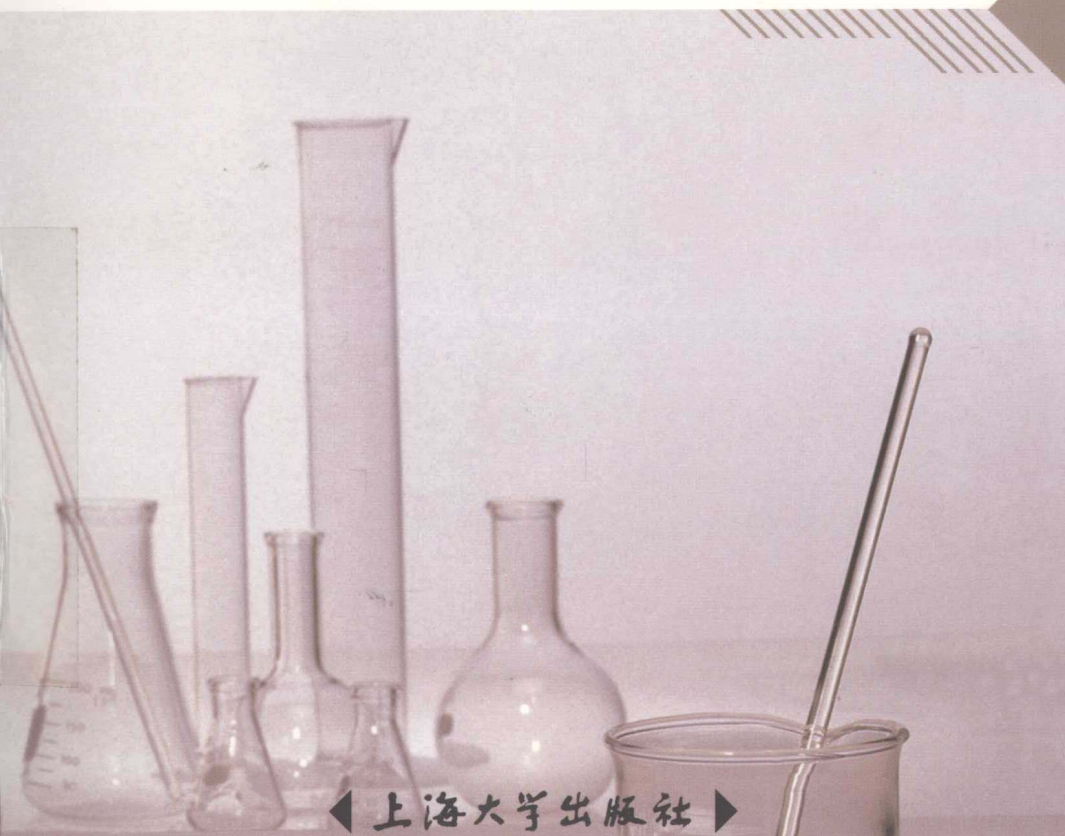


上海市教委重点课程建设项目

无机化学实验

► 包新华 徐甲强 主 编



◀ 上海大学出版社 ▶

上海市教委重点课程建设项目

无机化学实验

主编 包新华 徐甲强

上海大学出版社

· 上海 ·

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/包新华主编. —上海: 上海大学出版社, 2010. 9

ISBN 978 - 7 - 81118 - 667 - 3

I. ①无… II. ①包… III. ①无机化学—化学实验—教材 IV. ①061 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 175944 号

责任编辑 陈基明 焦贵平

封面设计 施羲雯

无机化学实验

包新华 徐甲强 主编

上海大学出版社出版发行

(上海市上大路 99 号 邮政编码 200444)

(<http://www.shangdapress.com> 发行热线 66135110)

出版人: 姚铁军

*

南京展望文化发展有限公司排版

江苏句容市排印厂印刷 各地新华书店经销

开本 890×1240 1/32 印张 9.75 字数 262 000

2010 年 9 月第 1 版 2010 年 9 月第 1 次印刷

印数: 1~3100

ISBN 978 - 7 - 81118 - 667 - 3/O · 051 定价: 25.00 元

前言

加强实验教学环节,提高学生的动手能力,增强学生的创新意识,已成为 21 世纪全面提高学生素质的迫切要求。化学实验教学在培养学生的基础知识、实践能力和科学素质等各方面起着不可替代的作用。

