

无机及分析化学实验

WUJI JI FENXI HUAXUE SHIYAN

第2版

► 主编 / 王传虎



中国科学技术大学出版社

无机及分析化学实验

第2版

主 编 王传虎

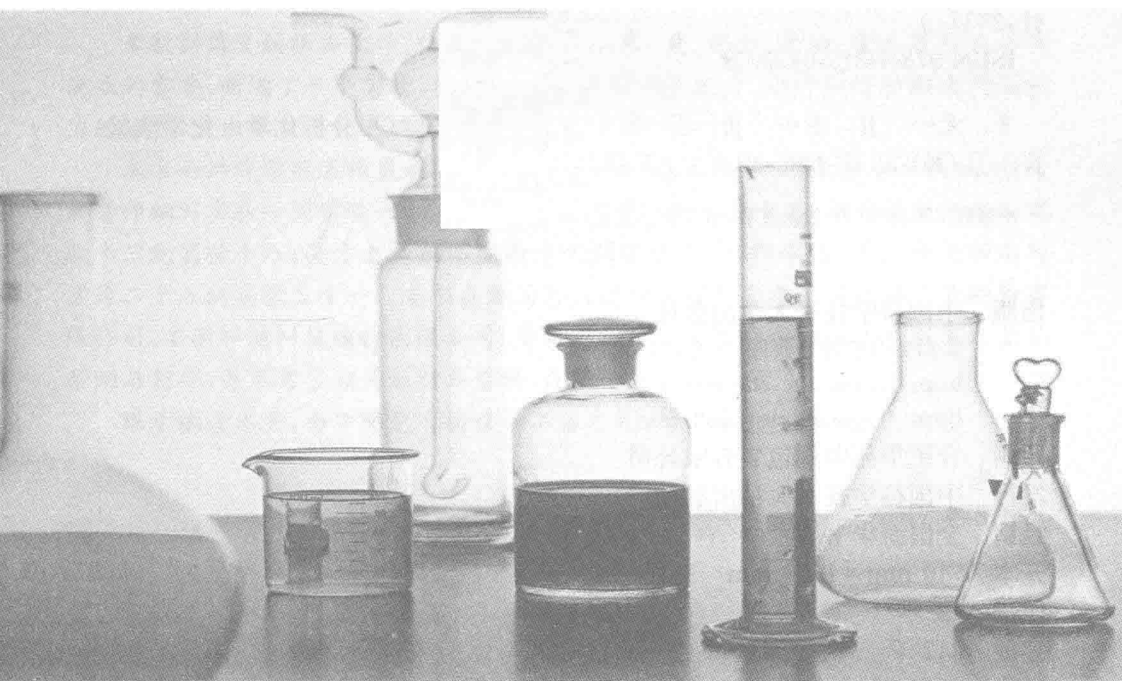
副 主 编 胡文娜 李 倩 梅雪兰

编写人员 (按姓氏笔画排序)

王玉玲 王传虎 李 倩

吴 方 胡文娜 姜 绯

梅雪兰



中国科学技术大学出版社

内 容 简 介

本书第1版是安徽省高等学校“十一五”省级规划教材,被多所高校采用,收到良好教学效果。第2版是在安徽省无机及分析化学省级精品开放课程、安徽省化工实践教育基地建设的基础上编写的。

本书内容包括基础知识与基本操作、基础实验、综合实验与设计实验三部分,编入的实验项目共31个。在保证学生掌握基本技能和熟练使用常用测量仪器的基础上,适当减少验证实验的比例,较大幅度地增加综合性、设计研究性实验的比例,促进对学生动手能力的培养和科学探究能力的锻炼。同时,本书重视利用网络资源,书中列入了常用的相关网址,将教学向课外延伸。

本书充分注意工科专业特点,力争科学、适用。在实验内容上,既加强了基础知识和基本技能的内容,又注重了实验的典型性、系统性、适用性与先进性,并注意到无机化学反应、试剂制备与无机分析、有机分析等多方面的结合,符合当前高校学科发展和教育改革的需要。

本书可供高等学校化工、生物工程、环境工程、食品工程、制药工程、材料工程等专业作教材使用。

图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验/王传虎主编.—2版.—合肥:中国科学技术大学出版社,2017.9

