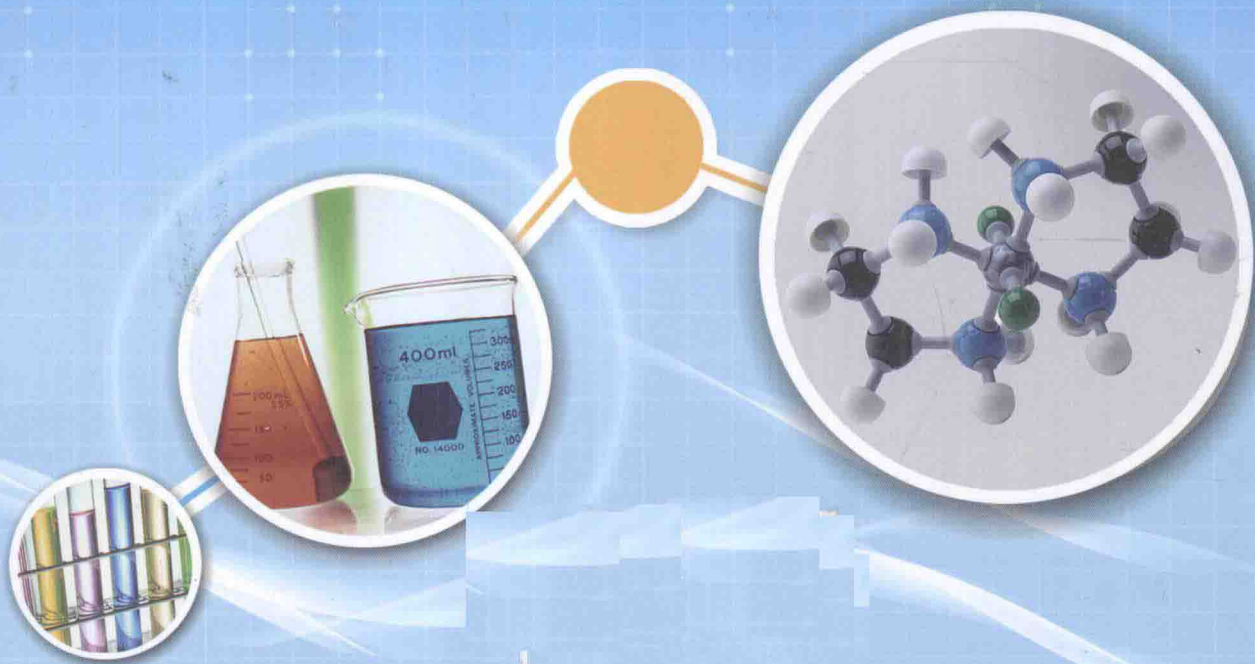


高等学校基础化学实验系列教材

无机化学实验

WUJI HUAXUE SHIYAN

朋 伟 叶同奇 主编



合肥工业大学出版社
HEFEI UNIVERSITY OF TECHNOLOGY PRESS

高等院校基础化学实验系列教材

无机化学实验

朋 伟 叶同奇 主编

合肥工业大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/朋伟,叶同奇主编. —合肥:合肥工业大学出版社,2013.9

ISBN 978-7-5650-1538-0

I. ①无… II. ①朋…②叶… III. ①无机化学—化学实验—高等学校—教材
IV. ①061-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 225592 号

无 机 化 学 实 验

朋 伟 叶同奇 主编

责任编辑 权 怡

出 版 合肥工业大学出版社
地 址 合肥市屯溪路 193 号
邮 编 230009
电 话 总 编 室: 0551-62903038
市场营销部: 0551-62903198
网 址 www.hfutpress.com.cn
E-mail hfutpress@163.com

版 次 2013 年 9 月第 1 版
印 次 2013 年 9 月第 1 次印刷
开 本 787 毫米×1092 毫米 1/16
印 张 7.75
字 数 179 千字
印 刷 合肥现代印务有限公司
发 行 全国新华书店

