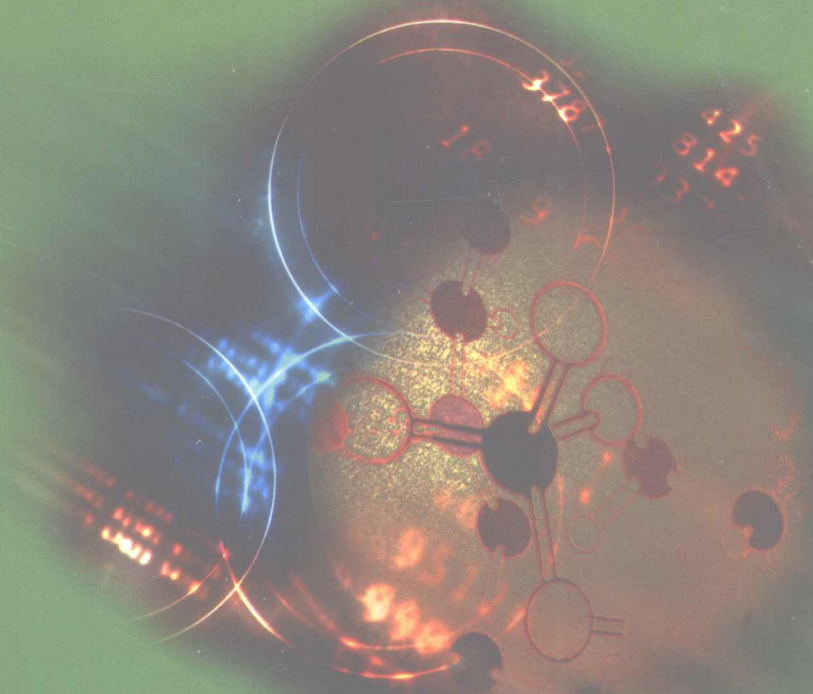


● 国家理科基地名牌课程建设教材

无机化学 实验

主编 徐 琰 何占航



郑州大学出版社

61-33-43
76

129

061-3343

476

国家理科基地名牌课程建设教材

无机化学实验

主 编 徐 琰 何占航

郑州大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/徐琰,何占航主编. —郑州:郑州大学出版社,2002.9
ISBN 7-81048-657-8

I. 无… II. ①徐…②何… III. 无机化学—化学实验—高等学校—教材
IV. 061-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2002) 第 061570 号

郑州大学出版社出版发行

(郑州市大学路 40 号)

出版人:谷振清

全国新华书店经销

河南省郑州亚星印刷厂印制

开本:787 mm × 1 092 mm

印张:11

字数:255 千字

版次:2002 年 9 月第 1 版

邮政编码:450052)

发行部电话:0371-6966070

1/16

印次:2002 年 9 月第 1 次印刷

书号:ISBN 7-81048-657-8/O · 12 定价:15.00 元

本书如有印装质量问题,由承印厂负责调换

内容提要

本书是国家理科基地名牌课程建设教材之一,共分 8 章,选入 39 个实验,详细介绍了无机化学实验的基本知识和基本操作技能,注意培养学生的综合运用能力,每一实验在阐明实验目的、预习要点、实验原理、仪器与药品及实验步骤的同时,提出了问题与讨论,以便学生在验证和巩固所学重要理论的同时,提高思考问题、解决问题的能力,从而提高科研素质。书后附录介绍了一些仪器的使用方法和有关量表,以方便查阅;参考书简介,可供学生有选择地阅读。本书既突出了教材的科学性、系统性和先进性,又突出了文字叙述的简明性和可读性,可作为大学本科化学化工、医药卫生、生物等专业的无机化学实验教材或参考书。

