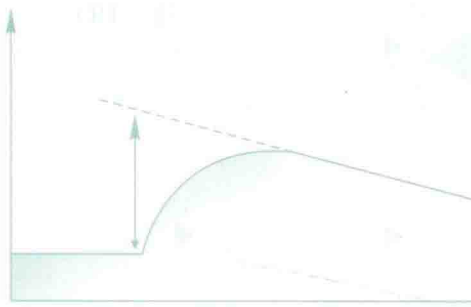


无机及分析化学实验

黄方志 主编



北京师范大学出版集团
BEIJING NORMAL UNIVERSITY PUBLISHING GROUP
安徽大学出版社

无机及分析化学实验

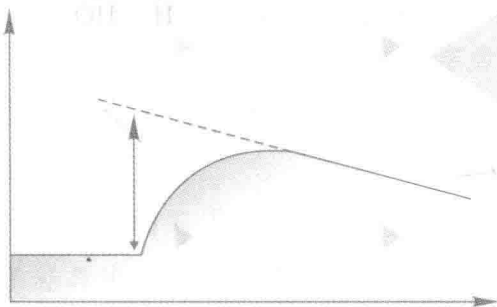
主 编：黄方志

副主编：董华泽 李 健

杨 捷

编 委：李 丹 黄建炎

陈 琛 谢 冬



北京师范大学出版集团
BEIJING NORMAL UNIVERSITY PUBLISHING GROUP

安徽大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验/黄方志主编. —合肥:安徽大学出版社,2015.8

ISBN 978-7-5664-0989-8

I. ①无… II. ①黄… III. ①无机化学—化学实验②分析化学—化学实验
IV. ①O61—33②O65—33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 175610 号

无机及分析化学实验

黄方志 主编

出版发行:北京师范大学出版集团

安徽大学出版社

(安徽省合肥市肥西路3号 邮编 230039)

www.bnupg.com.cn

www.ahupress.com.cn

印刷:合肥添彩包装有限公司

经销:全国新华书店

开本:184mm×260mm

印张:7.75

字数:123千字

版次:2015年8月第1版

印次:2015年8月第1次印刷

定价:20.00元

ISBN 978-7-5664-0989-8

策划编辑:李梅 武溪溪

责任编辑:武溪溪 李栋

责任校对:程中业

装帧设计:李军

美术编辑:李军

责任印制:赵明炎

版权所有 侵权必究

反盗版、侵权举报电话:0551—65106311

外埠邮购电话:0551—65107716

本书如有印装质量问题,请与印制管理部联系调换。

印制管理部电话:0551—65106311

前 言

化学实验课程是本科阶段化学教学的重要组成部分,是理论与实际应用间的桥梁。通过实验课程的学习,不仅可以巩固理论课知识,促进学生对知识的理解,更能提高学生的学习能力,培养科学素养。

“无机及分析化学实验”是既面向化学化工类理工科学生,又面向涉及化学现象的其他学科,如生物学、环境科学、地质学等专业学生的一门公共基础实验课程。“无机及分析化学实验”作为大学化学实验的第一门课程,在整个化学实验教学中承担着培养学生良好的实验技能和基本实验素质的重要作用。

在教材内容的编写上,我们在兼顾基础的同时,更注重对学生能力的培养。除了经典的无机及分析化学实验,我们还设计了一些应用性、综合性的实验,期望通过这门实验课程的学习,不仅可以培养学生的基本实验技能,而且能培养学生严谨求实的科学作风和独立思考能力。

本教材分为六章,第一章和第二章为基础知识及基本操作,第三章至第六章为实验内容,分别为无机化合物的制备与提纯实验、元素性质与化学原理实验、定量分析化学实验、综合与设计性化学实验。

本教材的编者包括安徽大学的黄方志、杨捷、李丹、黄建炎和合肥师范学院的董华泽、李健、谢冬、陈琛,由黄方志负责统稿。在编写过程中,安徽大学化学化工学院和实验中心的各位老师提出了宝贵的修改意见,在此表



示感谢!