ISBN 978-7-5650-1538-0

定价: 16.00 元

如果有影响阅读的印装质量问题,请与出版社市场营销部联系调换。

前 言

化学是一门以实验为基础的学科,实验教学是化学教学过程中的重要环节。无机化学实验是高等院校化学、材料化学、高分子材料与工程、药学、环境等专业学生必修的主干基础课程之一。它既是一门独立的课程,又与无机化学理论课密切相关。其主要任务是,通过实验加深对无机化学中的基础理论、基本概念的理解;掌握无机化学实验的基本实验方法、基本操作和技能,学会正确地使用基本仪器测量实验数据、正确地处理实验数据和表达实验结果;掌握常见元素及其化合物的性质;掌握一些重要无机化合物的制备、分离、提纯、检验以及表征的方法,其目的是培养学生的实验技能,提高学生的分析问题、解决问题的能力,培养他们的科学研究能力和创新思维能力。

本教材根据教学大纲的基本要求,依据我校历年来的实验教学实践,编入12个不同类型的实验,供不同专业学生选用。它充分体现了实验教学的目的,强调对学生的素质培养。另外,每个实验都设计了相应的预习实验报告,编排了相应的思考题,目的在于帮助学生在实验前更好地理解实验原理、熟悉实验步骤、把握实验重点,在实验后能正确地分析实验现象和处理实验结果,引导学生深入思考并进一步拓展知识。

本教材由朋伟、叶同奇编写。翟颖、胡桂菊、马意龙等老师也参与了部分实验的编写工作。

本教材的编写出版得到了合肥工业大学及有关部门的大力支持和帮助。杭国培副教授和王华林教授对书稿进行了详细审查,并提出了很多宝贵意见,在此表示由衷地感谢。

限于编者水平,疏漏之处在所难免,敬请读者和同行批评指正,以便今后不断完善。

编 者
2013年6月

目 录

第一部分 绪 论	(1)
一、实验目的	(1)
二、实验的学习方法	(1)
三、实验室规则	(9)
四、实验室安全常识	(9)
第二部分 无机化学实验基本操作与数据处理	(11)
一、无机化学实验常用仪器介绍	(11)
二、玻璃仪器的洗涤和干燥	(16)
三、化学试剂的取用	(18)
四、物质的加热	(20)
五、固、液的分离	(23)
六、实验数据的表达与处理	(26)
第三部分 无机化学实验	(31)
实验 1 氯化钠的提纯	(31)
实验 2 溶液的 pH 值	(35)
实验 3 沉淀反应	(40)
实验 4 氧化还原与电化学	(45)
实验 5 配位化合物	(50)
实验 6 卤 素	(56)
实验 7 氮 和 磷	(61)
实验 8 铬 和 锰	(67)
实验 9 铁、钴、镍	(73)
实验 10 硫酸亚铁铵的制备	(79)
实验 11 氧化铁黄的制备	(83)
实验 12 微波晶化法合成镁铝层状双氢氧化物	(86)

附 录	(89)
附录1 常用仪器及其使用方法	(89)
一、称量仪器	(89)
二、酸度计	(90)
三、电导率仪	(92)
四、分光光度计	(93)
附录2 常用数据表	(95)
一、元素相对原子质量表	(95)
二、 $0^{\circ}\text{C}\sim 299^{\circ}\text{C}$ 水的饱和蒸气压(kPa)	(97)
三、一些气体在水中的溶解度	(101)
四、常用酸碱浓度	(101)
五、弱电解质的解离平衡常数	(102)
六、难溶电解质的溶度积常数(适用于 $18^{\circ}\text{C}\sim 25^{\circ}\text{C}$ 范围)	(103)
七、标准电极电势(298.15K)	(107)
八、常见配离子的稳定常数	(111)
附录3 常见离子和化合物的颜色	(112)
附录4 常见酸碱指示剂及配制方法	(115)
附录5 一些特殊试剂和溶液的配制	(116)
参考文献	(118)

第一部分 绪 论

化学是一门以实验为基础的学科。化学理论和规律的形成大多建立在对大量实验资料分析、概括、综合和总结的基础上；而进一步的实验又为理论的完善、发展和应用提供了依据。

化学实验是化学教学中一门独立的课程，贯穿化学教学的始终，也是实施全面化学教学、提高化学能力的最有效的形式。化学实验教学的目的是不仅是传授化学实验基本技能和方法，更重要的是借助实验这一途径培养学生动手、科学思维、协作等多方面的能力。通过化学实验课学生应受到以下三个层次的训练：首先，掌握基本操作，正确使用仪器，获得正确实验数据，正确记录和处理实验数据及表达实验结果；其次，根据实验现象和外部信息资源对实验做出分析、判断和推理，综合运用实验方法和技能；最后，正确设计实验和解决实际问题，培养学生实事求是的科学态度、勤俭节约的优良作风、相互协作的团队精神和勇于开拓创新的精神，不断提高学生发现问题、分析问题及解决问题的能力。

