

WUJI JI FENXI HUAXUE SHIYAN

• 普通高等教育“十二五”规划教材 •

无机及分析化学实验

李运涛 主编



化学工业出版社

普通高等教育“十二五”规划教材

无机及分析化学实验

李运涛 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书是为高等院校轻化工大类专业开设无机及分析化学实验课程而编写的教材。全书共分3章和附录：第1章绪论；第2章无机及分析化学实验的基本操作；第3章实验，共选编了43个实验，内容包括基本操作训练实验、常数测定实验、重要元素及其化合物性质实验、定性和定量分析实验、光度分析实验和综合性实验；附录提供了实验中需要的有关数据、无机及分析化学实验中用到的化学药品名称及部分溶液浓度的配制和酸度计、分光光度计的使用方法。

本书可供高等院校制浆造纸工程、皮革工程、材料工程、硅酸盐工程、食品工程、生物工程、制剂制药工程、化学工程、应用化学、高分子材料、石油工程等专业使用，也可供工科类高职高专院校师生参考。

图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验/李运涛主编. —北京：化学工业出版社，2011.7

普通高等教育“十二五”规划教材

ISBN 978-7-122-11214-9

I. 无… II. 李… III. ①无机化学-化学实验-高等学校-教材②分析化学-化学实验-高等学校-教材
IV. ①061-33②065-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2011)第080693号

责任编辑：刘俊之
责任校对：陶燕华

文字编辑：王 琪
装帧设计：刘丽华

出版发行：化学工业出版社（北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011）
印 装：大厂聚鑫印刷有限责任公司
787mm×1092mm 1/16 印张9¼ 字数238千字 2011年8月北京第1版第1次印刷

购书咨询：010-64518888（传真：010-64519686） 售后服务：010-64518899
网 址：<http://www.cip.com.cn>
凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定 价：19.80元

版权所有 违者必究

前 言

本实验教材是以高等工科院校无机及分析化学课程教学基本要求为依据进行编写的。总结了我校多年来“无机化学实验”和“分析化学实验”的教学实践经验及陕西科技大学各专业（制浆造纸、皮革工程、材料工程、硅酸盐工程、食品工程、生物工程、化学工程、应用化学、高分子材料等）对无机及分析化学实验的要求，并参考国内诸家教材的基础上编写了《无机及分析化学实验》。可供高等工科类院校及高职高专院校师生使用。

教材内容主要包括绪论、无机及分析化学实验的基本操作、实验、附录四个部分。其中实验包括：基本操作和技能训练、制备和提纯、常数测定、定性和定量分析、元素性质等共计 43 个实验。实验内容较多，可根据具体情况选用。

在教材编写的过程中，我们对实验进行精心选编，注意了以下几点。

（1）加强基本操作训练和技能训练，将基本操作设计成具体实验，让学生在实验中熟练掌握基本操作的技巧，达到学练结合的目的。

（2）加强基础实验。实验内容取材上力争做到少而精，突出重点，同时注意和理论教学的有机结合。

（3）注重培养学生独立思考、分析问题和解决问题的能力。学生可根据实验中的思考题在实验过程中进行积极思考、分析，努力克服实验过程中的“照方抓药”，为学生学习后续课程打下良好的基础。

本书由李运涛主编，参加编写的还有杨秀芳、苏秀霞、黄良仙、刘存海。其中，第 1 章，第 2 章，附录，实验 1、2、3、5、6、7、12、25、33、36、40、41、42、43 由李运涛执笔；实验 4、8、9、10、11、16、17、18、37、39 由杨秀芳执笔；实验 19、24、28、29、30、31、32、38 由苏秀霞执笔；实验 15、20、21、22、23、26 由黄良仙执笔；实验 13、14、27、34、35 由刘存海执笔。全书由李运涛统稿。本书在编写的过程中，得到了陕西科技大学教务处、无机及分析教研室同志们的大力支持，在此表示衷心感谢。