安徽大学对本教材的编写提供了经费支持,同时,本教材的出版还得到了安徽大学出版社的鼎力相助,我们在此表示衷心的感谢。对于教材中涉及的无法追溯参考引用来源的内容,我们在此对原作者一并表示由衷的感谢。

由于编者水平有限,教材中难免有疏漏、欠妥之处,敬请广大读者批评指正。

编 者

2015 年 8 月

目 录

第一章 化学实验基础知识

第一节	实验目的	1
第二节	学习方法	1
第三节	实验室学生守则	6
第四节	实验室安全守则	7
第五节	实验事故的处理	7
第六节	实验中的误差来源	8
第七节	准确度和精密度	9
第八节	有效数字及运算规则	10

第二章 基本实验仪器及操作

第一节	玻璃仪器的洗涤和干燥	13
第二节	常用玻璃量器的使用	15
第三节	试剂的存放和取用	20



第三章 无机化合物的制备与提纯实验

实验一	实验相关知识讲解及实验仪器领用	22
实验二	氯化钠的提纯	24
实验三	硫酸亚铁铵的制备	27
实验四	五水硫酸铜的制备	29
实验五	五水硫代硫酸钠晶体的制备	31
实验六	明矾的制备	33

第四章 元素性质与化学原理实验

实验七	碱金属、碱土金属	35
实验八	ds 区金属元素(铜、银、锌、镉、汞)和化合物的性质	39
实验九	氯化铵生成焓的测定	43
实验十	银氨配离子配位数的测定	47
实验十一	化学反应速率、反应级数和活化能的测定	50

第五章 定量分析化学实验

实验十二	电子分析天平的称量练习	54
实验十三	酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	56
实验十四	盐酸标准溶液的配制与标定	59
实验十五	氢氧化钠标准溶液的配制与标定	61
实验十六	铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	63
实验十七	乙二醇四乙酸的配制、标定及自来水硬度测定	65
实验十八	锌含量的测定	68
实验十九	果汁中维生素 C 含量测定(碘量法)	71
实验二十	硫代硫酸钠溶液的配制和标定及铜含量的测定	73



实验二十一	化学耗氧量的测定	76
实验二十二	氯化物中氯含量测定(莫尔法)	78
实验二十三	氯化钡中钡的测定(BaSO_4 重量法)	80

第六章 综合与设计性化学实验

实验二十四	碘酸铜的制备及其溶度积的测定	83
实验二十五	硝酸钾的合成及其定性分析	87
实验二十六	草酸合铜酸钾的制备及其组成的测定	90
实验二十七	三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备及其阴离子电荷数的测定	93
实验二十八	纳米 TiO_2 的低温制备、表征及催化活性检测	96
实验二十九	混合碱组成测定	99
实验三十	鸡蛋壳的预处理及其钙镁含量的测定	102
实验三十一	碱式碳酸铜的制备	104
实验三十二	应用配位滴定法的设计性实验	105
实验三十三	应用氧化还原滴定法的设计性实验	106

附 录

附录一	实验室常用酸碱的浓度	108
附录二	常用酸碱指示剂	108
附录三	配位滴定指示剂	109
附录四	氧化还原指示剂	109
附录五	常用缓冲溶液的配制	109
附录六	混合酸碱指示剂	110
附录七	一些难溶化合物的溶度积($18\sim 25^\circ\text{C}$)	110
附录八	一些单质和化合物的热力学数据($298.15\text{ K}, 100\text{ kPa}$)	111

参考文献

参考文献	113
------------	-----

第一章 化学实验基础知识

第一节 实验目的

化学是一门实验科学,化学实验是进行化学研究的最基本手段,对化学理论的建立、验证和发展起着不可替代的推动作用。以实验为手段培养学生的动手能力是化学专业的显著特征,通过实验,不仅可以促进学生更好的理解、巩固理论知识,更能提高学生观察、分析和解决问题的能力,提高学生对化学学科的学习兴趣。通过对基础化学实验的学习,需达到以下目的:

- (1)掌握常用实验仪器的使用方法。
- (2)掌握基本实验操作和基本技能。
- (3)掌握无机物的一般分离、提纯、制备和检验的方法。
- (4)掌握滴定分析的方法、步骤,准确判断终点;建立严格“量”的概念,学会正确处理实验结果。
- (5)养成严谨的科学态度,实事求是。
- (6)培养独立工作和思考能力。

