

实验篇



- 第 1 章 无机化学实验的基本常识
- 第 2 章 无机化学实验试剂和仪器
- 第 3 章 无机化学实验的基本操作
- 第 4 章 无机化学实验

无机化学实验的基本常识

1.1 实验程序

无机化学实验是有机化学实验、分析化学实验和物理化学实验的基础。无机化学是一门以实验为基础的科学,无机化学中的定律和学说几乎都来源于实验,同时又为实验所检验。化学实验是化学发现与创新的源泉,是探索化学奥秘和未知世界的必由之路,是培养化学创新人才的重要途径。因此,无机化学实验在培养具有理论联系实际的能力、实践能力和创新能力的未来化学工作者的大学教育中,占有极其重要的地位。无机化学实验的目标不仅是培养学生正确地掌握化学实验的基本原理、方法、操作,而且是要培养学生实事求是的科学态度、严谨治学的科学素养、细致与整洁的科学习惯,以及勤于思考、勇于开拓的科学精神。实验教学既要传授知识、技能,又要指导学生的学习思路和学习方法。为此,学生在无机化学实验中应完成下列基本的实验程序。

(1) 实验预习:预习是做好实验的前提和保证。实验前认真阅读实验教材、有关参考书及参考文献;明确实验目的要求;了解实验内容、步骤、操作过程及数据处理方法;提出注意事项,合理安排实验时间(统筹安排实验步骤)。在预习的基础上写出预习报告,主要包括实验目的、实验原理、操作步骤、实验现象和数据记录等。

(2) 实验中的规范操作:在实验过程中要正确且规范操作;保持安静;严格遵守实验室安全守则,预防火灾、触电、中毒和化学伤害等事故的发生;注意保持室内整洁,随时保持实验台干净、整齐;注意节约水、电、煤气和药品,爱护仪器。

(3) 观察记录:实验过程中仔细观察、勤于思考,并将实验现象和数据及时、准确、如实地记录在实验预习报告本上,不可将原始数据随便记录在草稿本、小纸片或其他地方,也不能等到实验结束后再回忆记录。养成实事求是的态度,不得随意涂改臆造数据。

(4) 实验的交流与讨论:如果发现实验现象与理论不符合,应首先尊重实验事实,并在同学间相互交流,或与指导教师一起讨论,认真分析和检查其原因,根据讨论结果再对实验条件和实验方法进行改进,可以做对照试验、空白试验或自行设计的实验来核对,必要时应多次重做验证,从中得到有益的科学结论和思维方法。

(5) 实验报告:做完实验仅是完成实验的一半,更为重要的是分析实验现象,整理实验数据,把直接的感性认识上升到理性思维阶段。因此实验完成后,要及时完成实验报告。实验报告要求文字表达清楚,语言简明扼要,结论明确,实验记录与结果处理尽量使用表格形

式,绘出的图形要准确清楚,并保持实验报告的整齐清洁。

无机化学实验报告一般应包括:

- (1) 实验名称、日期。若实验是几个人合作完成,应注明合作者。
- (2) 实验目的。
- (3) 简明的实验原理。
- (4) 实验步骤。尽量用简图、表格、化学式、符号等表示。
- (5) 实验现象、数据的原始记录。
- (6) 实验结论和结果处理。
- (7) 实验讨论。实验的心得、体会,存在问题及失败原因的分析,对实验方法、教学方法和实验内容等提出的意见或建议。
- (8) 回答问题(思考题)。

1.2 实验室规则

化学实验室是进行科学实验及对学生进行科学训练的场所,进入实验室做实验的学生都应遵守以下规则:

- (1) 初次进入实验室应在实验教师的指导下,认识和清点实验仪器,如果发现有破损和缺少,应立即报告教师,按规定手续进行补领。
 - (2) 实验时应保持安静、精力集中、认真操作、仔细观察现象、如实记录结果、积极思考问题。做规定以外的实验,应先经实验教师批准。
 - (3) 实验时应保持实验室和实验台面清洁整齐。火柴头、废纸片、碎玻璃应投入垃圾桶。废酸和废碱应小心倒入废液桶内,以防止水槽和下水管道的堵塞及腐蚀。
 - (4) 实验时要爱护公物,小心使用仪器和实验设备,注意节约水、电、煤气和药品。使用精密仪器时,应严格按照操作规程进行,一定要谨慎细致。如果发现仪器出现故障,应立即停止使用,及时报告教师进行处理。
- 实验药品要按量取用,自药品瓶中取出的药品,不应再倒回原瓶,以免带入杂质。瓶塞随取随盖,不要搞混,以免沾污试剂。
- (5) 实验结束后,应将个人使用的仪器用自来水洗涤后摆放整齐,公用仪器整理后放回原处;清洁并整理好实验台面;最后洗净双手。
 - (6) 值日的同学应打扫好实验室的地面和水槽,检查每个桌面是否整洁,在离开实验室前一定要检查电源是否断开,水龙头、门窗是否关闭。实验室内的一切物品(仪器、药品和实验产品等)不得带出实验室。
 - (7) 如果发生意外,应保持镇静,不要惊慌失措;遇有烧伤、烫伤、割伤应及时报告教师,进行急救和治疗。

1.3 实验室安全与事故处理

1. 实验室安全常识

为了确保操作者、仪器设备及实验室的安全,每个进入实验室进行实验的学生,都应遵

守有关规章制度,并对一般的安全常识有所了解。

(1) 避免浓酸、浓碱等腐蚀性试剂溅在皮肤、衣服或鞋袜上。

(2) 实验中使用性质不明的物料时,要先用极小的量预试,不得直接去嗅,以免发生意外危险。

(3) 产生有毒气体、腐蚀性气体的实验,均应在通风橱中进行。操作时头部应在通风橱外面,以免中毒。

(4) 使用有毒试剂时应当小心,应事先熟悉操作中的有关注意事项。氰化物、 As_2O_3 等剧毒试剂及汞盐都应特殊保管,不得随意放置。使用剧毒试剂的实验完毕后,应当及时妥善处理,避免自己或他人中毒。

(5) 使用 CS_2 、乙醚、苯、酒精、汽油和丙酮等易燃物品时,附近不能有明火或热源。

(6) 易燃或有毒的挥发性有机物用后都应收集于指定的密闭容器中。

(7) 防止煤气、氢气等可燃气体泄漏在室内,以免发生煤气中毒或引起爆炸。

(8) 特殊仪器及设备应在熟悉其性能及使用方法后使用,并严格按照说明书操作。当情况不明时,不得随便接通仪器电源或扳动旋钮。

(9) 普通的玻璃瓶和容量瓶器皿均不可加热,也不可倒入热溶液,以免引起破裂或量不准。

(10) 灼热的器皿应放在石棉网或石棉板上,不可和冷物体接触,以免破裂;不可用手接触,以免烫伤;更不要立即放入柜内或桌面上,以免引起燃烧或烙坏桌面。

(11) 加热试管时,管口不能对着自己或他人,不要俯视正在加热的液体。

2. 实验事故处理

实验过程中如发生意外事故,可采取下列相应措施。

(1) 玻璃割伤: 伤口内若有玻璃碎片或污物,应立即清理干净,然后涂碘伏并包扎。

(2) 烫伤或烧伤: 切勿用水冲洗。应在伤处涂抹苦味酸溶液、万花油或烫伤膏。

(3) 酸碱伤眼: 立即用水冲洗,然后用碳酸氢钠溶液或硼酸溶液冲洗,再用水冲洗。

(4) 起火: 不要惊慌,小火用湿布、石棉布或沙子覆盖燃物;大火使用泡沫灭火器;发生火灾立即报警,同时使用灭火设备有效灭火。

(5) 触电: 立刻切断电源,救护伤员。

(6) 毒气侵入: 吸入有毒气体(如煤气、氯气、硫化氢等)而感到不舒服时,应及时到窗口或室外呼吸新鲜空气。

1.4 实验室的废气、废液和废渣处理

在化学实验中会产生各种有毒的废气、废液和废渣,简称“三废”。为了减免对环境的污染,要对实验过程中产生的“三废”进行处理。

1. 有毒气体的排放

做产生少量有毒气体的实验,应在通风橱中进行。通过排风设备把有毒废气排到室外,利用室外的大量空气来稀释有毒废气。如果实验产生大量有毒气体,应该安装气体吸收装置来吸收这些气体,例如,产生的二氧化硫气体可以用氢氧化钠水溶液吸收后排放。

