

# 无机及分析化学实验

侯海鸽 朱志彪 范乃英 编著



哈尔滨工业大学出版社

# 无机及分析化学实验

侯海鸽 朱志彪 范乃英 编著

哈尔滨工业大学出版社  
·哈尔滨·

## 内 容 提 要

《无机及分析化学实验》是作者根据化学学科发展的需要,结合多年来的教学经验为高等学校化学化工类及相近各专业学生编写的实验教材。主要包含无机化学实验与定性、定量分析实验两大部分的内容,具体分为基本操作实验、化学分析实验、化学原理和性质测试实验、无机化合物的制备实验及综合设计性实验,并有少量的微型实验。实验注重启发学生通过“看、查、思考”的方式进行实验预习,弄清实验目的、实验原理、注意事项等,综合设计性实验要求学生自己查阅文献,设计并实施实验方案,从而提高学生的综合实验技能。本书实验内容安排合理,内容丰富,有较大的可操作性,便于教师灵活地组织教学。

本书可作为高等学校化学化工类及相近各专业本专科学生的实验教材,也可作为非化学化工类各专业本、专科学生的实验教材,还可供从事化学教育的工作人员学习和参考。

## 图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验/侯海鸽,朱志彪,范乃英编著.一哈尔滨:哈尔滨工业大学出版社,2005.9

ISBN 7 - 5603 - 2091 - 0

I . 无… II . ①侯… ②朱… ③范… III . 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 - 33 ②065 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2004)第 100480 号

责任编辑 黄菊英

封面设计 卞秉利

出版发行 哈尔滨工业大学出版社

社 址 哈尔滨市南岗区复华四道街 10 号 邮编 150006

传 真 0451 - 86414749

网 址 <http://hitpress.hit.edu.cn>

印 刷 肇东粮食印刷厂

开 本 787 × 1092 1/16 印张 15.75 字数 382 千字

版 次 2005 年 9 月第 1 版 2007 年 9 月第 2 次印刷

书 号 ISBN 7 - 5603 - 2091 - 0 / O · 174

印 数 4 001 ~ 5 000

定 价 23.00 元

(如因印装质量问题影响阅读,我社负责调换)

## 前　　言

我国的高等教育正进入一个迅速发展的时期，随着招生规模的不断扩大，高等教育亟待变革和创新。随着教育改革的深入，“高等教育需要从以单纯的知识传授为中心，转向以创新能力培养为中心”，因此，在转变化学教育培养观念的同时，对实验课程体系、教学内容的改革也势在必行。

本教材是根据教育部“高等学校基础课实验教学示范中心建设标准”和“厚基础、宽专业、大综合”的教育理念，结合我们多年来的教学实践，并借鉴兄弟院校化学实验教学改革的经验，经过充分讨论、研究编写而成的。

本教材编写注重突出以下几点：

(1) 以模块形式编写，内容安排上注重由浅入深、由单一到综合、由指导型到研究型不断深入的教学过程，兼顾理工科以及其他非化学专业学生的实际需要，有较大的选择余地和可操作性。

(2) 注重素质教育，加强创新能力的培养，编选了部分综合和设计型实验，以培养学生运用理论知识和实验技能解决具体问题的能力。

(3) 注意考虑环境保护和节约实验材料及化学试剂，还编排了一些微型实验。

(4) 教材中介绍了现代高科技仪器的使用和现代技术测试方法，拓展了学生的知识面。

本教材基本知识和基本操作技术、无机化学实验部分，由朱志彪和侯海鸽编写，分析化学实验部分由侯海鸽和范乃英编写。

在教学实践和教材编写过程中，张斌教授和刘景茂教授对课程的设置和建设提出很多宝贵的建议，并给予大力支持和帮助，在此表示衷心感谢。

由于编者水平有限，疏漏及不足之处在所难免，恳请广大师生批评指正。

编　者  
2005年8月

# 目 录

<b>绪论</b>	
实验的意义和目的	1
正确的学习方法	1
实验成绩评定	8
实验室规则	8
实验安全守则	9
实验中意外事故的处理	10
实验室“三废”的处理	11
<b>第一部分 基本知识和基本操作技术</b>	
<b>第一章 基本知识</b>	12
第一节 实验用水	12
第二节 化学试剂	14
第三节 溶液及其配制	16
第四节 试纸的使用	21
第五节 微型化学实验与绿色化学简介	22
<b>第二章 基本操作</b>	25
第一节 实验室常用仪器简介	25
第二节 玻璃仪器的洗涤与干燥	25
第三节 加热与冷却	27
第四节 玻璃管、玻璃棒的加工	31
第五节 溶解、结晶和固液分离	35
第六节 重量分析法基本操作	40
第七节 定量分析仪器	42
第八节 微型实验仪器简介	48
<b>第三章 电光仪器及其使用</b>	51
第一节 天平	51
第二节 酸度计	57
第三节 电导率仪	60
第四节 分光光度计	63
第五节 其他仪器的使用	73
<b>第四章 化学实验中的数据表达与处理</b>	75
第一节 误差与偏差	75
第二节 有效数字	76
第三节 实验数据的表达方法	77

