

无机及 分析化学实验

WUJI
FENXI HUAXUE SHIYAN

杨正亮 赵晓农 主编

西北农林科技大学出版社

无机及分析化学实验

杨正亮 赵晓农 主 编

西北农林科技大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验/杨正亮,赵晓农主编. —杨凌:西北农林科技大学出版社, 2011

ISBN 978-7-81092-510-5

I. ①无… II. ①杨… ②赵… III. ①无机化学—化学实验②分析化学—化学实验 IV. ①O61—33②O65—33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 003826 号

无机及分析化学实验

杨正亮 赵晓农 主 编

出版发行 西北农林科技大学出版社

地 址 陕西杨凌杨武路 3 号

邮 编: 712100

电 话 总编室: 029-87093105

发行部: 87093302

电子邮箱 press0809@163.com

印 刷 陕西龙源印务有限公司

版 次 2011 年 1 月第 1 版

印 次 2011 年 1 月第 1 次

开 本 787 mm × 960 mm 1/16

印 张 11.25

字 数 208 千字

ISBN 978-7-81092-510-5

定价: 14.60 元

本书如有印装质量问题, 请与本社联系

编者(按姓氏笔画排序)

王海强 毛富春 帅 琪 孙西宁

刘艳萍 刘书惠 李荣华 李晓舟

杨淑英 余瑞金 张院民 张风云

郑胜礼 单丽伟 赵 冉 黄 森

前 言

近年来,许多农林院校把《普通化学》和《分析化学》整合为《无机及分析化学》一门课,实验部分演化为《无机及分析化学实验》课程。相较而言,实验教学课时出现明显缩减现象,加之理论学习和实验实践间隔时间较长,这些都给实验课程的正常教学带来了一定困难。根据实验教学大纲,围绕实验内容的选择、实验整合和编排等,我们展开了大量研究。经过多年的教学实践,针对农林院校的实际,结合历年的实验讲义,我们编写了这本《无机及分析化学实验》教材。这本教材具有以下几个显著特点:

1. 根据课程自身特点、目的和任务,从基本实验技能训练、基础知识感性深化、知识拓展等方面加以编排和选择相关实验项目内容。

2. 充分考虑农林院校的特色,有针对性地为学生的专业学习奠定基本的化学知识和技能。

3. 考虑到课时减少、实验教学活动较为集中的特点,可以根据教学实际科学组合相关实验,甚至能够对实验内容加以适当调整,这样就可以在有限的教学时间和教学次数当中让学生较为全面地学习和掌握相关实验知识和技能。

4. 考虑到国家对学生的创新动手能力日益重视,本书在强化学生“三基”(基础知识、基本操作、基本技能)训练的同时,增加了设计性实验,这些设计性实验具有研究型实验和综合实验的特点。希望学生能够从相关内容中得到启发,激发科研兴趣,并积极参加相关创新实验活动。

本教材适用于开设《无机及分析化学实验》课程的相关院校,可以根据自身实际,具体安排实验内容。譬如,我们根据我校实际,把胶体溶液、电解质溶液及配合物性质三部分合并为一个性质实验;把氧化还原与电化学、化学反应速率及化学平衡整合为另外一个性质实验。这样就能保证学生在实验课堂上掌握更多的化学知识和实验技能。

当然,《无机及分析化学实验》自身也是一个新生事物,需要研究和解决的问题还很多。特别是作为农林院校的一门化学基础课,授课对象是来自不同专业的大一学生,学生化学实验基础严重不平衡,还要尽可能照顾学生今后的专业需要。这些难题都需要经过长期的教学实践和研究才能逐步解决,更需要各个

