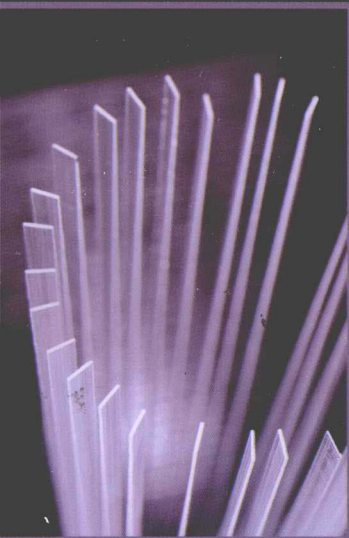


Wuji  
Huaxue Shiyan



新编工科化学立体化教材

# 无机化学实验

包新华 邢彦军 李向清

主编



科学出版社

新编工科化学立体化教材

# 无机化学实验

包新华 邢彦军 李向清 主编



科学出版社

北京

## 内 容 简 介

《无机化学及其实验课程建设系列教材》是上海大学、东华大学、上海应用技术学院等院校近年来教学改革的成果。该系列教材包括《无机化学》、《无机化学实验》、《无机化学学习指导》。本书内容包含三部分:第一部分介绍化学实验的基本原理、基本方法和基本技能;第二部分为实验项目,包括基本操作训练、浓度测定、无机化合物的制备与提纯以及表征、重要无机化合物的有关性质、化学特征常数的测定等;第三部分为附录,包括化学实验中的常用数据及危险化学品名录。

本书内容全面、新颖,适用于化学、化工、材料、环境、生物、食品、印染、纺织等专业的学生,也可作为“卓越工程师教育培养计划”的实验课程教材。

### 图书在版编目(CIP)数据

---

无机化学实验/包新华,邢彦军,李向清主编. —北京:科学出版社,2013.3  
新编工科化学立体化教材  
ISBN 978-7-03-036742-6

I. ①无… II. ①包…②邢…③李… 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(2013)第 034308 号

---

责任编辑:谭宏宇 王艳丽 彭晓敏 / 责任校对:赵桂芬  
责任印制:刘 学 / 封面设计:殷 靓

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>

江苏省句容市排印厂印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

\*

2013 年 3 月第 一 版 开本:B5(720×1000)

2013 年 3 月第一次印刷 印张:15 3/4

字数:296 000

定价:35.00 元

## 《无机化学实验》编辑委员会

主 编 包新华 邢彦军 李向清

编 委 (按姓氏笔画排序)

|     |            |
|-----|------------|
| 包新华 | (上海大学)     |
| 冯 利 | (上海大学)     |
| 邢彦军 | (东华大学)     |
| 邢菲菲 | (上海大学)     |
| 向 群 | (上海大学)     |
| 刘洪江 | (上海大学)     |
| 安保礼 | (上海大学)     |
| 李向清 | (上海应用技术学院) |
| 林昆华 | (上海大学)     |
| 赵永梅 | (上海大学)     |
| 赵曙辉 | (东华大学)     |
| 柏跃玲 | (上海大学)     |
| 段智明 | (上海大学)     |
| 钱 群 | (上海大学)     |
| 徐甲强 | (上海大学)     |

## ■ 前 言

创新教育已成为 21 世纪高等教育的主流,加强创新能力培养是全面贯彻国家教育方针的需要。从创新能力培养的角度看,实践教学的重要性日益凸显。实验教学是实践教学的重要环节,对创造性思维和创新能力的培养起着更为重要的作用。

本教材是根据《高等学校化学类专业指导性专业规范》(高等教育出版社,2010 年)的精神,充分借鉴上海大学、东华大学、上海应用技术学院三校的基础化学实验教学改革成果,以及近年来国内各高校在化学实验教学研究 and 改革方面所取得的宝贵经验,在包新华主编的《无机化学实验》(上海大学出版社)基础上补充、修改而成。

本教材的特色包括:

(1) 为适应无机化学实验的独立开课,本教材在每章实验前安排相关的理论内容,使其既紧密配合理论课的教学,又注意保证其相对独立性和完整性。保证学生通过实验不仅能更好地掌握理论课所学的知识,还能提高实验操作技能,养成良好的实验习惯和尊重科学、实事求是的科学素养,为后续实验课奠定坚实的基础。