前 言

科学实验在科学发展中的重要作用是尽人皆知的,没有科学实验就不可能有科学的良好发展。

无机化学实验是科学实验的组成部分,在培养新世纪化学家、化学工作者和促进化学学科的发展中起着重要作用,同时也为其他相关学科医学、药学和生物学等专业的学习奠定了基础。在多年教学实践的基础上,结合 21 世纪培养创新型人才的需要,我们对无机化学实验课程进行了全面的研究与改革,力求有利于创新型人才培养,有利于学生科研素质的提高,有利于启迪学生科研思维能力,有利于理论联系实际进行教学实验活动。根据这些原则,按照国家教委最新颁布的《高等学校理科本科化学类专业基本培养规格和教学基本要求》中规定的《无机化学实验》内容和基本要求,我们重新选定实验内容编写了这本新的《无机化学实验》教材。

本教材共分 8 章,第 1~4 章详细介绍了无机化学实验的目的、方法、基本知识、基本操作、仪器使用以及安全知识;第 5~8 章共选入 39 个实验,内容涵盖了重要数据测定的原理和方法;无机物的制备与提纯;物质的分离与鉴定和综合性实验等。为激发学生进行科学实验的积极性和创造性,在选入的内容中有若干郑州大学化学系近年来的科研成果。为提高学生独立从事科学实验和适应实际工作的能力,实验中编入了一定量的未知物分离与分析 and 无机物制备、测定的综合训练实验。整个编写过程注意内容由浅入深、由简到繁,文字叙述力求简明并便于学生自学及预习。书中所用单位均为 SI 制和国务院规定的法定计量单位。

本书在编写过程中得到了郑州大学院、系有关领导及郑州大学化学系无机学科各位教师的大力帮助与支持,郑州大学出版社对本书的出版付出了辛勤的劳动,在此一并致谢。限于编者水平,书中难免有不当之处,诚望予以授示。

编者

2002-02

目 录

第 1 章	如何做好无机化学实验	(1)
第 2 章	化学实验基本仪器介绍	(4)
第 3 章	化学实验室安全知识	(13)
第 4 章	无机化学实验基本知识与基本操作	(22)
第 5 章	基础练习	(47)
实验 1	分析天平的使用(一)——固体密度测定	(47)
实验 2	分析天平的使用(二)——递减法称量	(48)
实验 3	溶液的配制	(49)
实验 4	酸碱中和滴定	(51)
实验 5	氯化钠的提纯	(53)
实验 6	硫酸亚铁铵的制备	(55)
实验 7	铬黄颜料的制备	(57)
实验 8	沉淀法制备二氧化硅	(58)
实验 9	水溶液中的离子平衡	(60)
实验 10	氧化还原与电化学	(62)
实验 11	纸层析法分离与鉴定 Fe^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} 和 Cu^{2+}	(64)
实验 12	氯化亚铜的制备与性质	(66)
实验 13	焦磷酸钙制备	(68)
第 6 章	常数测定	(70)
实验 14	置换法测定摩尔气体常数	(70)
实验 15	难溶电解质溶度积的测定(一)	(72)
实验 16	难溶电解质溶度积的测定(二)	(74)
实验 17	弱酸电离常数的测定	(76)
实验 18	$\text{I}_3^- \rightleftharpoons \text{I}^- + \text{I}_2$ 平衡常数的测定	(78)
实验 19	光度法测定配位化合物的组成和稳定常数	(81)
实验 20	化学反应热效应的测定	(83)
第 7 章	元素性质	(88)
实验 21	碱金属和碱土金属	(88)
实验 22	卤 素	(91)
实验 23	过氧化氢与硫的化合物	(94)
实验 24	氮和磷	(98)
实验 25	砷、锑、铋的化合物	(103)

