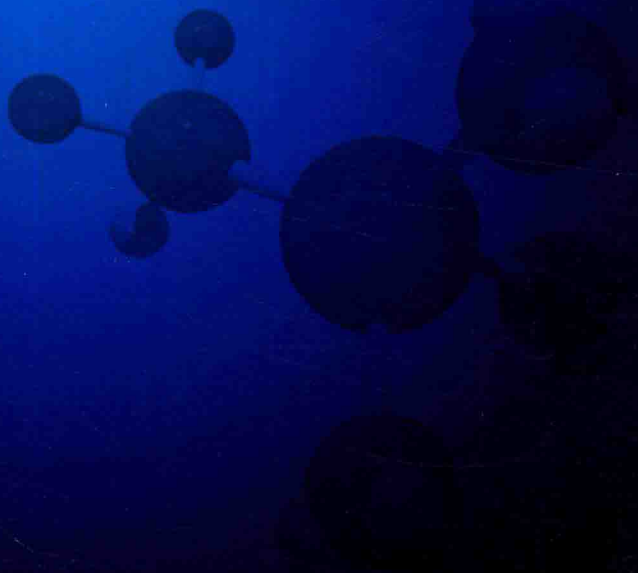


21世纪高等教育新理念精品规划教材

Inorganic Chemistry Experiment

无机化学实验

韩晓霞 杨文远 倪刚 主编

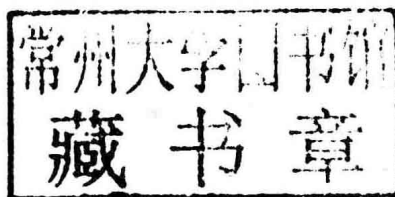


天津大学出版社
TIANJIN UNIVERSITY PRESS

21 世纪高等教育新理念精品规划教材

无机化学实验

韩晓霞
杨文远 主编
倪 刚



内 容 提 要

本书为化学国家级教学示范中心(宁夏大学)的建设成果之一。

本书分为三部分共7章。第一部分为无机化学实验基础知识和基本操作,共5章,分别介绍化学实验规则及实验安全知识,化学实验基础知识,无机化学实验基本操作,常用光、电仪器的使用,分析数据的记录与处理;第二部分为实验,共2章,一章为基础实验,选编了物质的制备、分离提纯、物理量的测定、元素定性实验、定量分析实验等,另一章为综合设计实验。第三部分为附录。

本书可作为高等学校化学、化工、制药、应化等各专业的无机化学实验课程教材。也可供农、林、医等院校相关专业选用或参考。

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验 / 韩晓霞, 杨文远, 倪刚主编. — 天

津: 天津大学出版社, 2017. 7

21 世纪高等教育新理念精品规划教材

ISBN 978-7-5618-5891-2

I. ①无… II. ①韩… ②杨… ③倪… 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 (2017) 第 170874 号

出版发行 天津大学出版社

地 址 天津市卫津路 92 号天津大学内 (邮编: 300072)

电 话 发行部: 022-27403647

网 址 publish.tju.edu.cn

印 刷 北京京华虎彩印刷有限公司

经 销 全国各地新华书店

开 本 185mm × 260mm

印 张 10.5

字 数 256 千

版 次 2017 年 7 月第 1 版

印 次 2017 年 7 月第 1 次

定 价 25.00 元

凡购本书, 如有缺页、倒页、脱页等质量问题, 请向我社发行部联系调换

版权所有 侵权必究

| 前 言 |

为适应 21 世纪着重培养学生创新精神和进行整体化知识教育的现代教育思想,结合相关专业的情况及教师多年的实验教学经验,编写了本书。本书可供综合性或化工类院校的化学、化工专业学生与教师使用。本书编写中力求体现以下特色。