为适应上海大学教学改革的需要,按照《无机化学实验教学大纲》的要求,我们编写了这本《无机化学实验》教材。

本教材是在我校已使用多年的自编讲义《无机化学实验》的基础上,补充、修改而成。本教材突破原教材的无机实验课程依附理论课程教学的传统框架,在多年教学实验改革的基础上,从已有的实验内容和近年的新实验中,精心选择了 43 个实验,进行重新组合,形成了相对独立和完整的无机化学实验新体系。

本教材的特色是:

1. 为适应无机化学理论课和实验课在教学上的相对独立,本教材在每章实验前安排了相关的理论内容,既紧密配合无机化学理论课的教学,又注意保持《无机化学实验》作为一门课程的相对独立性和完整性。使学生通过实验更好地掌握理论课所学的知识,提高实验操作技能,养成良好的实验习惯和尊重科学、实事求是的科学素质,为后续实验课奠定坚实的基础。

2. 注重加强基本操作训练和培养,压缩验证性实验,增加了操作技能训练以及综合性、设计型的实验,对重要的和难度较大的基本操作在不同的实验中反复出现,以使学生得到充分练习,突出能力和素质培养。

3. 为提高学生对实验课的兴趣,激发学生求知欲望和探索精神,使学生处于实验课的主体地位,选用了与工业生产、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“维生素 C 药片中抗坏血酸含量的测定”、“生理盐水中氯化钠含量的测定”、“从硼镁泥制取七水硫酸镁”等实验。让学生意识到化学无处不在。

4. 选用了一些外文实验,让学生比较早地接触本专业的专业英语。同时,为我校在实验教学上开展双语教学作一些有益的探索。

本教材由包新华、徐甲强主编,参加编写的教师有包新华、徐甲强、朱守荣、谢赛英、邢菲菲、赵永梅、柏跃玲、刘洪江、钱群、林昆华。在本教材的编写过程中,教研室的同事给予了大力的支持和帮助,在此,一并表示感谢。

由于编者的水平所限,难免有不足或错误之处,恳请使用本教材的老师和同学们给予批评指正。

编 者

2010 年 8 月

目录

绪 论	1
0-1 无机化学实验的目的	1
0-2 无机化学实验的基本要求和学习方法	2
0-3 无机化学实验成绩的评定	4
0-4 无机化学实验室规则和安全知识	4
 第一章 无机化学实验基本知识	8
1-1 常用器皿与仪器	8
1-2 无机化学实验室用的水	8
1-3 实验结果的表示	10
1-3-1 误差和数据处理	10
1-3-2 化学计算中的有效数字	12
1-3-3 作图方法简介	15
 第二章 无机化学实验基本操作和技术	17
2-1 玻璃仪器的洗涤及干燥	17
2-2 试剂的规格、存放及取用	19
2-2-1 化学试剂的规格	19
2-2-2 试剂的存放	20
2-2-3 试剂的取用	21

2-3 试纸	22
2-4 加热与冷却	24
2-4-1 加热装置	24
2-4-2 加热操作	25
2-4-3 冷却方法	26
2-5 气体的制备、净化及气体钢瓶的使用	27
2-5-1 气体的发生	27
2-5-2 气体的收集	28
2-5-3 气体的净化与干燥	29
2-5-4 气体钢瓶、减压阀及使用	29
2-6 量器及其使用	30
2-6-1 滴定管	30
2-6-2 移液管	33
2-6-3 容量瓶	34
2-6-4 量筒和量杯	35
2-7 温度计及其使用	35
2-7-1 液体-玻璃温度计	36
2-7-2 热电偶温度计	36
2-8 称量仪器的使用	36
2-8-1 电子天平	36
2-8-2 试样的称取方法	38
2-9 固、液分离与结晶	40
2-9-1 滤纸、滤器及其使用	40
2-9-2 固、液分离	40
2-9-3 重结晶	44
2-10 常用仪器的使用	45
2-10-1 320-SpH 计的使用	45