## 第二部分 基础无机及分析化学实验

<b>第一章 基础知识和基本操作</b>	80
<b>实验一 常用仪器的认领、洗涤和干燥</b>	80
<b>实验二 无机及分析化学实验电化教学</b>	82
<b>实验三 玻璃细工</b>	82
<b>实验四 电子分析天平称量练习</b>	84
<b>实验五 酸碱滴定练习</b>	86
<b>第二章 基本化学原理</b>	90
<b>实验一 置换法测定摩尔气体常数</b>	90
<b>实验二 化学反应速度、反应级数和活化能的测定</b>	92
<b>实验三 过氧化氢分解速率和活化能的测定</b>	95
<b>实验四 弱电解质电离常数的测定</b>	97
<b>实验五 电离平衡和沉淀反应</b>	99
<b>实验六 氧化还原反应与电化学</b>	102
<b>实验七 银氨配离子配位数的测定</b>	105
<b>实验八 碘酸铜溶度积的测定</b>	107
<b>第三章 基础元素化学</b>	110
<b>实验一 碱金属、碱土金属和过氧化氢</b>	110
<b>实验二 卤素及硫化合物</b>	113
<b>实验三 氮、磷、碳、硅、硼</b>	117
<b>实验四 锡、铅、砷、锑、铋</b>	120
<b>实验五 ds 区元素化合物的性质</b>	124
<b>实验六 d 区元素化合物的性质(一)</b>	126
<b>实验七 d 区元素化合物的性质(二)</b>	129
<b>第四章 化学分析法</b>	133
<b>A. 酸碱滴定法</b>	133
<b>实验一 酸碱标准溶液浓度的标定</b>	133
<b>实验二 混合碱中各组分含量的测定</b>	135
<b>实验三 食用醋中 HAc 含量的测定</b>	137
<b>实验四 尿素中氮含量的测定</b>	138
<b>实验五 硼酸含量的测定</b>	140
<b>实验六 工业纯碱总碱度的测定</b>	141
<b>实验七 有机酸摩尔质量的测定</b>	142
<b>实验八 蛋壳中碳酸钙含量的测定</b>	143
<b>B. 配位滴定</b>	144
<b>实验一 EDTA 的标定</b>	144
<b>实验二 自来水总硬度的测定</b>	146
<b>实验三 铅、铋含量的连续测定</b>	149
<b>实验四 Bi<sup>3+</sup>、Fe<sup>3+</sup>混合液的连续测定</b>	150

实验五 “胃舒平”药片中铝和镁含量的测定 .....	151
实验六 钙制剂中钙含量的测定 .....	153
C. 氧化还原滴定法 .....	154
实验一 高锰酸钾标准溶液的配制和标定 .....	154
实验二 过氧化氢含量的测定 .....	156
实验三 补钙制剂中钙含量的测定 .....	158
实验四 水中化学耗氧量的测定 .....	159
实验五 铁盐中全铁含量的测定(无汞定铁法) .....	161
实验六 硫代硫酸钠和碘溶液的配制与标定 .....	162
实验七 水果汁中抗坏血酸(Vc)含量的测定 .....	165
实验八 间接碘量法测定铜合金中的铜含量 .....	167
D. 沉淀滴定与重量分析法 .....	168
实验一 $\text{AgNO}_3$ 和 $\text{NH}_4\text{SCN}$ 标准溶液的配制和标定 .....	168
实验二 可溶性氯化物中氯含量的测定 .....	170
实验三 二水合氯化钡中钡含量的测定(灼烧法) .....	173
实验四 二水合氯化钡中钡含量的测定(微波干燥法) .....	175
E. 吸光光度法 .....	176
实验一 邻二氮菲吸光光度法测定铁 .....	176
实验二 吸光光度法测定水和废水中总磷 .....	178
实验三 碘基水杨酸合铁(Ⅲ)配合物稳定常数的测定 .....	180
<b>第五章 无机化合物的制备和提纯 .....</b>	<b>184</b>
实验一 氯化钠的提纯 .....	184
实验二 由胆矾精制五水硫酸铜 .....	185
实验三 硝酸钾的制备和提纯 .....	186
实验四 甲酸铜的制备 .....	188
实验五 硫代硫酸钠的制备(常规及微型实验) .....	189
<b>第六章 综合和设计实验 .....</b>	<b>192</b>
实验一 铁化合物的制备及其组成测定 .....	192
I . 硫酸亚铁铵的制备(常规及微型实验) .....	192
II . 草酸亚铁的制备及其组成测定 .....	194
III . 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备 .....	195
IV . 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾化学式的确定和磁化率的测定 .....	197
实验二 三氯化六氨合钴(Ⅲ)的合成和组成的测定 .....	201
实验三 从烂版液回收铜和氯化亚铁 .....	203
实验四 从含银废物中回收银 .....	203
实验五 $\text{Ni}(\text{NH}_3)_x\text{Cl}_y$ 的制备和组成测定 .....	205
实验六 草酸合铜酸钾的制备和组成测定 .....	206
实验七 含铬(VI)废液的处理与比色测定 .....	207