由于编者水平所限，书中疏漏之处在所难免，恳请读者批评指正。

编 者
2011 年 4 月

目 录

第 1 章 绪论	1
1.1 无机及分析化学实验目的	1
1.2 无机及分析化学实验的学习方法	1
1.3 实验室工作规则	2
1.4 实验室工作中的安全操作	3
1.5 实验室意外事故处理	3
1.6 实验室消防常识	5
1.7 实验室三废处理	6
1.8 实验报告格式示例	7
第 2 章 无机及分析化学实验的基本操作	10
2.1 化学实验常用玻璃仪器介绍	10
2.2 常用仪器的洗涤和干燥	16
2.2.1 玻璃仪器的洗涤	16
2.2.2 洗涤液的配制	17
2.2.3 玻璃仪器的干燥	17
2.3 加热方法	18
2.3.1 加热装置	18
2.3.2 加热方法	20
2.4 称量	21
2.4.1 天平的种类	21
2.4.2 称量方法	23
2.5 化学试剂的取用	23
2.5.1 化学试剂的纯度等级	23
2.5.2 固体试剂的取用	24
2.5.3 液体试剂的取用	24
2.6 溶液的配制	25
2.6.1 一般溶液的配制	25
2.6.2 标准溶液的配制	26
2.7 无机制备实验中常用的基本操作	30
2.7.1 溶解与熔融	30
2.7.2 蒸发与浓缩	30
2.7.3 蒸干和灼烧	31
2.7.4 结晶与重结晶	31
2.8 试纸和滤纸的使用方法	31

2.8.1	试纸的种类及使用	31
2.8.2	滤纸的选用	32
2.9	重量分析基本操作	33
2.9.1	沉淀的生成	33
2.9.2	沉淀与溶液的分离和洗涤	33
2.9.3	沉淀的干燥和灼烧	37
2.10	纯水的制备和检验	39
2.10.1	纯水的制备	40
2.10.2	纯水的检验	41
2.10.3	纯水的合理利用	41
2.11	实验数据的记录	42
2.11.1	有效数字	42
2.11.2	数字修约规则	42
2.11.3	有效数字的运算	43
第3章	实验	45
实验1	玻璃仪器的洗涤及基本操作训练	45
实验2	玻璃管加工	46
实验3	氯化钠的提纯	47
实验4	粗硫酸铜的提纯	49
实验5	硫酸亚铁铵的制备	50
实验6	非水溶剂重结晶法提纯硫化钠	52
实验7	胶体溶液	53
实验8	解离平衡	56
实验9	沉淀反应	58
实验10	氧化还原反应	60
实验11	醋酸电离常数的测定	62
实验12	离子交换法测定 CaSO_4 的溶度积	63
实验13	酸碱标准溶液的配制和体积的比较	65
实验14	酸碱标准溶液浓度的标定	67
实验15	混合碱的分析(双指示剂法)	69
实验16	氯、溴、碘	70
实验17	过氧化氢、硫的化合物	72
实验18	氮、磷	74
实验19	锡、铅、铋、铟	76
实验20	硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	79
实验21	高锰酸钾标准溶液的配制和标定	81
实验22	胆矾中铜含量的测定	83
实验23	废水中化学耗氧量的测定(高锰酸钾法)	85
实验24	结晶氯化钡中水分的测定	87
实验25	可溶性氯化物中氯的测定(莫尔法)	89

实验 26	铬、锰	90
实验 27	铁、钴、镍	94
实验 28	EDTA 标准溶液的配制和标定	96
实验 29	水硬度的测定	99
实验 30	铅铋混合液中铅、铋含量的连续测定	101
实验 31	铜、银	102
实验 32	锌、镉、汞	105
实验 33	化学平衡常数的测定 (光电比色法)	107
实验 34	磺基水杨酸分光光度法测定铁含量	110
实验 35	邻菲咯啉铁配合物组成及稳定常数的测定	112
实验 36	钢中铬和锰的测定	114
实验 37	常见阳离子的分离和鉴定	116
实验 38	电势滴定法测定醋酸的含量和解离常数	120
实验 39	食品总酸度的测定	123
实验 40	石灰石中钙、镁含量的测定	124
实验 41	氟离子选择性电极测定水中的氟	126
实验 42	磷酸钠、磷酸氢二钠和磷酸二氢钠的制备	127
实验 43	废定影液中金属银的回收	128
附录		130
附录 1	酸度计使用方法	130
附录 2	分光光度计使用方法	134
附录 3	常用试剂溶液的配制	138
附录 4	常用酸碱溶液的相对密度、质量分数、质量浓度和物质的量浓度	139
附录 5	实验室常用洗液	140
附录 6	常用指示剂的配制	140
附录 7	常用基准试剂的准备	141
附录 8	常用缓冲溶液的配制	142
附录 9	常见离子的检出方法	142
附录 10	主要干燥剂与可用来干燥的气体	144
附录 11	我国高压气体钢瓶常用的标记	144
附录 12	我国化学试剂 (通用) 的等级标志	145
附录 13	危险药品的分类、性质和管理	145
附录 14	相对分子质量	146
附录 15	国际相对原子质量表	147
参考文献		149