2-10-2	3107 型电导率仪的使用	48
2-10-3	722E 型可见分光光度计的使用	50
第三章 基本操作训练		53
基本要求		53
理论概述		53
3-1	实验一 煤气灯的使用、玻璃工操作和仪器洗涤	59
3-2	实验二 二氧化碳摩尔质量的测定	66
3-3	实验三 气体常数的测定	69
3-4	实验四 氯化铵生成焓的测定	73
3-5	实验五 化学反应热效应的测定	77
3-6	实验六 氢氧化钠浓度的标定	81
	扩展实验 维生素 C 药片中抗坏血酸含量的测定	85
3-7	实验七 盐酸溶液浓度的测定	87
	扩展实验 APC 药片中阿司匹林含量测定	92
3-8	实验八 氯化钠提纯	94
3-9	实验九 氧化还原反应与电化学	98
第四章 化学反应特征常数的测定		104
基本要求		104
理论概述		104
4-1	实验十 醋酸电离常数和电离度的测定(pH 电位法)	108
4-2	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)	111
4-3	实验十二 $\text{Fe}^{3+} \sim \text{NCS}^-$ 平衡常数的测定 (分光光度法)	114

4-4	实验十三	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)	118
4-5	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 I^- 的氧化还原反应)	123
4-6	实验十五	二氯化铅溶度积的测定(离子交换法)	130
	扩展实验	生理盐水中氯化钠含量的测定	134
4-7	实验十六	电导率法测定 BaSO_4 的溶度积常数	136
4-8	实验十七	分光光度法测定碘化铜溶度积常数	138
第五章 无机物制备和提纯			142
	基本要求		142
	理论概述		142
5-1	实验十八	硫酸亚铁铵的制备	150
5-2	实验十九	从硼镁泥制取七水硫酸镁	152
5-3	实验二十	由含银废液制取金属银	156
5-4	实验二十一	三氯化铁的提纯	159
5-5	实验二十二	四氯化锡的制备(微型实验)	161
5-6	实验二十三	无水三氯化铬的制备	163
5-7	Experiment 24	Purification of Copper Sulfate	167
5-8	Experiment 25	Preparation, purification and solubility of potassium nitrate	171
第六章 常见元素及其化合物的性质实验			177
	基本要求		177
	理论概述		178
6-1	实验二十六	p 区重要非金属元素及其化合物	185
6-2	实验二十七	p 区重要金属化合物	192

6-3	实验二十八 d 区重要金属化合物(一)	198
6-4	实验二十九 d 区重要金属化合物(二)	202
6-5	Experiment 30 Important metal compounds of ds block elements	207
6-6	实验三十一 常见阴离子的分离和鉴定	214
6-7	实验三十二 常见阳离子的分离和鉴定	223
第七章 综合实验和设计实验		234
7-1	实验三十三 三草酸合铁(III)酸钾的制备及组分的 测定	234
7-2	实验三十四 过氧化钙的制备及含量分析	245
7-3	实验三十五 三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备及组成的	247
7-4	实验三十六 离子交换法从海带中提碘(微型实验)	250
7-5	实验三十七 室温固相反应法制备半导体纳米材料	253
7-6	实验三十八 聚碱式氯化铝的制备与净水实验	257
7-7	实验三十九 分子筛的制备及其物性测定	260
7-8	实验四十 二茂铁的合成和表征	263
7-9	实验四十一 未知配合物的合成和表征	265
7-10	Experiment 42 Anion analysis of unknown solution	268
7-11	Experiment 43 Cation analysis of unknown solution	269
附录一 国际相对原子质量表		271
附录二 不同温度下一些常见无机化合物的溶解度		273

附录三	不同温度下水的饱和蒸气压	278
附录四	弱酸和弱碱的电离平衡常数	281
附录五	一些难溶化合物的溶度积常数	283
附录六	常用酸、碱的浓度	285
附录七	标准电极电势(298.16K)	286
附录八	常见配离子的稳定常数	292
附录九	某些试剂溶液的配制	294
附录十	强酸、强碱、氨溶液的百分浓度与比重、物质的量浓度 (M)的关系	296
附录十一	酸碱指示剂	299
主要参考资料		300

