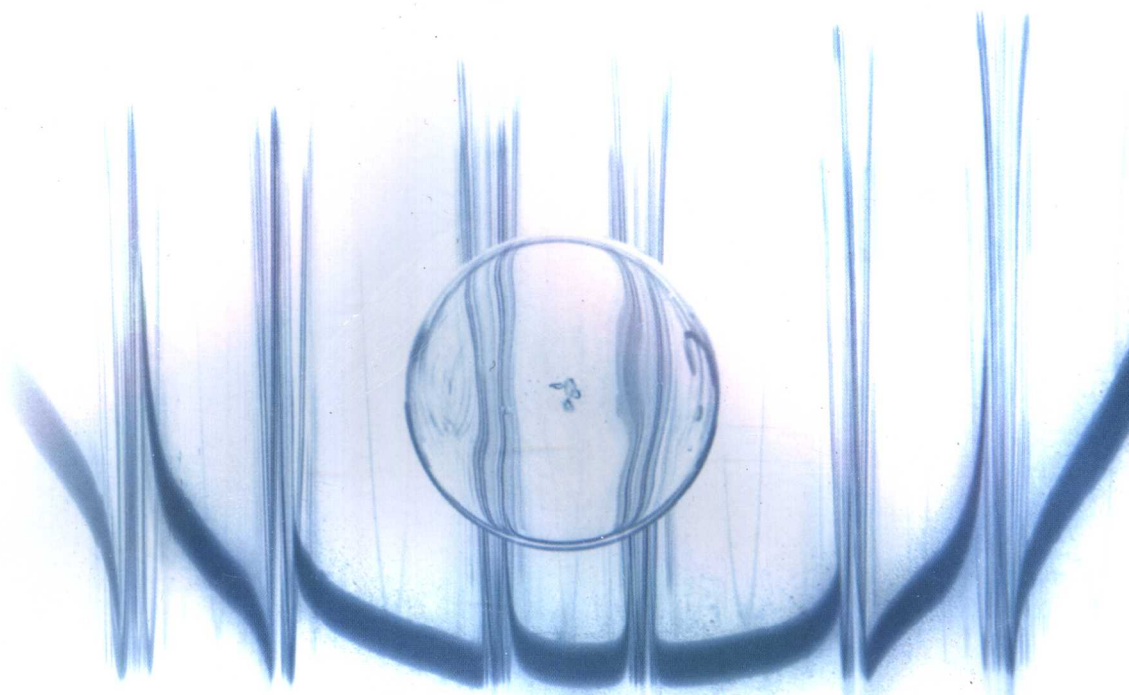


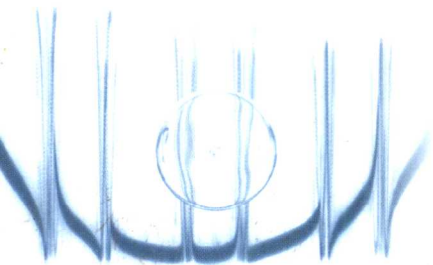
21 世纪普通高等教育规划教材




无机及分析化学实验与指导

WUJI JI FENXI HUAXUE SHIYAN YU ZHIDAO

主编 ● 赵金安
张慧勤



 郑州大学出版社

21 世纪普通高等教育规划教材


无机及分析化学实验与指导

WUJI JI FENXI HUAXUE SHIYAN YU ZHIDAO

主编 ○ 赵金安

张慧勤



 郑州大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验与指导/赵金安,张慧勤主编. —郑州:郑州大学出版社,2007.9

ISBN 978-7-81106-712-5

I. 无… II. ①赵…②张… III. 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. 061-33 065-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2007)第133660号

郑州大学出版社出版发行

郑州市大学路40号

出版人:邓世平

全国新华书店经销

黄委会设计院印刷厂印制

开本:787 mm × 1 092 mm

印张:12

字数:284千字

版次:2007年9月第1版

邮政编码:450052

发行部电话:0371-66966070

1/16

印次:2007年9月第1次印刷

书号:ISBN 978-7-81106-712-5 定价:20.00元

本书如有印装质量问题,请向本社调换

编委名单

BIANWEIMINGDAN

主 编 赵金安 张慧勤

副主编 徐 霞 潘 玮 李淑荣

编 委 (按姓氏笔画为序)

王艺军 李淑荣 张红岭

张慧勤 赵金安 徐 霞

潘 玮

内 容 提 要

NEIRONGTIYAO

本书共分为两大部分：一为无机及分析化学实验基础知识篇，主要介绍实验室的部分规章制度、实验的基本操作以及经典实验仪器的使用方法；二为精选出的具有代表性的 25 个实验。

