

无机化学实验

主 编:毛海荣

副主编:王水婷 徐春霞

编 委:沈久明 刘耀民 秦会安

李凤菊 李春仁 谢建刚

卢艳霞

东南大学出版社

内 容 提 要

本书以本科师范院校无机化学课程教学基本要求为依据,吸收了多项化学实验教学改革成果,如微型实验、设计实验、系列化学实验等,充分体现了新世纪教学改革的精神。在实验内容选取上突出时代性、应用性、规范性和全面性,注意体现师范化学实验教材的特点。本书共分九章,内容除绪论、基础知识、实验数据处理、实验基本操作、常用仪器及其使用外,实验内容按基本操作练习、化学原理及物理常数测定、元素化学实验、综合设计与研究性实验等模块结构编写,对大学无机化学实验进行整体优化、内容更新,层次清晰。

本书的特点:基本操作练习实验充分体现师范教材的特点,加强基本操作和基本训练的规范化;对基本操作及仪器使用的介绍详细全面,以利于学生主动、灵活地在各实验中反复训练;附录中的常用数据准确、全面,可供学生随时查阅;精选实验内容,删除重复性、污染大气的实验,增加综合性、设计性、研究性、微型实验,培养学生的实践能力和创新意识;对某些实验数据采用计算机编程处理。

本书可作为高等师范院校、理工科院校化学实验教材,以及有关专业的化学实验教材及参考书。

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/毛海荣主编. —南京:东南大学出版社,

2006. 8

ISBN 7-5641-0496-1

I. 无... II. 毛... III. 无机化学—化学实验
—师范大学—教材 IV. O61-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 084733 号

东南大学出版社出版发行
(南京四牌楼 2 号 邮编 210096)

出版人:宋增民

江苏省新华书店经销 印刷厂印刷
开本:787mm×1092mm 1/16 印张:22 字数:577 千字
2006 年 8 月第 1 版 2006 年 8 月第 1 次印刷
印数:1—3000 定价:30.00 元

(凡因印装质量问题,可直接与读者服务部联系调换。电话:025—83792328)

前 言

化学是一门实践性很强的学科。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,使其掌握基本的操作技能、实验技术,培养其分析问题、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。

本书以本科师范院校无机化学课程教学基本要求为依据,在《基础无机化学实验》(2001年出版)的基础上修改而成,吸收了多项化学实验教学改革成果,如微型实验、设计实验、系列化学实验等,充分体现了新世纪教学改革的精神。在实验内容选取上突出时代性、应用性、规范性和全面性,注意体现师范化学实验教材的特点。本书共分九章,内容除绪论、基础知识、实验数据处理、实验基本操作、常用仪器及其使用外,实验内容按基本操作练习、化学原理及物理常数测定、元素化学实验、综合设计与研究性实验等模块结构编写,对大学无机化学实验进行整体优化、内容更新,层次清晰。本书有以下特点:

基本操作练习实验充分体现师范教材的特点,加强基本操作和基本训练的规范化和全面性。在本书的前五章系统地介绍了基本知识、基本操作与仪器。在后续各章实验中都明确对基本操作的要求反复练习。并将基本操作实验专设一章——第6章(基本操作练习),以系统性地锻炼学生的基本操作的训练。

对基本操作及仪器使用的介绍详细全面,以利于学生主动、灵活地在各实验中反复训练。第5章——常用仪器及其使用中,删除了阻尼式分析天平的内容,保留了电光分析天平内容,增加了单盘天平和电子天平使用的内容,同时对于其他仪器(如酸度计,紫外—可见分光光度计等),还增加了新型仪器的使用方法。

改进了第8章——元素化学实验。对原来注入式和验证式的实验教学模式及内容进行了改革,一些性质实验由原来的照方抓药改为给出实验要求、提供试剂、学生自行设计实验步骤、试剂的用量来进行实验;把常规验证性特别是污染性较大的实验改为微型化学实验。目的在于加强学生综合运用化学知识和实验技能的能力,并初步锻炼学生设计实验的能力。

无机化合物的制备实验除了介绍水溶液中的制备方法以外,还介绍了非水溶剂体系中的制备、微波制备等新方法。制备实验中都包含产品的分析与鉴定,以提高制备化学实验的教学要求。

现行教材中,培养学生综合能力的实验大多可操作性差,学生望而却步,尤其是对设计性实验无从下手。针对现状,本书在编写中增强了综合、设计与研究性实验的可操作性,并在前期的基本操作实验中就逐步训练学生的综合设计能力。同时增强了实验内容的应用性,如安排了植物中某些元素的分离与鉴定、由废弃的锌锰干电池制取硫酸锰铵复盐及锌粒等实验。