实验 26	锡、铅及其化合物	(105)
实验 27	铬和锰的化合物	(107)
实验 28	铜、银、锌、镉、汞	(110)
实验 29	铁、钴、镍	(114)
实验 30	水溶液中阳离子的分离和检出	(117)
实验 31	常见阴离子的分离与检出	(121)
实验 32	开放型实验——未知无机混合物分离与定性检出	(123)
第 8 章	综合实验	(125)
实验 33	液体碱式氯化铝的制备及对水的混凝作用	(125)
实验 34	立德粉废渣湿法制备氧化铅	(128)
实验 35	铁黄颜料的制备及铁黄中氢氧根含量的测定	(129)
实验 36	氢氧化铜制备与组成分析	(131)
实验 37	三草酸合铁(Ⅲ)酸钾制备及其光化学性质	(133)
实验 38	碳酸钠的制备及组成测定	(135)
实验 39	三氯化六氨合钴(Ⅲ)的合成与组成测定	(137)
附录		(140)
附录 1	pHS-3C 型酸度计	(140)
附录 2	DDS-307 型电导率仪	(141)
附录 3	722 型光栅分光光度计	(144)
附录 4	气压计	(146)
附录 5	常用酸、碱的浓度	(148)
附录 6	常见离子在水溶液中的颜色	(149)
附录 7	常用酸、碱的质量分数和相对密度	(149)
附录 8	有特征颜色的常见无机化合物	(150)
附录 9	水的饱和蒸气压	(151)
附录 10	配离子的稳定常数	(152)
附录 11	溶度积	(154)
附录 12	某些氢氧化物沉淀及其溶解时所需的 pH	(156)
附录 13	一些弱电解质在水溶液中的解离常数	(157)
附录 14	一些气体在水中的溶解度	(158)
附录 15	常用酸和碱指示剂	(158)
附录 16	一些普通有机溶剂的性质	(159)
附录 17	一些无机化合物的溶解度	(159)
附录 18	国际相对原子质量表	(162)
参考书简介		(165)

第 1 章 如何做好无机化学实验

1 明确无机化学实验的目的

无机化学是大学一年级理工类学生必须学习的基础课程,无机化学实验课又是无机化学课程不可缺少的一个重要组成部分,它在无机化学的教学中占有极其重要的地位。无机化学中的定律和学说都源于化学实验,同时又为实验所验证,因此无机化学实验与无机化学理论课有着紧密的联系。这门实验课的主要目的如下。

1.1 验证和巩固所学重要理论

通过实验,学生可以验证和巩固课堂中讲授的重要理论,并适当扩大知识面;可以直接获得大量的化学事实,掌握主要元素及其化合物的性质,了解无机物一般的制备、分离和提纯方法,加深对化学基本原理和基本理论的理解;学会正确使用基本仪器测量实验数据和表达实验结果。无机化学实验不仅能使理论知识形象化,并且能说明这些理论和规律在应用时的条件、范围和方法,较全面地反映了化学现象的复杂性和多样性。

1.2 培养综合智力

在实验过程中,学生通过自己动手,由提出问题、查资料、设计方案到亲自动手实验、观察现象、测定数据,并加以正确的处理和概括,来培养自身的综合智力(如动手、观测、查阅、记忆、思维、想像、表达等能力),还可以掌握一定的基本实验操作技能。只有进行正确的操作,才能得出准确的数据和结果,后者又是正确结论的主要依据,因此,化学实验中基本操作的训练具有极其重要意义。

1.3 训练科学素养

化学实验还可以对学生进行非智力因素的训练。学生在实验过程中可以养成一些重要的科学品质和工作态度,如勤奋不懈、谦虚好学、乐于协作、求实、创新、存疑等;还可以培养实事求是的科学精神,如在实验中可能会发现实验现象与理论不符,这就需要及时检查操作是否正确或所用的理论是否合适,求实地做出更正等;还可以培养良好的实验习惯,如整洁、节约、准确、有条不紊等,这也是每一个科研工作者获得成功不可缺少的素养。

这门课的任务就是通过整个无机化学实验教学,逐步达到上述各项目的,为学生进一步学习后续的化学课程和实验,培养初步的从事科研工作的能力,为以后的学习和深造打下良好的基础。

2 学习无机化学实验的方法

2.1 认真预习

为了使实验达到预期的效果,使实验顺利进行,实验前必须预习。因此,未预习的学生,必须先预习,经老师同意后,方可进行实验。预习的内容及步骤如下:

(1)仔细阅读本书有关章节及教科书相关内容,查阅参考资料。

(2)明确实验目的,了解实验原理,熟悉实验内容及主要操作步骤。

(3)提出注意事项,预习基本操作及有关仪器的使用方法。

(4)写出扼要的实验预习报告(简要的原理、步骤,设计一个原始数据和实验现象的记录表以及注明实验中应注意的问题)。

2.2 做好实验

按拟定的实验步骤、试剂用量进行操作,要做到以下几点。

(1)仔细观察实验现象,如实地做好详细记录。实验记录要准确、整齐、清楚,不得用铅笔记录,不得随意涂改数据,如某个数据有误,可用笔轻轻圈去,并简单注明理由,便于检查。

(2)实验中力争自己解决问题,要善于思考。疑难问题可查资料解决,亦可以与教师讨论,获得指导。

(3)遇到可疑的实验现象,应认真加以分析,通过做对照实验、空白实验或自行设计实验进行核对,必要时可实验多次,以得到有益的科学结论以及锻炼科学思维的方法。

(4)实验失败,要查找原因,经教师同意后可重做。

(5)实验过程中,要保持肃静。

(6)注意保持工作台的整洁,养成良好的卫生习惯。

2.3 完成实验报告

实验结束后,应及时分析实验现象,整理实验数据,独立认真填写实验报告。实验报告要按一定的格式书写,叙述简明扼要,实验数据的记录与处理应尽量用表格形式,做图准确清楚,讨论有的放矢。

报告内容大致如下:

(1)实验目的、扼要原理和简明步骤。

(2)记录部分,包括实验现象、原始测定数据。

(3)结果与讨论,包括对实验现象的解释和分析、讨论,对原始数据的处理,误差分析,对实验内容和方法的改进意见等。

3 实验室规则

(1)初次进入实验室要先清点仪器,如果发现有破损和缺少,应立即报告教师,按规定手续进行补领。

(2)实验时应保持安静,思想集中,认真操作,仔细观察现象,如实记录结果,积极思考问题。做规定以外的实验,应先经教师批准。

(3)实验时应保持实验室和实验台面清洁整齐。火柴梗、废纸屑、废液等应投入指定的位置,严禁投入或倒入水槽中,以防止水槽和下水管道的堵塞及腐蚀。

(4)实验时要爱护公物,小心使用仪器和实验设备,注意节约水、电、药品。使用精密仪器时,应严格按照操作规程进行,一定要谨慎细致。如果发现仪器出现故障,应立即停止使用,及时报告教师进行处理。

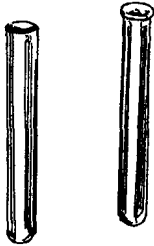
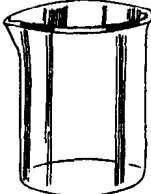
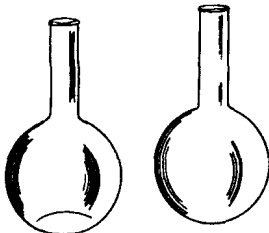
药品要按用量取用,自药品瓶中取出的药品,不应再倒回原瓶,以免带入杂质。瓶塞随取随盖,不要搞混,以免沾污试剂。

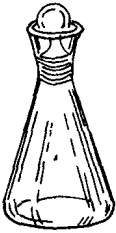
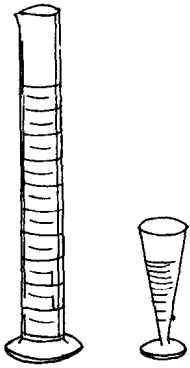
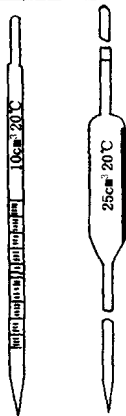
(5)实验结束后,应将个人的仪器洗涤后放回实验柜,公用仪器整理后放回原处;清洁并整理好实验台;最后洗净双手。