本书可作为本科化工类、环境类、制药技术类、生物技术类、医学类、农林类、材料类、国防公安类等相关专业的实验教材使用，也可作为以上各相关专业成人教育、职业培训教材使用，同时也可作为各相关专业参考书。

前言

QIANYAN

化学是一门实验学科,实验教学是培养化学人才的一个重要方面,在整个教学计划中占有很大的比重,也是当前教学中急需加强的一个重要环节。本书是为了适应高等院校无机及分析化学教学改革和学科发展的要求,根据多年的教学实践而编写的实验教材,主要供环境学、生物学、医学等本科生及相关专业的大专生使用。

无机与分析化学是高等院校的一门实践性很强的基础课程,通过无机及分析化学实验课的学习,可以使学生加深理解无机及分析化学的基本理论,熟练掌握基本的实验操作技能,为学习后续课程以及将来从事的工作打下基础。全书包括实验室的基本规章制度、基本操作、定量分析、定性分析以及仪器分析的基本理论内容和具体实验操作,书后附有附录供读者查阅。

本实验与指导书主编为赵金安、张慧勤,副主编为徐霞、潘玮、李淑荣。第一章、第三章由赵金安编写;第二章、第四章、实验一由张慧勤编写;第五章由徐霞、张红岭编写;实验二至实验十一由潘玮编写;实验十二、实验十三由徐霞编写;实验十四至实验十八及附录由李淑荣编写;实验十九至实验二十五由王艺军编写。

限于编者水平,加之时间仓促,书中难免存在不足之处,恳请读者批评指正。

2007年6月

编者

目录

MULU

第一部分 无机及分析化学实验基础知识

第一章 绪论	(1)
第一节 守则	(1)
一、学生实验守则	(1)
二、实验室的安全	(2)
第二节 无机与分析化学实验学习及实验报告的格式	(4)
一、无机与分析化学实验学习的目的和方法	(4)
二、无机与分析化学实验报告的格式	(5)
第三节 滤纸与试纸	(9)
一、滤纸	(9)
二、试纸	(11)
第二章 玻璃仪器	(13)
第一节 化学实验室常用器皿	(13)
一、玻璃仪器	(13)
二、其他器具	(19)
第二节 玻璃仪器的洗涤	(22)
一、水刷洗	(22)
二、合成洗涤剂水刷洗	(22)
三、砂芯玻璃滤器的洗涤	(23)
四、特殊的洗涤方法	(23)
第三节 各种洗涤液的使用	(23)
第四节 玻璃仪器的干燥	(25)
一、晾干	(25)
二、烘干	(25)

三、烤干	(25)
四、吹干	(25)
第五节 玻璃仪器的使用技巧	(25)
一、打开粘住的磨口塞	(25)
二、玻璃磨口塞的修配	(26)
三、标记玻璃上序号的技巧	(26)
第六节 玻璃仪器的保管	(26)
第三章 无机与分析化学实验的基本操作	(28)
第一节 实验中的加热方法	(28)
一、加热装置	(28)
二、加热方法	(30)
第二节 化学试剂的规格、存放及取用	(31)
一、化学试剂的规格	(31)
二、试剂的取用	(32)
第三节 溶解和结晶	(33)
一、试样的溶解	(33)
二、结晶	(33)
第四节 沉淀	(33)
一、沉淀剂的加入	(33)
二、沉淀与溶液的分离	(33)
三、沉淀的烘干、灼烧及恒重	(37)
四、用玻璃坩埚的过滤、烘干与恒重	(38)
第五节 干燥器的使用	(38)
第六节 天平	(39)
一、TG328B 型电光分析天平	(39)
二、电子天平	(43)
第四章 滴定分析基本操作	(46)
一、滴定管	(46)
二、移液管和吸量管	(50)
三、容量瓶	(51)
第五章 常用仪器使用方法	(54)
第一节 酸度计	(54)
一、概述	(54)
二、酸度计的使用	(55)
第二节 电位滴定分析仪	(60)
一、概述	(60)
二、ZD-2 型自动电位测定仪的使用	(62)
第三节 紫外—可见分光光度计	(65)

一、紫外—可见分光光度计的工作原理	(66)
二、紫外—可见分光光度计的结构	(66)
三、UV—2102C/PC/PCS 型分光光度计的使用	(67)
四、灯的更换和调整	(69)
五、常见仪器故障及排除	(71)
六、日常维护和保养	(73)
第四节 气相色谱法	(74)
一、气相色谱仪工作原理	(74)
二、气相色谱仪的基本结构	(75)
三、注意事项	(82)
四、常见故障及排除方法	(83)
五、气相色谱仪的维护和保养	(88)
六、气相色谱试验条件的选择	(89)
第五节 高效液相色谱仪	(90)