注重基础。无机化学实验是化学、化工及相关专业学生进入大学后所接触到的第一门实验课程,因此本书从化学实验室的基本知识和基本操作入手,加强对基本操作技能的训练。

注重创新。在实验类别的选择中,增加综合性、设计性实验,注重将创新精神和创业意识融入到实验教学过程中,加强对学生发现问题、分析问题和解决问题能力的训练。

优化实验。在实验内容设计中注重前后实验的关联性,在保持知识点与操作技能连贯性的基础上,开设循环实验,加强实验项目的优化,推进实验的绿色化。

本书的编写与出版是在宁夏回族自治区“化学工程与技术”国内一流学科建设项目(CET-TX-2017A01)与“化学”一流专业建设项目的支持下完成的。

参加本书编写的有韩晓霞、杨文远、倪刚、李莉、李冰、王玲、吴晓红、田华、马景新、曹洋、王泽云。

由于编者水平所限,书中难免有错漏和不妥之处,恳请读者批评指正。

编者

| 目 录 |

绪 论 // 1

0.1 无机化学实验课程的目的	1
0.2 无机化学实验课程的学习方法	1

第一部分 化学实验基础知识和基本操作

第1章 化学实验规则及安全知识 // 9

1.1 化学实验规则	9
1.2 实验室安全知识和意外事故处理	9
1.3 灭火器简介	12
1.4 实验室三废处理	14

第2章 化学实验基础知识 // 15

2.1 无机化学实验常用仪器及装置介绍	15
2.2 实验室用水的规格、制备及检验	21
2.3 化学试剂的规格及存放	22

第3章 化学实验基本操作 // 24

3.1 玻璃器皿的洗涤和干燥	24
3.2 试剂的取用	25
3.3 加热与冷却	27
3.4 气体的获取	31
3.5 滴定分析仪器与基本操作	34
3.6 固体的溶解和液固分离	39
3.7 干燥器的准备和使用	43

第4章 天平及常用光、电仪器的使用 // 44

4.1 电子天平	44
4.2 酸度计	47

4.3 分光光度计	49
4.4 电导率仪	51

第5章 分析数据的记录与处理 // 53

5.1 准确度和精密度	53
5.2 误差的来源和分类	54
5.3 提高分析结果准确度的措施	54
5.4 有效数字及运算规则	55

第二部分 实验

第6章 基础实验 // 59

实验一 走进无机化学实验室	59
实验二 电子天平称量练习	60
实验三 气体常数的测定	61
实验四 硝酸钾的制备与提纯	63
实验五 化学反应速率和活化能的测定	65
实验六 气体密度法测定二氧化碳相对分子质量	69
实验七 溶液配制和滴定基本操作练习	72
实验八 醋酸解离度和解离平衡常数的测定	74
实验九 化学平衡及移动	76
实验十 氧化还原反应和氧化还原平衡	79
实验十一 p 区非金属元素 (一) (卤素、氧、硫)	82
实验十二 p 区非金属元素 (二) (氮族、硅、硼)	85
实验十三 常见非金属阴离子的分离与鉴定	88
实验十四 常见阳离子的分离与鉴定	90
实验十五 离子交换法制备纯水	93
实验十六 $I_3^- = I^- + I_2$ 平衡常数的测定	97
实验十七 磺基水杨酸合铁 (III) 配合物的组成及稳定常数的测定	100
实验十八 水热法制备八面体四氧化三铁	102
实验十九 含铬废水的处理	104

第7章 综合和设计实验 // 108

实验二十 硫酸亚铁铵的制备及亚铁离子含量测定	108
实验二十一 纯碱的制备及含量分析	112
实验二十二 矾的制备及铝含量分析	114
实验二十三 三草酸合铁 (III) 酸钾的制备和组成测定	117

实验二十四	硫代硫酸钠的制备、检验及含量测定	121
实验二十五	三氯化六氨合钴(III)的制备及其组成的初步测定	123
实验二十六	含锌药物的制备及含量测定	125
实验二十七	溶剂热法原位合成吡啶基三唑前驱体及其单晶衍射分析	129
实验二十八	粗盐的提纯(设计)	131
实验二十九	植物中Ca、Fe、P元素的定性鉴定(设计)	132
实验三十	五水合硫酸铜的制备及结晶水的测定(设计)	132
实验三十一	未知物鉴别和离子的鉴定(设计)	133
实验三十二	碘盐的制备及检验(设计)	134
实验三十三	含碘废液中碘的回收(设计)	134

附录 // 136

附录1	国际相对原子质量表	136
附录2	一些弱电解质的解离常数	138
附录3	无机化合物的标准热力学数据	140
附录4	常用酸、碱的相对密度、质量分数和浓度	143
附录5	化合物的溶度积常数表	144
附表6	标准电极电势表	146
附录7	某些离子和化合物的颜色	151
附录8	危险药品的性质和管理	154

参考文献 // 157

绪 论

0.1 无机化学实验课程的目的

化学是一门实验科学,化学实验教学不仅传授化学知识和训练实验技能,还培养学生的科学方法和思维、科学精神和品德。基础化学实验是融知识、能力、素质教学于一体,培养创新意识的有效手段。

