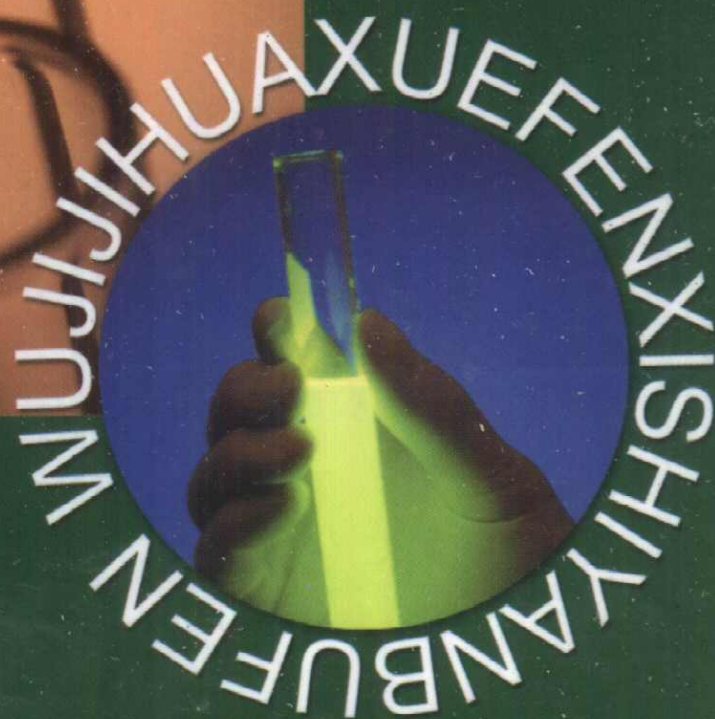
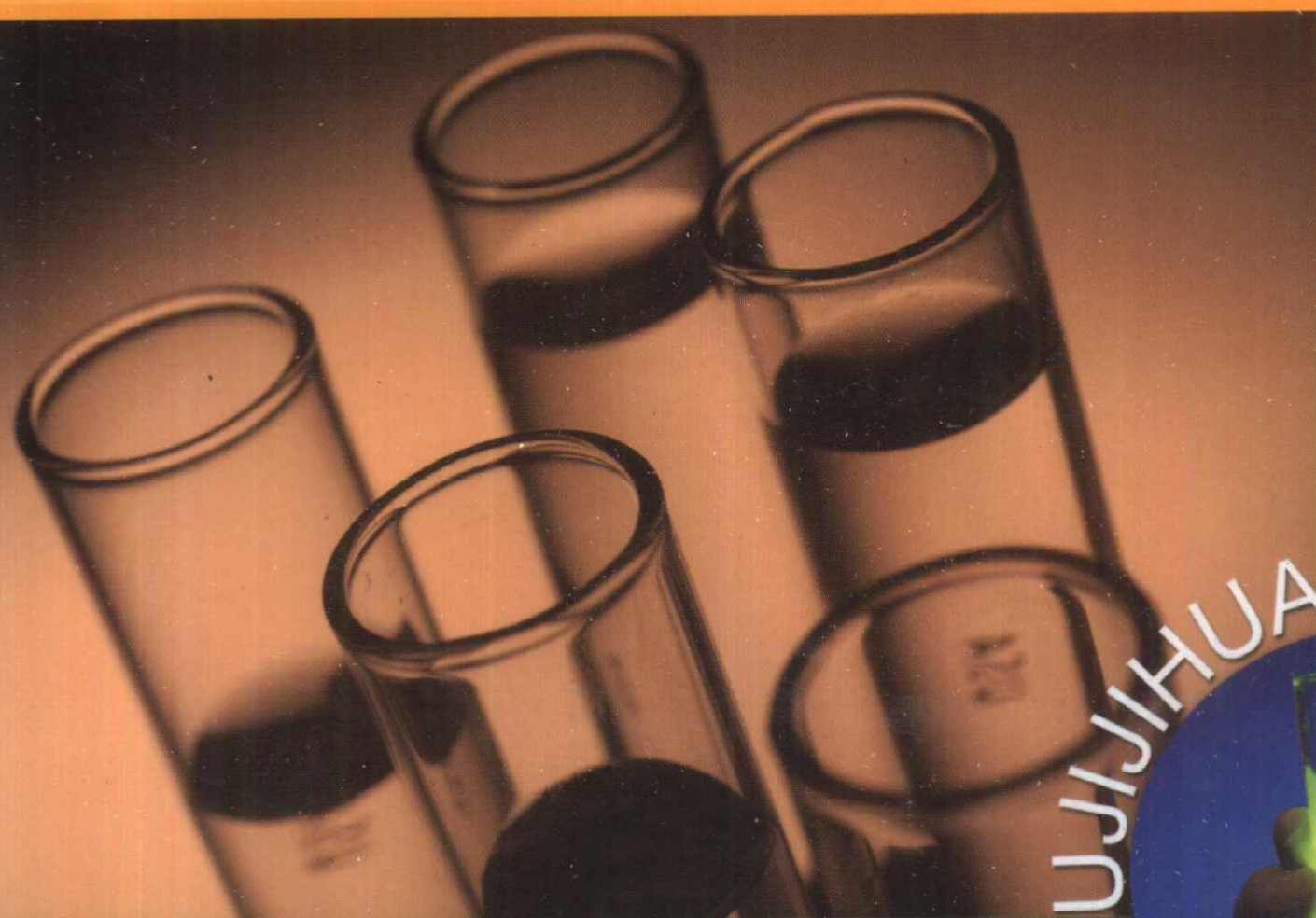