附录中的常用数据准确、全面,可供学生随时查阅。

本教材参考学时为90~120学时,各院校亦可根据实际情况选择教学内容,学时随之调整。

参加本书编写工作的有:信阳职业技术学院李春仁(第1~3章,附录14),郑州师专徐春霞(第4章1~3,9~11节)、濮阳职业技术学院刘耀民(第4章4~8节),郑州师专李凤菊(第5章1~2节,附录9~10)、郑州师专秦会安(第5章3~7节,附录1~5),郑州师专王水婷(第6章,附录6~8),郑州师专谢建刚(第7章实验11~18,第九章实验47~49,附录12~13)、郑州师专卢艳霞(第7章实验19~24,附录11),信阳师范学院沈久明(第8章),郑州师专毛海荣(第9章实验37~46,附录15~17),最后由毛海荣负责修改并统稿。本教材在教学实践与编写过程中,得到了信阳师范学院、郑州师专、濮阳职业技术学院、信阳职业技术学院有关领导的关心与支持。另外,许多老教师对该书的内容也做出了很大贡献,在此一并表示衷心感谢!

本书在编写过程中,参阅了一些兄弟院校的教材,并吸取了其中一些内容,在此表示谢意。编者虽然多数都是长期在教学第一线主讲本门课程的教师,但毕竟各校情况不同,编写风格各异,再加上编者水平所限,难免有疏漏与不妥之处,恳请读者批评指正。

编 者
2006年5月

目 录

第 1 章 绪论	(1)
一、无机化学实验的目的	(1)
二、无机化学实验的学习方法	(1)
三、无机化学实验的成绩评定	(7)
第 2 章 实验室基础知识	(8)
一、实验室规则	(8)
二、实验室安全知识	(9)
三、实验室用水规格、制备及检验	(12)
四、实验室三废处理	(13)
第 3 章 实验数据处理	(16)
一、误差	(16)
二、有效数字及其运算规则	(18)
三、实验数据的表达与处理	(21)
第 4 章 实验基本操作	(24)
一、无机化学实验中常用的仪器	(24)
二、常用仪器的洗涤和干燥	(31)
三、化学试剂的分类及取用	(35)
四、加热与冷却	(39)
五、固体的溶解、结晶与分离	(44)
六、萃取与蒸馏	(53)
七、色谱法	(59)
八、常用无机试剂的纯化与干燥	(65)
九、气体发生与收集	(69)
十、试纸的使用	(75)
十一、玻璃量器的使用	(76)
第 5 章 常用仪器及其使用	(86)
一、常用加热仪器	(86)
二、称量仪器	(93)
三、pH 计	(110)
四、分光光度计	(115)
五、气压计	(122)

六、电导率仪	(125)
七、温度计与秒表	(129)
第 6 章 基本操作练习	(133)
实验一 仪器的认领、洗涤和干燥	(133)
实验二 玻璃加工与塞子钻孔	(135)
实验三 分析天平的使用(一)	(141)
实验四 分析天平的使用(二)	(144)
实验五 二氧化碳相对分子质量的测定	(146)
实验六 溶液的配制	(149)
实验七 酸碱标准溶液浓度的标定	(154)
实验八 氯化钠的提纯	(159)
实验九 硝酸钾的制备及提纯	(164)
实验十 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 离子的分离	(167)
第 7 章 化学原理及物理常数测定实验	(170)
实验十一 摩尔气体常数的测定	(171)
实验十二 阿伏伽德罗常数的测定	(174)
实验十三 氯化铵生成焓的测定	(177)
实验十四 过氧化氢分解热的测定	(180)
实验十五 化学反应速率和活化能的测定	(183)
实验十六 电动势法测定卤化银溶度积常数	(187)
实验十七 磺基水杨酸铜(Ⅱ)的组成及稳定常数的测定	(189)
实验十八 银氨配离子配位数的测定	(192)
实验十九 电离常数和电离度的测定	(195)
实验二十 电解质溶液和电离平衡	(199)
实验二十一 沉淀的生成和溶解	(203)
实验二十二 氧化还原反应和电化学	(206)
实验二十三 配位化合物的生成和性质	(210)
实验二十四 简单分子结构与晶体结构模型的制作	(213)
第 8 章 元素化学实验	(217)
实验二十五 卤素	(217)
实验二十六 微型实验研究示例	(221)
实验二十七 氧、硫	(223)
实验二十八 氮、磷	(227)
实验二十九 碳、硅、硼	(232)
实验三十 碱金属和碱土金属	(236)
实验三十一 p 区重要金属化合物的性质(锡、铅、锑、铋)	(239)
实验三十二 铜、银、锌、镉、汞	(242)
实验三十三 铬、锰、铁、钴、镍	(247)
实验三十四 紫菜中碘的提取及其含量的测定	(252)