通过无机化学实验课程的学习,学生要达到以下要求。

(1) 具有安全和环保意识。

(2) 经过严格训练,能规范地掌握基本操作、基本技能,正确使用各类相关的仪器,掌握阐明化学原理的实验方法,掌握无机物的一般制备、分离、提纯及常见化合物和离子性质、鉴定的实验方法,掌握化学分析的常用方法并能在试样分析中加以应用。

(3) 准确记录并科学处理实验数据,正确表达实验结果,确立严格的“量”的概念,并逐步提高对实验现象及实验结果进行分析判断、逻辑推理和做出正确实验结论的能力。

(4) 具有查阅资料、获取信息的能力,能应用现代化信息技术手段处理化学问题。

(5) 形成实事求是的科学态度、勤俭节约的优良作风、整洁卫生的良好习惯、相互协作的团队精神和勇于探索的创新意识。

0.2 无机化学实验课程的学习方法

要达到知识、能力、素质全面提高,实验过程中学生应注意以下几个方面。

1. 预习到位

认真预习是做好实验的前提。结合理论教学和实验教材或模拟仿真实验进行预习。必要时查阅相关资料,明确实验目的和原理,弄清仪器结构、使用方法和注意事项,了解试剂的等级、物化性质、实验步骤。用反应式、流程图、表格等简洁、明了的方式写出预习报告,每一项实验内容后留足空位,以便进行实验记录。

2. 认真听讲、仔细观看

实验前认真倾听教师对实验原理、实验内容和注意事项的讲解和提问,参加讨论,做好笔记,对不理解的问题及时发问。仔细观看教师的操作示范或视频。

3. 亲手实验

实验过程中应正确、规范地操作和使用仪器,养成专心致志地观察实验现象的良好习

惯。亲手完成每项操作,当实验时间较长时,要始终如一地认真完成全部实验工作,逐步提高实验技能。实验过程中应保持肃静,严格遵守实验室守则,公用的实验仪器和药品用完放回原位。

4. 及时记录

实验记录是培养学生科学素养的主要途径,实验中应如实记录现象和测得的数据。养成边实验边在预习报告本上准确记录的习惯,不能随意用零散纸记录,或待实验后补记。不要凭主观意愿删去自己不喜欢的数据,更不能随意更改或编造数据。遇到反常现象,实事求是地记录下来,认真分析和检查其原因。必要时重复实验进行核对,直到从中取得正确的结论。若实验失败,找出原因,经教师同意,重做实验。原始记录如果写错,可以用笔划去,但不能随意涂改。

记录的内容包括试剂用量、浓度以及观察到的现象,如:温度的变化,体系颜色的变化,结晶或沉淀的产生或消失,是否有气体放出,滴定时滴定管初始、终了体积,产品的颜色等数据。记录与操作步骤一一对应,内容简明扼要,条理清楚。实验结束,交给教师审阅并签字。

5. 及时撰写实验报告

实验报告用专用实验报告纸撰写。实验报告是实验教学的最后一个环节,是将感性认识上升为理性认识的过程,也是撰写科技论文的初步训练。及时、独立、认真地完成实验报告。应根据实验记录,归纳总结实验现象和数据,分析讨论实验结果和问题,并得出相应的结论。

实验报告的书写在文字和格式方面都有严格的要求。内容一般包括:实验目的、实验原理、仪器与试剂、实验步骤、实验现象或数据记录、现象解释或数据处理、问题讨论、提出的改进意见、思考题回答等。不同类型的实验,报告格式有所不同。下面是三种典型实验报告格式。

■ 例1 无机化合物提纯与制备类实验报告实例

实验一 粗食盐的提纯

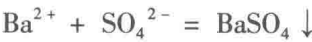
一、目的要求

- (1) 掌握粗盐提纯的原理和方法。
- (2) 学习溶解、沉淀、过滤、抽滤、蒸发浓缩、结晶和烘干等操作。
- (3) 了解 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 SO_4^{2-} 等离子的定性鉴定。

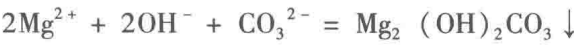
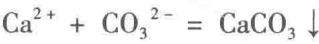
二、实验原理