高等学校化学及化工类专业通用教材

*Ji Chu Hua Xue Shi Yan*  
**基础化学实验**

**无机及化学分析实验部分**

郑春生 杨南 李梅 崔春仙 编著



高等学校化学及化工类专业通用教材

# 基础化学实验

## 无机及化学分析实验部分

郑春生 杨 南 李 梅 崔春仙 编著

南开大学出版社  
天津



## 内容提要

本书是高等学校工科化学实验教材,与化工类专业化学基础课中“无机及化学分析”课程配套使用。本书包含了无机化学实验、定性和定量分析实验的内容。共选入 43 个实验,分为基础实验、化学原理和性质测试实验、化学分析实验、综合性实验(包括研究型实验)并有少量的微型实验。实验中启发学生通过“看、查、思考”的方式进行实验预习,弄清实验目的、实验原理、注意事项和数据处理方式等;综合性实验要求学生自己查阅文献、设计并实施实验。本书的实验内容设计有助于培养学生的自学能力和独立解决问题的能力。

### 图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验.无机及化学分析实验部分/郑春生主编;杨南,李梅,崔春仙编著. —天津:南开大学出版社,(2002.3重印)  
ISBN 7-310-01664-5

I.基... II.①郑...②杨...③李...④崔...  
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 N.06—3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2001)第 068804 号

出版发行 南开大学出版社

地址:天津市南开区卫津路 94 号

邮编:300071 电话:(022)23508542

出版人 肖占鹏

承印 南开大学印刷厂印刷

经销 全国各地新华书店

版次 2001 年 12 月第 1 版

印次 2002 年 3 月第 2 次印刷

开本 787mm×1092mm 1/16

印张 13.25

插页 1

字数 334 千字

印数 3501—5500

定价 25.00 元

# 前 言

本书是根据原国家教委 1995 年修订的无机化学和分析化学课程的基本要求(工科),在总结多年来无机化学实验和分析化学实验教学实践和改革的基础上,借鉴了其他院校在化学实验教学改革的经验,以及与相关的任课教师和同行充分讨论、研究编写而成的。本书所涉及的绝大部分实验内容,经过了十余年的教学实践,已修改过多次,包括无机化学实验讲义和分析化学实验讲义中的化学分析实验部分,并吸纳同类教材中的精华部分。

化学实验课是全面实施化学素质教育最有效的教学形式。而“基础化学实验”中的无机及化学分析实验部分是大学一年级学生接触最早的化学实验。在实验课程中,运用科学的教学方法,让学生按照认识过程进行学习,即在获得知识和技能的同时,学会运用科学的思维和方法,逐步提高自学能力和解决问题的能力,以及创新意识的培养。要达到此目的,教材起着重要的作用。教材既要体现实验课程的任务,又要有相对独立的教学体系,还要体现具有启发性和研究性的教学模式。因此在编写教材时,我们保留了一些传统的基础实验,也增加了综合性、设计性和研究型实验,并且加强了实验的应用性。

本书在内容安排上注重了由浅入深、由单一到综合、由指导型到研究型的不断深入的教学过程。将实验内容分为:基本操作练习,化学原理,化学分析,元素化学,无机制备和综合性、研究型实验六个部分。在操作练习后面安排了化学原理、化学分析实验,强调了“量”的概念和操作规范化。综合性、研究型实验具有一定的难度和实用性,它给具有自学能力,实验技能较强的学生提供了采用实验方法独立解决化学问题的机会。

本书还加大了基本操作、基本技术与附录的篇幅,便于学生查阅数据资料,自己解决问题。

本书中每一章的开头,有学习要求、实验方法提要,使学生能明确此类实验的学习目的与要求,并对所涉及的实验方法有初步了解。在每一个实验的编写中,注重:(1)启发式。首先给出指定的预习内容和思考题,引导学生搞懂实验原理,弄清实验中应注意什么、怎样做好实验,怎样查阅资料 and 与实验有关的数据。学生通过上述预习可明确实验目的、原理、要求、注意事项和数据处理方法,解决了过去学生不知预习什么、怎样预习和预习报告抄书的问题。实验原理的简述,也可使学生有的放矢地预习实验内容和解答思考题,以便写出实验中能实际应用的预习报告。实验后的提示与评注(部分实验有)和问题引导学生总结和深入思考。(2)实验步骤由全到简。本书的起始阶段对实验步骤等叙述较为详细,后边逐渐趋于简单,目的在于给学生思考和独立工作的机会以及自由发挥的余地。

基础化学实验中的无机及化学分析实验安排了 43 个实验(不包括研究型实验)。全书采用国家法定计量单位。

无机及化学分析实验是由郑春生副教授(绪论、第 1 章中 1.2、1.4,第 2 章中 2.1、2.2、2.5、2.6,第 3 章,第 7 章中 7.1、7.2 及研究型实验、部分附录)、杨南副教授(第 1 章中 1.1.8~1.1.12、1.3,第 2 章中 2.3、2.4,第 4 章,第 7 章中 7.3、7.4,部分附录)、李梅副教授(第 5 章,

部分附录)和崔春仙副教授(第1章1.1.1~1.1.8,第6章,部分附录)编写,最后由郑春生统稿而成。在教学实践和编写过程中,我们得到了天津轻工业学院所有任课教师,同行们的帮助和支持,吴天毅教授、王世润教授始终关心教材的编写和出版工作,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!

