

WUJIHUA XUE
SHIYAN

无机化学实验

杨春 梁萍 张颖 刘晓莉 主编



南开大学出版社

无机化学实验

杨春 梁萍 张颖 刘晓莉 主编

南开大学出版社
天津

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验 / 杨春等主编. —天津: 南开大学出版社,
2007. 9

ISBN 978-7-310-02745-3

I. 无… II. 杨… III. 无机化学—化学实验 IV. 061-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 133997 号

版权所有 侵权必究

南开大学出版社出版发行

出版人: 肖占鹏

地址: 天津市南开区卫津路 94 号 邮政编码: 300071

营销部电话: (022)23508339 23500755

营销部传真: (022)23508542 邮购部电话: (022)23502200

*

河北省迁安万隆印刷有限责任公司印刷

全国各地新华书店经销

*

2007 年 9 月第 1 版 2007 年 9 月第 1 次印刷

787×960 毫米 16 开本 14.5 印张 270 千字

定价: 26.00 元

如遇图书印装质量问题, 请与本社营销部联系调换, 电话: (022)23507125

《无机化学实验》编委会

主 编 杨 春 梁 萍 张 颖 刘晓莉

副主编 杨 芳

编 委 杨 春 梁 萍 张 颖 刘晓莉

 杨 芳 张俊然 成文玉 杨 津

前言

本书是编者在多年无机化学实验教学改革研究基础上,总结多年实验教学经验,结合理科和工科无机化学实验教学的特点,更新并整合相关教学内容编写而成的。

本书以激发学生对无机化学实验的学习兴趣、夯实学生无机化学实验的基础知识和基本技能、强化无机化学学科理论与实践之间的密切联系、培养学生的创新意识和创新能力为指导思想。

本书包括无机化学实验的基本知识、基本原理、基本方法和基本技术;按照“验证性实验—无机制备实验—综合设计性、研究性实验”三个层次,选编了25个实验。使用本书的学校可以根据具体条件选择使用其中的实验。

本书具有以下特点:①在内容编排上体现了以无机化学理论体系为主线,适当减少验证性实验的比例,增加无机制备实验和综合性、设计性实验的比例,以培养学生的动手能力和创新能力。②在保证教学基本要求的前提下,对实验内容适当拓展,开设选做实验,引导学生运用所学知识思考相关问题,为学有余力的同学提供更多的动手机会,充分体现了以人为本、因材施教的原则。③在元素化合物性质等实验中体现微型化实验和连续性实验的设计思想。④兼顾理科无机化学和工科无机化学的不同特点,在注意实验选材应用性的同时,保证无机化合物结构和理论方面的选材,满足不同专业学生的要求。⑤在学生了解无机化学实验常用仪器基本工作原理的基础上,在大学一年级的制备实验和综合设计性实验教学中尽可能多地运用现代仪器分析技术对所研究的物质进行结构表征和性能测定,提高实验的理论水平,开阔学生视野,以利于激发学生对本课程和后继化学课程的学习兴趣,培养学生全面考虑化学问题的能力。

本书由杨春(绪论;第2章2.10;第5章;全书插图)、梁萍(第2章2.2~2.9;第4章)、张颖(第1章1.4;第2章2.1;第6章)、刘晓莉(第1章1.1和1.2;第3章)、杨芳(第1章1.3和1.5)、张俊然(第7章7.1~7.4, 7.8, 7.12)、成文玉(第7章7.5, 7.10, 7.11, 7.14)、杨津(第7章7.6, 7.7, 7.9, 7.13)编写。最后由杨春统稿。

在编写本书过程中,我们参考了国内出版的实验教材,从中吸取了丰富的营养和宝贵的教学经验,同时还得到了河北工业大学化工学院和教务处的大力支持和帮助,在此编者向有关的专家、学者表示诚挚谢意。

