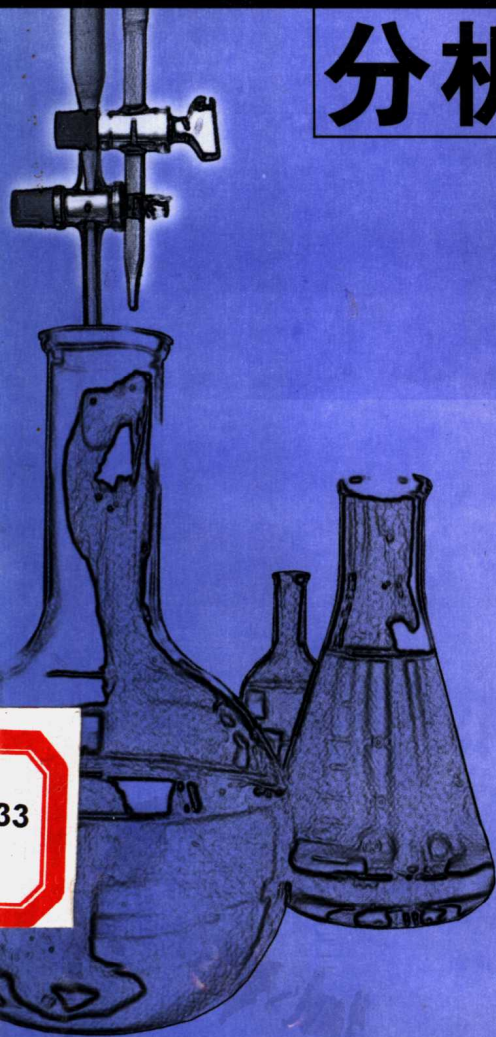


无机及 分析化学实验

徐勉懿 方国春 编著
潘祖亭 张正信



33

武汉大学出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

无机及分析化学实验/徐勉懿、方国春、潘祖亭、张正信编著. —武汉: 武汉大学出版社, 1991. 2

(高等学校教材)

ISBN 7-307-00474-7

I. 无… II. ①徐… ②方… ③潘… ④张… III. 高等学校—无机及分析—教材 IV. O315

责任编辑: 黄汉平

责任校对: 刘凤霞

版式设计: 支 笛

出版: 武汉大学出版社 (430072 武昌 珞珈山)

(电子邮件: epd@whu.edu.cn 网址: www.wdp.whu.edu.cn)

发行: 新华书店湖北发行所

印刷: 湖北省黄冈市新华印刷厂

开本: 850×1168 1/32 印张: 8 字数: 193 千字

版次: 1991 年 2 月第 1 版 2000 年 10 月第 2 次印刷

ISBN 7-307-00474-7/O·44 定价: 10.00 元

版权所有, 不得翻印; 凡购买我社的图书, 如有缺页、倒页、脱页等质量问题, 请与当地图书销售部门联系调换。

前 言

本书主要包括以下四方面内容：（一）无机及分析化学实验基础知识；（二）无机及分析化学实验常用仪器和基本操作；（三）无机及分析化学实验内容；（四）附录。基本操作部分简要地介绍了有关的原理和注意事项，并编写了训练基本操作的实验内容。无机化学实验部分包括酸碱、沉淀、配位、氧化还原反应、常见离子和某些生化物质的定性鉴定，分析化学实验部分则偏重于基础定量分析，同时也编写了部分结合生物学、环境科学等专业的实际样品分析。计算机在分析化学中的应用日益广泛，本书对这方面的内容也作了扼要的介绍，并安排了实验示例。

生物学有关专业无机及分析化学实验课约为 100 学时，为便于使用本教材的学校有选择的余地和对学学生有一定的参考价值，本书的内容较目前的教学学时要多一些。

本书在编写过程中，武汉大学分析化学教研室的许多同志给予了热情的支持和帮助，王志铿同志为《电子计算机在分析化学中的应用》实验提供了资料。武汉大学出版社金丽莉同志对本书进行了认真审阅，在此表示衷心的感谢。

