学与化学分析》配套的实验教材。

本书分为三部分共9章。第一部分为基础知识和基本操作共5章，分别介绍了化学实验基础知识，无机化学、化学分析实验的基本操作，常见仪器及基本测量仪器的使用；第二部分为分类实验共4章，分别为基本实验、应用性实验、综合设计性实验、研究性实验；第三部分为附录。

本书可作为高等学校化工、化学、应用化学、材料、环境、制药、轻工、食品、冶金、地质、纺织等各专业的无机化学与化学分析实验课程教材，也可供农、林、医等院校各相关专业选用和参考。其特点是具有较强的综合性和选择性，可供不同层次（本科或专科）、不同年级的学生使用（如研究性实验可供本科高年级学生选作）。

图书在版编目（CIP）数据

无机化学与化学分析实验 / 杨秋华，余莉萍主编；
天津大学无机化学教研室编. -- 北京：高等教育出版社，
2016.1

ISBN 978-7-04-044237-3

I. ①无… II. ①杨… ②余… ③天… III. ①无机化
学 - 化学实验 - 高等学校 - 教材 ②分析化学 - 化学实验 -
高等学校 - 教材 IV. ①O61-33 ②O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字（2015）第 272173 号

策划编辑 付春江
插图绘制 杜晓丹

责任编辑 顾姚星
责任校对 高歌

封面设计 张楠
责任印制 毛斯璐

版式设计 马敬茹

出版发行 高等教育出版社
社 址 北京市西城区德外大街4号
邮 政 编 码 100120
印 刷 国防工业出版社印刷厂
开 本 787mm×1092mm 1/16
印 张 18.25
字 数 440千字
插 页 1
购书热线 010-58581118

咨询电话 400-810-0598
网 址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>
网上订购 <http://www.landraco.com>
<http://www.landraco.com.cn>

版 次 2016年1月第1版
印 次 2016年1月第1次印刷
定 价 26.90元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题，请到所购图书销售部门联系调换
版权所有 侵权必究
物 料 号 44237-00

前言

《无机化学与化学分析实验》主要依据教育部高等教育司下达的《高等学校工科本科基础实验教学基本要求》和无机化学、分析化学学科发展的需要,在天津大学原有的无机化学、普通化学、分析化学实验教材基础上,综合 10 多年来实验教学改革及科研成果编写而成的。

本书分为三部分共 9 章:第一部分为基础知识和基本操作共 5 章,分别介绍了化学实验基础知识,无机化学、化学分析实验的基本操作,常见仪器及基本测量仪器的使用;第二部分为分类实验共 4 章,分别为基本实验、应用性实验、综合设计性实验、研究性实验;第三部分为附录。

基本实验项目 32 个,实验目的主要是加深对无机化学、分析化学原理的理解和掌握,训练学生基本实验技能及操作;应用性实验项目 9 个,实验目的是培养学生运用化学知识和技能解决实际问题的能力;综合设计性实验项目 8 个,目的是培养学生对所学知识能融会贯通、对所学技能会综合运用与设计的能力,调动学生的主动性、积极性,培养学生独立思考和创造能力;研究性实验项目 14 个,紧跟学科发展前沿,均由教师的最新科研成果转化而来,目的是培养学生的创新意识与科学探究能力。

本书可作为高等学校化工、化学、应用化学、材料、环境、制药、轻工、食品、冶金、地质、纺织等各专业的无机化学与化学分析实验教材,也可供农、林、医等院校各相关专业师生选用和参考。其特点是具有较强的综合性和选择性,可供不同层次(本科或专科)、不同年级的学生使用(如研究性实验可供本科高年级学生选作)。它也是作为天津大学编《无机化学与化学分析》配套实验教材出版的。

本书由杨秋华、余莉萍担任主编。参加过编写工作的有秦学、严乐美、马亚鲁、高洪苓、田昀、鲁凡丽、王建辉等。本书的编写是在杨宏孝教授策划和指导下完成的,杨宏孝教授对本书进行了详细审阅和修改。