第二节 学习方法

为了更好地达到学习实验课程的目的,学生在学习的过程中,不仅要有正确的学习态度,还需要培养良好的学习习惯,遵循一定的学习方法。在学习过程中,要抓好以下 3 个环节。



(1)预习。预习是实验的准备阶段,必不可少,为了达到实验教学所预期的效果,学生需提前做好预习工作,查阅相关资料,写好预习报告,对实验做到“心中有数”,避免边做边翻书的“照方抓药”模式。

(2)实验。实验是实验课程的中心环节,是培养学生的动手能力,提高学生观察、分析和解决问题能力的关键。为取得好的实验结果,学生需要严格遵守实验室规章制度,认真操作,细心地观察实验现象,如实记录实验原始数据。实验原始数据是第一手资料,不可随意涂改,学生遇到问题或反常现象时要认真分析,并积极与老师、同学讨论。此外,学生应注意节约药品、水、电,爱护仪器设备,保持实验室的干净、整洁等。

(3)实验报告。实验结束要及时总结,完整地书写好一份实验报告。实验报告的内容包括实验目的、实验原理、实验步骤、数据的处理和分析讨论。实验报告是培养学生严谨的科学态度,提升能力的重要措施,应认真对待。实验报告的书写应做到格式正确、字迹端正、简明扼要。

无机及分析化学实验可分为制备实验、定量测定实验、定性实验和性质实验4种类型。下面是各类实验报告的格式举例。

一、制备实验

硫酸亚铁铵的制备

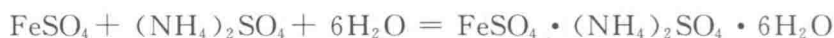
【实验目的】

(1)练习水浴加热、常压过滤和减压过滤等基本操作。

(2)了解复盐的一般特性和制备方法。

【实验原理】

亚铁盐在空气中易被氧化,将之转化为复盐硫酸亚铁铵后可稳定存在。硫酸亚铁铵又称“摩尔盐”,是浅绿色单斜晶体,不易被氧化,溶于水,但不溶于乙醇。



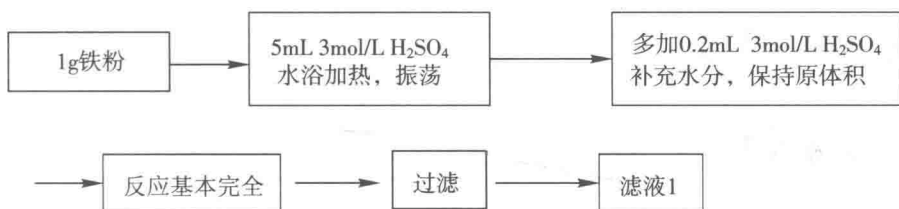
复盐的一般特性:释放简单盐类所能释放的所有离子;溶解度小于组成它的



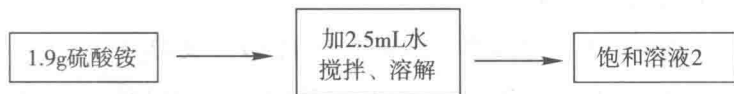
任一简单组分。

【实验步骤】

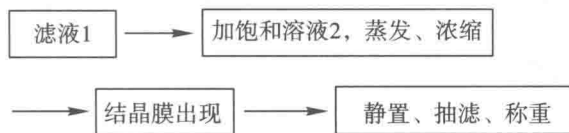
(1) FeSO_4 溶液的制备。



(2) $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 饱和溶液的制备。



(3) $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 晶体的制备。



【实验原始数据记录】

(1) 实验现象(略)。

(2) 产量(略)。

【实验结果与讨论】

铁粉、硫酸均过量, 理论产量按 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 计算。

$(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的质量:

$$m = \left(\frac{1.9}{132.14} \right) \times 392.14\text{g} = 5.64\text{g}$$

$$\text{产率} = \frac{\text{实际产量}}{\text{理论产量}} \times 100\%$$



二、定量测定实验

盐酸标准溶液的配制与标定

【实验目的】(略)