化学试剂或医药用的 NaCl 都是以粗食盐为原料提纯的。粗食盐中除了含有不溶性的泥沙等杂质外,还有一些可溶性的杂质,主要有 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 K^{+} 、 SO_4^{2-} 等。

不溶性的泥沙等可用溶解过滤的方法除去。可溶性的杂质需加入化学试剂使之生成沉淀除去。先加入稍过量 BaCl_2 除去 SO_4^{2-}



再加入 NaOH 和 Na₂CO₃ 溶液除去 Ca²⁺、Mg²⁺ 及过量的 Ba²⁺



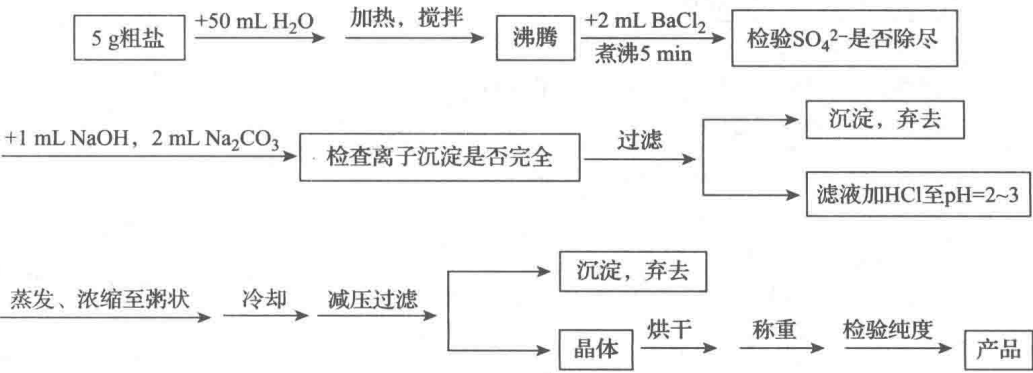
过量的 NaOH 和 Na₂CO₃ 通过加 HCl 溶液除去。KCl 的溶解度比 NaCl 大，且在粗盐中含
量较少，K⁺在蒸发、浓缩、结晶后仍留在母液中，抽滤时除去。

三、实验用品

试剂：粗食盐，2 mol · L⁻¹ HCl，2 mol · L⁻¹ NaOH，1 mol · L⁻¹ BaCl₂，1 mol · L⁻¹ Na₂CO₃，
饱和 (NH₄)₂C₂O₄，镁试剂，pH 试纸。

仪器：电子天平、烧杯、漏斗、布氏漏斗、抽滤瓶、真空泵、蒸发皿、酒精灯。

四、实验步骤



五、数据记录与结果处理

(1) m (粗盐): 5.1 g m (产品) 4.0 g 产率 78%

(2) 产品纯度检验见表 0-1。

表 0-1 纯度检验

检验项目	SO_4^{2-}	Ca^{2+}	Mg^{2+}
检验方法	HCl 2 滴, BaCl ₂ 2 滴	HAc 呈酸性, (NH ₄) ₂ C ₂ O ₄ 3 滴	NaOH 2 滴, 镁试剂 1 滴
产品	澄清	澄清	紫色
粗食盐	浑浊	浑浊	蓝色

六、思考与讨论

(略)

例2 无机性质实验报告实例

实验二 p 区非金属元素 (一)

一、目的要求

(略)

二、实验原理

(略)

三、实验用品

(略)

四、实验步骤

实验与记录 (表格形式, 仅写出部分内容作示例) 见表 0-2。

表 0-2 实验记录

序号	实验方法及步骤	现象	反应方程式与结论
1. 卤素的氧化性和卤离子的还原性			
(1)	卤素氧化性的比较 在试管①中 + 0.1 mol · L ⁻¹ KI 0.5 mL + 0.1 mol · mL ⁻¹ FeCl ₃ 2 滴 + CCl ₄ 0.5 mL	红色	$\text{Fe}^{3+} + 2\text{I}^- = \text{Fe}^{2+} + \text{I}_2$
	在试管②中 + 0.1 mol · mL ⁻¹ KBr 0.5 mL + 0.1 mol · mL ⁻¹ FeCl ₃ 2 滴 + CCl ₄ 0.5 mL	无现象	—
(2)	卤离子还原性的比较 在试管①中 + NaCl (少量) + 1 mL H ₂ SO ₄	无色气 泡溢出	$\text{NaCl} + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{HCl} + \text{NaHSO}_4$
	用玻棒蘸一些 NH ₃ · H ₂ O 移近试管口 同上, 在试管②中加 Cl ₂ 水	白色气 体溢出	$\text{HCl} + \text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} = \text{H}_2\text{O} + \text{NH}_4\text{Cl}$