### 第三部分 附录

附录 1 无机实验常用仪器介绍 .....	209
附录 2 部分元素的相对原子质量表 .....	217
附录 3 常用酸、碱的浓度 .....	218
附录 4 某些离子和化合物的颜色 .....	218
附录 5 某些化合物的溶度积常数 .....	222
附录 6 常见配离子的稳定常数 .....	223
附录 7 标准电极电位(298.16 K) .....	224
附录 8 不同温度下若干常见无机化合物的溶解度( $\text{g} \cdot (100 \text{ gH}_2\text{O})^{-1}$ ) .....	229
附录 9 常用基准物质的干燥条件和应用范围 .....	241
附录 10 弱电解质的电离常数(离子强度等于零的稀溶液) .....	242

# 绪 论

## 实验目的和意义

化学是一门中心科学。这是因为一方面化学学科本身迅猛发展,另一方面化学在发展过程中为相关学科的发展提供了知识基础。因此,化学无论是作为基础知识,还是作为其他学科的基础,或是研究问题的方法,以及解决各类难题的特殊手段,都是其他任何学科无法代替的,可以说当今的化学正处在一个多边关系的中心,并且渗透到现代社会几乎所有的领域。

化学是一门实验科学。许多化学理论和规律都源自实验,同时,这些理论和规律的应用也要通过实验来检验。因此,化学实验教学在培养未来化学工作者的大学教育中占有相当重要的地位。

无机及分析化学实验是高等院校化学及相关专业学生入学后的第一门实验课,是学好其他化学课程的前提和基础。本实验课程包括无机化学实验与分析化学实验两门实验课的有关内容,二者紧密结合,融会贯通,形成一门独立的课程,但又与相应的理论课有紧密的联系。

通过实验,学生可以直接获得大量的物质变化的感性认识,经过思考、归纳和总结,从感性认识上升到理性认识,从而加深对无机及分析化学基本知识和基本理论的理解和掌握,并运用这些知识和理论指导实验。

通过实验,学生可以熟悉元素及其化合物的重要性质和反应;掌握重要无机化合物的一般制备、分离、提纯及分析鉴定方法;了解确定物质组成、含量和结构的各种分析方法;正确和熟练地掌握常用仪器的使用、基本操作和技能;掌握常见工作基准试剂和指示剂的使用;掌握常用的滴定方法,确立严格的“量”的概念,并学会运用误差理论正确处理实验数据。

通过综合实验,学生可以全面系统地学习化学实验的全过程,综合培养学生动手、观测、查阅、记忆、思维、想像和表达等智力因素,从而使学生具备分析问题、解决问题的独立工作能力;通过设计实验,学生由提出问题、查阅资料、设计方案、动手实验、观察现象、测定数据,然后加以正确处理和总结,并把实验结果正确表达出来,练习解决化学问题,以使学生具备从事科学的研究的初步能力。

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、团结协作、求实创新、求真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习惯的养成,同样是每一个化学工作者获得成功所不可缺少的因素。

总之,通过实验,学生能够养成严谨的实事求是的科学态度,树立勇于开拓的创新意识,提高综合素质,为学习后续化学课程、参加实际工作和开展科学研究打下坚实的基础。

## 正确的实验方法

要做好无机及分析化学实验,不仅要有正确的学习态度,而且还需要有正确的学习方法。无机及分析化学实验学习方法可归纳成以下几方面:

## 1. 充分预习

实验前预习是必要的准备工作,是做好实验的前提和保证。预习应达到下列要求:

(1)认真阅读实验教材及有关参考资料,明确实验目的,理解实验原理,熟悉实验内容,掌握实验方法,了解基本操作和仪器的使用方法及注意事项。

(2)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,在此基础上,写出预习报告。

(3)实验前指导教师要检查预习情况,预习不合格者,要重新预习,直到达预习要求后才能进行实验。

## 2. 认真实验

(1)根据实验教材上所规定的方法、步骤和试剂用量规范操作,既要大胆又要细心,仔细观察实验现象,认真详实地做好实验记录。

(2)实验中观察到的现象、测定的数据要如实记录在报告本上,不得用铅笔随意记在草纸或实验教材上;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,如果记录错误,可在原来数据上划一道杠,再在上面或旁边写上正确数据。

(3)在实验中遇到疑难问题或者“反常现象”,应首先尊重实验事实,并认真分析和检查其原因,做对照实验和空白试验,或自行设计实验进行核对,必要时应多次重复验证,直至得到正确结论。

(4)实验过程中要勤于思考,遇到问题要善于仔细分析,力争独立解决问题。若遇到疑难问题而自己无法解决时,可请教指导教师给予指导。如实验失败,要查明原因,经教师准许后重做实验。

(5)在实验过程中应该保持肃静,严格遵守实验守则。自觉养成良好的实验习惯,始终保持实验桌面布局合理、环境整洁。实验结束后,必须经指导教师在原始记录本上签字后才能离开实验室。

## 3. 做好总结

做完实验仅是完成实验的一部分,更为重要的任务是分析实验现象、整理实验数据,对实验进行全面总结,并写出实验报告。

(1)根据所做的实验记录,对实验现象进行解释,写出反应式,处理原始数据,并进行归纳总结,得出结论。

(2)对实验结果进行讨论,分析误差产生的原因,回答相关的思考题,对实验内容和实验方法提出改进意见或建议。

## 4. 实验报告

实验报告要求按一定格式书写,字迹要工整,叙述要简明扼要,实验记录和数据处理应使用表格形式,作图要准确清楚,报告要整齐清洁。

实验报告的书写一般分以下三部分。

(1)预习部分(实验前完成)。按实验目的、原理(扼要)、步骤(简明)几项书写。

(2)记录部分(实验时完成)。包括实验现象、数据,这部分数据称为原始数据。

(3)结论部分(实验后完成)。包括对实验现象的分析和解释、原始数据的处理、误差分析和结果讨论。

## 5. 实验报告格式

无机及分析化学实验大致可分为以下几种类型:制备实验、测定实验、性质实验、定量分析实验、定性分析实验。现将几种不同类型的实验报告格式介绍如下,以供参考。

## I. 制备实验(以第二部分第五章实验三为例)

姓名\_\_\_\_\_ 班级\_\_\_\_\_ 专业\_\_\_\_\_ 年\_\_\_\_月\_\_\_\_日 成绩\_\_\_\_\_

实验名称 实验三 硝酸钾的制备

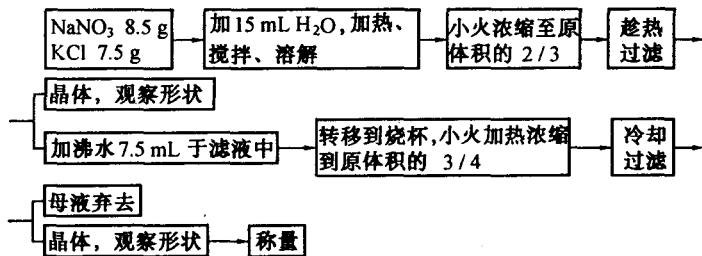
### 一、实验目的

- (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、基本原理

当  $\text{KCl}$  和  $\text{NaNO}_3$  溶液混合时,混合液中同时存在  $\text{K}^+$ 、 $\text{Na}^+$ 、 $\text{Cl}^-$ 、 $\text{NO}_3^-$  4 种离子,由它们组成的 4 种盐,在不同的温度下有不同的溶解度,利用  $\text{NaCl}$  和  $\text{KNO}_3$  的溶解度随温度变化而变化的差别,高温除去  $\text{NaCl}$ ,滤液冷却得到  $\text{KNO}_3$ 。

### 三、实验步骤(或实现流程)



### 四、实验现象

(略)

