

## 实验基础知识

### 1.1 无机化学实验课程简介

无机化学实验是高等院校化学相关专业的第一门基础化学实验课程。它是一门独立的实践性课程,它不仅能验证无机化学理论知识,更重要的是能通过无机化学实验教学,训练学生掌握科学的实验方法和技能,使学生能够学会观察实验现象,分析、推理、归纳总结及反思,从而培养学生求真务实的科学素养和严谨的工作作风,以及进一步培养学生独立思考和解决问题的能力。整个课程体系应该贯穿“基础、综合、创新”,培养学生“C3H3”素质,即 clean habit(干净的习惯)、clear head(灵活的头脑)、clever hands(灵巧的双手),为学生后续的学习和工作打下坚实的基础。

### 1.2 无机化学实验课程的教学目标

无机化学实验课程的主要教学目标如下。

- (1) 学生通过学习能够掌握基本的实验操作方法、技能和知识,学会做实验。
- (2) 学生通过实验训练,养成观察实验现象的习惯,发展解释实验现象的能力,学会科学记录。
- (3) 学生通过实验数据的处理,养成独立思考和分析问题的能力,学会写实验报告。
- (4) 学生通过实验,养成良好的实验习惯、规范的实验态度和严谨的实验精神。
- (5) 学生通过实验训练,提高动手能力,培养创新思维和创新意识。

### 1.3 无机化学实验课程教学要求

无机化学实验课程的教学与纯粹的理论教学不同,实验课程是在教师的指导下以学生的自我训练为主,因此无机化学的学习和教学可参考以下程序。

#### 1. 提前预习,写预习报告

课前了解实验教材的相关内容,可适当查阅相关的文献拓展知识。明确实验目的和相

关原理,了解实验中涉及的基本操作步骤和相关仪器的使用方法及其注意事项。结合自身情况,撰写预习实验报告。教师对预习实验报告进行检查评分,记录学生预习情况。

## 2. 教师讲解与演示,学生做好实验

教师根据实际的教学目标做好实验的讲解与演示,结合现代教育技术,让学生能更好地理解实验,为学生做好实验奠定坚实的基础。学生认真听教师讲解,学会反思,认真进行实验操作,在做实验的过程中做到:严守实验室规则,按照设计的实验步骤和实验方法进行实验,保证实验安全,认真如实地记录实验现象。学生要学会分析解决实验中遇到的问题,疑难问题可与实验教师讨论,训练自己独立思考和解决问题的能力。保持实验室的干净整洁,实验前准备一个废液杯,规定回收的废液一定要倒入回收桶,不污染环境。养成良好的卫生习惯。爱护公共财产,节约水电及药品,小心使用仪器及设备。

## 3. 写好实验报告

实验结束后及时撰写实验报告,实验报告的书写应包括以下内容。

- (1) 实验目的、原理和内容。
- (2) 实验记录:包括实验现象和实验数据。
- (3) 实验结果:对实验结果进行处理,包括对实验现象进行分析和解释;对原始数据进行处理及讨论;对实验内容和实验方法提出改进等。

在实验报告的书写格式上,可根据不同类型的实验使用不同格式。

# 1.4 无机化学实验成绩评定方法

根据专业学时情况,建议平时实验成绩占比 60%~70%,考试实验成绩占比 30%~40%。平时实验成绩按照实验预习、实验操作与卫生、实验结果、实验报告与讨论等方面计分。教师根据学生的实际实验情况记录学生的各项成绩,综合给出最终成绩。

# 1.5 实验室安全守则及事故处理

## 1.5.1 实验室安全守则

- (1) 准备实验笔记本记录实验过程和结果,确保穿着实验服,不得迟到早退。
- (2) 提前 10 min 到达实验室,检查实验设备、试剂和实验材料的准备情况。
- (3) 了解实验物质:在使用化学试剂之前,务必了解其物理性质、化学性质、危害以及安全使用方法。
- (4) 合理储存化学品:根据化学品的性质,将其分类并储存于适当的容器和柜子中;易燃、腐蚀性、有毒等危险品应分开存放,并设置明显的标签。

