

21 世纪应用型高等院校示范性实验教材



无机及分析化学实验

WUJI JI FENXI HUAXUE SHIYAN

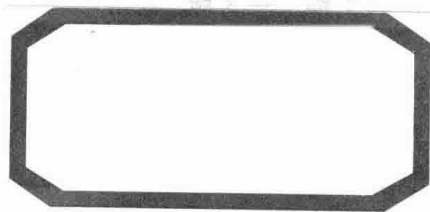
第三版

主 编 李艳辉



南京大学出版社

21世纪应用型高等院校示范性实验教材



无机及分析化学实验

WUJI JI FENXI HUAXUE SHIYAN

第三版

主 编 李艳辉

副主编 马卫兴 许兴友

编 者 沙 鸥 刘英红 赵 宏 蒋迎道

葛洪玉 贾海红 刘玉芬 张慧双

胡喜兰



特配电子资源



微信扫码

- 实验演示
- 拓展阅读
- 互动交流



南京大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验 / 李艳辉主编. — 3 版.

— 南京 : 南京大学出版社, 2019. 7

ISBN 978 - 7 - 305 - 22459 - 1

I. ①无… II. ①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. ①O61-33②O65-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2019)第 146388 号

出版发行 南京大学出版社

社 址 南京市汉口路 22 号

邮 编 210093

出 版 人 金鑫荣

书 名 无机及分析化学实验(第三版)

主 编 李艳辉

责任编辑 刘 飞 蔡文彬

编辑热线 025-83592146

照 排 南京南琳图文制作有限公司

印 刷 南京京新印刷有限公司

开 本 787×1092 1/16 印张 15.5 字数 377 千

版 次 2019 年 7 月第 3 版 2019 年 7 月第 1 次印刷

ISBN 978-7-305-22459-1

定 价 38.00 元

网址: <http://www.njupco.com>

官方微博: <http://weibo.com/njupco>

微信服务号: njyuxue

销售咨询热线: (025) 83594756

* 版权所有, 侵权必究

* 凡购买南大版图书, 如有印装质量问题, 请与所购
图书销售部门联系调换

序

进入新世纪,随着社会经济的发展,各行各业对人才的需求呈现出多元化的特点,对应用型人才的需求也显得十分迫切,因此我国高等教育的建设面临着重大的改革。就目前形势看,大多数的理、工科大学,高等职业技术学院,部分本科院校办的二级学院以及近年来部分由专科升格为本科层次的院校,都把办学层次定位在培养应用型人才这个平台上,甚至部分定位在研究型的知名大学,也转为培养应用型人才。

应用型人才是能将理论和实践结合得很好的人才,为此培养应用型人才需理论教学与实践教学并行,尤其要重视实践教学。

针对这一现状及需求,教育部启动了国家级实验教学示范中心的评审,江苏省教育厅高教处下达了《关于启动江苏省高等学校基础课实验教学示范中心建设工作的通知》,形成国家级、省级实验教学示范体系,意在促进优质实验教学资源的整合、优化、共享,着力提高大学生的学习能力、实践能力和创新能力。基础课教学实验室是高等学校重要的实践教学场所,开展高等学校实验教学示范中心建设,是进一步加强教学资源建设,深化实验教学改革,提高教学质量的重要举措。

我们很高兴地看到很多相关高等院校已经行动起来,除了对实验中心的硬件设施进行了调整、添置外,对近几年使用的实验教材也进行了修改和补充,并不断改革创新,使其有利于学生创新能力培养和自主训练。其内容涵盖基本实验、综合设计实验、研究创新实验,同时注重传统实验与现代实验的结合,与科研、工程和社会应用实践密切联系。实验教材的出版是创建实验教学示范中心的重要成果之一。为此南京大学出版社在为“示范中心”出版实验教材方面予以全面配合,并启动“21世纪应用型高等院校示范性实验教材”项目。该系列教材旨在整合、优化实验教学资源,帮助示范中心实现其示范作用,并希望能够为更多的实验中心参考、使用。

教学改革是一个长期的探索过程,该系列实验教材作为一个阶段性成果,提供给同行们评议和作为进一步改革的新起点。希望国内广大的教师和同学能够给予批评指正。

孙尔康

2019年7月

第三版前言

化学实验教学在化工类专业的教学中占有极大的地位和比重,通过实验教学可以使學生掌握各种相关的知识和操作技能,更好地理解理论教学的内容;培养学生独立分析问题、解决问题的能力;培养严谨、认真、敬业、求实、一丝不苟的精神,是培养和造就高素质化工人才必不可少的重要环节。