第二部分 实 验

实验一 玻璃管操作和塞子钻孔	(96)
一、实验目的	(96)
二、实验原理	(96)
三、思考题	(100)
实验二 由粗食盐制备试剂级氯化钠	(100)
一、实验目的	(100)
二、实验原理	(101)
三、仪器及试剂	(101)
四、实验步骤	(101)
五、注意事项	(102)
六、思考题	(102)
实验三 硫代硫酸钠的制备	(102)
一、实验目的	(102)
二、实验原理	(102)
三、仪器及试剂	(102)
四、实验步骤	(103)
五、注意事项	(104)
六、思考题	(104)
实验四 化学反应速度和化学平衡	(104)
一、实验目的	(104)
二、实验原理	(104)

三、仪器及试剂	(105)
四、实验步骤	(105)
五、思考题	(107)
实验五 凝固点降低法测摩尔质量	(107)
一、实验目的	(107)
二、实验原理	(107)
三、仪器及试剂	(108)
四、实验步骤	(108)
五、数据记录及结果处理	(109)
六、思考题	(109)
实验六 分析天平的称量练习	(110)
一、实验目的	(110)
二、仪器及试剂	(110)
三、实验步骤	(110)
四、注意事项	(110)
五、思考题	(110)
实验七 容量仪器的校准	(111)
一、实验目的	(111)
二、实验原理	(111)
三、仪器及试剂	(112)
四、实验步骤	(112)
五、注意事项	(113)
六、思考题	(113)
实验八 气体摩尔常数 R 的测定	(113)
一、实验目的	(113)
二、实验原理	(113)
三、仪器及试剂	(113)
四、实验步骤	(114)
五、注意事项	(115)
六、思考题	(115)
实验九 醋酸电离常数的测定	(115)
一、实验目的	(115)
二、实验原理	(115)
三、仪器及试剂	(116)
四、实验步骤	(116)
五、注意事项	(117)
六、思考题	(117)
实验十 缓冲溶液的配制和性质	(117)

一、实验目的	(117)
二、实验原理	(118)
三、仪器及试剂	(118)
四、实验步骤	(118)
五、注意事项	(120)
六、思考题	(121)
实验十一 中和热的测定	(121)
一、实验目的	(121)
二、实验原理	(121)
三、仪器及试剂	(122)
四、实验步骤	(122)
五、注意事项	(124)
六、思考题	(124)
实验十二 化学反应焓变的测定	(124)
一、实验目的	(124)
二、实验原理	(125)
三、仪器及试剂	(125)
四、实验步骤	(125)
五、数据记录和处理	(126)
六、注意事项	(127)
七、思考题	(127)
实验十三 酸碱标准溶液的配制、比较和标定	(127)
一、实验目的	(127)
二、实验原理	(127)
三、仪器及试剂	(128)
四、实验步骤	(128)
五、记录及报告示例	(129)
六、注意事项	(130)
七、思考题	(130)
实验十四 硫酸钙溶度积常数的测定	(131)
一、实验目的	(131)
二、实验原理	(131)
三、仪器及试剂	(132)
四、实验步骤	(132)
五、数据记录和处理	(133)
六、注意事项	(133)
七、思考题	(134)
实验十五 沉淀反应	(134)

一、实验目的	(134)
二、实验原理	(134)
三、仪器及试剂	(135)
四、实验步骤	(135)
五、注意事项	(136)
六、思考题	(136)
实验十六 配合物的生成和性质	(137)
一、实验目的	(137)
二、实验原理	(137)
三、仪器及试剂	(138)
四、实验步骤	(139)
五、注意事项	(140)
六、思考题	(140)
实验十七 碘和硫代硫酸钠溶液的配制和标定	(141)
一、实验目的	(141)
二、实验原理	(141)
三、仪器及试剂	(141)
四、实验步骤	(142)
五、注意事项	(142)
六、思考题	(142)
实验十八 葡萄糖含量的测定	(143)
一、实验目的	(143)
二、实验原理	(143)
三、仪器及试剂	(143)
四、实验步骤	(143)
五、注意事项	(144)
六、思考题	(144)
实验十九 EDTA 标准溶液的配制与标定	(144)
一、实验目的	(144)
二、实验原理	(144)
三、仪器及试剂	(145)
四、实验步骤	(145)
五、注意事项	(145)
六、思考题	(145)
实验二十 水中氟含量的测定	(146)
一、实验目的	(146)
二、实验原理	(146)
三、仪器及试剂	(147)

