

21世纪高等院校教材

上海市高校本科教育高地建设项目

无机化学实验

上海师范大学生命与环境科学学院 组编

吴惠霞 主编



科学出版社

www.sciencep.com

21 世纪高等院校教材
上海市高校本科教育高地建设项目

无机化学实验

上海师范大学生命与环境科学学院 组编

吴惠霞 主编

科学出版社

北京

内 容 简 介

本书是作者根据多年无机化学实验教学改革的实践经验编写而成的。全书包括三个部分:基础知识和基本操作介绍;实验内容;附录。全书共分7章,编入了42个实验。除化学实验的基本知识和化学实验基本操作技术外,基本操作训练、基本化学原理、元素及化合物的性质、无机化合物的制备、综合和设计实验等内容采用模块结构编写。本书的编写,既注重训练学生对基本知识和基本技能的掌握,又注重培养学生综合分析和解决问题的能力;既保留一些传统的实验教学内容,又增加了无机化学前沿内容。

本书可作为高等师范院校、综合性大学和理工科大学化学专业本科生的无机化学实验教材,也可供相关教师及实验室人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/吴惠霞主编;上海师范大学生命与环境科学学院组编.
—北京:科学出版社,2008

21世纪高等院校教材·上海市高校本科教育高地建设项目
ISBN 978-7-03-021778-3

I. 无… II. ①吴…②上… 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(2008)第059383号

责任编辑:杨向萍 陈雅娴/责任校对:陈玉凤
责任印制:张克忠/封面设计:耕者设计工作室

科学出版社出版

北京东黄城根北街16号
邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

源海印刷有限责任公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2008年5月第一版 开本:B5(720×1000)
2008年5月第一次印刷 印张:14 1/4
印数:1—4 000 字数:274 000

定价:23.00元

(如有印装质量问题,我社负责调换〈新欣〉)

前 言

随着教学改革不断深入，无机化学实验这门传统的基础实验课程在教学内容、方法和手段上相应发生了很大的变化。为了使掌握无机化学的基本实验方法和操作技能，培养学生良好的分析问题、解决问题的能力，在“上海市高校本科教育高地建设项目”的支持下，我们组织上海师范大学和兄弟院校长期耕耘在无机化学实验教学第一线的教师共同编写了这本《无机化学实验》。

本书主要根据我们多年的无机化学实验的教学实践经验编写，并参考许多国内外出版的同类实验教材。全书包括三个部分：第一部分为基础知识和基本操作，第二部分为实验内容，第三部分为有关的附录。基础知识和基本操作部分包括化学实验的基本知识、化学实验基本操作技术两章；实验部分共编入 42 个实验，分为基本操作训练、基本化学原理、元素及化合物的性质、无机化合物的制备、综合和设计实验共 5 章；第三部分共编入 13 个附录，便于读者查阅相关的常数和信息。本书的编写，既注重训练学生对基本知识和基本技能的掌握，又注重培养学生综合分析解决问题的能力；既保留了一些传统的实验教学内容，又增加了无机化学前沿内容。

本书由上海师范大学吴惠霞主编。参加编写工作的有上海师范大学杨仕平、何其庄、李益康、刘洁，复旦大学林阳辉，江西理工大学杜海燕。各章执笔人员如下：吴惠霞、刘洁、李益康（第 1 章）；李益康（第 2 章）；吴惠霞（第 3 章）；杜海燕（第 4 章）；刘洁、吴惠霞（实验十九至实验二十一）；何其庄（实验二十二至实验二十四）；林阳辉（第 6 章）；吴惠霞、杨仕平（实验三十五、三十六，实验三十八至实验四十）；杨仕平（实验三十七、四十二）；何其庄（实验四十一）；李益康、吴惠霞（附录）。

本书在编写过程中，得到了上海师范大学生命与环境科学学院领导和无机化学教研室全体同志的大力支持。科学出版社编辑同志自始至终关心本书的编写工作。曹伟曼、郑浩然、王俊在本书的校对、打印方面做了不少工作。在此一并表示衷心的感谢。