化学历来具有理论和实验并重的好传统。在讲授理论课的同时,开设了相应的实验课,但多数实验用来验证理论,增加学生的感性认识,少数实验属于综合性、设计性实验,增强学生独立分析问题、解决问题的能力,这样做很有必要,但是,对于真正做到实验室全面对学生开放,解决学生在某一专项进行探索研究,培养科学思维则力度不够。本教材按绪论、试剂、仪器和基本操作、实验数据处理、基础实验、元素化学实验、设计性、应用性实验、研究性、拓展性实验分类,避免了不必要的重复,由易到难,循序渐进,增添了一些新的实验内容,特别是增加了与我们教师自身科研相关的研究性、拓展性实验。不仅重视和强调了基本操作、基本技能及方法的训练,还注重科研能力的培养。培养科学思维及动手能力。培养学生掌握较全面的化学实验知识和独立工作能力,为学习后续课程和将来从事化工产品小试等工作打下基础。

本书第一版自2006年9月出版以来,已多次再版重印,在一些高校中得到了广泛使用。本次修订基本保持了第二版的框架结构和特点,结合近几年各高校化学实验的发展情况、使用意见、实验中发现的实际问题以及本校教师的具体科研项目,调整了部分教学内容,优化了试剂用量,新增了两个设计性、应用性实验,例如,分光光度法同时测定维生素E和维生素C、三草酸合铁(Ⅲ)酸钾制备及配离子组成测定。同时,本次改版新增部分电子资源,如实验演示,拓展阅读等内容,可扫本书扉页二维码阅览,这样更有利于学生自主性、创新性学习。

本教材由江苏海洋大学李艳辉主编,马卫兴、许兴友副主编,沙鸥、刘英红、赵宏、蒋迎道、葛洪玉、刘玉芬、贾海红、张慧双和胡喜兰参加编写。

由于我们水平有限,错误和不足之处在所难免,同时本教材的编写也是一种探索,敬请各位专家、老师和读者提出批评指正。

编者

2019年7月

目 录

第一章 绪论	(1)
1.1 无机及分析化学实验的目的	(1)
1.2 无机及分析化学实验的学习方法	(1)
1.3 化学实验室规则	(2)
1.4 化学实验的安全守则与意外事故处理	(3)
1.5 三废处理	(4)
第二章 试剂、仪器与基本操作	(6)
2.1 化学实验常用试剂	(6)
2.2 化学实验常用器皿	(7)
2.3 化学实验常用仪器	(8)
2.4 化学实验基本操作	(31)
第三章 实验数据处理	(51)
3.1 有效数字及运算规则	(51)
3.2 原始记录	(52)
3.3 预习报告	(52)
3.4 实验数据处理的基本方法	(52)
3.5 Excel 电子表格在绘制各种曲线中的应用	(53)
3.6 Origin 软件在绘制各种曲线中的应用	(57)
3.7 实验报告	(59)
3.8 实验报告示例	(59)
第四章 基础实验	(67)
实验一 酒精喷灯的使用及简单玻璃管加工	(67)
实验二 溶液的配制	(70)
实验三 解离平衡	(73)
实验四 醋酸解离常数和解离度的测定	(76)
实验五 配合物的生成及性质	(78)
实验六 粗食盐的提纯	(82)
实验七 硫酸亚铁铵的制备	(84)
实验八 分析天平的使用和称量练习	(87)
实验九 滴定分析基本操作练习	(90)
实验十 氢氧化钠(NaOH)标准溶液的标定及铵盐中铵态氮含量的测定	(93)
实验十一 HCl 标准溶液的标定及混合碱中 NaOH 和 Na_2CO_3 含量的测定	(95)