由于编者水平有限，书中的错误和不足之处在所难免，敬希读者指正。

编 者

一九八九年十月于珞珈山

目 录

第一部分 无机及分析化学实验基础知识	1
一、实验规则	1
二、实验室安全与救护	1
三、纯水的制备及水质检验	3
四、玻璃器皿的洗涤	7
五、溶液的浓度及其配制	10
六、化学试剂的规格	13
七、常用干燥剂	14
八、电热鼓风干燥箱和恒温箱	16
九、电热恒温水浴	17
十、电动离心机	18
十一、电冰箱	19
十二、分析试样的制备	20
十三、实验报告、实验误差和数据处理	22
第二部分 无机及分析化学实验常用仪器和基本操作	25
一、煤气灯的使用	25
二、定性分析仪器和操作	26
三、盘式天平	32
四、分析天平	32
五、酸度计	45

六、标准缓冲溶液的配制与保存·····	53
七、滴定分析仪器和基本操作·····	55
八、重量分析仪器和基本操作·····	66
九、吸光光度法常用仪器和操作·····	74
十、常用分离方法·····	80
 第三部分 无机及分析化学实验·····	 91
实验一 酸碱反应·····	91
实验二 沉淀反应·····	94
实验三 配位反应·····	97
实验四 氧化还原反应·····	100
实验五 主族元素若干重要化合物的性质·····	105
实验六 过渡族元素若干重要化合物的性质·····	108
实验七 常见离子和某些生化物质的定性鉴定·····	112
实验八 阳离子系统分析示例·····	125
—— Pb^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Hg^{2+} 、 As(III) 混合溶液的分析	
实验九 醋酸离解度和离解常数的测定·····	128
实验十 硫酸亚铁铵的制备·····	131
实验十一 分析天平称重练习·····	133
实验十二 滴定分析操作练习·····	136
实验十三 工业纯碱中总碱量的测定·····	140
实验十四 硫酸铵中含氮量的测定(甲醛法)·····	144
实验十五 缓冲溶液的配制及 pH 值的测量·····	146
实验十六 磷酸的电位滴定·····	149
实验十七 硼酸含量的测定·····	152
实验十八 α -氨基酸的测定(非水滴定法)·····	155
实验十九 工业用水总硬度的测定·····	157
实验二十 铁铝混合液中铁、铝含量的连续测定·····	161

实验二十一	过氧化氢的测定	163
实验二十二	水中化学耗氧量(COD)的测定	165
实验二十三	硫酸亚铁铵中亚铁的测定	168
实验二十四	胆矾中铜的测定	170
实验二十五	维生素 C 含量的测定	173
实验二十六	植物中还原糖的测定	175
实验二十七	L-氨基酸的测定(溴酸钾—碘量法)	178
实验二十八	植物或肥料中钾的测定(重量法)	181
实验二十九	土壤中硫酸根离子的测定(重量法)	184
实验三十	氯化物中氯的测定(莫尔法)	186
实验三十一	邻二氮菲吸光光度法测定植物中的微量铁 (吸收曲线的绘制及配合物组成的测定)	188
实验三十二	双硫脲分光光度法测定水中汞的含量	191
实验三十三	铬天青 S 吸光光度法测定水中微量铝的 含量	193
实验三十四	土壤中铵态氮的测定(目视比色法)	195
实验三十五	土壤中有效磷的测定(吸光光度法)	197
实验三十六	水中铜的测定(吸光光度法)	200
实验三十七	核酸含量的测定(定磷法)	201
实验三十八	纸层析法分离氨基酸	203
实验三十九	分析化学实验方案设计示例	206
实验四十	计算机在分析化学中的应用示例	208
附录一	常见金属化合物在水中的溶解性	224
附录二	常用指示剂	225
附录三	常用酸碱的密度和浓度	228
附录四	定性分析溶液的配制	229
附录五	常用缓冲溶液的配制	234
附录六	常用基准物质的干燥条件和应用	236

附录七	定量分析仪器单.....	238
附录八	国际计量单位制(SI).....	240
附录九	化合物的式量表.....	242
附录十	国际原子量表.....	245
参考文献		247

