

无机及分析化学实验

WUJI JI FENXIHUAXUE SHIYAN

高雯霞 谢红伟 © 主 编

无机及分析化学实验

高雯霞 谢红伟 © 主编

贵州大学出版社
Guizhou University Press

图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验 / 高雯霞, 谢红伟主编. -- 贵阳 : 贵州大学出版社, 2014.8
ISBN 978-7-81126-693-1

I. ①无… II. ①高… ②谢… 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. ①061-33 ②065-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2014)第176520号

无机及分析化学实验

编者: 高雯霞 谢红伟
责任编辑: 但明天
出版发行: 贵州大学出版社
印刷: 贵阳快捷彩印有限公司
开本: 787 毫米 × 1092 毫米 1/16
印张: 11.25
字数: 281 千字
版次: 2014 年 8 月 第 1 版
印次: 2014 年 8 月 第 1 次印刷
书号: ISBN 978-7-81126-693-1
定价: 24.00 元

版权所有 违权必究

本书若出现印装质量问题, 请与出版社联系调换

电话: 0851-5981027

内 容 简 介

本书为贵州省高等学校教学内容和课程体系改革项目“大学化学实践教学模式及平台建设的探索与实践”的研究成果，是与全国农业院校《无机及分析化学》课程基本内容相配套的高等学校实验教材。全书共分7章，由绪论、实验室基本知识、基本仪器及基本操作、分析结果的误差及数据处理、基础实验、综合实验、设计性实验等内容组成，并配有常用缓冲溶液的配制、常用基准物质及其干燥条件与应用等附录。

本书可作为农业院校农学类、林学类、动物科学类、生物科学类、制药、食品等专业的基础课实验教材或参考书，也可供全国高等院校非化学专业不同层次的学生和教师及相关人员使用。

前 言

《无机及分析化学实验》是农、林、牧、生物等非化学类专业的重要基础课程之一。开设《无机及分析化学实验》课程,不仅能够加深学生对理论课知识的理解,还可提高学生的实际动手能力和独立解决问题的能力,为后续相关课程的学习打下基础。

化学是一门实验性科学,化学定律和学说都源于实验,同时又为实验所检验。开设化学实验课是实施全面化学教育的一种有效的教育途径。《无机及分析化学实验》由编者以近年来相关实验讲义为基础,根据多年来从事无机及分析化学实验的教学经验编写而成。该书注重与理论教材的衔接,强调其系统性和相对独立性。

全书以加强基础训练和注重能力培养为主线,由浅入深,按以下顺序进行内容编写:

- 第1章 绪论 介绍学习无机及分析化学实验的目的和学习方法;
- 第2章 实验室基本知识 包括实验室规则、安全守则、常见事故及三废的处理等;
- 第3章 基本仪器及基本操作 着重介绍常用仪器的规格、基本操作及注意事项;
- 第4章 分析结果的误差及数据处理 阐述定量分析的误差种类及减免方法和实验数据的处理方法;
- 第5章 基础实验 结合《无机及分析化学》理论课程的教学内容,对重要的理论和知识设置相应的实验;
- 第6章 综合实验 将相关知识相互结合、应用,培养学生综合思考问题和解决问题的能力;
- 第7章 设计性实验 让大一学生运用所学《无机及分析化学》理论及实验知识针对拟定项目设计实验过程进行实验,报告分析结果,旨在培养学生的创新能力。

书后列有若干附录,以便学生对有关数据的查阅。

参加本书编写的教师有高雯霞(第1章~第4章和第5章的实验十及第7章的实验三)、谢红伟(第5章的实验二至实验五和第7章的实验一和实验二)、叶玉萍(第5章的实验七、实验八、实验九、实验十二和实验十三)、吴英(第5章的实验十四和实验

十五与第6章的实验一)、张广义(第5章的实验一、实验六、实验十六和实验十七)、吕利宾(第5章的实验十一和第6章的实验五)、张文(第6章的实验二至实验四)。前7个附录由谢红伟、叶玉萍录入,后6个附录由高雯霞录入。全书由高雯霞、谢红伟统稿。本书初稿承蒙贵州大学周芝骏教授主审,并且提出了许多宝贵的修改意见和建议,在此表示感谢。

