

无机化学实验

【第四版】

闽南师范大学无机及材料化学教研室 编



厦门大学出版社 国家一级出版社
XIAMEN UNIVERSITY PRESS 全国百佳图书出版单位

无机化学实验

(第四版)

闽南师范大学无机及材料化学教研室 编



厦门大学出版社 | 国家一级出版社
XIAMEN UNIVERSITY PRESS | 全国百佳图书出版单位

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/闽南师范大学无机及材料化学教研室编. —4 版. —厦门: 厦门大学出版社, 2017. 5

ISBN 978-7-5615-6523-0

I. ①无… II. ①闽… III. ①无机化学—化学实验 IV. ①O61—33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2017)第 113345 号

出 版 人 蒋东明

责任编辑 眭蔚

美术编辑 李嘉彬

责任印制 许克华

出版发行 厦门大学出版社

社 址 厦门市软件园二期望海路 39 号

邮政编码 361008

总 编 办 0592-2182177 0592-2181406(传真)

营销中心 0592-2184458 0592-2181365

网 址 <http://www.xmupress.com>

邮 箱 xmup@xmupress.com

印 刷 南平市武夷美彩印中心

开本 787mm×1092mm 1/16

印张 11

字数 280 千字

印数 1~3000 册

版次 2017 年 5 月第 4 版

印次 2017 年 5 月第 1 次印刷

定价 26.00 元

本书如有印装质量问题请直接寄承印厂调换



厦门大学出版社
微信二维码



厦门大学出版社
微博二维码

第四版前言

本书初版于2007年,2013年修订编写了第三版。本次再版继承了前几版的基本思路和基本架构,除了继续加强学生基本操作和实验技能的规范化训练,培养学生实验技能技巧、综合运用化学知识分析问题及解决问题能力外,还着重通过减少实验药品的用量、改进操作方案和增加实验的三废处理等内容来实现无机化学实验的微型化、低毒和零污染,努力做到从源头到末端的绿色化。

与第三版相比,我们这次改版除了对教材中一些细节和疏漏进行修正外,在元素部分实验的内容中增加了化学三废末端绿色化处理的具体方法,旨在帮助学生逐步树立绿色化学思想,形成全过程环保意识;在综合设计实验部分,增加了一个备选方法,旨在进一步强调实验的绿色化及培养学生的综合实验能力。

参加本书修正工作的有詹峰萍、邱玮玮、王庆华、高凤、倪健聪、高飞。在编写和出版过程中,得到闽南师范大学化学与环境学院及教务处的热情关心和大力支持,得到了厦门大学出版社的多方指导和帮助。在此,向他们表示由衷的感谢!

由于编者水平有限,书中不妥之处在所难免,也可能出现错误,恳请读者批评指正,十分乐意得到这方面的反馈信息。

编者

2017年5月

第三版前言

本书初版于2007年,在2010年修订编写了第二版。本次再版继承了第一版和第二版的基本思路和基本架构,除了继续加强学生基本操作和实验技能的规范化训练,加强综合运用化学知识和实验技能的能力,初步培养学生实验技能技巧、分析问题及解决问题能力外,更着重通过减少药品的用量,改进操作方案等内容来实现实验的微型化、无毒、无污染,努力做到无机化学实验的绿色化。

与第二版教材相比,除了对教材中一些细节和疏漏进行修正外,主要对第四部分元素及其化合物实验中的一些药品用量和实验顺序进行了修改和调整,旨在使实验内容更具条理性、更符合绿色化无污染的原则。本版还将实验内容分为两个层次:(1)基础实验内容——包含了无机实验较为常用和基础的实验内容,是化学类各专业教学必须达到的最低要求;(2)加*号的实验内容和课后的选作实验——可供不同专业根据要求灵活选择,也可供学生加强练习,以加深巩固基础实验操作。

参加本书修正工作的有詹峰萍、邱玮玮、王庆华、高凤、倪健聪、高飞。在编写和出版过程中,得到闽南师范大学化学与环境科学系及教务处的热情关心和大力支持,得到了厦门大学出版社的多方指导和帮助。在此,向他们表示由衷的感谢!