实验三十五	碘化锡的制备及其最简式的确定	(254)
实验三十六	无机颜料铁黄的制备	(256)
第9章	综合、设计与研究性实验	(258)
实验三十七	硫酸亚铁铵的制备	(261)
实验三十八	三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备、组成测定及表征	(264)
实验三十九	由废铜屑制氧化铜、硫酸铜晶体及其结晶水的测定	(269)
实验四十	常见阴离子未知液的定性分析	(272)
实验四十一	常见阳离子未知液的定性分析	(274)
实验四十二	无机纸上色谱	(279)
实验四十三	植物中某些元素的分离和鉴定	(282)
实验四十四	微波辐射法制备 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	(284)
实验四十五	磷重要化合物的制备	(286)
实验四十六	明矾晶体的制备	(289)
实验四十七	非金属材料化学镀铜	(292)
实验四十八	由废弃的锌锰干电池制取硫酸锰铵复盐及锌粒	(295)
实验四十九	从含银废液中回收银制备硝酸银	(297)
附录		(299)
一、	国际相对原子质量表	(299)
二、	化合物的摩尔质量	(300)
三、	常用酸碱试剂浓度及密度	(303)
四、	某些试剂溶液的配制	(304)
五、	水的饱和蒸汽压	(305)
六、	气体在水中的溶解度	(307)
七、	弱电解质的解离常数	(307)
八、	化合物的溶度积常数表(298 K)	(309)
九、	某些配离子的标准稳定常数(298.15 K)	(310)
十、	标准电极电势表	(311)
十一、	常见离子的鉴定方法	(317)
十二、	某些离子和化合物的颜色	(327)
十三、	溶解性表	(329)
十四、	不同温度下常见无机化合物的溶解度(g/100 g 水)	(332)
十五、	危险药品的分类、性质和管理	(340)
十六、	常用的化学手册及参考书	(342)
十七、	常用化学信息网址资料	(343)
参考资料		(344)

第1章 绪论

一、无机化学实验的目的

化学是一门以实验为基础的自然学科。许多化学的理论与规律来自实验,同时,这些理论与规律的应用与评价也要依据实验的探索和检验。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,使其掌握基本的操作技能、实验技术,培养其分析问题、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。

无机化学实验不仅是无机化学课程的重要组成部分,而且也是学习无机化学的一个重要环节,是高校化学专业学生第一门必修的实验课。这门课程的主要目的是:

(1) 学生通过实验,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,学会正确地使用基本仪器测量实验数据。

(2) 学生通过实验,巩固并加深对无机化学基本概念和基本理论的理解,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制备、提纯和检验方法。

(3) 通过实验培养学生细致观察实验的能力,正确掌握实验记录、数据处理及结果表达的方法,并逐步提高对实验现象及实验结果进行分析判断、归纳和做出正确实验结论的能力。

(4) 通过综合设计、研究性实验,使学生逐渐能自己动手进行整体的实验,包括查找资料、方案设计、动手实验、观察现象、获取数据、分析问题、解决问题,并加以处理和表达,最后得出结论等各个环节,提高学生的综合素质和独立工作的能力,增强学生独立思考、分析问题、解决问题和创新能力,为今后的科研工作奠定基础。

(5) 在培养学生智力因素的同时,还要培养学生的科学精神和科学品德,使学生从一开始就逐步树立实事求是、严谨认真、勤奋好学的思想品质,认真细致的工作作风,条理整洁的良好习惯和互助协作的团队精神。

二、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,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四个方面:

(一) 认真预习,做好预习报告

预习是做好实验的前提和保证。预习工作可以归纳为看、查、写。

(1) 认真阅读实验教材和教科书中的有关内容及参考资料,做到明确目的、了解实验原理。

(2) 熟悉实验内容、主要操作步骤及数据的处理方法。

(3) 提出注意事项,合理安排实验时间.

(4) 预习或复习基本操作、有关仪器的使用.

(5) 查阅附录或有关手册,列出实验所需的物理化学数据.

(6) 在预习的基础上,认真写好预习报告.预习报告是学生在预习中,通过自己的思维,把学习心得、体会,用自己的语言简明而又清楚地书写在实验专用的预习本(一般也是实验的记录本)上,切忌抄书或草率应付,尽可能用方框、符号、箭号、表格等形式表达.预习报告内容应包括:实验题目、实验目的、实验基本原理、实验内容(步骤)、注意事项、实验记录(图、表要设计好)、预习中不够清楚需问老师的问题等.

教师若发现学生预习不够充分时,可以责令其停止实验重补预习,达到预习的基本要求后,再进行实验.

(二) 积极参加实验课堂讨论,注意倾听老师的实验讲解

(1) 实验前或实验后,教师组织课堂讨论,学生应认真准备,踊跃发言,将自己在预习中的心得、体会,在实验中对现象的观察、思考,对实验结果的分析、判断,对整体实验的评说、创意等进行交流.这不仅是对实验的进一步学习和提高,而且是对自己口头交流、表达甚至是演讲能力的极好训练.

(2) 观看操作录像,或由教师操作示范,使基本操作规范化.

教师的讲解、操作示范或总结、讲评,学生必须注意听讲和领会,对一些重点、要点和注意事项还应做好笔记,对不理解的问题及时发问,还可以对实验的内容、安排或其他问题提出意见或建议.

(三) 做好实验

(1) 按拟定的实验步骤独立操作,既要大胆,又要细心.仔细观察实验现象,认真测定数据,并做到边实验、边思考、边记录.