实验十二	EDTA 标准溶液的标定及钙、镁的测定	(97)
实验十三	铁铝混合液中铁、铝含量的连续测定	(101)
实验十四	高锰酸钾溶液的标定及双氧水含量的测定	(103)
实验十五	高锰酸钾溶液的标定及钙含量的测定	(106)
实验十六	硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	(109)
实验十七	高锰酸钾法测定水样中化学需氧量(COD)	(111)
实验十八	苯酚含量的测定	(114)
实验十九	吸光光度法测定微量铁含量	(116)
实验二十	莫尔(Mohr)法测定水样中的氯	(119)
实验二十一	水样中六价铬的测定	(121)
第五章	元素化学实验	(124)
实验二十二	碱金属和碱土金属	(124)
实验二十三	铬、锰、铁、钴、镍	(128)
实验二十四	铜、银、锌、镉、汞	(133)
实验二十五	锡、铅、铋、铊金属化合物的性质	(139)
实验二十六	卤素	(143)
实验二十七	氧和硫	(147)
实验二十八	硼、碳、硅、氮、磷	(151)
实验二十九	阳离子混合液的分析	(156)
第六章	设计性、应用性实验	(160)
实验三十	食醋中总酸度的测定	(160)
实验三十一	一元未知酸 K_a 的测定	(162)
实验三十二	混合阴离子的分析	(163)
实验三十三	硫酸四氨合铜(II)的制备及配离子组成测定	(166)
实验三十四	废干电池的综合利用	(170)
实验三十五	净水剂聚合硫酸铁的制备	(172)
实验三十六	胃必治中金属元素的分析	(175)
实验三十七	可见分光光度法测定水果、蔬菜及药物中的抗坏血酸含量	(177)
实验三十八	荧光法测定阿司匹林中乙酰水杨酸和水杨酸含量	(180)
实验三十九	有机化合物的红外光谱测定与分析	(182)
实验四十	紫外光度法测定白酒中的糠醛含量	(185)
实验四十一	含银废液中再生回收金属银	(187)
实验四十二	分光光度法同时测定维生素 E 和维生素 C	(189)
实验四十三	三草酸合铁(III)酸钾制备及配离子组成测定	(191)
第七章	研究性、拓展性实验	(194)
实验四十四	3,5-二甲基-4'-磺酸基苯基重氮氨基偶氮苯的合成及其在分光 光度测定汞中的应用	(194)
实验四十五	微波辐射法合成六次甲基四胺合铜(II)硫酸盐	(197)
实验四十六	铁屑法处理含铬废水	(199)

实验四十七	均相沉淀法制备粉体纳米氧化锌·····	(201)
实验四十八	工业乙二胺含量的测定·····	(204)
实验四十九	芬顿试剂中双氧水和铁离子的测定·····	(205)
实验五十	设计用配位滴定法测定双氧水·····	(207)
实验五十一	设计用酸碱滴定法测定丙酮的含量·····	(209)
实验五十二	食盐中添加剂——碘酸钾的测定·····	(211)
实验五十三	盐酸羟胺的酸碱滴定法·····	(214)
实验五十四	紫外光度法测定抗坏血酸含量·····	(216)
附 录	·····	(221)
附录一	相对原子质量表·····	(221)
附录二	常用化合物的相对分子质量表·····	(222)
附录三	常见弱电解质电离常数·····	(223)
附录四	常用指示剂·····	(225)
附录五	常用缓冲溶液·····	(226)
附录六	常用基准物及其干燥条件·····	(227)
附录七	常用洗涤剂·····	(227)
附录八	溶度积常数·····	(228)
附录九	常用酸碱溶液配制·····	(229)
附录十	标准电极电位·····	(231)

第一章 绪 论

1.1 无机及分析化学实验的目的

化学是一门以实践为基础的学科,化学实验是化学教学中不可缺少的重要组成部分。我国著名化学家戴安邦指出“只传授化学知识和技术的化学教育是片面的,全面的化学教育要求既传授化学理论知识和实验技巧又训练科学方法和思维,还培养科学精神和品德,学生在化学实验中是学习的主体,在教师指导下,进行实验,训练用实验解决化学问题,使各项智力皆得到发展”。在全面推进素质教育的形势下,无机及分析化学实验是高等理工科院校化工、材料等专业的主要基础课程。本书突破了原无机化学实验和分析化学实验分科设课的界限,使之融为一体。按“物质的性质验证及制备—分离分析—性质测定与结构表征”的层次重新组织实验教学,旨在充分发挥化学实验教学在素质教育和创新能力培养中的独特地位,使学生在实践中学习、巩固、深化和提高化学的基本知识、基本理论,掌握基本操作技术、培养实践能力和创新能力,锻炼自己的综合能力,学会认识事物、学会做事、学会共同生活、学会做人。通过实验,要达到以下四个方面的目的:

1. 掌握物质变化的感性知识,掌握重要化合物的性质、制备、分离和表征方法,加深对基本原理和基本知识的理解、掌握,培养用实验方法获取新知识的能力。
2. 掌握化学实践的技能,培养独立工作能力和独立思考能力(如在综合性和设计性实验中,培养学生独立准备和进行实验的能力),培养细致观察和记录实验现象以归纳、综合、正确处理数据、用文字表达实验结果的能力,培养分析实验结果的能力和一定的组织实验、科学研究和创新的能力。
3. 培养实事求是的科学态度,准确、细致、整洁等良好的科学习惯以及科学的思维方法,培养敬业、一丝不苟和团队协作的工作精神,养成良好的实验室工作习惯。
4. 了解实验室工作的有关知识,如实验室试剂与仪器管理、实验可能发生的一般事故及处理、实验室废液的处理方法等。

1.2 无机及分析化学实验的学习方法

为完成实验任务,达到上述实验目的,除了应有明确的学习目的,端正的学习态度外,还要有正确的学习方法。化学实验课一般有以下三个环节:

1. 重视课前预习 只有经过认真的课前预习,了解实验的目的和要求,理解实验原理,弄清操作步骤和注意事项,设计好记录数据格式,写出简洁扼要的预习报告(对综合性和设计性实验写出设计方案),然后才能进入实验室有条不紊地进行各项操作。
2. 认真实验 在教师指导下独立地进行实验是实验课程的主要教学环节,也是训练学

生正确掌握实验技术,实现化学实验目的的重要手段。实验原则上应根据实验教材上所提示的方法、步骤和试剂进行操作,设计性实验或者对一般实验提出新的实验方案,应该与指导老师讨论、修改和定稿后方可进行实验。并要求做到以下几点:

(1) 认真操作,细心观察,如实而详细的记录实验现象和数据;

(2) 如果发现实验现象和理论不符合,应首先尊重实验事实,并认真分析和检查其原因,通过必要手段重做实验,有疑问时力争自己解决问题,也可以相互轻声讨论或询问教师;

(3) 实验过程中应保持肃静,严格遵守实验室工作规则;实验结束后,洗净玻璃器皿,整理仪器和药品及实验台,关闭水、电、煤气、门窗,在指导老师签字允许后方可离开实验室。

3. 独立撰写实验报告 做完课堂实验,只是完成实验的一半,余下更为重要的是分析实验现象,整理实验数据,将直接的感性认识提高到理性思维阶段。实验报告的内容应包括实验目的、原理、实验步骤、实验现象和数据记录、数据处理结果和讨论等。结论或数据处理需要根据实验现象做出简明解释,写出主要反应方程式,分题目做出小结或最后得出结论,若有数据计算,务必将所依据的公式和主要数据表达清楚;报告中可以针对本实验中遇到的疑难问题,对实验过程中发现的异常现象,或数据处理时出现的异常结果展开讨论,敢于提出自己的见解,分析实验误差的原因,也可对实验方法、教学方法、实验内容等提出自己的意见或建议。

1.3 化学实验室规则

实验规则是人们从长期实验工作中归纳总结出来的,是防止意外事故,保证正常实验秩序、做好实验的重要环节,每个实验者必须遵守。

1. 实验前应认真预习,进入实验室前,明确实验目的,了解实验的基本原理、方法、步骤,以及有关的基本操作和注意事项。

2. 进入实验室后,要遵守纪律,不迟到、早退,不在实验室大声喧哗,保持室内安静。

3. 做实验前,先清点所用玻璃器皿与仪器,如发现破损,立即向指导教师声明补领。如在实验过程中损坏玻璃器皿与仪器,应即时报告,并填写玻璃器皿与仪器破损报告单,经指导教师签字后交实验室工作人员处理。