由于编者水平有限,书中不妥之处在所难免,也可能出现错误,恳请读者批评指正,十分乐意得到这方面的反馈信息。

编 者

2013年5月

第一版前言

无机化学实验是化学专业及其他相关专业大学一年级学生进校后接触的第一门专业基础课,是初步培养学生实验技能、技巧和分析问题及解决问题能力的重要课程。

根据本院学生的实际特点和本系的实验条件,参考国内出版的一些实验教材,并结合多年的教学实践经验,在本课程组原先编写的“无机化学实验”讲义的基础上,我们编写了本书。本书的编写原则是:加强基本操作和实验技能的规范化训练,加强综合运用化学知识和实验技能的能力,尽量使实验微型化、无毒、无污染。

本书实验共分六部分:基础知识介绍;基本操作实验,共安排了 8 个实验;基本化学原理实验,共安排了 10 个实验(部分选做);元素及其化合物实验,共安排了 7 个实验;无机化合物制备实验,共安排了 10 个实验(部分选做);综合设计实验,共安排了 7 个实验(部分选做)。最后附有附录,内容包括无机化合物的溶解度,常用酸、碱的浓度,常用溶液的配制,以及某些离子和化合物的颜色等。

参加本书编写工作的有姜玉颖、詹峰萍、王庆华、邱玮玮、高飞。全书的前期工作(草稿的选编和录入工作)由姜玉颖高级实验师负责,书稿初稿经陈瑞福教授审阅,在此向他们表示衷心的感谢。此外,傅金奖、凌建华同学参加了草稿的录入工作,谨此致谢。在编写和出版过程中,得到漳州师范学院化学与环境科学系及漳州师范学院教务处的热情关心和大力支持,得到了厦门大学出版社的多方指导和帮助。在此,向他们表示由衷的感谢!

由于编者水平有限,书中不妥之处在所难免,也可能出现错误,恳请读者批评指正。

编者

2007 年 3 月

目 录

第一部分 基础知识介绍

第一章	无机化学实验基本要求	1
第二章	无机化学实验中的安全操作和事故处理	6
第三章	无机化学实验常用仪器介绍	8
第四章	化学实验中的数据记录与处理	14

第二部分 基本操作实验

实验 1	仪器的认领和洗涤	18
实验 2	试剂的取用和试管操作	22
实验 3	溶液的配制	28
实验 4	滴定操作	35
实验 5	五水合硫酸铜结晶水的测定	40
实验 6	二氧化碳气体的相对分子质量的测定	43
实验 7	转化法制备硝酸钾	46
实验 8	Fe^{3+} 、 Al^{3+} 离子的分离	49

第三部分 基本化学原理实验

实验 9	化学反应速率和活化能	52
实验 10	化学平衡移动	57
实验 11	电离平衡和沉淀平衡	58
实验 12	醋酸电离度和电离常数的测定	62
实验 13	氧化还原反应	64
实验 14	银氨配离子配位数的测定	67
实验 15	磺基水杨酸合铁(Ⅲ)配合物的组成及其稳定常数的测定	69
实验 16	配合物	74

第四部分 元素及其化合物实验

实验 17	p 区重要非金属化合物的性质	77
实验 18	p 区重要金属化合物的性质	81
实验 19	常见阴离子的分离与鉴定	85
实验 20	d 区重要化合物的性质(一)	92
实验 21	d 区重要化合物的性质(二)	97
实验 22	ds 区重要化合物的性质	102
实验 23	常见阳离子的分离与鉴定	106

第五部分 无机化合物制备实验

实验 24	粗盐的提纯	111
实验 25	铝钾矾和铬钾矾晶体的制备	119
实验 26	碱式碳酸铜的制备	121
实验 27	甲酸铜的制备	123
实验 28	三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备和性质	125
实验 29	无机颜料的制备	127
实验 30	醋酸铬(Ⅱ)水合物的制备 ——易被氧化的化合物的制备	129
实验 31	一种钴(Ⅲ)配合物的制备	132
实验 32	高锰酸钾的制备	135