部门的科学协调和配合,才能得到一个较为圆满的答案。

同时,借此机会我们诚挚地感谢相关化学同行,在以往的教学活动和此次编写活动中,正是借鉴、参考了您的丰硕成果,才使得本教材能够在较短的时间得以面世。

由于编写时间仓促,加之编者水平有限,对于书中错漏之处我们恳请相关老师和同学批评、指正,并及时向我们提出宝贵意见和建议。

编 者

2011 年 1 月

目 录

第一部分 实验基础

一、无机及分析化学实验目的和要求	3
二、化学实验应注意的基本事项	4
三、化学实验安全基础知识	5
四、化学实验室基本操作	9
五、常用小型仪器介绍	23

第二部分 实验内容

一、基础实验	35
实验一 煤气灯的使用和玻璃工操作	35
实验二 玻璃仪器的洗涤及铬酸洗液的配制	37
实验三 一般容量仪器的校准	39
实验四 电解质溶液	41
实验五 胶体溶液的性质	45
实验六 配位化合物的性质	48
实验七 化学反应速率和化学平衡	52
实验八 氧化还原反应与电化学	56
实验九 溶液 pH 的测定	60
实验十 化学反应速率与活化能的测定	62
实验十一 醋酸解离度和解离平衡常数的测定	66
实验十二 阿伏伽德罗常数的测定	68
实验十三 酸碱标准溶液的配制及比较滴定	71
实验十四 酸碱标准溶液的标定	74
实验十五 工业混合碱组成和含量的测定	78

实验十六	食用醋酸度的测定	83
实验十七	铵盐中含氮量的测定(甲醛法)	86
实验十八	磷酸氢铵含氮量的测定	89
实验十九	凯氏定氮法练习	93
实验二十	有机物中含氮的测定(凯氏定氮法)	98
实验二十一	KMnO_4 标准溶液的配制和标定	102
实验二十二	KMnO_4 法测定 H_2O_2 的含量	105
实验二十三	硫酸亚铁片含铁量的测定	107
实验二十四	碘量法测定维生素 C 的含量	110
实验二十五	漂白粉中有效氯含量的测定	115
实验二十六	EDTA 标准溶液的配制与标定	119
实验二十七	水中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 含量及水总硬度的测定	121
实验二十八	莫尔法测定氯	124
实验二十九	邻二氮菲分光光度法测定铁的含量	128
实验三十	磷钼蓝分光光度法测定磷的含量	131
实验三十一	电导滴定法测定食醋中乙酸的含量	133
实验三十二	蔬菜中叶绿素的提取和测定	135
实验三十三	微波消解吸光光度法测定废水中的总磷含量	137
实验三十四	制药工业污水化学耗氧量的测定	141
实验三十五	原子吸收法测定铁	145
二、设计实验		148
实验一	用废旧易拉罐制备明矾	148
实验二	洗衣粉中聚磷酸盐含量的测定	149
实验三	废旧电池的回收利用	149
实验四	利用废铁屑制备氯化铁	150
实验五	牛乳中钙含量测定	150
实验六	土壤腐殖质含量测定	151
实验七	果蔬总酸度测定	151
实验八	土壤中可溶性 SO_4^{2-} 的测定	152

第三部分 附 录

一、不同温度时水的饱和蒸汽压	155
二、弱酸、弱碱在水中的解离常数(298K)	156
三、溶度积常数(298K)	158
四、实验室常用指示剂	160
五、不同温度时水的密度	162
六、标准缓冲溶液的 pH 值与温度对照表	163
七、滴定分析常用基准物	164
八、常用酸碱溶液的浓度、密度和质量分数	164
九、常见离子和固体化合物的颜色	165
十、相对原子质量	168
参考文献	169

第一部分



实验基础

一、无机及分析化学实验目的和要求

无机及分析化学是高等农林院校一门重要的化学基础课程,也是一门实验科学。为了学生能够领会和掌握基本的化学理论、基础知识和化学实验技能,实验教学是一个必要的教学环节。因此,无机及分析化学实验在教学中具有极其重要的地位。

