

赣南师范学院国家级化学特色专业建设点资助项目
赣南师范学院无机化学省级精品课程资助项目
赣南师范学院无机化学实验精品课程资助项目
赣南师范学院教材建设基金资助项目

无机化学实验

WUJI HUAXUE SHIYAN

练萍 胡乔生 编著



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS

浙江大学出版社

赣南师范学院国家级化学特色专业建设点资助项目

赣南师范学院无机化学省级精品课程资助项目

赣南师范学院无机化学实验精品课程资助项目

赣南师范学院教材建设基金资助项目

无机化学实验

练 萍 胡乔生 编著



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS

浙江大学出版社

内 容 简 介

本书是编者在多年无机化学实验教学实践并参考有关实验教材的基础上编写而成。全书共分8章,除了对无机化学实验基础知识加以系统介绍之外,还收编了41个实验,包括:基本操作和基本原理实验、元素性质实验、制备与综合性实验、研究与设计性实验。本书注重加强对学生基本实验技能的训练,并在此基础上,通过制备与综合性实验、研究与设计性实验的训练,进一步提高学生综合应用和分析、解决问题的能力;注重加强环保意识,应用微型实验方法改进了部分实验。本书在内容安排上有一定灵活性,可根据学时和教学要求进行选择。

本书可作为高等学校化学、化工、材料、冶金、生物、环境等专业的无机化学实验教材,也可供从事化学实验室工作或化学研究工作的人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/练萍,胡乔生编著. —杭州:浙江大学出版社,2014.1

ISBN 978-7-308-12755-4

I. ①无… II. ①练… ②胡… 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(2014)第002419号

无机化学实验

练萍 胡乔生 编著

责任编辑 邹小宁

文字编辑 沈巧华

封面设计 王聪聪

出 版 浙江大学出版社

(杭州市天目山路148号 邮政编码 310007)

(网址:<http://www.zjupress.com>)

排 版 杭州教联文化发展有限公司

印 刷 浙江富林印务有限公司

开 本 787mm×1092mm 1/16

印 张 17.25

字 数 399千

版 次 2014年1月第1版 2014年1月第1次印刷

书 号 ISBN 978-7-308-12755-4

定 价 36.00元

版权所有 翻印必究 印装差错 负责调换

前 言

《无机化学实验》一书是根据化学类各专业“无机化学实验”教学的需要,由我院长期在教学第一线、有多年教学经验的教师,根据教学实践,在参考有关实验教材的基础上编写而成。在编写过程中,我们注意了坚持师范教材特点,注重加强基本操作和基本训练的规范化;注意了有利于启发性、思考性及培养学生举一反三分析问题能力的培养;注意了有利于适应实验教学改革的多变性;注意了保持一定数量的综合实验和设计实验;注意了微型实验方法的应用及环境保护;注意了体现自己的特色等。

本书可作为高等院校化学相关专业“无机化学实验”课程的教科书或教学参考书,也可供高校教师、化学工作者参考。

全书共分8章,第1章主要介绍无机化学实验的目的,无机化学实验的学习方法,实验室安全守则和意外事故的处理等。第2章至第4章系统地介绍了实验基础知识和基本操作、常用测量仪器的使用、实验结果的表达与数据处理等。第5章为基本操作和基本原理实验,共有17个。第6章为元素性质实验,共有9个。第7章为制备与综合性实验,共有9个。第8章为研究与设计性实验,共有6个。全书按照实验的类别编排了41个实验,为实验教学提供了充分的选择余地。各校可以根据教学要求和本学校的实际情况选用和组织教学内容。

参加本书编写工作的人员有:胡乔生(第1章),练萍(第2章、第7章),张世勇(第3章、第4章及附录),杨衍超(第5章),李媛艳(第6章),徐国海(第8章)。全书由练萍教授统稿,胡乔生教授定稿。

