

无机及分析化学实验

(第二版)

武汉大学化学与分子科学学院
《无机及分析化学实验》编写组

武汉大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验/武汉大学化学与分子科学学院《无机及分析化学实验》编写组编. —2版. —武汉: 武汉大学出版社, 2001. 10

ISBN 7-307-03244-9

I. 无… II. 武… III. ①无机化学—化学实验—高等学校—教学参考资料②分析化学—化学实验—高等学校—教学参考资料 IV. 06—3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2001)第 041357 号

责任编辑: 刘 争 责任校对: 刘凤霞 版式设计: 支 笛

出版: 武汉大学出版社 (430072 武昌 珞珈山)

(电子邮件: wdp4@whu.edu.cn 网址: www.wdp.whu.edu.cn)

发行: 新华书店湖北发行所

印刷: 武汉市汉桥印刷厂

开本: 850×1168 1/32 印张: 10.5 字数: 268千字

版次: 1991年2月第1版 2001年10月第2版

2001年10月第2版第1次印刷

ISBN 7-307-03244-9/O·238 定价: 13.50元

版权所有, 不得翻印; 凡购买我社的图书, 如有缺页、倒页、脱页等质量问题者, 请与当地图书销售部门联系调换。

第一版前言

本书主要包括以下四方面内容:(一)无机及分析化学实验基础知识;(二)无机及分析化学实验常用仪器和基本操作;(三)无机及分析化学实验内容;(四)附录。基本操作部分简要地介绍了有关的原理和注意事项,并编写了训练基本操作的实验内容。无机化学实验部分包括酸碱、沉淀、配位、氧化还原反应,以及常见离子和某些生化物质的定性鉴定,分析化学实验部分则偏重于基础定量分析,同时也编写了部分结合生物学、环境科学等专业的实际样品分析。计算机在分析化学中的应用日益广泛,本书对这方面的内容也作了扼要的介绍,并安排了实验示例。

生物学有关专业无机及分析化学实验课约为 100 学时,为便于使用本教材的学校有选择的余地和对学生有一定的参考价值,本书的内容较目前的教学学时要多一些。

本书在编写过程中,武汉大学分析化学教研室的许多同志给予了热情的支持和帮助,王志铿同志为《电子计算机在分析化学中的应用》实验提供了资料。武汉大学出版社金丽莉同志对本书进行了认真审阅,在此表示衷心的感谢。

由于编者水平有限,书中的错误和不足之处在所难免,敬希读者指正。

编者

一九八九年十月于珞珈山

第二版前言

本书是以 1991 年第一版为基础,并吸收了 1996 年在武汉大学、1999 年在复旦大学召开的全国高校非化学类专业化学教学研讨会代表们的意见,同时参考了我校师生多年来的无机及分析化学实验教学改革和实践的经验后修订的。这次修订,力求保持原书的特点,充分考虑了生命科学、环境科学、化学、医学、农学等相关学科的发展和无机及分析化学实验的需要,对实验内容作了进一步修改充实。

全书包括无机及分析化学实验基础知识,无机及分析化学实验常用仪器和基本操作,无机及分析化学实验,英文文献实验及附录等。全书给出 50 多个实验,包括基本操作练习和基础实验,自拟和综合设计实验,以及英文文献实验等。本书是国家教委“面向 21 世纪教学内容和课程体系改革”03-7 项目的研究成果之一,是与《无机及分析化学》教材配套的实验课教材。本书在实验内容的精选与安排上既加强了基本实验的内容,又注重了实验的典型性、系统性、适用性与先进性,并注意到无机化学反应、试剂制备与无机分析、有机分析、环境分析、药物分析等多方面的结合。同时,本书还对微型仪器、微型实验、绿色化学以及英文文献实验有所考虑和安排,对安排的部分方案设计实验,教材仅给出提示或参考文献,以引起学生的兴趣,调动学生的主观能动性,有利于科学思维方法和创新能力的培养。