ISBN 978-7-312-04320-8

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

中国版本图书馆CIP数据核字(2017)第218592号

出版 中国科学技术大学出版社
安徽省合肥市金寨路96号,230026
<http://press.ustc.edu.cn>
<https://zgkxjsdxcs.tmall.com>

印刷 合肥华苑印刷包装有限公司

发行 中国科学技术大学出版社

经销 全国新华书店

开本 710 mm×1000 mm 1/16

印张 12

字数 242千

版次 2008年10月第1版 2017年9月第2版

印次 2017年9月第4次印刷

定价 25.00元

再版前言

化学是一门实验性很强的学科,化学实验对于化学及相关行业工作者的重要性不言而喻。

化学实验教学是高等学校化学教育过程中十分重要的环节,在全面培养学生的基础知识、实践能力、创新精神和科学素养等方面有着不可替代的作用。

进入 21 世纪以来,国内高校纷纷进行大学化学实验教学改革,整合课程资源,将综合性、设计性实验融合到基础化学实验中来,取得了很好的教学效果。但是从全国范围来看,适应地方性、应用型高校教学的无机及分析化学实验教材并不多见。

为了顺应高等教育发展要求,在安徽省无机及分析化学省级精品开放课程、安徽省化工实践教育基地建设的基础上,结合“新工科”专业建设对课程教学的需要,我们编写了本教材。

本教材第 2 版根据化学、化工、材料、医药、环境、安全、生物、食品等行业学生就业的需要,新增了 8 个实验,重点加强学生的动手能力、分析问题和解决问题能力的培养,突出体现了先进性、科学性和综合性。

本书由蚌埠学院王传虎教授编写基础知识与基本操作、附录并全书统稿,胡文娜老师编写实验一到实验六,姜绯老师编写实验七到实验十二,梅雪兰老师编写实验十三到实验十八,吴方老师编写实验十九到实验二十四,李倩、王玉玲老师编写实验二十五到实验三十一。本书在编写修订过程中得到安徽天润化学工业股份有限公司、安徽祥源科技股份有限公司、安徽八一化工有限公司相关工程技术人员的帮助与指导,并参考了相关教材与资料,在此一并表示感谢。

限于编者水平,书中难免有错误和不当之处,请读者批评指正。

编者
2017 年 8 月

目 录

再版前言	(i)
------------	-------

第一部分 基础知识与基本操作

基础知识	(3)
一、实验室规则	(3)
二、实验室安全规则和意外事故的处理	(3)
三、无机及分析实验常用仪器介绍	(4)
基本操作	(11)
一、仪器的洗涤和干燥	(11)
二、基本度量仪器的使用方法	(12)
三、加热方法	(18)
四、试剂及其取用	(19)
五、溶解和结晶	(20)
六、沉淀	(21)
七、干燥器的使用	(27)
八、气体的获得、纯化与收集	(27)

第二部分 基础实验

实验一 玻璃管加工和塞子钻孔	(33)
实验二 氯化钠的提纯	(39)
实验三 胶体溶液的制备与性质	(42)
实验四 化学平衡与反应速率	(46)
实验五 电离平衡与盐类水解	(53)
实验六 化学反应速率与活化能的测定	(56)
实验七 醋酸解离度和解离常数的测定	(60)
实验八 氧化与还原	(65)
实验九 沉淀与配位化合物	(68)
实验十 常见阴阳离子的鉴定	(71)
实验十一 分析天平的称量练习	(75)
实验十二 硫酸亚铁铵的制备	(81)

实验十三	HCl、NaOH 标准溶液的配制与标定	(83)
实验十四	食用醋中总酸含量的测定	(86)
实验十五	高锰酸钾标准溶液的配制、标定和过氧化氢含量的测定	(89)
实验十六	水的总硬度的测定(EDTA 法)	(92)
实验十七	植物(或肥料)中钾的测定(重量法)	(95)
实验十八	土壤中全磷的测定(分光光度法)	(97)
实验十九	溶液 pH 的测定(直接电位法)	(102)
实验二十	氨基酸和无机盐的纸层析分离	(109)
实验二十一	锡、铅、锑、铋	(113)
实验二十二	葡萄糖含量的测定(碘量法)	(117)
实验二十三	酸碱反应与缓冲溶液	(120)
实验二十四	铜、银、锌、汞	(123)