受编者水平和时间所限，在选材和编写中虽然我们尽了最大努力，但书中的错误和不当之处在所难免，恳请读者批评指正。

编者

2007 年 5 月

目 录

绪 论	1
第 1 章 基本知识	
1.1 实验室基本知识	8
1.1.1 实验室规则	8
1.1.2 实验室安全守则	8
1.1.3 实验室事故的处理	9
1.1.4 实验室消防	11
1.1.5 实验室三废的处理	14
1.2 化学试剂的分类、等级和包装	15
1.2.1 化学试剂分类	15
1.2.2 化学试剂的等级	16
1.2.3 化学试剂的包装	16
1.3 无机化学实验的数据表达与处理	17
1.3.1 误差的概念和数据记录	17
1.3.2 化学计算中的有效数字	20
1.3.3 实验数据的处理方法	23
1.4 无机定性分析初步	26
1.4.1 试纸的制备和使用	26
1.4.2 定性分析的任务和方法	28
1.4.3 离子鉴定的原则和方法	28
1.4.4 阳离子的系统分组	32
1.4.5 阴离子的分析	43
1.4.6 离子混合液的分离与鉴定	47
1.5 无机化合物的提纯、制备和表征	50
1.5.1 选择合成路线的基本原则	50
1.5.2 选择合适的溶剂来制备无机化合物	51
1.5.3 无机化合物的分析和表征	51
第 2 章 基本操作和基本仪器	
2.1 无机化学实验常用仪器简介	53

2.2	加热与冷却操作	59
2.2.1	灯的使用	59
2.2.2	加热方法	61
2.2.3	冷却方法	62
2.3	玻璃仪器的洗涤与干燥	62
2.3.1	玻璃仪器的洗涤	62
2.3.2	玻璃仪器的干燥	63
2.4	玻璃加工操作和塞子的使用	64
2.4.1	玻璃加工操作	64
2.4.2	塞子的选择和钻孔	67
2.5	称量操作	68
2.5.1	台秤的构造和使用	68
2.5.2	分析天平的构造和使用	69
2.6	化学试剂的取用	72
2.6.1	固体试剂的取用	72
2.6.2	液体试剂的取用	73
2.7	无机化学实验常用的分离手段	74
2.7.1	固液分离方法	74
2.7.2	结晶(重结晶)	78
2.8	气体的制备、净化与干燥	79
2.8.1	气体的制备	79
2.8.2	气体的净化与干燥	80
2.9	滴定操作	80
2.9.1	容量瓶的使用	81
2.9.2	滴定管的使用	82
2.9.3	移液管的使用	84
2.10	无机化学实验常用测试仪器工作原理	86
2.10.1	紫外及可见分光光度计	86
2.10.2	红外分光光度计	87
2.10.3	旋光仪	88
2.10.4	酸度计	90
2.10.5	离子选择性电极和离子计	92
2.10.6	电导率仪	94
2.10.7	磁天平	95

第3章 基本操作与基本理论的验证性实验

实验1 离子交换法纯化水	98
实验2 氯化铵生成焓的测定	104
实验3 化学反应速率和活化能的测定	108
实验4 单、多相离子平衡	113
实验5 半中和法测定醋酸的解离常数	117
实验6 氯化铅活度积的测定	120
实验7 氧化还原反应	124
实验8 配合物的生成与性质	128
实验9 Fe(III)-磺基水杨酸配合物的组成及其稳定常数的测定	131

第4章 元素及其化合物的性质实验

实验10 p区重要非金属化合物的性质	136
实验11 p区重要金属化合物的性质	142
实验12 d区重要化合物的性质(一)	147
实验13 d区重要化合物的性质(二)	152
实验14 ds区重要化合物的性质	157

第5章 无机化合物的制备实验

实验15 硫酸亚铁铵的制备	163
实验16 无水四碘化锡的制备(微型实验)	167
实验17 十二钨硅酸和十二钨磷酸的制备及其酸度测定	169
实验18 几何异构体配合物的合成、结构式确定及异构化速率常数的测定	172
实验19 三(乙二胺)合钴(III)盐光学异构体的制备与拆分	176

第6章 综合性、设计性与研究性实验

实验20 常见阳离子未知液的定性分析	182
实验21 常见阴离子未知液的定性分析	184
实验22 工业硫酸铜的提纯及其Fe(III)的限量分析(微型实验)	185
实验23 铬(III)配合物中配体的光谱化学顺序的测定	188
实验24 硫代硫酸钠的制备和性质	191
实验25 三草酸根合铁(III)酸钾的制备、组成、结构和性质	194