本书的编写是在继承我校原有的无机化学、普通化学及分析化学实验教材中的适用内容,并参阅国内同类实验教材的基础上进行的,在此特别对国内同行尤其是我校化学前辈老师的贡献表示衷心的感谢和敬意。

编者

2015 年元月

目 录

绪论	1
1. 化学实验课程的目的	1
2. 化学实验课程的基本要求	1
3. 实验报告格式示例	1

第一部分 基本知识和基本操作

第1章 化学实验的基本知识	7
1.1 实验室基本常识	7
1.1.1 实验室规则	7
1.1.2 化学实验室安全守则	7
1.1.3 实验室意外事故的应急处理	8
1.1.4 消防安全	8
1.1.5 化学试剂的规格及存放	9
1.1.6 化学实验三废处理	10
1.2 化学实验数据处理与表达	11
1.2.1 测量误差与有效数字	11
1.2.2 化学实验中数据的处理与表达	16
第2章 化学实验基本操作	18
2.1 常用玻璃仪器的洗涤和干燥	18
2.1.1 常用玻璃仪器	18
2.1.2 玻璃仪器的洗涤和干燥	21
2.1.3 干燥器的使用	24
2.2 化学试剂的取用和试纸、滤纸的使用	25
2.2.1 化学试剂的取用	25
2.2.2 试剂溶液的配制	26
2.2.3 试纸的使用	26
2.2.4 滤纸的使用	27
2.3 称量仪器的使用	27
2.3.1 托盘天平	28
2.3.2 电子天平	28
2.3.3 试样的称取方法	29
2.4 玻璃量器的使用	30

II 目 录

2.4.1 滴定管	30
2.4.2 吸管	34
2.4.3 容量瓶	35
2.4.4 量筒和量杯	36
2.4.5 微量进样器	36
2.4.6 量器的校准	36
2.5 加热操作	37
2.5.1 加热设备	37
2.5.2 加热操作	39
第3章 气体的制备、净化及气体钢瓶的使用	42
3.1 气体的制备	42
3.1.1 启普发生器	42
3.1.2 恒压简易气体发生装置	43
3.1.3 硬质玻璃试管制备气体	43
3.2 气体的收集	43
3.3 气体的净化与干燥	44
3.4 气体钢瓶、减压阀及使用	45
第4章 物质的分离与提纯	47
4.1 蒸发、浓缩与结晶	47
4.2 固液分离	47
4.2.1 倾泻法(亦称倾析法)	48
4.2.2 过滤法	48
4.2.3 离心分离法	50
4.3 蒸馏	50
4.3.1 原理	51
4.3.2 简单蒸馏操作	51
4.4 萃取分离	52
4.4.1 基本原理	52
4.4.2 萃取分离的操作	53
4.4.3 固体物质提取的实验操作	54
4.5 薄层色谱分离法	54
4.5.1 概述	54
4.5.2 薄层色谱分离法	55
4.6 离子交换分离法	56
4.6.1 离子交换树脂	56
4.6.2 离子交换分离操作	58
4.6.3 应用示例	58
4.6.4 离子交换色谱法	58

第 5 章 基本测量仪器的使用	60
5.1 酸度计	60
5.1.1 电极	60
5.1.2 pH 测定原理	61
5.1.3 酸度计的构造和使用方法	62
5.2 pXD-2 型通用离子计	63
5.2.1 测量原理	63
5.2.2 使用方法	64
5.3 电导仪和电导率仪	65
5.3.1 测量原理	65
5.3.2 使用方法	66
5.4 722S 型分光光度计	67
5.4.1 测量原理	67
5.4.2 使用方法	68
5.4.3 注意事项	69

