

郑文杰 杨 芳 刘应亮 编著

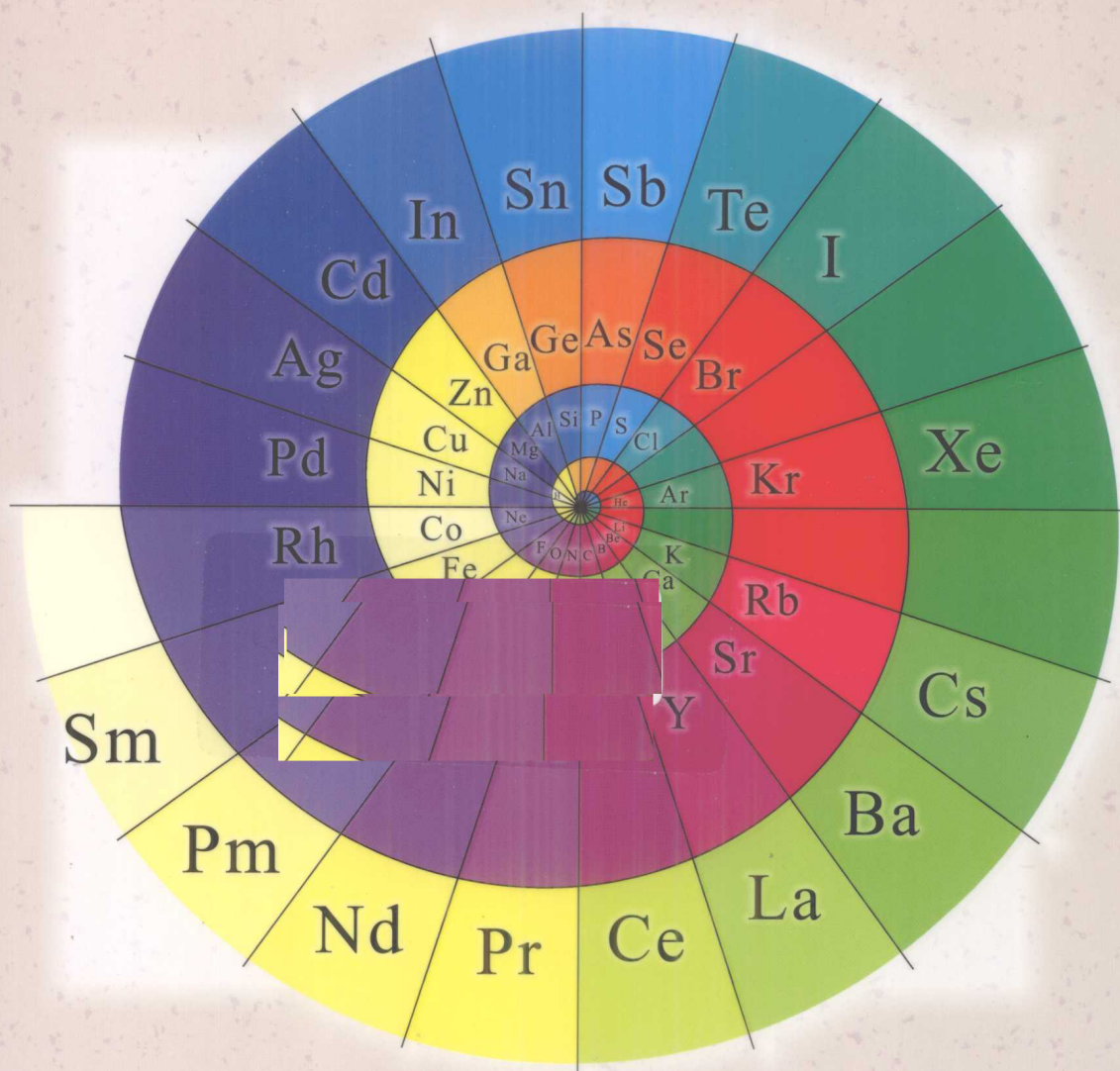
Written by Zheng Wenjie Yang Fang Liu Yingliang

无机化学实验

[第三版]