参加本书修订的有潘祖亭(第一部分三、四、五;第三部分实验 1~10,实验 37~40 及附录)、曾百肇(第三部分实验 29~36 及实验 42~43)、蔡凌霜(第二部分一;第三部分实验 11~20 及实验 41)、张玉清(第三部分实验 21~28 及实验 44~46)、罗兆福(第四

部分)和曹建军(第一部分一、二;第二部分二),全书由潘祖亭教授修改统稿。在修订过程中得到了武汉大学化学与分子科学学院领导及分析科学研究中心的支持,还得到了本书第一版作者徐勉懿教授、方国春副教授和张正信高工等的指导,以及各兄弟院校同行和广大读者的帮助。在此,谨向他们表示衷心的感谢。

限于编者的水平,本书难免还有疏漏和不妥之处,恳请广大教师和读者批评指正。

编 者

二〇〇一年三月于珞珈山

目 录

第一部分 无机及分析化学实验基础知识	1
一、学生实验守则	1
二、实验室安全	2
(一)实验室安全规则	2
(二)防火及灭火	3
(三)实验室一般事故的急救与处理	4
(四)实验废物的处理	10
三、试剂、溶液的浓度、配制与计算	10
(一)化学试剂及其规格	10
(二)溶液的浓度、溶液的配制和分析化学中的计算式	12
四、无机及分析化学实验用水	18
(一)实验用水的规格、保存和选用	18
(二)纯水的制备及水质检验	18
五、实验数据的处理及实验报告	19
(一)实验数据的记录	19
(二)实验数据的处理	20
(三)实验报告	20
第二部分 无机及分析化学实验常用仪器	22
一、玻璃仪器及其它用品	22
(一)常用玻璃仪器及用途	22
(二)玻璃仪器的洗涤方法及要求	27
1. 常用洗涤液配制与使用	27

2. 玻璃仪器洗涤方法及要求	28
3. 玻璃仪器的干燥与存放	29
二、定量分析实验常用仪器	29
(一)分析天平	29
1. 天平的分类	29
2. TG-328B 光学读数分析天平	31
3. FA1004 上皿式电子天平	38
4. 分析天平的称量方法	46
(二)酸度计	47
1. pHs-3B 型酸度计	47
2. Detla320 - SpH 计	57
(三)分光光度计	60
1. 721 型分光光度计	60
2. 7220 型分光光度计	63
(四)高温电阻炉(马弗炉)	70
1. 高温箱式电阻炉(SX10 - HTS 型)	70
2. TM6220S 型陶瓷纤维马弗炉	71
(五)滴定分析玻璃仪器及基本操作	73
1. 玻璃仪器的洗涤	74
2. 滴定管	75
3. 移液管和吸量管	80
4. 容量瓶	80
5. 容量仪器的校正	82
第三部分 无机及分析化学实验	89
实验 1 酸碱反应	89
实验 2 沉淀反应	92
实验 3 配位反应	95

实验 4	氧化还原反应	98
实验 5	主族元素若干重要化合物的性质	103
实验 6	过渡族元素若干重要化合物的性质	106
实验 7	常见离子和某些生化物质的定性鉴定	109
实验 8	阳离子 Pb^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Hg^{2+} 、 $\text{As}(\text{III})$ 混合溶液的分析	122
实验 9	醋酸离解度和离解常数的测定	125
实验 10	由粗食盐制备试剂级氯化钠	127
实验 11	分析天平称量练习	130
实验 12	滴定分析操作练习	133
实验 13	食用醋中醋酸含量的测定	136
实验 14	碳酸钠的制备及其含量的测定	139
实验 15	铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	143
实验 16	阿司匹林药片中乙酰水杨酸含量的测定	146
实验 17	磷矿中 P_2O_5 含量的测定	148
实验 18	快速镀铬液中硼酸含量的测定	150
实验 19	缓冲溶液的配制及 pH 值的测定	152
实验 20	水杨酸钠含量的测定	155
实验 21	自来水总硬度的测定	158
实验 22	水样中 SO_4^{2-} 的分析	161
实验 23	光亮镀镍液中 Ni^{2+} 、 Co^{2+} 含量的测定	163
实验 24	Bi^{3+} 、 Fe^{3+} 混合液中 Bi^{3+} 、 Fe^{3+} 浓度的连续测定	165
实验 25	锌基合金中铜、锌的测定	167
实验 26	复方氢氧化铝药片中铝、镁含量的测定	169
实验 27	低熔点合金中铋、铅、锡含量的测定	171
实验 28	钙制剂中钙含量的测定	175
实验 29	过氧化氢含量的测定	176
实验 30	水样中化学耗氧量的测定	179