(2) 观察的现象,测定的数据,要如实记录在报告本上.不用铅笔记录,不记在草稿纸、小纸片上.不凭主观意愿删去自己认为不对的数据,不杜撰原始数据.原始数据不得涂改或用橡皮擦拭,如有记错可在原始数据上画一道杠,再在旁边写上正确值.

(3) 实验中要勤于思考,仔细分析,力争自己解决问题.碰到疑难问题,可查资料,亦可与教师讨论,获得指导.

(4) 如对实验现象有怀疑,在分析和查原因的同时,可以做对照实验、空白实验,或自行设计实验进行核对,必要时应多次实验,从中得到有益的结论.

(5) 如实验失败,要检查原因,经教师同意后重做实验.

学生在实验中应该认真务实,按预习好的顺序有条不紊地进行,做到勤动手、勤观测、勤思考、勤记录,对于综合设计和研究性实验应该既有敢想敢做的精神,又有科学认真、实事求是的态度,开拓思路,勇于创新,敢于试验.

(四) 写好实验报告

实验报告是每次实验的记录、概括和总结.写好实验报告是培养学生思维能力、书写能力和总结能力的有效方法.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,交指导老师批阅.

实验报告的书写,一般分三部分:

(1) 预习部分(实验前完成):包括实验名称、实验目的(简述该实验所要达到的目的)、实

验原理(简要介绍实验的基本原理和主要反应方程式)、实验内容(要求简明扼要,尽量用表格、框图、符号表示,不要全盘抄写)、注意事项。

(2) 记录部分(实验时完成):包括实验现象、测定数据,这部分称为原始记录(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),尽可能用表、图形式表达。

(3) 结论部分(实验后完成):包括对实验现象,尤其是异常现象或疑难问题的分析、解释、结论;原始数据的处理、误差分析、讨论;对实验方法、内容等发表看法、意见,提出创新建议等。

实验报告要求按一定格式书写,字迹端正,叙述简明扼要,实验记录、数据处理采用表、图的形式,图表清晰,形式规范,报告本整齐清洁。

下面列举几种不同类型的实验报告格式,以供参考。

无机化学制备实验报告示例

实验名称:硝酸钾的制备

室温_____

气压_____

指导教师

日期

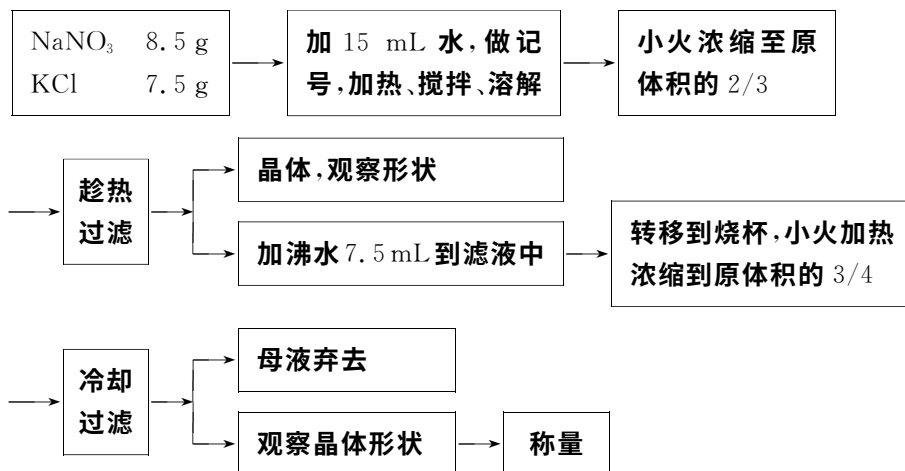
一、实验目的

1. 利用钾盐、硝酸盐在不同温度时溶解度不同的性质来制备硝酸钾。
2. 学习称量、溶解、加热、冷却、过滤等无机制备的基本操作。

二、原理

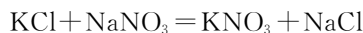
当 KCl 和 NaNO_3 溶液混合时,混合液中同时存在 K^+ 、 Na^+ 、 Cl^- 、 NO_3^- 四种离子,由它们组成的四种盐,在不同的温度下有不同的溶解度,利用 NaCl 、 KNO_3 的溶解度随温度变化而变化的差别,高温除去 NaCl ,滤液冷却得到 KNO_3 。

三、实验步骤



四、记录

1. 实验现象:
2. 产量:
3. 理论产量:



KNO_3 的质量 $m = 8.5 \times 101 \div 85 = 10.1 \text{ g}$

$$\text{产率} = (\text{实际产量} / \text{理论产量}) \times 100\%$$

五、问题和讨论(略)

无机化学测定实验报告示例

实验名称: 摩尔气体常数 R 的测定

室温 _____

气压 _____

指导教师

日期

一、实验目的

1. 巩固分析天平的使用.
2. 练习测量气体体积的操作(量气管液面位置的观察, 仪器装置的检漏).
3. 进一步了解气体分压的概念.

