

■ 高等学校教材

无机化学实验

第三版

大连理工大学无机化学教研室 编
牟文生 主编



高等教育出版社

高等学校教材

无机化学实验

Wuji Huaxue Shiyan

第三版

大连理工大学无机化学教研室 编

牟文生 主编

高等教育出版社·北京

内容提要

本书是大连理工大学无机化学教研室编写的“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材《无机化学》的配套实验教材。

本书是在第二版的基础上,结合大连理工大学多年教学改革实践编写而成。全书共分十章,内容除绪言、实验室基本知识、实验数据处理、常用仪器及基本操作、实验基本操作等基本知识外,实验内容按照物理化学量及常数的测定,化学反应原理与物质结构基础,元素化合物的性质,无机化合物的提纯与制备,综合性、设计性和研究性实验等采用模块结构编写。教材进一步精选实验内容,削减验证性实验,增加综合性、设计性、研究性实验和微型化学实验内容;改变照方配药的传统模式,注重学生分析解决问题和创新能力的培养;努力做到实验原理简明扼要,实验内容反映工科实验的特点。

本书可与主教材配套使用,也可单独作为无机化学实验教材使用。

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验 / 牟文生主编;大连理工大学无机化学教研室编. -- 3版. -- 北京:高等教育出版社, 2014.12

ISBN 978 - 7 - 04 - 041469 - 1

I. ①无… II. ①牟… ②大… 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(2014)第 261121 号

策划编辑 付春江 责任编辑 付春江 封面设计 于文燕 版式设计 马敬茹
插图绘制 黄建英 责任校对 刘丽娴 责任印制 韩刚

出版发行	高等教育出版社	网 址	http://www.hep.edu.cn
社 址	北京市西城区德外大街 4 号		http://www.hep.com.cn
邮政编码	100120	网上订购	http://www.landraco.com
印 刷	涿州市星河印刷有限公司		http://www.landraco.com.cn
开 本	787mm × 960mm 1/16	版 次	2004 年 6 月第 1 版
印 张	15.5		2014 年 12 月第 3 版
字 数	270 千字	印 次	2014 年 12 月第 1 次印刷
购书热线	010-58581118	定 价	21.50 元
咨询电话	400-810-0598		

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换
版权所有 侵权必究
物 料 号 41469-00

第三版前言

《无机化学实验》(第二版)自2004年出版以来,受到许多兄弟院校教师和学生们的欢迎与好评。随着科学技术的发展和教学改革不断深入,有必要对《无机化学实验》(第二版)进行修订,以更好地满足培养21世纪高素质创新型人才的需要。

《无机化学实验》(第三版)主要在以下几方面对第二版进行了修订:

1. 修改了某些实验中的试剂用量、仪器规格、操作方法等,以利于取得更好的实验效果。

2. 修改了无机化学实验基本知识的个别内容和部分仪器及其使用方法。例如,增加了新型常用酸度计及其使用。

3. 将元素化合物实验中某些有毒物质的内容划为选作实验或演示实验,以减少有害物质对环境的污染。

4. 增加一些综合性、设计性和研究性实验内容,充分反映大连理工大学无机化学教研室教师近年来科学研究的相关成果。

本书可与大连理工大学无机化学教研室编《无机化学》(第五版)或即将修订出版的《无机化学》(第六版)配套使用,也可单独作为无机化学实验教材使用。

参加本书修订工作的除第二版编者牟文生、许维波、于永鲜、辛剑、王慧龙、辛钢之外,还有周硼、刘淑芹、马伟、安海艳、陶胜洋等。全书编写由牟文生组织并统稿。

本书修订工作得到大连理工大学教材出版专项基金的支持,也得到大连理工大学化学与环境生命学部、化学学院,以及基础化学实验中心老师的支持与帮助,在此表示诚挚的谢意。

由于编者水平所限,书中难免存在缺点和错误之处,敬请读者不吝赐教。

编者

2014年8月

第二版前言

本书是在大连理工大学无机化学教研室编写的高等学校教材《无机化学实验》的基础上,经过在多年的实验教学实践中不断改革、充实和更新内容而编写的实验教材,是面向 21 世纪课程教材、普通高等教育“九五”国家级重点教材《无机化学》(第四版)的配套教材。