第 1 章 绪 论

1.1 无机及分析化学实验目的

化学是一门以实验为基础的学科，许多化学的理论和规律是对大量实验资料进行分析、概括、归纳和总结而形成的。实验又为理论的完善和发展提供了依据。

无机及分析化学实验在无机及分析化学教学中占有极其重要的地位。实验的目的不仅是传授化学知识，更重要的是培养学生的动手能力和优良素质。化学实验课中，学生可通过仔细观察实验现象，直接获得化学感性知识，巩固和扩大课堂中所获得的知识，为理论联系实际提供具体的条件；熟练地掌握实验操作的基本技术，正确使用无机和分析化学实验中的各种常见仪器；学会测定实验数据并加以正确的处理和概括；培养严谨的科学态度和良好的工作作风，以及独立思考、分析问题、解决问题的能力；逐步地掌握科学研究的方法，将相互协作的精神和勇于开拓的创新意识始终贯穿于整个实验教学中，为学习后续课程以及将来参加生产、科研工作打好基础。

1.2 无机及分析化学实验的学习方法

要达到上述目的，学生必须有正确的学习态度和学习方法。无机及分析化学实验的学习方法，大致可从预习、实验、实验报告三个方面来掌握。

(1) 预习 实验前的预习，是保证做好实验的一个重要环节。预习的内容包括以下几点。

- ① 阅读实验教材和教科书中的有关内容。
- ② 明确实验的目的及实验原理。
- ③ 了解实验内容及步骤、操作过程和实验时应当注意的事项。
- ④ 认真思考实验前应准备的问题，并从理论上能加以解决。
- ⑤ 通过自己对实验的理解，在记录本上简要地写好实验预习报告。

(2) 实验 学生应遵守实验室规则，接受教师指导，根据实验教材上所规定的方法、步骤和试剂用量进行操作，并应做到下列几点。

① 认真操作，细心观察。对每一步操作的目的及作用，以及可能出现的问题进行认真的探究，并把观察到的现象如实地详细记录下来。实验数据应及时真实地记录在实验记录本上，不得转移，不得涂改，也不得记录在纸片上。如果发现观察到的实验现象和理论不符合，先要尊重实验事实，然后加以分析，认真检查其原因，并细心地重做实验。必要时可做对照实验、空白实验或自行设计的实验来核对，直到从中得出正确的结论。

② 实验中遇到疑难问题和异常现象而自己难以解释时，可提请实验指导老师解答。

③ 在实验过程中要勤于思考, 注意培养自己严谨的科学态度和实事求是的科学作风, 绝对不能弄虚作假, 随意修改数据。若定量实验失败或产生的误差较大, 应努力寻找原因, 并经实验指导老师同意, 重做实验。

④ 在实验过程中应保持严谨的态度, 严格遵守实验室工作规则。实验后做好结束工作, 包括清洗、整理仪器、药品, 清理实验台面, 清扫实验室, 检查电源开关, 关好门窗。

(3) 实验报告 做完实验后, 应解释实验现象并做出结论, 或根据实验数据进行计算, 完成实验报告并及时交指导老师审阅。

实验报告是实验的总结, 应该写得简明扼要, 结论明确, 字迹端正, 整齐洁净。实验报告一般应包括以下几个部分。

① 实验名称、实验日期。若有的实验是几人合作完成, 应注明合作者。

② 实验目的和实验原理。

③ 实验步骤。尽量用简图、表格、化学式、符号等表示。

④ 实验现象或数据记录。

⑤ 实验解释、实验结论或实验数据的处理和计算。根据实验的现象进行分析、解释, 得出正确的结论, 写出反应方程式; 或根据记录的数据进行计算, 并将计算结果与理论值比较, 分析产生误差的原因。

⑥ 实验总结。对自己在本次实验中出现的问题进行认真的讨论, 从中得出有益的结论, 指导自己今后更好地完成实验。

1.3 实验室工作规则

进入实验室后, 一切都要遵照实验室工作规则, 应做到以下几点。

(1) 遵守纪律, 保持肃静, 认真操作。

(2) 仔细观察各种现象, 并如实地详细记录在实验报告中。现象与数据记录要实事求是, 严禁弄虚作假、随意涂改数据或拼凑结果。

(3) 实验时应保持实验室和桌面清洁整齐, 废纸、火柴梗和废液等应倒入废物缸内, 严禁倒入水槽内, 以防水槽淤塞和腐蚀, 碎玻璃应放在废玻璃箱内回收。

(4) 小心使用仪器和实验室设备, 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, 注意节约, 尽量少用。

② 取用固体药品时, 注意勿使其撒落在实验台上。

③ 药品自瓶中取出后, 不应倒回原瓶中, 以免带入杂质而引起瓶中药品变质。

④ 试剂瓶用过后, 应立即盖上塞子, 并放回原处, 以免和其它瓶上的塞子搞错, 混入杂质。

⑤ 同一滴管在未洗净时, 不应在不同的试剂瓶中吸取溶液。

⑥ 实验教材中规定在实验做完后要回收的药品, 都应倒入回收瓶中。

(6) 使用精密仪器时, 必须严格按照操作规程进行操作, 须细心谨慎, 避免粗枝大叶而损坏仪器。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。

