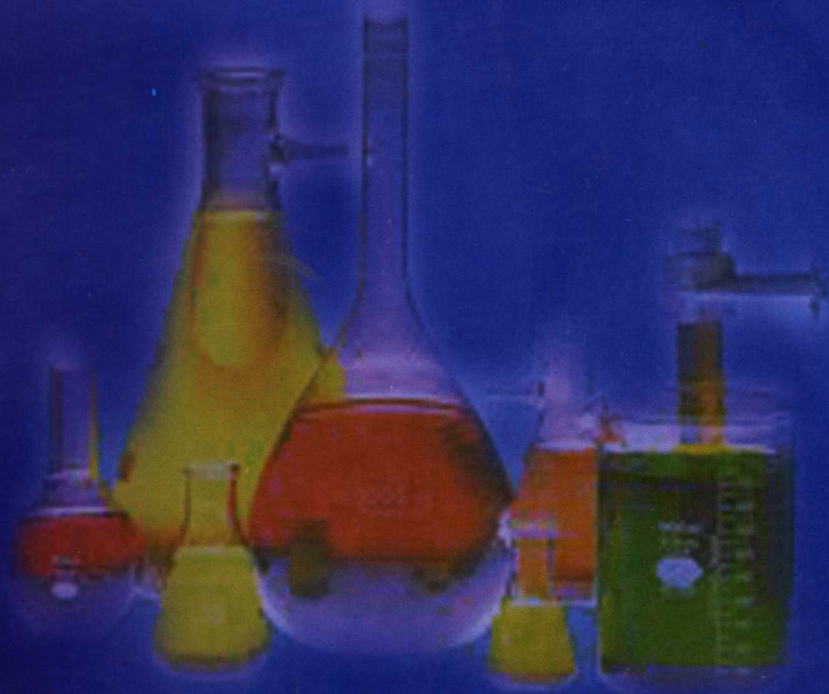


无机及分析化学实验

主编 曹作刚



中国石油大学出版社

无机及分析化学实验

曹作刚 主编

中国石油大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验/曹作刚主编. —东营:中国石油大学出版社, 2005.8

ISBN 7-5636-2104-0

I. 无... II. 曹... III. ①无机化学-化学实验-高等学校:技术学校-教材②分析化学-化学实验-高等学校:技术学校-教材 IV. ①061-33②065-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2005) 第 095139 号

书 名: 无机及分析化学实验
作 者: 曹作刚 主编

责任编辑: 周洁韶

封面设计: 傅荣治

出 版 者: 中国石油大学出版社 (山东 东营 邮编 257061)

网 址: <http://cbs.hdpu.edu.cn>

电子信箱: sabian@mail.upc.edu.cn

排 版 者: 中国石油大学出版社排版中心

印 刷 者: 中国石油大学印刷厂

发 行 者: 中国石油大学出版社 (电话 0546-8392565, 8399580)