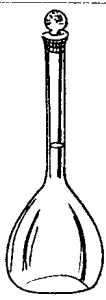
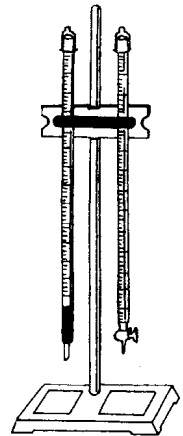
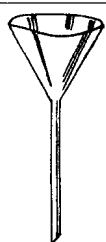
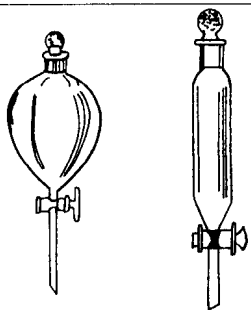
(6)值日的同学应打扫好实验室的地面和水槽,在离开实验室前一定要检查电源是否断开,水龙头是否关闭,门窗是否关闭。实验室内的一切物品(仪器、药品和实验产品等)不得带出实验室。

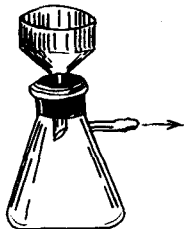
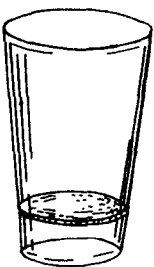
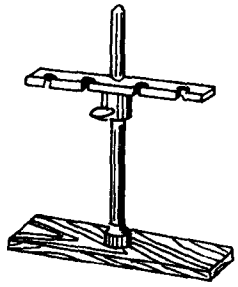
(7)如果发生意外事故,应保持镇静,不要惊慌失措;遇有烧伤、烫伤、割伤应及时报告教师,进行急救和治疗。

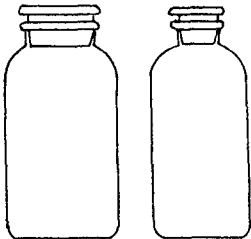
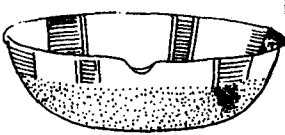
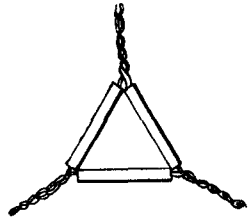
第2章 化学实验基本仪器介绍

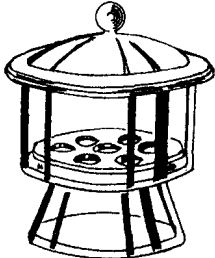
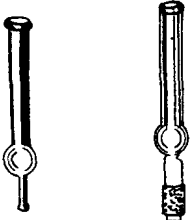
仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 试 管	以管口直径×管长表示。 如:25 mm×100 mm, 15 mm×150 mm, 10 mm×70 mm 等	反应容器,便于操作、观察,用药量少	(1)可直接加热,但不能骤冷 (2)加热时用试管夹夹持,管口不要对着人,使受热均匀,盛放液体不要超过试管容积的1/3
 离心管	分有刻度和无刻度,以容积表示。如 25 cm ³ ,15 cm ³ ,10 cm ³ 等	少量沉淀的分离和辨认	不能直接用火加热,必要时可用水浴加热
 烧 杯	以容积表示。如 500 cm ³ ,250 cm ³ , 100 cm ³ ,50 cm ³ 等	反应容器,反应物较多时用	(1)可加热至高温,使用时注意不要使温度变化过于剧烈 (2)加热时底部应垫石棉网,使受热均匀
 烧 瓶	有平底和圆底之分,以容积表示。如 2 500 cm ³ ,500 cm ³ , 100 cm ³ ,50 cm ³ 等	反应容器,反应物较多,且需要长时间加热时用	(1)可加热至高温,使用时注意不要使温度变化过于剧烈 (2)加热时底部应垫石棉网,使受热均匀