本书承蒙复旦大学蔡瑞芳教授和上海应用技术学院徐莉英教授的认真审阅，并提出许多宝贵意见，在此深表谢意。

由于时间仓促，编者水平有限，书中难免存在缺点和错误，敬请读者批评指正。

编者

2008年2月

目 录

前言

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	3
1.1 绪论	3
1.1.1 无机化学实验的目的	3
1.1.2 无机化学实验的学习方法	3
1.1.3 实验报告的基本格式	4
1.2 实验室基本知识	5
1.2.1 实验室规则	5
1.2.2 实验室的安全常识	6
1.2.3 实验室事故的处理措施	6
1.2.4 实验室三废的处理	7
1.3 化学实验中的数据表达与处理	8
1.3.1 误差	8
1.3.2 有效数字及其有关规则	10
1.3.3 实验数据的表达与处理	12
1.4 化学实验基本仪器介绍	13
第 2 章 化学实验基本操作技术	22
2.1 仪器的洗涤和干燥	22
2.1.1 仪器的洗涤	22
2.1.2 仪器的干燥	23
2.2 加热与冷却	24
2.2.1 常用加热器具	24
2.2.2 加热方法	28
2.2.3 制冷技术	29
2.3 试剂的取用	30
2.3.1 化学试剂的分类	30
2.3.2 试剂瓶的种类	30
2.3.3 试剂瓶塞子打开的方法	31

2.3.4 试剂的取用方法	31
2.4 基本度量仪器的使用	32
2.4.1 量筒	32
2.4.2 移液管和吸量管的使用	33
2.4.3 容量瓶	34
2.4.4 滴定管	35
2.4.5 温度计	38
2.4.6 比重计	38
2.4.7 气压计	38
2.5 台秤和分析天平的使用	39
2.5.1 台秤	39
2.5.2 分析天平	40
2.5.3 电子天平	45
2.6 物质的分离和提纯	46
2.6.1 固体溶解	46
2.6.2 固液分离	46
2.6.3 蒸发	50
2.6.4 结晶与升华	50
2.6.5 萃取	52
2.6.6 蒸馏	53
2.6.7 离子交换分离	55
2.7 气体的获得、纯化与收集	55
2.7.1 气体的发生	55
2.7.2 气体的收集	58
2.7.3 气体的净化和干燥	59
2.8 酸度计的使用	60
2.8.1 基本原理	60
2.8.2 使用方法	61

第二部分 实验内容

第3章 基本操作训练	65
实验一 仪器的认领、洗涤和干燥	65
实验二 玻璃管操作和塞子钻孔	66
实验三 分析天平的使用和称量	70
实验四 溶液的配制	72

实验五 滴定操作练习	74
实验六 粗盐的提纯	76
实验七 离子交换法制备纯水	79
实验八 二氧化碳相对分子质量的测定	82
第 4 章 基本化学原理	86
实验九 置换法测定摩尔气体常量 R	86
实验十 氯化铵生成焓的测定	88
实验十一 $I_3 \rightleftharpoons I^- + I_2$ 平衡常数的测定	91
实验十二 乙酸标准解离常数和解离度的测定	93
实验十三 化学反应速率和活化能的测定	95
实验十四 电离平衡和沉淀平衡	100
实验十五 电位法测定卤化银的溶度积	103
实验十六 氧化还原反应	105
实验十七 配合物的生成和性质	108
实验十八 银氨配离子配位数的测定	112
第 5 章 元素及化合物的性质	115
实验十九 碱金属和碱土金属	115
实验二十 卤族和氧族元素	118
实验二十一 氮、磷、碳、硅、硼	121
实验二十二 ds 区金属 (铜、银、锌、镉、汞)	125
实验二十三 钛、钒、铬、锰	128
实验二十四 铁、钴、镍	131
第 6 章 无机化合物的制备	134
实验二十五 硝酸钾的制备和提纯	134
实验二十六 硫酸四氨合铜的制备及表征	135
实验二十七 无水四碘化锡的制备	139
实验二十八 碳酸钠的制备	141
实验二十九 氧化锌的制备和化学式的测定	143
实验三十 硫酸亚铁铵的制备	145
实验三十一 三草酸合铁 (III) 酸钾的制备及其配阴离子电荷的测定 ..	147
实验三十二 硫代硫酸钠的制备	150
实验三十三 重铬酸钾的制备	152
实验三十四 由钛铁矿制备二氧化钛	154
第 7 章 综合和设计实验	158
实验三十五 常见阳离子的定性分析	158