由于编者水平有限,时间仓促,难免有疏漏和不妥之处,请读者不吝赐教,批评指正。

编 者  
2001.8.6

# 目 录

|                        |      |
|------------------------|------|
| 绪 论                    | (1)  |
| 第 1 章 基本知识和基本操作技术      | (10) |
| 1.1 基本知识和基本操作技术        | (10) |
| 1.1.1 常用玻璃(瓷质)仪器       | (10) |
| 1.1.2 实验室公用设备          | (13) |
| 1.1.3 化学试剂             | (17) |
| 1.1.4 常见仪器的洗涤和干燥       | (19) |
| 1.1.5 试纸的使用            | (21) |
| 1.1.6 加热与冷却            | (21) |
| 1.1.7 固液分离             | (23) |
| 1.1.8 分析天平及其使用         | (25) |
| 1.1.9 量器及其使用           | (29) |
| 1.1.10 滤纸及其使用          | (32) |
| 1.1.11 标准物质和标准溶液       | (33) |
| 1.1.12 分析试样的准备与分解      | (34) |
| 1.2 光、电仪器的使用           | (36) |
| 1.2.1 pH 计的使用          | (36) |
| 1.2.2 分光光度计的使用         | (38) |
| 1.2.3 DDS-11A 型电导率仪的使用 | (48) |
| 1.3 实验结果的表示            | (51) |
| 1.3.1 误差和数据处理          | (51) |
| 1.3.2 有效数字             | (53) |
| 1.3.3 实验数据的表示          | (54) |
| 1.4 参考资料简介             | (56) |
| 1.4.1 图书目录简介           | (56) |
| 1.4.2 参考书及手册           | (56) |
| 第 2 章 基本操作实验           | (58) |
| 实验要求                   | (58) |
| 实验方法提要                 | (58) |
| 2.1 无机及化学分析实验基本操作练习    | (58) |
| 2.2 分析天平称量练习           | (60) |
| 2.3 容量仪器的校正            | (61) |

|                              |       |
|------------------------------|-------|
| 2.4 酸碱标准溶液的配制与比较·····        | (64)  |
| 2.5 二氧化碳相对分子质量的测定·····       | (66)  |
| 2.6 摩尔气体常数 $R$ 的测定 ·····     | (68)  |
| <b>第3章 化学原理实验</b> ·····      | (71)  |
| 实验要求 ·····                   | (71)  |
| 实验方法提要 ·····                 | (71)  |
| 3.1 化学反应摩尔焓变的测定·····         | (73)  |
| 3.2 化学反应速率的测定和求活化能·····      | (77)  |
| 3.3 电导率法测定乙酸的解离常数·····       | (82)  |
| 3.4 电极电势的测定·····             | (84)  |
| 3.5 缓冲剂缓冲容量的测定·····          | (87)  |
| 3.6 电动势法测定卤化银的溶度积常数·····     | (89)  |
| 3.7 阿伏加德罗常数的测定·····          | (91)  |
| 3.8 磺基水杨酸合铁稳定常数的测定·····      | (93)  |
| <b>第4章 定量化学分析实验</b> ·····    | (97)  |
| 实验要求 ·····                   | (97)  |
| 实验方法提要 ·····                 | (97)  |
| 4.1 盐酸浓度的标定·····             | (97)  |
| 4.2 混合碱的组成及其含量的测定·····       | (99)  |
| 4.3 硫酸铵中氮含量的测定 ·····         | (101) |
| 4.4 EDTA 标准溶液的配制与标定 ·····    | (102) |
| 4.5 铅、铋混合溶液中铅、铋含量的连续测定 ····· | (104) |
| 4.6 水的总硬度测定 ·····            | (105) |
| 4.7 高锰酸钾标准溶液的配制与标定 ·····     | (106) |
| 4.8 石灰石中钙的测定 ·····           | (108) |
| 4.9 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定 ·····    | (110) |
| 4.10 硫酸铜中铜含量的测定·····         | (111) |
| 4.11 水样中化学需氧量(COD)的测定 ·····  | (113) |
| 4.12 葡萄糖含量的测定·····           | (115) |
| <b>第5章 元素化学实验</b> ·····      | (117) |
| 实验要求·····                    | (117) |
| 实验方法提要·····                  | (117) |
| 5.1 卤素 ·····                 | (121) |
| 5.2 氮、磷、氧、硫·····             | (124) |
| 5.3 p 区金属——锡、铅、铋、铊 ·····     | (127) |
| 5.4 d 区金属——铬、锰、铁、钴、镍 ·····   | (130) |
| 5.5 ds 区金属——铜、银、锌、镉 ·····    | (134) |
| 5.6 阴离子混合溶液中的离子的分离与鉴定 ·····  | (136) |
| 5.7 阳离子混合溶液中的离子的分离与鉴定 ·····  | (138) |
| 5.8 混合溶液中未知离子的分离与鉴定 ·····    | (141) |