第六部分 综合设计实验

实验 33	综合设计实验(一)	138
实验 34	综合设计实验(二) ——水中溶解氧及大气中二氧化硫含量的测定	139
实验 35	综合设计实验(三) ——甘氨酸锌螯合物的合成	142
实验 36	综合设计实验(四) ——自行设计硫酸亚铁铵的制备	143
实验 37	综合设计实验(五) ——氯化铵的制备	144
实验 38	综合设计实验(六) ——硝酸钾溶解度的测定与提纯	145

实验 39	综合设计实验(七)	
	——柠檬酸钙的制备	146
实验 40	综合设计实验(八)	
	——锌钡白(立德粉)的合成	147
实验 41	综合设计实验(九)	
	——草酸铜的制备	148

第七部分 附 录

附录 1	一些无机化合物的溶解度	149
附录 2	常用酸、碱的浓度	151
附录 3	某些试剂溶液的配制	152
附录 4	某些离子和化合物的颜色	154
附录 5	离子鉴定	158
附录 6	参考资料	164

第一部分

基础知识介绍

第一章 无机化学实验基本要求

一、明确实验目的

无机化学实验的内容主要包括五个方面,即基本操作、基本原理、元素化学、无机化合物制备和综合设计实验。无机化学的理论和实验教学方式,大部分是实验在前,理论在后。学生通过观察实验现象和结果,了解、认识化学反应的事实,总结归纳相关的宏观化学原理,了解元素化学中重要元素及其化合物的性质和有关物质的变化规律;掌握无机化学实验的基本操作和技能;通过学习元素化学的基本知识,学会无机物的一般制备方法;学会正确使用基本仪器测量实验数据,正确处理数据和表达实验结果。无机化学实验教学不单纯是验证有关理论和物质的性质,更重要的是培养学生的综合素质,即独立思考、发现问题、分析问题和解决问题的能力,学会从感性认识提高到理性认识的思维方法,养成严谨的实事求是的科学态度,树立创新意识,为学习后续实验课程和进行科学研究打下良好基础。

我国已故的著名化学家卢嘉锡院士对科学工作者的赠言:“ C_3H_3 ”,即 clear head(清楚的头脑),clever hands(灵巧的双手),clean habit(整洁的习惯),是指引我们学好化学实验课的座右铭。

二、学好无机化学实验方法

要做好无机化学实验,不仅要明确上述实验目的,而且要掌握学习无机化学实验的方法。现将学习无机化学实验的方法做如下介绍。

1. 认真预习

- (1)阅读、理解本实验教材及无机化学教科书和参考资料。
- (2)明确实验目的,理解实验原理。
- (3)理清实验内容,了解基本操作和仪器的使用方法及实验中的注意事项。
- (4)在预习的基础上,写出预习报告(内容包括实验原理、步骤、做好实验的关键及应注意的安全细则等)。

2. 细心实验

- (1)严格遵守实验规则,节约药品及水、电,爱护仪器,认真操作,细心观察,深入思考,得出结果。
- (2)遇到疑难问题,要善于思考分析,若无法解答,可以同指导教师讨论。
- (3)如实记录实验现象和数据,不能抄袭、杜撰(虚报)数据。

3. 写出报告

实验结束后要及时写好实验报告,交指导教师批阅,实验报告内容如下:

- (1)实验目的、原理、药品仪器和内容;
- (2)对实验中所记录的现象、数据应认真地按要求进行计算、作图、分析、解释、讨论;
- (3)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。

无机化学实验报告格式示例 1:

无机化学测定实验报告

班 级_____ 学 号_____ 姓 名_____ 同组人_____
实验日期_____ 室 温_____ 大气压_____ 成 绩_____
实验名称:_____

实验目的:

实验仪器、药品:

测定原理(简述):

实验内容:

数据记录和结果处理:

问题和讨论:

小结:

指导教师签名_____

无机化学实验报告格式示例 2:

无机化学制备实验报告

班 级 _____ 学 号 _____ 姓 名 _____ 同组人 _____
实验日期 _____ 室 温 _____ 大气压 _____ 成 绩 _____
实验名称: _____

实验目的:

实验仪器、药品:

基本原理(简述):

简单流程(方块式或箭头式):

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:

小结:

指导教师签名 _____

无机化学实验报告格式示例 3：

无机化学性质实验报告

班 级_____学 号_____姓 名_____同组人_____

实验日期_____室 温_____大气压_____成 绩_____

实验名称：_____

实验目的：

实验仪器、药品：

实验内容	实验现象	解释和反应

讨论：

小结：

附注：

指导教师签名_____

无机化学性质实验报告格式样本：

无机化学性质实验报告

班 级 _____ 学 号 _____ 姓 名 _____ 同组人 _____
实验日期 _____ 室 温 _____ 大气压 _____ 成 绩 _____
实验名称： 实验 2 试剂的取用和试管操作

实验目的：
学习并掌握固体和液体试剂的取用方法；练习并掌握振荡试管及加热试管中固体和液体的方法。

实验仪器、药品：
仪器：试管、试管夹、烧瓶、研钵、量筒、蒸发皿、酒精灯（或煤气灯）、滴管、药匙、石棉网
固体药品：碘、碘化钾、铝粉、氢氧化钠、硫酸铜、葡萄糖
液体药品：四氯化碳、异戊醇、亚甲蓝（1%）、硫酸镍（ $0.2\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ）、乙二胺（25%）、丁二酮肟（1%）
材料：玻璃棒

实验内容	实验现象	解释和反应
四、五色管实验 取 5 支试管，在每支试管里注入 1 mL $0.2\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NiSO_4 溶液。在第一支试管中滴入 1 滴 25% 乙二胺（en）溶液，在第二支试管中滴入 2 滴 25% 乙二胺溶液，在第三支试管中滴入 3 滴 25% 乙二胺溶液，在第四支试管中注入 1 mL 1% 丁二酮肟（dmg）溶液，第五支试管作对比颜色用。振荡试管后观察并比较五支试管中配合物的不同颜色	第一支试管溶液为浅蓝色，第二支试管溶液为蓝色，第三支试管溶液为紫色，第四支试管为红色	$\begin{aligned} &[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+} + \text{en} \rightarrow [\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_4(\text{en})]^{2+} + 2\text{H}_2\text{O} \\ &[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+} + 2\text{en} \rightarrow [\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_2(\text{en})_2]^{2+} + 4\text{H}_2\text{O} \\ &[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+} + 3\text{en} \rightarrow [\text{Ni}(\text{en})_3]^{2+} + 6\text{H}_2\text{O} \\ &[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+} + 2\text{dmg} \rightarrow \text{Ni}(\text{dmg})_2 + 6\text{H}_2\text{O} + 2\text{H}^+ \end{aligned}$

讨论：

小结：

附注：

指导教师签名 _____

第二章 无机化学实验中的 安全操作和事故处理

在无机化学实验中,常常会用到一些易燃、易爆、有腐蚀性和有毒性的化学药品,所以必须十分重视安全问题,决不能麻痹大意。在实验前应充分了解每次实验中的安全问题和注意事项。在实验过程中要集中精力,严格遵守操作规程和安全守则,这样,才能避免事故的发生。万一发生了事故,要立即紧急处理。

一、安全守则

1.对一切易燃、易爆物质的操作都要在离火较远的地方进行。对有毒、有刺激性的气体的操作都要在通风橱内进行。当需要借助嗅觉判别少量的气体时,决不能用鼻子直接对着瓶口或试管口嗅闻气体,而应当用手轻轻扇动少量气体进行嗅闻。

2.加热、浓缩液体的操作要十分小心,不能俯视正在加热的液体,试管在加热操作中管口不能对着自己或别人。浓缩溶液时,特别是在有晶体出现之后,要不停地搅拌,不能离开工作岗位,应尽可能戴上防护眼镜。

3.绝对禁止在实验室内饮、食、抽烟。有毒的药品(如铬盐、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞及其化合物、氰化物等)要严格防止进入口内或接触伤口。剩余的药品或废液不许倒入下水道,应回收集中处理。