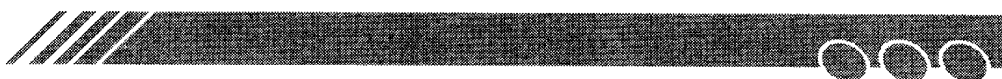
实验三十六	常见阴离子的定性分析	166
实验三十七	配合物的光谱化学序测定	169
实验三十八	从废定影液中回收银	173
实验三十九	水热法制备 SnO_2 纳米微晶	174
实验四十	聚碱式氯化铝的制备与净水试验	177
实验四十一	镧-间羟基苯甲酸-8-羟基喹啉三元配合物的合成	179
实验四十二	水热法制备羟基磷灰石纳米粒子	182

第三部分 附 录

附录 1	国际单位制 (SI) 和我国的法定计量单位	189
附录 2	国际相对原子质量表 (2001)	190
附录 3	水的饱和蒸气压 (p/kPa)	192
附录 4	常见化合物的摩尔质量 ($\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$)	193
附录 5	某些无机化合物在水中的溶解度	195
附录 6	几种常见酸碱的密度和浓度	198
附录 7	常见难溶电解质的溶度积	198
附录 8	弱酸弱碱在水溶液中的解离常数	199
附录 9	标准电极电势	201
附录 10	常见配离子的标准稳定常数	208
附录 11	常见离子和化合物的颜色	209
附录 12	常用离子的主要鉴定方法	211
附录 13	某些试剂溶液的配制	215
参考文献		217
常用化学网址		218

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 绪 论

1.1.1 无机化学实验的目的

化学是一门实验科学。在化学教学中，实验占有十分重要的地位。无机化学课是化学专业学生所学的第一门专业基础课。要很好地理解和掌握无机化学的基本理论和基础知识，就必须亲自动手做实验。无机化学实验的目的是：

- (1) 通过实验获得感性认识，加深学生对一些基本理论、基本概念的理解。
- (2) 对学生进行严格地基本操作、基本技能训练，使学生正确掌握基本技能，学会正确使用一些常用仪器，学会观察实验现象和测定实验数据，以及正确地处理所得数据。在分析实验现象和数据的基础上，正确表达实验结果。
- (3) 通过实验培养学生严谨的科学态度，良好的实验素质，以及分析问题、解决问题的独立工作能力。

无机化学实验的任务是通过整个无机化学实验教学，逐步达到上述各项目目的，培养学生的科研能力，为学生进一步学习后续化学课程和实验打下基础。

1.1.2 无机化学实验的学习方法

为了达到上述实验目的，不仅要求学生有正确的学习态度，还要有正确的学习方法。学习无机化学实验可分为以下几个步骤：

1. 预习

预习是做好实验的前提和保证。

- (1) 认真阅读实验教材、有关教科书及参考资料。
- (2) 明确实验目的，了解实验内容及注意事项。
- (3) 预习有关的基本操作及仪器使用说明。
- (4) 做好预习报告。

2. 讨论

(1) 实验前，教师以提问的形式与学生共同讨论，明确实验原理、操作要求及注意事项。

- (2) 教师做必要的操作示范，使实验操作规范化。

(3) 实验后组织学生讨论，加深对实验现象的理解。

3. 实验

(1) 按拟定的实验步骤独立、认真操作，仔细观察现象，边实验边思考边记录。

(2) 将实验现象和数据如实地记录在实验报告上，不得涂改。

(3) 若实验失败，应认真分析和查找原因，经教师同意可重做实验。

4. 实验报告

实验完成后，要及时完成实验报告。实验报告一般包括：①实验名称、日期；②实验目的、要求；③简明的实验原理；④实验步骤；⑤实验现象、数据等的原始记录；⑥实验解释、实验结论或实验数据的处理和计算；⑦实验心得体会和讨论。