第三部分 综合实验与设计实验

实验二十五	邻二氮菲分光光度法测定铁	(129)
实验二十六	染料组分的分离和鉴别(薄层层析法)	(132)
实验二十七	植物中某些元素的分离与鉴定	(135)
实验二十八	酸碱混合物的分析	(137)
实验二十九	可溶硫酸盐中硫的测定(硫酸钡重量法)	(140)
实验三十	日常生活中的化学	(143)
实验三十一	废干电池的综合利用	(151)

附 录

附录一	国际原子量表	(157)
附录二	常用化合物的相对分子量表	(159)
附录三	几种常用酸碱的密度和浓度	(163)
附录四	基准试剂的干燥条件	(164)
附录五	特殊试剂的配制	(165)
附录六	常用缓冲溶液及其配制方法	(169)
附录七	标准缓冲溶液及其配制方法	(171)
附录八	常用指示剂的配制与变色范围	(172)
附录九	几种常用化学手册和参考书	(176)
附录十	因特网上的化学化工资源	(178)
附录十一	希腊字母及其读音与意义	(185)

参考文献	(186)
------------	-------

第一部分

基础知识与基本操作



基础知识

一、实验室规则

① 实验前一定要做好预习和实验准备工作,了解实验目的、要求、原理、方法、步骤和实验时应注意的事项,检查实验所需的药品、仪器是否齐全。

② 实验过程中要保持肃静、集中精神、认真操作、严守操作规程;仔细观察、认真记录和周密思考,听从教师的指导。

③ 实验完毕,应将所有的仪器洗净并放回原处,并揩拭桌面,将药品排列整齐。最后检查煤气开关、水龙头、门、窗是否关紧,电闸是否关闭,然后锁门离开实验室。

④ 根据原始记录,按规定的不同格式,简明地写出实验报告,准时交给教师。

二、实验室安全规则和意外事故的处理

(一) 安全规则

① 易挥发和易燃物品,不得靠近火焰。

② 当试管内盛溶液加热时,试管口不可对着他人或自己,也不要俯视正在加热的溶液,以免溅出的液体把人烫伤。

③ 不要直接俯嗅实验时放出的气体,嗅闻时面部应远离容器,用手把少量气体轻轻扇向自己的鼻孔。

④ 稀释酸(尤其是浓硫酸)时,应在开口耐热的容器中,将酸慢慢注入水中,并不断搅动。

⑤ 一切涉及有刺激性气味或有毒气体的实验,都应在通风橱中进行。

⑥ 有毒药品不得入口内或接触伤口,剩余的废液不得随便倒入下水道。

⑦ 实验室内不准吸烟、吃饭或带进食具。每次实验完毕,洗净手后才能离开实验室。

(二) 意外事故的处理

1. 烫伤

切勿用冷水冲洗,可用黄色的苦味酸溶液或烫伤软膏抹在烫伤处,严重者应立即送医院治疗。

2. 割伤

先将玻璃碎片挑出,抹上红药水或龙胆紫药水,再用纱布包扎。

3. 强酸腐蚀

应立即用大量水冲洗,然后用 5% 的碳酸氢钠溶液冲洗,最后用水冲洗。

4. 强碱腐蚀

应立即用大量水冲洗,然后用 5% 的硼酸溶液冲洗,再涂上凡士林。

5. 火灾

应及时关闭煤气龙头、切断电源、迅速移开易燃物,避免火势扩大。然后根据起火的原因灭火。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,用砂土或湿布扑灭(此时绝不能用水,否则反而会扩大燃烧面);电器着火时,必须用 CCl_4 灭火器,绝对不能用水或 CO_2 泡沫灭火器。

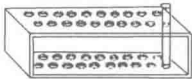
6. 吸入刺激性或有毒气体

吸入氯气、氯化氢气体时,可通过吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气解毒。吸入硫化氢气体而感到不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气。

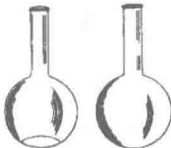
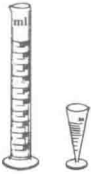
三、无机及分析实验常用仪器介绍