第7章 无机化学实验常用数据

7.1 无机化学实验中一些溶液的配制方法	198
7.2 常用弱酸在水中的解离常数(298 K, $I=0$)	200
7.3 常用弱碱在水中的解离常数(298 K, $I=0$)	201
7.4 常用微溶化合物的溶度积常数(298 K, $I=0$)	202

7.5 常用配合物的稳定常数	203
7.6 常用酸性溶液中电对的标准电极电势 (298 K, $P^{\circ}=100$ kPa)	204
7.7 常用碱性溶液中电对的标准电极电势 (298 K, $P^{\circ}=100$ kPa)	206
7.8 常见氢氧化物沉淀生成的 pH 条件	207
7.9 常用缓冲溶液的 pH 范围	208
7.10 常用酸碱指示剂的变色范围	208
7.11 常见离子和化合物的颜色	209
7.12 一些无机化合物的溶解度	216
7.13 实验室常用酸、碱溶液的浓度和密度 (298 K)	217
7.14 元素的相对原子质量	218
主要参考书目	220

绪 论

无机化学实验是大学新生走进校门,接受化学、化学工程、环境工程、材料科学等专业系统教育的第一门化学实验课,实验效果如何,不仅关系到学生对无机化学及无机化学实验课程的理解和掌握程度,更重要的是直接影响学生的学习习惯和学生后继化学及化学实验课程的学习兴趣。“好的开头是成功的一半”,对于学习无机化学及无机化学实验的学生,不管专业是什么,抓住无机化学实验课这个宝贵的机会,从点滴做起,努力培养自己求真务实、勤奋不懈、团结协作、百折不挠、追求创新的科学精神,定会为将来所从事的科学技术工作打下良好的基础。

一、无机化学实验的教学目的

1996年,国际21世纪教育委员会在其报告《教育——财富蕴藏其中》里指出“教育的任务是毫无例外地使所有人的创造才能和创造潜力都能结出丰硕的果实,这一目标比其他所有目标都重要。”江泽民同志说:“创新是一个民族进步的灵魂,是国家兴旺发达的不竭动力。”为了迎接知识经济的挑战,我们必须着力培养大学生的创新能力,而创新能力的培养又必须紧密依托各门功课尤其是基础课的专业系统训练。

统计表明,在现代科学技术成千上万个学科中,80%属于交叉和综合学科。在这一大的发展趋势中,化学被提上了中心科学的位置。化学思维就是运用化学的基本理论、基本知识和基本技能去观察、思考、解决在物质世界所遇到的各种困难问题。事实证明,化学思维是一个创新人才必备的科学素质。

化学是一门以实验为基础的自然科学,化学实验在化学教学中起着举足轻重的作用。著名化学家戴安邦曾经指出:“全面的化学教育要求化学既能传授化学知识与技术,更训练科学方法和思维,还培养科学精神和品德。”化学实验课是实施全面化学教育的一种最有效的教学形式。无机化学实验是使学生掌握无机化学知识、发展智力、培养创新能力和科学态度的重要教学环节,所以在大学生创新能力培养中,无机化学实验具有理论教学不可替代的地位和作用。

无机化学实验的教学目的概括如下:

(1) 通过实验教学,使学生熟悉无机化学实验的基本知识,掌握无机化学

实验的基本操作技能,学会使用基本仪器测量实验数据。

(2) 通过实验教学,使学生巩固和深化对无机化学基本概念和基本理论的理解,进一步熟悉元素及其化合物的重要性质,掌握无机化合物的一般制备、提纯和检验方法。

(3) 通过实验教学,培养学生观察和分析实验现象,记录、处理、表达和分析实验数据的能力。

(4) 通过“验证性实验—无机制备实验—综合设计性、研究性实验”三个层次的实验教学,从文献查阅、实验方案设计、动手实验、观察实验现象、获取和分析实验数据等各个环节全方位锻炼和培养学生分析问题、解决问题的创新能力,为今后的科学研究工作奠定基础。