实验 31	硫酸亚铁铵的制备与含量测定	182
实验 32	胆矾的制备及含量测定	184
实验 33	直接碘量法测定维生素 C	188
实验 34	铁矿石中铁含量的测定	189
实验 35	注射液中葡萄糖含量的测定	192
实验 36	胱氨酸含量的测定	194
实验 37	可溶性氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	196
实验 38	醋酸银溶度积的测定	198
实验 39	植物或肥料中钾含量的测定(重量法)	201
实验 40	重量法测定土壤中 SO_4^{2-} 的含量	203
实验 41	邻二氮菲吸光光度法测定微量铁	206
实验 42	水样中铜的吸光光度法测定	210
实验 43	水样中六价铬的吸光光度法测定	212
实验 44	铁、镍的离子交换分离与测定	214
实验 45	自来水中痕量磷的测定 (萃取分离—吸光光度法)	217
实验 46	纸层析法分离鉴定氨基酸	219
实验 47	酸碱滴定法综合设计实验	222
实验 48	络合滴定法综合设计实验	223
实验 49	氧化还原滴定法综合设计实验	223
实验 50	有机酸摩尔质量的测定(微量滴定分析法)	224
实验 51	过氧化氢含量的测定(微量滴定分析法)	226
第四部分 英文文献实验		229
I	General Laboratory Apparatus	229
II	Acid - Base Titration	250
III	Oxidation - Reduction Titration	256
IV	Complexation Titration	259
V	Spectrophotometry	261

附录	266
附录 1 元素的相对原子质量(1999)	266
附录 2 一些物质的摩尔质量	271
附录 3 弱酸及其共轭碱在水中的离解常数(25℃, $I=0$)	280
附录 4 常见无机化合物在水中的溶解度(g/100g H ₂ O)	285
附录 5 定性分析试剂配制法	288
附录 6 常用酸、碱溶液的密度和浓度	296
附录 7 常用指示剂	297
附录 8 常用缓冲溶液的配制	301
附录 9 pH 标准缓冲溶液	303
附录 10 常用滤器及其使用	304
附录 11 常用基准物质的干燥条件和应用	306
附录 12 标准电极电势(18~25℃)	308
附录 13 微溶化合物的溶度积(18~25℃, $I=0$)	313
附录 14 滴定分析实验操作评分细则(KMnO ₄ 法测定 试样中 C ₂ O ₄ ²⁻ 的含量)	319
参考文献	323

第一部分 无机及分析化学 实验基础知识

一、学生实验守则

1. 无机及分析化学实验室应保持清洁,实验台面无灰尘和水渍。实验过程中,随时保持工作环境的整洁,玻璃仪器和其它仪器应有序摆放。固体废物如纸、火柴梗等只能丢入废物桶内,有毒废液应倒入指定回收处理桶中,切勿倒入水槽。

2. 保持实验室安静,勿高声谈笑、抽烟,勿进食,勿饮水;实验时应思想集中,情态安定;不迟到,不早退,遵守实验纪律。

3. 实验课前,应预习本实验内容,了解实验目的、原理、步骤和注意事项,并对所用的试剂和反应生成物的性能做到心中有数,对所用仪器设备的操作有基本了解。做到胸有成竹,实验时才能有条不紊。

4. 实验过程中,仔细观察实验现象,及时将实验现象和实验数据详细记录在实验报告本上,不能用小纸条或其它废纸记录实验数据,决不允许有伪造原始数据等卑劣行为,养成良好的实事求是的科学态度和严谨的科学作风。