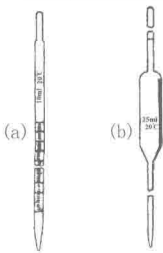
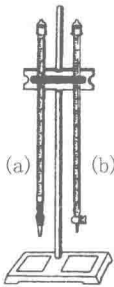
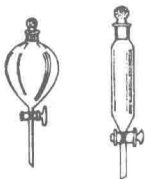
无机及分析实验常用仪器如表 0.1 所示。

表 0.1 无机及分析实验常用仪器

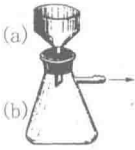
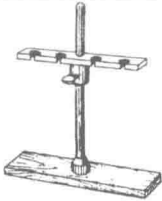
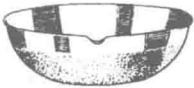
仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 试管及试管架	试管: 以管口直径×管长表示,如: 25 mm×150 mm 15 mm×150 mm 10 mm×75 mm 试管架: 材料——木料、塑料或金属	① 试管用作反应容器,便于操作、观察,反应物较少时用 ② 试管架用于放置试管	① 试管可直接用火加热,但不能骤冷 ② 加热时用试管夹夹持,管口不要对着人,且要不断移动试管,使其受热均匀,盛放的液体不能超过试管容积的 1/3 ③ 小试管一般用水浴加热

续表

仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 离心管	分有刻度和无刻度,以容积表示,如 25 mL、15 mL、10 mL	少量沉淀的辨认和分离	不能直接用火加热
 烧杯	以容积表示,如1 000 mL、600 mL、400 mL、250 mL、100 mL、50 mL、25 mL	反应容器 反应物较多时用	① 可以加热至高温。使用时应注意勿使温度变化过于剧烈 ② 加热时底部垫石棉网,使其受热均匀
 烧瓶	有平底和圆底之分,以容积表示,如 500 mL、250 mL、100 mL、50 mL	反应容器 反应物较多,且需要长时间加热时用	① 可以加热至高温。使用时应注意勿使温度变化过于剧烈 ② 加热时底部垫石棉网,使其受热均匀
 锥形瓶(三角烧瓶)	以容积表示,如 500 mL、250 mL、100 mL	反应容器 振荡比较方便,适用于滴定操作	① 可以加热至高温。使用时应注意勿使温度变化过于剧烈 ② 加热时底部垫石棉网,使其受热均匀
 量筒和量杯	以所能量度的最大容积表示 量筒: 250 mL、100 mL、50 mL、25 mL、10 mL 量杯: 100 mL、50 mL、20 mL、10 mL	用于液体体积计量	不能加热
 碘量瓶	以容积表示,如 250 mL、100 mL	用于碘量法	① 塞子及瓶口边缘的磨砂部分注意勿擦伤,以免产生漏隙 ② 滴定时打开塞子,用蒸馏水将瓶口及塞子上的碘液洗入瓶中

续表			
仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 (a) 吸量管 (b) 移液管	以所量的最大容积表示 吸量管： 10 mL、5 mL、2 mL、 1 mL 移液管： 50 mL、25 mL、10 mL、 5 mL、2 mL、1 mL	用于精确量取一 定体积的液体	不能加热
 容量瓶	以容积表示,如1 000 mL、 500 mL、250 mL、100 mL、 50 mL、25 mL	配制准确浓度 的溶液时用	① 不能受热 ② 不能在其中溶解 固体
 滴定管和滴定管架	滴定管分碱式(a)和酸 式(b),无色和棕色。以 容积表示,如 50 mL、 25 mL	① 滴定管用于 滴定操作或精 确量取一定体 积的溶液 ② 滴定管架用 于夹持滴定管	① 碱式滴定管盛碱 性溶液,酸式滴定管 盛酸性溶液,二者不 能混用 ② 碱式滴定管不能 盛氧化剂 ③ 见光易分解的滴 定液宜用棕色滴 定管 ④ 酸式滴定管活塞 应用橡皮筋固定,防 止滑出跌碎
 漏斗	以口径和漏斗颈长短表 示,如 6 cm 长颈漏斗、 4 cm 短颈漏斗	用于过滤或倾 注液体	不能用火直接加热
 分液漏斗和滴液漏斗	以容积和漏斗的形状 (筒形、球形、梨形)表 示,如 100 mL 球形分液 漏斗、60 mL 筒形滴液 漏斗	① 滴液漏斗用 于往反应体系 中滴加较多的 液体 ② 分液漏斗用 于互不相溶的 液—液分离	活塞应用细绳系于漏 斗颈上,或套以小橡 皮圈,防止滑出跌碎