4. 实验过程中,听从教师的指导,严格按操作规程正确操作,仔细观察,积极思考,并随时将实验现象和数据如实记录在专用的记录本上。

5. 公用仪器 and 试剂瓶等用毕立即放回原处,不得随意乱拿乱放。试剂瓶中试剂不足时,应报告指导教师,及时补充。

6. 实验时要保持桌面和实验室清洁整齐,废液倒入废液缸,火柴梗、用后的试纸、滤纸等和废物一起投入废物篓内,严禁投放在水槽中,以免腐蚀和堵塞水槽及下水道。

7. 实验中严格遵守水、电、煤气、易燃、易爆以及有毒药品等的安全规则。注意节约水、电和试剂。

8. 实验完毕,将实验桌面、玻璃器皿与仪器和药品架整理干净。值日生负责做好整个实验室的清洁工作,并关好水、电开关及门窗等。实验室一切物品不得带离实验室。

9. 离开实验室后,根据原始记录,联系理论知识,认真分析问题,处理数据,按要求格式写出实验报告,及时交给指导教师批阅。

1.4 化学实验的安全守则与意外事故处理

化学实验过程中,经常要使用水、电、煤气、各种仪器和易燃、易爆、腐蚀性以及有毒的药品等,实验室安全极为重要。如不遵守安全规则而发生事故,不仅会导致实验失败,而且还会伤害人的健康,并给国家财产造成损失。因此,必须做到认真预习,熟悉各种仪器、药品的性能,掌握实验中的安全注意事项,集中精力进行实验,严格遵守操作规程。此外,还必须了解实验室一般事故的处理等安全知识。

1. 化学实验室安全守则

(1) 实验开始前,检查仪器是否完整无损,装置是否正确。了解实验室安全用具放置的位置,熟悉使用各种安全用具(如灭火器、沙桶、急救箱等)的方法。

(2) 实验进行时,不得擅自离开岗位。水、电、煤气、酒精灯等一经使用完毕立即关闭。实验结束后,值日生和最后离开实验室的人员应再一次检查它们是否被关好。

(3) 决不允许任意混合各种化学药品,以免发生事故。

(4) 浓酸、浓碱等具有强腐蚀性的药品,切勿溅在皮肤或衣服上,尤其不可溅入眼睛中。

(5) 极易挥发和引燃的有机溶剂(如乙醚、乙醇、丙酮、苯等),使用时必须远离明火,用后要立即塞紧瓶塞,放入阴凉处。

(6) 加热时,要严格遵守操作规程。制备或实验具有刺激性、恶臭和有毒的气体时,必须在通风橱内进行。

(7) 实验室内任何药品不得进入口中或接触伤口,有毒药品更应特别注意。有毒废液不得倒入水槽,以免与水槽中的残酸作用而产生有毒气体。防止污染环境,增强自身的环境保护意识。

(8) 实验室电器设备的功率不得超过电源负载能力。电器设备使用前应检查是否漏电,常用仪器外壳应接地。使用电器时,人体与电器导电部分不能直接接触,也不能用湿手接触电器插头。

(9) 进行危险性实验时,应使用防护眼镜、面罩、手套等防护用具。

(10) 不能在实验室内饮食、吸烟。实验结束后必须洗净双手方可离开实验室。

2. 实验室意外事故的一般处理

(1) 割伤 先取出伤口内的异物,然后在伤口处抹上红汞药水或撒上消炎粉后用纱布包扎。

(2) 烫伤 可先用稀 KMnO_4 或苦味酸溶液冲洗烫伤处。再在伤口处抹上黄色的苦味酸溶液、烫伤膏或红花油,切勿用水冲洗。

(3) 酸蚀伤 先用大量水冲洗,然后用饱和 NaHCO_3 溶液或稀 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 洗,最后再用水冲洗。

(4) 碱蚀伤 先用大量水冲洗,再用约 $0.3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HAc 溶液洗,最后再用水冲洗。如果碱溅入眼中,则先用酸溶液洗,再用水洗。

(5) 溴烧伤 用乙醇或 $10\% \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液洗涤伤口,再用水冲洗干净,并涂敷甘油。

(6) 磷烧伤 用 $5\% \text{CuSO}_4$ 溶液或 KMnO_4 溶液洗涤伤口,并用浸过 CuSO_4 溶液的绷带包扎。

(7) 苯酚灼伤 先用大量水冲洗伤口,然后用4:1的乙醇(70%)—氯化铁 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的混合液洗涤。

(8) 汞洒落 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区洒一些硫黄粉,最后清扫干净,并集中作固体废物处理。

(9) 毒物进入口中 若毒物尚未咽下,应立即吐出来,并用水冲洗口腔;如已吞下,应把 $5 \text{ mL} \sim 10 \text{ mL}$ 1%~5%稀硫酸铜溶液加入一杯温水中,搅匀后喝下,然后用手指伸入喉部,促使呕吐,并根据毒物的性质服解毒剂。

(10) 吸入刺激性、有毒气体 吸入 Cl_2 、 HCl 时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气使之解毒。吸入 H_2S 气体而感到不适时,立即到室外呼吸新鲜空气。