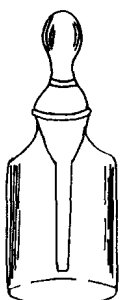
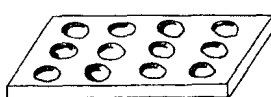
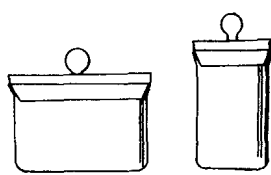
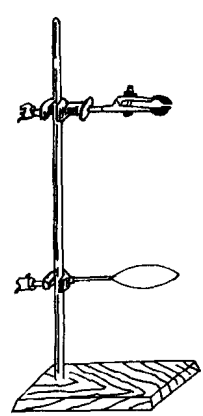
仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 锥形瓶 (三角瓶)	以 容 积 表 示。如 250 cm ³ , 100 cm ³ , 50 cm ³ 等	反应容器, 振荡比较方便, 适用于滴定操作	(1) 可加热至高温, 使用时注意不要使温度变化过于剧烈 (2) 加热时底部应垫石棉网, 使受热均匀
 碘量瓶	以 容 积 表 示。如 250 cm ³ , 100 cm ³ 等	用于碘量法有关的容量分析, 也可用于其他滴定分析	(1) 塞子及瓶口边缘的磨砂部分应注意勿擦伤, 以免产生漏隙 (2) 滴定时打开塞子, 用蒸馏水将瓶口及塞子上的碘洗入瓶中
 量筒和量杯	以所能量度的最大容积表示。 量筒: 如 250 cm ³ , 100 cm ³ , 50 cm ³ , 10 cm ³ 等 量杯: 如 100 cm ³ , 50 cm ³ , 10 cm ³ 等	用于液体体积计量	(1) 不能加热 (2) 不可作溶液配制的容器之用
 吸量管和移液管	以所能量取的最大容积表示。 吸量管: 如 10 cm ³ , 5 cm ³ , 1 cm ³ 等 移液管: 如 100 cm ³ , 50 cm ³ , 10 cm ³ , 2 cm ³ 等	用于精确量取一定体积的液体	使用前洗涤干净, 用待吸液润洗

仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 容量瓶	以容积表示。如 1 000 cm ³ , 250 cm ³ , 100 cm ³ , 50 cm ³ , 25 cm ³ 等	配制准确浓度的溶液时用	(1) 不能受热 (2) 不能在其中溶解固体
 滴定管和滴定管架	滴定管分酸式和碱式, 无色和棕色, 以容积表示。如 50 cm ³ , 25 cm ³ 等	(1) 滴定管用于滴定操作或精确量取一定体积的溶液 (2) 滴定架用于夹持滴定管	(1) 碱式滴定管盛碱性溶液, 酸式滴定管盛酸性溶液, 二者不能混用 (2) 碱式滴定管不能盛氧化性溶液 (3) 见光易分解的滴定溶液宜用棕色滴定管 (4) 酸式滴定管活塞应用橡皮筋固定, 防止滑出跌碎
 漏 斗	以口径和漏斗颈长表示。如 6 cm ³ 长颈漏斗, 4 cm ³ 短颈漏斗等	用于过滤或倾注液体	不能用火直接加热。必要时可用水浴漏斗套加热
 分液漏斗和滴液漏斗	以容积和漏斗形状表示(筒形、球形、梨形)。如 100 cm ³ 球形分液漏斗、50 cm ³ 筒形滴液漏斗等	(1) 往反应液中滴加较多的液体 (2) 分液漏斗用于互不相溶的液-液分离	活塞应涂油, 用橡皮筋固定, 防止滑出跌碎

仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 布氏漏斗和吸滤瓶	布氏漏斗以直径表示。如 10 cm, 8 cm, 6 cm 吸滤瓶以容积表示。如 500 cm³, 100 cm³ 等	减压过滤	防止倒吸
 玻璃砂(滤)漏斗	以砂滤板微孔孔径的大小分为 6 种型号: G₁(20 ~ 30 μm) G₂(10 ~ 15 μm) G₃(4.9 ~ 9 μm) G₄(3 ~ 4 μm) G₅(1.5 ~ 2.5 μm) G₆(1.5 μm 以下)	用于过滤定量分析中只需低温干燥的沉淀	(1)应选择合适孔度的漏斗 (2)干燥和烘烤沉淀时,最高不超过 500℃,最适用于只需在 150℃ 以下干燥的沉淀 (3)不宜用于过滤胶状沉淀或碱性较强的溶液
 漏斗架	木质或有机塑料	过滤时放漏斗用	固定螺丝要拧紧
 表面皿	以直径表示。如 15 cm, 12 cm, 9 cm 等	盖在蒸发皿或烧杯上,以免液体溅出或灰尘落入	不能用火直接加热

仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 试剂瓶	材料: 玻璃或塑料 规格: 分广口和细口; 无色和棕色。以容 积 表 示。如 $1\,500\text{ cm}^3$, $1\,000\text{ cm}^3$, 250 cm^3 , 100 cm^3 等	广口瓶盛放固体试剂, 细口瓶盛放液体试剂	(1) 不能加热 (2) 取用试剂时, 瓶盖应倒放 (3) 盛碱性溶液要用橡皮塞或塑料瓶 (4) 见光易分解的物质用棕色瓶
 蒸发皿	材料: 瓷质或玻璃 规格: 分有柄、无柄。以容 积 表 示。如 150 cm^3 , 100 cm^3 , 50 cm^3 等	用于蒸发浓缩	可耐高温, 能直接用火加热, 高温时不能骤冷
 坩 锅	材料: 瓷质、石英、银、铁、镍、铂等 规格: 以容积表示。如 50 cm^3 , 40 cm^3 , 30 cm^3 等	用于灼烧固体	(1) 灼烧时放在泥三角上, 直接用火加热, 不需石棉网 (2) 取下的灼热坩埚不能直接放在桌上, 要放在石棉网上 (3) 灼热的坩埚不能骤冷
 泥三角	材料: 瓷管和铁丝 规格有大小之分	用于盛放加热的坩埚和小蒸发皿	(1) 灼烧的泥三角不要滴上冷水, 以免瓷管破裂 (2) 选择泥三角时, 要使搁在上面的坩埚所露出的上部, 不超过本身高度的 $\frac{1}{3}$

仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 坩锅钳	材料：铁或铜合金， 表面常镀镍或铬	夹持坩埚和坩埚盖	(1) 不能和化学药品接触，以免腐蚀 (2) 放置时，令其头部朝上 (3) 夹持高温坩埚时，钳尖需预热
 干燥器	以直径表示。如 22 cm, 18 cm 等	(1) 定量分析时，将灼烧的坩埚置于其中冷却 (2) 存放样品，以免吸收水分	(1) 灼烧物体放入干燥器前温度不能过高 (2) 常检查干燥剂是否失效
 干燥管	有直形、弯形和普通磨口之分。磨口的还按塞子大小分为几种规格。如 14# 磨口直形、19# 磨口弯形等	防止对反应有副作用的气体进入反应体系	干燥剂置于球形部分，不宜过多
 滴 管	材料：尖嘴玻璃管与橡皮乳头构成	(1) 吸取或滴加少量 (1~2 cm ³) 液体 (2) 吸取沉淀的上层清液以分离沉淀	(1) 滴加时，保持垂直，避免倾斜，尤忌倒立 (2) 避免污染

仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 滴 瓶	有无色和棕色。以容积表示。如 125 cm^3 , 60 cm^3 等	盛放每次只需数滴的液体试剂	(1)碱性试剂要用带橡皮塞的滴瓶盛放 (2)取用试剂时,滴管应置于洗净的地方 (3)见光易分解的物质用棕色瓶
 点滴板	材料: 白色或黑色瓷板	用于点滴反应,一般不需分离的沉淀反应,尤其是显色反应	(1)不能加热 (2)不能用于含氢氟酸和浓碱溶液的反应
 称量瓶	以外径(mm)×高(mm)表示,如分扁形和高形	要求准确称取一定量的固体样品时用	(1)不能直接用火加热 (2)盖与瓶配套,不能互换
 铁架、铁圈和铁夹		用于固定反应容器	避免腐蚀,不要沾涂试剂