

大学化学实验系列教材

无机化学实验

海南师范大学化学与化工学院 组编

莫峥嵘 周学明 邓鹏飞 吴水星 编



科学出版社

大学化学实验系列教材

无机化学实验

海南师范大学化学与化工学院 组编

莫峥嵘 周学明 邓鹏飞 吴水星 编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书共三章,分别介绍无机化学实验的基本要求、基础知识和基本实验技能、化学原理实验、制备实验、元素化学实验、综合设计实验。本书编排33个实验,在实验内容的取材上,既保持实验教学的完整性,又与实用性相结合。

本书可作为高等学校化学、化学工程与工艺、制药工程、生命科学、环境科学及地生化大类本科生的无机化学实验教材,也可供从事化学工作的科技人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/莫峥嵘等编;海南师范大学化学与化工学院组编. —北京:科学出版社, 2019.4

大学化学实验系列教材

ISBN 978-7-03-059327-6

I. ①无… II. ①莫… ②海… 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(2018)第249289号

责任编辑:丁 里 / 责任校对:何艳萍
责任印制:张 伟 / 封面设计:迷底书装

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>

北京建宏印刷有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2019年4月第 一 版 开本:720×1000 1/16

2019年4月第一次印刷 印张:8 3/4 插页:1

字数:197 000

定价:39.00元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

“大学化学实验系列教材”

编写委员会

总策划 孙振范 孙 伟

编 委(按姓名汉语拼音排序)

陈文豪 邓鹏飞 惠 阳 雷炳新

刘艳春 刘艳玲 莫峥嵘 南旭莹

农旭华 孙 伟 孙元元 王向辉

吴禄勇 吴水星 张小朋 周学明

前 言

化学是一门实验学科。无机化学实验是化学及相关专业学生必修的一门专业基础课程。本书是编者按照大学化学实验教学大纲的要求,在参考国内相关教材的基础上,总结多年来无机化学实验教学实践和经验,并与相关的任课教师充分讨论和研究后编写而成的。

本书共三章,第一章主要介绍无机化学实验的基本要求和基础知识,使学生明确实验目的,掌握学习方法及应遵守的实验室规则,并了解无机化学实验的基础知识;第二章为基础实验,包括基本操作和基本原理实验、制备实验和元素性质实验,为了配合无机化学理论教学而编写了24个实验;第三章为综合设计实验,共编排了9个实验,目的是培养学生独立思考、独立解决问题的能力、科研意识及创新意识。

本书是在海南师范大学化学与化工学院院长孙振范教授、副院长孙伟教授的总策划下,由莫峥嵘、周学明、邓鹏飞及吴水星编写的。在编写和出版过程中,相关任课教师华英杰、郭术、李天略、李高楠、游诚航等提出许多宝贵的意见。本书的出版得到了海南省高等学校教育教学改革研究项目(Hnjg2014-21)的支持,同时得到科学出版社的多方指导和帮助。在此向他们表示衷心的感谢。

由于编写时间仓促,加之编者学识水平有限,书中难免有不当之处,恳请读者批评指正。

编 者

2018年10月

目 录

前言

第一章 无机化学实验的基本要求和基础知识	1
第一节 做好无机化学实验的要求	1
第二节 无机化学实验的基础知识	9
第二章 基础实验	44
I. 基本操作和基本原理实验	44
实验 1 仪器的认领和洗涤及一般溶液的配制	44
实验 2 标准溶液的配制及酸碱滴定	46
实验 3 氯化钠的提纯	49
实验 4 二氧化碳相对分子质量的测定	51
实验 5 乙酸电离常数的测定	54
实验 6 水的总硬度的测定	56
实验 7 氧化还原反应和电化学	59
实验 8 磺基水杨酸合铁(Ⅲ)的组成和稳定常数的测定	62
实验 9 配合物的生成和性质	65
实验 10 水溶液中的平衡	68
II. 制备实验	70
实验 11 水合硫酸亚铁和莫尔盐的制备	71
实验 12 水合硫酸铜的制备	72
III. 元素性质实验	74
实验 13 卤素	74
实验 14 氧和硫	77
实验 15 氮和磷	79
实验 16 锑和铋	82
实验 17 碳、硅、硼	84
实验 18 锡和铅	86
实验 19 铜和银	89
实验 20 锌和汞	91
实验 21 铬和锰	93
实验 22 铁、钴、镍	96
实验 23 钼和钨	99
实验 24 钛和钒	101