《无机化学实验》(第一版)于 1990 年出版以来的十几年间,科学技术飞速发展,教育和教学改革也在不断深化,第一版实验教材越来越不能适应 21 世纪人才培养的需要,对其进行修订已势在必行。特别是《无机化学》(第四版)于 2001 年出版之后,许多使用第一版实验教材院校的老师都希望新版《无机化学实验》早日出版。

《无机化学实验》(第二版)以高等学校无机化学课程教学基本要求为根据,充分体现了新世纪教学改革的精神,充分反映了“面向 21 世纪工科(化工类)化学系列课程体系与教学内容改革”和工科化学课程教学基地建设的成果。在实验内容的选取上突出时代性、应用性,注意体现工科化学实验教材的特点。本书采用新的模块式实验教材体系,实验内容分为物理化学量及常数的测定,化学反应原理与物质结构基础,元素化合物的性质,无机化合物的提纯与制备,综合性、设计性和研究性实验等 5 部分。在编写过程中,注意精选实验内容,删除重复性内容,削减验证性实验,增加综合性、设计性、研究性实验,编入微型化学实验,适当反映科学研究工作的成果,注重培养学生的实践能力、分析解决问题的能力 and 创新能力。实验原理简明扼要,有些实验内容的叙述不求细化,改变照方配药的传统模式。在化学反应原理和元素化合物性质两部分中,即开始由易到难、由少到多逐渐编入设计性实验的内容,以利于学生能力的培养。本书所编 34 个实验中,大多数是我校在多年实验教学中选用或近几年教改中试用过的内容,教学效果良好。有些实验中标有 * 的内容为选做内容。

本书将第一版附录中的常用仪器简介与使用、实验基本操作等内容移至前面正文中,有利于学生实验前预习。同时尽量介绍一些新型实验仪器。本书增加了常用数据附录,便于在实验中随时查阅。

参加本书修订工作的有:许维波(第一章 1.1、1.2,第二、三、四、五章,第六、七、九章部分实验)、牟文生(第一章 1.3、1.4,第六、七、八、九、十章部分实验)、

II 第二版前言

于永鲜(实验二十四、二十八、二十九)、辛剑(实验二十六、三十、三十一)、辛钢(实验二十三)、王慧龙(实验三十三)。本书由牟文生策划、整理统稿。基础化学实验中心的杨敏霞、刘丽玉也参加了部分实验工作。本书凝聚着教研室几代教师多年耕耘、奉献的劳动成果,是集体智慧的结晶。

本书承辛剑教授审稿并提供了部分综合、设计性实验。高等教育出版社岳延陆、朱仁、刘啸天编审始终对本书的修订工作给予关心、支持和具体指导。本书的修订工作还得到大连理工大学教务处和化工学院有关领导的大力支持,得到袁万钟、迟玉兰、高占先、孟长功等教授,以及第一版主编石俊昌老师的关心和支持。使用第一版实验教材的兄弟院校的许多老师也关注着本书的修订工作,并提出了宝贵的修订意见。编者在此一并表示衷心的感谢。

限于编者的学识和水平,书中缺点和错误之处在所难免,恳请同行专家和使用本书的师生批评指正。

编 者

2003年10月

第一版编写说明

本书为大连理工大学无机化学教研室编写的高等学校教材《无机化学》(第三版)的配套实验教材。

本书主要依据我校历年的实验教学实践并参考国内外有关实验教材编写而成。全书共编入了 39 个实验,其中实验一到三,着重练习基本操作;实验四到十四,配合《无机化学》(第三版)(以下简称教材)第一章到第五章关于化学反应原理的学习;实验十五到十七,配合教材第六章到第九章关于物质结构理论的学习;实验十八到二十九,配合教材第十章到第十五章关于元素化学知识的学习。通过这些实验可以加深理解有关的基本概念、基本理论和基本知识。实验三十到三十三为综合练习,通过这些实验可以培养学生归纳、总结的能力。实验三十四到三十九为加选实验,这些实验可供学生第二课堂或课外选作,以利于学生扩大知识面。关于无机制备的实验,本书按教材内容的先后,分插在有关部分进行。例如,无水硫酸钠和硫酸亚铁铵的制备配合基本操作训练;氯化钠的提纯配合离子反应;硫酸铜的制备配合氧化还原反应;镁氧水泥的制取则结合元素化学的学习等。