2. 有毒废液的处理

(1) 含六价铬化合物(致癌): 加入还原剂(FeSO_4 , Na_2SO_3)使之还原为三价铬后, 再加入 NaOH 或 Na_2CO_3 , 调 pH 至 6~8, 使之形成氢氧化铬沉淀除去。

(2) 含氰化物的废液: 方法有二, 一是加入硫酸亚铁, 使之变为氰化亚铁沉淀后除去; 二是加入次氯酸钠, 使氰化物分解为二氧化碳和氮气而除去。

(3) 含汞化物的废液: 加入 Na_2S 使之生成难溶的 HgS 沉淀而除去。

(4) 含砷化物的废液: 加入 FeSO_4 , 并用 NaOH 调 pH 至 9, 以便使砷化物生成亚砷酸钠与氢氧化铁共沉淀而除去。

(5) 含铅等重金属的废液: 加入 Na_2S , 使之生成硫化物沉淀而除去。

3. 有毒废渣的处理

有毒的废渣应埋在指定的地点, 但是可溶解于地下水的废渣必须经过处理后才能深埋。

1.5 无机化学实验报告格式示例

例 1: 物质制备或提纯实验报告格式示例

实验名称: 食盐的提纯和质量检查

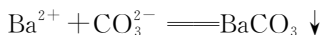
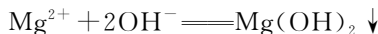
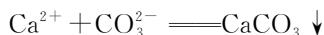
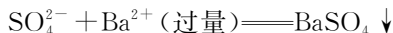
姓名_____ 班级_____ 实验时间_____ 指导教师_____

一、实验目的

1. 了解提纯粗食盐的原理和方法。
2. 练习粗食盐和精制食盐中杂质检查的方法。
3. 初步掌握电子天平及普通过滤、减压过滤、溶液的蒸发、浓缩、结晶、干燥等基本操作。

二、实验原理

粗食盐中含有可溶性杂质和不溶性杂质。不溶性杂质主要是泥沙, 通过过滤的方法除去; 可溶性杂质 K^+ 、 SO_4^{2-} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和引入的 Ba^{2+} 可通过下列方法除去。



K^+ 通过蒸发浓缩使 NaCl 析出, 而将 K^+ 留在母液中。

三、实验步骤

1. 食盐的称量与溶解

粗食盐(8.0 g) $\xrightarrow[\text{量筒}]{30 \text{ cm}^3 \text{ H}_2\text{O}}$ 小烧杯 $\xrightarrow{\text{加热搅拌}}$ 使之溶解
(电子天平)

2. 除去 SO_4^{2-}

加热近沸 $\xrightarrow{\text{BaCl}_2}$ $\text{BaSO}_4 \downarrow$ 完全 $\xrightarrow[5 \text{ min}]{\Delta}$ $\downarrow$ 颗粒长大(易于沉降)
(搅拌)

3. 检验 SO_4^{2-} 是否除尽

取上清液 $\xrightarrow[\text{(nd)}]{\text{① HCl} \rightarrow \text{② BaCl}_2}$ 观察现象 $\left\{ \begin{array}{l} \text{出现混浊: } \text{SO}_4^{2-} \text{ 未除尽, 继续加 BaCl}_2 \\ \text{不混浊: } \text{SO}_4^{2-} \text{ 除尽} \xrightarrow{\text{抽滤}} \downarrow \text{弃去} \end{array} \right.$

4. 除去 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Ba^{2+} 等阳离子

滤液近沸 $\xrightarrow[\text{(搅拌)}]{\text{NaOH} \rightarrow \text{Na}_2\text{CO}_3}$ 不生成 $\downarrow$ 为止, 静置

5. 检验 Ba^{2+} 是否除尽

上层清液 $\xrightarrow[\text{(nd)}]{\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow 3 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}}$ 观察现象 $\left\{ \begin{array}{l} \text{出现混浊: 表示有 Ba}^{2+}, \text{需加 Na}_2\text{CO}_3 \\ \text{不混浊: Ba}^{2+} \text{ 除尽} \xrightarrow[\text{玻璃漏斗}]{\text{过滤}} \downarrow \text{弃去} \end{array} \right.$