第一部分 无机及分析化学 实验基础知识

一、实验规则

1. 实验前应认真预习实验原理、所需仪器、试剂、操作步骤以及注意事项。

2. 不迟到，不早退，保持实验室安静。

3. 实验过程中要正确操作，仔细观察，认真记录，培养严谨的科学学风。

4. 完成实验后，原始记录应交指导老师审阅，并按时写出实验报告。

5. 必须保持实验室的清洁整齐。废物应倒入废物缸内，不得倒入水槽或到处乱扔。

6. 严格遵守实验室各项制度。注意安全，爱护仪器，节约试剂、水、电及煤气等。

7. 每次实验课由班长安排同学值日。值日生要负责当天实验室的卫生、安全和一些服务性的工作。

二、实验室安全与救护

在进行无机及分析化学实验时，经常使用腐蚀性的、易燃、易爆或有毒的化学试剂；大量使用易损的玻璃仪器和某些精密分析仪器；使用煤气、水、电等。因此，重视安全操作，熟悉一般

的安全知识是非常必要的。

首先需要从思想上重视安全工作，切不可麻痹大意。在实验前应了解仪器的性能、化学试剂的性质和本实验中的安全事项等。在实验中应集中注意力，并严格遵守实验室安全守则。其次，要学会一般救护措施。一旦发生意外事故，可及时进行处理。

1. 严禁在实验室内饮食、吸烟，或把食具带进实验室。一切化学试剂禁止入口，实验完毕，必须洗净双手。

2. 不用湿的手、物接触电源。水、电、煤气使用完毕，应立即关闭。点燃的火柴用后应立即熄灭，不得乱丢。离开实验室时，应仔细检查水、电、煤气、门、窗是否均已关好。

3. 浓碱、浓酸具有强烈的腐蚀性，切勿溅在皮肤和衣服上。使用浓的硝酸、盐酸、硫酸、高氯酸和浓氨水等时，均应在通风橱中操作。试管加热时，切记不要使试管口向着自己或他人。如不小心将化学试剂溅到皮肤或眼里，应立即用水冲洗，并用5%碳酸氢钠溶液（酸腐蚀时采用）或5%的硼酸溶液（碱腐蚀时采用）冲洗，最后用水冲洗。

4. 使用四氯化碳、乙醚、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时，一定要远离火焰和热源。使用完后及时将试剂瓶塞严，放于阴凉处保存。低沸点的有机溶剂不能直接在煤气灯或电炉上加热，而应在水浴上加热。

5. 浓、热的高氯酸遇有机物易发生爆炸。若试样为有机物时，应先加浓硝酸加热，在有机物被破坏后，再加入高氯酸。蒸发高氯酸所产生的烟雾易在通风橱中凝聚，经常使用高氯酸的通风橱，应定期用水冲洗，以免高氯酸凝聚物与尘埃、有机物作用，引起燃烧或爆炸，造成事故。

6. 不要俯向容器去嗅放出的气味。面部应远离容器，用手把离开容器的气流慢慢地扇向自己的鼻孔。能产生有刺激性或有

毒气体（如 H_2S 、 HF 、 Cl_2 、 CO 、 NO_2 、 SO_2 、 Br_2 等）的实验必须在通风橱中进行。

7. 汞的化合物、砷的化合物、氰化物等剧毒物品，使用时应特别小心。氰化物不能加入酸，因作用时产生 HCN ，剧毒！氯化物废液应倒入碱性亚铁盐溶液中，使其转化为亚铁氰化铁盐类，然后作废液处理。严禁直接倒入下水道或废液缸中。

8. 金属汞易挥发，并通过呼吸道进入人体内，逐渐积累而引起慢性中毒。所以做金属汞的实验应特别小心，不得将汞洒落桌面上或地面上。一旦洒落，必须尽可能收集起来，并用硫黄粉盖在洒落的地方，使汞转变为不挥发的硫化汞。

9. 如发生烫伤，可在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤软膏，严重者应立即送医院治疗。实验室如发生火灾，要立即一面灭火，一面防止火势蔓延（如采取切断电源、移走易燃易爆物品等措施）。灭火应针对起因采用合适的方法。酒精及其他可溶于水的液体着火时，可用水灭火；汽油、乙醚等有机溶剂着火时，用砂土扑灭，而不能用水，否则反而扩大燃烧面；电器或电线着火时，不能用水或泡沫灭火器，应首先切断电源，并用 CCl_4 灭火器灭火。实验人员衣服着火时，切勿惊慌乱跑，应赶快脱下衣服，或用石棉布、湿抹布覆盖着火处。