在每个实验的实验原理中,凡是教材上已详细讨论过的内容,一般不再重复,学生在实验前后应结合实验目的、内容,学习教材中的有关章节。本书前几个实验的操作写得比较详细,以后各实验则逐渐写得简要,这样可能有利于培养学生独立实验的能力。实验三十六到三十九编写成小论文的格式,希望能给学生以初步实习撰写论文的训练。本书中凡打 * 号的部分均为选做内容。

参加本书编写工作的有许维波(实验二、六、十三、十七、二十五、二十六、二十七、二十八、二十九、三十一、三十二、三十三、三十四、三十七),关春华(实验一、三、四、七、八、九、十、十一、十二、三十、三十五、三十六及附录),石俊昌(实验五、十四、十五、十六、十八、十九、二十、二十一、二十二、二十三、二十四、三十九)和袁景利(实验三十八),由石俊昌主编。全书插图由吕其玉绘制。袁万钟、隋亮参加了全书的定稿工作。教研室全体同志对本书的编写作出了很大贡献。

本书初稿完成后,承天津大学杨宏孝、沈君朴同志和北京科技大学陶导先、

II 第一版编写说明

姚迪民同志审稿,提出许多宝贵意见,谨此致谢。

由于我们的水平有限,书中难免存在缺点和错误,敬希读者批评指正。

编者
1989年1月

目 录

第一章 绪言	1
1.1 无机化学实验的目的	1
1.2 无机化学实验的学习方法	1
1.3 实验报告格式示例	3
1.4 微型化学实验简介	6
第二章 实验室基本知识	7
2.1 实验室规则	7
2.2 实验室安全守则	8
2.3 实验室事故的处理	9
2.4 实验室三废的处理	12
第三章 实验数据处理	14
3.1 测量误差	14
3.2 有效数字及其运算规则	17
3.3 无机化学实验中的数据处理	20
第四章 常用仪器及基本操作	23
4.1 化学实验中常用的仪器	23
4.2 称量仪器	31
4.3 pH 计	39
4.4 分光光度计	46
4.5 电导率仪	49
第五章 实验基本操作	53
5.1 玻璃仪器的洗涤与干燥	53
5.2 加热及冷却方法	55
5.3 固体物质的溶解、固液分离、蒸发(浓缩)和结晶	62
5.4 试剂的取用	69
5.5 量筒、移液管、容量瓶、滴定管的使用	71
5.6 试纸的使用	79
第六章 物理化学量及常数的测定	82
实验一 摩尔气体常数的测定	82
实验二 氯化铵生成焓的测定	85

II 目录

实验三	化学反应速率与活化能的测定	88
实验四	醋酸解离常数的测定	92
实验五	碘化铅溶度积常数的测定	98
实验六	银氨配离子配位数及稳定常数的测定	101
实验七	分光光度法测定 $[\text{Ti}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ 的分裂能	104
第七章	化学反应原理与物质结构基础	106
实验八	酸碱反应与缓冲溶液	106
实验九	配合物与沉淀-溶解平衡	109
实验十	氧化还原反应	113
实验十一	简单分子结构与晶体结构模型的制作	116
第八章	元素化合物的性质	119
实验十二	碱金属和碱土金属	119
实验十三	硼、碳、硅、氮、磷	122
实验十四	锡、铅、铋、铊	126
实验十五	氧、硫、氯、溴、碘	130
实验十六	钛、钒	134
实验十七	铬、锰、铁、钴、镍	138
实验十八	铜、银、锌、镉、汞	143
第九章	无机化合物的提纯与制备	148
实验十九	氯化钠的提纯	148
实验二十	硫酸铜的提纯(微型实验)	150
实验二十一	离子交换法制取碳酸氢钠	152
实验二十二	过氧化钙的合成(微型实验)	156
实验二十三	水热法制备 SnO_2 纳米粉	158
第十章	综合性、设计性和研究性实验	162
实验二十四	硫酸亚铁铵的制备及组成分析	162
实验二十五	铬(III)配合物的制备和分裂能的测定(微型实验)	165
实验二十六	三草酸合铁(III)酸钾的制备、组成测定及表征	167
实验二十七	氯化一氯·五氨合钴(III)水合反应活化能的测定(微型实验)	173
实验二十八	常见阴离子未知液的定性分析	176
实验二十九	常见阳离子未知液的定性分析	178
实验三十	微波辐射法制备 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	184
实验三十一	多金属氧酸盐的制备及光催化降解有机染料性能的研究	186
实验三十二	羟基磷灰石的制备及其对水溶液中铅离子的吸附	188
实验三十三	纳米二氧化硅胶体的制备和性质	190
实验三十四	从废定影液中回收银	192
实验三十五	无机纸上色谱	194