(5) 保持实验室整洁: 定期清理实验设备和工作台, 避免实验废物堆积; 确保实验台面上无溢出的化学品。

(6) 操作规范: 遵循实验规程, 避免擅自改变实验步骤; 在实验过程中, 不得饮食、吸烟或将无关物品(如手机、零食)带入实验室, 禁止直接用手接触试剂。

(7) 应急事故处理: 熟悉应急事故处理程序, 了解消防设施的位置和使用方法, 如灭火器、洗眼器、报警器等。

### 1.5.2 化学实验室事故处理方法

(1) 割伤: 立即为伤口止血, 用干净的纱布或纸巾按压伤口; 然后用肥皂水清洗伤口周围的皮肤, 并用碘伏或酒精消毒; 如果伤口较深或持续出血, 应立即就医。

(2) 烫伤: 迅速将烫伤部位放入冷水中降温 10~20 min, 减轻热损伤; 用干净的布覆盖烫伤部位, 并尽快就医。

(3) 酸腐蚀、碱腐蚀: 立即用大量清水冲洗受伤部位至少 15 min, 以稀释和冲走腐蚀剂; 若为酸腐蚀, 可用 3%(质量分数)碳酸氢钠溶液冲洗; 若为碱腐蚀, 可用 1%(质量分数)醋酸或 2%(质量分数)硼酸溶液冲洗, 情况严重应立即就医。

(4) 溴腐蚀: 与酸碱腐蚀类似, 应立即用大量清水冲洗受伤部位; 由于溴易挥发, 要确保伤口通风良好; 若溴溶液沾染衣物, 应立即脱去并彻底冲洗。

(5) 磷灼伤: 磷燃烧时会释放有毒五氧化二磷( $P_2O_5$ )蒸气, 应立即用湿布覆盖灼伤区域, 以隔绝空气, 阻止磷的进一步燃烧; 然后用清水冲洗, 可根据情况用 5%(质量分数)硫酸铜溶液冲洗, 情况严重应立即就医。

(6) 吸入有毒气体: 应立即将受害者转移到空气新鲜的地方, 保持呼吸道通畅; 如果呼吸困难, 应给予吸氧; 必要时拨打急救电话。

(7) 触电: 迅速切断电源, 使用不导电的物体(如木棍、塑料棒)将受害者与电源分离; 不要直接用手触摸受害者, 以免自己也触电; 必要时对受害者进行人工呼吸或心肺复苏。

(8) 着火: 保持冷静, 迅速采取灭火措施; 使用灭火器时, 对准火源根部喷射; 如果火势无法控制, 立即撤离现场, 并拨打火警电话; 切勿使用水灭火, 这可能加剧火势。

## 1.6 实验室废液处理

(1) 对于废酸废碱的处理, 首先需要对废液进行中和反应, 将其 pH 调节至中性。然后通过蒸发、结晶等方法去除水分, 得到纯净的酸碱物质。这些物质可以作为化工原料或化肥使用, 实现资源的循环利用。

(2) 含镉废液的处理主要用化学沉淀法。首先, 向废液中加入还原剂, 如硫酸亚铁或废铁屑, 将镉离子还原成镉沉淀。然后, 通过絮凝、沉淀、过滤等步骤, 将镉沉淀与其他固体物质分离。

(3) 含汞废液的处理主要用絮凝沉淀法。首先, 将其 pH 调节至 8~10。然后, 加

入过量硫化钠使汞离子转化为硫化汞沉淀,再加入适量硫酸亚铁处理过量的硫化钠,使过量的  $\text{S}^{2-}$  转化为  $\text{FeS}$  沉淀。最后通过沉淀、过滤等步骤,将汞沉淀与其他固体物质分离。

(4) 含重金属离子废液的处理主要用沉淀法。首先,根据废液中重金属离子的种类和浓度,选择合适的沉淀剂,如氢氧化钠、硫化钠等。然后,将沉淀剂加入废液中,调节 pH 至适宜范围,使重金属离子更容易与沉淀剂发生反应形成沉淀。随后,通过搅拌、静置等手段使沉淀物充分形成并沉淀到底部。最后,将上清液与沉淀物分离,对沉淀物进行进一步处理,如干燥、焚烧等,以彻底去除重金属离子。