(11) 起火 若因酒精、苯、乙醚等引起着火,立即用湿抹布、石棉布或砂子覆盖燃烧物。火势大时可用泡沫灭火器。若遇电器设备引起的火灾,应先切断电源,用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器灭火,不能用泡沫灭火器,以免触电。

(12) 触电 首先切断电源,必要时进行人工呼吸。

(13) 若伤势较重,则应立即送医院。火势较大,则应立即报警。

1.5 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。为了减免对环境的污染,要对三废进行处理。

1. 有毒气体的排放:做少量有毒气体产生的实验,应在通风橱中进行,通过排风设备把有毒废气排到室外,利用室外的大量空气来稀释有毒废气。如果实验产生大量有毒气体,应该安装气体吸收装置来吸收这些气体,例如,产生的二氧化硫气体可以用氢氧化钠水溶液吸收后排放。

2. 有毒的废渣应埋在指定的地点,但是溶解于地下水的废渣必须经过处理后才能深埋。

3. 有毒的废液的处理

(1) 含六价铬化合物(致癌) 加入还原剂(FeSO_4 , Na_2SO_3)使之还原为三价铬后,再加入碱(NaOH 或 Na_2CO_3),调 pH 至 6~8,使之形成氢氧化铬沉淀除去。

(2) 含氰化合物的废液 方法有二,一是加入硫酸亚铁,使之变为氰化亚铁沉淀除去;二是加入次氯酸钠,使氰化物分解为二氧化碳和氮气而除去。

(3) 含汞化合物的废液 加入 Na_2S 使之生成难溶的 HgS 沉淀而除去。

(4) 含砷化合物的废液 加入 FeSO_4 ,并用 NaOH 调 pH 至 9,以便使砷化物生成亚砷酸钠或砷酸钠与氢氧化铁共沉淀而除去。

(5) 含铅等重金属的废液 加入 Na_2S ,使之生成硫化物沉淀而除去。

参考文献

[1] 侯振雨主编.无机及分析化学实验.北京:化学工业出版社,2004

[2] 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.无机及分析化学实验(第二版).武汉:武汉大学出版社,2002

- [3] 大连理工大学无机化学教研室编. 无机化学实验(第二版). 北京:高等教育出版社, 2004
- [4] 浙江大学普通化学教研组编. 普通化学实验(第三版). 北京:高等教育出版社, 1996
- [5] 大连理工大学 辛剑, 孟长功主编. 基础化学实验. 北京:高等教育出版社, 2004
- [6] 殷学锋主编, 浙江大学等三校合编. 新编大学化学实验. 北京:高等教育出版社, 2002
- [7] 武汉大学, 吉林大学等校无机化学编写组编. 无机化学实验. 北京:高等教育出版社, 1990
- [8] 古国榜, 李朴编. 无机化学实验. 北京:化学工业出版社, 1998
- [9] 王后雄编. 化学方法论. 广州:中南大学出版社, 2003
- [10] 袁书玉编. 无机化学实验. 北京:清华大学出版社, 1996
- [11] 南京大学《无机及分析化学实验》编写组编. 无机及分析化学实验(第三版). 北京:高等教育出版社, 1998
- [12] 浙江大学普通化学教研组编. 普通化学实验. 北京:高等教育出版社, 1989
- [13] 成都科学技术大学分析化学教研组, 浙江大学分析化学教研组编. 分析化学实验(第二版). 北京:高等教育出版社, 1989
- [14] 舒麒麟编. 实验室环境污染与防治对策. 实验室研究与探索, 2003, 22(3): 129~130
- [15] 孙守田编. 化验员基本知识. 北京:化学工业出版社, 1980

第二章 试剂、仪器与基本操作

2.1 化学实验常用试剂

化学试剂规格

化学试剂规格又称试剂级别,反映试剂的质量。试剂规格一般按试剂的纯度、杂质含量来划分,为了保证和控制试剂产品的质量,国家或有关部门制订和颁布“试剂标准”,对试剂的规格标准和检验的方法标准做出规定。我国自 1978 年以来在原化学工业部制订的部颁标准(HG)的基础上,经过修订后陆续颁布了《国家标准·化学试剂》。

我国的试剂规格基本上按纯度划分为高纯、光谱纯、基准、分光纯、优级纯、分析纯和化学纯等 7 种。国家和主管部门颁布质量指标的主要是优级纯、分析纯和化学纯等 3 种规格,此外还有实验试剂、医用、生物试剂等(见表 2-1)。