### 五、实验结果

- (1)产品外观
- (2)实际产量
- (3)理论产量



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

- (4)产率

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

### 六、结果讨论

### 七、思考题

## II. 测定实验(以第二部分第二章实验一为例)

姓名\_\_\_\_\_ 班级\_\_\_\_\_ 专业\_\_\_\_\_ 年\_\_\_\_月\_\_\_\_日 成绩\_\_\_\_\_

实验名称 实验一 摩尔气体常数  $R$  的测定

### 一、实验目的

- (1) 学习掌握理想气体状态方程式和气体分压定律的应用。
- (2) 练习测量气体体积的操作和气压计的使用。

### 二、基本原理

活泼金属镁与稀硫酸反应,置换出氢气( $H_2$ )



准确称取一定质量的金属镁,使其与过量的稀硫酸作用,在一定温度和压力下测定被置换出来的氢气的体积,由理想气体状态方程式即可算出摩尔气体常数  $R$ ,即

$$R = \frac{(H_2) \cdot V(H_2)}{n(H_2) \cdot T}$$

式中,  $p(H_2)$  为氢气的分压;  $n(H_2)$  为一定质量的金属镁置换出的氢气的物质的量。

### 三、实验步骤

(1) 称量。用分析天平准确称取 3 份镁条,每份质量为  $(0.030 \pm 0.005) g$ 。

(2) 安装。按实验装置图装配仪器,赶气泡。

(3) 检漏。把调节管下移一段距离并固定。如果量气管内液面只在初始时稍有下降,以后维持不变(观察 3~5 min),即表明装置不漏气。如液面不断下降,应重复检查各接口处是否严密,直至确保不漏气为止。

(4) 测定。用漏斗往试管内注入  $6\sim 8 \text{ mL } 3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  硫酸,取出漏斗时注意切勿使硫酸沾污管壁。将试管按一定倾斜度固定好,把镁条用水稍微湿润后贴于管壁内,确保镁条不与硫酸接触。检查量气管内液面是否处于“0”刻度以下,再次检查装置的气密性。

将调节管靠近量气管右侧,使两管内液面保持同一水平,记下量气管液面位置。将试管底部稍微提高,使硫酸与镁条接触,这时,反应产生的氢气进入量气管中,管中的水被压入调节管内。为避免量气管内压力过大,可适当下移调节管,使两管液面大体保持同一水平。反应完毕后,待试管冷至室温,使调节管与量气管内液面处于同一水平,记录液面位置。1~2 min 后,再记录液面位置,直至 2 次读数一致,即表明管内气体温度已与室温相同。用另 2 份已称量的镁条重复实验。

### 四、数据记录和处理

项 目	实验序号 1	2	3
实验时温度 $T/K$			
实验时大气压力 $p/Pa$			
镁条质量 $m(Mg)/g$			
反应前量气管液面读数 $V_1/mL$			
反应后量气管液面读数 $V_2/mL$			
氢气的体积 $V(H_2) = (V_2 - V_1)/mL$			
$T(K)$ 时水的饱和蒸气压 $p/Pa$			
氢气的物质的量 $n(H_2)/mol$			
摩尔气体常数 $R$			
相对偏差/%			

### 五、结果讨论(分析产生误差的主要原因)

### 六、思考题

### III. 性质实验(以第二部分第三章实验一为例)

姓名\_\_\_\_\_ 班级\_\_\_\_\_ 专业\_\_\_\_\_ 年\_\_\_\_月\_\_\_\_日 成绩\_\_\_\_\_  
 实验名称                            实验一 碱金属、碱土金属

#### 一、实验目的

- (1) 试验并了解少数锂、钠、钾盐的微溶性。
- (2) 试验碱土金属氢氧化物、盐的溶解性，并利用它们的差异分离、鉴定  $Mg^{2+}$ 、 $Ca^{2+}$ 、 $Ba^{2+}$  离子。
- (3) 学习焰色反应，离子的分离、鉴定。