Third Edition

Inorganic Chemistry Experiments



暨南大学出版社
JINAN UNIVERSITY PRESS

郑文杰 杨 芳 刘应亮 编著

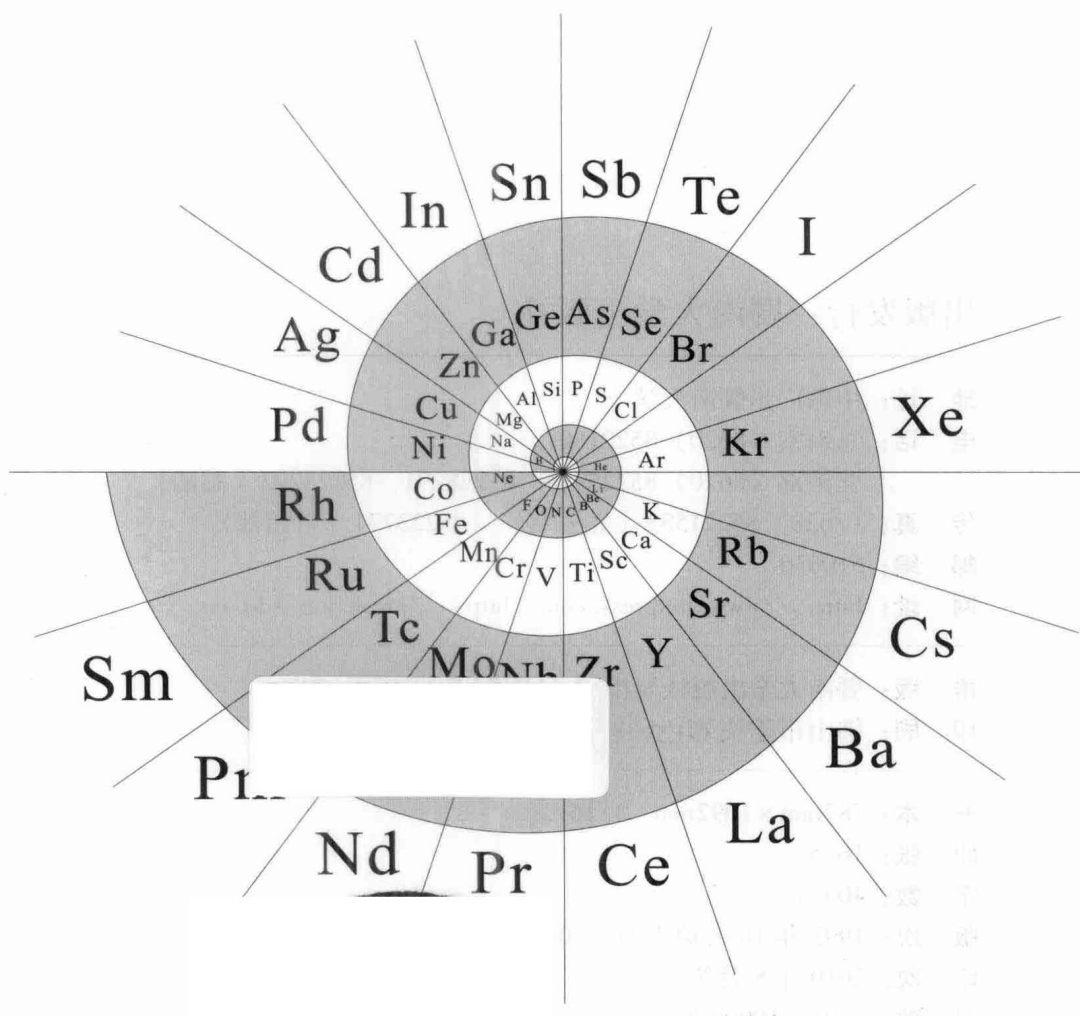
Written by Zheng Wenjie Yang Fang Liu Yingliang

无机化学实验

[第三版]

Third Edition

Inorganic Chemistry Experiments



暨南大学出版社
JINAN UNIVERSITY PRESS

中国·广州

图书在版编目 (CIP) 数据

无机化学实验/郑文杰, 杨芳, 刘应亮编著. —3 版. —广州: 暨南大学出版社, 2010. 8
ISBN 978 - 7 - 81135 - 579 - 6