10. 实验中产生的某些有毒气体、液体和固体，都需及时排弃。这类废物不应直接排放，必须先适当处理才能排弃，以防污染环境。

三、纯水的制备及水质检验

1. 纯水及其制备

在无机及分析化学实验中，根据任务及要求的不同，对水的

纯度要求也不同。对于一般的化学实验，采用蒸馏水或去离子水即可；对于超纯物质的分析，则应采用“超纯水”。

纯水并不是绝对不含有杂质，并且随着制备方法和所用仪器的材料不同，所含杂质的种类和量也有所不同。如采用铜蒸馏器制备的水中含有少量的铜离子；用玻璃蒸馏器制备的水中则含有少量的钠离子和硅酸根离子等；而采用离子交换法或电渗析法制备的水，常含有少量的微生物和某些有机物等。

由于空气中的二氧化碳可溶于水中，所以一般纯水的 pH 值常小于 7.0，约为 5.0~6.0。

纯水的制备常用以下三种方法：

(1) 蒸馏法

目前使用的蒸馏器有玻璃、石英和铜等材料制成的。蒸馏法只能除去水中非挥发性的杂质，并不能除去溶解在水中的气体。不同材料的蒸馏器蒸馏出的纯水中所带的杂质含量如表 1-1。

表 1-1 蒸馏水中杂质的含量

蒸馏器名称	杂 质 含 量 (ppb)				
	Mn ²⁺	Cu ²⁺	Zn ²⁺	Fe ³⁺	Mo (VI)
铜	1	10	2	2	2
石 英	0.1	0.5	0.04	0.02	0.001

(2) 离子交换法

用离子交换法制备的纯水称为去离子水。目前一般采用阴、阳离子交换树脂的混合床装置。本法的优点是：成本低，树脂可再生后反复使用；制备水量大，去离子能力强。缺点是设备与操作比较复杂，不能除去有机物等非电解质杂质，并有微量树脂溶在水中。去离子水中杂质的含量见表 1-2。

(3) 电渗析法

表 1-2

去离子水中杂质含量

杂质项目	Cu ²⁺	Zn ²⁺	Mn ²⁺	Fe ³⁺	Mo (Ⅵ)	Mg ²⁺	Ca ²⁺	Sr ²⁺	
含量 (ppb)	<0.002	0.05	<0.02	0.02	<0.02	2	0.2	<0.06	
杂质项目	Ba ²⁺	Pb ²⁺	Cr ³⁺	Co ²⁺	Ni ²⁺	B	Sn	Si	Ag
含量 (ppb)	0.006	0.02	0.02	<0.002	0.002	可检出			

电渗析法是在外电场的作用下, 利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而使杂质离子自水中分离出来。该方法除去杂质的效率较低, 适用于要求不很高的实验。

2. 纯水质量的检验

纯水质量的检验有物理方法和化学方法两类。结合一般无机及分析化学实验的要求, 水质检验的主要项目如下:

(1) 电阻率

水的电阻率越高, 表示水中的离子越少, 水的纯度越高。25℃时, 电阻率为 $1.0 \times 10^6 \sim 10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水称为纯水, 电阻率大于 $10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水称高纯水。高纯水应贮存在石英或聚乙烯塑料容器中。各级水的电阻率见表 1-3。

表 1-3

各级水的电阻率

水的类型	电阻率 (25℃), $\Omega \cdot \text{cm}$
自来水	~1900
一次蒸馏水 (玻璃)	~ 3.5×10^5
三次蒸馏水 (石英)	~ 1.5×10^6
混合床离子交换水	~ 12.5×10^6
28 次蒸馏水 (石英)	~ 16×10^6
绝对水 (理论上最大的电阻率)	18.3×10^6

(2) pH 值

用酸度计测定与大气相平衡的纯水的 pH 值，一般为 6.0 左右。用简易的化学方法检定时，取两支试管，在其中各加水 10ml，一管中滴加 0.2% 甲基红指示剂（变色范围 pH4.4~6.2）2 滴，不得显红色；另一管中滴加 0.2% 溴百里酚蓝指示剂（变色范围 pH7.6~9.6）5 滴，不得显蓝气。

(3) 氯化物

取 20ml 水于试管中，用 HNO_3 (1+3) 1 滴酸化，加入 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{AgNO}_3$ 溶液 1 滴，如有白色乳状物，则此水质不合格。