在本书出版过程中始终得到了浙江大学出版社编辑同志的关心、支持,在此表示诚挚的谢意!限于编者水平,疏漏、错误之处在所难免,敬请同行专家和广大师生批评指正。

编 者

2013年6月

目 录

第1章 绪 论	1
1.1 化学实验的重要意义	1
1.2 无机化学实验教学的目的	1
1.3 无机化学实验的学习方法	2
1.4 无机化学实验报告参考格式	3
1.5 实验室规则	8
1.6 实验室安全守则和意外事故的处理	9
1.7 实验室“三废”物质的处理	11
第2章 基础知识与基本操作	16
2.1 无机化学实验常用仪器	16
2.2 常用玻璃仪器的洗涤和干燥	26
2.3 灯的使用与常见的加热方法	28
2.4 玻璃管的加工与塞子的钻孔	32
2.5 试剂的取用和试管操作	37
2.6 基本度量仪器的使用	39
2.7 溶解、蒸发和结晶	46
2.8 固液分离和沉淀的洗涤	47
2.9 试纸的使用	52
2.10 干燥剂及干燥器的使用	53
2.11 气体的制备、收集、净化及气体钢瓶的使用	55
第3章 常用测量仪器的使用	63
3.1 称量仪器	63
3.2 酸度计	71
3.3 电导率仪	74
3.4 分光光度计	78

3.5 其他测量仪器	80
第4章 实验结果的表达与数据处理	83
4.1 测定中的误差	83
4.2 有效数字简介	85
4.3 实验数据的表达与处理	88
第5章 基本操作和基本原理实验	90
实验1 仪器的认领、洗涤和干燥	90
实验2 灯的使用和玻璃管的简单加工	93
实验3 台秤和分析天平的使用	95
实验4 溶液的配制	98
实验5 五水合硫酸铜结晶水的测定——分析天平的使用方法、灼烧恒重	103
实验6 二氧化碳相对分子质量的测定	105
实验7 氢气的制备和铜相对原子质量的测定	108
实验8 转化法制备硝酸钾	111
实验9 水的净化	115
实验10 过氧化氢分解热的测定——温度计与秒表的使用	121
实验11 化学反应速率与活化能——数据的表达与处理	126
实验12 $I_3^- \rightleftharpoons I^- + I_2$ 平衡常数的测定	131
实验13 醋酸电离度和电离常数的测定——pH计的使用	134
实验14 碘化铅溶度积的测定(微型实验)	137
实验15 氧化还原反应与氧化还原平衡(微型实验)	140
实验16 配位化合物和配位平衡	143
实验17 磺基水杨酸合铁(Ⅲ)配合物的组成及其稳定常数的测定	146
第6章 元素性质实验	151
第一部分 p区非金属元素	151
实验18 p区非金属元素(一)(卤素、氧、硫)	154
实验19 p区非金属元素(二)(氮族、硅、硼)	158
实验20 常见非金属阴离子的分离与鉴定	162
第二部分 主族金属和ds区金属	168
实验21 主族金属(碱金属、碱土金属、铝、锡、铅)	170
实验22 ds区金属(铜、银、锌、镉、汞)	173
实验23 常见阳离子的分离与鉴定(一)	177
第三部分 第一过渡系元素	183

实验 24	第一过渡系元素(一)(铬、锰)	186
实验 25	第一过渡系元素(二)(铁、钴、镍)	189
实验 26	常见阳离子的分离与鉴定(二)	192
第 7 章	制备与综合性实验	195
实验 27	由海盐制备试剂级氯化钠	195
实验 28	一种钴(Ⅲ)配合物的制备	199
实验 29	重铬酸钾的制备——固体碱熔氧化法	202
实验 30	高锰酸钾的制备——固体碱熔氧化法	204
实验 31	四氧化三铅组成的测定	207
实验 32	离子配合物的离子交换分离及 $[\text{CrCl}_2(\text{H}_2\text{O})_4]^+$ 、 $[\text{CrCl}(\text{H}_2\text{O})_5]^{2+}$ 、 $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ 的可见光谱	209
实验 33	铬(Ⅲ)配合物的合成和分裂能的测定	213
实验 34	从含银废液中回收金属银	215
实验 35	热致变色材料的合成	217
第 8 章	研究与设计性实验	219
实验 36	硫酸亚铁铵的制备	219
实验 37	碱式碳酸铜的制备	221
实验 38	离子鉴定和未知物的鉴别	223
实验 39	从废铜液中回收硫酸铜	225
实验 40	废干电池的综合利用	226
实验 41	植物体中某些元素的分离与鉴定	230
附 录		232
附录 1	元素的相对原子质量	232
附录 2	常用酸碱溶液的密度和浓度	234
附录 3	弱电解质的解离常数(离子强度近于零的稀溶液)	235
附录 4	常用酸碱指示剂	237
附录 5	难溶电解质的溶度积(291~298K)	238
附录 6	常见金属离子沉淀时的 pH	239
附录 7	常见配离子的稳定常数	240
附录 8	标准电极电势	241
附录 9	某些特殊试剂的配制	248
附录 10	常见离子和化合物的颜色	250
附录 11	常见阳离子鉴定方法	255