(7) 实验后, 应将仪器洗刷干净, 放回规定的位置、整理好桌面, 把实验台擦净, 并打扫地面, 最后检查水龙头是否关紧。电插头或闸刀是否断开。实验室内一切物品(仪器、药

品和产物等)不得带离实验室。得到实验指导老师许可后,方可离开实验室。

(8) 实验课程开始和期末结束前都要按实验室开列的实验仪器清单认真清点自己使用的一套仪器。在实验过程中损坏或丢失的仪器要及时去仪器室登记领取,并按仪器室的有关规定进行赔偿。

1.4 实验室工作中的安全操作

在实验过程中,应注意安全,具体做到以下几点。

(1) 一切有毒气体或有恶臭物质的实验,都应在通风橱中进行。

(2) 一切易挥发或易燃物质的实验,都应在离火较远的地方进行,并应尽可能在通风橱中进行。

(3) 使用酒精灯,应随用随点,不用时盖上灯罩。不要用已点燃的酒精灯去点燃别的酒精灯,以免酒精溢出而失火。

(4) 加热试管时,不要将试管口指向自己或别人,也不要俯视正在加热的液体,以免溅出的液体把人烫伤。

(5) 在闻瓶中气体的气味时,鼻子不能直接对着瓶口(或管口),而应用手把少量气体轻轻扇向自己的鼻孔。

(6) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿溅在衣服、皮肤,尤其是眼睛上。稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢地注入水中,并不断搅动,切勿将水注入浓硫酸中,以免产生局部过热,使浓硫酸溅出,引起灼伤。

(7) 有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物等,特别是氰化物)不能随便倒入下水道,要回收或加以特殊处理。

(8) 实验室内严禁饮食、吸烟,切勿以实验用容器代替水杯、餐具使用,防止化学试剂入口。每次实验后,应把手洗净。

1.5 实验室意外事故处理

在实验中如果不慎发生意外事故,不要慌张,应沉着、冷静,迅速处理。

(1) 烫伤 在现场,Ⅰ°烫伤者,用凉水冲洗后,在烫伤处擦上苦味酸溶液或用弱碱性溶液涂擦,再涂上烫伤膏、万花油、凡士林油等;Ⅱ°烫伤水疱较大者,首先用凉水冲洗后立即用1:2000新洁尔灭溶液消毒,在无菌条件下抽液,如果水疱已破者,也要用上述方法消毒,然后覆盖较厚的棉纱布加以包扎即可。Ⅰ°烫伤者,伤及表皮发红疼痛,但不起水疱;Ⅱ°烫伤者,伤及真皮可起水疱;Ⅱ°以上烫伤或烫伤面积较大者,除现场急救外,应立即送医院治疗。

(2) 强酸腐蚀性烧伤 立即擦去酸液,用大量水冲洗,并用 $20\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的碳酸氢钠溶液中和清洗,若酸液溅入眼内,先用大量水冲洗,再立即送医院治疗。

(3) 石炭酸腐蚀性烧伤 立即用低浓度酒精中和冲洗。

(4) 强碱腐蚀性烧伤 强碱腐蚀性烧伤远比强酸腐蚀性烧伤严重,其特点是:烧伤组织

边腐蚀边渗透,伤口很深,日后瘢痕较重,易发生残疾。现场急救:立即用水较长时间冲洗,并用 $20\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 醋酸、2% 饱和硼酸溶液中中和冲洗。若眼睛受伤或碱液溅入眼内,则应在冲洗后立即送医院治疗。

(5) 溴腐蚀伤 先用苯或甘油洗涤伤口,再用大量水冲洗。

(6) 磷腐蚀伤 特点是:主要因高热作用于组织,伤处出现剧痛、水疱等症状。磷伤在夜间可见创面发光。在急救现场:立即去除在表皮上的磷质,并用清水冲洗,然后用 4% 碳酸氢钠溶液清洗,最后用 1%~5% 硫酸铜溶液涂擦局部,再用该溶液浸泡纱布包扎伤口,使其与空气隔绝。注意事项:禁忌使用含油类药物,因为含油类药物容易造成磷的加快吸收而引起磷中毒。

(7) 吸入有毒或刺激性气体 如吸入氯气、氯化氢气体时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气使之解毒。如吸入硫化氢气体而感到不适时,立即到室外呼吸新鲜空气(有条件者,给氧或高压氧舱治疗)。毒物若进入口内,将 5~10mL 2% 稀硫酸铜加入一杯温水中,内服后,用手指伸入咽喉部,催吐。然后立即送医院。