(4) 硅酸盐

取 30ml 水于一小烧杯中，加入硝酸 (1+3) 5ml，5% 钼酸铵溶液 5ml，室温下放置 5 分钟，加入 10% 亚硫酸钠溶液 5ml，观察是否出现蓝色。如呈现蓝色，则不合格。

(5) Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等金属离子

① Cu^{2+} 取 10ml 水于试管中，加入盐酸 (1+1) 溶液 1 滴，摇匀，加入 1~2ml 0.001% 双硫脲及 CCl_4 1~2ml，观察 CCl_4 层中是否呈现浅蓝色或浅紫色，如出现上述颜色则不合格。

② Pb^{2+} 取 10ml 水于试管中，加入 10% 柠檬酸 1~2ml，10% KCN（剧毒！）1ml，并加入 0.001% 双硫脲 1ml， CCl_4 2ml，观察 CCl_4 层中颜色的变化。如呈现粉红色则此水质不合格。

③ Zn^{2+} 取水 10ml 于试管中，加入 HAc-NaAc 缓冲液 5ml，加入 10% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液 0.5ml，摇匀后加入 0.001% 双硫脲 1ml，如溶液呈现蓝紫色则不合格。

以上 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 的量 $< 1\mu\text{g}/10\text{ml}$ 均可检验出来（检出限量 $< 0.1\text{ppm}$ ）。

另一种简易检查金属离子的方法如下：

取水 25ml，加 0.2% 铬黑 T 指示剂 1 滴， $\text{pH}=10.0$ 的氨缓

冲溶液 5ml, 如呈现蓝色, 说明 Fe^{3+} 、 Zn^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等阳离子含量甚微, 水质合格。如呈现紫红色, 则说明水不合格。

四、玻璃器皿的洗涤

无机及分析化学实验中所使用的玻璃器皿应该洁净, 器皿不清洁或被污染会造成较大的实验误差, 甚至会出现相反的实验结果。洁净的玻璃器皿的内壁应能被水均匀地润湿而不挂水珠, 并且无水的条纹。

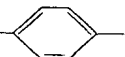
实验中常用的试管、烧杯、锥形瓶和量筒等一般的玻璃器皿, 先用自来水洗刷至无污物, 选用合适的毛刷沾去污粉或合成洗涤剂粉刷洗内外壁 (特别是内壁)。再用自来水冲洗干净, 然后用蒸馏水或去离子水冲洗 2~3 次。

移液管、容量瓶和滴定管等具有精确刻度的玻璃器皿, 视其弄脏的程度, 恰当地选择洗涤液。因为铬酸洗液有毒, 用铬酸洗液洗涤过的玻璃器皿表面常含有痕量的含铬化合物, 故近年来较少使用, 现多采用合成洗涤剂或洗衣粉。近年来也有人采用王水洗涤玻璃器皿, 效果很好, 但王水不稳定, 使用时应现配现用。

光度分析中使用的比色皿, 系光学玻璃制成, 不能用毛刷刷洗, 通常用盐酸-乙醇、合成洗涤剂或铬酸洗液洗涤后, 再用自来水冲洗干净, 然后用蒸馏水润洗几次。

实验室常用的洗涤剂种类如下:

1. 合成洗涤剂或洗衣粉

市售的洗衣粉是以十二烷基苯磺酸钠 ($\text{C}_{12}\text{H}_{25}$ —)

SO_3Na) 为主, 另含有少量的十二烷基硫酸钠和十二烷基磺酸钠, 属于阴离子表面活性剂。此物质适合洗涤被油脂或某些有机物沾污的容器。

2. NaOH-KMnO_4 水溶液

称取 10g KMnO_4 于 250ml 烧杯中, 加入少量水使之溶解, 向该溶液中慢慢加入 100ml 10% NaOH 溶液, 混匀后储存在带有橡皮塞的玻璃瓶中备用。此洗涤液适用于洗涤油污及有机物沾污的器皿。用此洗涤液洗后的器皿上如残留有 $\text{MnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 沉淀物, 可用 $\text{HCl} + \text{NaNO}_2$ 混合液洗涤。