无机化学实验作为大学化学实验学习的入门课，在培养学生扎实的实验技能、良好的实验习惯和科学的思维方式等方面起着重要的作用。此外，也为其后续课程的学习、进行科学研究和参与实际工作打下良好的基础。

一、实验目的

(1)掌握无机化学实验基础知识，学会正确使用基本仪器，比较规范地掌握无机化学实验的基本操作方法和技能，学会处理一般实验事故等。

(2)掌握无机化合物的一般制备和分离提纯方法，加深对无机化学基本概念和基本原理的理解，培养学生以化学实验为工具获取知识的能力。

(3)学会正确观察、记录、分析、总结、归纳实验现象，合理处理实验数据、撰写实验报告，培养学生用文字表达实验结果的能力。

(4)培养学生严谨、实事求是的学习态度，科学严肃的思维方法，认真细致的工作作风，整洁有序的工作习惯和互相协作的团队精神。

(5)提高学生对化学的兴趣。

二、实验的学习方法

众所周知，只有将正确的学习态度与科学的学习方法相结合，才有可能取得最好的

学习效果。在学习无机化学实验时,应该掌握好以下几个学习环节。

1. 预习

充分预习是做好实验的前提和保证,也是培养学生自主学习的形式之一。实验课是在教师指导下由学生独立完成的,学生是实验课的主体,因此学生只有在课前充分理解实验原理、操作重点,明确需要解决的问题,了解如何做和为什么这样做,才能主动和高效地进行实验,取得较好的效果,并感受到实验课的乐趣和意义。

预习过程须做到以下几点:

(1)钻研实验教材。认真阅读实验教材和相关的参考资料,做到明确实验目的、理解实验原理、熟悉实验内容和实验操作步骤、掌握实验方法,并找出顺利完成实验的关键步骤和方法,了解实验的注意事项,熟悉安全注意事项。

(2)合理安排好实验。在熟悉实验内容的基础上,需要对实验内容的操作过程做一个合理的时间规划。例如,干燥的器皿或热水应提前准备好;为避免使用公用仪器而浪费时间可适当调整实验的先后顺序;对实验过程做到心中有数;对实验进度有全盘的把握。对于设计性实验,应该设计出具体的实验方案和详细的实验步骤,对各项实验内容应该预测可能出现的实验现象。

(3)撰写预习思考题。根据教材中设计的预习思考题,认真地完成每一个问题。这样做可以帮助理解实验,有助于实验的顺利进行。

2. 讨论

实验教学是一个师生互动学习的过程,因此,对实验而言,讨论是十分重要的。实验讨论通常安排在学生开始动手实验之前,讨论内容一般包括:

(1)对实验原理和方法的讨论,教师可通过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并检查预习情况。

(2)教师进行实验操作示范和讲解以及对学生的操作进行点评。

(3)对上次实验进行总结和评述;不定期举行实验专题讨论,交流实验方面的心得体会,对实验方案进行总结。

3. 实验

在教师的指导下,独立地进行实验是实验课程的主要教学环节。实验过程应注意以下几点:

(1)规范操作

基本操作训练是大学初级阶段实验学习的第一要务,操作的规范程度直接决定实验结果的好坏。实验时要按照实验要求认真、正确地操作,多动手、动脑,仔细观察,积极思考并及时、如实地做好记录,要善于合理、充分地安排时间。遇到问题,及时与指导老师沟通。