二、原理

一定量的金属镁 $m(\text{Mg})$ 和过量的稀酸作用, 产生一定量的氢气 $m(\text{H}_2)$, 在一定的温度 (T) 和压力 (p) 下, 测定被置换的氢气体积 $V(\text{H}_2)$. 根据分压定律, 算出氢气的分压: $p(\text{H}_2) = p - p(\text{H}_2\text{O})$, 假定在实验条件下, 氢气服从理想气体行为, 可根据气态方程式计算出摩尔气体常数 R :

$$R = \frac{p(\text{H}_2)V(\text{H}_2) \times 2.016}{m(\text{H}_2)T}$$

其中

$$m(\text{H}_2) = 2.016 \times m(\text{Mg}) / A_r(\text{Mg})$$

式中, $A_r(\text{Mg})$ 为 Mg 的相对原子质量. 所以

$$R = \frac{p(\text{H}_2)V(\text{H}_2)A_r(\text{Mg})}{m(\text{Mg})T}$$

三、实验步骤

1. 称量 用分析天平准确称取三份镁条, 每份质量约 $(0.030 \pm 0.005)\text{g}$.
2. 安装 如图装配仪器, 赶气泡.
3. 检漏 把漏斗下移一段距离, 并固定. 如量气管中液面稍稍下降后(约 $3 \sim 5\text{ min}$) 即恒定, 说明装置不漏气. 如装置漏气, 检查原因, 并改进装置, 重复试验, 直至不漏气为止.
4. 测定 用漏斗加 5 mL 稀 H_2SO_4 到试管内(切勿使酸沾在试管壁上), 用少量水润湿镁条, 沾于试管上部内壁上. 调整漏斗高度, 使量气管液面保持在略低于刻度“0”的位置, 塞紧磨口塞, 检查是否漏气. 使量气管和漏斗内液面保持同一水平, 读量气管液面的位置, 记录. 抬高试管底部, 使镁条与酸接触. 同时降低漏斗位置, 使两液面大体水平. 待试管冷却至室温, 保持两液面同一水平, 记下液面位置. 稍等 $1 \sim 2\text{ min}$ 再记录液面位置.
5. 用另两份已称量的镁条重复实验.

四、数据记录和处理

实验序号	1	2	3
镁条质量 $m(\text{Mg})/\text{g}$			
反应后量气管液面位置/mL			
反应前量气管液面位置/mL			
氢气体积 $V(\text{H}_2)/\text{mL}$			

实验序号	1	2	3
室温 T/K			
大气压 p/Pa			
T 时的饱和水蒸气压 $p(\text{H}_2\text{O})/\text{Pa}$			
氢气分压 $p(\text{H}_2)/\text{Pa}$			
摩尔气体常数 R			
$R_{\text{平均}}$			
相对误差 $(R_{\text{测}} - R_{\text{理}})/R_{\text{理}} \times 100\%$			

五、问题与讨论(略)

无机化学性质实验报告示例

实验名称:碱金属、碱土金属

室温_____ 气压_____ 指导教师_____ 日期_____

一、实验目的

1. 试验并了解少数锂、钠、钾盐的微溶性.
2. 试验碱土金属氢氧化物、盐的溶解性,并利用它们的差异分离、鉴定 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Ba^{2+} 离子.
3. 学习焰色反应,离子的分离、鉴定.

二、实验步骤与记录(仅列部分内容作示例)

实验步骤	实验现象	解释和结论(包括方程式)
1. 碱土金属氢氧化物的性质 (1) $\text{MgCl}_2 + \text{NaOH}$ $\text{CaCl}_2 + \text{NaOH}$ $\text{BaCl}_2 + \text{NaOH}$	胶状白↓ 大量白↓ ——	$\text{Mg}^{2+} + 2\text{OH}^- = \text{Mg}(\text{OH})_2 \downarrow$ $\text{Ca}^{2+} + 2\text{OH}^- = \text{Ca}(\text{OH})_2 \downarrow$
(2) $\text{MgCl}_2 + \text{氨水}$ $\text{CaCl}_2 + \text{氨水}$ $\text{BaCl}_2 + \text{氨水}$	白↓ —— ——	$\text{Mg}^{2+} + 2\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} = \text{Mg}(\text{OH})_2 \downarrow + 2\text{NH}_4^+$ 结论:溶解度 $\text{Mg}(\text{OH})_2 < \text{Ca}(\text{OH})_2 < \text{Ba}(\text{OH})_2$
2. 锂、钠、钾盐的微溶性 (1) $\text{LiCl} + \text{NaF}$ $\text{LiCl} + \text{Na}_2\text{CO}_3$, 放置或加热 $\text{LiCl} + \text{Na}_2\text{HPO}_4$, 加热	小的白色晶形↓ 白↓ 白↓	$\text{Li}^+ + \text{F}^- = \text{LiF} \downarrow$ $2\text{Li}^+ + \text{CO}_3^{2-} = \text{Li}_2\text{CO}_3 \downarrow$ $3\text{Li}^+ + \text{HPO}_4^{2-} = \text{Li}_3\text{PO}_4 \downarrow + \text{H}^+$
(2) $\text{NaCl} + \text{KSb}(\text{OH})_6$, 摩擦管壁	出现白色晶形	$\text{Na}^+ + \text{KSb}(\text{OH})_6 = \text{NaSb}(\text{OH})_6 \downarrow + \text{K}^+$
(3) $\text{KCl} + \text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$, 放置	出现白色晶形	$\text{K}^+ + \text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6 = \text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \downarrow + \text{Na}^+$