I. ①无… II. ①郑… ②杨… ③刘… III. ①无机化学—化学实验—高等学校—教材
IV. ①O61 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 144545 号

出版发行: 暨南大学出版社

地 址: 中国广州暨南大学

电 话: 总编室 (8620) 85221601

营销部 (8620) 85225284 85228291 85228292 (邮购)

传 真: (8620) 85221583 (办公室) 85223774 (营销部)

邮 编: 510630

网 址: <http://www.jnupress.com> <http://press.jnu.edu.cn>

排 版: 暨南大学出版社照排中心

印 刷: 佛山市浩文彩色印刷有限公司

开 本: 787mm × 1092mm 1/16

印 张: 16.5

字 数: 409 千

版 次: 1993 年 10 月第 1 版

印 次: 2010 年 8 月第 4 次

印 数: 8001—10000 册

定 价: 30.00 元

(暨大版图书如有印装质量问题, 请与出版社总编室联系调换)

前 言

本书是在《无机化学实验》第二版的基础上修订而成的。本书主要是面向生命科学技术学院的各专业本科生，同时也涵盖了医学院、药学院、理工学院等相关专业的无机化学课程的实验内容，因此，第三版有更宽的适用面。

本书分基础操作训练、常数测定、化合物的制备与提纯、元素及其化合物的性质、离子的分离与鉴定、废液的回收处理和水的净化及特色创新实验七部分。不同专业可根据需要选择自己所侧重的内容。此外，一些实验还设有选做部分，这部分内容具有一定的难度，各专业可根据需要适当选用。

每个实验中的“实验提要”目的在于使学生对实验的内容达到基本理解，使实验顺利进行；“问题与讨论”有助于学生在实验前能更好地理解实验原理，把握实验重点，抓住实验关键，在实验后能分析实验现象和实验结果，深入思考并进一步扩展知识。因此要求在实验前充分预习并认真思考。

为了加强培养学生的动手、分析能力，进一步提高实验课的质量，本书尽量减少验证性实验，增加制备、分离、提纯、鉴定和设计性实验等方面的内容。同时把四大平衡统一到热力学原理中进行叙述，并贯彻在各有关实验中。与第二版相比，第三版删减了部分略为陈旧的内容，增加了部分新的内容，如纳米硒、纳米硫的制备等，这些内容是编著者的一些最新研究成果。

本书的实验既各自独立又相互联系，通过适当安排可以形成系列实验。如果教师在选择和安排实验时能注意利用其内在联系，则既可激发学生的兴趣，又可节省实验经费，减少环境污染，收到更好的教学效果。

在修订过程中，有些经典实验借鉴已出版教材的内容。使用过第二版的师生也提出了一些宝贵的意见。暨南大学出版社和化学系给予了大力支持和热情帮助。在此一一致以衷心的感谢！

编著者

2010年6月

目 录

前 言	(1)
无机化学实验的目的	(1)
无机化学实验的学习方法	(2)
学生实验守则	(6)
实验室安全守则	(7)
无机化学实验常用仪器介绍	(9)

第一部分 基本操作训练

无机化学实验基本操作	(18)
一、常用玻璃仪器的洗涤和干燥	(18)
二、加热的方法	(21)
三、玻璃操作和塞子钻孔	(25)
四、容量仪器及其应用	(28)
五、化学试剂及其取用	(33)
六、溶液的配制	(34)
七、气体的发生、净化、干燥和收集	(34)
八、蒸发(浓缩)、结晶(重结晶)	(37)
九、结晶(沉淀)的分离和洗涤	(37)
十、试纸的使用	(41)
实验部分	(43)
实验一 常用仪器的洗涤和干燥	(43)
实验二 玻璃加工和洗瓶装配	(44)
实验三 滴定操作练习	(47)

实验四 酸碱滴定	(50)
实验五 EDTA 标准溶液的配制与标定	(52)
实验六 水中钙、镁含量的测定 (配位滴定法)	(54)
实验七 摩尔盐的制备	(56)
实验八 硫酸铜的提纯	(59)