|                                     |       |
|-------------------------------------|-------|
| 第 6 章 无机化合物提纯与制备实验                  | (142) |
| 实验要求                                | (142) |
| 实验方法提要                              | (142) |
| 6.1 粗硫酸铜的提纯                         | (144) |
| 6.2 硫酸铜的制备                          | (146) |
| 6.3 硫酸亚铁铵的制备(微型)                    | (147) |
| 6.4 高锰酸钾的制备(微型)                     | (148) |
| 6.5 氯化钠的提纯                          | (150) |
| 第 7 章 综合化学实验                        | (153) |
| 实验要求                                | (153) |
| 实验方法提要                              | (153) |
| 7.1 三氯六氨合钴(Ⅲ)的制备及组成的测定              | (154) |
| 7.2 铁氧体法处理含铬废水                      | (156) |
| 7.3 水泥中铁、铝、钙、镁的测定                   | (158) |
| 7.4 植物中某些元素的分离与鉴定                   | (161) |
| 7.5 研究型实验                           | (162) |
| 附录                                  | (167) |
| 1. 标准电极电势表                          | (167) |
| 2. 常见弱电解质的解离常数                      | (172) |
| 3. 常见难溶化合物的溶度积常数                    | (173) |
| 4. 常见配离子的稳定常数                       | (175) |
| 5. 常见化合物溶解性表                        | (176) |
| 6. 常见无机化合物在不同温度下的溶解度                | (178) |
| 7. 常用酸、碱的质量分数和相对密度( $d_{20}^{20}$ ) | (184) |
| 8. 常用酸、碱的浓度                         | (184) |
| 9. 常用指示剂                            | (185) |
| 10. 滴定分析中常用标准溶液的配制与标定               | (188) |
| 11. 常用工作基准试剂                        | (190) |
| 12. 常见化合物的摩尔质量                      | (190) |
| 13. 常见离子和化合物的颜色                     | (192) |
| 14. 某些氢氧化物沉淀和溶解时所需的 pH              | (193) |
| 15. 常见离子的定性鉴定方法                     | (193) |
| 16. 试样的分解                           | (199) |
| 17. 水的饱和蒸气压                         | (202) |
| 18. 水的密度                            | (203) |

## 元素周期表



# 绪 论

## 1. 无机及化学分析实验的目的

化学是一门实验科学。许多化学理论与规律都源自实验,同时,这些理论、规律的应用与评价,也要依据实验的探索和检验。因此,化学实验在培养未来化学、化工科技工作者的大学教育中,占有相当重要的地位。无机及化学分析实验是化学、化工类专业学生的第一门实验必修课。它是一门独立的课程,但又和相应的理论课《无机及化学分析》有紧密的联系。

通过做实验,学生可以直接获得大量物质变化的感性知识,经思维、归纳、总结和提高,加深对理论课中基本原理和基本知识的理解,并运用其指导实验。经过严格的训练,使学生能规范地掌握实验的基本操作和基本技术。学生通过实验了解无机物的一般分离、提纯和制备方法,了解确定物质组成、含量和结构的一般方法;掌握常见工作基准试剂、常用的滴定方法和指示剂的使用;掌握常见离子的基本性质和鉴定;建立严格的“量”的概念,并学会运用误差理论正确处理实验数据。

在实验的整个过程中,由于是学生自己提出问题、查资料、设计实验方案、动手做实验、观察实验现象、测定数据,并加以正确的处理和概括,在分析实验结果的基础上正确表达,练习解决化学问题。所以,化学实验的全过程是综合培养学生智力因素的最有效的方法,也是加强素质教育的最佳途径,从而使学生逐步具备了分析问题、解决问题的独立工作能力。

在培养智力因素的同时,化学实验又是对学生进行非智力因素训练的理想场所。包括艰苦创业、勤奋好学、乐于协作、实事求是、创新、存疑等科学品德和科学精神的训练。而整洁、节约、准确、有条不紊等良好的实验素养的形成,同样是每一个化学工作者获得成功所不可缺少的素质。

## 2. 无机及化学分析实验的学习方法

无机及化学分析实验的学习,不仅需要学生有一个正确的学习态度,更需要有一个正确的学习方法。现将较成功的学习方法归纳总结如下:

### (1) 预习

实验课要求学生既动手做实验,又动脑思考问题。因此实验前必须做好预习。首先,应做到:认真阅读实验教材、有关教科书和参考资料。做到明确实验目的和实验原理,熟悉实验内容、主要操作步骤及数据的处理方法;提出注意事项,合理安排时间;预习或复习基本操作及有

关仪器的使用。其次,应根据实验内容查阅附录及有关手册,列出实验所需的物理化学数据。最后,在上述基础上认真写好预习报告。实验教师若发现学生预习不够充分时,应令其停止实验,重新预习,达到预习要求后再做实验。

### (2) 实验

学生在实验老师指导下独立进行实验是实验课的主要教学方法,也是训练学生正确掌握实验技术达到培养能力目的的重要手段。应做到以下几点:

①按教材规定的实验步骤、试剂用量独立操作,仔细观察实验现象,认真测定数据,并做到边实验、边记录、边思考。

②观察的现象,测定的数据,要如实记录在报告本上,不能用铅笔记录,不能记在草稿纸、小纸片上,不能凭主观意愿删去自己认为不对的数据,更不能杜撰原始数据。原始数据不得随意涂改或用橡皮擦拭及修正液涂抹,如有记录错误应在原始错误数据上划一道杠,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。如对实验现象有怀疑,在分析和查明原因的同时,可以做对照实验、空白实验,或自行设计实验进行核实,必要时应做多次实验,从中得到有益的启发和结论。

④实验中如碰到疑难问题,应与教师讨论,获得必要的指导。如实验失败,要查明原因,经教师准许后重做实验。

### (3) 实验后

做完实验仅是完成实验过程的一部分,余下更为重要的是:分析实验现象(特别是和预习不尽相同的)、整理实验数据和进行实验总结。

首先要认真、独立地完成实验报告。对实验现象进行合理的解释,写出相应的反应式,得出结论;对实验数据进行处理(包括计算、作图、误差的表示等)。

其次要分析产生误差的原因,对实验现象以及实验中的一些问题进行讨论,敢于提出自己的见解(包括对实验提出改进意见或建议)。

还要仔细认真回答实验教材中要求回答的问题。

在收到教师批改的实验报告后,同样要认真、仔细地找出问题存在的原因,纠正错误的内容。

### (4) 实验报告

实验报告要按一定的格式书写,字迹端正,清楚确切,叙述要简明扼要,实验记录、数据处理要使用表格和作图。图形要规范,实验报告要整齐干净。

无机及化学分析实验报告大致可分为制备、定量、定性和性质四种类型。

下面是实验报告的格式举例:

## I. 制备实验

### 实验 硝酸钾的制备

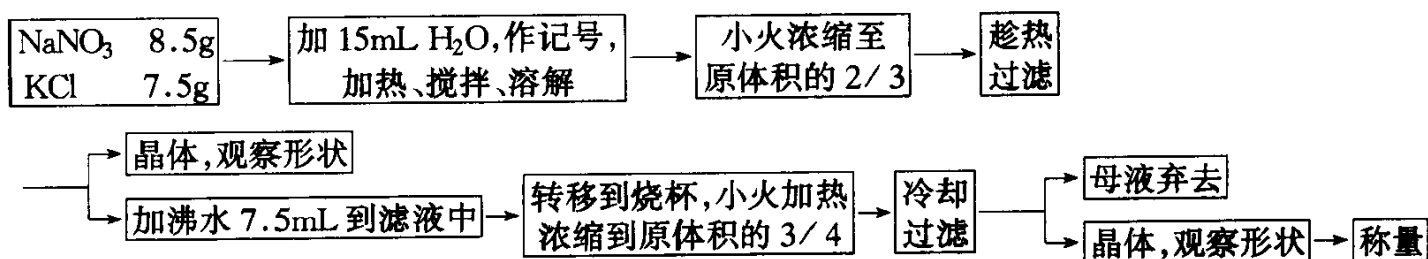
#### 一、实验目的

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、冷却、过滤等无机制备的基本操作。

## 二、原理

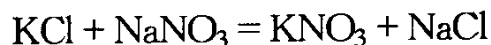
当 KCl 和 NaNO<sub>3</sub> 溶液混合时,混合液中同时存在 K<sup>+</sup>、Na<sup>+</sup>、Cl<sup>-</sup> 和 NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 四种离子,由它们组成的四种盐,在不同的温度下有不同的溶解度,利用 NaCl 和 KNO<sub>3</sub> 的溶解度随温度变化而变化的差别,高温除去 NaCl,滤液冷却得到 KNO<sub>3</sub>。

## 三、实验步骤



## 四、记录

1. 实验现象:(略)
2. 产量:(略)
3. 理论产量:



$$\text{KNO}_3 \text{ 的质量 } m = \left( \frac{8.5 \times 101.1}{85} \right) \text{g} = 10.1 \text{g}$$

4. 产率:

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

## II. 定量测定实验

### 实验 摩尔气体常数 $R$ 的测定

#### 一、实验目的

1. 学习使用分析天平。
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

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

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 2.6 实验中的装置图装配仪器,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 3~5min)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 5mL 稀  $\text{H}_2\text{SO}_4$  到试管内(切勿使酸沾在试管壁上),用少量水沾镁条于试管上部壁上。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 1~2min 再记录液面位置。

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 $V(\text{H}_2)/\text{mL}$                                                   |   |   |   |
| 室温 $T/\text{K}$                                                                  |   |   |   |
| 大气压 $p/\text{Pa}$                                                                |   |   |   |
| $T$ 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 $R$                                                                       |   |   |   |
| $\bar{R}$ (舍前)                                                                   |   |   |   |
| $S$                                                                              |   |   |   |
| $T$                                                                              |   |   |   |
| $\bar{R}$ (舍后)                                                                   |   |   |   |
| 准确度 $\left(\frac{R_{\text{理}} - R_{\text{测}}}{R_{\text{理}}} \times 100\%\right)$ |   |   |   |

### 五、讨论(略)

## 实验 混合碱的组成及其含量的测定

### 一、实验目的(略)

### 二、原理(略)

### 三、实验步骤(略)

### 四、数据记录与处理

#### 1. 称量记录(略)

#### 2. 数据记录与结果(所测定的每一数据直接填入表中,勿用铅笔,不得涂改)

$c(\text{HCl}) = \qquad \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$

| 项 目 \ 编 号                                                      | 1 | 2 | 3 |
|----------------------------------------------------------------|---|---|---|
| $V_1 / \text{mL}$                                              |   |   |   |
| $V_{\text{总}} / \text{mL}$                                     |   |   |   |
| $V_2 = (V_{\text{总}} - V_1) / \text{mL}$                       |   |   |   |
| NaOH 含量 / $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$                       |   |   |   |
| NaOH 平均含量 / $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$                     |   |   |   |
| 相对偏差 (%)                                                       |   |   |   |
| $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 含量 / $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$   |   |   |   |
| $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 平均含量 / $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ |   |   |   |
| 相对偏差 (%)                                                       |   |   |   |

III . 性质实验

实验 卤 素

一、原理(略)

二、实验内容及步骤

(一) $\text{Br}_2$  和  $\text{I}_2$  的溶解性:观察  $\text{Br}_2$ 、 $\text{I}_2$  的颜色及在水、 $\text{CCl}_4$ 、KI 中的溶解情况。

| $\text{X}_2$  | $\text{X}_2$ 存在状态<br>及颜色 | 在水中的溶解<br>情况及颜色 | 在 $\text{CCl}_4$ 中的溶<br>解情况及颜色 | 在 KI 中的溶<br>解情况及颜色 | 加淀粉 |
|---------------|--------------------------|-----------------|--------------------------------|--------------------|-----|
| $\text{Br}_2$ | 深红棕色,液                   |                 |                                |                    |     |
| $\text{I}_2$  | 紫黑色,固体                   |                 |                                |                    |     |
| 结论            |                          |                 |                                |                    |     |