三、问题与讨论(略)

无机化学定性分析实验报告示例

实验名称：卤素

室温_____ 气压_____

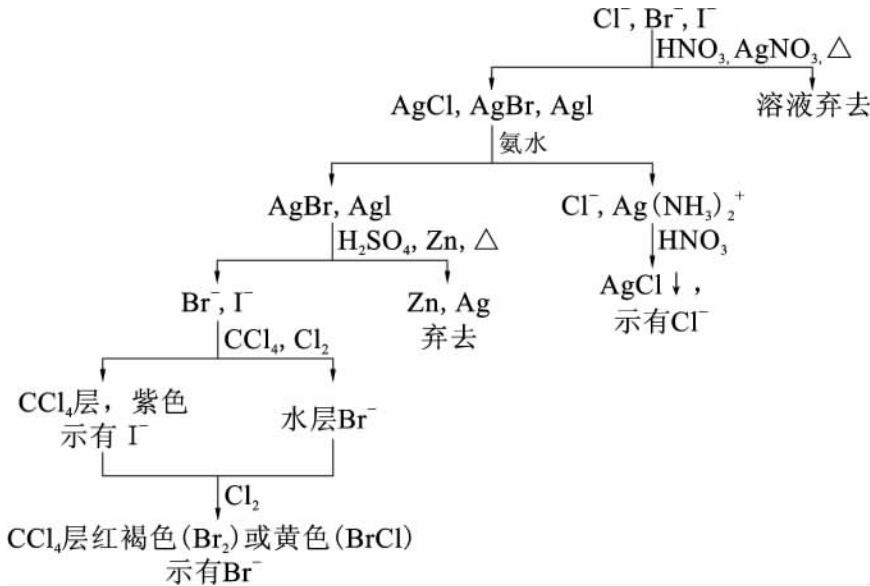
指导教师_____ 日期_____

一、实验目的(略)

二、实验步骤(仅列部分内容作示例)

Cl^- 、 Br^- 、 I^- 混合液的分离、鉴定.

(1) 分析简表



(2) 分析步骤

离子: Cl^- 、 Br^- 、 I^- 颜色: 无

次序	内 容	现 象	结 论	反应方程式
(1)	取 2~3 滴混合液, 加 1 滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HNO}_3$ 酸化, 加 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{AgNO}_3$ 至沉淀完全, 加热 1 min, 离心分离, 弃去溶液	先黄色后白色沉淀	示有 X^- 离子	$\text{Ag}^+ + \text{X}^- = \text{AgX} \downarrow$
(2)	在沉淀中加 5~10 滴氨水溶液, 剧烈搅拌, 并温热 1 min, 离心分离			$\text{AgCl} + 2\text{NH}_3 = \text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+ + \text{Cl}^-$
(3)	在(2)的溶液中加入 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HNO}_3$ 酸化	白色沉淀又出现	示有 Cl^-	$\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+ + 2\text{H}^+ + \text{Cl}^- = \text{AgCl} \downarrow + 2\text{NH}_4^+$

次序	内 容	现 象	结 论	反应方程式
(4)	在(2)的沉淀中加 5~8 滴 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$, 少许锌粉, 搅拌、加热至沉淀颗粒都变为黑色, 离心分离, 弃去沉淀	沉淀变黑		$2\text{AgBr} + 2\text{Zn} = \text{Zn}^{2+} + 2\text{Ag} + 2\text{Br}^-$ $2\text{AgI} + 2\text{Zn} = \text{Zn}^{2+} + 2\text{Ag} + 2\text{I}^-$
(5)	取 2 滴(4)的溶液, 加 8 滴 CCl_4 , 逐滴加入氯水, 继续滴加氯水	氯仿层显紫色 氯仿层紫色褪去后出现橙色	示有 I^- 示有 Br^-	$2\text{I}^- + \text{Cl}_2 = \text{I}_2 + 2\text{Cl}^-$ $\text{I}_2 + 5\text{Cl}_2 + 6\text{H}_2\text{O} + 2\text{HIO}_3 + 10\text{HCl}$ $2\text{Br}^- + \text{Cl}_2 = \text{Br}_2 + 2\text{Cl}^-$

三、无机化学实验的成绩评定

学生实验成绩的评定是对学生实验综合素质和能力全面考查的结果, 主要依据以下几个方面:

(1) 对实验原理和基本知识的理解和掌握情况. 主要从学生的预习报告, 实验课的讨论、提问, 以及最后的实验报告中考查.

(2) 对基本操作、基本技术的掌握和熟练程度, 对实验方法的掌握情况. 主要从实验过程及专门的操作考查中体现.