第二部分 常数测定

误差与数据处理	(64)
一、测量中的误差	(64)
二、有效数字	(69)
常用仪器使用说明	(72)
一、PHS—3C 酸度计操作方法	(72)
二、DDS—11C 型电导率仪使用方法	(72)
实验部分	(74)
实验九 金属摩尔质量的测定	(74)
实验十 化学反应速度和活化能	(78)
实验十一 弱酸电离常数的测定 (pH 法)	(82)
实验十二 硫酸钡溶度积的测定 (电导法)	(84)
实验十三 电极电位的测定	(88)
实验十四 磺基水杨酸铁配合物的组成及稳定常数的测定	(91)

第三部分 化合物的制备与提纯

实验部分	(96)
实验十五 氯化钠的提纯	(96)
实验十六 氯化钾的提纯	(99)
实验十七 硝酸钾的制备与提纯	(102)
实验十八 磷酸盐的制备	(105)
实验十九 硫化钠的提纯	(107)
实验二十 硫代硫酸钠的制备	(109)
实验二十一 明矾的制备	(112)
实验二十二 无水四氯化锡的制备	(115)

实验二十三	立德粉（锌钡白）的制备	(118)
实验二十四	从钛铁矿制备二氧化钛	(121)
实验二十五	由铬铁矿制备重铬酸钾	(124)
实验二十六	电解法制备高锰酸钾	(127)
实验二十七	草酸配合物的合成	(129)

第四部分 元素及其化合物的性质

实验部分	(132)
实验二十八 化学反应的耦联及其应用	(132)
实验二十九 s 区元素及其化合物	(135)
实验三十 卤素及其化合物	(139)
实验三十一 过氧化氢和硫的化合物	(145)
实验三十二 氮和磷	(150)
实验三十三 锡、铅、铋、铊的化合物	(156)
实验三十四 ds 区元素的化合物	(160)
实验三十五 钛、钒、铬、锰的化合物	(165)
实验三十六 铁、钴、镍的化合物	(170)
实验三十七 胶体溶液	(176)

第五部分 离子的分离与鉴定

半微量定性分析的基本操作	(180)
常见阳离子的分析	(183)
常见阴离子的分析	(192)
实验部分	(194)
实验三十八 鉴定反应的条件	(194)
实验三十九 混合溶液中阴离子的分析	(199)
实验四十 混合溶液中阳离子的分析（Ⅰ）	(202)
实验四十一 混合溶液中阳离子的分析（Ⅱ）	(204)
实验四十二 混合溶液中阳离子的分析（Ⅲ）	(207)
实验四十三 离子交换法分离检出 Fe^{3+} 、 Co^{2+} 和 Ni^{2+}	(211)

第六部分 废液的回收处理和水的净化

实验部分	(216)
实验四十四 从含碘废液中提取单质碘	(216)
实验四十五 从废液中回收有价金属	(219)
实验四十六 重金属废水的处理	(221)
实验四十七 水的净化	(224)

第七部分 特色创新实验

实验部分	(228)
实验四十八 葡萄糖酸锌的制备	(228)
实验四十九 磺胺嘧啶锌配合物的合成	(230)
实验五十 固相合成硒芳香杂环化合物	(232)
实验五十一 从茶叶和紫菜中分离和鉴定某些元素	(234)
实验五十二 纳米硫的制备	(236)
实验五十三 纳米硒的制备	(238)
附 录	(240)
一、化学试剂的规格	(240)
二、市售酸碱浓度	(240)
三、饱和水蒸气压	(241)
四、常用的一些酸碱指示剂	(242)
五、常见沉淀物的 pH 值	(243)
六、常见无机化合物在水中的溶解度	(244)
七、普通有机溶剂的性质	(246)
八、常用配合物的稳定常数表	(247)
九、某些物质的热力学数据	(251)

无机化学实验的目的

化学是一门实验科学。任何化学规律的发现和化学理论的建立，都必须以严格的实验为基础，并受实验的检验，所以化学实验是研究化学的重要手段和方法。无机化学实验是学生进入大学后在化学实验技能方面受到系统和严格训练的开端，它不仅为学习无机化学的基础理论提供了依据，而且为后续课程的实验打好了基础，也为以后独立进行科学实验和科学研究起了开路铺石的作用。