开 本: 185 × 260 印张: 21 字数: 536 千字 插页 1

版 次: 2005 年 9 月第 1 版第 1 次印刷

印 数: 700 册

定 价: 29.50 元

元素周期表

IUPAC, 2001

族	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18			
周期	IA	IIA	IIIB	IVB	VB	VIB	VII B	VIII B	IB	IIB	p区元素								VIIA		VIIIA
1	1 H 氢 1s ¹ 1.00794(7)	2 He 氦 1s ² 4.002602(2)									s区元素								VIIA		VIIIA
2	3 Li 锂 2s ¹ 6.941(2)	4 Be 铍 2s ² 9.012182(3)									d区元素								VIIA		VIIIA
3	11 Na 钠 3s ¹ 22.989770(2)	12 Mg 镁 3s ² 24.3050(6)									f区元素								VIIA		VIIIA
4	19 K 钾 4s ¹ 39.0983(1)	20 Ca 钙 4s ² 40.078(4)	21 Sc 钪 3d ¹ 4s ² 44.955910(8)	22 Ti 钛 3d ² 4s ² 47.867(1)	23 V 钒 3d ³ 4s ² 50.9415	24 Cr 铬 3d ⁵ 4s ¹ 51.9961(6)	25 Mn 锰 3d ⁵ 4s ² 54.938049(9)	26 Fe 铁 3d ⁶ 4s ² 55.845(2)	27 Co 钴 3d ⁷ 4s ² 58.933200(9)	28 Ni 镍 3d ⁸ 4s ² 58.6934(2)	29 Cu 铜 3d ¹⁰ 4s ¹ 63.546(3)	30 Zn 锌 3d ¹⁰ 4s ² 65.409(4)		31 Ga 镓 4s ² 4p ¹ 69.723(1)	32 Ge 锗 4s ² 4p ² 72.64(1)	33 As 砷 4s ² 4p ³ 74.92160(2)	34 Se 硒 4s ² 4p ⁴ 78.96(3)	35 Br 溴 4s ² 4p ⁵ 79.904(1)	36 Kr 氪 4s ² 4p ⁶ 83.798(2)		
5	37 Rb 铷 5s ¹ 85.4678(3)	38 Sr 锶 5s ² 87.62(1)	39 Y 钇 4d ¹ 5s ² 88.90585(2)	40 Zr 锆 4d ² 5s ² 91.224(2)	41 Nb 铌 4d ⁴ 5s ¹ 92.90638(2)	42 Mo 钼 4d ⁵ 5s ¹ 95.94(2)	43 Tc 锝 4d ⁵ 5s ² 97.907	44 Ru 钌 4d ⁷ 5s ¹ 101.07(2)	45 Rh 铑 4d ⁸ 5s ¹ 102.90550(2)	46 Pd 钯 4d ¹⁰ 106.42(1)	47 Ag 银 4d ¹⁰ 5s ¹ 107.8682(2)	48 Cd 镉 4d ¹⁰ 5s ² 112.411(8)	49 In 铟 5s ² 5p ¹ 114.818(3)	50 Sn 锡 5s ² 5p ² 118.710(7)	51 Sb 锑 5s ² 5p ³ 121.760(1)	52 Te 碲 5s ² 5p ⁴ 127.60(3)	53 I 碘 5s ² 5p ⁵ 126.90447(3)	54 Xe 氙 5s ² 5p ⁶ 131.293(6)			
6	55 Cs 铯 6s ¹ 132.90545(2)	56 Ba 钡 6s ² 137.327(7)	57-71 La-Lu 镧系 铜系	72 Hf 铪 5d ² 6s ² 178.49(2)	73 Ta 钽 5d ³ 6s ² 180.9479(1)	74 W 钨 5d ⁴ 6s ² 183.84(1)	75 Re 铼 5d ⁵ 6s ² 186.207(1)	76 Os 锇 5d ⁶ 6s ² 190.23(3)	77 Ir 铱 5d ⁷ 6s ² 192.217(3)	78 Pt 铂 5d ⁹ 6s ¹ 195.078(2)	79 Au 金 5d ¹⁰ 6s ¹ 196.96655(2)	80 Hg 汞 5d ¹⁰ 6s ² 200.59(2)	81 Tl 铊 6s ² 6p ¹ 204.3833(2)	82 Pb 铅 6s ² 6p ² 207.2(1)	83 Bi 铋 6s ² 6p ³ 208.98038(2)	84 Po 钋 6s ² 6p ⁴ 208.98	85 At 砹 6s ² 6p ⁵ 209.99	86 Rn 氡 6s ² 6p ⁶ 222.02			
7	87 Fr 钫 7s ¹ 223.02	88 Ra 镭 7s ² 226.03	89-103 Ac-Lr 锕系 铜系	104 Rf 钨 6d ² 7s ² 261.11	105 Db 铪 6d ³ 7s ² 262.11	106 Sg 钼 6d ⁴ 7s ² 263.12	107 Bh 铼 6d ⁵ 7s ² 264.12	108 Hs 锇 6d ⁶ 7s ² 265.13	109 Mt 铱 6d ⁷ 7s ² 266.13	110 Uun ⁺	111 Uuu ⁺	112 Uub ⁺	113 Uuq ⁺	114 Uuq ⁺	115 Uuq ⁺	116 Uuh ⁺					

★ 镧系	57 La 镧 5d ¹ 6s ² 138.9055(2)	58 Ce 铈 4f ¹ 5d ¹ 6s ² 140.116(1)	59 Pr 镨 4f ³ 6s ² 140.90765(2)	60 Nd 钕 4f ⁴ 6s ² 144.24(3)	61 Pm 钷 4f ⁵ 6s ² 144.91	62 Sm 钐 4f ⁶ 6s ² 150.36(3)	63 Eu 铕 4f ⁷ 6s ² 151.964(1)	64 Gd 钆 4f ⁷ 5d ¹ 6s ² 157.25(3)	65 Tb 铽 4f ⁹ 6s ² 158.92534(2)	66 Dy 镝 4f ¹⁰ 6s ² 162.500(1)	67 Ho 钬 4f ¹¹ 6s ² 164.93032(2)	68 Er 铒 4f ¹² 6s ² 167.259(3)	69 Tm 铥 4f ¹³ 6s ² 168.93421(2)	70 Yb 镱 4f ¹⁴ 6s ² 173.04(3)	71 Lu 镥 4f ¹⁴ 5d ¹ 6s ² 174.967(1)
★ 锕系	89 Ac 锕 6d ¹ 7s ² 227.03	90 Th 钍 6d ² 7s ² 232.0381(1)	91 Pa 镤 5f ² 6d ¹ 7s ² 231.03588(2)	92 U 铀 5f ³ 6d ¹ 7s ² 238.02891(3)	93 Np 镎 5f ⁴ 6d ¹ 7s ² 237.05	94 Pu 钚 5f ⁶ 7s ² 244.06	95 Am 镅 5f ⁷ 7s ² 243.06	96 Cm 锔 5f ⁷ 6d ¹ 7s ² 247.07	97 Bk 锫 5f ⁹ 7s ² 247.07	98 Cf 锿 5f ¹⁰ 7s ² 251.08	99 Es 镱 5f ¹¹ 7s ² 252.08	100 Fm 镆 5f ¹² 7s ² 257.10	101 Md 钔 5f ¹³ 7s ² 258.10	102 No 锘 5f ¹⁴ 7s ² 259.10	103 Lr 铹 5f ¹⁴ 6d ¹ 7s ² 260.11