4.使用具有强腐蚀性的浓酸、浓碱洗液时,应避免接触皮肤和溅在衣服上,更要注意保护眼睛,必要时可戴上防护眼镜。

5.绝对不允许随意混合各种化学药品,以免发生意外事故。

6.水、电、煤气使用完毕应立即关闭。

7.每次实验结束后,应将手洗干净后才离开实验室。

二、意外事故的紧急处理

如果在实验过程中发生了意外事故,可以采取如下救护措施。

1.割伤:伤口内若有异物,须先挑出,然后涂上碘酒或贴上“止血贴”,包扎,必要时送医院治疗。

2.烫伤:切勿用水冲洗。可在烫伤处涂上烫伤膏或万花油。

3.酸或碱腐蚀伤害皮肤时,先用干净的干布或吸水纸揩干,再用大量水冲洗。对于受酸腐蚀至伤可用饱和碳酸氢钠或稀氨水冲洗;对于受碱腐蚀至伤可用3%~5%(m)醋酸或3%(m)硼酸溶液冲洗,最后用水冲洗,必要时送医院治疗。

4.酸(或碱)溅入眼内,应立即用大量水冲洗,再用3%~5%(m)碳酸氢钠溶液[或3%(m)硼酸溶液]冲洗,然后立即到医院治疗。

5.吸入刺激性或有毒气体如氯气、氯化氢气体时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气解毒。因吸入硫化氢气体而感到不适(头晕、胸闷、欲吐)时,立即到室外呼吸新鲜空气。

6.遇毒物不慎入口时,可内服一杯含有 $5\sim 10\text{ cm}^3$ 稀硫酸铜溶液的温水,再用手指伸入咽喉部,促使呕吐,然后立即送医院治疗。

7.不慎触电时,立即切断电源。必要时进行人工呼吸,找医生抢救。

8.遇到起火,则要立即灭火,并采取措施防止火势扩展(如切断电源,移走易燃药品等)。可根据起火原因选择合适的灭火方法:

(1)一般的起火:小火用湿布、沙子覆盖燃烧物即可灭火,大火可以用水、泡沫灭火器灭火。

(2)活泼金属如 Na、K、Mg、Al 等引起的着火,不能用水、泡沫灭火器、二氧化碳灭火器灭火,只能用砂土、干粉等灭火;有机溶剂着火,切勿使用水、泡沫灭火器灭火,而应该用二氧化碳灭火器、专用防火布、砂土、干粉等灭火。

(3)电器着火:首先关闭电源,再用防火布、干粉、砂土等灭火,不要用水、泡沫灭火器灭火,以免触电。

(4)当身上衣服着火时,切勿惊慌乱跑,应赶快脱下衣服或用专用防火布覆盖着火处,或就地卧倒打滚,也可起到灭火的作用。

三、实验室废液的处理

1.实验中经常会产生某些有毒的气体、液体和固体,都需要及时排弃,特别是某些剧毒物质,如果直接排出就可能污染周围空气和水源,污染环境,损害人体健康。因此,对废液、废气和废渣要经过一定的处理后,才能排弃。

2.产生少量有毒气体的实验应在通风橱内进行,通过排风设备将少量毒气排到室外(使排出气在外面大量空气中稀释),以免污染室内空气。产生毒气量大的实验必须备有吸收或处理装置。如二氧化氮、二氧化硫、氯气、硫化氢、氟化氢等可用导管通入碱液中,使其大部分吸收后排出,一氧化碳可点燃转化成二氧化碳。少量有毒的废渣常埋于地下(应有固定地点)。下面主要介绍几种常见废液的一般处理方法。

(1)实验中通常大量的废液是废酸液。废酸缸中的废酸液可先用耐酸塑料网纱或玻璃纤维过滤,滤液加碱中和,调 pH 至 $6\sim 8$ 后就可排出。少量滤渣可埋于地下。