第二部分 实验

第 6 章 化学基本原理实验	73
实验一 摩尔气体常数的测定	73
实验二 反应速率与活化能的测定	75
实验三 氯化铵生成焓的测定	78
实验四 乙酸解离常数的测定	81
实验五 单、多相离子平衡	84
实验六 氯化铅活度积的测定	87
实验七 氧化还原反应	90
实验八 物质结构和性质的关系	92
实验九 碘基水杨酸铁配合物的组成及稳定常数的测定	96
实验十 钴、镍的萃取分离	99
实验十一 酸碱标准溶液浓度的标定	103
实验十二 混合碱的测定	105
实验十三 EDTA 标准溶液的配制和标定	107
实验十四 铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定	108
实验十五 石灰石中钙、镁含量的测定	110
实验十六 KMnO₄ 标准溶液的配制和标定	112
实验十七 石灰石中钙含量的测定	113
实验十八 硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	116
实验十九 可溶性钡盐中钡含量的测定	117
实验二十 去离子水的制备	119

IV 目 录

实验二十一	五水合硫酸铜的制备及结晶水的测定	123
实验二十二	硫酸亚铁铵的制备(常量和微型实验)	126
实验二十三	四碘化锡的制备及化学式的确定	130
实验二十四	氯化钠试剂的制备	131
实验二十五	无机颜料(铁黄)的制备	133
实验二十六	p 区重要非金属化合物的性质	135
实验二十七	p 区重要金属化合物的性质	140
实验二十八	常见阴离子的分离与鉴定	144
实验二十九	d 区重要化合物的性质(一)	148
实验三十	d 区重要化合物的性质(二)	152
实验三十一	ds 区重要化合物的性质	157
实验三十二	常见阳离子的分离和鉴定	160
第 7 章 应用性实验		164
实验三十三	原子吸收光谱法测定自来水中钙、镁的含量	164
实验三十四	离子选择电极法测定水中氯离子含量	165
实验三十五	离子选择电极法测定自来水中氟含量	168
实验三十六	水体化学需氧量的测定	170
实验三十七	钢中锰含量的测定	173
实验三十八	纸上色谱法鉴定 Fe^{3+} 、 Co^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Cu^{2+} 离子	176
实验三十九	食品中微量元素的鉴定	178
实验四十	金属表面处理技术	181
实验四十一	印染废水的脱色处理	184
第 8 章 综合设计性实验		186
实验四十二	平衡原理综合实验	186
实验四十三	元素性质综合实验	187
实验四十四	$[\text{CoCl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$ 配合物的制备、水合反应速率及活化能的测试	187
实验四十五	从化学实验废液中回收 Ag 和 CCl_4	189
实验四十六	磷系列化合物的制备	190
实验四十七	硫代硫酸钠的制备	192
实验四十八	茶叶或紫菜中某些微量元素的鉴定	193
实验四十九	含 Cr(VI) 废液的处理	194
第 9 章 研究性实验		196
实验五十	稀土乙酰丙酮盐 $[\text{Eu}(\text{acac})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 的制备	196
实验五十一	金纳米粒子的制备	197
实验五十二	温敏性水凝胶的合成及表征	198
实验五十三	水热法制备纳米尖晶石型 NiFe_2O_4 及表征	200
实验五十四	8-羟基喹啉铝配合物的合成与发光性质研究	202
实验五十五	ZrO_2 纳米粉末的制备、团聚控制与材料表征	204

实验五十六	纳米钙钛矿型 $\text{SrFeO}_{3-\delta}$ 的制备及其光催化降解水溶性染料	207
实验五十七	阿司匹林的制备	210
实验五十八	粒状除氟剂的制备与除氟性能	212
实验五十九	淀粉与丙烯腈接枝共聚物及其皂化产物的合成	214
实验六十	多糖稳定剂制备纳米氧化锌及其表征	218
实验六十一	聚丙烯酸钠/蒙脱土吸水性纳米复合物的合成及表征	220
实验六十二	5-氟尿嘧啶-1-丙酸的制备和结构鉴定	223
实验六十三	$\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 的制备、组成测定及表征	224