#### 二、实验步骤

实验内容	实验现象	解释与结论(包括反应方程式)
<b>1. 碱金属氢氧化物的性质</b>		
(1) $MgCl_2 + NaOH$ $CaCl_2 + NaOH$ $BaCl_2 + NaOH$	胶状白色沉淀 大量白色沉淀 —	$Mg^{2+} + 2OH^- \rightleftharpoons Mg(OH)_2 \downarrow$ $Ca^{2+} + 2OH^- \rightleftharpoons Ca(OH)_2 \downarrow$
(2) $MgCl_2 +$ 氨水 $CaCl_2 +$ 氨水 $BaCl_2 +$ 氨水	白色沉淀 — —	$Mg^{2+} + 2NH_3 \cdot H_2O \rightleftharpoons Mg(OH)_2 \downarrow + 2NH_4^+$ 结论： 溶解度 $Mg(OH)_2 < Ca(OH)_2 < Ba(OH)_2$
<b>2. 锂、钠、钾的微溶盐</b>		
(1) $LiCl + NaF$ $LiCl + Na_2CO_3$ 加热 $LiCl + Na_2HPO_4$ 加热	小的白色晶体沉淀 白色沉淀 白色沉淀	$Li^+ + F^- \rightleftharpoons LiF$ $2Li^+ + CO_3^{2-} \rightleftharpoons Li_2CO_3 \downarrow$ $3Li^+ + HPO_4^{2-} \rightleftharpoons Li_3PO_4 \downarrow + H^+$
(2) $NaCl + KSB(OH)_6$ 摩擦管壁	出现白色晶体	$Na^+ + KSB(OH)_6 \rightleftharpoons Sb(OH)_6Na \downarrow + K^+$
(3) $KCl + NaHC_6H_4O_6$ 放置 (以下略)	出现白色晶体	$K^+ + NaHC_6H_4O_6 \rightleftharpoons KHC_6H_4O_6 \downarrow + Na^+$

#### 三、思考题

#### 四、讨论和建议

备注：

#### IV. 定量分析实验(以第二部分第四章实验一为例)

姓名\_\_\_\_\_ 班级\_\_\_\_\_ 专业\_\_\_\_\_ 年\_\_\_\_月\_\_\_\_日 成绩\_\_\_\_\_

实验名称 实验一 盐酸溶液的配制与标定

##### 一、实验目的

- (1)学会用基准物质标定盐酸浓度的方法。
- (2)进一步熟练掌握称量技术和滴定操作。

##### 二、基本原理

标定盐酸溶液的基准物质常用无水碳酸钠,其反应式为



滴定至完全反应时,化学计量点的 pH 值为 3.89,可选用溴甲酚绿 - 二甲基黄混合指示剂指示终点,颜色由绿色(或蓝绿色)变为亮黄色,根据  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  的质量和所消耗的 HCl 体积,可以计算出盐酸的物质的量浓度  $c(\text{HCl})$ 。

##### 三、实验步骤

用减量法准确称取 3 份干燥的无水  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,每份为 0.15~0.2 g,分别置于 250 mL 锥形瓶中,各加入 80 mL 水使其完全溶解。加 9 滴溴甲酚绿 - 二甲基黄混合指示剂溶液,用待标定的 HCl 溶液滴定至溶液由绿色(或蓝绿色)变为亮黄色,记下滴定用去的 HCl 体积。

#### 四、实验记录和结果处理

项目	序号		
	1	2	3
$\text{Na}_2\text{CO}_3$ 质量 $m(\text{Na}_2\text{CO}_3)/\text{g}$			
消耗 HCl 体积 $V(\text{HCl})/\text{mL}$			
HCl 物质的量浓度 $c(\text{HCl})/(\text{mol}\cdot\text{L}^{-1})$			
HCl 物质的量浓度平均值 $\bar{c}(\text{HCl})/(\text{mol}\cdot\text{L}^{-1})$			
相对偏差/%			

#### 五、结果讨论(分析产生误差的主要原因)

#### 六、思考题

## V. 定性分析实验(以第二部分第三章实验二为例)

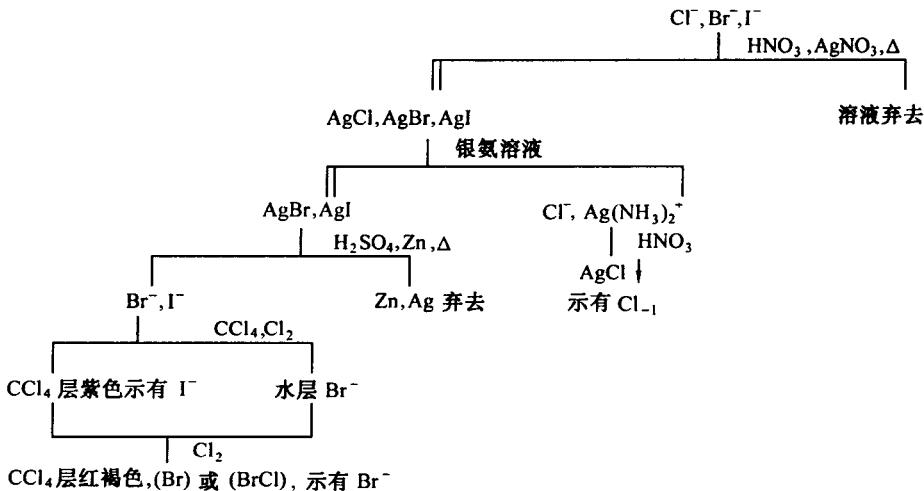
姓名\_\_\_\_\_ 班级\_\_\_\_\_ 专业\_\_\_\_\_ 年\_\_\_\_月\_\_\_\_日 成绩\_\_\_\_\_  
实验名称 实验二 卤素阴离子混合液的分离和鉴定