由于作者水平有限,书中难免存在错误和遗漏之处,敬请各位专家和广大读者批评、指正。

编者

目 录

第 1 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
第 2 章 实验室基本知识	3
2.1 实验室规则	3
2.2 实验室安全守则	4
2.3 实验室事故的一般处理	4
2.4 实验室“三废”的处理	6
2.5 实验室用水	7
2.6 实验室化学试剂	8
第 3 章 基本仪器及基本操作	10
3.1 化学实验基本仪器	10
3.2 化学实验基本操作	16
3.2.1 玻璃仪器的洗涤和干燥	16
3.2.2 基本度量仪器的使用方法	18
3.2.3 固体和液体的分离	23
3.2.4 溶解与结晶	26
3.2.5 干燥器的使用	27
3.2.6 电子分析天平	28
3.2.7 分光光度计	30
3.2.8 酸度计	32

第4章 分析结果的误差及数据处理	34
4.1 误差的表示方法	34
4.1.1 准确度与误差	34
4.1.2 精密度与偏差	35
4.1.3 准确度与精密度的关系	36
4.2 误差的分类和减免	37
4.2.1 系统误差	37
4.2.2 随机误差	37
4.2.3 误差的减免	38
4.3 数据处理与结果报告	39
4.3.1 可疑值的取舍	39
4.3.2 分析结果报告	41
4.3.3 有效数字及运算规则	41
第5章 基础实验	45
实验一 硫酸铜的提纯	45
实验二 溶液的配制和比较滴定	48
实验三 HCl 标准溶液的标定	54
实验四 NaOH 标准溶液的标定	58
实验五 氨水中氨含量的测定	61
实验六 醋酸解离常数和解离度的测定	64
实验七 高锰酸钾标准溶液的配制与标定	67
实验八 过氧化氢含量的测定	71
实验九 重铬酸钾法测定亚铁盐中铁的含量	74
实验十 硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	77
实验十一 水果中抗坏血酸 (V_C) 含量的测定	80
实验十二 EDTA 标准溶液的配制与标定	84

实验十三 水的硬度测定	88
实验十四 磺基水杨酸合铁(III)配合物的组成及稳定常数测定	92
实验十五 饮料中防腐剂含量的测定	96
实验十六 性质实验(一)	99
实验十七 性质实验(二)	107
 第6章 综合实验	115
实验一 含Cr(VI)废液的处理及Cr(VI)含量测定	115
实验二 食用米醋中总酸量和氨基酸中氮含量的测定	118
实验三 过氧化钙的制备及其含量分析	123
实验四 蛋壳中Ca、Mg含量的测定	127
实验五 三草酸合铁(III)酸钾的制备及其成分分析	133
 第7章 设计性实验	136
实验一 混合碱含量的测定	136
实验二 补钙制剂中Ca含量的测定	139
实验三 碘盐的制备与碘含量的测定	142
 附录	144
附录A 几种常用酸/碱的密度和浓度	144
附录B 常用缓冲溶液的配制	145
附录C 常用基准物质及其干燥条件与应用	146
附录D 常用标准溶液的配制和标定	147
附录E 元素的相对原子质量	150
附录F 一些化合物的相对分子质量	151
附录G 化学试剂等级标志	155
附录H 常用指示剂	155

附录 I 常用弱电解质在水中的标准解离常数·····	158
附录 J 常见难溶电解质的溶度积·····	160
附录 K 常见配离子的稳定常数·····	162
附录 L EDTA 配合物的稳定常数·····	163
附录 M 标准电极电势·····	164
参考文献·····	169

第1章 绪论

1.1 无机及分析化学实验的目的

无机及分析化学实验课是农、林、牧、生物等非化学类专业重要的基础课之一，它集知识传授、能力培养和素质教育于一体。目前大多数高等院校都单独设课，并具有独立的学分。开设这门课的主要目的在于：

- 通过本门课程的学习，加深学生对无机及分析化学基本理论和基本知识的理解与掌握，学会运用所学的相关知识来指导实验、设计实验。
- 学习无机及分析化学实验的基本操作方法和技能技巧，提高学生的动手能力和独立解决问题的能力，为后续相关课程的学习打下基础。
- 在实验的预习、准备、完成过程中，学生不仅建立了“量”的概念，还培养了严谨的科学态度和实事求是、一丝不苟、创新、存疑等科学作风。

1.2 无机及分析化学实验的学习方法

无机及分析化学是一门实验性很强的学科，要做好每一个实验并获得相应的知识和技能，必须做到以下几点。

1. 实验课前充分预习、完成预习报告

课前预习包括仔细阅读实验内容，查阅相关资料，观看实验操作录像，对本次实验的大致情况有一个基本的了解。预习报告的内容有：实验目的、实验的基本原理、实验步骤、课后问题等内容。只有这样，才可避免实验过程中的“照方抓药”“知其然而不知其所以然”的现象。做好实验，可以提高实验的收效。