(2) 教材内容和结构安排合理,既有课程自身的独立性、系统性,又考虑到与相关化学课程及其他专业课程的联系与衔接。增加了“扩展实验”部分,以满足化学与近化学专业化学实验教学多样性的需求。

(3) 为适应“卓越工程师教育培养计划”,强化培养学生的工程能力和创新能力,在无机化合物的制备、提纯与表征实验项目中,注重实验内容的新颖性、前沿性以及实验方法和手段的多样性,并与工业生产紧密结合。

(4) 为提高学生对实验课的兴趣、激发学生的求知欲望和探索精神,使学生位于实验课的主体地位,本书选用与环境保护、生活实践等密切相关的题材作为实验或扩展实验、兴趣实验的素材,如“水处理剂聚合硫酸铁的制备及其性能测试”、“化学暖袋”、“示温涂料”等实验,让学生意识到化学无处不在。

本教材由包新华(上海大学)、邢彦军(东华大学)、李向清(上海应用技术学院)主编。教材经编委反复讨论后确定编写方案。全书最后由包新华统稿。书中英文

实验项目由朱守荣教授校阅。感谢上海大学基础化学实验中心的大力配合和支持。感谢董晓雯、金永林老师对本书前期工作的贡献和支持。感谢无机化学教研室同事的大力支持和帮助。

由于编者的水平所限,难免有疏漏或不妥之处,恳请使用本教材的老师和同学们批评指正。

编者

2012年10月

# 目 录

## 前言

|                      |     |
|----------------------|-----|
| 绪论                   | 001 |
| 第一节 无机化学实验的目的        | 001 |
| 第二节 无机化学实验的基本要求和学习方法 | 002 |
| 第三节 无机化学实验成绩的评定      | 003 |
| 第四节 无机化学实验室规则和安全知识   | 003 |
| 第一章 无机化学实验基本知识       | 007 |
| 第一节 常用器皿与仪器          | 007 |
| 第二节 无机化学实验室用水        | 008 |
| 第三节 实验结果的表示          | 009 |
| 第二章 无机化学实验基本操作和技术    | 014 |
| 第一节 仪器的洗涤及干燥         | 014 |
| 第二节 试剂的规格、存放及取用      | 016 |
| 第三节 试纸               | 017 |
| 第四节 加热与冷却            | 019 |
| 第五节 量器及其使用           | 021 |
| 第六节 温度计及其使用          | 025 |
| 第七节 称量仪器的使用          | 026 |
| 第八节 固、液分离与结晶         | 028 |
| 第九节 气体的制备、净化及气体钢瓶的使用 | 032 |

|   |     |
|---|-----|
| 第十节 常用仪器的测试原理及使用注意事项  | 034 |
| <b>第三章 基本操作训练</b>   | 039 |
| 理论概述  | 039 |
| 实验一 玻璃加工操作和仪器洗涤   | 043 |
| 实验二 二氧化碳摩尔质量的测定   | 048 |
| 实验三 摩尔气体常量的测定   | 050 |
| 实验四 氯化铵生成焓的测定   | 053 |
| 实验五 化学反应热效应的测定  | 056 |
| 实验六 氢氧化钠溶液的配制与使用  | 060 |
| 实验七 水的硬度测定  | 066 |
| 实验八 粗食盐提纯   | 071 |
| 实验九 氧化还原反应与电化学  | 074 |
| <b>第四章 化学反应特征常数的测定</b>  | 078 |
| 理论概述  | 078 |
| 实验十 乙酸电离常数的测定(pH法)  | 081 |
| 实验十一 四氨合铜(II)配离子的 $\Delta G^\ominus$ 和 $K_{\text{稳}}^\ominus$ 的测定(pH电位法)      | 083 |
| 实验十二 $\text{Fe}^{3+} \sim \text{NCS}^-$ 平衡常数的测定(分光光度法)                        | 085 |
| 实验十三 $\text{Fe}^{3+}$ 与磺基水杨酸配合物的组成和标准稳定常数的测定(分光光度法)                           | 088 |
| 实验十四 化学反应速率、速率常数和反应级数的测定—— $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 与 $\text{I}^-$ 的氧化还原反应 | 092 |
| 实验十五 硫酸钙溶度积的测定(离子交换法)   | 096 |
| 实验十六 电导率法测定 $\text{BaSO}_4$ 的溶度积常数  | 100 |
| <b>第五章 无机物的制备和提纯</b>  | 103 |
| 理论概述  | 103 |
| 实验十七 五水硫酸铜的制备及纯度检验  | 109 |
| 实验十八 8-羟基喹啉锌荧光材料的制备   | 111 |
| 实验十九 离子交换法从海带中提取碘(微型实验)   | 113 |
| 实验二十 草酸合铜酸钾制备   | 116 |
| 实验二十一 微波水解法合成氧化锡纳米材料  | 119 |