通过实验，更好地理解 and 掌握无机化学的基本理论和基础知识；掌握典型元素及其化合物的重要性质和反应性能；掌握测定常数以及制备、分离、提纯和鉴定物质等方法。从而巩固和扩大课堂所学到的知识，学会用实验的方法去验证定律和认识定律。

通过实验，可以正确地掌握无机化学实验的基本操作和技能技巧，学会正确观察和记录实验现象，分析、归纳、判断和评价实验结果，并学会处理实验数据和撰写实验报告。

通过实验，培养理论联系实际和实事求是的科学作风，严肃认真、一丝不苟的科学态度，知难而进、百折不挠的科学精神，善于观察、善于思考的科学习惯，有条不紊、周密准确的科学修养。

无机化学实验的学习方法

无机化学实验的学习方法，主要抓住下列3个环节：

1. 预习

为了确保实验顺利进行并达到预期效果，实验前必须认真地进行预习，并要求：

- (1) 阅读实验教材、教科书和参考文献的有关内容。
- (2) 明确实验目的，了解实验的内容、原理、操作方法、步骤以及安全注意事项。
- (3) 对于设计实验，应反复认真思考，预先拟定出合理的实验方案。
- (4) 在认真预习的基础上，写出实验预习报告（包括实验步骤、操作要领、注意事项及对问题的思考等），作为进行实验的依据。

2. 实验

根据实验教材（或自己的设计方案）所拟定的方法、步骤和试剂用量进行操作。要求做到：

- (1) 认真操作，细心观察，及时地、如实地、详细地记录实验现象。
- (2) 若发现异常实验现象应主动进行分析，找出原因，解决问题，必要时重做实验。逐步培养自己独立思考和解决实际问题的能力。
- (3) 发现疑难问题，可提请教师帮助，共同研究、解决。
- (4) 实验过程中应保持肃静，严格遵守实验室的工作守则和安全守则。

3. 实验报告

实验报告要求简明扼要，标题明显，文理通顺，字迹清楚，整齐洁净。实验报告要求包括以下内容：

- (1) 实验名称。
- (2) 实验目的：扼要地简述实验的目的。
- (3) 实验原理：测定实验或制备实验应扼要叙述其原理。
- (4) 实验步骤：尽量用简图、表格、化学式或化学符号表示。
- (5) 实验现象和数据的记录：清晰地描述实验现象，如实记录每一个实验数据，做到严谨、认真、实事求是。
- (6) 现象解释与数据处理：根据实验的现象进行分析、解释，并得出结论，写出有关的反应方程式；或根据记录的数据进行计算或作图。
- (7) 问题讨论：针对实验遇到的异常或特别的现象或疑难问题提出自己的见解；或总结实验中某方面的收获或教训；对定量实验应分析产生误差的原因；对教学方法、实验内容、实验方法都可提出自己的意见。