0-1 无机化学实验的目的

到目前为止,化学还是一门实验科学,任何化学上的发现、发明都离不开实验,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。从历史上来看,通过实验人们发现了元素,通过实验人们了解了物质的组成,通过实验人们研究了物质的组成,最后通过实验人们又合成了新的物质。所以我们把化学实验看成是摘取化学成果的梯子,让学生真正体会到化学实验是掌握化学知识的重要途径。

我们开设无机化学实验的主要目的是:

1. 培养学生的动手能力

化学实验中有各种各样的实验操作,我们要求学生能掌握正确的操作规程(包括操作手势等),为今后的科研工作打下基础。

2. 培养学生观察事物的能力

化学实验中有许多实验现象,我们要求学生能时刻注意实验现象,对于细微的变化也不能产生观察上的遗漏。我们知道稀有气体的发现就是由于前辈科学家有锐利的洞察力,从空气中分离氮气所测出的分子量与氨分解出氮气的分子量之间有微弱差别中发现了稀有气体。

3. 培养学生独立思考的能力和解决问题的能力

对学生来说化学实验中有许多新问题需要解决,要求学生去独立思考,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

本实验书中引入了一些设计性的实验,让同学自己提出进行实验的方案,教师略作指导,只要符合安全要求,容许学生自己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。

0-2 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,不仅需要学生有一个正确的学习态度,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,预习仪器的基本操作。

(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。

(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,对实验操作和素养进行评说,以达到提高的目的。

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,要如实记录在报告本上。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,再在旁边写上实验数据。

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

(4) 如对实验现象有怀疑,在分析和查原因的同时,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,从中得到有益的结论。

(5) 如实验失败,要检查原因,经教师同意后重做实验。

4. 实验后

做完实验仅是完成实验的一半,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:

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

(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,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化学性质的定性和定量测定、化合物性质和鉴定以及化合物制备等三大类。要求按一定格式书写,字迹端正,叙述简明扼要,实验记录、数据处理使用表格形式,作图应使用规定作图纸,图形准确清楚,报告本整齐清洁。

实验报告的书写,通常包括三部分,即:

(1) 根据实验内容写出实验目的、原理(扼要)、主要使用的仪器

和试剂、步骤(简明)。

(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、结论;原始数据的处理、误差分析和对实验进行讨论。

实验报告的格式无机化学实验大致可分为常数测定、制备和性质等三大类。

0-3 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:

1. 对实验原理和基本知识的理解。
2. 对基本操作、基本技术的掌握,对实验方法的掌握。
3. 实验结果(合理的产量、纯度;准确度、精密度等)。
4. 原始数据的记录(及时、正确,包括表格的设计),数据处理的正确性,有效数字、作图技术的掌握。实验报告的书写与完整性。
5. 实验过程中的综合能力、科学品德和科学精神。

根据化学实验中的特点,成绩评定的着重点有所不同,但实验结果决不是唯一的决定因素。

0-4 无机化学实验室规则和安全知识

一、无机化学实验规则

1. 第一次进入无机化学实验室,应按教师发给的实验仪器进行清点,如发现有破损或缺少,应立即报告教师,按规定手续向仓库补领。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,不得动用规定实验以外的药品和仪器。

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清洁整齐。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,以防水槽和下水管道堵塞或腐烂。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几点:

(1) 药品应按规定取用。如果书中未规定用量,应注意节约。

(2) 取用固体药品时,注意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) 试剂瓶使用过后,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一定的试剂架上,使用时尽可能不要为了方便拿到自己的实验桌上不放回原处。

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

8. 实验结束后,应将玻璃仪器洗刷干净,放回原处,整理好药品及自己实验的桌面。

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,严肃认真地写出实验报告,准时交给指导教师。

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。所以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,才能避免事故的发生。假如由于各种原因而发生事故,应立即紧急处置(措施见后)。

(一) 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、有刺激性的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. 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自己和别人。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。尽可能戴上保护眼镜。

4. 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体决不许倒入下水道,可回收后集中处理。

5. 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),应在不断搅拌下将它们慢慢倒入水中,不能进行相反顺序操作,以避免迸溅。

6. 使用的玻璃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,决不能丢在地面或桌面上。

7. 水、电、煤气使用完毕应立即关闭。

8. 每次实验结束后,应将手洗净才可离开实验室。