



宁夏师范学院“西部一流”学科教育学学科专项研究课题  
项目编号YLXKZD1710

---

# 无机化学实验

WUJIHUAXUESHIYAN

---

安玉民 编



黄河出版传媒集团  
宁夏人民教育出版社

宁夏师范学院“西部一流”学科教育学学科专项研究课题  
项目编号YLXKZD1710

---

# 无机化学实验

WUJIHUAXUESHIYAN

---

安玉民 编

### 图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验 / 安玉民编. -- 银川: 宁夏人民教育出版社, 2019.12

ISBN 978-7-5544-3720-9

I! " 无! II! " 安! III! " 无机化学" 化学实验"  
高等师范院校" 教材 IV! ①O61-33

中国版本图书馆 "#\$ 数据核字(%&' ()第%Q)\*'' 号

## 无机化学实验

安玉民 编

责任编辑 王 宁

责任校对 王 慧

封面设计 星 秀

责任印制 殷 戈



黄河出版传媒集团 出版发行  
宁夏人民教育出版社

地 址 宁夏银川市北京东路 139 号出版大厦(750001)

网 址 <http://www.yrpubm.com>

网上书店 <http://www.hh-book.com>

电子信箱 [jiaoyushe@yrpubm.com](mailto:jiaoyushe@yrpubm.com)

邮购电话 0951-5014284

印刷装订 宁夏凤鸣彩印广告有限公司

印刷委托书号 (宁)0007614

开本 787 mm# 1092 mm 1/16

印张 14.75 字数 250 千字

版次 2019 年 12 月第 1 版

印次 2019 年 12 月第 1 次印刷

书号 ISBN 978-7-5544-3720-9

定价 39.00 元

版权所有 侵权必究

# 前 言

《无机化学实验》是宁夏师范学院化学化工学院为申报自治区级实验示范中心而配套编写的教材,也是宁夏师范学院“西部一流”学科教育学学科专项研究课题(该教材的编写体现了高等师范院校加强基础知识实验和基本实验技能训练的教学特点,体现了化学实验教学的改革需求,体现了我校师范性)地方性的办学理念(

本教材包括三部分,第一部分是无机化学实验基础知识,第二部分是实验内容,第三部分是附录(实验内容分为:无机化学实验基本操作技能,基本操作和基础化学原理实验,基础元素化学实验,无机化合物制备实验,综合设计和开放创新实验(考虑到《无机化学实验》课程在大一年级开设,而我院大多数新生在中学没有接受过化学实验技能训练,所以教学内容安排中基本操作实验所占比例较大(将二十七项基本操作分散安排在三十多个实验项目中,对学生进行由浅入深)依次递进)重复循环)强化提升的实验操作技能训练(基础化学原理实验重在引导学生和理论知识相结合,以直观形象的手段加深学生对抽象理论的理解和掌握(物理常数测定实验既可培养学生分析问题和解决问题的能力,又可促使学生养成严谨求实)一丝不苟的实验室作风(基础元素实验除了验证元素化合物的性质之外,还重在培养学生的观察能力和对实验事实的归纳总结能力(此外,在部分制备实验中对产物进行了限量分析或定量分析,要求学生建立“质”和“量”的概念(而在综合设计和开放创新实验则重在培养学生理论联系实际,要求综合运用归纳)演绎)判断)分析综合等思维方式设计问题和解决问题,训练学生的发散思维和创新思维,增强学生的创新意识和

团队合作意识,进一步提高他们的实验设计能力和动手能力(

通过本课程的教学,使学生进一步理解无机化学理论知识,系统掌握实验技能(培养学生的观察能力)思维能力)实验能力和创新能力,使他们养成严谨的实验室工作作风,掌握科学研究方法,为后续课程的学习打下扎实的基础(

由于时间紧迫和水平有限,书中的缺点和错误在所难免,欢迎老师和同学们批评指正(

# 目 录

绪 论	001
一)无机化学实验目的	001
二)无机化学实验的学习方法	001
第一部分 无机化学实验基础知识	003
一)实验室基本知识	003
二)化学实验中的数据表达与处理	006
第二部分 无机化学实验基本操作	013
一)无机化学实验常用仪器介绍	013
二)实验室常用玻璃仪器的洗涤与干燥	022
三)加热	023
四)试剂的取用	026
五)基本度量仪器的使用	028
六)实验室常见气体制备)净化)干燥)收集和性质实验	039
七)物质的分离和提纯	045
第三部分 基本操作和基础化学原理实验	056
实验一 溶液的配制	056