下面列举出不同类型的实验报告形式，以供参考。

类型 1 无机物制备或提纯实验

无机化学实验报告

实验名称 _____ 室温 _____

班组 _____ 姓名 _____ 日期 _____

实验目的

简述原理

主要现象记录

产品纯度检验（根据实验要求进行）

产品外观

产 量

产 率

问题与讨论

附录

指导教师签名 _____

类型 2 测定实验

无机化学实验报告

实验名称 _____ 室温 _____ 气压 _____

班组 _____ 姓名 _____ 日期 _____

实验目的

简述测定原理

数据记录和结果处理

问题与讨论

附录

指导教师签名 _____

类型 3 性质实验

无机化学实验报告

实验名称_____ 室温_____

班组_____ 姓名_____ 日期_____

实验内容与步骤	实验现象	解释、反应方程式和结论

小结

问题与讨论

附录

指导教师签名_____

学生实验守则

- (1) 实验前应认真预习，写好实验预习报告，上课时交指导教师检查和签字。
- (2) 遵守纪律，保持肃静，集中思想，认真操作，积极思考，仔细观察，如实记录。
- (3) 爱护各种设备和仪器，节约水电和药品。实验过程中如有仪器破损，应填写仪器破损单，经指导教师签字后及时领取补齐，对破损仪器酌情赔偿。
- (4) 实验后，废纸、火柴梗和废液废渣应倒入指定的回收容器内，严禁倒入水槽，以防水槽腐蚀、堵塞和造成环境污染。废玻璃应放入废玻璃箱内。
- (5) 使用试剂应注意以下几点：
 - ①按教材规定用量使用，如无规定用量，应适量取用，注意节约。
 - ②公用试剂和试剂架上的试剂使用后，应立即盖上原来的瓶塞，并放回原处。注意确保洁净和放置有序。
 - ③取用固体试剂时，注意避免洒落。
 - ④试剂从瓶中取出后，不应倒回原瓶中。滴管未经洗净时，不准在试剂瓶中吸取溶液，以免带入杂质而使瓶中试剂变质。
 - ⑤规定要回收的药品都应倒入指定的回收瓶内。
- (6) 使用精密仪器时，必须严格按操作规程操作，细心谨慎，避免粗心大意而损坏仪器。发现仪器有故障，应立即停止使用，报告指导教师，及时排除故障。
- (7) 注意安全操作，遵守实验室安全守则。
- (8) 实验后应将仪器洗净，放回原处，清理实验台面。
- (9) 值日生应按规定打扫整个实验室，清洗水槽，检查并关闭水源、电源和门窗。

实验室安全守则

进入化学实验室，每个人都务必十分重视安全问题，决不能麻痹大意。进入化学实验室的每一个人，都必须十分熟悉实验室的一般安全守则；熟悉易燃、易爆、具有腐蚀性的药物及毒物的使用规则；熟悉化学实验意外事故的处理及救护措施。在每一个实验前都应充分了解该实验的有关安全注意事项，在整个实验过程中，都应集中注意力，严格遵守操作规程和各项安全守则，避免事故的发生。

1. 实验室的一般安全守则

(1) 师生务必了解实验室内及周围环境各项灭火和救护设备（如沙箱、灭火器、急救箱等）及安放的位置，以及水管阀门、电闸的位置；熟悉各类灭火器的性能和使用方法。

(2) 严禁在实验室内饮食、吸烟。

(3) 使用电器时，要谨防触电。不要用湿手湿物接触电器设备。实验后应随手关闭电器开关。

(4) 加热试管时，试管口不要对着自己和别人，也不要俯视正在加热的液体，以免因液体溅出而受到伤害。

(5) 不要直接用手触及毒物。实验完毕，洗净双手方可离开实验室。

(6) 实验室内所有药品不得携带出室外。

2. 易燃、易爆、具有腐蚀性的药物及毒物的使用规则

(1) 涉及氢气的实验，操作时要远离明火，点燃氢气前，必须先检查氢气的纯度。

(2) 银氨溶液久置后会变成氮化银而发生爆炸，用剩的银氨溶液必须酸化后回收。

(3) 某些强氧化剂（如氯酸钾、过氧化钠、硝酸钾、高锰酸钾）及其混合物（如氯酸钾与红磷、碳、硫等的混合物）不能研磨，以防爆炸。

(4) 钾、钠暴露在空气中或与水接触易燃烧，应保存在煤油中，并用镊子取用。

(5) 白磷在空气中易自燃且有剧毒，能灼伤皮肤，切勿与人体接触，应保存在水中，在水下切割并用镊子取用。

(6) 有机溶剂（如乙醇、乙醚、苯、丙酮等）易燃，使用时要远离明火，用后立即盖紧瓶塞并放置在阴凉处。

(7) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性，切勿使其溅在皮肤或衣服上，尤其要注意保护眼睛。稀释时（特别是浓硫酸），应将它们慢慢倒入水中而不能相反进行，以避免迸溅。