5. Cl⁻、Br⁻、I⁻ 离子共存的分离和鉴定

混合液 O 5~8 滴

| ①加 1~2 滴 6 mol · L⁻¹ HNO₃ 酸化| ②水浴加热, 搅拌, 加 0.1 mol · L⁻¹ AgNO₃↓
溶液 O (弃去) ◇ 沉淀①用 5 滴 NH₄NO₃ 溶液洗涤

| ②离心分离, 加 5~8 滴银氨溶液搅拌、温热、分离

↓
O Ag⁺ (NH₃)₂Cl↓
◇ AgBr, AgI↓ 加 6 mol · L⁻¹ HNO₃ | ①加 H₂O + Zn 粉 + 1 mol · L⁻¹ H₂SO₄ 酸化

白色沉淀 |

②搅拌、温热

示有 Cl⁻↓
◇ (弃)↓
O Br⁻, I⁻↓ 加 CCl₄ + Cl₂ 水O 紫色, 示有 I⁻↓ Cl₂ 水O 棕黄色, 示有 Br⁻

五、思考与讨论
(略)

例3 滴定分析实验报告实例

实验三 0.1 mol · L⁻¹HCl 溶液的标定

一、目的要求
(略)

二、实验原理



计量点溶液 pH≈5 选用甲基红为指示剂。

三、实验用品

- (1) 仪器：酸式滴定管，锥形瓶，20 mL 移液管，分析天平。
- (2) 试剂：0.1 mol · L⁻¹HCl，(2 g · L⁻¹60% 乙醇溶液) 甲基红指示剂，硼砂。

四、实验步骤



五、实验数据记录与结果处理

实验数据记录与结果处理见表 0-3。

表 0-3 数据记录与结果处理

项目		1	2	3
<i>m</i> (硼砂) /g		0.431 5	0.421 1	0.452 6
滴定用去 HCl 体积 /mL	初读数	0.10	0.00	0.05
	终读数	20.25	19.72	21.17
	<i>V</i>	20.15	19.72	21.12
<i>c</i> _{HCl} / (mol · L ⁻¹)		0.112 3	0.112 0	0.112 4
$\overline{c}_{\text{HCl}}$ / (mol · L ⁻¹)		0.112 2		
$\overline{Rd}/\%$		0.1		

六、思考与讨论
(略)

无机化学实验

第一部分

化学实验基础知识和基本操作

(6) 节约使用试剂、水、电。爱护仪器设备，使用精密仪器前应进行使用记录。发现仪器故障，立即停止使用，报告教师。

(7) 实验结束，应整理好实验台面，将仪器归位，试剂瓶放回原处，废液倒入指定容器，并妥善处理。实验室内禁止吸烟、饮食、嬉戏。实验结束后，应关闭水、电、气开关，并检查门窗是否锁好。如有异常情况，应立即报告教师。

(8) 做好实验室内卫生工作，保持实验台面整洁。实验结束后，应将实验台面清理干净，并将实验室内卫生打扫干净。

实验安全知识及意外事故处理

无机化学实验涉及一些有毒、易燃、易爆、腐蚀性物质试剂以及玻璃器皿、电气设备、高压和真空器具等。如不按操作规程进行操作就可能发生中毒、火灾、爆炸、触电或仪器设备损坏等事故。因此实验前必须严格进行必要的安全训练。

1.2.1 实验室安全守则

(1) 必须认真学习安全守则及安全防护知识，才能进入实验室进行实验。

第1章 化学实验规则及安全知识

1.1 无机化学实验规则

(1) 实验前认真预习，写出预习报告。

(2) 遵守纪律，不迟到早退。进入实验室要穿工作服和包覆脚面的鞋，禁止穿拖鞋。禁止在实验室看其他书籍、听音乐、接打手机以及进行与实验无关的活动。保持实验室内安静。

(3) 实验前清点仪器。实验过程中损坏仪器及时报告指导教师，填写破损单，由实验员依具体情况处理。

(4) 实验时遵守操作规程，仔细观察，严格按照实验中所规定的实验步骤、试剂规格及用量来进行。若要改变，需经教师同意方可进行。将观察到的现象和数据如实记录在预习报告上。