### 一、实验目的(略)

### 二、实验步骤(仅列部分内容作示例)

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

##### (1) 分析简表



##### (2) 分析步骤

离子:  $\text{Cl}^-$  (无色),  $\text{Br}^-$  (无色),  $\text{I}^-$  (无色)

顺序	实验步骤	实验现象	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 2 min, 离心分离, 弃去溶液	先黄色后白色沉淀	示有 $\text{X}^-$ 离子	$\text{Ag}^+ + \text{X}^- \rightleftharpoons \text{AgX} \downarrow$
(2)	在沉淀中加 5~10 滴银氨溶液, 剧烈搅拌, 并温热 1 min, 离心分离			$\text{AgCl} + 2\text{NH}_3 \rightleftharpoons \text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+ + \text{Cl}^-$
(3)	在 (2) 的溶液中加 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{HNO}_3$ 酸化	又出现白色沉淀	示有 $\text{Cl}^-$	$\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+ + \text{H}^+ + \text{Cl}^- \rightleftharpoons \text{AgCl} \downarrow + 2\text{NH}_4^+$
(4)	在 (2) 的沉淀中, 加入 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, 弃去沉淀	沉淀变黑		$2\text{AgBr} + \text{Zn} \rightleftharpoons \text{Zn}^{2+} + 2\text{Ag} + 2\text{Br}^-$ $2\text{AgI} + \text{Zn} \rightleftharpoons \text{Zn}^{2+} + 2\text{Ag} + 2\text{I}^-$
(5)	取 (4) 中的溶液, 加 8 滴 $\text{CCl}_4$ , 逐滴加氯水 继续滴加氯水	$\text{CCl}_4$ 层显紫色 $\text{CCl}_4$ 层紫色褪去后出现橙色	示有 $\text{I}^-$ 示有 $\text{Br}^-$	$2\text{I}^- + \text{Cl}_2 \rightleftharpoons \text{I}_2 + 2\text{Cl}^-$ $\text{I}_2 + 5\text{Cl}_2 + 6\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons 2\text{HIO}_3 + 10\text{HCl}$ $2\text{Br}^- + \text{Cl}_2 \rightleftharpoons 2\text{Cl}^- + \text{Br}_2$

## 实验成绩评定

### 1. 学生实验成绩的评定依据

(1) 对实验原理理解和对基本知识的掌握(主要看预习报告情况)。

(2) 对实验基本操作、基本技术和实验方法的掌握。

(3) 实验结果(产率、纯度、准确度、精密度等)。

(4) 实验现象、原始数据的记录(及时、正确,包括表格的设计),数据处理的正确性,有效数字、作图技术的掌握,实验报告的书写与完整性。

(5) 实验过程中的综合能力、科学品德和科学精神。

无机及分析化学实验中几大类型实验的特点不同,成绩评定的侧重点亦有所不同。

### 2. 无机及分析化学实验成绩的具体考核办法

实验成绩评定是平时成绩与期末考试成绩相结合,每个实验成绩按百分制给出,累加后取平均值为平时成绩,平时成绩占 80%,期末考试成绩占 20%。

(1) 实验预习。每次实验都应按照要求进行预习并写出预习报告,实验前经指导教师检查合格后方可进行实验,预习情况考核占本次实验成绩的 15%。

(2) 实验操作。根据对实验内容的完成情况及各项基本操作规程要领执行的情况来评定成绩,实验操作考核占总成绩的 50%。

(3) 实验态度。根据实验过程中学生的实验态度、习惯、卫生、纪律等情况进行考核,其考核结果占总成绩的 10%。

(4) 实验报告。学生按要求准确、完整、按时完成并提交实验报告,实验报告的考核占总成绩的 25%。

学生必须按时认真完成全部实验课内容,因特殊情况不能按时上课,应事先向指导教师请假且事后必须补做,无故缺课部分按零分处理,学生三次无故不上实验课,实验总成绩为不及格。