第三章 综合设计实验	104
实验 25 含铬废液的处理	104
实验 26 离子鉴定和未知物的鉴别	105
实验 27 从废定影液中回收银	107
实验 28 柠檬酸铁铵的制备和分析	108
实验 29 海带中碘的提取	109
实验 30 鸡蛋壳中钙含量的测定	110
实验 31 盐酸和氯化镁混合溶液组分的测定	112
实验 32 薄层色谱板的制备和使用	114
实验 33 海水中氯离子和溴离子的分离	117
主要参考书目	118
附录	119
附录 1 不同温度下水的饱和蒸气压	119
附录 2 弱酸在水中的电离常数	119
附录 3 溶度积常数	120
附录 4 某些离子和化合物的颜色	122
附录 5 标准电极电势(常温)	126
附录 6 常见配位化合物的稳定常数	130
附录 7 相对原子质量	131

第一章 无机化学实验的基本要求和基础知识

第一节 做好无机化学实验的要求

一、明确实验目的

化学是一门实验学科。无机化学实验是化学及其相关专业学生必修的专业基础课程，在化学教学中占有极其重要的地位。

通过实验，学生可以获得大量物质变化的第一手感性知识，加深对课堂上讲授的基本原理和基础知识的理解和掌握。

通过实验，学生可以正确地掌握化学实验的基本操作方法和技能技巧。

通过实验，也可以培养学生独立工作和独立思考的能力，如独立准备和进行实验的能力；细致地观察和记录实验现象，归纳、总结，正确处理数据的能力；分析实验和用语言表达实验结果的能力；一定的组织实验、研究实验的能力。

通过实验，还可以培养学生实事求是的科学态度，准确、细致、整洁等良好的实验习惯及科学的思维方式，使学生初步掌握科学研究的方法。

本课程的任务就是要通过无机化学实验，逐步达到上述目的，为学生进一步学习后续化学课程、培养初步的科研能力打下基础。

二、掌握学习方法

要达到上述实验目的，不仅要有正确的学习态度，还要有正确的学习方法。无机化学实验的学习方法大致可分为下列三个方面。

1. 预习

为了使实验获得良好的效果，实验前必须进行预习：

- (1) 阅读实验教材、教科书和参考资料中的相关内容。
- (2) 明确实验目的。
- (3) 了解实验的内容、步骤、操作过程和注意事项。
- (4) 在预习的基础上，写好预习笔记，才能进行实验。

若发现学生预习不够充分，教师可让学生停止实验，要求在了解实验内容之后再进行实验。

2. 实验

根据教材所规定的方法、步骤和试剂用量进行操作，并做到下列几点：

- (1) 认真操作，仔细观察，并及时、如实地做好详细记录。

(2) 如果发现实验现象与理论不符合,应首先尊重实验事实,并认真分析和检查原因,必要时应重做验证。

(3) 实验全过程中应勤于思考,仔细分析,力争自己解决问题。当遇到疑难问题而自己难以解决时,可请教师指导。

(4) 在实验过程中应保持肃静,严格遵守实验规则。

3. 实验报告

做完实验后应独立完成实验报告,交指导教师审阅。若有实验现象、解释、结论、数据、计算等不符合要求,或实验报告不合格,应重做实验或重写报告。

书写实验报告应字迹端正,简明扼要,整齐干净。

下面是不同类型的实验报告格式,以供参考。

无机化学基本操作实验报告

实验名称:	_____	室温:
学号:	_____	气压:
姓名:	_____	日期:

实验目的:

操作方法:

注意事项:

问题与讨论:

指导教师签名_____

无机化学测定实验报告

实验名称：_____ 室温：_____
学号：_____ 姓名：_____ 气压：_____
日期：_____

实验原理：_____

实验内容：_____

数据记录和结果处理：_____

问题与讨论：_____

指导教师签名_____

无机化学制备实验报告

实验名称: _____ 室温: _____
学号: _____ 姓名: _____ 气压: _____
日期: _____

实验原理:

实验内容:

实验结果:

产品外观:

产 量:

产 率:

问题与讨论:

指导教师签名 _____

无机化学性质实验报告

实验名称：_____
学号：_____ 姓名：_____ 室温：_____
气压：_____
日期：_____

实验目的：_____

实验内容	实验现象	反应及解释

问题与讨论：_____

指导教师签名_____

三、遵守实验规则

实验规则是人们从长期的实验室工作中归纳总结出来的,它是正常地从事实验、防止意外事故、做好实验的重要前提,必须人人遵守。

(1) 进入实验室后,穿上实验服,书包等物品应放在指定位置。

(2) 实验前一定要做好预习和实验准备工作。

(3) 实验中必须保持肃静,不准大声喧哗,不得到处乱走。实验时要集中精神,认真操作,仔细观察,积极思考,如实详细地做好记录。

(4) 每人使用自己的实验仪器,不得动用他人的仪器;公用仪器和临时使用的仪器用毕应洗净,并立即送回原处。如有损坏,必须及时登记补领。

(5) 按规定的量取用药品,并及时盖好原瓶盖。使用精密仪器时,必须严格按照操作规程进行操作,小心谨慎,避免粗枝大叶而损坏仪器。

(6) 保持实验台面的清洁。废纸、火柴梗和碎玻璃等应倒入垃圾箱内,废液应倒入废液缸内,切勿倒入水槽。

(7) 实验后,将所用仪器洗净并整齐地放回实验柜内。保持实验台干净整齐。

(8) 每次实验后由学生轮流值日,负责打扫和整理实验室,并检查水龙头、门、窗是否关紧,电闸是否关闭,以保持实验室的整洁和安全。

(9) 如果发生意外事故,应保持镇静,不要惊慌失措;遇烧伤、烫伤、割伤时应立即报告教师,及时施救和治疗。

四、注意实验安全

1. 实验室安全守则

(1) 不要用湿的手、物接触电源。点燃的火柴用后立即熄灭,不得乱扔。

(2) 严禁在实验室内饮食、吸烟,或把食具带进实验室。实验完毕,必须洗净双手。

(3) 绝对不允许随意混合各种化学药品,以免发生意外事故。

(4) 金属钾、钠和白磷等暴露在空气中易燃烧。所以金属钾、钠应保存在煤油中,白磷则可保存在水中,取用时要用镊子。某些强氧化剂(如氯酸钾、硝酸钾、高锰酸钾等)或其混合物不能研磨,否则将引起爆炸。银氨溶液不能留存,因为久置后会变成氮化银,也易爆炸。一些有机溶剂(如乙醚、乙醇、丙酮、苯等)极易引燃,使用时必须远离明火,用毕立即盖紧瓶塞。

(5) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿使其溅在皮肤或衣物上,更应注意防护眼睛。稀释时(特别是浓硫酸),应将其慢慢倒入水中并不断搅拌,以免迸溅。加热试管内液体时,切记不要使试管口向着自己或他人。

(6) 产生有刺激性或有毒气体(如 H_2S 、 HF 、 Cl_2 、 CO 、 NO_2 、 SO_2 、 Br_2 等)的实验必须在通风橱内进行。

(7) 有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物,特别是氰化

物)不得进入口内或接触伤口。剩余的废液也不能随便倒入下水道,应倒入废液缸或教师指定的容器中。

(8) 金属汞易挥发,并通过呼吸道进入人体,逐渐积累会引起慢性中毒。做金属汞的实验应特别小心,不得把金属汞洒落在桌上或地上。一旦洒落,必须用滴管尽可能收集起来,并用硫黄粉盖在洒落的地方,使金属汞转变成不挥发的硫化汞。