(8) 触电 立即切断电源,对呼吸、心跳骤停者,立即进行人工呼吸和心脏按压。

(9) 起火 根据起火原因立即灭火。一般的小火可用湿布或细沙土覆盖灭火;火势大时使用泡沫灭火器;如果是电气设备起火,应立即切断电源,并用四氯化碳、干粉灭火器灭火,选择灭火器要适宜;如果是有机试剂着火,切不可用水灭火;实验人员衣服着火,切勿乱跑,赶快脱下衣服或就地卧倒打滚,也可起到灭火的作用;反应器皿内着火,可用石棉板盖住瓶口,火即熄灭;油类物质着火,要用沙或使用适宜的灭火器灭火。

(10) 创伤 实验室内发生创伤多为玻璃割伤造成。若伤口比较浅,用生理盐水冲洗后加以消毒,然后贴上创可贴即可。若伤口比较深、出血比较多者,先行包扎止血,然后清理创口,伤口内若有玻璃碎片,尽量清理干净,然后消毒,再在伤口上部约 10cm 处用纱布扎紧,减慢流血,压迫止血,并随即到医院就诊。

(11) 苯中毒 主要是由呼吸吸入苯蒸气所造成的。苯对中枢神经系统、造血器官有较强的毒性作用,主要表现为全身无力、头晕、眼花、恶心、呕吐、鼻出血,严重者呼吸困难、血压下降、昏迷抽搐。急救:迅速将患者移到空气新鲜、通风良好环境,脱去污染的衣服,给予氧气的吸入,必要时进行人工呼吸。

(12) 有机磷中毒 有机磷毒物是目前已知毒物中毒性最强的一类,通常经呼吸道、皮肤黏膜和消化道等途径迅速引起中毒。因此,必须争分夺秒地进行急救。急救原则如下。

① 消除毒物,防止吸收。对呼吸道吸入中毒者,立即将病人移到空气新鲜处,必要时吸入氧气。

② 经皮肤黏膜中毒者,脱去污染的衣服和鞋帽、手套等,皮肤黏膜污染的部位用肥皂水或 1%~2% 的碱性液体清洗(敌百虫中毒者禁用碱性液体)。眼睛被污染者,首先用 1%~2% 的碱性液体冲洗,然后点一滴 1% 的阿托品。

③ 经口中毒者,立即催吐、洗胃、导泻,应用解毒剂阿托品和解磷定。

(13) 使用汞时应避免泼洒在实验台或地面上,使用后的汞应收集在专用的回收容器中,切不可倒入下水道或污物箱内。万一发生少量汞洒落,应尽量收集干净,然后在可能洒落的地方撒一些硫黄粉,最后清扫干净,并集中作为固体废弃物处理。

附：实验室备用急救药箱

为了对实验室内意外事故进行紧急处理，每个实验室内都应准备一个急救药箱。药箱内常备药品如下：

红药水	獾油或烫伤膏
碘酒(3%)或碘酊	饱和碳酸钠溶液
饱和硼酸溶液	高锰酸钾晶体(用时再配成溶液)
消炎粉	甘油
醋酸溶液(2%)	氨水(5%)
硫酸铜(1%~5%)	三氯化铁(止血剂)
创可贴	新洁尔灭
医用酒精(70%~75%)	解磷定

药箱内常备器具如下：

消毒纱布、消毒棉（均放在磨口玻璃瓶中）；剪刀；氧化锌；橡皮膏；棉签儿；止血带；绷带。

1.6 实验室消防常识

在实验室中，经常要使用许多易燃物质，如乙醇、甲醇、苯、甲苯、丙酮、煤油等。这些易燃物质挥发性强，着火点低，在明火、电火花、静电放电、雷击因素的影响下极易引起起火，造成严重损失，因此使用易燃物品时应严格遵守操作规程。在发生火灾的情况下，应针对起火原因及周围环境情况采取适宜的灭火方法进行处理。一般灭火方法主要遵循两条原则：降低燃烧物温度；将燃烧物与空气隔绝。常用的灭火器材有水、水蒸气、酸碱灭火器、泡沫灭火器、二氧化碳灭火器、四氯化碳灭火器等。

(1) 水 水是常用的灭火物质。在常用的固体和液体物质中，水的比热容（使 1g 物质温度升高 1℃ 所吸收的热量）最大，水的汽化热（液体在一定温度下转化为气体时所吸收的热量）也很大，超过其它目前已知液体的相应数值。因此，水有优良的冷却能力，可以有效地降低燃烧区域的温度，而使火焰熄灭。其次，水蒸发成水蒸气时体积大为膨胀，可增加至原体积的 1500 倍以上，可以大大降低燃烧区域内可燃气体及助燃气体的含量，有利于扑灭火焰。