附录 12 常见阴离子鉴定方法	261
附录 13 危险药品的分类、性质和管理	264
参考文献	267

第1章 绪 论

1.1 化学实验的重要意义

化学是一门中心科学。这是因为一方面化学学科本身迅猛发展,另一方面化学在发展过程中为相关学科的发展提供了物质基础,可以说化学当今正处在一个多边关系的中心。

化学离不开实验。化学实验的重要性主要表现在三个方面。首先,化学实验是化学理论产生的基础,化学的规律和成果建筑在实验成果之上。其次,化学实验也是检验化学理论正确与否的唯一标准。所谓“分子设计”化学合成,其方案是否可行,最终将由实验来检验,并且通过实验技术来完成。最后,化学学科发展的最终目的是发展生产力。据估计,在21世纪,化学化工产品在国际市场上将成为仅次于电子产品的第二大类产品,而化学实验正是化学学科与生产力发展的基本点。

化学学科已发生巨大变化,其中实验化学发展迅速,成果惊人。至1995年化合物总量已达1800多万种,而且化合物的合成已达分子设计的水平,实验测量的技术精度空前提高,空间分辨率可达 0.1nm (10^{-10}m);时间分辨率可达飞秒(10^{-15}s);测定物质的浓度只需要 $10^{-13}\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。今天化学家不仅研究地球重力场作用下发生的化学过程,而且已开始系统研究物质在磁场、电场和光能、力能以及声能作用下的化学反应;在高温、高压、高纯、高真空、无氧无水等条件下研究在太空失重和强辐射、高真空情况下的化学反应过程。因此化学实验推动着化学学科乃至相关学科飞速发展,引导人类进入崭新的物质世界。

1.2 无机化学实验教学的目的

已故著名化学家、中科院院士戴安邦教授对实验教学作了精辟的论述:实验教学是实施全面化学教育的有效形式。

强调实验教学,这是因为实验教学在化学教学方面起着课堂讲授不能代替的特殊作用。通过化学实验教学,不仅要传授化学知识,更重要的是培养学生的能力和优良的

素质,掌握基本的操作技能、实验技术,培养分析问题、解决问题的能力,养成严谨的、实事求是的科学态度,树立勇于开拓的创新意识。

新入学的一年级学生通过系统地学习本教材可以逐渐熟悉化学实验的基本知识及无机化学实验基本操作技能,获得大量物质变化的感性认识。通过进一步熟悉元素及其化合物的重要性质和反应,掌握无机化合物的一般分离和制备方法;加深对化学基本原理和基础知识的理解和掌握,从而养成独立思考、独立准备和进行实验的实践能力。培养细致地观察和记录现象,会归纳、综合、正确地处理数据和分析实验、用语言表达实验结果的能力。

总之,无机化学实验的任务就是要通过整个无机实验教学,逐步地达到上述各项目的,为学生进一步学习后续化学课程和实验,培养初步的科研能力打下基础。

1.3 无机化学实验的学习方法

要达到上述实验目的,不仅要有正确的学习态度,而且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步骤。

1. 预习

为了使实验能够获得良好的效果,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有关内容。

(2)明确本实验的目的。

(3)了解实验的内容、步骤、操作过程和实验时应注意的安全知识、操作技能和实验现象。

(4)在预习的基础上,写好预习报告。

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

根据实验教材上所规定的方法、步骤和试剂用量进行操作,并应该做到下列几点。

(1)认真操作,细心观察现象,并及时、如实地作好详细记录。

(2)如果发现实验现象和理论不符合,应首先尊重实验事实,并认真分析和检查其原因,也可以做对照试验、空白试验或自行设计的实验来核对,必要时应多次重做验证,从中得到有益的科学结论和学习科学思维的方法。