表 2-1 化学试剂规格

级别	名 称	代号	标志颜色	应 用
一级	优级纯试剂 (保证试剂)	G. R.	绿色	纯度最高,杂质含量最低,适用于最精密分析工作和科学研究
二级	分析纯试剂	A. R.	红色	纯度略次于优级纯,适用于重要分析工作及一般研究工作
三级	化学纯试剂	C. P.	蓝色	纯度与分析纯相差较大,适用于工矿、学校一般分析工作
四级	实验试剂医用	L. R.	棕色或其他颜色	纯度较低,适用作实验辅助试剂
	生物试剂	B. R. 或 C. R.	黄色或其他颜色	

注:表 2-1 引自参考文献[2]

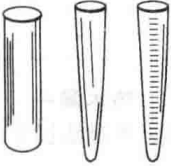
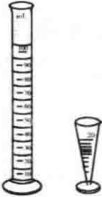
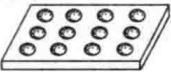
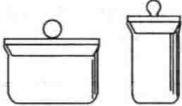
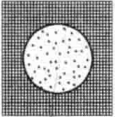
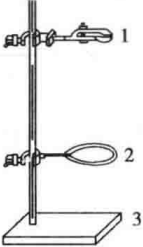
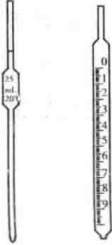
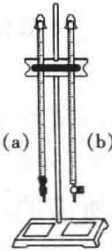
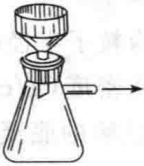
光谱纯试剂(符号 S. P.)的杂质含量用光谱分析测不出或者其杂质的含量低于某一限度,这种试剂主要用作光谱分析中的标准物质。

基准试剂的纯度相当于或高于保证试剂。基准试剂用作滴定分析中的基准物是非常方便的,也可用于直接配制标准溶液。

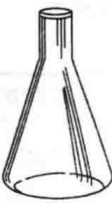
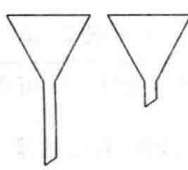
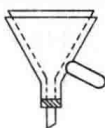
选用试剂的纯度要与所用方法相当,实验用水、操作器皿等要与试剂的等级相适应。若试剂都选用 G. R. 级的,则不宜用普通的蒸馏水或去离子水,而应使用经两次蒸馏制得的重蒸馏水。所用器皿的质地也要求较高,使用过程中不应有物质溶解,以免影响测定的准确度。另外要注意节约原则,不要盲目追求纯度高,应根据具体要求取用。

2.2 化学实验常用器皿

表 2-2 化学实验常用器皿

仪 器	名称及其主要用途	仪 器	名称及其主要用途
	试管、离心试管 普通试管用于少量试剂的反应 离心试管用于有沉淀的反应和分离		试剂瓶 用于盛少量液体试剂或溶液
	烧 杯 常温或加热条件下反应物的反应容器；配制溶液。		量筒 量杯 量取一定体积的溶液
	点滴板 用于点滴反应或显色反应		称量瓶 用于称量固体基准物质或固体样品试剂
	石棉网 支撑固定或放置反应容器，避免直火加热		铁架台 1. 铁夹 2. 铁环 3. 铁架 用于固定或放置容器
	移液管 吸量管 精确量取一定体积的溶液		滴定管 滴定台 滴定管用于滴定或量取准确体积的溶液 滴定台用于夹持滴定管
	容量瓶 用于配制准确浓度的溶液		布氏漏斗吸滤瓶 与真空泵连接进行减压过滤

续上表

仪 器	名称及其主要用途	仪 器	名称及其主要用途
	锥形瓶 反应容器,振荡方便, 用于滴定操作的接收器		漏斗 用于过滤操作
	研钵 用于研磨固体物质		热水漏斗 用于热过滤操作
	干燥器 保持固体物质干燥		表面皿 盖在烧杯上或试纸反应
	蒸发皿 蒸发液体,浓缩溶液 或作反应器		水浴锅 用于间接加热或粗略 控制温度的反应
	坩埚 用于灼烧化学物质		泥三角 支撑灼烧的坩埚