(8) 能产生有毒、有刺激性恶臭气体的实验（如硫化氢、氯气、一氧化碳、二氧化氮、二氧化硫、溴等），都要在通风橱或台面通风口下面进行操作。

(9) 嗅闻气体时,用手轻拂气体,把少量气体扇向自己的鼻孔,决不能将鼻子直接对着瓶口嗅闻。

(10) 可溶性汞盐、铬(VI)的化合物、氰化物、砷盐、铋盐、镉盐和钡盐都有毒,不得进入口内或接触伤口,其废液也不能倒入下水道,应集中统一处理。

(11) 金属汞易挥发,它在人体内会累积起来引起慢性中毒。一旦把汞洒落在桌上或地面上,必须尽可能收集起来,并用硫黄粉盖在洒落的地方,使汞转变成不挥发的硫化汞。

3. 意外事故的处理及救护措施

(1) 割伤。在伤口上抹红药水或紫药水,洒些消炎粉并包扎,或贴上止血贴。如为玻璃扎伤,应先挑出伤口里的玻璃碎片再包扎。

(2) 烫伤。切勿用水冲洗,在烫伤处抹上烫伤膏或万花油。

(3) 受酸腐蚀。先用大量水冲洗,再用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水洗,最后再用水冲洗。如果酸溅入眼内也用此法处理。

(4) 受碱腐蚀。先用大量水冲洗,再用醋酸(20g/L)洗,最后再用水冲洗。如果碱溅入眼中,可用硼酸溶液洗,再用水冲洗。

(5) 受溴腐蚀。用苯或甘油洗,再用水冲洗。

(6) 受白磷灼伤。用质量分数为1%的硫酸银溶液,或质量分数为1%的硫酸铜溶液,或浓高锰酸钾溶液洗后进行包扎。

(7) 吸入刺激性气体。吸入氯气、氯化氢气体时,可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气使之解毒。吸入硫化氢气体而感到不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气。

(8) 毒物进入口内。把5~10mL稀硫酸铜溶液(质量分数为5%)加入一杯温水中,内服后,把手指伸入咽喉部,促使呕吐再送医院治疗。

(9) 触电。首先切断电源,然后在必要时进行人工呼吸。

(10) 起火。起火后,要立即一面灭火,一面防止火势扩大(如采取切断电源,停止加热,停止通风,移走易燃、易爆物品等措施)。灭火要根据起火原因采取相应的扑灭方法。

①一般的小火可用湿布、石棉布或沙土覆盖在燃烧物上。

②火势大时可用泡沫灭火器喷射起火处。

③由电器设备引起的火灾,不能用泡沫灭火器,以免触电,只能用四氯化碳气体或二氧化碳灭火器扑灭。

④因某些化学药品(如金属钠)和水反应引起的火灾,应用沙土来灭火。

⑤实验人员的衣服着火时,切勿惊慌乱跑,赶快脱下衣服,或用石棉布覆盖在着火处,就地卧倒打滚,可起灭火作用。

⑥伤势严重者,立即送往医院。

无机化学实验常用仪器介绍

仪 器	规 格	作 用	注意事项
 普通试管 test-tube  离心试管 centrifugal test-tube	玻璃质。分硬质试管，软质试管；普通试管，离心试管。 无刻度的普通试管规格以管口外径(mm) × 管长(mm)表示。 离心试管规格以容量(cm^3)表示。	普通试管用作少量试剂的反应容器，便于操作和观察。也可用于少量气体的收集。 离心试管主要用于沉淀分离。	普通试管可直接用火加热。硬质试管可加热至高温。 加热时应用试管夹夹持。 加热后不能骤冷。 离心试管只能用水浴加热。
 烧杯 beaker	玻璃质。分普通型，高型；有刻度，无刻度。 规格以容量(cm^3)表示。	用作较大量反应物的反应容器，反应物易混合均匀。 也用作配制溶液的容器或简易水浴的盛水器。	加热时应置于石棉网上，使其受热均匀。 刚加热后不能直接置于桌面上，应垫以石棉网。
 锥形烧瓶 conical flask	玻璃质。 规格以容量(cm^3)表示。	反应容器，振荡方便，适用于滴定操作。	加热时应置于石棉网上，使其受热均匀。 刚加热后不能直接置于桌面上，应垫以石棉网。