前 言

21 世纪是科学技术空前辉煌和科学理性充分发展的世纪,是充满挑战的世纪,也是充满改革的世纪。无机化学和分析化学教学体系的合并,是中国石油大学承担的“面向 21 世纪工科(化工类)基础化学系列课程改革”教改项目的重要内容之一,也是中国石油大学“国家工科化学教学基地”建设成果之一。原无机化学和分析化学合并为无机及分析化学,新的教学体系的形成,必然伴随教学体系的优化、教学内容的更新和新教材的编写。本实验教材就是针对课程体系的改革,为适应新教学体系教学内容更新而形成的。

从 1999 年开始,石油大学无机化学和分析化学课程正式合并,实验教材选用董松琦主编的《基础化学实验(I)》(石油大学出版社,1999 年)和冯成武主编的《分析化学实验》(石油大学出版社,1994 年)。经过三年的实验教学的实践,2002 年,将无机化学和分析化学的实验内容进行了筛选、改革和调整,编写出了应用化学和材料化学专业使用的《无机及分析化学实验》(胶印)。再次经历了 2002 级、2003 级、2004 级三届的使用和反复修改,实验教学体系得到了进一步的完善,教学内容得到了更新和优化。取得了较好的教学效果。在此基础上再次整改后由中国石油大学出版社正式出版。

化学实验教学是实施全面化学教育的最有效的教学形式。《无机及分析化学实验》教材是一部既相对独立又与理论化学教材相适应的实验教材。实验教材中的基本原理实验与理论教材相联系,使学生的理论知识得到深化、巩固和发展;元素性质实验,使学生得到大量的第一手感性知识材料,增强学生的化学概念、拓宽学生的理论知识应用范围。综合性实验培养学生科学的思维方式和正确的思想方法。培养独立观察现象、全面分析现象、综合得出结论的能力。设计性实验培养学生的科学精神、创新思维习惯和创新能力。本教材具有以下特点:

(1) 本教材适用于应用化学和材料化学等化学类专业,实验内容多、覆盖范围广,较全面地体现了无机化学和分析化学的知识结构和知识内容。

(2) 本教材将无机化学实验和分析化学实验内容有机地结合在一起,既保留了无机制备、提纯、离子分离等实验基本操作训练,又增强了容量分析、比色分析等基本技能的训练;使无机制备与分析检测、定性分析与定量测定达到和谐统一。

(3) 本教材增大了综合性、设计性实验比例,以培养分析问题、解决问题的能力、创新思维习惯和创新能力;增加了有关环境保护的实验和知识介绍,将环境保护的观念贯穿始终,使学生树立绿色化学理念。

本教材参加编写的教师有曹作刚、刘爱贤、吕仁庆、尹海亮、刘春英、罗立文。本教材由李丽老师通审全稿。

本教材在编写过程中得到了化学化工学院和应用化学系领导、基础化学教研室全体同事的支持,在此表示衷心的感谢。

限于编者水平,该教材还存在不足之处,敬请读者批评指正。

编 者
2005 年 8 月

目 录

绪论	1
----	---

第一部分 实验基础

1 基本知识

1.1 实验室规则	8
1.2 实验室安全与紧急救护	8
1.3 化学实验常用小件仪器简介	10
1.4 化学试剂	19
1.5 实验室用水	23
1.6 实验室废弃物处理	28

2 基本操作

2.1 玻璃仪器的洗涤和干燥	36
2.2 加热和冷却	39
2.3 固液分离的方法	44
2.4 溶解和结晶	46
2.5 气体的发生、净化和使用	47
2.6 溶液的配制	51
2.7 试纸的使用	53

3 基本原理和方法

3.1 无机化合物的制备方法和原理	55
3.2 固体试样的分解	60
3.3 无机化合物的定性分析	66
3.4 误差理论与数据处理	78

4 常见仪器及使用方法

4.1 玻璃量器的使用	92
4.2 称量仪器的使用	95
4.3 温度计	101
4.4 密度的测量	102
4.5 大气压力计	104
4.6 PXD-2 型通用离子计	109
4.7 电导率仪	110
4.8 酸度计	111
4.9 分光光度计	113