实验二十四	钒)钛)铬)锰	!!	134
实验二十五	铁)钴)镍	!!	137
实验二十六	配位化合物的生成和性质	!!	140
实验二十七	常见阳离子的分离与鉴定(一)	!!	142
实验二十八	常见阳离子的分离与鉴定(二)	!!	148
<b>第五部分</b>	<b>无机化合物制备实验</b>	<b>!!</b>	<b>150</b>
实验二十九	硫酸亚铁铵的制备	!!	150
实验三十	从碳酸氢铵和氯化钠制备碳酸钠	!!	152
实验三十一	由钛铁矿提取二氧化钛	!!	155
实验三十二	由铬铁矿制取重铬酸钾	!!	157
实验三十三	硫代硫酸钠的制备	!!	159
<b>第六部分</b>	<b>设计和开放创新实验</b>	<b>!!</b>	<b>161</b>
实验三十四	由粗食盐制备试剂级氯化钠	!!	161
实验三十五	含Cr(VI)废液的处理与比色测定	!!	164
实验三十六	过氧化钙的制备及含量分析	!!	166
实验三十七	四氨合铜(II)硫酸盐的制备	!!	168
实验三十八	聚碱式氯化铝的制备与净水试验	!!	170
实验三十九	离子交换法测定硫酸钙的溶度积	!!	173
实验四十	离子交换法分离锌和镉	!!	175
实验四十一	缓冲作用和氧化还原性的验证	!!	178
实验四十二	碱式碳酸铜的制备	!!	179
实验四十三	物质鉴别及混合离子的分离鉴定	!!	181

附录I	某些试剂溶液的配制	182
附录II	水的饱和蒸气压	184
附录III	常见无机化合物的溶解度(g/100gH <sub>2</sub> O)	185
附录IV	气体在水中的溶解度	192
附录V	常用酸)碱试剂的密度和浓度	194
附录VI	弱酸弱碱的解离常数	195
附录VII	难溶化合物溶度积常数	198
附录VIII	常见沉淀物的pH	202
附录IX	标准电极电势	204
附录X	配合物稳定常数	210
附录XI	国际原子量表	222
附录XII	某些离子和化合物的颜色	224
参考文献		227

# 绪 论

化学是一门以实验为基础的学科,化学中大量的概念、理论、物质性质和制备等知识是根据实验事实进行归纳、概括、分析、综合而总结形成的。理论的发展促进了实验方法和技术的更新,新实验技术的应用又为促进化学学科发展提供了手段。

化学实验教学是化学学科教学体系的重要组成部分,教育部化学与化工学科教学指导委员会制定的《高等学校本科化学专业规范》中规定:实验教学学时要占专业基础课学时的52%左右。化学实验课程承载的任务除了化学基础知识传授和基本实验技能训练以外,更重要的是要培养学生的思维能力、实验设计能力、自学能力和创新能力,形成严谨求实、一丝不苟的科学态度和勤俭节约的优良作风,并能增强学生的团队合作意识,提升学生的综合素质,将态度、情感和价值观的教育贯穿于整个实验教学之中。

## 一、无机化学实验目的

1. 对学生进行严格的化学实验基本操作技能训练,使学生学会正确使用常用仪器和设备的方法。
2. 培养学生细致观察与记录实验现象,正确测定、记录与处理实验数据,正确阐述实验结果的能力。
3. 培养学生通过查阅资料,独立选择实验方法、实验条件、实验材料并进行实验设计与实施的能力。
4. 使学生通过对实验事实归纳综合、分析判断等获得感性知识,巩固和加深对无机化学基本理论、基础知识的理解,进一步掌握常见元素及其化合物的重要性质和反应规律,了解无机化合物的一般制备和提纯方法,为后续课程学习打下良好基础。
5. 培养学生严谨的科学态度、良好的实验作风和环境保护意识。

## 二、无机化学实验的学习方法

作为一门实践性课程,在无机化学实验的教学中首先要引导学生树立正确的专业

思想和端正学习态度,掌握正确的学习方法。做好无机化学实验必须掌握如下几个环节:

### 1. 预习

实验前进行预习是保证做好实验的一个重要环节,预习应达到下列要求:

- (1) 阅读实验教材和教科书中的有关内容。
- (2) 明确本实验的目的。
- (3) 熟悉实验内容、有关原理、步骤、操作过程和实验时应注意的事项。
- (4) 认真思考能影响实验结果的因素,鼓励学生探索新的实验思路和方法。
- (5) 写好预习报告。

### 2. 实验

指导教师对初次进入实验室的学生应及时讲解实验室规则和实验室安全守则并要求学生严格遵守。每个实验项目应要求学生根据实验教材上所规定的方法、步骤和试剂用量来进行操作,并应做到下列几点:

(1) 认真操作,仔细观察,冷静思考,把观察到的现象或实验数据如实地详细记录在实验报告中。

(2) 如果发现实验现象不符合课本所学内容或实验数据误差较大时,应认真思考和检查实验过程并细心地重做实验。

(3) 实验中遇到疑难问题而自己难以解决时,首先要阅读课本或查阅资料来进行分析判断,如仍无法独立解决可与同学共同探讨或请教指导教师。

(4) 在实验过程中应保持肃静,不做与实验无关的事情。

(5) 鼓励学生对实验方案进行质疑和创新,经指导教师同意学生可用自己设计的方案进行实验。

### 3. 实验报告

实验结束后,应将实验现象、实验数据和实验产品等实验结果进行整理,得出结论并写出实验报告。对元素化合物性质的实验要根据要求写出反应方程式,对测定类实验所得到的数据要进行处理和计算,对制备类实验得到的产品要根据要求进行检测并回收,最后要独立完成实验报告,交指导教师审阅。若有实验现象,解释、结论、数据等不符合要求,应重做实验或重写报告。实验报告书写时应字迹端正,简明扼要,整齐清洁。

# 第一部分 无机化学实验基础知识

## 一、实验室基本知识

### (一) 实验室规则

师生的实验活动都要遵守实验室工作规则,应做到:

1. 遵守纪律,保持肃静,集中思想,认真操作。
2. 仔细观察实验中出现的各种现象,并如实地详细记录在实验报告中。
3. 实验时应保持实验室清洁整齐,实验台面上不乱堆乱放。废纸、火柴梗等固体废物等应放在指定地方,实验完后再收集放入垃圾桶;打碎的玻璃仪器应放入单独的垃圾箱,与其他固体垃圾不要混在一起;废液应倒入废液缸内,严禁倒入水槽内,以防水槽淤塞和腐蚀。
  4. 爱护实验室仪器和设备,严格按操作要求和操作规程使用,注意节约水和电。
  5. 使用药品时应注意下列几点:
    - (1) 药品应按规定量取用,如果书中未规定用量,应尽量少用,注意节约。
    - (2) 取用固体药品时,注意勿使其撒落在实验台上。
    - (3) 药品自试剂瓶中取出后,用后剩余的部分不能倒回原瓶中,以免带入杂质而造成试剂污染。
    - (4) 试剂瓶塞子取下后,应将塞子倒放在桌面上。用过后应立即盖上塞子并放回原处,避免和其他瓶上的塞子搞错,混入杂质。
    - (5) 滴瓶上配套的滴管应专用,同一滴管在未洗净时,不得吸取不同溶液。
    - (6) 实验教材中规定在实验结束后要回收的药品,应收集倒入专门的回收瓶中。
    - (7) 使用精密仪器时,必须要仔细阅读仪器使用说明书或认真听老师讲解,熟悉仪器使用方法,严格按照操作规程进行操作,避免操作不当损坏仪器。如发现仪器有故障,应立即停止使用并报告指导教师,及时排除故障。
    - (8) 实验后,应将仪器洗刷干净放回规定的位置,擦净整理好实验台面并打扫地面,最后检查水龙头和电源是否关好。实验室内一切物品(仪器药品和产物等)不得带