(5) 在培养学生智力因素的同时,培养学生的科学精神和优良学风,使他们初步体验到在艰辛的科研工作中好奇心和团结协作精神的重要性。

二、无机化学实验的学习方法

对于大学一年级学生来说,一般从以下几方面努力完成好每个实验。

1. 认真预习

同学们一定要做书籍、文献的主人,在你需要的时候,主动地去利用它们,发挥它们各自的长处,所以,希望同学们拿到一本书(尤其是教材)后先要从大处着眼,了解它的主要组成部分,以便在你日后使用时,灵活地翻阅相关内容。本书也不例外,不要做哪个实验就只看哪个实验。预习某个实验时,也许需要你学习或复习有关的基本操作、基本知识、数据处理方法,查阅有关基本数据,甚至把本书不同的实验内容或同一实验内容的本书实验方案与其他教材实验方案作对比。

通过预习应该做到:认真阅读实验教材,查阅其他相关的文献资料,做到对实验内容的深入理解;尽可能在实验前查到并记录有关的物理化学数据;理解有关基本操作的要领和仪器的使用方法,而不是死记硬背条条框框;对实验任务做到心中有数,对实验可能的结果作出估计,提出注意事项,明确实验的关键步骤,合理安排实验时间;在实验课之前,明确自己不太理解的问题,带着问题去上课,和老师、同学进行交流。

在此基础上,充分利用图表和符号,在你的“实验记录本”上整理出条理清楚、简明扼要的预习报告。预习报告完全是为你的实验服务的,如果你仅参考预习报告就能顺畅地完成实验,并清楚完整地记录了实验原始数据和实验现象,那么你的预习就很充分。预习时你若不求甚解,就不能摆脱对实验教材的依赖,就会使整个实验过程有很大的盲目性,科学实验有可能成为“机械地忙

碌”或者“照方抓药”，这样去上实验课，不能发挥你的主观能动性，收效甚微。

2. 积极参加课堂讨论，认真领会老师的讲解和引导

实验前或实验后教师组织的课堂讨论是学生向老师和同学学习的好时机，每位同学都要踊跃发言，积极表达自己的看法，不要担心自己的想法或做法不完美或不正确。对老师的示范动作，学生更要仔细观察，悉心领会，因为这是学习基本操作的捷径之一。

3. 手脑并用，有条不紊地完成实验内容

经过课堂讨论或教师讲解后，你应该对预习报告中的实验步骤有了更深刻的理解，经过对预习报告的适当完善和补充，你的思路应该更清晰，下面就是认真施行实验方案的时候了。

按照拟定的实验方案，独立操作，仔细观察实验现象，认真记录实验数据，做到边实验、边观察、边思考、边记录。上述要求听起来似乎太简单和太熟悉了，但真要做到并转化为自己的学习习惯，非需要每一位学习者持之以恒的努力不可。这就要求每一位同学务必从每一次实验课做起、从认真领会和掌握每一项基本操作技能做起，严格要求自己。

如果实验中现象不明显或得到异常现象，要及时记录在实验记录本上，先自己分析产生这种异常的原因，仍找不到正确答案时，再及时与老师或同学分析讨论，这是向实践学习和运用所学知识的好时机，要尽量弄清原因，善始善终，不要武断地下个“实验失败”的结论，就盲目地从头开始重做实验或干脆继续做下面的实验。

对于实验过程中产生的想法，既要有敢想敢做的精神，又要注意用基本的科学理论和科学概念指导自己的思考，使你的每一次尝试都应该有一个明确的想法，另外，还要注意当你的想法付诸实验时可能有潜在的危险性，这就是胆大心细的含义。为了实验的安全，一方面，要求你多了解一些与实验有关的物质的性质，多看看有关的文献，这是一个不断积累的过程；另一方面，对于你没有把握的内容，实验前要多和教师交流自己的想法，及时获得指导。

4. 及时撰写实验报告

撰写实验报告是培养学生思维能力、总结归纳能力和科技写作能力的有效途径。实验报告如一面镜子，能反映出实验者对基本知识的掌握程度、对实验方案的理解程度以及他的实验效果和学习态度。因此，实验报告一直是指导教师评价学生实验平时成绩的重要依据之一。