(5) 含重金属有机废液的处理方法主要包括氧化还原法、沉淀法和吸附法。

## 实验基本操作


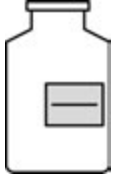
本章主要介绍实验室常用玻璃仪器及光电仪器的名称、用途及其使用方法。

### 2.1 常用玻璃仪器



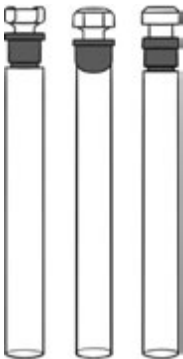
#### 2.1.1 常用玻璃仪器介绍

常用玻璃仪器有烧杯、试管、圆底烧杯、广口瓶、容量瓶等,具体见表 2-0-1。



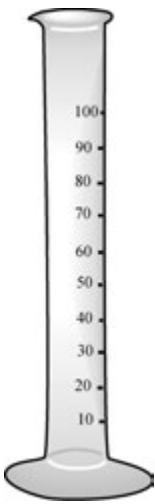
表 2-0-1 常用玻璃仪器介绍

仪器示意图及名称	规 格	主 要 用 途	使用方法和注意事项
<div>烧杯</div> 	<div>1. 一般规格: 50 mL、100 mL、250 mL、500 mL、1000 mL、2000 mL</div> <div>2. 微量规格烧杯: 1 mL、5 mL、10 mL</div>	<div>1. 溶解、稀释、浓缩、水浴、盛放溶液</div> <div>2. 作为反应容器</div> <div>3. 作为称量容器</div>	<div>1. 可加热。烧杯作为反应容器若需用酒精灯或者电热套加热时需垫上石棉网。加热前将外壁擦干,防止受热不均导致仪器破裂。装入液体体积不要超过烧杯容积的 2/3,防止搅动时液体溅出或沸腾时液体溢出</div> <div>2. 在烧杯中配制溶液时,一般选用烧杯的体积比所要配制溶液的体积大一倍为宜</div> <div>3. 转移或倾倒液体时,应从烧杯嘴处向外倾倒,避免液体向其他方向流出</div>
<div>广口瓶</div> 	<div>按 容 积 分: 100 mL、125 mL、250 mL、500 mL、1000 mL 等</div>	<div>1. 主要用于盛装固体药品</div> <div>2. 用于组装反应容器(集气瓶)</div>	<div>1. 不能直接加热,不能盛放碱</div> <div>2. 见光易分解或变质的试剂应选用棕色广口瓶</div> <div>3. 做气体燃烧实验时瓶底应放少许沙子或水,防止玻璃瓶破裂</div>

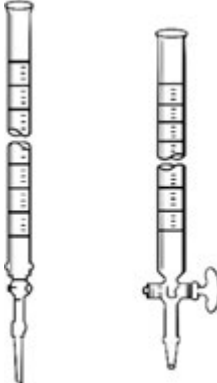
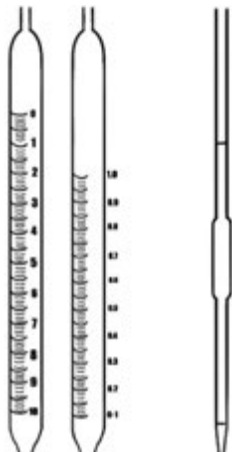