但是在下列情况下，严禁以水灭火。

① 比水密度小并与水不相溶的液体燃烧而引起的火灾，如石油、汽油、煤油、苯等。这些可燃性液体比水密度小，能浮在水面上继续燃烧，并且随着水的流散，使燃烧面积扩展。

② 由电气设备引起的火灾。消防用水中含有各种盐类，是良好的电解质。因此，在电气设备区域（特别是高压区）使用可能造成更大的损失。

③ 火灾地区存有钾、钠等金属。钾、钠与水发生剧烈作用并放出氢气，氢气逸散于空气中即成为燃爆性的混合物，极易爆炸。

④ 火灾地区存有电石时，水与电石反应放出乙炔，同时放出大量热，且能使乙炔着火爆炸。

有时在用水灭火时，也可以在水中溶入一定量的氯化钙（ CaCl_2 ）、硫酸钠（ Na_2SO_4 ），水蒸发后这些盐附着在燃烧物表面，对熄灭火焰也有一定作用。在一般情况下，所用溶液的浓度 CaCl_2 为 30%~35%， Na_2SO_4 为 25%。

大气中的水蒸气含量高于 35% 时即可遏止燃烧, 因此在装有锅炉设备的场所应用过热蒸汽灭火具有显著的效果。但使用时必须注意安全, 小心烫伤。

(2) 灭火器 实验室常用灭火器及其适用范围见表 1-1。

(3) 灭火药粉 灭火药粉的主要成分为碳酸氢钠, 再加入滑石粉、硅藻土、石棉粉等掺和而成。灭火药粉撒于燃烧物表面就分解出二氧化碳而起灭火作用。一般灭火药粉装在钢筒

表 1-1 实验室常用灭火器及其适用范围

灭火器类型	药液成分	使用范围
酸碱灭火器	H_2SO_4 和 NaHCO_3	非油类和电器起火引起的一般初期火灾
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 NaHCO_3	油类起火
二氧化碳灭火器	液态 CO_2	电气设备、小范围油类及忌水化学物品的失火
四氯化碳灭火器	液态 CCl_4	电气设备、小范围汽油、丙酮等失火, 不能用于活泼金属钾、钠的失火(否则会因强烈分解发生爆炸)
干粉灭火器	NaHCO_3 、硬脂酸铝、云母粉、滑石粉等	油类、可燃性气体、电气设备、精密仪器、图书、文件盒遇水易燃物品的初期火灾
1211 灭火器	CF_2ClBr 液化气体	特别适用于油类、有机溶剂、精密仪器、高压设备的失火

中以压缩二氧化碳形式喷射。

(4) 黄沙 黄沙也是常用的灭火材料, 向燃烧区域撒盖黄沙使燃烧物与空气隔绝而使燃烧遏止。

(5) 湿棉毯 这是一种常用的有效灭火用具, 将湿棉毯覆盖在燃烧物表面, 既可隔绝空气又可迅速降低燃烧区域的温度而使燃烧遏止。

1.7 实验室三废处理

在化学实验中会产生各种有毒的废气、废液和废渣。三废不仅污染环境, 造成公害, 而且其中的贵重和有用的成分没能回收, 在经济上也是损失。在崇尚“绿色”的 21 世纪, 必须重视、关注废弃物的处理, 树立环境保护和绿色化学的实验观念。因此, 化学实验室三废的处理是很重要且又有意义的问题。

教师应要求学生按照国家要求的排放标准进行处理, 把用过的酸类、碱类、盐类等各种废液、废渣分别倒入各自的回收容器内, 再根据各类废弃物的特性, 采取中和、吸收、燃烧、回收循环利用等方法进行处理。

(1) 废气的处理 对于产生少量有毒气体的实验, 可在通风橱内进行, 通过排风设备将少量有毒气体排到室外, 以免污染室内空气。而对于产生少量有毒气体的实验, 必须备有吸收和处理装置。有害气体可采用液体或固体吸收法处理。其中, 以溶液吸收法成本最低, 操作也简便, 如 CO_2 、 SO_2 、 Cl_2 、 H_2S 、 HF 等可用碱液吸收; CO 可直接点燃使其转化为 CO_2 。固体吸收法则是用固体吸附剂将污染物分离, 常用的吸附剂有活性炭、硅胶、分子筛等。