|   |            |
|---|------------|
| 实验二十二 无水氯化亚锡的制备·····  | 123        |
| 实验二十三 无水三氯化铬的制备·····  | 125        |
| Experiment 24 Preparation, Purification and Solubility of Potassium Nitrate ····· | 128        |
| <b>第六章 常见元素及其化合物的性质实验·····</b>  | <b>132</b> |
| 理论概述·····   | 132        |
| 实验二十五 p 区重要非金属元素及其化合物·····  | 137        |
| 实验二十六 p 区重要金属化合物·····   | 141        |
| 实验二十七 d 区重要金属化合物(一)·····  | 145        |
| 实验二十八 d 区重要金属化合物(二)·····  | 148        |
| Experiment 29 Important Metal Compounds of ds Block Elements ···                  | 151        |
| 实验三十 常见阴离子的分离和鉴定·····   | 156        |
| 实验三十一 常见阳离子的分离和鉴定·····  | 163        |
| <b>第七章 综合实验和设计实验·····</b>   | <b>171</b> |
| 实验三十二 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备及组分的测定·····  | 171        |
| 实验三十三 硫酸亚铁铵的制备及纯度分析·····  | 178        |
| 实验三十四 钴(Ⅲ)氨氯化物的制备和性质分析·····   | 182        |
| 实验三十五 硫酸铜的制备、提纯和质量鉴定·····   | 188        |
| 实验三十六 过氧化钙的制备及含量分析·····   | 192        |
| 实验三十七 室温固相反应法制备半导体纳米材料·····   | 194        |
| 实验三十八 二氧化钛纳米粒子的制备及其光催化活性的测定·····  | 196        |
| 实验三十九 水处理剂聚合硫酸铁的制备及其性能测试·····   | 198        |
| 实验四十 分子筛的制备及其物性测定·····  | 200        |
| 实验四十一 二茂铁的合成和表征·····  | 203        |
| 实验四十二 Mn-salen 配合物的合成及结构表征·····   | 205        |
| Experiment 43 Anion Analysis of Unknown Solution ·····                            | 207        |
| Experiment 44 Cation Analysis of Unknown Solution ·····                           | 208        |
| <b>第八章 趣味实验·····</b>  | <b>210</b> |
| 实验四十五 化学彩虹·····   | 210        |
| 实验四十六 化学花园·····   | 211        |
| 实验四十七 变色溶液·····   | 211        |
| 实验四十八 着火的铁·····   | 212        |

|   |     |
|---|-----|
| 实验四十九 时钟反应  | 212 |
| 实验五十 化学暖袋   | 215 |
| 实验五十一 示温涂料  | 216 |
| 参考文献  | 218 |
| 附录  | 220 |
| 附录 1 国际相对原子质量表  | 220 |
| 附录 2 一些常见弱酸、弱碱的标准离解常数(298.15K)  | 222 |
| 附录 3 一些难溶化合物的溶度积常数(298K)  | 223 |
| 附录 4 常见配离子的稳定常数 $K_{\text{稳}}^{\ominus}$                                    | 224 |
| 附录 5 水溶液中的标准电极电势(298K)  | 225 |
| 附录 6 一些物质的热力学函数值(298.15K)   | 228 |
| 附录 7 不同温度下水的饱和蒸汽压(0~189℃)   | 231 |
| 附录 8 不同温度下一些常见无机化合物的溶解度 $[\text{g} \cdot (100 \text{ g H}_2\text{O})^{-1}]$ | 233 |
| 附录 9 常用酸、碱的浓度   | 237 |
| 附录 10 强酸、强碱、氨溶液的质量分数与密度、当量浓度( $N^*$ )的关系                                    | 238 |
| 附录 11 酸碱指示剂   | 240 |
| 附录 12 危险化学品名录(部分)   | 241 |