(3)实验全过程中应勤于思考,仔细分析,力争自己解决问题。必要时,可提请教师指点。

(4)在实验过程中应保持肃静,严格遵守实验室工作规则。

3. 实验报告

实验完毕应对实验现象进行解释并作出结论,或根据实验数据进行处理和计算,独

立完成实验报告,交指导教师审阅。若实验现象、解释、结论、数据、计算等不符合要求,或实验报告写得草率,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,整齐清洁。

下面举出几种不同类型的实验报告格式,以供参考。

1.4 无机化学实验报告参考格式

无机化学测定实验报告

实验名称: _____ 室温 _____ 气压 _____

_____ 年级 _____ 组 _____ 姓名 _____ 日期 _____

实验目的:

测定原理(简述):

实验用品:

数据记录和结果处理:

问题和讨论:

指导教师签名: _____

无机化学制备实验报告

实验名称：_____ 室温 _____ 气压 _____

_____ 年级 _____ 组 _____ 姓名 _____ 日期 _____

实验目的：

基本原理(简述)：

实验用品：

简单流程：

实验过程主要现象：

实验结果：

产品外观：

产 量：

产 率：

问题和讨论：

指导教师签名：_____

无机化学性质实验报告

实验名称: _____ 室温 _____ 气压 _____

 年级 组 姓名 日期

实验目的:

实验内容	实验现象	解释和反应方程式

小结:

问题和讨论:

指导教师签名: _____

常见仪器和装置图的画法:

在实验报告中有关仪器、实验装置和操作的叙述,若能引入一幅清晰的示意图,不仅能大大减少文字叙述,而且直观具体,一目了然。特别是对未来的化学教师所将从事的教学要求来看,更应掌握绘制仪器和实验装置示意图的技巧。

1. 常见仪器的分步画法

常见仪器的分步画法如图 1-1 所示。

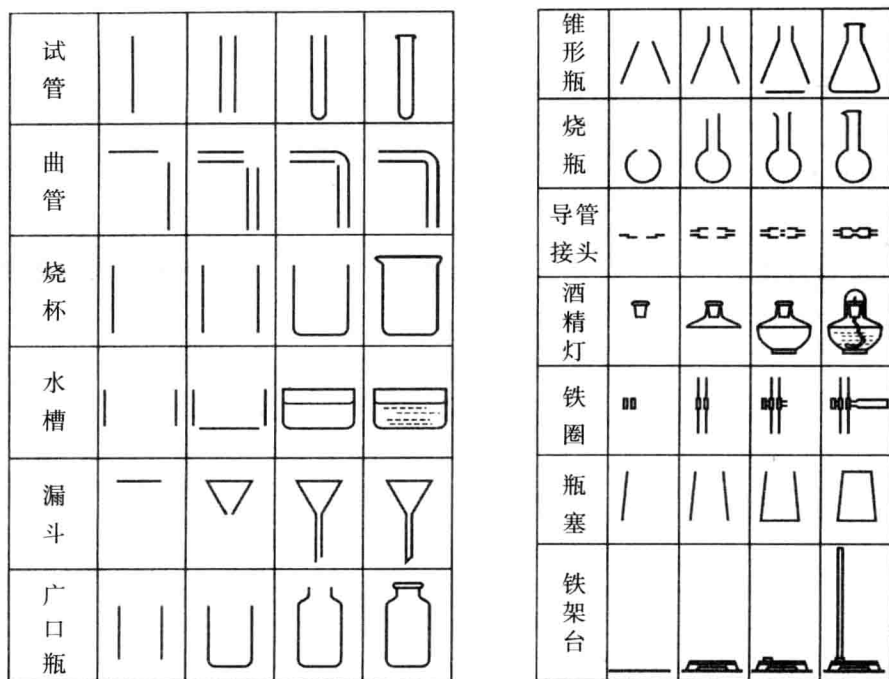
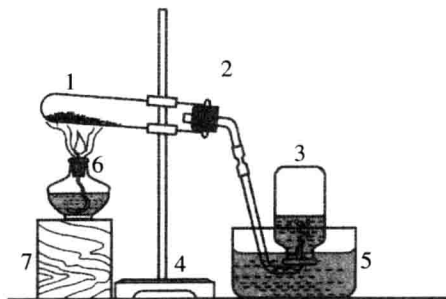