5. 实验开始前,应清点所用玻璃仪器和实验设备,如有破损或缺少,应报告指导教师,及时更换和补充。应爱护国家财物,认真仔细地操作,小心使用实验仪器,注意节约使用化学试剂、实验用蒸馏水、煤气等。如玻璃仪器破损或仪器损坏,应向指导教师报告,如实登记破损情况,按规定进行赔偿和补充。实验结束后,实验室的一切物品不许带离室外。

6. 实验时要遵守操作规则,对易燃、易爆、剧毒药品更应严加控制其使用量。用前应先熟悉药品的取用方法和防护知识。必须遵守实验室一切电器、煤气的安全规则,以保证实验安全进行,防止事故发生。

7. 实验结束,须将玻璃仪器洗涤干净,关闭仪器电源,罩好仪器,由值日同学打扫和清理实验室及周边环境,检查并关好水、电、煤气和门窗,教师允许后,方可离开实验室。

8. 禁止穿背心、拖鞋进实验室,做实验时应穿实验服(白大褂),衣着应整洁,保持良好形象和秩序。

9. 尊重教师的指导。

二、实验室安全

化学实验经常使用水、电、气、试剂等,由于有些试剂易燃、易爆、有毒,加之反应时极易产生有毒气体和有害物质,如不严格遵守操作规程,实验时不认真、马马虎虎,很容易造成整个实验失败,甚至出现事故,如爆炸、失火、中毒、烧伤及烫伤等,导致国家财产受损,人员遭受伤害。但只要我们在实验过程中,遵守操作规程和安全措施,则完全可避免事故的发生。

(一)实验室安全规则

1. 严禁试剂入口,用移液管吸取有毒样品应用吸耳球;以鼻鉴别试剂时,试剂瓶应远离鼻子,用手轻轻扇动,闻其味即可,鉴别时鼻子勿靠近试剂瓶口。

2. 制备和使用有毒、有刺激性、恶臭的气体,如氮氧化物、 Br_2 、 Cl_2 、 H_2S 、 SO_2 、氢氰酸等,以及加热或蒸发 HCl 、 HNO_3 和消化试样时,应在通风橱内进行操作。

3. 启开装有易挥发物(如氨水、乙醇、乙醚、丙酮等)的试剂瓶

时,尤其在夏天,不可将瓶口对着自己或他人脸部,以防启开时试剂喷出,造成伤害事故。使用时应远离火源,用后把瓶塞塞严,放置于阴凉处。低沸点有机溶剂不能直接在煤气灯或电炉上加热,而应在水浴中加热。

4. 浓酸、强碱具有强烈的腐蚀性,用时不要将其洒在衣服或皮肤上,以防灼伤。

5. 汞化合物、砷化合物、氰化物等剧毒物,不得入口或接触到伤口上,氰化物不能加入酸,否则产生 HCN(剧毒)。

6. 浓、热的高氯酸遇有机物易发生爆炸。若试样为有机物,应先加浓硝酸将其破坏,再加入高氯酸。

7. 使用煤气时,应先点火,再开气。用完煤气或煤气供应临时中断时,应立即关闭煤气阀门。如遇煤气泄漏,应停止实验,进行检查。在点燃的煤气灯旁,不得放置易燃物品(如抹布、毛巾)、易燃易爆的药品。

8. 一切电器设备在使用前,应检查是否漏电,使用时先接好线路再插上电源。实验结束后,必须先切断电源,再拆线路。

(二)防火及灭火

平时要注意偶然着火的可能性,准备适用于各种情况的灭火材料,包括消火砂、石棉布、各类灭火器。

一旦发生火灾,切不要惊慌,应立即切断电源,关闭煤气阀门,用湿抹布或石棉布覆盖灭火,把易燃易爆物移到远处。如果是易燃液体或固体(有机物)着火,不能用水去浇,因除甲醇、乙醇等少数化合物外,大多数有机物密度小于水,浮于水面上,燃烧面积会扩大,因此,除小范围着火可用湿抹布覆盖外,一般情况下要立即用消火砂、灭火器等来灭火。若火势较猛,应根据具体情况,选用适当的灭火器材进行灭火,并立即与有关部门联系,请求救援。