(3) 实验结果. 主要从产量的合理性、产品的纯度、准确度、精密度等方面体现.

(4) 原始数据的记录、数据处理以及实验报告的书写. 主要从数据记录的及时性、正确性, 表格设计的合理性; 数据处理的正确性, 有效数字、作图技术的掌握; 以及实验报告的书写与完整性等方面考查.

(5) 思维能力、综合能力和创新精神. 主要体现在实验过程及报告中观察问题、分析问题和解决问题的能力, 在设计性、研究性实验中的设计思想、创新意识、创新能力等.

(6) 实验整个过程中的科学精神和科学品德. 主要包括严谨求实、勤奋认真、条理清晰、团结协作、遵守规章等.

(7) 每学期实验结束后进行综合的实验笔试, 笔试成绩占总成绩的一部分, 其比例视具体情况确定.

根据不同类型的无机化学实验特点, 成绩评定的着重点有所不同, 但实验结果绝不是唯一的决定因素.

第2章 实验室基础知识

一、实验室规则

实验室规则是人们在长期的实验室工作中归纳总结出来的,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) 进入实验室前应认真预习,明确实验目的,了解实验的基本原理、方法、步骤,以及有关的基本操作和注意事项。未写实验预习报告,就不能做实验。做规定以外的实验,应先经教师批准。

(2) 遵守实验室各项规章制度,遵守操作规则,遵守一切必要的安全措施,以保证实验安全。

(3) 遵守纪律,不迟到、不早退,不得无故缺席,因故缺席未做的实验应该补做。实验中保持室内安静,不要大声谈笑。

(4) 实验前要做好实验准备工作,认真清点仪器和药品,如有破损或缺少,应立即报告指导教师,按规定手续向实验室老师补领。如在实验过程中损坏仪器,应及时报告,并填写仪器破损报告单进行登记,按规定价格进行赔偿,再换领新仪器,不得擅自拿其他位置上的仪器。

(5) 实验时要听从教师的指导,严格按操作规程正确操作。如发现仪器有故障,立即停止使用,报告教师,及时排除故障。实验过程中仔细观察,积极思考,将实验中的一切现象和数据都如实、详细地记录在报告本上,不得涂改和伪造。

(6) 使用水、电、煤气、药品时都要以节约为原则,对仪器要爱护。公用仪器和试剂瓶等用毕立即放回原处,不得随意乱拿乱放。试剂瓶中试剂不足时应报告指导教师,及时补充。

(7) 严格按规定的量取用药品,药勺一定要干净,洒在瓶外的药品和取出剩余的药品不得倒回原瓶中,以免污染药品。称取药品后,及时盖好原瓶盖。

(8) 实验过程中,随时注意保持工作环境的整洁。火柴梗、纸张、废品等只能丢入废物缸内,不能丢入水槽,以免水槽堵塞;酸性废液应倒入废液缸内,切勿倒入水池。

(9) 对实验内容和安排不合理的地方提出改进的方法。对实验中的一切现象(包括反常现象)进行讨论,并大胆提出自己的看法,做到生动、活泼、主动地学习。

(10) 实验完毕后洗净、收好玻璃仪器,把实验桌、公用仪器、试剂架整理好,最后关好各自使用的电闸、水和煤气开关。实验柜内仪器应存放有序,干净整齐。

(11) 实验后由同学轮流值日,负责打扫和整理实验室。检查水池是否干净,是否有堵塞或漏水,检查水、煤气、门窗是否关好,电闸是否拉掉,以保证实验室的安全和整洁。

(12) 如果发生意外事故,不要惊慌失措,遇到失火、烧伤、烫伤、割伤时应立即报告教师,及时救治。

二、实验室安全知识

化学实验室是学习、研究化学的重要活动场所。在实验中会接触各种化学药品、电学仪器、玻璃仪器,因此,化学实验室常常隐藏着爆炸、着火、中毒、灼烧、割伤、触电等事故的危险性。一旦发生事故,小则危及个人,大则损害国家财产和人身安全。因此,安全教育是贯穿化学实验课始终的重要内容之一。

事实证明,只要思想重视,具备必要的安全知识,听从教师指导,遵守操作规程,事故是可以避免的。即使发生事故,只要事先掌握一般的救护知识,就能及时妥善处理而不致酿成严重后果。反之,则随时都有可能发生事故。

因此,首先要从思想上重视实验安全工作,决不能麻痹大意。其次,在实验前必须做到认真预习,了解仪器的性能和药品的性质,以及本实验中的安全注意事项。在实验过程中,应集中精力,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。

