

552

061-33

高等院校化学课实验系列教材

w92

无机化学实验

武汉大学化学与分子科学学院实验中心 编

武汉大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/武汉大学化学与分子科学学院实验中心编. —武汉:武汉大学出版社, 2002. 9
高等院校化学课实验系列教材
ISBN 7-307-03666-5

I. 无… II. 武… III. 无机化学—化学实验—高等学校—教学参考资料 IV. 061-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2002)第 052562 号

责任编辑:夏炽元 责任校对:王 健 版式设计:支 笛

出版发行:武汉大学出版社 (430072 武昌 珞珈山)

(电子邮件:wdp4@whu.edu.cn 网址:www.wdp.whu.edu.cn)

印刷:武汉大学出版社印刷总厂

开本:850×1168 1/32 印张:10.25 字数:263 千字 插页:1

版次:2002 年 9 月第 1 版 2002 年 9 月第 1 次印刷

ISBN 7-307-03666-5/O·268 定价:13.50 元

版权所有,不得翻印;凡购买我社的图书,如有缺页、倒页、脱页等质量问题者,请与当地图书销售部门联系调换。

前 言

无机化学实验分册是大学化学实验系列教材之一。

本书主要内容分为五个部分：

第一部分,化学实验基本知识、基本操作技能与常用仪器设备的使用。

第二部分,基本操作训练实验和基本原理实验。

第三部分,无机物的制备、提纯及配合物的合成实验。

第四部分,元素化学实验。

第五部分,综合及研究型实验。

本书有以下几方面的特色：

1. 教材编写与设计体现了对学生既能进行具体的实验指导又能启发他们积极思维创新。

2. 结合化学实验的特点,在实验内容选择和实验教学方法的设计中,注意微型化和少量化,体现绿色化学的宗旨和对环境保护意识的教育。

3. 本教材中的基本操作技能与仪器设备的使用等实验内容,制作了配套的音像教材和多媒体课件,以保证基本操作技能规范化和正确掌握仪器和设备的使用。

无机化学实验分册是以武汉大学出版社出版的《无机化学实验》(1993年)和《无机化学实验》第二版(1997年)为蓝本,由曹瑰华、席美云编写,余幼租、杜秀珍参加了部分工作。最后由曹瑰华统稿。

本书凝聚了历年来从事《无机化学实验》教学的老师们和实验

技术人员的辛勤劳动,吸取了无机研究所老师们的最新科研成果。兄弟院校的宝贵教学经验和历届学生的教学实践给了我们很多有益的启示,谨致谢忱。

因编写者水平有限,书中如有不确切之处,请广大读者不吝指正。

编 者
2002.2

目 录

绪论	1
1. 无机化学实验目的	1
2. 无机化学实验的学习方法	2
3. 无机化学实验课考核方法与成绩评定	6
4. 无机化学实验室规划	7
5. 无机化学实验室安全操作	7
第一部分 化学实验基本知识、基本操作技能与 常用仪器设备的使用	9
一、基本知识、基本操作	9
1. 常用玻璃仪器的洗涤和干燥	9
2. 加热方法	15
3. 冷却方法	23
4. 简单玻璃加工操作	24
5. 化学试剂及其取用方法	27
6. 容量仪器及使用方法	31
7. 固、液分离方法	38
8. 气体的制备、净化和收集	44
9. 比重计的使用方法	48
10. 试纸的使用	50
11. 常用微型仪器及其使用方法	50
二、常用仪器及其使用方法	54
1. 电子天平	54

2. 半自动电光分析天平	57
3. 分光光度计	63
4. 酸度计(PHS-3C 型)	72
5. 气压计	75
第二部分 基本操作训练实验和基本原理实验	78
实验 1 煤气灯的使用和简单玻璃加工操作	78
实验 2 称量练习	80
实验 3 滴定操作练习	85
实验 4 醋酸电离度和电离常数的测定	89
实验 5 由粗食盐制备试剂级氯化钠	92
实验 6 碳酸钠的制备和氯化铵的回收	97
实验 7 由孔雀石制备五水硫酸铜及其质量鉴定	102
实验 8 碘酸铜的制备及其溶度积的测定	106
实验 9 化学反应速度和活化能	112
实验 10 酸碱平衡和沉淀溶解平衡	119
实验 11 氧化还原反应	123
实验 12 电解法测定阿佛加德罗常数	128
实验 13 纯水的制取	131
实验 14 磺基水杨酸铁(Ⅲ)配合物的组成及 稳定常数的测定	139
实验 15 简单分子或离子的结构模型及晶体结构 模型的制作	143
第三部分 无机物的制备、提纯及配合物的合成实验	145
实验 16 二氧化碳的制备及分子量的测定	145
实验 17 过氧化钙的制备及含量测定	149
实验 18 由废白铁制备硫酸亚铁和硫酸亚铁铵	153
实验 19 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备及其性质	157
实验 20 用离子交换法测定三草酸合铁(Ⅲ) 配离子的电荷	163