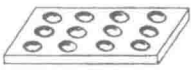
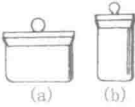
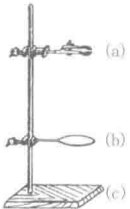
续表

仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 (a) 布氏漏斗 (b) 吸滤瓶	材料： 布氏漏斗：瓷质 吸滤瓶：玻璃 规格： 布氏漏斗以直径表示， 如 10 cm、8 cm、6 cm、 4 cm 吸滤瓶以容积表示，如 500 mL、250 mL、125 mL	用于减压过滤	不能用火直接加热
 玻璃砂(滤)坩埚	以坩埚的孔径大小分为 六种型号： G1(20~30 μm) G2(10~15 μm) G3(4.9~9 μm) G4(3~4 μm) G5(1.5~2.5 μm) G6(1.5 μm 以下)	用于过滤定量 分析中只需低 温干燥的沉淀	① 应选择合适孔径 的坩埚 ② 干燥或烘烤沉淀 时，最高不得超过 500 $^{\circ}\text{C}$ ，最适用于只 需在 150 $^{\circ}\text{C}$ 以下烘 干的沉淀 ③ 不宜用于过滤胶 状沉淀或碱性较强 的溶液
 漏斗板	材料： 木制 有螺丝可固定于铁架或 木架上	过滤时放置漏 斗用	固定漏斗板时，不要 把它倒放
 表面皿	以直径表示，如 15 cm、 12 cm、9 cm、7 cm	盖在蒸发皿或 烧杯上，以免液 体溅出或灰尘 落入	不能用火直接加热
 (a) (b) 试剂瓶	材料： 玻璃或塑料 规格： 分广口(a)、细口(b)；无 色、棕色 以容积表示，如 1 000 mL、 500 mL、250 mL、125 mL	① 广口瓶盛放 固体试剂 ② 细口瓶盛放 液体试剂	① 不能加热 ② 取用试剂时，瓶盖 应倒放在桌上 ③ 盛碱性物质时，要 用橡皮塞或塑料瓶 ④ 见光易分解的物 质用棕色瓶
 蒸发皿	材料： 瓷质 规格： 有柄、无柄 以容积表示，如 150 mL、 100 mL、50 mL	用于蒸发浓缩	可耐高温，能直接用 火加热，高温时不能 骤冷

续表

仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 坩 埚	材料： 瓷质、石英、铁、银、镍、铂等 规格： 以容积表示，如 50 mL、40 mL、30 mL	用于灼烧固体	① 灼烧时放在泥三角上，直接用火加热，不需石棉网 ② 取下的灼热坩埚不能直接放在桌上，而要放在石棉网上 ③ 灼热的坩埚不能骤冷
 泥三角	材料： 瓷管和铁丝，有大小之分	用于放置加热的坩埚和小蒸发皿	① 灼烧的泥三角不要滴上冷水，以免瓷管破裂 ② 选择泥三角时，要使搁在上面的坩埚所露出的上部，不超过本身高度的 1/3
 坩 埚 钳	材料： 铁或铜合金，表面常镀镍、铬	夹持坩埚和坩埚盖	① 不要和化学药品接触，以免腐蚀 ② 放置时，应使其头部朝上，以免沾污 ③ 夹持高温坩埚时，钳尖需预热
 干燥器	以直径表示，如 18 cm、15 cm、10 cm	① 定量分析时，将灼烧过的坩埚置其中冷却 ② 存放样品，以免样品吸收水汽	① 灼烧过的物体放入干燥器前温度不能过高 ② 使用前要检查干燥器内的干燥剂是否失效
 干燥管	有直形、弯形和普通、磨口之分。磨口的还按塞子大小分为几种规格，如 14# 磨口直形、19# 磨口弯形	内盛装干燥剂，当它与体系相连时，既能使体系与大气相通，又可阻止大气中的水汽进入体系	干燥剂置球形部分，不宜过多。小管与球形交界处填充少许玻璃棉
 滴 管	材料： 由尖嘴玻璃管与橡皮乳头构成	① 吸取或滴加少量（数滴或 1~2 mL）液体 ② 吸取沉淀的上层清液以分离沉淀	① 滴加时，保持垂直，避免倾斜，尤忌倒立 ② 管尖不可接触其他物体，以免沾污