第二部分 实验内容

5 化学基本原理实验	118
实验一 实验认识课	118
实验二 摩尔气体常数的测定	120
实验三 醋酸解离常数的测定	123
实验四 碘酸铜溶度积常数的测定	127
实验五 阿佛加德罗常数的测定	130
实验六 银氨配离子配位数的测定	133
实验七 化学反应速率与活化能的测定	135
实验八 电解质溶液	139
实验九 氧化还原反应与电化学	142
实验十 配位化合物	145
实验十一 磺基水杨酸合铁(Ⅲ)配合物的组成及稳定常数的测定	148
6 无机制备实验	151
实验十二 氯化钠的提纯	151
实验十三 硝酸钾的制备及其溶解度的测定	154
实验十四 硫代硫酸钠的制备	157
实验十五 四氯化锡的制备	161
实验十六 由钛铁矿制备二氧化钛	163
实验十七 由废 Cu-Zn-Al 催化剂制备 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	165
实验十八 硝酸六氨合铬(Ⅲ)的制备	167
7 化学分析实验	173
实验十九 天平的使用及量器校准	173
实验二十 滴定分析基本操作练习	177
实验二十一 酸碱标准溶液浓度的标定	179
实验二十二 碱液中总碱量测定	182
实验二十三 氯化物中氯含量的测定	184
实验二十四 离子选择性电极测定水样中微量的氯	187
实验二十五 高锰酸钾标准溶液的配制和标定	189
实验二十六 硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	191
实验二十七 酚水中苯酚含量的测定	193
实验二十八 铁矿石中全铁的测定	195
实验二十九 水中化学耗氧量(COD)的测定	198
实验三十 EDTA 标准溶液的配制和标定	201
实验三十一 水的总硬度测定	206
实验三十二 分子筛中三氧化二铝的含量测定	209
实验三十三 铅、铋混合液中铅、铋的连续测定	211
实验三十四 铜、铅混合液中铜、铅含量的测定	213
实验三十五 微量铁的测定	215

8 元素化学实验	218
实验三十六 氟 氯 溴 碘	218
实验三十七 氧 硫	223
实验三十八 氮 磷	228
实验三十九 锡 铅 铋 铊	232
实验四十 硼 铝 硅 砷	235
实验四十一 铜 银 锌 镉 汞	240
实验四十二 铬 锰 钼 钨	243
实验四十三 铁 钴 镍	247
9 综合设计实验	250
实验四十四 三氯化六氨合钴(Ⅲ)的合成和组成测定	250
实验四十五 三草酸根合铁(Ⅲ)酸钾的合成及组成测定	253
实验四十六 蛋壳中 Ca、Mg 含量的测定	258
实验四十七 磷系列化合物的制备	262
实验四十八 多种金属离子溶液中 Cu^{2+} 含量的测定	264
实验四十九 混合离子分离鉴定	265

第三部分 附 录

附录一 弱酸、弱碱的解离常数	267
附录二 常见酸碱试剂的浓度及密度	269
附录三 部分无机物在水中的溶解度(g/100 g 水)	271
附录四 不同温度下气体在水中的溶解度	277
附录五 难溶化合物的溶度积常数	278
附录六 金属氢氧化物、硫化物沉淀与溶解的 pH 值	280
附录七 不同温度下水的饱和蒸汽压	282
附录八 标准电极电势(298 K)	284
附录九 缓冲溶液	291
附录十 配离子的积累稳定常数(291 ~ 298 K)	293
附录十一 常用的酸碱指示剂	294
附录十二 水合离子和化合物的颜色	298
附录十三 常见阳离子的鉴定	302
附录十四 常见阴离子的鉴定	308
附录十五 常用基准物的干燥及标定对象	311
附录十六 常见化合物的俗名	312
附录十七 常用的干燥剂和冷却剂	316
附录十八 水的密度	318
附录十九 常用的掩蔽剂与解蔽剂	319
附录二十 常见的气体吸收剂	322
附录二十一 化学实验常用参考书和手册	323
参考文献	328

绪 论

一、无机及分析化学实验的目的

《无机及分析化学》是化学化工类专业学生所学的第一门专业基础课。而《无机及分析化学实验》则是一门与理论课程密切联系又相对独立的实验课程。众所周知,化学是一门实验科学。化学中的定律和学说都源于实验,同时又为实验所检验,化学实验在无机及分析化学的课程教学中占有极其重要的地位。基本原理实验与理论教材相联系,使学生的理论知识得到深化、巩固和发展;综合性实验培养学生科学的思维方式和正确的思想方法。培养独立观察现象、全面分析现象、综合得出结论的能力。设计性实验培养学生的科学精神、创新思维习惯和创新能力。化学实验是培养学生分析问题、解决问题、获取知识能力的不可缺少的重要手段。其教学目的是:

(1) 使学生获得大量物质变化的感性知识,进一步熟悉元素及其化合物的重要性质和反应,加深理解和掌握无机及分析化学基本原理和基础知识。

(2) 使学生得到基本操作训练和基本技能的培养,了解和掌握重要无机化合物的一般分离、提纯和制备方法及原理。

(3) 使学生学会正确使用无机及分析化学实验中的各种常用仪器,学会测定实验数据,正确的记录、处理和概括实验数据,正确的分析、报告实验结果。培养学生独立工作和独立思考的能力、分析实验和用文字表达实验结果的能力、实事求是的科学态度、准确、细致、整洁等良好的科学习惯。

(4) 培养学生科学的思维方法、创新思维习惯和创新能力以及一定的组织实验和研究实验的能力。初步掌握科学研究的方法。

二、无机及分析化学实验的学习方法

要做好无机及分析化学实验,学生不仅要具有正确的学习态度,而且还要有正确的学习方法。无机及分析化学实验的学习方法大致可分为以下三个方面:

1. 预习

为了使实验能获得良好的效果,实验前必须进行预习,并要求如下:

① 明确本实验的目的和要求。

② 阅读实验教材、教科书和参考资料中的有关内容,理解实验的基本原理。

③ 了解实验的内容、步骤、操作过程和实验时应注意的问题。

④ 在预习的基础上,参考下述实验报告格式示例,认真、简要地写好实验预习报告。根据学过的理论知识,思考实验操作可能发生的现象和结果。

2. 实验

按拟定的实验方案、步骤、试剂用量和实验操作规程来进行操作,要求做到:

① 既要大胆又要细心,要仔细观察实验现象,认真测定数据,并把观察到的实验现象和实验数据,如实、详细而又及时地记录在实验记录本上,原始数据不得涂改,培养自己严谨的科学

态度和实事求是的科学作风。

② 实验现象多种多样,化学工作者要对这些现象进行综合分析,得出确切结论。化学现象的基本特征有:反应前后颜色的变化,沉淀的生成或溶解,气体的产生或吸收,特殊气味的释放,热量的吸收或放出等。实验者要善于捕捉,深入思考。不要轻易放过“异常”现象。实验中如果发现观察到的实验现象和理论不符合,先要尊重实验事实,同时要认真分析和检查原因,并仔细地重做实验,也可以通过对照实验、空白实验,或自行设计实验进行核对,必要时应多次实验,从中得到有益的结论。

③ 要勤于思考。实验中遇到的疑难问题和异常现象,需仔细分析,尽可能通过查资料自己解决,亦可与教师讨论,得到指导。

④ 实验中涉及的各类仪器的性能、使用方法、操作技巧等要认真仔细地学习。要注重动手能力的培养,在实验中遇到困难或偶尔出现故障时,不要慌乱,要设法弄清原因并及时排除,以培养自主负责精神。

⑤ 如实验失败,要检查原因,经实验指导教师同意,重做实验。

3. 实验报告

实验报告是实验的总结,实验后要及时分析实验现象,整理实验数据,把直接的感性认识提高到理性思维阶段。弄清实验现象发生的原因、条件和结果,解释实验现象并作出结论,或根据实验数据进行计算,完成实验报告并及时交给指导教师审阅。

实验报告要求按一定格式书写,字迹端正,叙述要简明扼要,实验记录、数据处理需使用表格形式,所作图形准确清楚,结论明确,报告整齐洁净。实验报告一般应包括下列几个部分:

① 实验目的。

② 实验原理:化学实验的理论基础。

③ 实验内容:实验项目、实验步骤(简明)、实验现象、实验结果。测定实验包括实验数据,即实验的原始记录。

④ 结论部分:实验现象的分析、解释、结论;原始数据的处理、误差分析;结果讨论。

无机及分析化学实验报告的格式

实验报告的格式大致可分为:制备或提纯、性质验证、定性鉴定、定量测定四大类。现将四种类型的实验报告格式推荐如下,以供参考。

例 1 制备实验报告格式

硝酸钾的制备

[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。

[实验原理]

当 KCl 和 NaNO_3 溶液混合时,溶液中同时存在 K^+ 、 Na^+ 、 Cl^- 、 NO_3^- 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 、 KNO_3 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_3 。

[实验步骤]

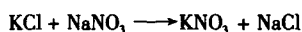
$\xrightarrow{\text{NaNO}_3 8.5 \text{ g} + \text{KCl } 7.5 \text{ g}}$
 $\xrightarrow{\text{加 } 15 \text{ cm}^3 \text{ H}_2\text{O}, \text{加热、搅拌、溶解}}$
 $\xrightarrow{\text{小火浓缩至原体积的 } 2/3}$
 $\xrightarrow{\text{趁热过滤}}$
 $\xrightarrow{\text{加沸水 } 7.5 \text{ cm}^3 \text{ 至滤液中, 同时观察晶体形状}}$
 $\xrightarrow{\text{滤液转移到烧杯}}$
 $\xrightarrow{\text{小火加热, 浓缩至原体积的 } 3/4}$
 $\xrightarrow{\text{冷却过滤}}$
 $\xrightarrow{\text{母液弃去, 观察晶体形状}}$
 $\xrightarrow{\text{称重}}$

[实验记录]

(1) 实验现象

(2) 产量:

(3) 理论产量:



$$\text{KNO}_3 \text{ 的质量 } m = \frac{8.5 \times 101.1}{85} = 10.11(\text{g})$$

(4) 产率: = (实际产量/理论产量) $\times$ 100%

例 2 性质实验报告格式

碱金属、碱土金属

[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。

[实验步骤与记录]