## 第一节 无机化学实验的目的

化学是一门实验科学,任何化学上的发现、发明几乎都离不开实验,化学中的理论、学说、定律都来源于实验并且不断地经受实验的检验。从化学的发展史来看,通过实验人们不仅发现了元素,了解了物质的组成,而且通过对物质组成的研究,不断合成新的物质。通过实验课程的学习与实践,不仅可以培养学生的实验操作技能和实事求是、严谨认真的科学态度,而且可以培养学生初步掌握开展科学研究与创新的方法,提高学生的科学素养。

开设无机化学实验的主要目的有以下几点。

### 1. 培养学生的动手能力

无机化学实验中有各种各样的实验操作,都要求学生能准确掌握操作规程和技能(包括操作手势等),为今后的学习、工作打下基础。

### 2. 培养学生观察事物的能力

无机化学实验中有许多实验现象,要求学生仔细观察,对于细微的变化也不能有疏漏。稀有气体的发现就是因前辈科学家有敏锐的洞察力,通过空气中分离氮气所测出的相对分子质量与氨分解出氮气的相对分子质量之间的微弱差别而发现了稀有气体。

### 3. 培养学生独立思考和解决问题的能力

对学生来说化学实验中有许多新问题需要解决,要求学生独立思考,找出解决问题的方法,并且通过实践去验证自己的方法正确与否。

### 4. 培养学生的创新能力

本书中引入了一些设计性的实验,让学生自己提出实验的方案,教师适当指导,只要符合安全要求,鼓励学生去做自己想要做的实验。

### 5. 培养实事求是的工作态度

在实验中决不允许有弄虚作假、乱凑数据的伪科学作风,培养学生实事求是的

科学品质。

## 第二节 无机化学实验的基本要求和学习方法

无机化学实验的学习,不仅需要有一个端正的学习态度,而且还需要有一个正确的学习方法。现将学习方法归纳成如下几方面。

### 1. 预习

预习是做好实验的前提和保证,预习工作可以归纳为看、查、写。

(1) 看:认真阅读本书有关章节、有关教科书及参考资料,做到明确目的,了解实验原理;熟悉实验内容、主要操作步骤及数据的处理方法,明确实验的关键步骤和注意事项,合理安排实验时间,事先了解仪器的基本操作。

(2) 查:通过查阅附录或有关手册,列出实验所需的物理化学数据。对于设计性实验,要认真查阅实验教材中提供的以及近期有关的参考文献,制订出切实可行的详细实验方案。

(3) 写:在“看”和“查”的基础上认真写好预习报告。

### 2. 讨论

(1) 实验前以提问的形式,师生共同研讨实验原理、操作要点和注意事项。

(2) 观看操作录像,或由教师操作示范,使学生的基本操作规范化。

(3) 实验后组织课堂讨论,对实验现象、实验结果进行分析,对实验操作技巧进行评价,以提高学生的综合能力。

### 3. 实验

(1) 按拟定的实验步骤独立操作,既要大胆,又要细心,仔细观察实验现象,认真测定数据,并做到边操作、边思考、边记录。

(2) 观察的现象,测定的数据,要如实记录在预习报告上。不用铅笔记录,不记在草稿纸、小纸片上;不凭主观意愿删去自己认为不对的数据,不杜撰原始数据;原始数据不得涂改或用橡皮擦拭,如有记错可在原始数据上作出记号,再在旁边写上新数据。

(3) 实验中要勤于思考,仔细分析。碰到疑难问题,可查资料,力争自己解决问题,也可与教师讨论,获得指导。

(4) 如对实验现象有怀疑,在分析和检查原因的同时,可以做对照试验、空白试验,或自行设计实验进行核对,必要时应多次实验,从中得到准确可靠的结论。

(5) 如实验失败,要检查原因,经教师同意方可重做实验。

### 4. 实验后

完成实验后,接下来更为重要的是分析实验现象、整理实验数据,把直接的感性认识提高到理性思维阶段。要做到以下三点。

(1) 认真、独立完成实验报告,对实验现象进行解释,写出反应方程式,得出结论,对实验数据进行处理(包括计算、作图、误差表示等)。

(2) 分析产生误差的原因,对实验现象以及出现的一些问题进行讨论,要敢于提出自己的见解,对实验提出改进的意见或建议。

(3) 回答问题。

### 5. 实验报告

无机化学实验大致可分为物质化学性质和常数的定性和定量测定、化合物性质检验和鉴定以及化合物制备三大类。要求按一定格式书写,字迹端正,叙述要简明扼要,实验记录、数据处理使用表格形式,作图准确清楚(图纸绘图或计算机作图),书写报告要求整洁、规范。