2. 实验课上认真听讲、积极参与讨论

在实验课上,教师首先对本次实验的原理、操作和内容等进行讲解,并和学生进行充分的讨论。通过教师讲解和同学的讨论,加深学生对实验基本原理、实验步骤、实验数据的处理方式、实验过程中的注意事项等的理解,进一步弄清楚实验的每一个环节。

3. 实验过程认真操作、仔细观察并做好详细记录

实验过程中要按照正确的操作步骤独立或相互配合,认真进行实验操作,及时正确地观察与记录实验现象,获取实验数据并进行结果分析总结。这一过程教师会对学生的实验基本操作加以指导,对学生在实验基本操作中存在的问题给予及时纠正,争取每一次实验都能有较好的实验结果。

4. 实验课后及时分析总结,写好实验报告

在书写实验报告时,通常按顺序依次书写,内容包括:实验目的、实验原理、实验步骤、实验结果及实验数据记录与处理、思考题和实验总结。实验原理和实验步骤应根据预习理解后进行归纳总结,不要照抄书本;实验总结要对本次实验中的一些异常现象或问题进行讨论,并做好本次实验需要特别注意的方面。

实验报告是对实验的总结,写好实验报告是对每一个实验相关内容的一次很好的复习、巩固和提高,是培养学生思维能力、书写能力和总结能力的有效方法,是科学训练的主要内容。实验课后指导教师会对学生的实验报告进行认真、详细的批改,指出实验报告中的错误,以及从实验报告中反映出来的学生在实验过程中可能存在的问题,并与学生进行及时交流,同时倡导学生对实验的内容及实验中出现的“异常现象”提出自己的见解,并在实验报告中予以充分讨论,教师对此类报告将给予充分肯定和鼓励。

第2章 实验室基本知识

2.1 实验室规则

学生在进入实验室前要仔细阅读实验教材中与该次实验内容相关的章节，明确实验目的，了解实验原理、主要操作步骤、数据处理方法及安全注意事项，只有完成了预习报告方可进入实验室。

遵守纪律，做到不迟到、不早退，更不能缺席。实验结束后必须经过实验指导教师的同意方可离开实验室。实验过程中应保持室内安静，不得嬉戏喧闹。

实验前认真清点仪器，若有损坏或缺少应立即报告指导教师，并按规定手续补领。实验过程中若损坏仪器，要填写仪器报损单，经教师签字后方可换取。实验结束后，应将所用仪器清理干净，将物品放回原处，并将桌面打扫干净。值日生应负责做好整个实验室的清洁。

实验过程中要仔细观察，将观察到的现象和测定的数据如实地记录在报告本上，不能用铅笔记录，也不能记录在小纸片、草稿纸或书上。对实验内容或操作有疑问时，可提出改进意见，但实施前一定要与指导教师商讨，经同意后方可实施。

在实验过程中，应随时保持工作区域内的整洁。火柴棍、用后的试纸、滤纸和碎玻璃等废物品只能丢入垃圾桶，不得丢入水槽，以免堵塞下水道。有毒物质或腐蚀性的化学废液、废渣，要分类收集在指定容器中，以便集中处理。

实验结束后，根据原始记录进行数据处理，按要求完成实验报告，并按时交给实验指导教师批阅。

2.2 实验室安全守则

在进行化学实验时，会经常使用水、电、煤气和易燃、易爆或有毒药品及各种仪器，如果不遵守操作规程，不仅会造成实验失败，还会引发事故。为了避免意外事故发生，学生和指导教师必须严格执行实验室安全守则。