项目	实验步骤	实验现象	解释和结论(方程式)
1. 碱金属氢氧化物的性质	(1) $\text{MgCl}_2 + \text{NaOH}$ $\text{CaCl}_2 + \text{NaOH}$ $\text{BaCl}_2 + \text{NaOH}$	胶状白↓ 大量白↓ —	$\text{Mg}^{2+} + 2\text{OH}^- \longrightarrow \text{Mg}(\text{OH})_2 \downarrow$ $\text{Ca}^{2+} + 2\text{OH}^- \longrightarrow \text{Ca}(\text{OH})_2 \downarrow$
	(2) $\text{MgCl}_2 + \text{氨水}$ $\text{CaCl}_2 + \text{氨水}$ $\text{BaCl}_2 + \text{氨水}$	白↓ — —	$\text{Mg}^{2+} + 2\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{Mg}(\text{OH})_2 \downarrow + 2\text{NH}_4^+$ 结论: 溶解度 $\text{Mg}(\text{OH})_2 < \text{Ca}(\text{OH})_2 < \text{Ba}(\text{OH})_2$
2. 锂、钠、钾的微溶盐	(1) $\text{LiCl} + \text{NaF}$ $\text{LiCl} + \text{Na}_2\text{CO}_3$ 放置或加热 $\text{LiCl} + \text{Na}_2\text{HPO}_4$ 加热	小白晶形↓ 白↓ 白↓	$\text{Li}^+ + \text{F}^- \longrightarrow \text{LiF} \downarrow$ $2\text{Li}^+ + \text{CO}_3^{2-} \longrightarrow \text{Li}_2\text{CO}_3 \downarrow$ $3\text{Li}^+ + \text{PO}_4^{3-} \longrightarrow \text{Li}_3\text{PO}_4 \downarrow$
	(2) $\text{NaCl} + \text{KSb}(\text{OH})_6$, 磨擦管壁	出现白色晶体	$\text{Na}^+ + \text{KSb}(\text{OH})_6 \longrightarrow \text{NaSb}(\text{OH})_6 \downarrow + \text{K}^+$
	(3) $\text{KCl} + \text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ 放置	出现白色晶体	$\text{K}^+ + \text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \longrightarrow \text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \downarrow + \text{Na}^+$

例 3 定量分析报告格式

A 摩尔气体常数 R 的测定

[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(量器管液面的观察, 仪器装置的检漏)。

(3) 进一步了解气体分压的概念。

[实验原理]

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,测定置换出的氢气体积 $V(\text{H}_2)$ 。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,可根据理想气体状态方程计算出摩尔气体常数 R :

$$R = \frac{p(\text{H}_2) V(\text{H}_2)}{n(\text{H}_2) T}$$

其中

$$n(\text{H}_2) = \frac{m(\text{Mg})}{M(\text{Mg})}$$

式中 $M(\text{Mg})$ 为 Mg 的摩尔质量。所以

$$R = \frac{p(\text{H}_2) V(\text{H}_2) M(\text{Mg})}{m(\text{Mg}) T}$$

[实验步骤]

(1) 称量。用分析天平准确称取二份镁条,每份质量约 $(0.03 \pm 0.0005) \text{ g}$ 。

(2) 安装。如图装配仪器,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 $3 \sim 5 \text{ min}$) 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) 装料。在反应试管内加入 $3 \sim 4 \text{ cm}^3$ 稀 H_2SO_4 ,把镁条放入洁净的小试管内,小心放入反应试管内,(勿使酸进入小试管内)调整水平球高度,使量气管内液面高度略低于“0”刻度。塞紧橡皮塞,再次试漏。

(5) 反应。手持水平球,移至量气管附近,使两者液面保持同一水平,记下量气管液面读数,然后抬高反应管,使 H_2SO_4 与镁条反应。

(6) 测量气体体积。镁条反应完后,停留 $5 \sim 6 \text{ min}$,使量气管内气体温度降至室温,再令水平球液面与量气管液面保持同一水平,记下刻度读数,待 $2 \sim 3 \text{ min}$ 后重读一次,如两次读数相同,表明气体温度已降至室温,记下刻度值及此时室温和大气压。

用另两份已称量的镁条重复实验。

[数据记录和结果处理]

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/ cm^3			
反应前量气管液面位置/ cm^3			
氢气体积 $V(\text{H}_2)/\text{cm}^3$			
室温 T/K			
大气压 p/Pa			
氢气分压 $p(\text{H}_2)/\text{Pa}$			
摩尔气体常数 R			
$\bar{R}$			
准确度 $(\frac{R_{\text{理}} - R_{\text{测}}}{R_{\text{理}}}) \times 100\%$			

B 混合碱的组成及其含量的测定

[实验目的](略)

[实验原理](略)

[实验步骤](略)

[数据记录与结果处理]

(1) 称量记录(略)。

(2) 混合碱测定。

序号		1	2	3
试样取量 m/g				
$c(\text{HCl})/(\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3})$				
V_2/cm^3	终读数			
	始读数			
	V_2			
V_1/cm^3	终读数			
	始读数			
	V_1			
$V_1 + V_2/\text{cm}^3$				
V_1 与 V_2 的差/ cm^3				
总碱度 $w(\text{Na}_2\text{O})$	测定值			
	平均值			
混合碱各组分 质量份数/%	组分 1	测定值		
		平均值		
	组分 2	测定值		
		平均值		