续表

仪器示意图及名称	规格	主要用途	使用方法和注意事项
<p>试管</p> 	<p>1. 有刻度试管按容积分: 5 mL、10 mL、15 mL、20 mL、25 mL、50 mL</p> <p>2. 无刻度试管按外径×管长分: 8 mm×70 mm、10 mm×70 mm、10 mm×100 mm、12 mm×100 mm、12 mm×120 mm、15 mm×150 mm、30 mm×200 mm 等</p>	<p>1. 用作少量试剂的反应容器或溶解容器</p> <p>2. 用于收集少量气体</p> <p>3. 用作一些简易的发生或洗气装置</p>	<p>1. 在常温或加热时都可以使用,可用酒精灯直接加热</p> <p>2. 装液体时,液体不要超过试管容积的 1/2,如果需加热,则液体不能超过试管容积的 1/3,以防止振荡时液体溅出或受热溢出</p> <p>3. 取用固体时用药匙、纸槽或镊子,防止粉末药品黏附在试管壁上或较硬药品损坏试管</p> <p>4. 加热试管时用试管夹,加热前把试管外壁的水珠擦干,加热时先使试管均匀受热,防止试管炸裂</p> <p>5. 加热液体时,试管与实验台面的倾斜角为 45°,试管口不要对着人。加热固体时管口应略向下倾斜,避免管口冷凝水回流至管底而引起炸裂</p>
<p>离心试管</p> 	<p>常见规格: 0.2 mL、1.5 mL、2 mL、10 mL、15 mL、50 mL</p>	<p>离心试管的核心功能是通过离心力实现样品的固液分离或液液分层</p>	<p>1. 确认离心试管无裂纹破损,盖子密封,样品量不超过 2/3</p> <p>2. 离心必须平衡,转子对称位置离心试管总质量差<math>\leq 0.1</math> g,单支样品需配同体积平衡管</p> <p>3. 破损管不用,不超速,不停稳不开盖,避免样品污染与安全事故</p> <p>4. 离心试管不可直接加热</p>
<p>比色管</p> 	<p>按容积分: 10 mL、25 mL、50 mL 3 种规格</p>	<p>比色管是化学实验中用于目视比色分析实验的主要仪器,可用于粗略测量溶液浓度</p>	<p>1. 比色管不是试管,不能加热,且比色管管壁较薄,要轻拿轻放</p> <p>2. 同一比色实验中要使用同样规格的比色管</p> <p>3. 清洗比色管不能用硬毛刷刷洗,以免磨伤管壁影响透光度</p> <p>4. 比色时一次只拿两支比色管进行比较且光照条件要相同</p>

续表


仪器示意图及名称	规 格	主 要 用 途	使用方法和注意事项
<p>圆底烧瓶</p> 	按容积分: 50 mL、100 mL、250 mL、500 mL 等	可用作装配气体发生器和反应容器、蒸馏装置(蒸馏烧瓶)特殊情况下的收集装置	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 圆底烧瓶和蒸馏烧瓶加热时要垫上石棉网, 事先擦干外壁, 加热时一般不选用平底烧瓶</li> <li>2. 在装置中一般用铁架台固定, 防止因滚动而打破</li> <li>3. 加热时液体的体积一般是烧瓶容积的 <math>\frac{1}{3} \sim \frac{1}{2}</math>, 不能蒸干</li> <li>4. 煮沸或蒸馏时要加几粒沸石或碎瓷片, 防止暴沸</li> </ol>
<p>容量瓶</p> 	按容积分: 5 mL、10 mL、25 mL、50 mL、100 mL、250 mL、500 mL、1000 mL 等	用于配制一定体积的准确物质的量浓度的溶液	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 使用前检查是否漏水</li> <li>2. 瓶塞不能互换, 不能加热和烘烤</li> <li>3. 溶质先在烧杯内溶解, 再完全转入容量瓶</li> <li>4. 不能代替试剂瓶用于存放溶液, 避免影响容量瓶容积的精确度</li> </ol>
<p>量筒</p> 	按容积分: 5 mL、10 mL、20 mL、25 mL、50 mL、100 mL 等	测定取用液体的体积	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 属粗量器, 一般精确度 <math>\geq 0.1</math> mL。应选用相同或比所需体积稍大规格的量筒</li> <li>2. 不能加热, 室温下使用</li> <li>3. 不能用作反应容器</li> <li>4. 不能直接配制溶液</li> <li>5. 正确读数, 视线与液体的凹液面的最低点水平相切</li> <li>6. 特殊情况下, 可以间接测量气体或固体的体积</li> </ol>