(2)仔细观察记录并分析实验现象

在实验中,物质的颜色和状态的变化、沉淀的生成和溶解、气体的产生、反应前后温

度的变化等都属于实验现象。对现象的观察和分析是一种积极思维的过程,善于透过现象看本质是科学工作者必须具备的素质。

① 要学会观察和分析现象。例如:用淀粉-碘化钾试纸检验氯气

实验现象:最初试纸变蓝,过一段时间后蓝色逐渐褪去。

现象分析:一开始 Cl_2 使 I^- 氧化为 I_2 , 试纸变蓝;而过量的 Cl_2 又能将 I_2 进一步氧化成 IO_3^- , 所以蓝色褪去。

② 观察时要善于识别假象。例如:为了观察有些溶液中沉淀的颜色,应将溶液与沉淀分离,并洗涤沉淀,以排除溶液颜色对沉淀颜色的干扰。通常浅色沉淀的颜色会被深色沉淀的颜色所掩盖,为了判断浅色沉淀的存在,可选用一种试剂,使深色沉淀溶解,转入溶液后再观察。

③ 应该及时、如实地记录实验现象,学会正确描述。例如:溶液中有灰黑色固体碘生成,就不能描述成“溶液变成灰黑色”。

(3) 正确记录实验数据

实验中现象和数据均需记录在实验记录本上。要详细注明数据所指代的物理量以及物理量的单位等。记录要求及时、实事求是。记录数据的表达要与实验的方法或仪器的精密度相匹配,当数据较多时最好用表格的形式记录。

4. 实验报告

做完实验后,要及时撰写实验报告,将感性认识上升为理性认识。实验报告内容应包括以下几个部分:

(1) 实验流程

包括实验目的、简明原理、实验步骤(尽量用简图、反应式、表格等)、装置示意图等。

(2) 记录部分

包括观察到的实验现象,测得的数据等。

(3) 实验结论

包括现象的分析与解释,数据的处理,结果的归纳与讨论,对实验的改进意见、体会等。这部分是实验报告的核心内容,也是考核学生对实验掌握程度的主要依据。尤其是对现象的分析和讨论以及对实验的改进意见部分,体现了学生对实验思考的主动性,是学生提高实验能力的有效途径,也为学生今后独立科学工作的开展奠定良好的基础。

以下附有几种不同类型实验报告的范本,撰写风格大同小异。一般来说,对于实验操作步骤较多的实验,采用流程图来体现,其实验过程一目了然;对于性质实验,用表格的方式会使实验内容更加清晰有序;对于测定数据、计算结果等内容,记录在特定的表格中,则数据集中,使用方便。必须注意的是,实验报告并没有严格统一的模式,只要实验报告条理清楚、文图精炼、内容确切、字迹工整、页面整洁,就是一篇优秀的实验报告。

附：无机化学实验报告范本(供参考)

I. 无机化学制备实验

实验名称 硫酸亚铁铵的制备

一、实验目的

略。

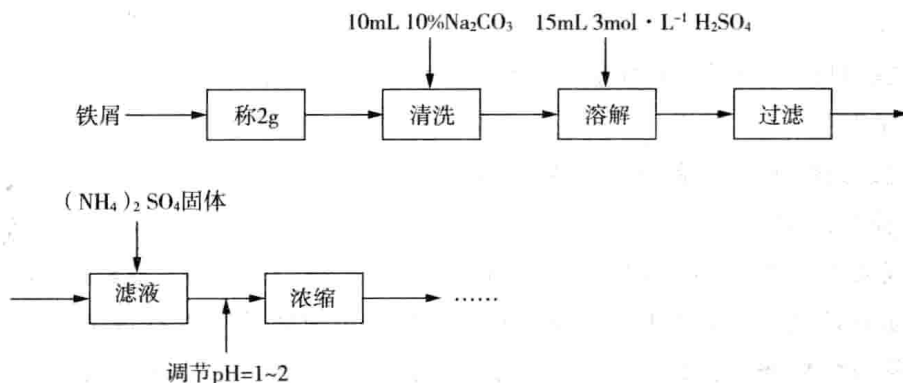
二、实验原理

简要叙述。略。

三、实验内容及步骤

实验内容及步骤以文字简要说明或用工艺流程图表示。例如：

1. 硫酸亚铁铵的制备



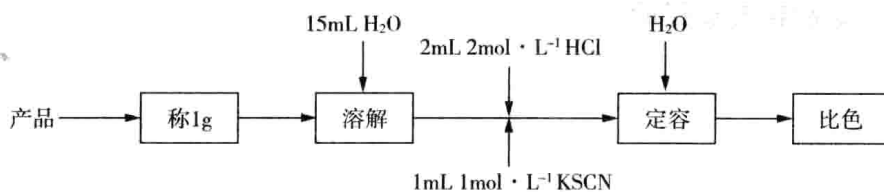
2. 产品的检验

(1) NH_4^+ 的检验: $\text{NH}_4^+ + \text{OH}^- \rightleftharpoons \text{NH}_3 \uparrow + \text{H}_2\text{O}$