(2) 废液的处理 实验室产生的废液种类繁多, 组成变化大, 应根据溶液的性质分别

处理。

① 废酸和废碱溶液经过中和处理,使 pH 在 6~8 范围内,并用大量水稀释后方可排放。

② 废洗液可用高锰酸钾氧化法使其再生后使用。少量的废洗液可用废碱液或石灰使其生成沉淀,将沉淀埋于地下即可。

③ 含镉废液可加入消石灰等碱性试剂,使所含的金属离子形成氢氧化物沉淀而除去。

④ 氰化物是剧毒物质,对于含氰化物的废液,可用氯碱法,即将废液调节成碱性后,通入 Cl_2 或 NaClO ,使氰化物分解成 CO_2 或 N_2 而除去;或用铁蓝法,将含有氰化物的废液中加入 FeSO_4 ,使其变成氰化亚铁沉淀除去。

⑤ 在铬酸废液(含 Cr^{6+})中,加入 FeSO_4 、 Na_2SO_4 ,使其变成 Cr^{3+} 后再加入 NaOH 或 Na_2CO_3 等碱性试剂,调 pH 至 6~8 时,使 Cr^{3+} 形成 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 沉淀而除去。

⑥ 处理少量含汞废液时,常采用化学沉淀法,先调 pH 至 8~10,加入过量的 Na_2S ,使其生成难溶的 HgS 沉淀而除去。少量残渣可埋于地下,大量残渣可用焙烧法回收汞,但注意一定要在通风橱中进行。

⑦ 在含铅及重金属的废液中,加入 Na_2S 或 NaOH ,使铅盐及重金属离子生成难溶性的硫化物或氢氧化物而除去。

⑧ 含砷及其化合物的废液,鼓入空气的同时加入 FeSO_4 ,然后用 NaOH 调 pH 至 9,这时砷化合物就和 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 及难溶性的亚砷酸钠共沉淀,经过滤除去。

(3) 废渣的处理 固体废弃物一般采用土地填埋的方法。要求被填埋的废弃物应是惰性物质或经微生物可分解为无害物质。对少量(如放射性废弃物等)高危险性物质,可将其通过物理或化学的方法进行(玻璃、水泥、岩石的)固化,再进行深地填埋。填埋场地应远离水源,场地底土不透水,不能穿入地下水层。

1.8 实验报告格式示例

无机及分析化学实验大致可分为以下几种类型:制备或提纯实验、测定实验、性质验证实验。现将几种不同类型的实验报告格式介绍如下,以供参考。

(1) 制备或提纯实验示例

无机及分析化学实验报告

实验名称:粗硫酸铜的提纯

学院_____专业_____姓名_____学号_____日期_____

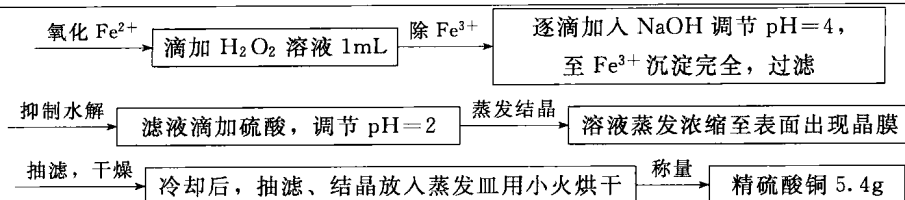
一、实验目的

1. 学习提纯硫酸铜。
2. 学习溶解、加热、过滤、蒸发、结晶、干燥等无机制备中的基本操作。

二、实验原理(略)

三、实验步骤

称量硫酸铜 7.0g $\xrightarrow{\text{溶解}}$ 加水 30mL 加热搅拌



四、实验结果

产率: $5.4/7.0 \times 100\% = 80\%$

五、问题与讨论 (根据产品产率和质量讨论做好实验的关键所在)

(2) 测定实验示例

无机及分析化学实验报告

实验名称: 醋酸电离常数的测定

学院 _____ 专业 _____ 姓名 _____ 学号 _____ 日期 _____

一、实验目的

1. 学习使用酸度计。
2. 学习利用测定弱酸和缓冲溶液 pH 的方法测定弱酸的解离常数。

二、实验原理 (略)

三、实验步骤

1. 不同浓度 HAc 溶液的配制。
2. 缓冲溶液的配制。
3. 溶液 pH 的测定。

四、数据记录与处理

五、注意事项 (略)

六、问题与讨论 (略)

(3) 分析实验

无机及分析化学实验报告

实验名称: 酸碱标准溶液的配制和体积比较

学院 _____ 专业 _____ 姓名 _____ 学号 _____ 日期 _____

一、实验目的

1. 练习酸碱滴定管的使用方法和初步了解滴定操作。
2. 练习酸碱标准溶液的配制和体积的比较。
3. 熟悉甲基橙和酚酞指示剂的使用和终点的颜色变化。

二、实验原理 (略)