续表

仪器示意图及名称	规 格	主 要 用 途	使用方法和注意事项
酸式/碱式滴定管 	按量程分: 25 mL、50 mL、100 mL 等	1. 用于滴定操作 2. 准确量取一定体积的液体等	1. 酸管旋塞应涂抹凡士林, 碱管下端橡皮管不能用洗液清洗 2. 用前洗净, 装液前用预装液润洗 3 次 3. 酸管、碱管不能对调使用
吸量管、移液管 	按量程分: 1 mL、2 mL、5 mL、10 mL、25 mL、50 mL 等, 微量: 0.1 mL、0.2 mL、0.25 mL、0.5 mL 等	精确移取一定体积的液体	1. 吸入液体, 使液面超过刻度, 再用食指按住管口轻轻转动放气, 待液面降至刻度后, 用食指按紧管口, 将管移往指定容器上, 放开食指, 使液体注入容器 2. 用时先用少量所移取液体润洗 3 次, 保证所取液体浓度或纯度不变 3. 若吸量管管体未标注“吹”字, 吸取液体后, 管内残留的最后一滴液体无需吹出
表面皿 	按直径分: 45 mm、65 mm、75 mm、90 mm	盖在烧杯上, 防止液体迸溅或其他用途	不能用火直接加热, 防止破裂
漏斗 	按漏斗径分: 30 mm、40 mm、60 mm、100 mm、120 mm, 铜质漏斗专用于热滤	1. 过滤液体 2. 倾注液体 3. 长颈漏斗常装配气体发生器, 加液用 4. 有时也用在其他实验上, 如吸收气体防止倒吸的装置	1. 不可直接加热, 防止破裂 2. 过滤时漏斗颈尖端必须紧靠承接滤液的容器壁, 防止滤出 3. 长颈漏斗用于加液时斗颈应插入液面内, 防止气体自漏斗泄出



续表

仪器示意图及名称	规 格	主 要 用 途	使用方法和注意事项
<p>抽滤瓶</p> 	按容积分: 50 mL、100 mL、 250 mL、500 mL 等	用于制备晶体或 沉淀中的减压 过滤	1. 不能直接加热 2. 滤纸直径要略小于漏斗 的内径才能贴紧,防止滤液 由边上漏滤,过滤不完全 3. 先开抽气管,后过滤。过 滤完毕后,先分开抽气管与 抽滤瓶的连接处,然后关抽 气管,防止抽气管水流倒吸

2.1.2 常用玻璃仪器的洗涤

实验室中保证实验仪器的洁净是进行实验的基本要求。清洗仪器所选用的洗涤剂及洗涤方法都应该根据污染仪器物质的性质选择,这样才能将仪器清洗干净。当洗净后的容器壁附有一层均匀的水膜且无水珠后,即达到了洁净的标准。

1. 常用洗涤剂

实验室常用的洗涤剂包括肥皂、肥皂液、洗衣粉、去污粉、铬酸洗液、碱性高锰酸钾洗涤剂、有机溶剂洗涤剂、草酸洗涤剂。

2. 仪器的洗涤方法

在化学实验的过程中,所使用的仪器常附着不同的化学药品,所以在使用仪器前应该保证仪器的洁净。洗涤仪器的方法多种多样,应根据实验的要求、污染物的性质和污染的程度选择。洗涤的具体方法有以下几种。

(1) 用水刷洗。先用自来水冲去灰尘和可溶性物质,然后用毛刷蘸水刷洗仪器内外壁,刷去表面黏附的灰尘和不溶物。

(2) 用合成洗涤液刷洗。洗涤灵是以非离子型表面活性剂为主要成分的中性洗液,可配制成 1%~2% 的水溶液使用,洗衣粉可配制成 5% 的水溶液使用。用毛刷蘸取洗液,来回刷洗仪器,刷洗完毕后,用自来水对仪器进行冲洗,注意刷洗时的力度,以免用力过猛导致仪器破裂。此方法可以除去油污和其他有机物质。

(3) 用铬酸洗液刷洗。铬酸洗液是一种强氧化性的洗液,由浓硫酸、重铬酸钾和蒸馏水配制而成,具有很强的去污能力,主要用来清洗化学仪器上难以去除的污物。使用铬酸洗液对仪器进行洗涤时,先将少量洗液倒入仪器内部,倾斜并旋转仪器,让洗液在仪器内部流动,使得仪器内壁各个部位的洗液均匀分散,旋转几圈之后,将仪器内部的洗液倒回原瓶内回收,然后用自来水将仪器内残留的洗液冲刷干净。对于那些被试剂污染严重的仪器,可使用洗液浸泡一段时间,必要时可以升高温度,清洗效果更佳。清洗完毕后,将仪器从铬酸洗液中取出,用清水彻底冲洗干净。由于铬酸洗液具有强氧化性,建议使用稀碱液(如稀氨水或