例 4 定性分析实验报告格式

卤 素

[实验目的](略)

[实验步骤](仅列部分内容示例)

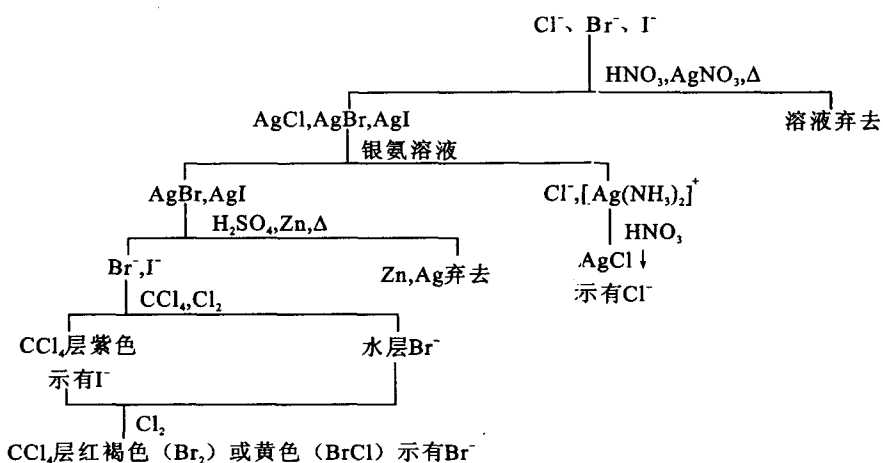
Cl^- 、 Br^- 、 I^- 混合液的分离和鉴定

(1) 分析简表。

(2) 分析步骤。

离子: Cl^- 、 Br^- 、 I^-

颜色:无,无,无



次序	步骤	现象	结论	反应方程式
(1)	取 2~3 滴混合液, 加 1 滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ HNO_3 酸化, 加 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 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 X^- 离子	$\text{Ag}^+ + \text{X}^- \longrightarrow \text{AgX} \downarrow$
(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			$\text{AgCl} + 2\text{NH}_3 \longrightarrow [\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+ + \text{Cl}^-$
(3)	在(2)的溶液中, 加 $6 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ HNO_3 酸化	白色沉淀又出现	示有 Cl^- 离子	$[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+ + 2\text{H}^+ + \text{Cl}^- \longrightarrow \text{AgCl} \downarrow + 2\text{NH}_4^+$
(4)	在(2)的沉淀中, 加入 5~8 滴 $1 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ H_2SO_4 , 少许 Zn 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		$2\text{AgBr} + \text{Zn} \longrightarrow \text{Zn}^{2+} + 2\text{Ag} + 2\text{Br}^-$ $2\text{AgI} + \text{Zn} \longrightarrow \text{Zn}^{2+} + 2\text{Ag} + 2\text{I}^-$
(5)	取 2 滴(4)的溶液, 加 8 滴 CCl_4 , 逐滴加入氯水。继续滴加氯水	CCl_4 层显紫色, CCl_4 层紫色退后显橙色	示有 I^- 示有 Br^-	$2\text{I}^- + \text{Cl}_2 \longrightarrow 2\text{Cl}^- + \text{I}_2$ $\text{I}_2 + 5\text{Cl}_2 + 6\text{H}_2\text{O} \longrightarrow 2\text{HIO}_3 + 10\text{Cl}^- + 10\text{H}^+$ $2\text{Br}^- + \text{Cl}_2 \longrightarrow 2\text{Cl}^- + \text{Br}_2$

第一部分 实验基础

主要内容

★ 基本知识

★ 基本操作

★ 基本原理和方法

★ 常见仪器及使用方法

1 基本知识

1.1 实验室规则

- (1) 检查仪器及药品是否齐全、完备和良好。
- (2) 遵守实验纪律,保持安静,不得喧哗和打闹,要集中思想,认真操作,仔细观察,如实记录实验现象,不得随意涂改。
- (3) 爱护国家财产,精心使用实验室内的仪器和设备,不得随意挪动或拆卸,不得将实验室内任何物品带出实验室。仪器在使用时若有出现不正常或损坏现象时,应及时报告指导教师,以便进行必要处理。
- (4) 保持实验室及桌面整洁,废弃物应放入指定容器中,不得随意丢弃,以防堵塞下水道和污染环境。
- (5) 节约使用试剂、水、电、气及实验材料,杜绝浪费。慎重使用贵重及剧毒药品,其废弃物应倒入指定容器统一回收。
- (6) 发生意外事故时应保持镇静,及时报告指导教师。
- (7) 实验后要清洗玻璃仪器,整理仪器、药品,搞好卫生,关好水、电、气、门、窗后方可离开实验室。学生轮流值日,负责整个实验室的清扫、整理及安全检查工作。

1.2 实验室安全与紧急救护

化学实验所用试剂大多有一定毒性和腐蚀性,有些还是易燃、易爆药品,存在着潜在的不安全因素,要特别重视安全,切不可麻痹大意。实验前要了解该实验的安全注意事项,实验中要严格遵守操作规程。