(1) 做化学实验期间，必须穿长袖实验服，长发（过肩）应扎起或藏于帽内。严禁穿拖鞋和衣冠不整者进入实验室。

(2) 禁止在实验室内饮食、吸烟或把食具带进实验室。

(3) 水、电、煤气、酒精灯等一经使用完毕应迅速关闭，更不要用湿手接触电源。

(4) 加热时要严格遵守操作规程，严禁将任何灼热物品直接放在实验台上。易燃、易爆、易挥发物品的实验，应在离火源较远处进行。

(5) 未经许可，严禁任意混合各种化学药品，以免发生爆炸、灼伤等意外事故。

(6) 浓酸、浓碱等具有强腐蚀性，使用时要格外小心，不能让这类试剂溅在皮肤和衣服上。稀释浓酸（特别是硫酸）时，应将酸注入水中，切勿将水注入酸中。

(7) 倾注药剂或加热液体时，不要俯视容器或将容器开口对着人，以防液体溅出造成伤害。

(8) 不要俯向容器嗅闻实验中放出气体的气味，面部应远离容器，再用手把离开容器的气流慢慢扇向自己的鼻孔。

(9) 实验过程中如果发生意外事故，要保持冷静，并立即报告实验指导教师。

(10) 实验结束后，应将手洗净再离开实验室。值日生和最后离开的实验室工作人员应负责检查水、电、煤气的开关，关好门窗。

2.3 实验室事故的一般处理

1. 划伤

先取出伤口内异物，再用水冲洗干净伤口，然后涂以紫药水（或红汞、碘酒），也可贴上“创可贴”。若出现大量出血，应让伤者平卧，抬高出血部位，压住附近动脉，

并用绷带绑住伤口，立即送医院救治。

2. 烫伤

不要用水洗涤受伤处，也不要弄破水泡。皮肤未破，可在烫伤处涂以烫伤膏或万花油；皮肤已破，可涂些紫药水或1%的 KMnO_4 溶液。若大面积烫伤，可用纱布包扎后送往医院救治。

3. 酸灼伤

浓硫酸灼伤皮肤一般呈黑色，硝酸灼伤呈灰黄色，盐酸灼伤呈黄绿色。皮肤被酸灼伤后应先用大量自来水冲洗（当皮肤被浓硫酸灼伤时，应先用干抹布吸取浓硫酸再用水冲洗，以免浓硫酸水合时强烈放热而加重伤势），再用饱和 Na_2CO_3 溶液（或稀氨水、肥皂水）处理后再用水冲洗。如果酸液溅入眼内，应立即用大量水长时间冲洗，再用2%的硼砂溶液清洗，然后用水洗净或送医院诊治。

4. 碱灼伤

先用水冲洗，然后用2%的 HAc （醋酸）溶液冲洗，再用水冲洗。如果碱液溅入眼内，应立即用大量水长时间冲洗，再用3%的硼酸溶液清洗，接着用水洗净或送医院诊治。

5. 溴灼伤

液溴或溴蒸气对皮肤和黏膜具有强烈的刺激性和腐蚀性，液溴与皮肤接触会产生剧烈疼痛且易造成难以治愈的创伤，溴蒸气能引起头晕、头疼、咳嗽和鼻出血，重者死亡。当溴灼伤皮肤时，先用苯或甘油涂抹，再用大量水冲洗。若不慎吸入溴蒸气，可吸入氨气和新鲜空气解毒。

6. 白磷灼伤

磷通过皮肤进入肌体后会引发骨骼脱钙，造成蛋白质和脂肪代谢障碍。当皮肤被白磷灼伤时，应及时脱去衣物，用清水冲洗，然后用5%的 CuSO_4 溶液或浓 KMnO_4 溶液轻涂伤处，并包扎送医院救治。不能将伤口暴露在空气中，不能涂抹油脂类物质。

7. 吸入刺激性、有毒气体

吸入 Cl_2 、 HCl 气体后，可吸入少量酒精和乙醚混合蒸气使之解毒；吸入 H_2S 或 CO 气体感到不适，应立即到室外呼吸新鲜空气。注意 Cl_2 、 Br_2 中毒不可进行人工呼吸， CO 中毒不能使用兴奋剂。

8. 毒物进入口内

若毒物尚未吞下，应立即吐出，再用水清洗口腔；若已吞下，可将10~15mL稀

CuSO_4 溶液用温水送服, 然后用手指伸入咽喉部位, 设法呕出毒物, 再送医院救治。

9. 着火

实验中万一不慎着火, 切莫惊慌失措, 应沉着、冷静应对。针对不同的起火原因宜采用合适的方法灭火, 一般小火可用石棉网、湿布覆盖灭火; 有机溶剂、金属钾、钠着火, 要用干燥的细沙子或灭火毯覆盖; 火势大时可用泡沫灭火器; 电气设备引起的火灾, 只能用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火, 而不能使用泡沫灭火器, 以免触电; 若衣服着火, 应赶快脱下或用灭火毯覆盖着火处。