(9) 实验室所有药品不得带出室外。

2. 实验室事故的处理

(1) 创伤:若是玻璃创伤,应先把碎玻璃从伤处挑出。轻伤可涂紫药水(或红汞、碘酒),必要时撒消炎粉或敷消炎膏,用绷带包扎。

(2) 烫伤:如果伤处皮肤未破,可抹烫伤膏;如果伤处皮肤已破,可涂紫药水或1%高锰酸钾溶液。

(3) 受酸腐蚀致伤:先用大量水冲洗,再用碳酸氢钠饱和溶液(或稀氨水、肥皂水)洗,最后用水冲洗。如果酸液溅入眼中,用大量水冲洗后,送医院诊治。

(4) 受碱腐蚀致伤:先用大量水冲洗,再用2%乙酸溶液或硼酸饱和溶液洗,最后用水冲洗。如果碱液溅入眼中,用硼酸溶液洗。

(5) 受溴腐蚀致伤:用苯或甘油洗涤伤口,再用水洗。

(6) 受磷灼伤:用1%硝酸银、5%硫酸铜或浓高锰酸钾溶液洗涤伤口,然后包扎。

(7) 吸入刺激性或有毒气体: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解毒。吸入硫化氢或一氧化碳气体而感到不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气。

(8) 毒物进入口内:将5~10 mL稀硫酸铜溶液加入一杯温水中,内服后用手指伸入咽喉部,促使呕吐,吐出毒物,然后立即送医院治疗。

(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,一面防止火势蔓延(如切断电源、移走易燃药品等)。灭火的方法要针对起因选用合适的方法。一般小火可用湿布、石棉布或沙子覆盖燃烧物,即可灭火。火势大时可使用灭火器(见附2)。实验人员衣服着火时,切勿惊慌乱跑,应迅速脱下衣服,或用石棉布覆盖着火处。

附1: 实验室急救药箱

为了方便对实验室意外事故进行紧急处理,应在每个实验室准备一个急救药箱。药箱内可准备下列药品:紫药水、碘酒(3%)、烫伤膏、碳酸氢钠饱和溶液、硼酸饱和溶液、乙酸溶液(2%)、氨水(5%)、硫酸铜溶液(5%)、高锰酸钾晶体(需要时再制成溶液)、氯化铁溶液(止血剂)、甘油、消炎粉。另外,消毒纱布、消毒棉(均放在玻璃瓶内,磨口塞紧)、剪刀、棉签等也是不可缺少的。

附 2: 实验室常用灭火器及其主要成分、适用范围和使用方法

灭火器类型	主要成分	适用范围	使用方法
泡沫灭火器	硫酸铝和碳酸氢钠;水解蛋白质;氟碳表面活性剂	非水溶性油类起火、可燃固体物质;不能扑救带电设备和醇、酮、酯、醚等有机溶剂发生的火灾	使用时先用手指堵住喷嘴,将筒体上下颠倒两次,再拔去保险销,压下压把就有泡沫喷出
二氧化碳灭火器	液态二氧化碳	乙醇、可燃气体、油类等可燃液体和电器设备等初起火灾;不适合固体类物质火灾	拔出保险销,一手握住喇叭筒根部的手柄,另一手紧握启闭阀的压把。使用时,不能直接用手抓住喇叭筒外壁或金属连线管,以防手被冻伤
干粉灭火器	磷酸铵盐、碳酸氢钠、氯化钠、氯化钾等	有机溶剂、可燃气体、石油和电器设备的初起火灾;不适合固体类物质火灾	上下颠倒几次,喷嘴对准燃烧最猛烈处,拔去保险销,压下压把
卤代烷灭火器	卤代烷,如四氯化碳	电器火灾、非水溶性油类火灾	拔出保险销,一手握住喷射软管前端的喷嘴处,一手压下压把

五、实验室“三废”的处理

实验中经常会产生某些有毒的气体、液体和固体,都需要及时排弃,特别是某些剧毒物质,如果直接排出就可能污染周围空气和水源,损害人体健康。因此,废气、废渣和废液要经过一定的处理后才能排弃。