## 实验室规则

实验室规则是人们从长期的实验室工作经验和教训中归纳总结出来的,它可以保持正常的实验环境和工作秩序,防止意外事故发生。遵守实验室规则是做好实验的前提和保障,大家必须严格遵守。

(1) 实验前一定要做好预习和实验准备工作,明确实验目的,了解实验的基本原理、方法和注意事项。

(2) 遵守纪律,不迟到,不早退,保持肃静,不准大声喧哗,不得到处乱走。

(3) 实验时集中精神,认真操作,仔细观察,积极思考,详细做好实验记录。

(4) 爱护国家财产,小心使用仪器和实验设备,注意节约使用水、电和煤气。实验中使用自己的仪器,不得随意动用他人的仪器,公用仪器使用完毕后应洗净,放回原处。如有损坏,必须及时登记补领。

(5) 实验仪器应整齐地摆放在实验台上,保持台面的清洁。实验中产生的废纸、火柴梗

和碎玻璃等应倒入垃圾箱内，酸碱废液必须小心倒入废液缸内。

(6)按规定用量取用药品，注意节约。取药品时要小心，不要撒落在实验台上。药品自瓶中取出后，不能再放回原瓶中。称取药品后，应及时盖好瓶盖，放在指定地方的药品不得擅自拿走。

(7)使用精密仪器时，必须严格按照操作规程进行操作，操作中要细心谨慎，避免粗心大意，损坏仪器。如发现仪器有故障，应立即停止使用，报告教师，及时排除故障。

(8)加强环境保护意识，采取积极措施，减少有毒气体和废液对大气、水和环境的污染。产生有毒气体的实验应在通风橱内进行。

(9)实验完成后，应将自己所用仪器洗净并整齐摆放在实验柜内，并将实验台和试剂架擦净。

(10)实验结束后，值日生负责打扫和整理实验室，关闭水、电和煤气，并关上窗户。经教师检查合格后，值日生方可离开实验室。

## 实验安全守则

化学实验用到的药品中，有的是易燃、易爆品，有的具有腐蚀性和毒性。因此，实验中要特别注意安全，将“安全”放在首位。发生了事故不仅损害个人的身体健康，而且有可能危及到他人，还有可能导致国家的财产损失，影响工作的正常进行。因此，首先，需要从思想上重视实验安全，决不能麻痹大意。其次，在实验前应了解仪器的性能、药品的性质以及实验中应注意的安全事项。在实验过程中，应集中精力，严格遵守实验安全守则，防止意外事故的发生。另外，掌握必要的救护措施。一旦发生意外事故，可进行及时处理。

(1)严禁在实验室内饮食、吸烟，或把食具带进实验室，化学实验药品禁止入口。实验完毕应洗手。

(2)不要用湿的手、物接触电源，以免发生触电事故。

(3)一切涉及有毒、有刺激性或有恶臭气味物质(如硫化氢、氟化氢、氯气、一氧化碳、二氧化硫、二氧化氮等)的实验，必须在通风橱中进行。

(4)一切易挥发和易燃物质的实验，必须在远离火源的地方进行，以免发生爆炸事故。

(5)加热试管时，不得将试管口对着自己，也不可指向别人，避免溅出的液体烫伤人。

(6)倾注有腐蚀性的液体或加热有腐蚀性的液体时，液体容易溅出，不要俯向容器直接去嗅容器中溶液或气体的气味，应使面部远离容器，用手把逸出容器的气流慢慢地扇向自己的鼻孔。

(7)稀释浓硫酸时，应将浓硫酸慢慢倒入水中，并不断搅拌，切不可将水倒入硫酸中，以免产生局部过热使硫酸溅出，引起灼伤。

(8)取用在空气中易燃烧的钾、钠和白磷等物质时，要用镊子，不要用手去接触。

(9)氢气(或其他易燃、易爆气体)与空气或氧气混合后，遇火易发生爆炸，操作时严禁接近明火。银氨溶液不能留存，因久置后会变成氮化银，易爆炸。强氧化剂(如氯酸钾、硝酸钾、高锰酸钾等)或强氧化剂混合物不能研磨，否则将引起爆炸。

(10)有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物，特别是氰化物)不得进入人口内或接触伤口。剩余的废液也不能随便倒入下水道，应倒入废液缸或由教师指定的