第三部分 附录

附录 1	中华人民共和国法定计量单位(摘录)	235
附录 2	弱酸、弱碱在水中的解离常数(25°C , 离子强度 $I=0$)	237
附录 3	微溶化合物的溶度积 ($18\sim 25^\circ\text{C}$, $I=0$)	240
附录 4	标准电极电势 (25°C , 标准态压力 $p^\ominus = 100 \text{ kPa}$)	242
附录 5	常见配离子的累积稳定常数(离子强度 $I \approx 0$, 温度 $293\sim 298 \text{ K}$)	250
附录 6	实验室常用酸、碱溶液的浓度	252
附录 7	实验室中常用试剂的配制	253
附录 8	常用基准物及其干燥条件	255
附录 9	常用缓冲溶液的 pH 范围	256
附录 10	酸碱指示剂	257
附录 11	氧化还原指示剂	258
附录 12	金属离子指示剂	259
附录 13	常见离子鉴定反应	260
附录 14	离子常见反应	267
附录 15	常见离子和化合物的颜色	271
附录 16	不同温度下水的饱和蒸气压	275
附录 17	乙醇的百分含量与折射率	277
附录 18	GB 5749—2006 生活饮用水卫生标准水质部分常规指标及限值	278
附录 19	地下水国家标准(GB/T 14848—93)、地表水国家标准(GB 3838—2002) 中的高锰酸盐指数	279
主要参考文献		280
元素周期表		

绪 论

1. 化学实验课程的目的

化学实验是高等院校化学、化工、材料、环境、制药工程等专业学生的必修基础课程。已故著名化学家、中国科学院院士戴安邦教授对实验教学作了精辟的论述：实验教学是实施全面化学教育的有效形式。通过化学实验教学，不仅要传授化学知识，更重要的是培养学生的实践能力和科学素质，掌握基本实验技能，培养学生分析问题和解决问题的能力，养成实事求是的科学态度，树立勇于开拓的创新意识。

2. 化学实验课程的基本要求

为达到化学实验课程的目的，学生必须树立正确的学习态度和科学的学习方法，做到：

- (1) 实验前应认真预习，查阅有关原料和产物的物理常数，明确实验目的要求，了解实验基本原理、步骤、方法及注意事项，写好预习报告。
- (2) 实验时应保持安静，集中精力，认真操作，仔细观察实验现象，如实记录实验结果，积极思考问题，并运用所学理论、知识解释实验现象，研究实验中的问题。
- (3) 实验结束，要认真地写好实验报告。对于实验中出现的现象和问题进行认真的讨论。

3. 实验报告格式示例

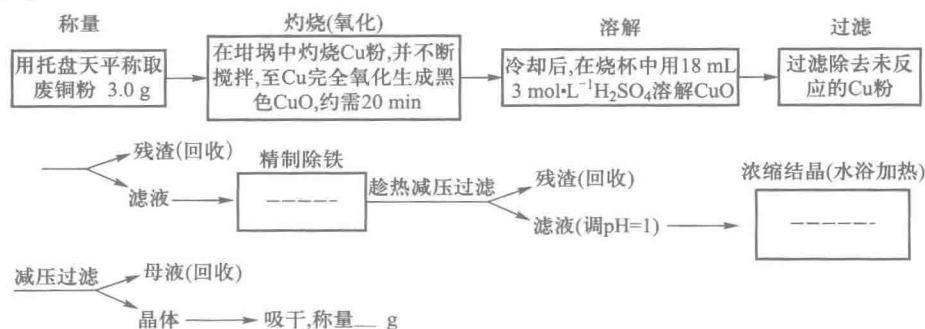
无机化学与化学分析实验大致可分为三种类型：制备实验、测定性质实验、验证性实验。制备实验报告主要写出物质制备原理、步骤、反应条件、原料量、产量、产率、产品质量，有些可能还要求性质表征等。化学工艺一般流程可用“框图”表示，每一步操作可作为一个“框图”。测定性质实验主要是测定数据及数据处理，所有原始数据都要记录准确无误，并应有具体数据处理过程。验证性实验主要是物质性质的验证，一般可分为实验步骤、现象、反应方程式及解释或结论等项，借以加深对无机反应原理和物质性质的理解和记忆。

例一：“无机制备实验”报告格式示例

【实验名称】 五水合硫酸铜的制备

【实验目的】 (略写)

【实验步骤】



【实验结果】

理论产量计算：

实际产量 = _____；

产率(计算)：_____；

产品等级：

【问题与讨论】

例二：“无机测定实验”报告格式示例

【实验名称】摩尔气体常数的测定

【实验目的】(略写)