实验三十六 改性活性硅酸(PSA)的制备及其水处理性能的研究	199
实验三十七 B-Z 振荡反应	201
实验三十八 配合物键合异构体的制备及红外光谱测定	203
附录	210
附录一 元素的相对原子质量	210
附录二 常用酸碱试剂的浓度和密度	211
附录三 酸、碱的解离常数	212
附录四 溶度积常数	213
附录五 某些配离子的标准稳定常数(298.15 K)	214
附录六 标准电极电势(298.15 K)	215
附录七 常见阳离子的鉴定	218
附录八 常见阴离子的鉴定	229
参考文献	234

第一章 绪 言

1.1 无机化学实验的目的

化学是一门以实验为基础的科学。无机化学实验是无机化学课程的重要组成部分,也是学习无机化学的一个重要环节,是高等院校化学工程与工艺、应用化学、环境工程、生物工程、制药工程及冶金、地质、轻工、食品等专业一年级学生必修的基础课程之一。它的主要目的是:通过实验,巩固并加深对无机化学基本概念和基本理论的理解;掌握无机化学实验的基本操作和技能,学会正确地使用基本仪器测量实验数据,正确地处理数据和表达实验结果;掌握一些无机物的制备、提纯和检验方法;培养学生独立思考、分析问题、解决问题和创新能力;培养学生实事求是、严谨认真的科学态度,整洁、卫生的良好习惯,为学生继续学好后继课程(分析化学、有机化学、物理化学和各类专业化学及实验等)及今后参加实际工作和开展科学研究打下良好的基础。

1.2 无机化学实验的学习方法

学好并掌握无机化学实验,除了要有明确的学习目的和端正的学习态度之外,还要有正确的学习方法。无机化学实验的学习方法大致分以下三个方面:

1. 认真预习

- (1) 认真钻研实验教材和教科书中的有关内容。
- (2) 明确实验目的,弄清实验原理。
- (3) 熟悉实验内容、步骤、基本操作、仪器使用和实验注意事项。
- (4) 认真思考实验前应准备的问题。
- (5) 写出预习报告(包括实验目的、实验原理、实验步骤、注意事项及有关的安全问题等)。

2. 做好实验

(1) 按照实验教材上规定的方法、步骤、试剂用量和操作规程进行实验,要做到以下几点:

① 认真操作,仔细观察并如实记录实验现象。

② 遇到问题要善于分析,力求自己解决,若自己解决不了,可请教指导老师(或同学)。

③ 如果发现实验现象与理论不相符合,应认真查明原因,经指导教师同意后重做实验,直到得出正确的结果。

(2) 要严格遵守实验室规则(详见 2.1)

① 严守纪律,保持肃静。

② 爱护国家财产,小心使用仪器和设备,节约药品、水、电和煤气。

③ 保持实验室整洁、卫生和安全。实验后要认真清扫地面,检查台面是否整洁,关闭水、电、煤气、门窗,经指导教师允许后再离开实验室。

3. 写好实验报告

实验报告是每次实验的记录、概括和总结,也是对实验者综合能力的考核。每个学生在做完实验后都必须及时、独立、认真地完成实验报告,交指导教师批阅。一份合格的报告应包括以下内容:

(1) 实验名称 通常作为实验题目出现。

(2) 实验目的 简述该实验所要达到的目的要求。

(3) 实验原理 简要介绍实验的基本原理和主要反应方程式。

(4) 实验所用的仪器、药品及装置 要写明所用仪器的型号、数量、规格,药品的名称、规格,装置示意图。

(5) 实验内容、步骤 要求简明扼要,尽量用表格、框图、符号表示,不要全盘抄书。

(6) 实验现象和数据的记录 在仔细观察的基础上如实记录,依据所用仪器的精密度,保留正确的有效数字。

(7) 解释、结论和数据处理 化学现象的解释最好用化学反应方程式,如还不完整应另加文字简要叙述;结论要精炼、完整、正确;数据处理要有依据,计算要正确。

(8) 问题与讨论 对实验中遇到的疑难问题提出自己的见解。分析产生误差的原因,对实验方法、教学方法、实验内容、实验装置等提出意见或建议。

实验报告要做到文字工整、图表清晰、形式规范。实验报告格式示例见 1.3。

1.3 实验报告格式示例

物质提纯与制备实验报告格式示例

实验名称：氯化钠的提纯

姓名 _____

学号 _____

班级 _____

第 _____ 室 _____ 号位

实验时间 _____

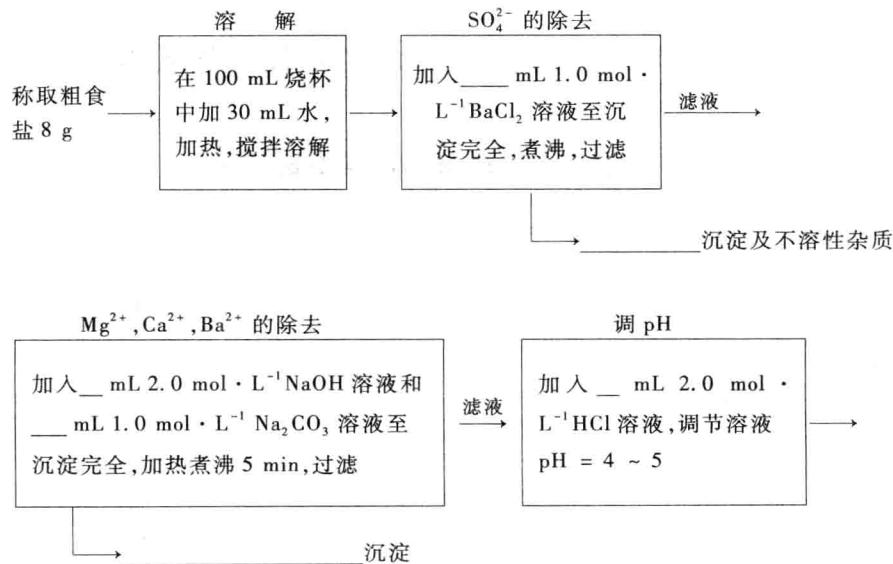
指导教师 _____

一、实验目的

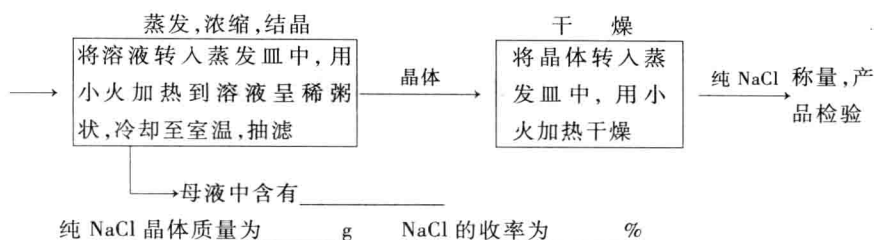
(略)

二、实验步骤

1. 提纯



4 第一章 绪言



2. 产品纯度检验

检验项目	检验方法	实验现象	
		粗食盐	纯 NaCl
SO_4^{2-}	加入 BaCl_2 溶液		
Ca^{2+}	加入 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液		
Mg^{2+}	加入 NaOH 溶液和镁试剂		

有关的离子反应方程式:

(略)

三、问题与讨论

(略)