四、实验步骤	(147)
五、注意事项	(147)
六、思考题	(147)
实验二十一 铁的比色测定	(148)
一、实验目的	(148)
二、实验原理	(148)
三、试剂及仪器	(148)
四、实验步骤	(148)
五、注意事项	(149)
六、思考题	(149)
实验二十二 原子吸收分光光度法测定	
饮用水中镁的含量	(149)
一、实验目的	(149)
二、实验原理	(149)
三、仪器及试剂	(149)
四、实验步骤	(150)
五、数据处理	(150)
六、注意事项	(150)
七、思考题	(151)
实验二十三 纸层析法分离鉴定氨基酸	(151)
一、实验目的	(151)
二、实验原理	(151)
三、仪器及试剂	(152)
四、实验步骤	(152)
五、注意事项	(153)
六、思考题	(153)
实验二十四 气相色谱法测定乙醇中少量水分	(153)
一、实验目的	(153)
二、实验原理	(153)
三、仪器及试剂	(153)
四、实验步骤	(154)
五、注意事项	(155)
六、思考题	(155)
实验二十五 高效液相色谱法测定对氨基	
水杨酸钠中痕量间氨基酚	(155)
一、实验目的	(155)
二、实验原理	(155)
三、仪器及试剂	(156)

四、实验步骤	(156)
五、注意事项	(156)
六、思考题	(156)
附录	(158)
附表1 实验室常用的洗液	(158)
附表2 常用指示剂	(159)
附表3 实验室常用酸、碱溶液的浓度	(160)
附表4 元素的相对原子质量	(161)
附表5 几种缓冲溶液的配制方法	(162)
附表6 pH 标准缓冲溶液	(162)
附表7 常用基准物质的干燥条件和应用	(163)
附表8 标准电极电势	(163)
附表9 微溶化合物的溶度积(18 ~ 25℃, $I=0$)	(169)
附表10 弱酸及其共轭碱在水中的离解常数(25℃, $I=0$)	(173)
参考文献	(174)
元素周期表	(175)

第一部分 无机及分析化学实验 基础知识

第一章 绪 论

第一节 守 则

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,玻璃仪器和其他仪器应有序摆放。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,情绪安定;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,不能用小纸条或其他废纸记录实验数据,绝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实验室。

(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、实验室的安全

在进行化学实验时,会经常使用水、电、煤气和各种药品仪器,如果马马虎虎,不遵守操作规则,不但会造成实验失败,还可能发生事故(如失火、中毒、烫伤或烧伤等)。出了事故,国家财产受到损失,还会损害个人的健康。在化学实验中是否一定会出事故呢?不是!事故与安全是一对矛盾,它们在一定的条件下可以相互转化。只要我们在思想上重视安全工作,又遵守操作规则,则事故完全可以避免。下面我们介绍一些安全知识。

(一)实验室的安全规则

(1)严禁试剂入口,用移液管吸取样品时,应使用吸耳球;以鼻子鉴别试剂时,试剂瓶应远离鼻子,用手轻轻煽动,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,如氮氧化合物、 Br_2 、 Cl_2 、 H_2S 、 SO_2 、氢氟酸等,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,以防开启时试剂喷出,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。

(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 15 min 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酸钠等微碱性眼药水。

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口。

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。

(四) 实验废物的处理

化学实验中,常有废水、废物、废气,即“三废”的排放。三废中往往含有大量的有毒物质。为了保证实验人员的健康,防止环境污染,需处理后再排放。

1. 汞蒸气或其他废气

为了减少汞的蒸发,可在汞液面上覆盖化学液体,如甘油、5% 的 $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 溶液、水,其中甘油效果最好。

对于溅落的少量汞,可以洒上多硫化钙、硫磺或漂白粉,干后扫除。

大量有毒气体如 H_2S 、 HCN 、 SO_2 等,最好采用适当的吸收剂吸收后,再排放。

2. 废物

固体废药品、纸屑、酸性废液不能倒入水槽中,以防堵塞或腐蚀管道。应倒入废物桶或废液缸内。

剧毒物、放射性废渣、废液,以及不可回收的有机溶剂,应放在专设的容器内,分别采取适当措施,予以回收或销毁。

3. 废液

无机酸类:将废酸液用碳酸钠或氢氧化钙水溶液中和,后用大量水冲稀排放。