实验 21	由钛铁矿制备二氧化钛	166
实验 22	由钛白粉副产物制备氧化铁颜料	169
实验 23	非水溶剂重结晶法提纯硫化钠	173
实验 24	硫代硫酸钠的制备	175
实验 25	无水二氯化锡的制备	178
实验 26	五氧化二钒的提纯	181
第四部分 元素化学实验		183
实验 27	碱金属和碱土金属	183
实验 28	未知物鉴别设计实验(一)	188
实验 29	卤素	193
实验 30	未知物鉴别设计实验(二)	197
实验 31	过氧化氢和硫	201
实验 32	氮、磷	207
实验 33	砷、锑、铋	213
实验 34	碳、硅、锡、铅	218
实验 35	硼、铝	224
实验 36	铜、银、锌、镉、汞	228
实验 37	未知物鉴别设计实验(三)	234
实验 38	钛、钒、铬、钼、钨、锰	235
实验 39	未知物鉴别设计实验(四)	242
实验 40	铁、钴、镍	247
实验 41	未知物鉴别设计实验(五)	252
第五部分 综合及研究型实验		259
实验 42	综合研究实验指导	259
实验 43	元素性质综合实验	266
实验 44	由天青石制备碳酸锶	267
实验 45	无机净水剂的研制与应用	270
实验 46	磷石膏的综合利用	275
实验 47	纳米材料绿色合成方法的研究	276

附录： 279

1. 常用试剂、试纸的配制及制备 279

2. 常用酸、碱的浓度 281

3. 常见弱电解质在水中的电离常数 282

4. 常见沉淀物沉淀的 pH 值 285

5. 部分无机盐在水中的溶解度顺序 287

6. 不同温度下若干常见无机化合物的溶解度 295

7. 常见离子和化合物的颜色 315

8. 阳离子的硫化氢系统分组 316

9. 参考资料 318

绪 论

化学是一门以实验为基础的学科，许多化学理论和规律是对大量实验资料进行分析、概括、综合和总结而形成的。实验又为理论的完善和发展提供了依据。

化学实验是化学教学中一门独立课程，其目的不仅是传授化学知识，更重要的是培养学生的能力和优良素质，通过化学实验课学生应受到下列训练：掌握基本操作，正确使用仪器，取得正确实验数据，正确记录和处理实验数据以及表达实验结果；认真观察实验现象进而分析判断、逻辑推理和得出结论；正确设计实验（包括选择实验方法、实验条件、所需仪器、设备和试剂等）和解决实际问题；通过查阅手册，工具书和其他信息源获得信息。把培养学生实事求是的科学态度、勤俭节约的优良作风、相互协作的精神和勇于开拓的创新意识应始终贯穿于整个实验教学中。

1. 无机化学实验目的

(1) 使学生通过实验获得感性知识，巩固和加深对无机化学基本理论、基础知识的理解，进一步掌握常见元素及其化合物的重要性质和反应规律，了解无机化合物的一般提纯和制备方法。

(2) 对学生进行严格的化学实验基本操作和基本技能的训练，学会使用一些常用仪器。

(3) 培养学生独立进行实验、组织与设计实验的能力。例如，细致观察与记录实验现象，正确测定与处理实验数据的能

力，正确阐述实验结果的能力等。

(4) 培养学生严谨的科学态度、良好的实验作风和环境保护意识。

无机化学实验课还为学生学习后续课程、参与实际工作和进行科学研究打下良好的基础。

2. 无机化学实验的学习方法

要达到上述目的，不仅要有正确的学习态度，还需要有正确的学习方法。做好无机化学实验必须掌握如下五个环节：

(1) 预习

充分预习是做好实验的保证和前提。本实验课是在教师指导下，由学生独立实验，只有充分理解实验原理、操作要领，明确自己在实验室将要解决哪些问题，怎样去做，为什么这样做，才能主动和有条不紊地进行实验，取得应有的效果，感受到做实验的意义和乐趣。为此，必须做到以下几点：