三、撰写实验报告的要求与格式

撰写实验报告应该注意把握实验报告的时效性、真实性、科学性和规范性。

时效性,就是实验完毕后要及时总结实验结果,尽快完成实验报告,及时把实验报告交给实验指导教师。

真实性,就是以你自己的实验原始记录为依据,做到言之有物。

科学性,就是把你所学的化学理论知识分析、总结实验现象,得出科学结论,做到学以致用、言之有理。

规范性,就是重视实验报告的形式和可读性,认真完成一份格式规范、语言准确、字迹工整的科学研究报告。

附 实验报告格式示例

“测定实验”实验报告格式示例

实验名称: 摩尔气体常数 R 的测定

系 _____ 专业 _____ 年级 _____ 班
学号 _____ 姓名 _____ 合作者 _____ 实验日期 _____

一、实验目的

1. 巩固分析天平的使用。
2. 练习测量气体体积的操作(量气管液面位置的观察、仪器装置的检漏)。
3. 进一步理解气体分压的概念。

二、实验原理

一定量的金属镁 $m(\text{Mg})$ 和过量的稀酸作用,产生一定量的氢气 $m(\text{H}_2)$, 在一定的温度(T)和压力(p)下,测定被置换的氢气体积 $V(\text{H}_2)$ 。根据分压定律,算出氢气的分压: $p(\text{H}_2) = p - p(\text{H}_2\text{O})$ 。假定在实验条件下,氢气服从理想气体行为,可根据气态方程计算出摩尔气体常数 R :

$$R = \frac{p(\text{H}_2)V(\text{H}_2) \times 2.016}{m(\text{H}_2)T}$$

其中

$$m(\text{H}_2) = \frac{2.016 \times m(\text{Mg})}{A_r(\text{Mg})}$$

式中, $A_r(\text{Mg})$ 为 Mg 的相对原子质量。所以

$$R = \frac{p(\text{H}_2)V(\text{H}_2)A_r(\text{Mg})}{m(\text{Mg})T}$$

三、实验步骤

1. 称量 用分析天平准确称取三份镁条,每份质量约 (0.030 ± 0.005) g。
2. 安装 如图 0.1 所示,装配仪器,往量气管中加适量水,赶走气泡。

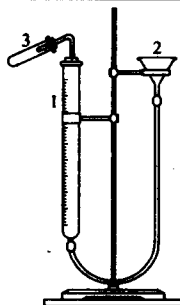


图 0.1 摩尔气体常数测定装置

1—量气管；2—漏斗；3—试管

3. 检漏 把漏斗下移一段距离，并固定。如量气管中液面稍稍下降后（约 3~5 min）即恒定，量气管和漏斗内液面保持一高度差，说明装置不漏气。如果量气管和漏斗内液面仍保持水平，说明装置漏气，应检查原因，并改进装置，重复试验，直至不漏气为止。

4. 测定 用漏斗加 5 mL 稀 H_2SO_4 到试管内（且勿使酸沾在试管壁上），用少量水润湿镁条，沾于试管上部内壁上。调整漏斗高度，使量气管液面保持在略低于刻度 0 的位置，塞紧磨口塞，检查是否漏气。使量气管和漏斗内液面保持同一水平，读量气管液面的位置，记录。抬高试管底部，使镁条与酸接触。同时降低漏斗位置，使两液面大体水平。待试管冷却至室温，保持两液面同一水平，记下液面位置，稍等 1~2 min 再记录液面位置。

5. 用另两份已称量的镁条重复测定实验。

四、数据记录和处理

实验序号	1	2	3
镁条质量 $m(\text{Mg})/\text{g}$			
反应后量气管液面位置/mL			
反应前量气管液面位置/mL			
氢气体积 $V(\text{H}_2)/\text{mL}$			
室温 T/K			
大气压 p/Pa			
T 时水的饱和蒸气压 $p(\text{H}_2\text{O})/\text{Pa}$			
氢气分压 $p(\text{H}_2)/\text{Pa}$			
摩尔气体常数 R			
$R_{\text{平均}}$			
相对误差 $\frac{R_{\text{平均}} - R_{\text{理}}}{R_{\text{理}}} \times 100\%$			