物理化学量及常数的测定实验报告格式示例

实验名称: 醋酸解离常数的测定

姓名 _____ 学号 _____ 班级 _____
 第 _____ 室 _____ 号位 实验时间 _____ 指导教师 _____

一、实验目的

(略)

二、实验原理

(略)

三、实验步骤

(略)

四、实验记录和结果

室温 _____ $^{\circ}\text{C}$ pH 计编号 _____ 醋酸标准溶液浓度 _____ $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$

实验编号	$\frac{c(\text{HAc})}{\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}}$	pH	$\frac{c(\text{H}^+)}{\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}}$	$K_a^\ominus(\text{HAc})$
1				
2				
3				
4				

$$\bar{K}_a^\ominus(\text{HAc}) = \frac{\sum_{i=1}^n K_{ai}^\ominus(\text{HAc})}{n} = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [K_{ai}^\ominus(\text{HAc}) - \bar{K}_a^\ominus(\text{HAc})]^2}{n-1}} = \underline{\hspace{2cm}}$$

五、问题与讨论

(略)

化学反应原理或元素化合物性质实验报告格式示例

实验名称：酸碱反应与缓冲溶液

姓名 _____ 学号 _____ 班级 _____
 第 _____ 室 _____ 号位 实验时间 _____ 指导教师 _____

一、实验目的

(略)

二、实验步骤

实验步骤	实验现象	反应方程式、解释和结论
1. 同离子效应 取 $0.20 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1} \text{ NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$, 用 pH 试纸测其 pH, 加 1 滴酚酞, 再加少许 $\text{NH}_4\text{Ac}(\text{s})$	pH = _____ 溶液呈 _____ 色 颜色变为 _____ 色	$\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{NH}_4^+ + \text{OH}^-$ 加入 NH_4Ac , $c(\text{NH}_4^+)$ 增大, 平衡向左移动, $c(\text{OH}^-)$ 减小

三、问题与讨论

(略)

1.4 微型化学实验简介

微型化学实验(microscale chemical experiment 或 microscale laboratory, 简称为 ML)是 20 世纪 80 年代初发展起来的一种化学实验新方法。它是在微型化的仪器装置中进行的化学实验,其试剂用量比对应的常规实验节约 90% 以上。作为绿色化学的组成部分,近 20 多年来微型化学实验在国内外迅速发展。化学实验小型化、微型化的趋势源远流长。从 18 世纪开始,人们就在化学研究中不断进行小型化、微量研究。自 1982 年起,美国的 Mayo 等人从环境保护和实验室安全考虑,在基础有机化学实验中采用微型实验取得成功,从而掀起了研究和应用微型实验的浪潮。微型化学实验教材相继出版。20 世纪 90 年代以来举行的历次国际化学教育大会(ICCE)和国际纯粹与应用化学联合会(IUPAC)学术大会都把微型化学实验列为会议议题。美国化学教育杂志(J. Chem. Educ.)从 1989 年 11 月起开辟了微型化学实验专栏。

1989 年,我国高等学校化学教育研究中心把微型化学实验课题列入科研计划,由华东师范大学和杭州师范学院牵头成立了微型化学实验研究课题组,由无机化学实验、普通化学实验和中学化学实验开始进行微型实验的系统研究和应用。1992 年,我国第一本《微型化学实验》出版。2000 年,由杭州师范学院、天津大学、大连理工大学牵头编写的《微型无机化学实验》由科学出版社出版。此后,多种微型化学实验教材陆续出版发行。迄今为止,已有 800 多所大、中学校开展微型化学实验研究,并在教学中应用。一些学校和仪器厂研究出了多套微型实验仪器。全国微型化学实验研讨会已召开九届。1999 年,全国微型化学实验研究中心在杭州师范学院成立。2003 年,微型化学实验研究中心网站在广西师范大学建立。

微型化学实验仪器微型化,试剂用量少,具有实验成本低、实验时间短、安全程度高、操作简便、减少污染等优点,它有助于培养学生勤俭节约、保护环境意识。微型化学实验作为绿色化学的一项实验方法,适应实施可持续发展战略的要求,是 21 世纪实验教学改革的方向之一,将会得到进一步推广普及。