(滤液用蒸发皿盛放)

6. 调节溶液的 pH

滤液加热 $\xrightarrow[\text{(搅拌)}]{\text{HCl} \rightarrow 2 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}}$ pH=4~5 (用 pH 试纸检查)

7. 蒸发、浓缩、干燥处理

缓慢加热蒸发、浓缩至糊状稠液为止, 冷却后抽滤, 称量 (记录数据)。

8. 粗食盐和精制食盐中杂质的定性比较

取粗食盐和精制食盐各 1 g, 配成 4 cm³ 溶液分成 4 组, 对照检查提纯后食盐的纯度。

四、数据记录与结果处理

1. 粗食盐质量 _____ g, 精制食盐质量 _____ g, 精盐产率 _____ %。

$$\text{精盐产率} = \frac{\text{精制食盐的质量(g)}}{\text{粗食盐的质量(g)}} \times 100\%$$

2. 产品纯度检验

检验项目	检验方法	离子反应式	实验现象	
			粗食盐溶液	精制食盐溶液
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			
Ba^{2+}	加入 H_2SO_4 溶液			

五、问题讨论

(略)

六、思考题

(略)

例 2: 物理化学量的测定实验报告格式示例

实验名称: 醋酸解离常数的测定(滴定曲线法)

姓名_____ 班级_____ 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、数据记录与结果处理

1. 实验中所加 NaOH 溶液的体积及对应的 pH

每次加入 NaOH 的体积/ cm^3	
所加 NaOH 的累积体积/ cm^3	
对应的 pH	

2. 以 NaOH 体积(cm^3)为横坐标, pH 为纵坐标, 绘制 pH-V(NaOH) 曲线。

(略)

3. 做曲线拐点的切线, 找出两条切线的中线, 使其与曲线相交, 则交点即为等量点 V。

找出 $\frac{1}{2}V$ 时的 pH。

(略)

4. 用 $\lg K^{\ominus}(\text{HAc}) = -\text{pH}\left(\frac{1}{2}V\right)$ 计算出 $K^{\ominus}(\text{HAc})$ 。**五、问题讨论**

(略)

例 3: 元素离子分离鉴定报告格式

姓名_____ 班级_____ 学号_____

实验名称:

试管号:

鉴定出的离子:

无机化学实验试剂和仪器

2.1 化学试剂

1. 化学试剂的规格

化学试剂的规格以其纯度来划分,一般可分为优级纯、分析纯、化学纯和实验试剂 4 级,其标志和适用范围见表 S-2-1。此外,化学试剂还包括工业级的试剂和光谱纯、色谱纯、基准试剂、生化试剂等各种特殊规格的试剂。同一化学试剂因规格不同而价格差别很大,故实验中不能盲目选择纯度过高的试剂,而以能达到实验的准确度要求为准。

表 S-2-1 试剂的规格和适用范围

等 级	中 文 名 称	英文名称	符号	适 用 范 围	标签颜色
一等品	优级纯 (保证试剂)	guaranteed reagent	G. R.	纯度很高, 适用于精密分析工作	绿色
二等品	分析纯 (分析试剂)	analytical reagent	A. R.	纯度仅次于一级品, 适用于多数分析工作	红色
三等品	化学纯	chemically pure	C. P.	纯度次于二级品, 适用于一般化学实验	蓝色
四等品	实验试剂	laboratory reagent	L. R.	纯度较低, 适用于做实验辅助试剂	棕色或其他颜色

在化学实验中配制试剂常用的市售浓酸、浓碱溶液的浓度见表 S-2-2。

表 S-2-2 常用的市售浓酸、浓碱溶液的浓度

物 质	HCl	HNO ₃	H ₂ SO ₄	H ₃ PO ₄	HClO ₄	NH ₃ · H ₂ O
浓度/(mol · dm ⁻³)	12	16	18	18	12	15

2. 化学试剂的保管

化学试剂在储存过程中要保证不失效变质,更不能造成事故。一般的化学试剂应存放在通风良好、干燥的试剂库内,由专人保管。针对不同的试剂,在储存时应注意下列问题:

(1) 见光会逐渐分解的试剂(如 H₂O₂、AgNO₃、KMnO₄、H₂C₂O₄ 等),与空气接触易被氧化的试剂(如 SnCl₂、FeSO₄ 等)以及易挥发的试剂(如 NH₃ · H₂O、C₂H₅OH 等)都应存放在阴暗处。

(2) 易腐蚀玻璃的试剂(如氢氟酸、苛性碱等)应保存在塑料瓶内。

(3) 吸水性强的试剂(如无水碳酸钠、 NaOH 、 Na_2O_2 等)的试剂瓶口应严格密封。

(4) 相互易发生反应的试剂应分开存放,易燃与易爆的试剂应分开储存于阴凉通风、不受阳光直射的地方。

(5) 剧毒试剂(如氰化物、 HgCl_2 、 As_2O_3 等)应由专人保管,取用时严格做好记录。

3. 化学试剂的取用

(1) 固体试剂的取用。要用洁净干燥的药匙取用,不能用同一药匙取不同的试剂,用过的药匙必须洗净、擦干后才能再使用。取出试剂后立即盖紧瓶盖,不要盖错。多取的药品,不能倒回原瓶,可放在指定容器中供他人使用。一般的固体试剂可以放在干净的纸或表面皿上称量,具有腐蚀性、强氧化性或易潮解的固体不能在纸上称量。有毒药品要在教师指导下取用。往口径小的(如试管)容器中送入粉末状的固体时,可以将药品放在对折的纸片上,再将其平放,伸进容器里约 $2/3$ 处,然后将容器竖立,使试剂滑下去。图 S-2-1 描述了向试管中送固体试剂的一些方法。

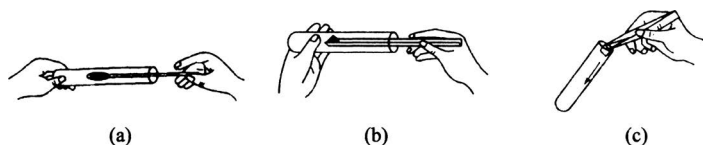


图 S-2-1 向试管中送固体试剂

(2) 液体试剂的取用。依照图 S-2-2,掌握液体试剂取用的方法。

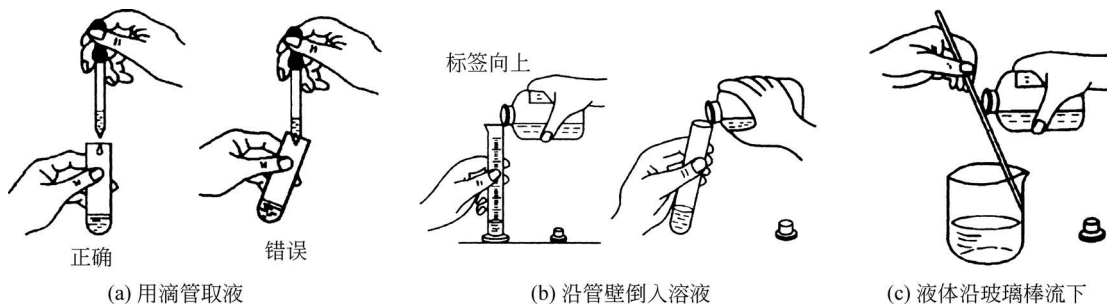


图 S-2-2 液体试剂的取用

从滴瓶中取用试剂时,滴管决不能触及所接收的容器器壁,以免沾污药品。滴管应直立,不要倾斜,尤忌倒立。不准用个人用的滴管到瓶中取液。装有试剂的滴管不能平放或管口向上斜放,以免试剂流到橡皮胶头中。

采用倾斜法取用细口瓶内的液体试剂时,将瓶塞倒放在桌面上,手握住试剂瓶上贴有标签的一面,逐渐倾斜瓶子,缓缓倒出液体。若所用容器为烧杯,可沿着玻璃棒将试剂注入烧杯。取出所需量后,将试剂瓶口在容器上靠一下,再逐渐竖起瓶子,以免遗留在瓶口的液滴流到瓶的外壁。多取的试剂不能倒回原瓶,可倒入指定容器内供他人使用。

4. 化学试剂的配制

根据对所配制溶液的准确性的要求不同,实验室中的溶液可分为基准溶液、标准溶液和一般溶液。