其中，①至④应在实验前完成；⑤在实验时完成；⑥和⑦在实验后完成。

实验报告应字迹端正，简明扼要，整齐清洁。若实验现象、数据、解释等不符合要求，或实验报告写得潦草，应重做实验或重写报告。

1.1.3 实验报告的基本格式

无机化学实验报告一般分为无机化学制备实验报告、无机化学测定实验报告和无机化学性质实验报告三种。

无机化学制备实验报告

实验名称：_____

年级：_____ 学号：_____ 姓名：_____ 日期：_____

一、实验目的

二、基本原理

三、简要流程（方块式或箭头式）

四、实验中主要现象

五、实验结果

产品外观：_____。

理论产量（计算）：_____。

产量：_____。

产率：_____。

六、问题与讨论

无机化学测定实验报告

实验名称： _____
年级： _____ 学号： _____ 姓名： _____ 日期： _____

- 一、实验目的
- 二、基本原理（简述）
- 三、实验步骤
- 四、数据记录和结果处理（表格形式）
- 五、问题和讨论

无机化学性质实验报告

实验名称： _____
年级： _____ 学号： _____ 姓名： _____ 日期： _____

- 一、实验目的
- 二、实验内容与记录

实验步骤	实验现象	解释和结论（包括化学反应方程式）
------	------	------------------

- 三、讨论
- 四、小结

1.2 实验室基本知识

1.2.1 实验室规则

- (1) 实验前应认真预习，明确实验目的和要求，写好预习报告，包括实验的基本原理、内容和方法。
- (2) 遵守纪律，不迟到，不早退，不得无故缺席。
- (3) 衣冠不整、穿拖鞋者不准进入实验室。进入实验室后必须对号入座，不准错坐、换座。实验中不得到处乱走。
- (4) 认真听教师讲解，有问题必须先举手再提问。保持实验室安静，不要大声喧哗。
- (5) 实验时应遵守仪器的操作规则。不准进行任何与实验内容无关的活动。

注意安全, 爱护仪器, 节约药品。

(6) 实验过程中要认真操作, 仔细观察现象, 将实验中的现象和数据如实记录在实验报告上。根据原始记录, 认真地分析问题、处理数据, 完成实验报告。

(7) 实验过程中, 应保持实验区域整洁。火柴、纸张和废品只能丢入废物缸内, 不能丢入水池, 以免堵塞水池。玻璃碎片等应倒入指定缸内。规定回收的废液要倒入废液缸内, 以便统一处理。严禁擅自将仪器、药品带出实验室。

(8) 每次实验完毕后, 值日生负责打扫和整理实验室, 关闭水、电、煤气开关, 关好门、窗, 经教师认可后方可离去。

1.2.2 实验室的安全常识

(1) 使用浓酸、浓碱时必须小心操作, 防止溅到皮肤或衣服上。加热试管时, 要注意试管口不要向着自己或他人。

(2) 使用易燃易爆物质时, 应特别小心。不要将大量易燃易爆物质放在桌上, 更不应放置在靠近火源处, 应放置在阴凉处。

(3) 有刺激性的、恶臭的、有毒的气体产生的实验应在通风橱中进行。

(4) 使用有毒试剂时, 不要使其接触皮肤或撒落在桌面上。用后应回收统一处理。

(5) 绝对不允许随意混合各种化学药品, 以免发生意外事故。

(6) 使用煤气灯或酒精喷灯时, 要严格按照操作规则点火、灭火, 应做到火着人在, 人走火灭。

(7) 不得随意排放超剂量废气、废液、废物。实验废弃物要放到指定位置。不得随意丢弃用过的实验药品和容器。

(8) 应配备必要的护目镜。实验时要穿实验服。

(9) 严禁在实验室内饮食或把食物带进实验室, 实验后必须仔细洗净双手。

(10) 不得用湿手操作电器设备, 以防触电。离开实验室前, 值日生和教师应检查水、电、门窗是否关闭。

1.2.3 实验室事故的处理措施

(1) 割伤。首先检查伤口内有无玻璃或金属等碎片, 先将碎片挑出。然后用硼酸水洗净, 并用 3% 的 H_2O_2 溶液消毒, 再涂上碘酒或红汞水, 必要时可用护创膏或纱布包扎。若伤口较大或过深而大量出血, 应迅速在伤口上部和下部扎紧血管止血, 并立即到医院诊治。

(2) 烫伤。不要用冷水洗涤伤处。可用稀 KMnO_4 或苦味酸溶液冲洗, 然后涂上烫伤药膏。严重者须送医院治疗。

(3) 强碱、钠、钾等触及皮肤而引起灼伤时, 先用大量自来水冲洗, 再用饱

和硼酸溶液或2%乙酸溶液洗。

(4) 强酸等触及皮肤而致灼伤时，应立即用大量自来水冲洗，再以饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水洗。