常见灭火器的类型及适用范围见表 1-1。

表 1-1

常用灭火器及其适用范围

类 型	药 液 成 分	适 用 范 围
酸碱式	H_2SO_4 、 $NaHCO_3$	适用于非油类及切断了电路的电器失火等一般火灾,而不适用于忌酸性的化学药品(如氰化钠等)和忌水的化工产品(如钾、钠、镁、电石等)失火
泡沫式	$Al_2(SO_4)_3$ 、 $NaHCO_3$	适用于扑灭油类及苯、香蕉水、松香水等易燃液体失火,而不适用于丙酮、甲醇、乙醇等易溶于水的液体失火
二氧化碳	液体 CO_2	适用于电器失火(包括精密仪器、电子设备失火)
干粉灭火①	主要由 $NaHCO_3$ 、硬脂酸铝、云母粉、滑石粉、石英粉等混合配成	适用于扑救油类、可燃气体、电器设备、精密仪器、文件记录和易燃烧物品等的初起火灾
1211	CF_2ClBr	灭火效果好,主要应用于油类有机溶剂、高压电气设备、精密仪器等失火

(三) 实验室一般事故的急救与处理

1. 烧伤。包括火伤和烫伤。当灼烧面积过大时,应将伤者的衣服脱掉,用消过毒的纱布包好,饮大量热的饮料。并迅速转送医

① 在干粉灭火器上装有二氧化碳作为喷射动力。干粉灭火器喷出的灭火粉末,盖在固体燃烧物上,能够构成阻碍燃烧的隔离层,且能通过受热而分解出不燃性气体,就可以降低燃烧区域中的含氧量。同时干粉还有中断燃烧连锁反应的作用,因此灭火速度快。干粉灭火器综合了泡沫式、二氧化碳和四氯化碳灭火器的优点。

院,请医护人员救治。

轻微烫伤可在伤口处抹烫伤油膏或万花油,不要把烫出的水泡挑破;烫伤严重者送医院救治。

2. 割伤。伤口内如有异物,先挑出异物,再抹上红药水或紫药水后用消毒纱布包扎,也可贴上“创可贴”。

3. 眼睛灼伤。若眼睛被溶于水的药品灼伤,应立即就近用清水冲洗眼睛,用流水缓慢冲洗眼睛 15min 以上。如果是碱灼伤,用 $40\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的硼酸或 $20\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的柠檬酸溶液冲洗,冲洗后反复滴氯霉素等微酸性眼药水;如果是酸灼伤,则用 $20\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的碳酸氢钠溶液冲洗,冲洗后可反复滴磺胺乙酰钠等微碱性眼药水。

4. 化学灼伤。化学灼伤时,应迅速解脱衣服,先用手帕、纱布或吸水性良好的纸吸去皮肤上的化学物质,用大量清水冲洗,再以适合消除这种有毒化学药品的特种溶剂、药剂仔细清洗处理伤处,其急救或治疗方法见表 1-2。

表 1-2 化学灼伤及救治方法

单质和化合物	急救或治疗方法
碱类:氢氧化钾、氢氧化钠、氨、氧化钙、碳酸钠、碳酸钾	立即用大量清水作较长时间冲洗,然后用 2% 乙酸或 2% 柠檬酸或 4% 硼酸冲洗;对氧化钙的灼伤,可用任一种植物油洗涤伤处
碱金属氰化物、氢氰酸	先用高锰酸钠溶液洗,再用硫化铵溶液漂洗
溴	用 1 体积氨(25%) + 1 体积松节油 + 10 体积乙醇(95%)的混合液处理,不可单纯用水冲洗,以免增加水解反应而使伤害程度加重
铬酸	先用大量水冲洗,然后用硫化铵溶液漂洗