实验报告的书写,通常包括三部分。

(1) 根据实验内容写出实验目的、扼要的实验原理、主要使用的仪器和试剂、简明的实验步骤。

(2) 根据原始记录写出实验现象、测定数据,包括作图等内容。

(3) 结论部分(实验后完成),包括对实验现象、所测数据或产品产量进行分析、解释并得出结论;对原始数据进行处理、误差分析和对实验进行讨论。

## 第三节 无机化学实验成绩的评定

学生实验成绩的评定主要依据如下几点。

(1) 对实验原理和基本知识的理解程度。

(2) 对基本操作、基本技术和实验方法的掌握程度。

(3) 实验结果的好坏,包括合理的产量、纯度,以及实验的准确度、精密度等。

(4) 原始数据的记录情况(是否及时、正确,以及表格的设计是否合理),数据处理的正确性,有效数字、作图技术的掌握程度,实验报告书写的工整性与完整性。

(5) 实验过程中的综合能力、科学品德和科学精神。

根据不同化学实验的特点,成绩评定的重点会有所不同,实验结果不是唯一的决定因素。

## 第四节 无机化学实验室规则和安全知识

### 一、无机化学实验室规则

1. 第一次进入无机化学实验室,首先清点实验所需的仪器。如发现有破损或缺少,应立即报告教师,按规定手续补领;实验时如有损坏,按学校仪器赔偿制度进

行处理。未经教师同意,不得动用实验规定外的药品和仪器。

2. 每次实验前应认真预习,明确目的要求,弄清有关基本原理、操作步骤方法以及安全注意事项。写出实验预习报告,做到心中有数,有计划地进行实验。

3. 实验时应遵守纪律,保持安静,集中思想,认真操作,仔细观察现象,如实记录结果,积极思考问题。

4. 实验时应保持实验室和桌面整洁。废纸、火柴梗等固体废物以及各种强腐蚀性废液等应放入废物缸或其他规定的回收容器内,严禁倒入水槽,防止水槽和下水管道堵塞或腐蚀;有毒废液、有毒固体应集中回收处理。

5. 爱护国家财产,小心使用仪器设备,节约药品、水、电和煤气。

6. 使用药品应注意下列五点:

(1) 药品应按规定取用。如果书中未规定用量,应询问指导老师,并注意节约。

(2) 取用固体药品时,勿使其撒落在实验桌上。

(3) 药品自药瓶中取出后,不应倒回原药瓶中,以免带入杂质而引起瓶中药品变质。

(4) 试剂瓶使用后,应立即盖上塞子,并放回原处,以免和其他瓶上的塞子搞错,混入杂质。

(5) 各种公用的试剂和药品都放在试剂架的指定位置,使用后要物归原处。

7. 使用精密仪器时,要细心谨慎。如发现仪器有故障,要停止使用,及时报告指导教师,由教师来处理,以避免仪器损坏。

8. 实验结束后,应将玻璃仪器刷洗干净,放回原处,整理好药品及实验的桌面。

9. 值日生打扫整个实验室,最后检查自来水开关及煤气开关是否关紧,电源是否切断,门窗是否关好。经教师同意后才能离开实验室。

10. 根据原始记录,认真地写出实验报告,及时交给指导教师。

## 二、无机化学实验室中的安全操作和事故处理

化学药品中,有很多是易燃、易爆、有腐蚀性和有毒的。因此,在化学实验室中工作,首先必须在思想上十分重视安全问题,决不能麻痹大意。其次,在实验前应充分了解本实验中的安全注意事项,在实验过程中应集中注意力,并严格遵守操作规程,避免事故的发生。假如由于各种原因而发生事故,应立即紧急处理(措施见后)。