1. 废气

产生少量有毒气体的实验应在通风橱内进行。通过排风设备将少量毒气排到室外(使排出气在外面大量空气中稀释),以免污染室内空气。产生毒气量大的实验必须备有吸收或处理装置,如二氧化氮、二氧化硫、氯气、硫化氢、氟化氢等可用导管通入碱液中,使其大部分吸收后排出,一氧化碳点燃转成二氧化碳后排出。

2. 废渣

少量有毒的废渣应按危险品进行安全处置。有回收价值的废渣应回收利用。

3. 废液

下面是几种常见废液的简单处理方法:

(1) 含酸废液或含碱废液应用 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 或 H_2SO_4 中和至 $\text{pH}=6\sim 8$ 后排放。

(2) 含汞、砷、锑和铋的废液可控制酸度为 $[\text{H}^+]=0.3\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$, 使其生成硫化物沉淀而除去。

(3) 氰化物是剧毒物质,含氰废液必须按要求严格处理。少量的含氰废液可先加氢氧化钠调至 $\text{pH}>10$, 再加入几克高锰酸钾使 CN^- 氧化分解。大量的含氰废液可用碱性

氯化法处理。先用碱调至 $\text{pH} > 10$ ，再加入漂白粉，使 CN^- 氧化成氰酸盐，并进一步分解为二氧化碳和氮气。

(4) 含铬废液一般可在调节溶液呈酸性后加入 FeSO_4 ，将 Cr^{6+} 还原为 Cr^{3+} ，再加入 NaOH 调节溶液至 $\text{pH} = 6 \sim 8$ ，加热废液至 80°C 左右，通入适量空气，使 Cr^{3+} 以 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 的形式与 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 一起沉淀除去。

(5) 含汞盐废液应先调 pH 至 $8 \sim 10$ 后，加适当过量的硫化钠生成硫化汞沉淀，并加硫酸亚铁生成硫化亚铁沉淀，从而吸附硫化汞共沉淀。静置后，再离心分离，过滤；清液含汞量可降到 $0.02 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 以下后排放。少量残渣可进行安全处置，大量残渣可用焙烧法回收汞，但注意一定要在通风橱内进行。

(6) 含重金属离子的废液，最有效和最经济的处理方法是，加碱或硫化钠把重金属离子变成难溶性的氢氧化物或硫化物沉淀，从而过滤分离，残渣可埋于地下。

第二节 无机化学实验的基础知识

一、常用仪器介绍

常用仪器见表 1-1。

表 1-1 常用仪器介绍

仪器	规格	主要用途	使用方法和注意事项	理由
 离心管 试管	玻璃制品，分硬质和软质，有普通试管和离心试管(也称离心管)。普通试管又有翻口、平口，有刻度、无刻度，有支管、无支管，有塞、无塞等几种。离心管也有有刻度和无刻度 规格：有刻度试管和离心管按容量(mL)分，常用的有 5、10、15、20、25、50 等 无刻度试管按管外径(mm)$\times$管长(mm)分，有 80×70、10×75、10×100、12×100、12×120、15×150、30×200 等	(1) 在常温或加热条件下用作少量试剂反应容器，便于操作和观察 (2) 收集少量气体 (3) 支管试管还可检验气体产物，也可接到装置中使用 (4) 离心管还可用于沉淀分离	(1) 反应液体不超过试管容量的 $1/2$，加热时不超过 $1/3$ (2) 加热前试管外面要擦干，加热时要用试管夹 (3) 加热液体时管口不要对人，并将试管倾斜，与桌面成 45°，同时不断振荡 (4) 加热固体时管口应略向下倾斜 (5) 离心管不可直接加热	(1) 防止振荡时液体溅出或受热溢出 (2) 防止有水滴附着受热不均，使试管破裂；以免烫手 (3) 防止液体溅出伤人。扩大受热面积防止暴沸。防止受热不均匀使试管破裂 (4) 防止管口冷凝水回流灼热管底而引起破裂 (5) 防止破裂
 烧杯	玻璃质，分硬质、软质，有一般型和大型，有刻度和无刻度 规格：按容量(mL)分，有 50、100、150、200、250、500 等。此外，还有容量(mL)为 1、5、10 的微量烧杯	(1) 常温或加热条件下用作大量物质反应容器，反应物易混合均匀 (2) 用于配制溶液 (3) 代替水槽	(1) 反应液体不得超过烧杯容量的 $2/3$ (2) 加热前要将烧杯外壁擦干，烧杯底要垫石棉网	(1) 防止搅动时液体溅出或沸腾时液体溢出 (2) 防止玻璃受热不均匀而破裂