稀氢氧化钠溶液)进行中和处理,避免残留的铬酸对后续实验产生影响。

(4) 特殊污染物的去除。有些污染物不能使用一般的洗涤剂去除,可以将污染物通过化学反应生成水溶性物质之后,再对其进行清洗。例如,长期盛放  $\text{AgNO}_3$  溶液的试剂瓶、试管、滴管都有以  $\text{Ag}_2\text{O}$  为主的黑褐色银迹污物的存在,用碘-碘化钾溶液洗涤,黑褐色污物可以很快除去。长期盛放  $\text{KMnO}_4$  溶液的试剂瓶、滴瓶,都有以  $\text{MnO}_2$  为主的黑褐色污物存在。由于任何不溶性锰的氧化物都可以溶解在硫酸亚铁铵  $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  溶液(也称莫尔盐溶液)中,所以,在附着锰迹的玻璃仪器中,加入硫酸亚铁铵溶液或用稀硫酸酸化了的硫酸亚铁铵溶液,是一种理想的除锰迹洗涤法。用 20~30 mL 氨水溶液荡涤,可以很快将  $\text{AgCl}$  沉淀除干净,洗液可多次使用,用后回收处理。硫黄易溶于二硫化碳,因此可以用二硫化碳洗涤。此外,硫黄也可以与热碱溶液反应,所以也可以用热碱溶液洗涤。

对于那些不能使用以上方法洗涤的仪器,如容量瓶、移液管等,根据其被污染的程度,可以选择用洗涤剂进行淌洗,即先将少量的洗涤剂或洗衣粉配制成的溶液倒入容器中,用手拿着仪器上下振荡几分钟或者浸泡一段时间后,再使用自来水对其进行冲洗,直至冲洗干净。

用自来水清洗后的仪器,应该洁净透明,容器壁附有一层均匀的水膜且无水珠,最后再用去离子水润洗 2~3 次。

### 3. 仪器的干燥

实验所用到的仪器,除必须洁净之外,有时还应该保持干燥。干燥仪器的方法有以下几种。

(1) 自然晾干。将洗净的仪器倒置或平放于干净的实验柜内或在仪器架上晾干,让水分自然流出并挥发,如图 2-0-1 所示。这种方法适用于不急于使用的实验仪器。

(2) 吹干。使用电吹风或专用的气流烘干机吹干仪器,如图 2-0-2 所示。在吹干前,应先将仪器内、外壁的水分尽可能倾尽。吹干内壁的水分的具体操作方法:用一只手将待干燥仪器拿住,另一只手将吹风机的出风口对准仪器的瓶口,打开吹风机的开关,观察仪器内壁的水珠,待其内部水分全部吹干之后,关闭吹风机的开关。对于烧杯等大口器皿,可以直接用吹风机吹干;而对于试管等细长仪器,需要特别注意防止水珠回流导致仪器破裂。

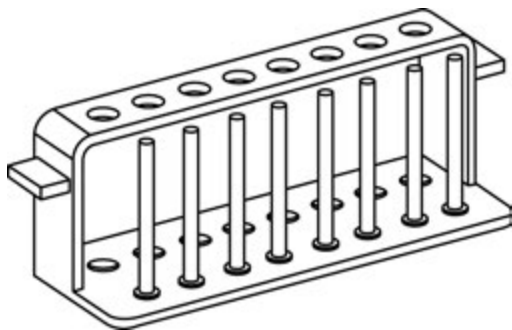


图 2-0-1 试管架自然晾干试管

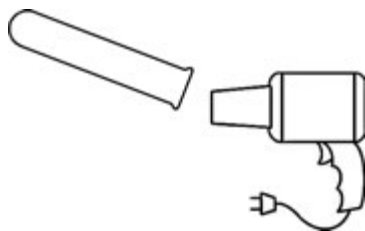


图 2-0-2 电吹风烘干仪器

(3) 烤干。对于可以承受高温的仪器,如蒸发皿或烧杯等大口器皿,可以在石棉网上用小火加热烤干,如图 2-0-3 所示。具体操作方法:将酒精灯点燃之后,放于铺有石棉网的铁架台下,将待干燥仪器放置于石棉网上,待仪器内水分蒸干之后,使用夹子将仪器取下,备