3. KOH -乙醇溶液

适合于洗涤被油脂或某些有机物沾污的器皿。一般配制成 W/V 百分浓度的溶液。

4. HNO_3 -乙醇溶液

适合于洗涤油脂或有机物质沾污的酸式滴定管。使用时先在滴定管中加入 3ml 乙醇, 沿壁加入 4ml 浓硝酸, 用小表面皿, 或小滴帽盖住滴定管。让溶液在管中保留一段时间, 即可除去污垢。

5. HCl 乙醇 (1+2) 洗涤液

适合于洗涤被有颜色的有机物沾污的比色皿。

6. 铬酸洗液

称取 10g 工业纯 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 置于 400ml 烧杯中, 加少量水溶解后, 慢慢加入 200ml 粗硫酸 (工业纯), 边加边搅。配制好的溶

液应呈深红色，待溶液冷却后转入玻璃瓶中备用。因浓硫酸易吸水，应用磨口玻璃塞子塞好。容量仪器使用铬酸洗液时应特别小心。铬酸洗液为强氧化剂，腐蚀性很强，易烫伤皮肤，烧坏衣物，且铬有毒，使用时应注意安全，绝对不能用口吸，只能用洗耳球。具体操作如下：

(1) 使用洗液前，必须先将仪器用自来水和毛刷刷刷，倾尽水，以免洗液被稀释降低洗涤效果。

(2) 用过的洗液不能随意乱倒，应倒回原瓶，以备下次再用。当洗液变为绿色而失效时，绝不能倒入下水道，只能倒入废液缸内，另行处理。

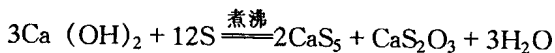
(3) 用洗液洗涤后的仪器，应先用自来水冲净，再用蒸馏水润洗内壁 2~3 次。

必须指出，洗液不是万能的，认为它能洗去任何污垢的看法是不正确的。例如被 MnO_2 沾污的器皿，用洗液洗是无效的。在这种情况下，宜用盐酸- NaNO_2 的酸性溶液或盐酸羟胺等还原剂洗涤，效果较好。

有时，玻璃器皿的附着物可用下述方法处理：

沾附在器壁上的氢氧化铁、二氧化锰，可用盐酸处理。

附在器壁上的硫磺用煮沸的石灰水清洗。反应方程式如下：



铜或银附在器壁上，用硝酸处理。难溶的银盐可用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液浸洗。

瓷研钵的洗涤，可取少量食盐放在研钵内研洗，倒出食盐，再用水洗。

蒸发皿或坩埚上的污垢，可用浓硝酸或王水洗涤。

另外，用纯水洗涤玻璃器皿时，应顺壁冲洗并摇荡，每次用水量少，多洗几次，这样清洗好、快、省。

五、溶液的浓度及其配制

1. 溶液浓度的表示方法

(1) 摩尔和浓度

摩尔 (mol) 是“物质的量”的单位, 是国际单位制 (SI) 的基本单位。其定义为:

①摩尔是一系统中物质的量, 该系统所包含的基本单元数与 0.012kg 碳-12 的原子数目相等。

②在使用 mol 时, 基本单元应予指明, 可以是原子、分子、离子、电子及其他粒子, 或是这些粒子的特定组合。

当物质含有 6.023×10^{23} 个微粒时, 这种物质的量称为 1 摩尔。1 摩尔物质的质量, 其单位为 $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ 。任何原子、分子或郭的摩尔质量, 当单位为 $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ 时, 数值上等于其原子量、分子量或离子式量。例如:

水的摩尔质量是 $18.0152 \text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$;

OH^- 离子的摩尔质量是 $17.0073 \text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$;

清蛋白分子 (分子量 68 000) 的摩尔质量是 $68\,000 \text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ 。

物质 B 的浓度或物质的量浓度 (C_B), 其定义是:

$$C_B = n_B / V$$

式中 n_B 为 B 物质的量, V 为混合物的体积, C_B 的 SI 单位为 $\text{mol} \cdot \text{m}^{-3}$, 常用单位为 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

(2) 其他浓度的表示方法

①体积比浓度 (V/V)

液体试剂用水稀释或液体试剂相互混合时, 常用体积比浓度表示。例如: 盐酸溶液 (1+3), 即为 1 体积原装浓盐酸与 3 体积水混合。