(5) 公用仪器和试剂用后复位，注意保持实验台面整洁。火柴、纸屑投入废物缸，有毒或腐蚀性废液、废渣收集于指定容器，以免堵塞或腐蚀水池造成污染。

(6) 节约使用试剂、水、电。爱护仪器设备，使用精密仪器要填写使用记录。发现仪器故障，立即停止使用，报告教师。

(7) 实验结束，整理台面、仪器、试剂架，清理废物、废液。所有实验废物应按固体、液体，有害、无害等分类收集于不同的容器中。少量的酸或碱在倒入下水道之前进行中和，用水稀释；有机溶剂必须倒入贴有标签的回收容器中，并存放在通风橱内；对能与水发生剧烈反应的化学品，处理之前要用适当方法在通风橱内分解；对可能致癌的物质，处理时应格外小心，避免与手接触。

(8) 值日生负责整个实验室的清洁工作，关闭水、电阀门及门窗。实验室一切物品不得带离实验室。

1.2 实验室安全知识和意外事故处理

进行化学实验会接触一些有毒、易燃、易爆、有腐蚀性的试剂以及玻璃器皿、电气设备、加压和真空器具等。如不按照使用规则进行操作就可能发生中毒、火灾、爆炸、触电或仪器设备损坏等事故。因此实验者必须严格执行必要的安全规则。

1.2.1 实验室安全知识

(1) 必须先学习安全守则及安全防护知识，才准许进入实验室工作。

(2) 在实验室内进行每一项新工作以前,都得有针对性地了解并制定预防事故发生的措施。

(3) 指导教师有责任定期检查学生关于实验室安全知识的掌握情况。

(4) 应了解实验室内各项灭火及防护设备的情况,如沙箱、灭火器、淋水龙头、急救箱等器材的安放位置,并应定期检查与演练,熟悉使用方法。

(5) 在存有爆炸物、危险物和特殊器材的地方,需要履行特别的安全制度。例如,禁止明火、禁止吸烟、禁止可能产生火花的摩擦等。

(6) 严格遵守化学试剂的领用和管理制度。除特殊原因经有关负责人批准外,不准将化学试剂带出实验室。

(7) 有毒和有刺激性气味的实验,在通风橱内进行,或采用气体吸收装置。

(8) 绝不允许任意混合各种化学药品。

(9) 实验过程中,不能用敞口容器加热和放置易燃、易挥发的化学药品。应根据实验要求和物质的特性,选择正确的加热方法。

(10) 勿直接俯视容器中的化学反应或正在加热的液体。加热试管里的液体或易爆跳的固体时,管口不得对着自己或他人,也不得俯视正在加热的液体,以免液体突然溅出引起烫伤。

(11) 检验无毒害气体的气味时,应离容器稍远些,用手轻轻扇动容器口上方的空气,使带有一小部分该气体的气流飘入鼻孔。

(12) 进行危险实验时,使用防护眼罩、面罩、手套等防护用具。

(13) 严禁在实验室内饮食、吸烟或把食具带入实验室。实验室任何药品严禁入口或接触伤口。

(14) 易燃和具有腐蚀性的药品及毒品的使用规则如下。

① 氢气与空气的混合物遇火会发生爆炸,因此产生氢气的装置要远离明火,点燃氢气前,必须检验氢气的纯度。进行产生大量氢气的实验时,应把尾气排入通风橱,并要注意室内的通风。

② 浓酸和浓碱具有强腐蚀性,切勿溅到皮肤或衣物上。废酸应倒入废酸缸中,但不要往废酸缸中倾倒碱液,以免因酸碱中和放出大量的热而发生危险。

③ 强氧化剂(如氯酸钾)和某些混合物(如氯酸钾与红磷、碳、硫等的混合物)易发生爆炸,保存及使用这些药品时,应特别注意安全。

④ 银氨溶液久放后会变成氮化银而引起爆炸,因此用剩的银氨溶液必须酸化后回收。

⑤ 活泼金属钾、钠等不得与水接触或暴露在空气中,应将它们保存在煤油中,使用时用镊子取用。

⑥ 白磷剧毒,并能灼伤皮肤,切勿让它与人体接触。白磷在空气中易自燃,应保存在水中,应在水面下进行切割,取用时也要用镊子。

⑦ 有机溶剂(乙醇、乙醚、苯、丙酮等)易燃,使用时一定要远离明火。用后要把瓶塞塞紧,放在阴凉的地方。