【实验步骤】

1. 称量铝箔

- (1) 用托盘天平粗称表面皿质量。
- (2) 用电子天平精称表面皿质量。
- (3) 用电子天平精称表面皿和铝箔质量。

2. 测定摩尔气体常数(R)

- (1) 在反应管内加入 3 mL 8 mol · L⁻¹ 的 HCl 溶液和铝箔。
- (2) 检漏, 调平衡, 读取 V_1 。
- (3) 使铝箔与 HCl 反应完全, 并恢复至室温, 保持 U 形管两端液面水平, 读取 V_2 。
- (4) 测室温与大气压。

【数据记录与处理结果】

1. 称量

表面皿的质量/g	(表面皿+铝箔质量)/g	铝箔质量/g

2. 测定摩尔气体常数(R)反应前量气管中液面读数: V_1 = _____ mL;反应后量气管中液面读数: V_2 = _____ mL;

$V(H_2) = \underline{\hspace{2cm}}$ mL。

铝箔质量 $\underline{\hspace{2cm}}$ g；

室温 = $\underline{\hspace{2cm}}$ °C; $T = \underline{\hspace{2cm}}$ K; $p(H_2O) = \underline{\hspace{2cm}}$ Pa;

大气压 $p = \underline{\hspace{2cm}}$ kPa; $p(H_2) = \underline{\hspace{2cm}}$ kPa。

$n(H_2) = \underline{\hspace{2cm}}$ mol(计算式)。

【运算过程及结果】

$R = \underline{\hspace{2cm}}$ 相对误差 =

3. 误差分析

例三：“无机验证性实验”报告格式示例

【实验名称】 单、多相离子平衡

【实验目的】 (略写)

【实验步骤】

实验步骤	现象	反应方程式	解释(结论)
$0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ HOAc}$ $\frac{3 \text{ mL}}{\text{加少许 NH}_4\text{OAc}}$ 不加 NH_4OAc  加少许 NH_4OAc	溶液呈红色 溶液由红色变黄色	$\text{HOAc} \rightleftharpoons \text{H}^+ + \text{OAc}^-$	

【问题和讨论】

第一部分

基础知识和基本操作

第1章 化学实验的基本知识

1.1 实验室基本常识

1.1.1 实验室规则

- (1) 实验开始前先清点仪器设备,如发现缺损,应立即报告教师(或实验室工作人员),并按规定手续向实验员补领。实验中如有仪器破损,应及时报告并按规定手续向实验员换取新仪器。
- (2) 实验时要爱护国家财产,注意节约水、电、试剂。按照化学实验基本操作规定的方法取用试剂。必须严格按照操作规程使用精密仪器,如发现仪器有故障,应立即停止使用,并及时报告指导教师。
- (3) 实验时应保持实验室和桌面的整洁。实验中的废弃物尤其是废酸、废碱应倒入废液缸中,严禁投入或倒入水槽内,以防水槽和下水管堵塞或腐蚀。
- (4) 实验室内的一切物品(仪器、试剂和产品)均不得带出实验室。
- (5) 实验完毕,将玻璃仪器洗涤干净,放回原处。整理桌面,打扫水槽和地面卫生,清倒废物桶,关好水、电、煤气和门窗。
- (6) 对实验的内容和安排不合理的地方可提出改进意见。对实验中出现的一切反常现象应进行讨论,并大胆提出自己的看法,做到自觉、积极、主动的学习。