SO_4^{2-} 的检验: $\text{SO}_4^{2-} + \text{Ba}^{2+} \rightleftharpoons \text{BaSO}_4 \downarrow$

.....

(2)



.....

四、实验过程主要现象

建议用表格进行说明,例如:

实验步骤	实验现象	解释或反应式
⋮ 铁屑的溶解 ⋮	⋮ 黑色泡沫,难闻气体 ⋮	⋮ 产生的 H_2 泡与不溶性杂质形成黑色泡沫;铁屑中的 S、P 等杂质与硫酸作用产生 H_2S 、 PH_3 等气体 ⋮

五、实验结果

一般应包含关键的数据记录,以及产品的外观、纯度、产量、产率等基本信息。结合具体情况,可用表格或文字进行说明,例如:

铁屑 /g	未溶解 杂质/g	FeSO_4 理论 产量/g	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 用量/g	硫酸亚铁铵 理论产量/g	硫酸亚铁铵 实际产量/g

产品外观: _____

产 率: _____

纯 度: _____

六、体会与讨论

写出对实验结果的讨论,实验完成后的心得体会以及对实验的意见和建议等。略。

II. 无机化学性质实验

实验名称 卤 素

一、实验目的

略。

二、实验原理

简要叙述。略。

三、实验内容及步骤

实验内容及步骤建议用表格进行说明,必要时配以文字说明或用实验流程示意图表示。例如:

1. 卤素单质的氧化性

实验步骤	实验现象	解释或反应式
(1) 卤素的置换次序		
KBr 溶液中逐滴加入 Cl_2 水	CCl_4 层变为橙色	$\text{Cl}_2 + 2\text{Br}^- \rightleftharpoons \text{Br}_2 + 2\text{Cl}^-$
KI 溶液中逐滴加入 Cl_2 水	CCl_4 层先变为紫红色, Cl_2 过量紫红色褪去, 变为无色	$\text{Cl}_2 + 2\text{I}^- \rightleftharpoons \text{I}_2 + 2\text{Cl}^-$ $5\text{Cl}_2 (\text{过量}) + \text{I}_2 + 6\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons 2\text{IO}_3^- + 10\text{Cl}^- + 12\text{H}^+$
⋮	⋮	⋮
(2) 碘的氧化性		
I_2 水中加入 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液	I_2 水褪色	$\text{I}_2 + 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} \rightleftharpoons \text{S}_4\text{O}_6^{2-} + 2\text{I}^-$
I_2 水中加入 H_2S 溶液	I_2 水褪色, 溶液变浑浊	$\text{I}_2 + \text{H}_2\text{S} \rightleftharpoons \text{S} \downarrow + 2\text{I}^- + 2\text{H}^+$

结论: (1) Cl_2 可置换出 Br_2 和 I_2 , Br_2 可置换出 I_2 ;