三、实验步骤

1. 酸、碱溶液的配制

- (1) 配制 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 溶液 (1000mL)。
- (2) 配制 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液 (1000mL)。

2. 酸碱标准溶液的体积比较

- (1) 准备滴定管。
- (2) 酸碱标准溶液的体积比较。

四、数据记录与处理

滴定次数	I	II	III	IV	V	VI
HCl 终读数						
HCl 初读数						
V_{HCl}/mL						
NaOH 终读数						
NaOH 初读数						
$V_{\text{NaOH}}/\text{mL}$						
$V_{\text{HCl}}/V_{\text{NaOH}}$						
体积平均值						
相对平均偏差						

五、问题与讨论

(4) 性质验证实验示例

无机及分析化学实验报告

实验名称：铜、银化合物的性质

学院_____专业_____姓名_____学号_____日期_____

一、实验目的 (略)

二、实验方法、现象、反应及解释

实验方法	实验现象	反应方程式	结论 (略)
Cu^{2+} 、 Hg^{2+} 、 Hg_2^{2+} 与 KI 的反应如下。			
(1) Cu^{2+} 的氧化性和 Cu^+ 的配合物 取 5 滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ CuSO_4 + 15 滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ KI, 慢慢滴加 4 滴 $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 不宜过多。	黄色沉淀 → 橘黄色沉淀	$2\text{Cu}^{2+} + 4\text{I}^- \longrightarrow \text{Cu}_2\text{I}_2 \downarrow + \text{I}_2 \downarrow$ $2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} + \text{I}_2 \longrightarrow 2\text{I}^- + \text{S}_4\text{O}_6^{2-}$	
(2) 取 2 滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ + 1 滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ KI, 继续滴加 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ KI。	渐渐白色沉淀 橘红色 (金红色) 沉淀	$\text{Hg}^{2+} + 2\text{I}^- \longrightarrow \text{HgI}_2 \downarrow$ $\text{HgI}_2 + 2\text{I}^- \longrightarrow [\text{HgI}_4]^{2-} \downarrow$	
(3) 小试管中 + 1/3 体积去离子水 + 2 滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ KI + 1 滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$, 继续滴加 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ KI。	沉淀溶解, 无色溶液 瞬间可看到黄绿色或灰绿色沉淀 沉淀溶解, 无色溶液, 无黑色 Hg 沉淀。	$\text{Hg}_2^{2+} + 2\text{I}^- \longrightarrow \text{Hg}_2\text{I}_2 \downarrow$ $\text{Hg}_2\text{I}_2 + 2\text{I}^- \longrightarrow [\text{HgI}_4]^{2-} + \text{Hg} \downarrow$ (歧化反应)	

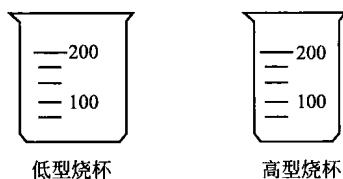
第 2 章 无机及分析化学实验的基本操作

2.1 化学实验常用玻璃仪器介绍

玻璃仪器按玻璃的性质不同可以简单地分为软质玻璃仪器和硬质玻璃仪器两类。软质玻璃承受温差的性能、硬度和耐腐蚀性都比较差，但透明度比较好，一般用来制造不需要加热的仪器，如试剂瓶、漏斗、量筒、吸管等。硬质玻璃具有良好的耐受温差变化的性能，用它制造的仪器可以直接用火加热，这类仪器耐腐蚀性强、耐热性以及耐冲击性都比较好，常见的烧杯、烧瓶、试管、蒸馏器和冷凝管等都用硬质玻璃来制作。

玻璃仪器按用途分，可以分为容器类、量器类和其它常用器皿三大类。

(1) 烧杯 烧杯主要用于配制溶液，煮沸、蒸发、浓缩溶液，进行化学反应以及少量物质的制备等。烧杯用硬质玻璃制造，它可承受 500°C 以下的温度，在火焰上可直接或隔石棉网加热，也可选用水浴、油浴或砂浴等加热方式。烧杯的规格从 25~5000mL 不等。



(2) 试管、离心管和比色管 试管主要用作少量试剂的反应容器，常用于定性实验。试管可直接用灯火加热，加热后不能骤冷。试管内盛放的液体量，如果不需要加热，不要超过 $1/2$ ；如果需要加热，不要超过 $1/3$ 。加热试管内的固体物质时，管口应略向下倾斜，以防凝结水回流至试管底部而使试管破裂。离心试管用于定性分析中的沉淀分离。常见的试管有普通试管、具支试管、刻度试管、具塞试管、尖底离心管、尖底刻度离心管和圆底刻度离心管等。试管的主要规格从 10~50mL 不等。