续表

仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 滴瓶	有无色、棕色之分,以容积表示,如 125 mL、60 mL	盛放每次使用只需数滴的液体试剂	① 见光易分解的试剂要用棕色瓶盛放 ② 碱性试剂要用带橡皮塞的滴瓶盛放 ③ 其他使用注意事项同滴管 ④ 使用时切忌张冠李戴
 点滴板	材料: 白色瓷板 规格: 按凹穴数目分十二穴、九穴、六穴等	用于点滴反应,一般不需分离的沉淀反应,尤其是显色反应	① 不能加热 ② 不能用于含氢氟酸和浓碱溶液的反应
 (a) (b) 称量瓶	分扁形(a)、高形(b),以外径×高表示,如高形 25 mm×40 mm、扁形 50 mm×30 mm	要求准确称取一定量的固体样品时用	① 不能直接用火加热 ② 盖与瓶配套,不能互换
 (a) 铁夹 (b) 铁圈 (c) 铁架		用于固定反应容器	应先将铁夹等升至合适高度并旋转螺丝,使之牢固后再进行实验
 石棉网	以铁丝网边长表示,如 15 cm×15 cm、20 cm×20 cm	加热玻璃反应容器时垫在容器的底部,能使加热均匀	不要与水接触,以免铁丝锈蚀、石棉脱落
 试管刷	以大小和用途表示,如试管刷、烧杯刷	洗涤试管及其他仪器用	洗涤试管时,要把前部的毛捏住放入试管,以免铁丝顶端将试管底戳破
 药匙	材料: 牛角或塑料	取固体试剂时用	① 取少量固体时用小的—端 ② 药匙大小的选择,应以盛取试剂后能放进容器口内为宜

续表

仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 研钵	材料： 铁、瓷、玻璃、玛瑙等 规格： 以钵口径表示，如 12 cm、 9 cm	研磨固体物质 时用	
 洗瓶	材料： 塑料 规格： 多为 500 mL	用蒸馏水或去 离子水洗涤沉 淀和容器时用	
 三脚架	铁制品	放置较大或较 重的加热容器	

基本操作

一、仪器的洗涤和干燥

(一) 仪器的洗涤

化学实验中经常使用各种玻璃仪器和瓷器。如果实验使用的仪器不干净,则由于污物和杂质的存在而得不到准确的结果。因此,在进行化学实验时,必须把仪器洗涤干净。

一般说来,附着在仪器上的污物有尘土和其他不溶性物质、可溶性物质、有机物和油垢。针对这些不同污物,可以分别用下列方法洗涤。

1. 用水刷洗

用水和试管刷刷洗,可除去仪器上的尘土、不溶性物质和可溶性物质。

2. 用去污粉、洗衣粉和合成洗涤剂洗

这些洗涤剂可以洗去油污和有机物质。若油污和有机物质仍然洗不干净,可用热的碱液洗。

3. 用洗液洗

坩埚、称量瓶、吸量管、滴定管等宜用洗液洗涤,必要时可加热洗液。洗液是浓硫酸和饱和重铬酸钾溶液的混合物,有很强的氧化性和酸性。使用洗液时,应避免引入大量的水和还原性物质(如某些有机物),以免洗液稀释或变绿而失效。洗液可反复使用。洗液具有很强的腐蚀性,用时必须注意。

洗液的配制:将 25 g 粗 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 研细,溶于 500 mL 温热的粗、浓硫酸中即成。

4. 用特殊的试剂洗

特殊的沾污应选用特殊的试剂洗涤。如仪器上沾有较多的 MnO_2 ,用酸性硫酸亚铁溶液或稀 H_2O_2 溶液洗涤,效果会更好些。

已洗净的仪器壁上,不应附着不溶物、油垢,这样的仪器可以被水完全润湿。把仪器倒转过来,如果水沿仪器壁流下,器壁上只留下一层薄而均匀的水膜且不挂水珠,则表示仪器已经洗净。已洗净的仪器不能再布或纸擦,因为布或纸的纤维会留在器壁上面,从而弄脏仪器。