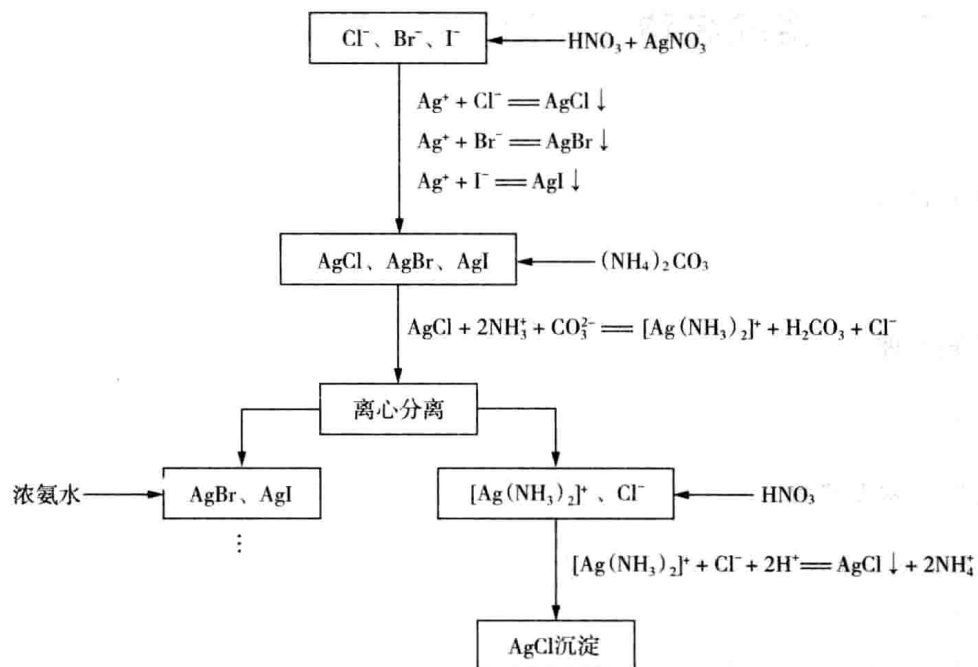
卤素单质氧化性次序为: $\text{Cl}_2 > \text{Br}_2 > \text{I}_2$ 。

(2) I_2 具有一定的氧化性。

2. 卤素原子的还原性

.....

4. Cl^- 、 Br^- 、 I^- 的分离和鉴定



四、体会与讨论

写出实验完成后的心得体会以及对实验的意见和建议等。略。

Ⅲ. 无机化学测定实验

实验名称 溶液的 pH 值

一、实验目的

略。

二、实验原理

简要叙述。略。

三、实验内容及步骤

实验内容及步骤以文字简要说明或用实验的流程示意图表示,关键数据建议用表格记录。例如:

1. 缓冲溶液的配制

将 18mL $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 HAc 和 32mL $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 NaAc 溶液混合配制 50mL $\text{pH}=5$ 的缓冲溶液 2 份。

2. 缓冲溶液的 pH 值测定及缓冲特性

实验序号	未加酸碱的 pH 值		加入酸碱的 pH 值	
	理论值	实测值	计算值	实测值
1(加酸)				
2(加碱)				

结论:缓冲溶液中加入少量的强酸或强碱,pH 值基本不变。

3. 指示剂在不同 pH 值下的特征颜色

.....

四、体会与讨论

写出实验完成后的心得体会以及对实验的意见和建议等。略。

三、实验室规则

- (1) 实验前充分预习,写好预习思考题,否则不得进行实验。
- (2) 提前 5 分钟进入实验室,为实验做好准备。
- (3) 实验时保持实验室安静,不得打闹、大声喧哗。
- (4) 认真完成规定实验,如果对实验步骤和操作有改动或希望做规定内容以外的实验,应先与指导老师商洽,得到允许后方可进行。
- (5) 实验过程中,保持实验台面的干净整洁。试剂和仪器应整齐地摆放在规定的位置,尤其要注意的是取用试剂前一定要先看标签,用好后放回原处。有腐蚀性或污染性的废液应倒入废液桶或指定的容器内。火柴梗、碎玻璃等废物应倒入垃圾桶内,不得随地乱扔。
- (6) 实验结束后,将预习思考题、实验记录交由指导老师检查,老师签字后方可离开实验室,并按时提交实验报告。
- (7) 离开实验室前,应将实验仪器清洗干净,做好个人的台面卫生并洗手。
- (8) 各实验台学生轮流值日,打扫地面,保证实验室内清洁、卫生,并关好门窗,关闭水、电、气。