①钻研实验教材，阅读无机化学及其它参考资料的相应内容。看懂实验原理，明了做好实验的关键及有关实验操作的要领和仪器用法。能自行设计实验。

②合理安排好实验。例如，哪个实验反应时间长或需用干燥的器皿应先做，哪些实验先后顺序可以调动，从而避免等候使用公用仪器而浪费时间等，要做到心里有数。

③写出预习报告。内容包括：每项实验的标题（用简练的言语点明实验目的），用反应式、流程图等表明实验步骤，留出合适的位置记录实验现象，或精心设计一个记录实验数据和实验现象的表格等，切忌原封不动地照抄实验教材。总之，好的预习报告，应有助于实验的进行。

(2) 讨论

①实验前教师以提问的形式指出实验的关键，由学生回答，以加深对实验内容的理解，检查预习情况。另外还对上次的实验

进行总结与评述。

②教师或学生进行操作示范及讲评。

③不定期举行实验专题讨论，交流实验方面的心得体会。

在讨论时，应集中注意力，取长补短，集思广益。

(3) 实验

①实验时要认真正确地操作，正确使用仪器，多动手、动脑。仔细观察和积极思考，及时和如实地作好记录。要善于巧妙安排和充分利用时间，以便有充裕的时间进行实验和思考。

②记录实验数据的要求

最好用表格的形式记录数据。要实事求是，绝不能拼凑或伪造数据，也不能掺杂主观因素。如果记录数据后发现读错或测错，应将错误数据圈去重写（不要涂改或抹掉），简要注明理由，便于找出原因。

重复测定，数据完全相同时，也要记录下来，因为这是表示另一次操作的结果。

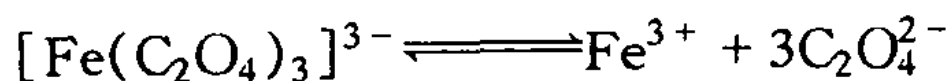
③仔细观察实验现象

在实验中观察到的物质的状态和颜色、沉淀的生成和溶解、气体的产生、反应前后温度的变化等都是实验现象。对现象的观察是积极思维的过程，善于透过现象看本质是科学工作者必须具备的素质。

a. 要学会观察和分析变化中的现象。

例一，用碘化钾-淀粉试纸检验有无氯气生成。最初生成的 Cl_2 ，使 I^- 氧化为 I_2 ，试纸变蓝，但继续生成的 Cl_2 能将 I_2 进一步氧化成无色 IO_3^- ，蓝色褪去。要观察和分析现象的全过程。

例二，为了证实三草酸合铁（Ⅲ）酸钾的 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 是否在内界，是将 CaCl_2 溶液加到此化合物的溶液中。最初溶液出现微弱的混浊，随着放置时间增长，沉淀量增多，这是由于溶液中存在如下平衡：



Ca^{2+} 的加入, 生成难溶的 CaC_2O_4 , 使平衡向配离子离解方向移动。应以刚加入 CaCl_2 溶液时的实验现象作为判断 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 在内界的依据。

b. 观察时要善于识别假象。

例如, 为了观察有色溶液中产生沉淀的颜色, 应该使溶液与沉淀分离, 还要洗涤沉淀, 以排除溶液颜色对沉淀颜色的干扰。又如, 浅色沉淀的颜色会被深色沉淀的颜色所掩盖, 为了判断浅色沉淀是否存在, 可选用一种试剂, 使深色沉淀溶解转入溶液后再观察。

c. 应该及时和如实地记录实验现象, 学会正确描述。

例如, 溶液中有灰黑色固态碘生成, 就不能描述成“溶液变为灰黑色”。如果实验现象与理论不符时, 应首先尊重实验事实。不要忽视实验中的异常现象, 更不要因实验的失败而灰心, 而应仔细分析其原因, 做些有针对性的空白试验或对照试验 (即用蒸馏水或已知物代替试液, 用同样的方法、在相同条件下进行实验), 以利于查清现象的来源, 检查所用的试剂是否失效, 反应条件是否控制得当等。千万不要放过这些提高自己科学思维能力与实验技能的机会。