离实验室。离开实验室前,需报告实验教师,经同意后方可离开。

## (二) 实验室安全知识

### 1. 实验室安全守则

(1) 不要用湿的手、物接触电源,水、电、煤气一经使用完毕,就立即关闭水龙头、煤气开关并拉下电闸。点燃的火柴用后立即熄灭,将火柴梗放入收集固体垃圾的纸盒中或烧杯中,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) 玻璃管与胶管、胶塞等拆接时,应先用水润湿,手上垫棉布,以免玻璃管折断扎伤手。

(4) 配制有挥发性的药品或做能产生  $\text{HCN}$ 、 $\text{NO}_2$ 、 $\text{H}_2\text{S}$ 、 $\text{SO}_2$ 、 $\text{Cl}_2$ 、 $\text{Br}_2$ 、 $\text{NH}_3$ 、 $\text{CO}$  及其他有毒和腐蚀性气体的实验时,应在通风橱中进行,通过排风设备将少量毒气排到室外,产生大量有毒气体的实验必须要有具备吸收或处理能力的装置,可参考工业废气处理办法用吸附、吸收、氧化、分解等方法处理后排放。

(5) 稀释浓硫酸时,只能将浓硫酸慢慢倒入水中同时不断搅拌,必要时可将盛装硫酸的容器浸在冷水中或用流水冲洗容器外壁冷却。

(6) 蒸馏易燃液体时严禁用明火。蒸馏过程必须有人守护,以防温度过高或冷却水突然中断。易燃溶剂加热时,必须在水浴或沙浴中进行,避免明火。

(7) 使用汞时为减少汞的蒸发,可在汞液面上加一层水或甘油。溅落的汞应尽量收集起来,再在拣过的地方撒上硫磺粉或漂白粉。

### 2. 实验室事故处理

(1) 创伤。伤处不能抚摸,也不能用水洗涤。若是玻璃创伤,先把碎玻璃渣从伤处挑出。轻伤可涂以紫药水(或红汞水、碘酒),必要时可涂以消炎药,用绷带包扎。

(2) 烧烫(灼)伤。以冷水冲洗 15~30 分钟至散热止痛,伤处皮肤未破时,可涂擦饱和碳酸氢钠溶液于伤处,也可抹烫伤膏。如果伤处皮肤已破,可涂些紫药水或 1% 高锰酸钾溶液,必要时可包扎。

(3) 受酸腐蚀致伤。先用大量水冲洗,再用饱和碳酸氢钠溶液(或稀氨水、肥皂水)洗,最后再用水冲洗。如果酸液溅入眼内,用大量水冲洗后,送医院诊治。

(4) 受碱腐蚀致伤。先用大量水冲洗,再用 2% 醋酸溶液或硼酸溶液洗,最后再用水冲洗。如果碱液溅入眼中,先用硼酸溶液冲洗,再用水冲洗。

(5) 受溴腐蚀致伤。用苯或甘油洗濯伤口,再用水洗。

(6) 受磷灼伤。用 1% 硝酸银、5% 硫酸铜或浓高锰酸钾溶液洗濯伤口,然后包扎。

(7)吸入刺激性或有毒气体。吸入氯气、氯化氢气体时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气解毒。吸入硫化氢或一氧化碳气体时,应立即到室外呼吸新鲜空气。

(8)毒物进入口内。将5~10 mL稀硫酸铜溶液加入一杯温水中内服后,用手指刺激咽喉部促使呕吐,吐出毒物后立即送医院。

(9)触电。首先切断电源,对触电严重者立即进行救治,在必要时进行人工呼吸,再送医院治疗。

(10)起火。起火后要立即灭火防止火势蔓延(移走可燃药品等),灭火的方法要针对起因选用合适的方法和灭火设备,选用水、沙、泡沫、CO<sub>2</sub>、CCl<sub>4</sub>、干粉灭火器等灭火。

### 3. 危险化学品保存和使用

(1)在使用一种不了解的化学药品前应做好的准备有:明确这种药品在实验中的作用,掌握这种药品的物理性质(如:熔点、沸点、密度、溶解性等)和化学性质,了解这种药品的毒性,了解这种药品对人体的侵入途径和危险特性,了解中毒后的急救措施等必要知识。