(二) $\text{X}_2$  的氧化性

| 实验内容及步骤                                                                                                                     | 反应现象                                        | 反应方程式及解释(简答)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1.①在 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{KI}$ 中<br>②加 $\text{Cl}_2$ 水(适量)→查有无 $\text{I}_2$ ?<br>③加 $\text{Cl}_2$ 水(过量)→ | 红棕色溶液使淀粉<br>溶液变蓝<br>溶液变红色                   | $E^\ominus(\text{Cl}_2 / \text{Cl}^-) > E^\ominus(\text{IO}_3^- / \text{I}_2) > E^\ominus(\text{I}_2 / \text{I}^-)$<br>$\text{Cl}_2(\text{适}) + \text{I}^- \rightarrow 2\text{Cl}^- + \text{I}_2, \text{I}_2 + \text{I}^- \rightarrow \text{I}_3^-$<br>$\text{I}_2 + 5\text{Cl}_2 + 6\text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{IO}_3^- + 10\text{Cl}^- + 12\text{H}^+$ |
| 2.①在 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{KI}$ 中<br>②加 $\text{Br}_2$ 水(适量)→查有无 $\text{I}_2$ ?<br>③加 $\text{Br}_2$ 水(过量)→ | 浅桔黄变成红棕色,<br>$\text{CCl}_4$ 层显紫色<br><br>无变化 | $E^\ominus(\text{Br}_2 / \text{Br}^-) > E^\ominus(\text{I}_2 / \text{I}^-), E^\ominus(\text{Br}_2 / \text{Br}^-) < E^\ominus(\text{IO}_3^- / \text{I}_2)$<br>$\text{Br}_2(\text{适}) + 2\text{I}^- \rightarrow 2\text{Br}^- + \text{I}_2, \text{I}_2 + \text{I}^- \rightarrow \text{I}_3^-$<br>$\text{Br}_2(\text{过}) + \text{I}_2 \rightarrow \times$              |
| $\text{X}_2$ 的氧化性的小结: $\text{Cl}_2$ 的氧化性大于 $\text{Br}_2$ ,还原性由 $\text{Cl}^-$ 、 $\text{Br}^-$ 、 $\text{I}^-$ 依次增大。           |                                             |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |



(三)  $X^-$  的还原性

| 实验内容及步骤                                                                                                                                                   | 反应现象 | 反应方程式及解释(简答) |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|--------------|
| 1. ①在 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{KBr}$ 中<br>②加 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{FeCl}_3 \rightarrow$<br>③用什么查有无 $\text{Br}_2 \rightarrow$ | (略)  | (略)          |
| 2. ①在 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{KI}$ 中<br>②加 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{FeCl}_3 \rightarrow$<br>③用什么查有无 $\text{I}_2 \rightarrow$   | (略)  | (略)          |
| $X^-$ 的还原性的小结:(略)                                                                                                                                         |      |              |