(5) 溴灼伤。溴灼伤伤口不易愈合，必须严加防范。一旦被溴灼伤，应立即用20%硫代硫酸钠溶液冲洗伤口，再用水冲洗，并敷上甘油。

(6) 若发生煤气中毒，应转移到室外呼吸新鲜空气，严重时应立即送医院诊治。

(7) 触电。立即切断电源，必要时进行人工呼吸，严重者应立即送医院。

(8) 实验室灭火方法。实验中一旦发生火灾，应立即灭火，同时防止火势蔓延。常见的灭火方法如下：

(i) 一般的小火可用湿布、砂子等覆盖燃烧物。大火可使用泡沫灭火器、二氧化碳灭火器。

(ii) 汽油、乙醚、甲苯等有机溶剂着火时，绝对不能用水灭火，否则会扩大燃烧面积，应用石棉布或砂土扑灭。

(iii) 酒精及其他可溶于水的液体着火时，可用水灭火。

(iv) 活泼金属如钠、钾等着火时，只能用砂土、干粉灭火器灭火。

(v) 电器或导线着火时不能用水及二氧化碳灭火器，应立即切断电源或用四氯化碳灭火器。

(vi) 衣服被烧着时切忌惊慌乱跑，应迅速脱下衣服，或用专用防火布包裹身体，或就地打滚灭火。

1.2.4 实验室三废的处理

实验中经常会产生某些有毒的气体、液体和固体，如果直接将其排出就可能污染周围的空气和水源。因此，废气、废液和废渣要经过处理后才能排弃。

1. 废气的处理方法

产生少量有毒气体的实验应在通风橱中进行，通过排风设备将少量毒气排到室外。如果实验产生大量的有毒气体，必须安装吸收或处理装置。例如，卤化氢、二氧化硫等可用碱液吸收后排放；碱性气体可用酸溶液吸收后排放；一氧化碳可以点燃转化成二氧化碳。

2. 废渣的处理方法

少量的有毒废渣常深埋于地下指定地点。有回收价值的废渣应该回收利用。

3. 废液的处理方法

(1) 废酸和废碱液。若废液中有沉淀，先过滤，滤液分别加入碱或酸中和至 $\text{pH} = 6 \sim 8$ 后排出。少量废渣可埋于地下。

(2) 废铬酸洗液。可以用高锰酸钾氧化法使其再生，重复使用。先将其加热浓缩，除去水分后冷却至室温，缓缓加入高锰酸钾粉末（每 1000mL 约加入 10g）。边加边搅拌，直至溶液呈深褐色或微紫色，不要过量。加热至出现三氧化硫后，停止加热，稍冷，过滤，除去沉淀。滤液冷却后析出红色三氧化铬沉淀，再加入适量硫酸使其溶解即可使用。对于少量的废铬酸洗液，可加入废碱液或石灰使其生成氢氧化铬（Ⅲ）沉淀，然后将此废渣埋于地下。

(3) 氰化物废液。氰化物是剧毒物质，含氰废液必须认真处理。对于少量的含氰废液，可先用碱调至 $\text{pH} > 10$ ，再用高锰酸钾使 CN^- 氧化分解。大量的含氰废液可用碱性氯化法处理。先将废液调至 $\text{pH} > 10$ ，再加入漂白粉，使 CN^- 氧化成氰酸盐，并进一步分解为二氧化碳和氮气，再将溶液 pH 调到 6~8 后排放。

(4) 含汞盐废液。先将 pH 调到 8~10，然后加适当过量的硫化钠生成硫化汞沉淀，并加少量硫酸亚铁生成硫化亚铁沉淀，从而吸附硫化汞共沉淀下来。过滤，少量残渣可埋于地下，大量残渣可用焙烧法回收汞。

(5) 含重金属离子的废液。最有效和最经济的处理方法是加入碱或硫化钠使重金属离子变成难溶性的氢氧化物或硫化物沉淀，然后过滤分离。少量残渣可埋于地下。

1.3 化学实验中的数据表达与处理

在化学实验中，经常需要进行计量及测定，要正确记录及处理得到的各种数据，并对计量及测定的结果进行正确表示，才能从中找到规律，并正确地说明及分析各种实验结果。因此，学习和掌握实验数据采集及处理过程中的误差与有效数字的概念，以及实验数据的处理和表示结果的基本方法是十分必要的。

1.3.1 误差

在计量或测定过程中，误差总是客观存在的。产生误差的原因很多，测量中的误差按其性质和来源可分为系统误差、偶然误差和过失误差。

1. 系统误差

系统误差也称可测误差，是由某些固定不变的因素引起的。其特点是在相同