(2)乙醚、酒精、丙酮、二硫化碳、苯、汽油等有机溶剂易燃,要保存在通风橱里且不得存放过多,切不可倒入下水道,以免集聚引起火灾。

(3)金属钠、钾、铝粉、电石、黄磷以及金属氢化物要注意使用和存放,钠、钾要保存在煤油中,黄磷保存在水中,电石、金属氢化物不宜与水直接接触。

(4)氢、乙烯、乙炔、苯、乙醇、乙醚、丙酮、乙酸乙酯、一氧化碳、水煤气和氨气等可燃性气体与空气混合至爆炸极限,一旦有一热源诱发,极易发生爆炸。要防止可燃性气体或蒸气散失在室内空气中,保持室内通风良好。当大量使用可燃性气体时,应严禁使用明火和可能产生电火花的电器。

(5)过氧化物、高氯酸盐、硝酸铵、叠氮铅、乙炔铜、三硝基甲苯等易爆物质,受震或受热可能发生爆炸。要和强氧化性物质或强还原性物质分开存放,使用时轻拿轻放,远离热源。

(6)氰化物、三氧化二砷、汞、白磷等有毒药品要严格按照有关规定,在专门房间里用保险柜存放,由专人负责,使用时要登记,用后剩余部分要回收。

### 4. 实验室废液处理

(1)无机酸类:将废液慢慢倒入过量的含碳酸钠或氢氧化钙的水溶液中或用废碱互相中和,中和后用大量水冲洗。

(2)氢氧化钠、氨水用6 mol·L<sup>-1</sup>盐酸溶液中和,并用大量水冲洗。

(3)含汞、砷、锑、铋、铅等离子的废液:控制酸度  $0.3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}(\text{H}^+)$  以下,使其生成硫化物沉淀。

(4)含氟废液:加入石灰使生成氟化钙沉淀。

(5)含氰废液:加入氢氧化钠使 pH 值为 10 以上,加入过量的高锰酸钾(3%)溶液,使  $\text{CN}^-$  氧化分解。如  $\text{CN}^-$  含量高,可加入过量的次氯酸钙和氢氧化钠溶液。

(6)废弃的有害固体药品严禁倒入生活垃圾处,必须经处理解毒后埋于地下固定地点。

## 二、化学实验中的数据表达与处理

### (一)测量误差

测得的实验值与真值之差值称测定值的误差,测定误差的估算与分析对实验结果的准确性具有重要的意义。

#### 1. 真值与平均值

任何一个被测量的物理量总存在一定的客观真实值,即真值,由于测量的仪器、方法等引起的误差,真值一般不能直接测得,若在实验中无限多次的测量时,则根据误差分布定律,正负误差出现的几率相等,将各个测量值相加并加以平均,在无系统误差的情况下,可能获得近似于真值的数值,因此实验科学给真值定义为:无限多次的测量平均值称为真值。而在实际测量中的次数是有限的,故用有限测量次数求出的平均值,只能是近似真值,称最佳值。在实验测量中使用高精度级标准仪器所测得的值代替真值。常用的平均值有算术平均值:

$$x_m = \frac{x_1 + x_2 + \cdots + x_n}{n} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

上述各式中:

$x_1, x_2, \cdots, x_n$ ——各次测量值;

$x_m$ ——平均值;

$n$ ——测量的次数。

#### 2. 准确度与误差

准确度是指测量值与真实值之间相差的程度,用误差表示。误差越小,表示测量结果的准确度越高。误差可以表示为绝对误差和相对误差:

绝对误差( $\Delta x$ ) = 测量值( $x$ ) - 真实值( $x_T$ )

相对误差( $E_r$ ):绝对误差与真值之比称为相对误差

$$E_r = \frac{\Delta x}{x_r} \times 100\%$$

### 3. 误差的性质及其分类

#### (1) 系统误差。

在一定的条件下,对同一量进行多次测量时,误差的数值始终保持不变,或按某一规律变化出现的误差,称为系统误差。这种误差是由某种固定的原因造成的。如方法误差(由测定方法本身引起的),仪器误差(仪器本身不够准确),试剂误差(试剂不够纯),操作误差(实验操作人员的习惯与偏向等因素)。例如:使用刻度不准、零点未校准的测量仪器;实验状态、环境的改变,如外界的温度、压力、湿度的变化都会引起系统误差。这类误差往往在同一条件下重复测定时会重复出现,经过精确的校正可以消除。