图 1-1 常见仪器的分步画法

2. 成套装置图的画法

先画主体图,后画配件图,分步完成。例如,画实验室制取和收集氧气的装置图(见图 1-2),应首先画出带塞的试管、导管和集气瓶,然后再画出图中其他配件图,最后,在悬空的酒精灯下,补画上木垫。



1. 试管 2. 导管 3. 集气瓶 4. 铁架台 5. 水槽 6. 酒精灯 7. 木垫

图 1-2 成套装置图的画法

3. 一些常用仪器的简易画法

常见仪器的简易画法如图1-3所示。

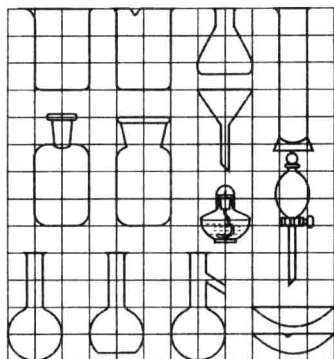


图1-3 常用仪器的简易画法

4. 平视图和立体图

图1-4中(A)是平视图,(B)是立体图。

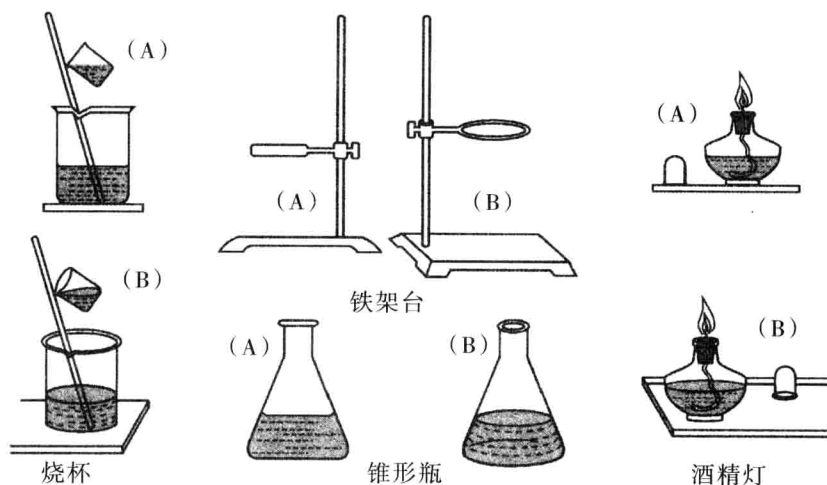


图1-4 平视图和立体图

绘制仪器和装置示意图时,一般要注意:

(1)在同一幅图中,必须采用同一种透视法(平视图或立体图),其中以平视图较为易画和常用。

(2)若采用立体图,透视方向必须统一。

(3)布局应照顾各个部位,以便清晰地表现出来。

(4)图中各部分的相对位置和彼此比例要与实际相符。

(5)要力求线条简洁,图形逼真。

1.5 实验室规则

实验室规则是人们由长期的实验室工作中总结出来的。它是保持正常从事实验的环境和工作秩序,防止意外事故,做好实验的一个重要前提,人人必须做到,必须遵守。

(1)实验前一定要做好预习和实验准备工作,检查实验所需的药品、仪器是否齐全。做规定以外的实验,应先经教师允许。

(2)实验时要集中精神,认真操作,仔细观察,积极思考,如实详细地作好记录。

(3)实验中必须保持肃静,不准大声喧哗,不得到处乱走。不得无故缺席,因故缺席未做的实验应该补做。

(4)爱护国家财物,小心使用仪器和实验室设备,注意节约水、电。每人应取用自己的仪器,不得动用他人的仪器;公用仪器和临时供用的仪器用毕应洗净,并立即送回原处。如有损坏,必须及时登记补领并且按照规定赔偿。