【实验原理】

用无水 Na_2CO_3 作为基准物质标定盐酸。无水 Na_2CO_3 应预先在 180°C 条件下充分干燥并保存于干燥器中。



溴甲酚绿—二甲苯黄变色点 $\text{pH}=3.9$, 开始时溶液偏碱性, 显绿色; 终点时溶液为酸性, 突变为亮黄色。

【实验步骤】(略)

【实验原始数据记录】

表 1-1 实验原始数据记录表 1

序次 记录项目	I	II	III
$m(\text{Na}_2\text{CO}_3)/\text{g}$			
HCl(滴定管初读数)/mL			
HCl(滴定管终读数)/mL			

【实验结果与讨论】(略)

表 1-2 实验数据统计分析表

序次 记录项目	I	II	III
$m(\text{Na}_2\text{CO}_3)/\text{g}$			
HCl(滴定管初读数)/mL			



续表

序次 记录项目	I	II	III
HCl(滴定管终读数)/mL			
V(HCl)/mL			
$c(\text{HCl})/\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$			
$\bar{c}(\text{HCl})/\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$			
绝对偏差 d_i			
平均偏差 $\bar{d}$			
相对平均偏差 $\bar{d}_r$			

三、定性实验

详见实验七(碱金属、碱土金属)。

四、性质实验

氯化铵生成焓的测定

【实验目的】(略)

【实验原理】(略)

【实验步骤】(略)

【实验原始数据记录】

表 1-3 实验原始数据记录表 2

时间 \ 实验		C 的测定	中和反应	溶解反应
反应前	0			
	30s			
	60s			
	⋮			
	270s			
	300s			
反应	0			
	30s			
	60s			
	⋮			
达到最大值后	0			
	30s			
	60s			
	⋮			
	270s			
	300s			

【实验结果与讨论】(略)

第三节 实验室学生守则

- (1)不迟到、不早退,不无故缺席,不喧闹谈笑,不做与实验无关的事情。
- (2)实验前认真做好预习工作,写好预习报告,阅读和思考每一项实验任务。
- (3)书包不可带入实验室,统一放在存包处;实验前清理实验台上不必要的



物品。

(4) 实验一开始就要注意安全,一定要穿实验服、戴防护眼镜。

(5) 实验过程中要按照要求规范操作,如实做好实验数据记录,废纸、废品和废液严禁丢入或倒入水槽,以免堵塞和腐蚀管道,实验中的废弃物应按规定放到指定的废物桶或废液缸中。

(6) 实验结束后,必须将玻璃仪器洗涤干净,放回原处;将药品和防护眼镜放回指定的位置。

(7) 注意节约水、电和药品;离开实验室前,关闭水龙头、断电。

(8) 实验用品一律不得擅自带出实验室。

第四节 实验室安全守则

(1) 实验室内禁止饮食、吸烟,实验结束后要及时洗手。

(2) 熟悉实验环境,了解急救箱、消防用品的位置及使用方法。

(3) 使用电器设备时,不可用潮湿的手去开启电闸或电器开关,防止触电。

(4) 绝不允许随意混合各种化学药品,以免发生意外。

(5) 一切有毒和有刺激性气体的实验,都要在通风橱中进行;切勿直接俯视容器中正在反应或加热的液体,也不可将正在加热的试管口对着自己或他人。

(6) 使用强酸、强碱等腐蚀性的试剂时要当心,切勿溅到皮肤或衣物上,尤其注意不要溅到眼睛里,操作过程要佩戴防护眼镜。

第五节 实验事故的处理

在实验过程中,要严格遵守实验室规章制度,坚持安全第一、预防为主。如果不慎发生意外,重伤者要立即送到医院治疗,轻伤者可采取如下措施进行处理:

(1) 烫伤。轻度烫伤可在伤处涂敷烫伤膏等。

(2) 割伤。轻微的划伤,可直接在伤口处涂抹外伤药。若伤口内有玻璃碎片或污物,应先将其取出,洗净伤口,并用 3% H_2O_2 消毒,然后涂上外伤药并用绷带



包扎。

(3)灼伤。酸或碱灼伤要先立即用大量水冲洗,然后用饱和的 NaHCO_3 溶液或 2% 硼酸溶液冲洗,最后用水冲洗,送医院诊治。

(4)吸入刺激性或有毒气体。吸入者应立即到室外呼吸新鲜空气。

(5)失火。有机试剂引起的火,应立即用湿布或沙子等扑灭,也可用四氯化碳灭火器或二氧化碳泡沫灭火器灭火,但不可用水扑救。如遇电气设备着火,应先拉下电闸,并用四氯化碳灭火器灭火,也可用干粉灭火器灭火。

(6)触电。立即切断电源,必要时对触电者进行人工呼吸。

第六节 实验中的误差来源

在实验过程中,由于受分析方法、测量仪器、试剂和实验者的主观因素等方面的限制,使得测定结果不可能与真实值完全一致。即使是同一个人在相同的条件下多次进行相同实验,所得结果也不会完全相同。这表明误差是客观存在、不可避免的。因此,我们需要了解和分析实验过程中误差产生的原因及规律,以便采取相应的措施减小误差,提高分析结果的准确性。

误差产生的原因很多。根据误差的种类、性质以及产生的原因,可将误差分为系统误差、随机误差和过失误差 3 种。

(1)系统误差。系统误差是指在分析过程中由于某些固定的原因所造成的恒定偏差,或者偏大或者偏小,具有单向性和重复性的特点。引起系统误差的原因很多,可分为仪器误差、方法误差、试剂误差以及主观误差等。

①仪器误差。仪器误差是由于仪器本身不够完善而造成的误差,如天平的两臂不等,砝码、滴定管等的不确定性等。

②方法误差。方法误差是由于采用近似计算公式、近似测量方法等而引起的误差,如在滴定分析中,反应进行不完全,干扰离子的影响,滴定终点和化学计量点的不符,以及其他副反应的发生等。

③试剂误差。试剂误差是指由于试剂不纯,包括所用的水不规格而造成的误差。

④主观误差。主观误差是指由于操作人员主观原因而造成的误差。如对滴



定终点颜色的辨别,有人偏深,有人偏浅。

由此可见,系统误差是由某些比较确定的因素引起的,对测定结果的影响是恒定的,会在同样条件下的重复测量中重复出现。理论上,只要找到原因,系统误差是可以消除的。在实际操作过程中,我们可以通过改进实验方法、校正仪器、提高试剂纯度等措施来减小系统误差。

(2)偶然误差。偶然误差又称“随机误差”,是由某些随机的、偶然的原因造成的。如在读取滴定管读数时,估计小数点后第二位数值,几次读数不一致。偶然误差对实验结果的影响是无规律可循的,有时大有时小,有时正有时负,通常可以采用“多次测量,取平均值”的方法来减小偶然误差。

(3)过失误差。过失误差是指由于操作者的过失或差错而造成测量数据有很大误差。比如说看错砝码、读错读数、加错试剂等,这些都是操作者的疏忽造成的,是不应有的误差,在实验中必须避免。

第七节 准确度和精密度

实验结果的好坏通常用准确度和精密度来衡量。

准确度是指分析结果和真实值的接近程度。结果与真实值之间的差别越小,则分析结果的准确度越高。准确度的高低用误差来衡量,可分别用绝对误差和相对误差来表示。绝对误差是指测量值与真实值之间的差值;相对误差是指绝对误差与真实值的比值。

绝对误差 $E = \text{测量值} - \text{真实值}$

相对误差 $E_r = \frac{\text{绝对误差 } E}{\text{真实值}} \times 100\%$

绝对误差和相对误差都有正负值,正值表示分析结果偏高,负值表示分析结果偏低。一般用相对误差来反映测定值与真实值之间的偏离程度(即测量的准确度),比用绝对误差更合理。

精密度是指多次平行测定结果相互接近的程度,精密度高表示结果的重现性好。精密度的高低用偏差来衡量。通常被测量事物的真实值很难准确知道,在实际工作中,往往通过在同样的条件下进行多次平行测定,然后取平均值,用平均值