### 1. 安全守则

(1) 一切易燃、易爆物质的操作都要在离火较远的地方进行,并严格按照操作规程操作。

(2) 有毒、有刺激性气体的操作都要在通风橱内进行。有时需要借助于嗅觉

判别少量的气体时,决不能将鼻子直接对着瓶口或管口,而应当用手将少量气体轻轻扇向自己的鼻孔。

(3) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,使用时不要溅在皮肤或衣服上,更应注意保护眼睛。稀释时(特别是浓硫酸),应在不断搅拌下将浓酸、浓碱慢慢倒入水中,不能进行相反顺序操作,以避免迸溅。

(4) 不了解化学药品性质时,不可将药品任意混合,以免发生意外事故。

(5) 绝对禁止在实验室内饮食、抽烟。严格防止有毒的药品(如铬盐、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞及汞的化合物、氰化物等)进入口内或接触伤口。剩余的固体、强腐蚀废液及有毒物质禁止倒入下水道,可回收后集中处理。

(6) 加热、浓缩液体的操作要十分小心,不能俯视加热的液体,加热的试管口更不能对着人。浓缩溶液时,特别是有晶体出现之后,要不停地搅拌,更不能离开工作岗位。尽可能戴上防护眼镜。

(7) 使用的玻璃管或玻璃棒切割后应马上将断口烧熔保持圆滑。玻璃碎片要放在回收容器内,不能丢在地面或桌面上。

(8) 水、电、煤气使用完毕应立即关闭。

(9) 每次实验结束,应将手洗净后才可离开实验室。

## 2. 意外事故的紧急处理

实验过程中,如果发生意外事故,可采取如下救护措施。

(1) 玻璃割伤:伤口内若有玻璃碎片,必须先挑出,然后涂上红药水并用消毒纱布进行包扎。

(2) 烫伤:切勿先用水冲洗,而应在烫伤处抹上烫伤膏或万花油。

(3) 酸(或碱)溅入眼内:立刻先用大量水冲洗,然后用饱和碳酸氢钠溶液(或硼酸溶液)冲洗,最后再用水冲洗。

(4) 吸入刺激性或有毒气体:吸入氯化氢气体时,可吸入少量酒精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。

(5) 触电:立即切断电源,在必要时进行人工呼吸。

(6) 火灾:如果不慎起火,要立即灭火,并采取措施防止火势蔓延(如切断电源、移走易燃药品等)。灭火要根据起因选用合适的方法。一般的小火可用湿布、石棉布或沙子覆盖燃烧物;火势大时可使用泡沫灭火器;电器设备所引起的火灾,只能使用四氯化碳灭火器灭火,不能使用泡沫灭火器,以免触电;实验人员衣服着火时,切勿惊慌乱跑,应赶快脱下衣服,或用石棉布覆盖着火处(就地卧倒打滚,也可起到灭火作用)。

## 3. 实验室的“三废”处理

### 1) 废气

对少量的有毒气体可通过通风设备(通风橱或通风管道)经稀释后排至室外,

通风管道应有一定高度,使排出的气体易被空气稀释。对于氮、硫、磷等酸性氧化物气体,应用导管通入碱液中,使其被吸收后再处理。

### 2) 废液

可根据废液的化学特性选择合适的容器和存放地点,密闭存放,防止挥发性气体逸出而污染环境。储存时间不宜太长,储存数量也不宜太多,存放地应通风良好。将废液 pH 调节为 3~4,加入铁粉,搅拌 30 min,再用碱调 pH 至 9 左右,继续搅拌 10 min,加入高分子混凝剂进行混凝沉淀,次氯酸钠氧化处理后,清液可排放,沉淀物按废渣处理。废酸、废碱液通过酸碱中和后再进一步处理。

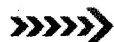
### 3) 废渣

实验室产生的有害固体废渣虽然不多,但是决不能将其与生活垃圾混倒。固体废弃物经回收、提取有害物质后,其残渣可以进行土地填埋。要求被填埋的废弃物应是惰性物质或能被微生物分解的物质。填埋场应远离水源,场地底土不透水,不能渗入到地下水层。



# 第一章

## 无机化学实验基本知识



### 第一节 常用器皿与仪器

实验室常用仪器种类很多,图 1-1 列出了无机化学实验室常用的仪器。