续表

单质和化合物	急救或治疗方法
氢氟酸	先用大量冷水冲洗较长时间,直至伤口表面发红,然后用 $50\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 碳酸氢钠溶液洗,再以甘油与氧化镁(2+1)悬浮剂涂抹,用消毒纱布包扎
磷	不可将创伤面暴露于空气或用油质类涂抹。应先用 $10\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 硫酸铜溶液洗净残余的磷,再用(1+1000)高锰酸钾湿敷,外涂以保护剂,用绷带包扎
苯酚	先用大量水冲洗,然后再用4体积乙醇(70%)与1体积氯化铁($1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$)的混合液洗,或先用大量水冲洗后,再用50%乙醇冲洗2~3次,再用生理盐水冲洗10min,最后用5%硫代硫酸钠湿敷2~3d
氯化锌、硝酸银	先用水冲洗,再用 $50\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 碳酸氢钠溶液漂洗,涂油膏及磺胺粉
酸类:硫酸、盐酸、硝酸、磷酸、乙酸、蚁酸、草酸、苦味酸	用大量的水冲洗,然后用2%碳酸氢钠溶液冲洗

注:化学灼伤较重者,应及时使用破伤风抗毒素和抗菌素。

5. 化学中毒的救治。一旦发生化学中毒,必须争分夺秒地、正确地采取自救、互救措施,立即将患者从中毒物质作用区域移出,力求在毒物被吸收以前,设法排除其体内的毒物,进行抢救,直至转入医院救治。

常见化学中毒时的急救或治疗方法见表 1-3。

表 1-3

常见化学中毒及救治方法

毒物名称	毒物的侵入途径与中毒主要症状	急救或治疗方法
氯	<p>主要通过呼吸道和皮肤粘膜对人体产生毒害作用</p> <p>刺激眼结膜,流泪,失明</p> <p>鼻咽粘膜发炎,咽干,咳嗽,打喷嚏;呼吸道损害,窒息,冷汗,脉搏虚弱甚至肺水肿,心力逐渐衰竭而死亡</p>	<p>①立即离开有氯气的场所,脱去被污染的衣服</p> <p>②静脉注射 5% 葡萄糖 40~100mL</p> <p>③眼受刺激用 2% 苏打水洗眼;咽喉炎可吸入 2% 苏打水热蒸气</p> <p>④重患者保温,吸氧,注射强心剂,但禁用吗啡</p> <p>⑤并发肺炎时,应用抗菌素药剂</p>
一氧化碳及煤气	<p>由呼吸道经肺脏吸收而进入血液,很快形成羰基血色素,使血色素丧失运输氧的能力</p> <p>轻度中毒:头痛,眩晕,有时恶心、呕吐,疲乏无力,精神不振</p> <p>中度中毒:除上述症状外,迅速发生意识障碍,全身软弱无力,甚至有肢体瘫痪现象,意识不清,逐渐加深而致死</p> <p>重度中毒:迅速陷入昏迷,很快因呼吸停止而死亡。有时还出现中枢神经系统各种损害症状,如各种瘫痪及肌肉控制力消失,失语症,癫痫等</p> <p>中毒时全身皮肤常呈鲜洋红色,时间长者也可发绀(皮肤带有一点红的黑色)</p>	<p>①立即将患者移至新鲜空气处,保暖不使受寒,禁用兴奋剂</p> <p>②呼吸衰竭者,应立即进行人工呼吸,并给以含 5%~7% 二氧化碳的氧气</p> <p>③输入 5% 葡萄糖盐水 1500~2000mL</p> <p>④定期静脉注射 1% 亚甲蓝的葡萄糖溶液 30~50mL</p> <p>⑤呼吸循环衰竭者,同时注射盐酸山梗菜碱、尼可刹米、樟脑等强心剂</p> <p>⑥急性重度中毒者,迅速放血 200~400mL,必要时输入等量新鲜血液</p> <p>⑦重度中毒者,可用抗菌制剂预防感染</p>