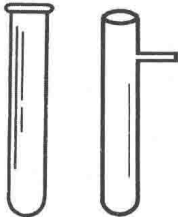
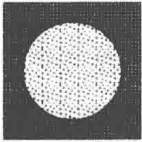
(2)实验中含铬废液量大的是废铬酸洗液。可以用高锰酸钾氧化法使其再生,继续使用。氧化方法:先在 $110\sim 130\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下不断搅拌加热浓缩,除去水分后,冷却至室温,缓缓加入高锰酸钾粉末。每 $1\ 000\text{ mL}$ 废洗液加入 10 g 左右,直至溶液呈深褐色或微紫色但不要过量。边加边搅拌直至全部加完,然后直接加热至溶液变成橙红色,停止加热。稍冷,通过玻璃砂芯漏斗过滤,除去沉淀;冷却后析出红色三氧化铬沉淀,再加适量硫酸使其溶解即可使用。少量的废洗液可加入废碱液或石灰使其生成氢氧化铬(III)沉淀,将此废渣埋于地下。

(3)氰化物是剧毒物质,含氰废液必须认真处理。少量的含氰废液可先加氢氧化钠调至 $\text{pH}>10$,再加入漂白粉,使 CN^- 氧化成氰酸盐,并进一步分解为二氧化碳和氮气。

(4)含汞盐废液应先调 pH 至 $8\sim 10$ 后,加适当过量的硫化钠,生成硫化汞沉淀,并加硫酸亚铁而生成硫化亚铁沉淀,从而吸附硫化汞共沉淀下来。静置后分离,再离心,过滤;清液含汞量可降到 $0.02\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 以下,排放。少量残渣可埋于地下,大量残渣可用焙烧法回收汞,但要注意一定要在通风橱内进行。

(5)对含重金属离子的废液,最有效和最经济的处理方法是:加碱或硫化钠把重金属离子变成难溶性的氢氧化物或硫化物而沉积下来,再过滤分离,少量残渣可埋于地下。

第三章 无机化学实验常用仪器介绍

仪器	规格	用途	注意事项
 试管 具支试管	分硬质、软质,有刻度、无刻度,有支管、无支管等 无刻度试管一般以管口直径(mm)×长度(mm)表示,有刻度试管按容量表示	1.少量试剂的反应器,便于操作和观察 2.收集少量气体的容器 3.具支试管可用于装配气体发生器、洗气装置和检验气体产物	1.可直接用火加热,当加强热时要用硬质试管,加热后不能骤冷 2.加热时应用试管夹夹持
 离心试管	分有刻度和无刻度,有刻度的以容量表示,如 5 mL、10 mL 等	少量试剂的反应器,还可用于分离沉淀	1.不可直接加热,只能用水浴加热 2.离心时,把离心试管插入离心机的套管内进行离心分离,应保持离心机转动平衡
 烧杯	分硬质、软质、有刻度、无刻度 以容量表示,如 50 mL、100 mL、250 mL、500 mL 等	1.反应器,反应物易混合均匀 2.配制溶液 3.物质的加热溶解 4.蒸发溶剂或从溶液中析出晶体、沉淀	1.加热前要将烧杯外壁擦干,加热时要置于石棉网上,使受热均匀 2.反应液体不得超过烧杯容量的 2/3,以免液体外溢
 量筒	以能够量出的最大容量表示,如 10 mL、50 mL、100 mL、500 mL 等	量取液体	1.不能加热,不能用作反应容器,不能用作配制溶液或稀释酸碱的容器 2.不可量热的溶液或液体
 石棉网	由铁丝编成,中间涂有石棉,其大小按石棉层的直径表示,如 10 cm、15 cm 等	加热玻璃器皿时,垫上石棉网,使受热物质均匀受热,不致造成局部过热	不能与水接触,以免石棉脱落或铁丝生锈
 锥形瓶 (三角烧瓶)	分有塞、无塞等 以容量表示,有 50 mL、100 mL、250 mL 等	1.反应器,振荡方便,适用于滴定反应等 2.装配气体发生器	1.盛液不宜太多,以免振荡时溅出 2.加热时要置于石棉网上或置于水浴中