(一) 实验目的

1. 通过实验,学生可以获取化学现象变化的第一手感性知识,加深对课堂相关化学原理和基础知识的理解和掌握。

2. 通过实验,学生亲自动手,实践各种实验操作,学习和掌握无机及分析化学实验的基本操作方法和技能。

3. 通过实验,培养学生独立(或协作)工作和思考的能力。

4. 通过实验,培养学生准确、细致、整洁等良好科学研究习惯,培养学生实事求是的科学态度。

5. 通过实验,训练学生掌握科学研究的方法,激发学生今后开展专业科学研究的兴趣。

无机及分析化学实验的任务就是通过实验教学,顺利达到上述各项目的,为学生今后的专业学习和科研工作奠定坚实基础。

(二) 实验方法

为了达到理想的学习效果,学生要树立正确的学习态度,掌握良好的学习方法。无机及分析化学实验的学习步骤可以概括为以下几个方面。

1. 实验预习

(1) 认真阅读实验教材,参阅相关教科书和文献,明确实验目的,复习、熟悉相关化学理论。

(2) 熟悉实验内容、步骤,性质实验是验证实验,通过预习应该提前掌握和了解全部实验现象。

(3) 做好预习报告。

2. 实验

(1) 按照实验要求,认真操作,仔细观察,及时、准确地做好实验数据和现象的记录。

(2) 发现实验现象与理论之间的矛盾,坚持实事求是作风,认真分析和查找原因,尽量在实验室内得到圆满解释。

(3) 实验过程中要勤于思考, 仔细分析, 遇到问题及时解决。

3. 实验报告

(1) 性质实验重点是对实验现象加以解释, 定量实验则侧重于对数据进行处理、分析。

(2) 根据实验要求, 独立完成实验报告。

(3) 尽可能用化学语言(化学符号和化学反应式)解释和阐述相关实验现象和过程。

二、化学实验应注意的基本事项

化学实验常常伴随着危险, 无论怎样简单的实验, 都不能粗心大意。如果发生事故, 不仅使设备或人身受到伤害, 同时精神上亦会受到很大打击; 不仅会使自身受伤, 而且还会危及他人, 所以, 应该竭尽全力防止事故的发生。为此, 必须认真吸取前人的经验、教训, 避免重犯同样的错误。

(一) 实验前必须做好周密的准备

实验前, 不仅要对所用的实验装置及药品等进行认真的检查, 还必须按照实验的要求做好充分的准备工作。为了避免在着火时导致尼龙等衣料熔化, 衣着必须尽量穿得合适, 使之既不露出皮肤, 又能灵活地进行操作。同时, 实验时常常需要戴防护眼镜, 必要时, 还应戴手套或防护面具。

(二) 要遵照导师的指导进行实验, 决不可随意蛮干

采用不合适的操作方法或使用不安全的装置进行实验是发生实验事故的根源。因此, 实验时千万不可蛮干。一般不要在晚上独自进行实验。

(三) 必须经常估计到实验的危险性

实验事故虽不可预测, 但其危险性的大小是可以估计到的。即使对不大了解的实验, 也必须推测其危险程度并制订相应的预防措施。下面这类实验, 必须十分注意, 使之万无一失。

1. 不了解的反应及操作;
2. 存在多种危险性的实验(如发生火灾、毒气等);
3. 在苛刻的反应条件(如高温、高压等)下进行的实验。

(四) 必须充分做好发生事故时的预防措施并加以检查之后, 才能开始实验

实验前, 要先了解清楚需要关闭的主要龙头、电气开关, 灭火器或急救用的

喷水器的位置及操作方法,以及清理好万一发生事故时退避的道路,明确急救方法和联络信号等事项,才能开始实验。

(五) 不可忽视实验结束后的收拾处理事宜

实验后的收拾工作,亦属实验过程的组成部分。特别不可忽略回收溶剂和废液、废弃物以及废气等的处理。

三、化学实验安全基础知识

(一) 电器设备使用安全

1. 使用动力电时,应先检查电源开关、电机和设备各部分是否良好。如有故障,应先排除后,方可接通电源。使用电子仪器设备时,应先了解其性能,按操作规程操作,若电器设备发生过热现象或糊焦味时,应立即切断电源。

2. 电源或电器设备的保险丝烧断时,应先查明烧断原因,排除故障后,再按原负荷选用适宜的保险丝进行更换,不得随意加大或用其他金属线代用。

3. 特种电炉或电机等,应按要求接地,以防触电事故。

4. 注意保持电线和电器设备的干燥,防止线路和设备受潮漏电。

5. 实验室内不应有裸露的电线头;电源开关箱内,不准堆放物品。

6. 要警惕实验室内发生电火花或静电,尤其在使用可爆、可燃气体时,更需注意。如遇电线走火,应切断电源,用沙或二氧化碳灭火器灭火。

7. 不得擅自更改、移动或随意拆修电器设备。使用高压动力电时,应穿戴好绝缘胶鞋、手套,或用安全杆操作。

8. 实验时先接好线路,再开电源,实验结束时须先切断电源,再拆线路。

(二) 易燃气体安全

1. 经常检查易燃气体管道、接头、开关及器具是否有泄漏。

2. 在使用易燃气体或保存有易燃气管道、器具的实验室,应开窗保持通风。

3. 当发现实验室里有可燃气体泄漏时,应立即停止使用,撤离人员并迅速打开门窗或用抽风机排除,检查泄漏处并及时修理。在未完全排除前,不得点火,也不得接通电源。

4. 检查易燃气体泄漏处时,应先开窗、通风,使室内换入新鲜空气后,再按有关操作规程进行。严禁用火试漏!