(5)加强环境保护意识,采取积极措施,减少有毒气体和废液对大气、水和周围环境的污染。

(6)剧毒药品必须有严格的管理、使用制度,领用时登记,用完要回收或销毁,并把撒落过毒物的桌子和地面擦净,洗净双手(A级无机剧毒药品品名见附录13)。

(7)实验台上的仪器、药品应整齐地放在一定的位置上并保持台面的清洁。每人准备一个废品杯,实验中的废纸、火柴梗和碎玻璃等应随时放入废品杯中,待实验结束后,集中倒入垃圾箱。酸性溶液应倒入废液缸,切勿倒入水槽,以防腐蚀下水管道。碱性废液倒入水槽并用水冲洗。

(8)按规定的量取用药品,注意节约。称取药品后,及时盖好原瓶盖。放在指定地点的药品不得擅自拿走。

(9)使用精密仪器时,必须严格按照操作规程进行操作,细心谨慎,避免粗枝大叶而损坏仪器。如发现仪器有故障,应立即停止使用,报告教师,及时排除故障。

(10)在使用天然气时要严防泄漏,火源要与其他物品保持一定的距离,用后要关闭天然气阀门。

(11)实验后,应将所用仪器洗净并整齐地放回实验柜内;实验台和试剂架必须洗净,最后关好电闸、水和天然气开关。实验柜内仪器应存放有序,清洁整齐。

(12)每次实验后由学生轮流值勤,负责打扫和整理实验室,并检查水龙头、天然气开关、门、窗是否关紧,电闸是否拉掉,以保持实验室的整洁和安全。教师检查合格后方可离去。

(13)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、割伤时应立即报告教师,及时救治。

1.6 实验室安全守则和意外事故的处理

进行化学实验时,要严格遵守关于水、电、天然气和各种仪器、药品的使用规定。化学药品中,很多是易燃、易爆、有腐蚀性和有毒的。因此,重视安全操作,熟悉一般的安全知识是非常必要的。

注意安全不仅是个人的事情。发生了事故不仅损害个人的健康,还会危及周围的人们,并使国家的财产受到损失,影响工作的正常进行。因此,首先需要从思想上重视实验安全工作,决不能麻痹大意。其次,在实验前应了解仪器的性能和药品的性质以及本实验中的安全事项。在实验过程中,应集中注意力,并严格遵守实验安全守则,以防意外事故的发生。第三,要学会一般救护措施。一旦发生意外事故,可进行及时处理。最后,对于实验室的废液,也要知道一些处理的方法,以保持实验室环境不受污染。

1.6.1 实验室安全守则

(1) 不要用湿的手、物接触电源。水、电、天然气一经使用完毕,就立即关闭水龙头、天然气开关、拉掉电闸。点燃的火柴用后立即熄火,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、钠和白磷等曝露在空气中易燃烧,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。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、热源,用毕立即盖紧瓶塞。

(5) 含氧气的氢气遇火易爆炸,操作时必须严禁接近明火。在点燃氢气前,必须先检查并确保纯度符合要求。银氨溶液不能留存,因久置后会变成氮化银,也易爆炸。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。

(6) 应配备必要的护目镜。倾注药剂或加热液体时,容易溅出,不要俯视容器。尤其是浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿使其溅在皮肤或衣服上,眼睛更应注意防护。稀释酸、碱时(特别是浓硫酸),应将它们慢慢倒入水中,而不能反向进行,以避免迸溅。加热试管时,切记不要使试管口向着自己或别人。

(7) 不要俯向容器去嗅放出的气味。面部应远离容器,用手把逸出容器的气体慢慢地煽向自己的鼻孔。能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。

(8) 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里。

(9) 金属汞易挥发,并通过呼吸道而进入人体内,逐渐积累会引起慢性中毒。所以