2.3 化学实验常用仪器

一、离心机

(一) 工作原理

如图 2-1 所示,将装有等量试液的离心管对称放置在转头四周的孔内,电动机直接带动离心转头高速旋转,产生相对离心力(RCF)使试液分离。相对离心力的大小取决于试样所处的位置至轴心的水平距离即旋转半径 $R(\text{cm})$ 和转速 $n(\text{转}/\text{min})$,其计算公式如下:

$$\text{RCF} = 1.118 \times 10^{-5} n^2 R (\text{g})$$

混合液中粒子分离、沉淀所需的时间 T_s 由下式计算:

$$T_s = [27.4 (\ln R_{\max} - \ln R_{\min}) \mu] / [n^2 r^2 (\sigma - \rho)] (\text{min})$$

式中: n 为转速(转/min); r 为粒子半径(cm); σ 为粒子密度(g/cm^3); ρ 为混合液密度(g/cm^3); μ 为混合液黏度(泊); $R_{\max}$ 为离心试液的底至轴心的水平距离(cm); $R_{\min}$ 为离心试液的面至轴心的水平距离(cm)。

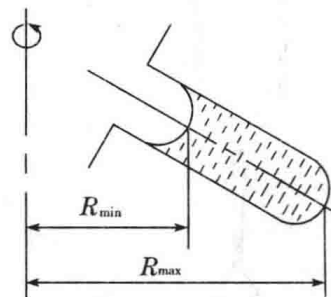
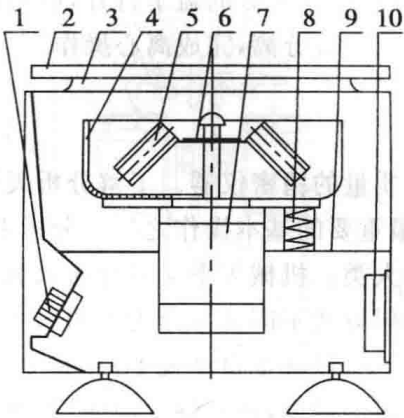


图 2-1 离心机的工作原理

注:图 2-1 引自仪器说明书、参考文献[4]

(二) 结构组成

TDL-4 型低速台式离心机的结构如图 2-2 所示。



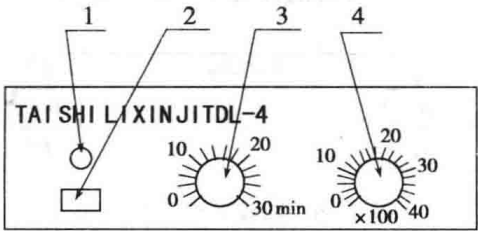
1. 控制面板 2. 盖板 3. 密封圈 4. 保护腔 5. 转子
6. 盖形螺母 7. 电机 8. 减震装置 9. 机架 10. 电机控制系统

图 2-2 TDL-4 型低速台式离心机的结构简图

注:图 2-2 引自仪器说明书,参考文献[4]

(三) 使用方法

1. 使用前必须先检查面板上(如图 2-3 所示)的旋钮是否在规定的位臵上,即电源在关的位臵上,调速、定时旋钮在零的位臵。



1. 电源指示灯 2. 电源开关 3. 定时旋钮 4. 转速旋钮

图 2-3 TDL-4 型低速台式离心机面板示意图

注:图 2-3 引自仪器说明书,参考文献[4]

2. 把盛有溶液和沉淀混合物的离心管放入离心机的管套内,注意离心管要对称放置,离心管内盛放的混合物要尽量相等,以避免由于重量不均衡而使离心机产生振动或者转轴弯曲磨损。如果只有一支需要分离,则应在其对称的位臵上放上装有相同质量自来水的离心管,以保持平衡。放置方法如图 2-4 所示。

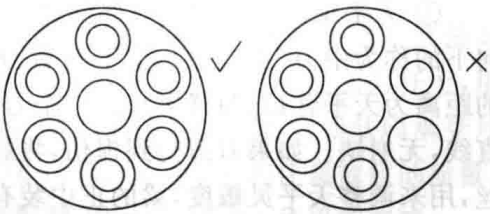


图 2-4 离心机试管放置示意图

注:图 2-4 引自仪器说明书,见参考文献[4]

3. 拧紧盖形螺帽,盖好盖门,然后打开电源开关,查看电源指示灯 1 是否是亮的,如果电源已经接通,调节定时旋钮,调节到所需要离心的时间。调节转速旋钮,注意转速不宜太快,如果需要较高转速,应由小到大逐渐增加。一般时间 2 min~3 min,转速调至 2 000 转/min