五、问题与讨论（结合实际谈学习本实验的收获、体会和意见）

“制备实验”实验报告格式示例

实验名称：硝酸钾的制备

系_____专业_____年级_____班
 学号_____姓名_____合作者_____实验日期_____

一、实验目的

1. 利用 NaCl 和 KNO_3 在不同温度时溶解度不同的性质来制备硝酸钾。
2. 学习称量、溶解、加热、冷却、过滤等无机制备的基本操作。

二、实验原理

当 KCl 和 NaNO_3 溶液混合时，混合溶液中同时存在 K^+ 、 Na^+ 、 Cl^- 、 NO_3^- 四种离子，由它们组成的四种盐，在不同的温度下有不同的溶解度，利用 NaCl 、 KNO_3 的溶解度随温度变化规律的不同，高温除去 NaCl 固体，滤液冷却得到 KNO_3 。

三、实验步骤（工艺流程图）

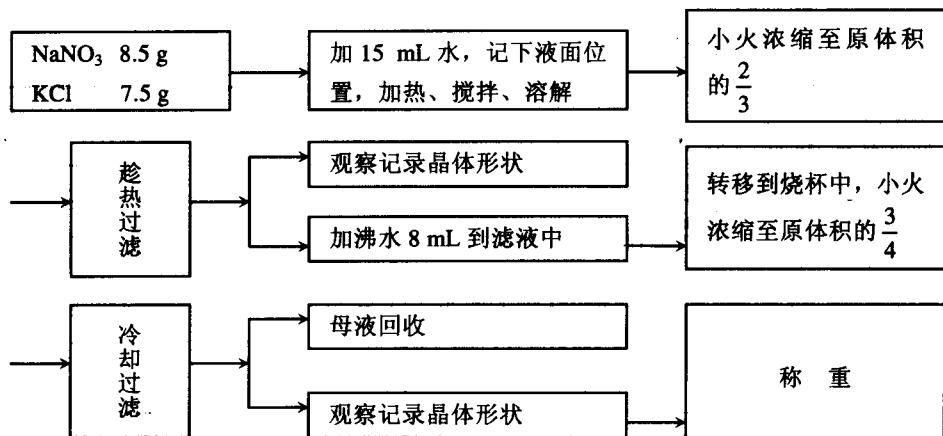


图 0.2 制备硝酸钾的工艺流程图

四、数据记录和处理

实验室温度: _____ °C

理论产量: $\text{KCl} + \text{NaNO}_3 = \text{KNO}_3 + \text{NaCl}$

$$m(\text{KNO}_3) = \frac{8.5 \times 101}{85} = 10.1 \text{ g}$$

产品外观:

实际产量:

产率: $\frac{\text{实际产量}}{\text{理论产量}} \times 100\%$

五、问题与讨论 (结合实际谈学习本实验的收获、体会和意见)

“验证性实验”实验报告格式示例

实验名称: 单、多相离子平衡

_____ 系 _____ 专业 _____ 年级 _____ 班
 学号 _____ 姓名 _____ 合作者 _____ 实验日期 _____

一、实验目的

1. 加深理解单、多相解离平衡及其移动, 盐类水解平衡及其移动等基本理论和规律。
2. 掌握在试管中加热液体, 滴加溶液进行反应, 固体取用和用试纸检验溶液性质等基本操作。

二、实验内容

实验步骤	现象	反应方程式	解释或结论
沉淀的生成 1. 试管 A: 5 滴 $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ + 5 滴 $0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ KCl	无沉淀产生		$K_{sp}(\text{PbCl}_2) = 1.6 \times 10^{-5}$ $J = c(\text{Pb}^{2+})c^2(\text{Cl}^-) < K_{sp}$ 不满足沉淀生成条件
试管 B: 5 滴 $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ + 5 滴 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ KCl	有白色沉淀产生	$\text{Pb}^{2+} + 2\text{Cl}^- = \text{PbCl}_2 \downarrow$	$J = c(\text{Pb}^{2+})c^2(\text{Cl}^-) > K_{sp}$ 满足沉淀生成条件
2. 试管 A: 5 滴 $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ + 5 滴 $0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ KI + 5 滴 $0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ KI	有黄色沉淀产生	$\text{Pb}^{2+} + 2\text{I}^- = \text{PbI}_2 \downarrow$	$K_{sp}(\text{PbI}_2) = 1.6 \times 10^{-9}$ $J = c(\text{Pb}^{2+})c^2(\text{I}^-) > K_{sp}$ 满足沉淀生成条件

三、问题与讨论 (结合实际谈学习本实验的收获、体会和意见)