## IV. 定性分析实验

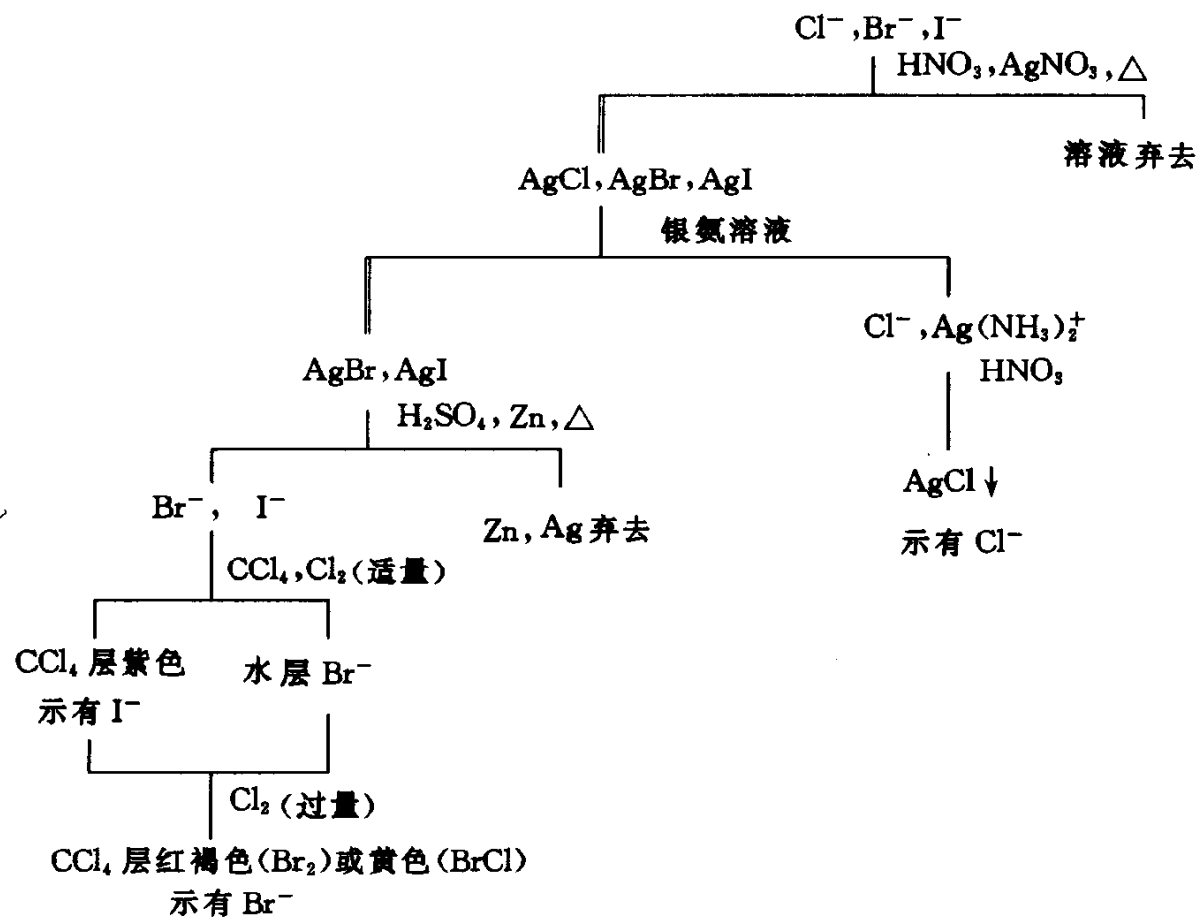
## 实验 阴离子混合溶液中离子的分离与鉴定

## 一、实验目的(略)

## 二、实验步骤(仅列部分内容作示例)

 $\text{Cl}^-$ 、 $\text{Br}^-$ 、 $\text{I}^-$  混合液的分离、鉴定

## (1) 分析简表



## (2) 分析步骤

离子:  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ; 颜色: 无, 无, 无

| 次序 | 操作步骤                                                                                                                                     | 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 2min,离心分离后弃去溶液 | 先黄色后白色沉淀            | 示有 $\text{X}^-$ 离子                  | $\text{Ag}^+ + \text{X}^- = \text{AgX}\downarrow$                                                                                                                                                        |
| 2  | 在沉淀中加 5~10 滴银氨溶液,剧烈搅拌,并温热 1min,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 $6\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HNO}_3$ 酸化                                                                                | 白色沉淀又出现             | 示有 $\text{Cl}^-$                    | $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+ + 2\text{H}^+ + \text{Cl}^- = \text{AgCl}\downarrow + 2\text{NH}_4^+$                                                                                                        |
| 4  | 在(2)的沉淀中,加 5~8 滴 $1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$ 和少许锌粉,搅拌,加热至沉淀颗粒都变为黑色,离心分离后弃去沉淀                                    | 沉淀变黑                |                                     | $2\text{AgBr} + \text{Zn} = \text{Zn}^{2+} + 2\text{Ag} + 2\text{Br}^-$<br>$2\text{AgI} + \text{Zn} = \text{Zn}^{2+} + 2\text{Ag} + 2\text{I}^-$                                                         |
| 5  | 取 2 滴(4)的溶液,加 8 滴 $\text{CCl}_4$ ,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 $\text{I}^-$<br>示有 $\text{Br}^-$ | $2\text{I}^- + \text{Cl}_2 = \text{I}_2 + 2\text{Cl}^-$<br>$\text{I}_2 + 5\text{Cl}_2 + 6\text{H}_2\text{O} = 2\text{HIO}_3 + 10\text{HCl}$<br>$2\text{Br}^- + \text{Cl}_2 = 2\text{Cl}^- + \text{Br}_2$ |

### 3. 无机及化学分析实验成绩的评定

学生实验成绩包括平时成绩、实验的综合能力考核成绩及实验笔试成绩。

学生平时实验成绩评定的主要依据有:

- (1)对实验原理和基本知识的理解(主要看预习报告情况)。
  - (2)对实验的基本操作,基本技能的掌握,对实验方法的掌握。
  - (3)实验现象、原始数据的记录(真实、准确),数据处理的正确性,有效数字、作图技术的掌握。实验结果(合理的产量、纯度、准确度、精密度等)。实验报告的书写及完整性。
  - (4)实验过程中的综合能力、科学品德和科学精神。
- 视四类实验的不同特点,成绩评定的着重点不同。但实验结果决不是惟一的决定因素。综合能力的考核是指学生根据抽签的实验内容要求,单独设计、实施实验的能力。

### 4. 实验室规则

- (1)实验前应认真预习,明确实验目的,了解实验的基本原理和方法。
- (2)实验时要遵守操作规则,遵守一切必要的安全措施,保证实验整个过程的安全。
- (3)实验中必须保持肃静,不准大声谈笑,不许到处乱走。不迟到、不早退、不无故缺席。
- (4)实验过程中,要随时注意保持实验环境的整洁。火柴梗、纸张、废品等只能丢入废物缸内,

不能丢入水槽、水池,以免堵塞。实验完毕后要洗净、收好玻璃仪器、按规定摆放整齐,将实验桌,公用仪器,试剂等整理好。

(5)实验过程中,使用水、电、煤气、药品时都要以节约为原则,应取用自己的仪器,不得动用他人的仪器。要爱护仪器,如有损坏要及时登记。

(6)实验中要集中注意力,认真操作,仔细观察,将实验中的一切实验现象和数据都如实记在记录本上,不得涂改,臆造和伪造。根据原始记录,认真处理数据,及时写出实验报告,并按时交给实验教师。

(7)实验后由学生轮流值日,负责打扫和整理实验室。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。

(8)实验中发生意外事故应保持镇静,不要惊慌失措,以免引起新的伤害;遇有烧伤、烫伤、割伤时应立即报告教师,进行急救和治疗。

(9)尊重实验老师和实验技术人员的指导。

## 5. 实验室的安全

进行化学实验时,要严格遵守有关水、电、酒精灯、煤气和各种仪器、药品的使用规定。化学药品中,很多是易燃、易爆、有腐蚀性和有毒的。因此,重视安全操作,熟悉一般的安全知识是非常必要的。