5. 如果由于易燃气管道或开关装配不严,引起着火时,应立即关闭通向漏气处的开关或阀门,切断气源,然后用湿布或石棉纸覆盖以扑灭火焰。

6. 下班或人员离开使用易燃气的实验室前,应注意检查使用过的易燃气器具是否完全关闭或熄灭,以防内燃。室内无人时,禁止使用易燃气器具。

7. 使用煤气时,必须先关闭空气阀门,点火后,再开空气阀,并调节到适当流量。停止使用时,也要先关空气阀,后关煤气阀。

8. 临时出现易燃气供应停止时,一定要随即关闭一切器具上的开关、分阀或总阀。以防恢复供气时,室内充满易燃气,发生危险。

9. 在易燃气器具附近,严禁放置易燃易爆物品。

(三)有毒物品及化学药剂管理

1. 一切有毒物品及化学药剂,要严格按类存放保管、发放、使用,并妥善处理剩余物品和残毒物品。

2. 在实验中尽量采用无毒物质或少毒物质来代替有毒物,采用较好的实验方案、设施、工艺来减少或避免实验过程中有毒物质的扩散。

3. 注意保持个人卫生和遵守个人防护规程,绝对禁止在实验室内饮食、吸烟或存放食物。应穿戴好防护衣物;实验完毕及时洗手;工作时间内,须经仔细洗手、漱口后,才能在指定的房间饮水、用餐。

4. 产生少量有毒气体的实验应在通风橱内进行,通过排风设备将少量毒气排到室外;产生大量有毒气体的实验必须具备吸收或处理装置。在实验室无通风橱或通风不良、实验过程又有大量有毒物逸出时,实验人员应按规定分类使用防毒口罩或防毒面具,不得掉以轻心。

(四)实验室药品取用规则

1. 使用药品要做到“三不”

①不能用手接触药品;②不要把鼻孔凑到容器口去闻药品(特别是气体)的气味;③不得品尝任何药品的味道。

2. 注意节约药品

如果没有说明用量,一般应该按最少量取用液体(1~2 mL);固体只需盖满试管底部即可。

3. 用剩的药品要做到“三不”

①不能放回原瓶;②不要随意丢弃;③不要拿出实验室,要放入指定的容器内。

4. 实验中要特别注意保护眼睛

(五)高压气瓶使用安全

1. 高压气瓶必须直立放置、固定;气瓶远离热源,避免曝晒和强烈振动。

2. 高压气瓶的减压器要分类专用,安装时旋紧,防止泄漏;开、关减压器时,

动作必须缓慢;使用时应先旋动开关阀,后开减压器;用完,先关闭开关阀,放尽余气后,再关减压器,切不可只关减压器,不关开关阀。

3. 使用高压气瓶时,操作人员应站在与气瓶接口处垂直的位置上。操作时严禁敲打撞击,并经常检查有无漏气,应注意压力表读数。

4. 使用氧气瓶或氢气瓶等,应配备专用工具,并严禁与油类接触。操作人员不能穿戴沾有各种油脂或易感应产生静电的服装、手套操作,以免引起燃烧或爆炸。

5. 可燃性气体和助燃气体气瓶,与明火的距离应大于 10 m(的确难达到时,可采取隔离等措施)。

6. 用后的气瓶,应按规定留一定的(0.05 MPa 以上)残余压力,不可用完用尽。

7. 各种气瓶必须定期进行技术检查。充装一般气体的气瓶每年检验一次;如在使用中发现有严重腐蚀或严重损伤的,应提前进行检查。

(六) 爆炸性物质使用安全

化学药品的爆炸分为支链爆炸和热爆炸:①氢、乙烯、乙炔、苯、乙醇、乙醚、丙酮、乙酸乙酯、一氧化碳、煤气和氨气等可燃性气体与空气混合至爆炸极限,一旦有一热源诱发,极易发生支链爆炸;②过氧化物、高氯酸盐、叠氮铅、乙炔铜、三硝基甲苯等易爆物质,受震或受热可能发生热爆炸。防爆措施如下:

1. 对于防止支链爆炸,主要是防止可燃性气体或蒸汽散失在室内空气中,保持室内通风良好。当大量使用可燃性气体时,应严禁使用明火和可能产生电火花的电器。

2. 对于预防热爆炸,强氧化剂和强还原剂必须分开存放,使用时轻拿轻放,远离热源。

3. 在做带有爆炸性物质的实验时,应使用防爆炸的仪器和设备,如器壁坚固的容器、压力调节阀或安全阀、安全罩(套)等操作,切忌以脸面正对危险体,必要时应戴上防爆面具。

4. 实验前应弄清楚各种反应物和产物的物理、化学性质,设备的材料结构,实验的温度、压力等条件;实验中要远离其他发热体和明火、火花等。

5. 将气体充装入预先加热的仪器内时,应先用氮或二氧化碳排除原来的气体,以防意外。

6. 在任何情况下,对于危险物质都必须取用能保证实验结果的最小用量进行实验,且绝对禁止用火直接加热。

7. 在有爆炸性物质的实验中,不要用带磨口的仪器。干燥爆炸性物质时,应在惰性气体保护下进行或用真空干燥、干燥剂干燥。加热干燥时应注意自燃的可能性。

8. 严格分类保管好爆炸性物质,实验残渣余物要及时妥善销毁。

9. 除了防爆外,还要防灼伤。防灼伤除了防高温以外,液氮、强酸、强碱、强氧化剂、溴、磷、钠、钾、苯酚、醋酸等物质都会灼伤皮肤,应注意不要让皮肤与之接触,尤其防止溅入眼中。

(七) 实验室防火安全

1. 预防为主,杜绝火灾隐患。了解各类易燃易爆品知识及消防知识,遵守各种防火规则。

2. 防止煤气管、煤气灯漏气,使用煤气后一定要把阀门关好;乙醚、酒精、丙酮、二硫化碳、苯等有机溶剂易燃,切不可倒入下水道,以免集聚引起火灾;金属钠、钾、铝粉、电石、黄磷以及金属氢化物要注意使用和存放,尤其不宜与水直接接触。

3. 电线及电器设备起火时,须先切断总电源开关,再用四氯化碳灭火器灭火,并及时通知供电部门,不能用水或泡沫灭火器来扑灭燃烧的电线电器。

4. 衣服着火时,立即用毯子之类物品蒙盖在着火者身上,必要时也可用水扑灭;但不宜慌张跑动,避免使气流流向燃烧的衣服,使火焰增大。

5. 加热试样或实验过程中小范围起火时,应立即用湿石棉布或湿抹布扑灭明火,并拔去电源插头,关闭总电闸、煤气阀。易燃液体和固体(多为有机物)着火时,切不可用水去浇;范围较大的火情,应立即用消防沙、泡沫灭火器或干粉灭火器来扑灭;精密仪器起火,应用四氯化碳灭火器。

6. 实验室起火,不宜用水扑救,应冷静判断情况,采取适当措施灭火。根据不同情况,可选用水、沙、泡沫、 CO_2 或 CCl_4 灭火器灭火。

(八) 一般急救规则与应急处理方法

1. 烧伤急救

(1) 普通轻度烧伤,可用清凉剂擦于创伤处,并包扎好;略重的烧伤应立即送医院处理。

(2) 烧烫(灼)伤时,应迅速解脱衣服,清除皮肤上的化学药品后用大量水冲洗,以免深度烧伤,然后再按下述方法处理:受酸腐蚀时用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水冲洗,最后再用水冲洗,如果酸溅入眼内,用浓度为1%的碳酸氢钠溶液冲洗,禁止用稀氨水;受碱腐蚀时用醋酸($20\text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$)洗,最后用水洗,如果碱溅入眼内,可用硼酸溶液洗,再用水洗;烫伤,可用 KMnO_4 浓溶液擦患处,再擦凡士林或烫伤膏,同时视烧伤情况立即送医院救治或通知医院前来救治(注意:水泡不可自行刺破)。

2. 创伤的急救

小创伤可用消毒纱布清洗伤口,并用3.5%的碘酒涂在伤口周围,包扎起来。若出血较多,可用压迫法止血,同时处理好伤口,撒上止血消炎粉等,较紧地包扎起来即可。