1.1.2 化学实验室安全守则

- (1) 必须熟悉实验的环境,了解水、电、煤气阀门,急救箱和消防用品等的放置地点和使用方法。煤气阀门应该经常检查,保持完好,煤气灯和橡胶管使用前也要仔细检查,发现漏气立即关闭煤气开关并熄灭室内所有火源,打开门窗,报告老师及时抢修。
- (2) 实验室内严禁随意混合药品,更不能尝试其味道,以免发生意外事故。注意不同试剂、溶剂的瓶盖、瓶塞不能张冠李戴。
- (3) 凡产生或使用 H_2S 、 CO 、 Cl_2 、 SO_2 等有毒的、恶臭的、有刺激性气体的实验,务必在通风橱内进行。
- (4) 氢气、过氧化物、干燥的重氮盐、硝酸酯、多硝基化合物、高氯酸盐等物质具有爆炸性,必须严格按照操作规程进行实验,以防爆炸。
- (5) 使用易燃有机溶剂(如酒精、苯、丙酮、乙醚等)时要远离火源。切勿将易燃有机溶剂倒入废液缸,更不能用开口容器(如烧杯)盛放有机溶剂,以防止易燃有机物的蒸气外逸。不可用

8 第一部分 基本知识和基本操作

火直接加热装有易燃有机溶剂的烧瓶。回流或蒸馏液体时应放沸石,以防止液体过热暴沸而冲出,引起火灾。

(6) 使用具有强腐蚀性的浓酸、浓碱、溴、洗液等时,应避免接触皮肤和溅在衣服上;更要注重保护眼睛。

(7) 加热、浓缩液体的操作要十分小心,不能俯视正在加热的液体,以免溅出的液体把眼、脸灼伤。加热试管中的液体时,不能将试管口对着自己或别人。当需要借助于嗅觉鉴别少量无毒气体时,决不能用鼻子直接对准瓶口或试管口嗅闻气体,而应用手把少量气体轻轻地扇向鼻孔进行嗅闻。

(8) 绝对禁止在实验室内饮食、吸烟。使用有毒试剂(如氟化物、氰化物、铅盐、钡盐、六价铬盐、汞的化合物和砷的化合物等)时,严防进入口内或接触伤口,剩余药品或废液不得倒入下水道或废液桶内,应倒入相应回收瓶中待处理。

(9) 使用电器设备时,不要用湿手接触仪器,以防触电;用后拔下电源插头。

1.1.3 实验室意外事故的应急处理

在实验室内发生的意外事故,根据具体情况先作应急处理,必要时再送医院救治。

(1) 割伤:伤口内若有异物,应先取出,用红药水或创可贴作初步处理。

(2) 烫伤:切勿用水冲洗,更不要把烫起的水泡挑破,可在烫伤处涂上京万红烫伤膏。

(3) 酸(或碱)伤:酸或碱洒到皮肤上时,先用大量水冲洗,再用饱和碳酸氢钠溶液(或2%醋酸溶液)冲洗,最后用水冲洗,然后涂敷氧化锌软膏(或硼酸软膏)。

(4) 酸(或碱)溅入眼内:应立即用大量水冲洗,再用2% $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 溶液(或3%硼酸溶液)冲洗眼睛,然后用蒸馏水冲洗。

(5) 溴腐蚀:先用C₂H₅OH或10%Na₂S₂O₃溶液洗涤伤口,然后用水冲净,并涂敷甘油。

(6) 当吸入刺激性或有毒气体如溴蒸气、氯气、氯化氢等时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气解毒。因不慎吸入煤气、硫化氢气体时,应立即到室外呼吸新鲜空气。

(7) 误吞毒物时,应立即用手指伸入咽喉部叩压,促使呕吐,再用清水漱口后立即送医院治疗。

(8) 不慎触电时,立即切断电源,必要时进行人工呼吸。

1.1.4 消防安全

当实验室不慎起火时,一定不要惊慌失措,而应根据不同的着火情况,采取不同的灭火措施。由于物质燃烧需要一定的温度和空气,所以灭火的要则是降温和将燃烧的物质与空气隔绝。

化学实验室灭火常用的措施有:

(1) 小火用湿布、石棉布覆盖燃烧物即可灭火,大火可用泡沫灭火器灭火。对活泼金属Na、K、Mg、Al等引起的着火,应用干燥的细沙覆盖灭火。有机溶剂着火,切勿用水灭火,而应用二氧化碳灭火器、沙子及干粉等灭火。

(2) 在加热时着火,应立即停止加热,关闭煤气总阀,切断电源,把一切易燃易爆物移至安全处。