④ 如何做试管实验

许多无机实验是在试管中进行的。试管反应消耗药品少、快速、机动灵活。进行试管实验时必须做到:

a. 以研究的态度, 求实探索的精神去进行实验。

同样内容的试管实验, 各人的实验现象不尽相同。因为试剂的用量、加入的顺序、酸化 (或碱化) 的程度, 甚至加入试剂的速度有所不同, 现象就会有差异, 因此, 应根据实验事实去思考和分析。

b. 要善于归纳和对比。

无机化合物的制备和某些常数的测定, 主题非常明确, 试管实验由多个小实验组成, 内容显得多而杂, 因此, 对这类实验特

别要学会归纳和对比，领会各反应的内在联系与本质差别，掌握它们的个性和共性。对有些反应的认识，需要经过多次实验才能完整和深化，应该在适当的时候，及时进行阶段总结。

c. 试剂的用量和加法应恰当。

试管实验所用试剂的量“宜少勿多，由少到多”。过多使用试剂，不仅会使反应时间加长，还会产生副作用。实验时应先加少量试剂，现象不明显时，再逐渐增加试剂用量。少量试剂是指取 0.5~1mL 的液体试剂或体积如绿豆般大小的固体试剂。

应注意“滴加”与“加入”操作的区别，滴加是指每加一滴试剂后都必须摇匀，观察后再加入下一滴试剂；而加入是指一次性加入试剂。有时也用“滴入”的操作加入试剂，这种操作常用于试剂稍稍过量而无甚影响的反应。无论哪种加法，只有将试剂混匀后出现的实验现象才能代表某反应的真实现象。加入试剂后，摇匀之前，溶液表面出现的现象只是给人以预示。为了方便摇荡试管，内容物总体积不宜超过试管总容量的 1/3。

(4) 实验报告

做完实验后，要及时写实验报告，将感性认识上升为理性认识。实验报告要求文字精练、内容确切、书写整洁，应有自己的看法和体会。

实验报告内容包括以下几部分：

①预习部分：实验目的、简明原理、步骤（尽量用简图、反应式、表格等表示）、装置示意图等。

②记录部分：测得的数据、观察到的实验现象。

③结论：包括实验数据的处理，实验现象的分析与解释，实验结果的归纳与讨论，对实验的改进意见等。

本书各实验的思考题，有些是帮助理解实验原理和操作，有些是引导实验者做好总结，通过个别实验认识一类物质或一类反应，领悟处理同类问题的方法。书写实验报告时，应根据自己的实验情况，将对实验数据、现象的分析、归纳与回答思考题结合

起来。对某个实验的小结往往也是对某个思考题的回答，这样做，比孤立回答思考题收益大。至于实验报告的格式，不作统一规定。可以根据不同类型实验（如定量测定、元素性质、无机物制备等）的特点，自行设计出最佳格式。

(5) 如何进行研究型实验

化学实验教学有两种模式：一种是在一定的时间内完成所规定的实验内容；另一种是时间和内容在一定范围内可以由学生自由选择。后者往往以设计实验的形式进行。学生必须在老师的指导下，自行查阅资料选择实验内容，制定实验方案，向实验室提交所需要的仪器、设备和化学试剂清单，并向指导老师报告实验的意义、目的以及创新点。设计实验除了在规定的实验时间内进行外，还可以在开放实验室进行。设计实验必须要有结果，并且在班级进行报告和交流。

(6) 使用音像教材和多媒体课件

使用音像教材和多媒体课件是实验教学中一种声形并茂的教学方法，配合实验教学进度，观看教学录像片和多媒体课件，将会很好地帮助学生预习实验，扩大知识面。可以用较短的时间概括与演示某类基本操作技术、仪器的正确使用和高难度合成方法的介绍，在实验教学中具有独特的作用。要求学生按时、认真收看，并做好记录。

3. 无机化学实验课考核方法与成绩评定

(1) 考核方法

无机化学实验课程考核方法是：平时单个实验累积计分加期末综合考试。平时单个累积记分要求对每个开出的实验都制定出具体的评分标准，包括实验预习、实验基本操作、实验结果、实验报告和实验室公益劳务等，其中对实验结果一项要求更为具体。例如：由粗食盐制备试剂级氯化钠实验中，对 BaCl_2 、