四、实验室安全常识

在进行化学实验时,要把安全问题始终放在第一位。了解安全常识、进行安全操作,对保证实验顺利进行,保证个人和他人的安全,保证国家集体财产不受损失具有至关重要的作用。

1. 实验室安全守则

- (1) 必须熟悉实验室及其周围的环境,如水、电、灭火器、紧急喷淋等的放置位置和开关,并熟悉其使用方法。
- (2) 遵守实验室着装要求,穿实验服、戴防护眼镜。
- (3) 一切有毒、有刺激性试剂的操作都必须在通风柜内进行。易燃、易爆的实验操作要远离火源。
- (4) 不得用手直接取用药品,不要用湿手或潮湿物品接触电源。
- (5) 加热或浓缩溶液时,需戴防护眼镜,不能俯视加热液体,以免液体溅出伤人;加热试管时,试管口不能对着自己或别人。加热样品时,身体不要触碰加热器,以免烫伤。
- (6) 不要俯向容器去嗅放出的气体,应用手轻拂气体,煽向自己后再嗅。
- (7) 有毒药品(如砷化物、氰化物、重铬酸钾、钡盐、铅盐、汞等)不得进入人口或接触伤口,也不能将有毒药品随意倒入下水道。
- (8) 不允许随意混合各种化学药品,以免发生意外事故。
- (9) 禁止在实验室内饮食或做与实验无关的活动。

2. 实验室中意外事故的处理

(1) 割伤: 伤处不能用手抚摸, 也不能用水冲洗, 而应该先把碎玻璃等异物从伤口处挑出, 再涂上紫药水或撒些消炎粉包扎。必要时送医院治疗。

(2) 烫伤: 不要用冷水淋洗伤处, 伤处皮肤未破时可涂抹饱和 NaHCO_3 溶液或烫伤膏; 如果伤处皮肤已破, 可用清洁纱布轻覆, 然后送医院治疗。不得自行涂抹紫(红)药水或其他带颜色膏药, 否则会影响伤情的评估。

(3) 受酸腐蚀: 一般可先用大量水冲洗, 再用饱和 NaHCO_3 溶液或稀氨水清洗, 最后再用水冲洗。

(4) 受碱腐蚀: 先用大量水冲洗, 再用 5% 醋酸溶液或饱和硼酸溶液清洗, 最后再用水冲洗。

(5) 吸入刺激性气体: 吸入氯气、氯化氢气体, 可吸入少量酒精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(头晕、胸闷、呕吐等)时, 应立即到室外呼吸新鲜空气。

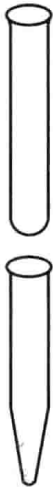
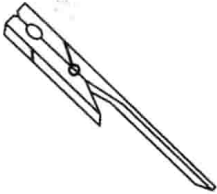
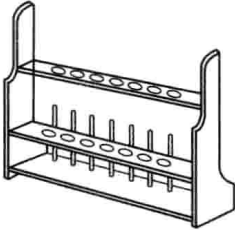
(6) 触电或发生严重漏电: 应立即切断电源, 再采取必要的处理措施。

(7) 起火: 小火时用湿布或沙子覆盖燃烧物, 大火时用水或灭火器。凡是活泼金属、有机溶剂或电器着火, 切勿用水或泡沫灭火器, 只能用防火布或消防沙等。

(8) 发生意外事故时应保持镇静, 不要惊慌失措。遇到割伤、烫伤、烧伤等应及时报告教师, 以便进行相应的急救和治疗。

第二部分 无机化学实验 基本操作与数据处理

一、无机化学实验常用仪器介绍

仪器名称	规格	主要用途	注意事项
试管, 离心试管 	分软质、硬质和有刻度、无刻度试管等。 无刻度试管以管口直径(mm)×长度(mm)表示, 如 10×100, 15×100 等。 有刻度试管以容量表示, 如 5cm ³ , 10cm ³ 等	化学反应的小型反应器; 收集少量气体的容器。 离心试管主要用于沉淀离心分离(与离心机配套使用)	可直接用火加热, 硬质试管可加强热。注意加热后不可骤冷, 以防破裂。 加热液体时, 液体不要超过试管的三分之一, 且勿将试管口对着自己或他人; 加热含有水分或反应有水产生的固体时, 试管口应略向下倾斜。 离心试管不可直接加热, 必要时可用水浴或油浴加热; 离心时, 试管应对称放置, 以防损坏离心机转子
试管夹 	为木制或金属制品, 形状大同小异	用于夹持试管进行加热	夹持位置不能太靠近管口或管底, 一般距管口 2cm 为宜; 夹取或取下试管应从底部开始
试管架 	为木制或塑料制品, 形状大同小异	用于放置试管	远离火源, 避免燃烧或熔化