1.2.1 实验室安全规则

- (1) 了解实验室内布局,熟悉水、电、气的管线走向,闸门位置,消防器材放置地点及其使用方法。
- (2) 严禁在实验室内吸烟、饮食,实验完毕应洗净双手。
- (3) 不得用湿手触摸电器设备,使用完毕应及时拔掉电源插头。
- (4) 严禁任意混合各种化学试剂,以免发生意外事故。
- (5) 钾、钠、钙应保存在煤油中,白磷应保存在水中,取用时要用镊子。一些有机溶剂,如乙醇、丙酮、乙醚等极易燃烧,使用时切记远离明火,用毕应立即盖紧瓶塞,放回原处。
- (6) 一些强氧化剂及其混合物,如 KClO_3 、 KMnO_4 、 KNO_3 或 KNO_3 和硫磺等混合物不能研磨、否则易引起爆炸。
- (7) 一些能产生有毒或有刺激性气体(如 Cl_2 、 H_2S 、 PH_3 、 NO_2 、 SO_2 、 Br_2 、 HF 等)的实验,必须在通风橱内进行。不要直接俯向容器闻气体的味道,应该用手将气体轻轻煽向鼻孔。
- (8) 浓酸、浓碱均具有强腐蚀性,使用时应格外小心。稀释浓硫酸时,应该将酸慢慢注入水中并不断搅拌,切勿将水注入浓硫酸中,以免发生意外。

(9) 对一些有毒药品,如铬(VI)的化合物,汞的化合物,砷的化合物,可溶性的钡盐、镉盐、铅盐,特别是氰化物,不得接触伤口,更不得进入口内,其废液不许随意倒入下水道,应倒入回收瓶统一回收处理。

汞为易挥发金属,容器中的汞要加水覆盖。汞蒸气可随人的呼吸进入体内,使人体产生累积性中毒,应格外小心。一旦撒落,尽量收集起来,然后用硫磺粉覆盖在撒落的地方,使汞转化为不挥发的 HgS 。

银氨溶液不能久置,因其产生的氮化银会引起爆炸。

1.2.2 实验室急救救护

实验过程中,如发生意外事故,要保持镇静,并且有针对性地采取如下救护措施:

(1) 触电。立即切断电源,必要时进行人工呼吸。

(2) 玻璃割伤。先用消毒棉签把伤口清理干净,在伤口处抹上红药水,撒上消炎粉并进行包扎。伤口内若有玻璃碎片,须挑出后再敷药包扎。

(3) 烫伤。一旦发生烫伤,切勿用水冲洗。应在烫伤处涂上苦味酸溶液、烫伤膏或万花油。

(4) 白磷灼伤。用 1% AgNO_3 溶液、1% CuSO_4 溶液或浓 KMnO_4 溶液清洗伤口,再进行包扎。

(5) 酸腐蚀致伤。先用大量水冲洗,再用饱和 NaHCO_3 溶液或稀氨水处理,最后再用水冲洗。若不慎溅入眼内,冲洗方法同上,只是将饱和 NaHCO_3 溶液改为 1% NaHCO_3 溶液。

(6) 碱溶液致伤。先用大量水冲洗,再用 2% 醋酸溶液或硼酸溶液处理,最后用水冲洗。若溅入眼内,则先用硼酸溶液清洗,再用水冲洗。

(7) 液溴腐蚀致伤。先用乙醇或 10% 的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液冲洗干净,再涂敷甘油。

(8) 误吸刺激性或有毒气体。对于 Cl_2 或 HCl 气体,可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气解毒。若误吸 H_2S 或 CO 气体,立即到室外呼吸新鲜空气。

(9) 毒物入口。把 5 ~ 10 cm^3 5% CuSO_4 溶液倒入一杯温水中,内服后,用手指伸入咽喉部,促使呕吐,然后立即送医院治疗。

(10) 着火。为防止火势蔓延要立即撤去火源,停止通风,关闭电源,尽可能地移走一切可燃物。小火可用湿布、石棉布或沙子覆盖在着火的物体上。火势大时,可使用泡沫灭火器。但对电器设备只能使用 CO_2 或 CCl_4 灭火器灭火。衣服着火时,切不可慌乱,应立即脱下衣服,或用湿布、石棉布压灭火焰,面积较大时可就地打滚。火势严重时立即拨火警电话 119 请消防队灭火。

(11) 伤势严重者应立即送医院救治。

1.2.3 危险药品的分类、性质和保管

根据 2002 年 3 月 15 日起施行的《危险化学品安全管理条例》规定,危险化学品系指爆炸品、压缩气体和液化气体、易燃液体、易燃固体、自燃物品和遇湿易燃物品、氧化剂和有机过氧化物、放射性物质、有毒害品和感染性物品以及腐蚀性物品等。实验室内常见的危险药品通常是指受光、热、水或撞击等外界因素的影响可能引起燃烧或爆炸的药品和那些强腐蚀性、剧毒的药品。应根据危险药品性质不同,妥善保管。