(一) 化学实验室安全守则

- (1) 学生进实验室前,必须进行安全、环保意识的教育和培训。
- (2) 熟悉实验室环境,了解与安全有关的设施(如水、电、煤气的总开关,消防用品、急救箱等)的位置和使用方法。不用湿手、湿物接触电源。点燃的火柴用后立即熄灭,不得乱扔。水、电、煤气一经使用完毕应立即关闭开关,拉掉电闸。
- (3) 实验室内严禁饮食、吸烟或把食具带进实验室。实验完毕,应将双手洗净。实验时应该穿上工作服,不得穿拖鞋。
- (4) 绝对不允许随意混合各种化学药品,以免发生事故。自行设计的实验在和老师讨论后方可进行。
- (5) 注意自我保护,应配备必要的护目镜。倾注试剂或加热液体时,容易溅出,不要俯视容器。尤其是浓酸、浓碱,它们具有强腐蚀性,切勿使其溅在皮肤或衣服上,眼睛更应注意防护,取用时戴胶皮手套和防护眼镜。稀释它们(特别是浓硫酸)时,只能在不断搅拌下将其慢慢倒入水中,以避免迸溅。给试管加热时,切记不要使试管口向着自己或别人。
- (6) 容易产生有毒气体以及挥发性、刺激性毒物(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。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流慢慢地扇向鼻孔。
- (7) 极易挥发的有机溶剂(如乙醚、乙醇、丙醇、苯等),使用时必须远离明火,用后要立即塞紧瓶塞,放在阴凉处。
- (8) 含氧气的氢气遇火易爆炸,操作时严禁接近明火。点燃前,必须先检查并确保纯度。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,否则可能引起爆炸。
- (9) 实验室内任何药品不得进入口中或接触伤口,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)更应特别注意。剩余的废液不能随便倒入下水道,应倒入废液缸或教师指定的容器里。

(10) 金属汞易挥发,并通过呼吸道进入人体内,逐渐积累会引起慢性中毒.取用汞时,应该在盛水的搪瓷盘上方操作,做金属汞的实验时应特别小心,不要把金属汞洒落在桌上或地上.一旦洒落,必须尽可能收集起来,并用硫磺粉盖在洒落的地方,使金属汞转变成不挥发的硫化汞.

(11) 金属钾、钠应保存在煤油或石蜡油中,白磷(或黄磷)应保存在水中.取用它们时必须用镊子,绝不能用手拿.

(12) 实验室中所有药品不得携带室外.用剩的有毒药品应交还给教师.

(13) 洗涤的试管等容器应放在规定的地方(如试管架上)干燥,严禁用手甩干,以防未洗净容器中所含的酸碱液等伤害他人身体或衣物.

(14) 实验结束后,值日生和最后离开实验室的人员应负责检查水、电、煤气、门、窗是否关好.

(二) 实验室意外事故的处理

为了对实验室内意外事故进行紧急处理,应该在每个实验室内准备一个急救药箱.药箱内可准备下列药品和工具.

药品:碘酒(3%)、红药水、紫药水、创可贴、止血粉、消炎粉、獾油或烫伤膏、鱼肝油、甘油、酒精(70%)、双氧水(3%)、硼酸溶液(1%~3%,饱和)、醋酸溶液(2%)、碳酸氢钠溶液(2%~5%)、硫代硫酸钠溶液(20%)、高锰酸钾溶液(10%)、硫酸镁溶液(20%)、硫酸铜溶液(5%)、硝酸银溶液(1%),可的松软膏、紫草油软膏、硫酸镁糊剂、蓖麻油等.

工具:消毒纱布、消毒棉(均放在玻璃瓶内,磨口塞紧),医用镊子、剪刀、棉签、绷带、医用胶布、担架等.

医用药箱供实验室急救用,不允许随意挪动或借用.

1. 灼伤

化学灼伤是因为皮肤直接接触强腐蚀性物质、强氧化剂、强还原剂,如浓酸、浓碱、氢氟酸、钠、溴等引起的局部外伤.

(1) 酸灼伤

先用大量水冲洗,再用饱和碳酸氢钠溶液(或稀氨水、肥皂水)清洗,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.

氢氟酸能腐烂指甲、骨头,溅在皮肤上会造成难以治愈的烧伤.皮肤若被烧伤,应用大量水冲洗 20 min 以上,再用冰冷的饱和硫酸镁溶液和 70% 酒精清洗半小时以上.或用大量水冲洗后,再用肥皂水或 2%~5% 碳酸氢钠溶液冲洗,用 5% 碳酸氢钠溶液湿敷局部,再敷以可的松软膏或紫草油软膏及硫酸镁糊剂.

(2) 碱灼伤

先用大量水冲洗,再用 2% 醋酸溶液或饱和硼酸溶液洗,最后再用水冲洗.如果碱溅入眼中,用硼酸溶液清洗.

(3) 溴灼伤

溴灼伤一般不易愈合,必须严加防范.凡用溴时应预先配制好适量 20% 硫代硫酸钠溶液备用.一旦被溴灼伤,应立即用乙醇或硫代硫酸钠溶液冲洗伤口,再用水冲洗干净,并敷以甘油.若起泡,则不宜把水泡挑破.

(4) 磷灼伤

用 1% 硝酸银,5% 硫酸铜或浓高锰酸钾溶液擦洗伤口,然后用浸过 2% 硫酸铜溶液的绷带