注意安全不仅是个人的事情。发生了事故不仅损害个人的健康,还要危及周围的人们,并使国家的财产受到损失,影响实验的正常进行。因此首先需要从思想上重视安全操作,决不能麻痹大意。其次,在实验前应了解仪器的性能和药品的性质以及实验中的安全事项。在实验过程中,应集中注意力,并严格遵守实验安全规则,以防意外事故的发生。同时也要学会一般救护措施。一旦发生意外事故,可进行及时处理。

实验室安全规则:

(1)不能用湿的手、物接触电源。水、电、煤气、酒精灯一经使用完毕,就立即关闭。点燃的火柴用后立即熄灭,不得乱扔。

(2)严禁在实验内饮食、吸烟,或把食具带进实验室。实验完毕,必须洗净双手。实验时,应该穿上实验工作服,不得穿拖鞋。

(3)绝对不允许随意混合各种化学药品,以免发生意外事故。浓酸、浓碱具有强腐蚀性,用时一定小心,不要洒在皮肤和衣服上。稀释硫酸时,必须将酸倒入水中,切勿将水注入硫酸中。

(4)制备和使用具有刺激性的、恶臭的、有毒的气体(如  $\text{H}_2\text{S}$ 、 $\text{Cl}_2$ 、 $\text{CO}$ 、 $\text{SO}_2$ 、 $\text{Br}_2$  等),或实验产生这些气体时,以及加热或蒸发盐酸、硝酸、硫酸、或使用这些酸溶解或消化试样时,均应该在通风橱内进行。

(5)有毒试剂,如:  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞及汞的化合物,特别是氰化物,不得进入口内或接触伤口。剩余的废液也不能随意倒入下水道。实验室所有试剂和药品均不得携带出实验室。用剩的有毒药品应还给实验教师。

(6)洗涤的试管等容器放在规定的地方(如试管架上)干燥,严禁用手甩干,以防未洗净容器中含的酸碱液等伤害别人身体或衣物。

(7)实验完毕后,值日生和最后离开实验室的人员都应负责检查水、煤气节门是否关好,电

源是否切断,门窗是否关好。

## 6. 实验室的应急处理

### 实验室事故的处理

(1) 创伤: 伤处不能用手摸, 也不能用水洗, 应先挑出伤口中的异物。轻伤可在伤口上涂红药水或紫药水后用消毒纱布包扎。也可贴上“创可贴”, 能立即止血, 且易愈合。

(2) 烫伤: 在伤口处抹烫伤油膏或万花油, 不要将烫出的水泡挑破。

(3) 受酸腐蚀: 先用大量水冲洗, 再用饱和  $\text{NaHCO}_3$  或稀  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  冲洗, 最后再用水冲洗。

(4) 受碱腐蚀: 先用大量水冲洗, 再用醋酸溶液 ( $20\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ ) 或硼酸溶液冲洗, 最后再用水冲洗。

(5) 酸碱不小心溅入眼中: 立即用大量水冲洗 15 分钟后, 送医院诊治。

(6) 吸入刺激性或有毒气体: 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。吸入硫化氢或一氧化碳气体而感到不适时, 应立即到室外呼吸新鲜空气。但应注意氯、溴中毒不可进行人工呼吸, 一氧化碳中毒不可使用兴奋剂。

(7) 毒物进入口内: 把 10~15mL 稀硫酸铜溶液加入一杯温水后, 内服, 然后用手指伸入咽喉部, 促使呕吐, 吐出毒物, 然后送医院诊治。

(8) 触电: 首先切断电源, 必要时进行人工呼吸并送医院治疗。

(9) 起火: 如不慎起火, 要立即一面灭火, 一面防止火势蔓延(如采取切断电源, 移走易燃药品等措施)。灭火的方法要针对起因, 选用合适的方法。一般的小火可用湿布、石棉或砂子覆盖燃烧物, 即可灭火。火势大时可使用泡沫灭火器。电器设备所引起的火灾, 只能使用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火, 不能使用泡沫灭火器以免触电。有机溶剂(如苯、汽油)着火不能用水灭火, 因为它们与水不互溶, 又比水轻, 浮在水面上反而使火势扩大, 应使用干粉灭火器灭火。如火势较大难以控制时, 应及时打 119 报警。

为了对实验室意外事故进行紧急处理, 实验室应配备急救药箱。常备药品如下:

- |         |                           |
|---------|---------------------------|
| ①红药水    | ②碘酒(3%)                   |
| ③烫伤膏    | ④ $\text{NaHCO}_3$ 饱和溶液   |
| ⑤硼酸饱和溶液 | ⑥ $\text{FeCl}_3$ 溶液(止血剂) |
| ⑦氨水(5%) | ⑧创可贴及消毒纱布等                |

实验室常用的灭火器及其适用范围见下表。

| 灭火器种类   | 主要成分                                            | 适用范围                          |
|---------|-------------------------------------------------|-------------------------------|
| 泡沫灭火器   | $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 $\text{NaHCO}_3$ | 适用于非油类起火                      |
| 二氧化碳灭火器 | 液态 $\text{CO}_2$                                | 适用于电器起火, 油类及忌水化学品失火           |
| 干粉灭火器   | $\text{NaHCO}_3$ 等盐类物质与适量的润滑剂和防潮剂               | 油类、可燃性气体、电器、精密、图书及遇水易燃物品引起的火灾 |