Na_2CO_3 和 HCl 的用量, 提纯后氯化钠的外观、产率和质量鉴定结果等都有具体的评分细则。期末考试是对实验教学情况的全面考核, 一般采用笔试和具体操作两种方式。

(2) 成绩评定

化学实验成绩评定是平时成绩与期末考试成绩相结合, 无机化学实验成绩平时占 60% ~ 70%, 期末成绩占 30% ~ 40%。最后, 成绩以百分制评定记分。

4. 无机化学实验室规则

除了遵守化学与分子科学学院的实验室规则外, 还要求:

(1) 实验前充分预习, 写好预习方案, 按时进入实验室, 未预习者, 不能进行实验。

(2) 必须认真完成规定的实验, 如果对实验步骤或操作有改动, 打算做规定内容之外的实验, 应先与老师商洽, 经允许后方可进行。

(3) 药品仪器应整齐地摆放在一定位置, 用后立即放还原位。有腐蚀性或污染的废物应倒入废液桶或指定容器内。火柴梗、碎玻璃等废物倒入垃圾箱内, 不得随地乱抛。

(4) 实验结束后, 将实验记录交指导教师检查签字后方能离开实验室, 按时交实验报告。

(5) 各实验台轮流值日, 打扫实验室内清洁卫生。

5. 无机化学实验室安全操作

在进行化学实验时, 必须将“安全”放在首位。安全操作对保证实验的顺利进行, 保证国家财产不受损失, 保证个人和他人的安全均是至关重要的。

(1) 安全措施

①必须熟悉实验室及其周围的环境, 如水、电、煤气、灭火

器放置的位置。实验完毕后立即关闭水龙头、煤气龙头，拔下电源插头，切断电源。

②一切有毒、有刺激性的恶臭气体的操作都应在通风柜中进行。易燃、易爆的操作要远离火源。

③不能用手直接取物品。加热、浓缩液体时，不能俯视加热液体，加热试管时，试管口不能对着自己或他人，严禁在实验室内饮食或做与实验无关的活动。

④使用有毒的药品（如汞、砷化物、氰化物等），应将废液回收集中处理，不准倒入下水道。常用的酸、碱具有强烈的腐蚀性，注意不要洒在衣服或皮肤上。

⑤不允许将各种化学药品随意混合，以免引起意外事故，自行设计实验必须和教师讨论并取得同意后方可进行。

（2）实验室中意外事故的急救处理

①割伤。先将异物排出，用生理盐水或硼酸液擦洗，涂上紫药水或撒些消炎粉包扎，必要时送医院治疗。

②烫伤。涂敷烫伤膏或万花油。

③酸或碱腐蚀、伤害皮肤或眼睛时，可用大量的水冲洗。酸腐蚀致伤可用饱和碳酸氢铵、3%～5%碳酸氢钠或稀氨水冲洗；对于碱腐蚀致伤可用食用醋、5%醋酸或3%硼酸冲洗，最后用水冲洗。

④吸入刺激性或有毒气体（如氯、氯化氢）时，可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气解毒。因吸入硫化氢气体感到不适（头晕、胸闷、欲吐）时，立即到室外呼吸新鲜空气。

⑤起火。一般起火可用湿布或沙子覆盖燃烧物，大火时用水或灭火剂，凡是活泼金属、有机溶剂、电器着火，切勿用水和泡沫灭火剂，只能用防火布、沙土等。

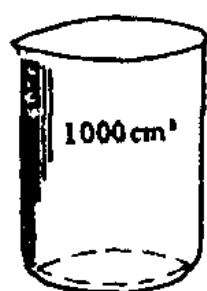
⑥不慎触电或发现严重漏电时，立即切断电源，再采取必要的处理措施。

第一部分 化学实验基本知识、基本操作技能与常用仪器设备的使用

一、基本知识、基本操作

1. 常用玻璃仪器的洗涤和干燥

(1) 无机化学实验常用仪器名称



烧杯
beaker



锥形烧瓶
conical flask



蒸发皿
evaporating basin



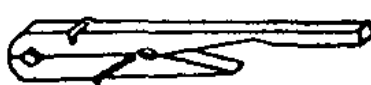
表面皿
watch glass



离心试管
centrifugal test-tube



普通试管
test-tube



试管夹
test-tube clamp



药 勺
spatula



研钵
mortar



坩埚
crucible



坩埚钳
crucible tongs