2.4 实验室“三废”的处理

“三废”是指废气、废液和废渣。化学实验室大多数废气、废液和废渣都是有毒物质, 其中有些还是剧毒物质或致癌物质, 如果直接排放会污染环境, 损害人体健康, 所以必须经过适当处理后再排放。

化学实验室所产生的废气主要有 CO 、 CO_2 、 SO_2 、氮氧化物等。实验中产生的少量有毒气体可通过排风设备排出室外, 再经空气稀释。当实验中产生的毒气量较大时, 必须经过吸收处理才能排出, 如 SO_2 、氧化氮等酸性气体, 可用碱液吸收。

废液是化学实验室的主要废弃物, 其种类繁多, 组成变化大, 主要成分有: 酸性废液、碱性废液、含铬废液、有机废液等, 通常应根据废液的性质采用不同的方法进行净化处理。

①少量废液常用大量水稀释达标后排放。

②无机废酸、废碱可根据酸碱中和反应的原理, 调其 pH 至 6 ~ 8 后排放。

③氰化物是剧毒物质, 含氰废液只能在碱性条件下处理, 以免气态 HCN 挥发, 危害操作人员。通常先加入 NaOH 将废液调至 $\text{pH} > 10$, 再加入漂白粉或过量的次氯酸钠, 使氰化物完全分解后方可排放。

④含铬废液可加入还原剂 (如 FeSO_4 、 Na_2SO_3), 在酸性条件下将 Cr(VI) 还原成 Cr^{3+} , 再加入 NaOH 或 Na_2CO_3 使其形成 Cr(OH)_3 沉淀。清液可排放, 沉淀经干燥后与煤渣一起焙烧、填埋。

⑤金属汞易挥发, 若不小心洒落在地面或桌子上, 必须尽可能收集起来, 并用硫磺粉覆盖在洒落的地方, 使其转化为不挥发的 HgS 沉淀。对于含汞废液, 可调其 pH 至

8 ~ 10 后再加 Na_2S 和共沉淀剂 FeSO_4 , 将 HgS 完全沉淀下来, 静置、分离。清液可排放, 残渣用焙烧法回收汞或制成汞盐。

⑥可燃性有机废物可完全燃烧生成 CO_2 和 H_2O , 也可经蒸馏回收使用。

⑦含铅、镉的废液, 先用碱将其 pH 调至 8 ~ 10, 生成 $\text{Pb}(\text{OH})_2$ 、 $\text{Cd}(\text{OH})_2$ 沉淀, 再加入共沉淀剂 FeSO_4 , 将沉淀物与其他无机物一起烧结处理, 清液可排放。

⑧在含砷废液中加入 CaO , 使 $\text{pH}=8$, 并在 Fe^{3+} 存在时与砷酸钙和亚砷酸钙共沉淀。

对有毒的废渣应及时处理, 有价值的可进行回收, 少量无价值的应作焚烧处理或在指定地点深埋。

2.5 实验室用水

实验结果的好坏, 除了依赖于实验操作及实验过程中良好的方法和技巧外, 还受所用化学试剂的纯度和分析仪器的精密度的影响。实验中用来洗涤器皿和配制溶液所用的水质会直接影响实验的效果, 因此要做好化学实验, 使用能保持稳定水质的纯水是必要的。

目前世界上通用的纯水标准主要有: 国际标准化组织 (ISO)、试药级用水标准、美国测试和材料实验社团组织 (ASTM)、美国临床病理学会 (CAP)、美国临床检查标准化委员会 (NCCLS)、美国药学会 (USP) 等。我国也有相应的纯水标准: 中国国家电子级超纯水规格 GB/T 11446-1997 和中国国家实验室用水规格 GB 6682-2008 (见表 2-1) 等。市面上绝大多数的纯水系统都是根据这些标准来设计流程的。

表2-1 分析实验室用水规格 (GB 6682-2008标准) 及其他

指 标	规 格		
	一 级	二 级	三 级
pH范围 (25℃)			5.0 ~ 7.5
电导率 (25℃) $\text{ms}\cdot\text{m}^{-1}$	≤ 0.01	≤ 0.10	≤ 0.50
可氧化物质含量 (以O计) $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$		≤ 0.08	≤ 0.4
吸光度 (254nm, 1cm光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	
蒸发残渣含量 (105 ± 25℃) $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$		≤ 1.0	≤ 2.0
可溶性硅含量 (以 SiO_2 计) $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	≤ 0.01	≤ 0.02	