#### (2) 随机误差(偶然误差)。

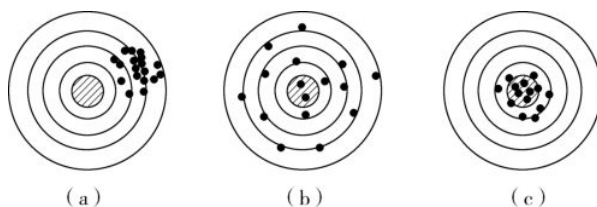
在相同条件下,测量同一物理量时误差的绝对值时大时小,符号时正时负,没有一定的规律且无法预测,是由于一些难以控制的偶然因素引起的误差。但这种误差完全服从统计规律,对于同一物理量作多次的测量,随着测量次数的增加,随机误差的算术平均值趋近于零,因此多次测量的算术平均值将接近于真值。

如果由于操作错误或人为失误所产生的误差,则属于过失误差,这类误差往往表现为与正常值相差很大,在数据整理时应予以剔除。

### 4. 实验数据的精确度

精确度(又称准确度)与误差的概念是相辅相成的,精确度高,误差就小;误差大,精确度就低。它反映系统误差和随机误差综合大小的程度。

精密度表示测量中所得到的数据重复性的的大小,它反映了随机误差的大小,以靶为例。下图(a)表示弹着点密集而离靶心(真值)甚远,说明精密度高,随机误差小,但系统误差大,精确度低;图(b)表示精密度低,随机误差大,但系统误差较小;图(c)的系统误差与随机误差均小,精确度和精密度均高。



精密度与精确度示意图

## 5. 提高测量结果准确度的方法

在实验时,进行多次测量,取其平均值作为测量结果,可以减少偶然误差并消除过失误差。测量过程中,提高准确度的关键是尽可能减少系统误差,减少系统误差的方法有:

(1)校正测量仪器和测量方法。用国家标准方法与采用的测量方法相比较,以校正所选用的测量方法。对准确度要求较高的测量,要对选用的仪器,如天平砝码、滴定管、移液管、容量瓶、温度计等进行校正。

(2)空白实验。空白实验是在同样测定条件下,如用蒸馏水代替试液,用同样的方法进行实验。其目的是消除由试剂(或蒸馏水)和仪器带进杂质所造成的系统误差。

(3)对照实验。对照实验是用已知准确成分或含量的标准样品代替试液,在同样的测定条件下,用同样的方法进行测定的一种方法。其目的是判断试剂是否失效,反应条件是否控制适当,操作是否正确,仪器是否正常。

对照实验也可以用不同的测定方法,或由不同单位不同人员对同一试样进行测定来互相对照,以说明所选方法的可靠性。

### (二)有效数字

在化学实验中,经常要根据实验测得的数据进行化学计算,但是在测定实验数据时,应该用几位数字?在化学计算时,计算的结果应该保留几位数字?这些都是需要首先解决的问题。为了解决这两个问题,需要了解有效数字的概念及其运算规则。

#### 1. 有效数字的概念及其位数的确定

有效数字是实际能够测量到的数字,具有实际意义的有效数字位数,是根据测量仪器和观察的精确程度来决定的。在测量和实验中,我们经常遇到两类数字,一类是无单位的数字,例如圆周率 $\pi$ 等,其有效数字位数可多可少,根据我们的需要来确定有效数字。另一类是表示测量结果有单位的数字,例如:温度、压强、流量等。这类数字不仅有单位,且它们最后一位数字往往由仪表的精度而估计得到,例如精度为 $1/10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温度计,读得 $19.75\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,则最后一位是估计的,所以记录或测量数据时通常以仪表最小刻度后保留一位有效数字。

比如,在台秤上称量某物为 $6.5\text{ g}$ ,因为台秤的精密度为 $\pm 0.1\text{ g}$ ,所以该物质量可表示为 $(6.5\pm 0.1)\text{ g}$ ,它的有效数字是2位。如果将该物放在分析天平上称量,得到的结果是 $6.5185\text{ g}$ ,由于分析天平的精密度为 $\pm 0.0001\text{ g}$ ,所以该物质量可以表示为 $(6.5185\pm 0.0001)\text{ g}$ ,它的有效数字是5位。

又如,用最小刻度为 $1\text{ mL}$ 的量筒测量液体体积时,测得体积为 $13.5\text{ mL}$ ,其中