续表

仪器	规格	主要用途	使用方法和注意事项	理由
 圆底烧瓶  平底烧瓶  蒸馏烧瓶	玻璃质,分硬质和软质,有平底、圆底、长颈、短颈、细口、厚口和蒸馏烧瓶几种 规格:按容量(mL)分,有 50、100、250、500、1000 等。此外,还有微量烧瓶	圆底烧瓶:在常温或加热条件下供化学反应应用,因盛液部位是圆形,受热面大,耐压大 平底烧瓶:配制溶液或代替圆底烧瓶,因平底放置平稳 蒸馏烧瓶:用于液体蒸馏、少量气体发生装置	(1) 盛放液体的量不能超过烧瓶容量的 2/3,也不能太少 (2) 固定在铁架台上,下垫石棉网再加热,不能直接加热,加热前外壁要擦干 (3) 放在桌面上,下面要有木环或石棉环	(1) 防止加热时飞溅或破裂 (2) 防止受热不均匀而破裂 (3) 防止滚动而打破
 锥形瓶	玻璃质,分硬质和软质,有塞和无塞,广口、细口和微型等几种 规格:按容量(mL)分,有 50、100、150、200、250 等	(1) 反应容器 (2) 振荡方便,适用于滴定操作	(1) 盛液不能太多 (2) 加热时应下垫石棉网或置于水浴中	(1) 防止振荡时溅出液体 (2) 防止受热不均而破裂
 滴瓶	玻璃质,分棕色、无色两种,滴管上带有橡皮胶头 规格:按容量(mL)分,有 15、30、60、125 等	盛放少量液体试剂或溶液,便于取用	(1) 棕色瓶放见光易分解或不太稳定的物质 (2) 滴管不能吸得太满,也不能倒置 (3) 滴管专用,不能弄脏、弄乱	(1) 防止物质分解或变质 (2) 防止试剂侵蚀橡皮胶头 (3) 防止沾污试剂
 细口瓶	玻璃质,有磨口和不磨口,无色和棕色 规格:按容量(mL)分,有 100、125、250、500、1000 等 细口瓶又称试剂瓶	储存溶液和液体药品的容器	(1) 不能直接加热 (2) 瓶塞不能弄脏、弄乱 (3) 盛放碱液应改用胶塞 (4) 有磨口塞的细口瓶不用时,应洗干净并在磨口处垫上纸条 (5) 棕色瓶放见光易分解或不太稳定的物质	(1) 防止玻璃破裂 (2) 防止沾污试剂 (3) 防止碱液与玻璃作用,使塞子打不开 (4) 防止粘连,不易打开玻璃塞 (5) 防止物质分解或变质
 广口瓶	玻璃质,有无色、棕色,有磨口、不磨口,磨口有塞,若无塞的口上是磨砂的,则为集气瓶 规格:按容量(mL)分,有 30、60、125、250、500 等	(1) 储存固体药品 (2) 集气瓶还用于收集气体	(1) 不能直接加热,不能放碱,瓶塞不能弄脏、弄乱 (2) 做气体燃烧实验时瓶底应放少许沙子或水 (3) 收集气体后,要用毛玻璃片盖住瓶口	(1) 防止玻璃破裂,防止沾污试剂 (2) 防止瓶底破裂 (3) 防止气体逸出