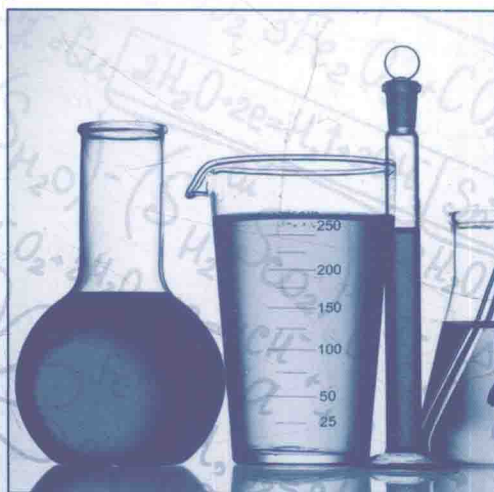


无机及分析化学实验

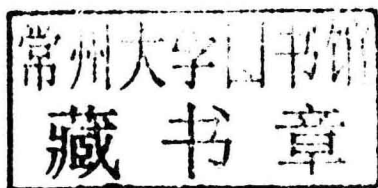
李云 编著 周毅 张瑞英 审稿



内蒙古大学出版社

无机及分析化学实验

编著 李 云
审稿 周 毅 张瑞英



内蒙古大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验 / 李云编著. —呼和浩特: 内蒙古大学出版社, 2017. 10

ISBN 978 - 7 - 5665 - 1301 - 4

I. 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. ①O61 - 33 ②O65 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2017)第 248230 号

无机及分析化学实验

编 著	李 云
责任编辑	杨雪梅
封面设计	徐爱东
出版发行	内蒙古大学出版社
社 址	呼和浩特市昭乌达路 88 号(邮编:010010)
联系电话	发行部:0471 - 4993154/4990092
	编务部:0471 - 4990533
网 址	http://www.imupress.com
电子邮箱	imupress@163.com
经 销	内蒙古新华书店
印 刷	内蒙古地矿印刷厂
开 本	787mm × 1092mm 1/16
印 张	3.75
字 数	69 千字
版 次	2017 年 10 月第 1 版
印 次	2017 年 10 月第 1 次印刷
标准书号	ISBN 978 - 7 - 5665 - 1301 - 4
定 价	10.00 元

前 言

本书是为了适应高等师范院校生物科学技术专业教学改革的需要,包括其他专业(物理、地理、医药等专业)开设相关基础化学实验,结合包头师范学院将无机化学实验和分析化学实验两门课程合并为一门无机及分析化学实验课程的具体情况编写的。本书参照教育部 1992 年颁布的《高等学校化学专业培养规格和教学基本要求》,总结了作者十多年来无机化学实验和分析化学实验课教学的经验,充分吸收兄弟院校实验教材的长处,内容包括:无机及分析化学实验的基本知识、实验室常用玻璃仪器、无机及分析化学的 12 个实验以及附录。

无机及分析化学实验课程,是一门实践性很强的学科。通过无机及分析化学实验教学,应使学生加深对无机及分析化学基本理论的理解,并熟练地掌握无机及分析化学的实验方法和基本操作技能,为学习后续课程和将来从事相关科研工作打下良好的基础。

本书旨在培养和加强学生实验基本技能的训练,掌握基础和现代化学技术,巩固和加深对所学理论知识的理解和应用,培养学生严谨的工作作风和实事求是的科学态度,提高分析问题、解决问题和创新能力。

本书在编写和修改过程中,周毅教授、张瑞英教授、郭玉玮同志提出了宝贵的意见,学院领导给予了关心与支持,在此一并表示感谢。

由于编者水平有限,书中错误和不妥之处在所难免,诚恳希望广大教师和读者批评指正。

编者

2017 年 6 月 30 日

目 录

第一章 无机及分析化学实验的基本知识	1
第二章 实验室常用玻璃仪器	3
第三章 无机及分析化学实验	9
实验一 实验室规则及安全知识和仪器的认领、洗涤	9
实验二 溶液的配制	10
实验三 化学反应速率的测定	12
实验四 弱电解质离解平衡和缓冲溶液	15
实验五 氯化钠的提纯	18
实验六 主要阳离子和阴离子的鉴定	20
实验七 植物或肥料中钾的测定(质量法)	24
实验八 分析天平的称量练习及离心相关操作练习	26
实验九 滴定分析基本操作练习	29
实验十 酸碱标准溶液的配制和标定及有机酸含量的测定	32
实验十一 铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	34
实验十二 过氧化氢的测定(高锰酸钾法)	36
主要参考书目	38
附录1 弱电解质的解离常数	39
附录2 标准电极电势表	42
附录3 常用 pH 缓冲溶液的配制和 pH 值	52

第一章 无机及分析化学实验的基本知识

一、实验规则

(1) 实验前一定要做好预习和实验准备工作,准备预习记录本,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、集中精力、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,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,离开实验室前,请指导教师签字。

(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

1. 安全规则

(1) 实验前必须仔细检查所用玻璃仪器是否有裂纹或星状裂痕。如有裂痕则不可使用,否则在实验过程中会由于仪器破裂而使易燃或有毒的药品流出,造成事故。

(2) 易挥发和易燃物品,不得靠近火焰。

(3) 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。

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

(5) 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。

(6) 一切有刺激性的气味或有毒气体的实验,都应在通风橱中进行。

(7) 有毒药品不得误入口内或接触伤口,剩余的废液不得随便倒入下水道。

(8) 实验室内不准吸烟、饮食或把餐具带进实验室。每次实验完毕,洗净手

后才能离开实验室。

(9) 几乎所有有机物都是易燃的,所以实验过程中必须注意,绝不可在烧杯或锥形瓶等开口容器中加热易燃液体;也不可在密闭容器中加热,而必须使用回流装置。加热低沸点易燃液体时,必须用热水浴,切不可在火焰附近操作。不可在火焰附近转移易燃液体。废的易燃液体不可倒入废液缸或实验台当中的水槽内。

(10) 大多数有机物都或多或少有毒或具有腐蚀性等,所以绝不可入口并应避免吸入它们的蒸汽。避免有毒有机物与皮肤接触,因为许多有机物,尤其是液体,可以渗透皮肤进入体内。应在通风橱中转移低沸点或有毒液体,必要时应戴防护手套及眼镜。如果手上沾有有毒有机物,应立刻用肥皂及大量水冲洗,而不要用酒精或丙酮洗涤,因为这些溶剂会加速毒品对皮肤的渗透作用。

2. 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。若是玻璃割伤,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。

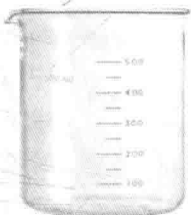
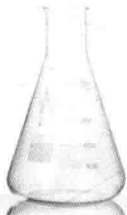
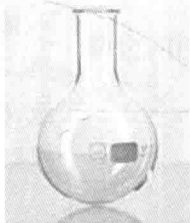
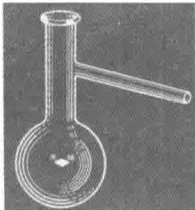
(3) 强酸腐蚀伤。应立即用大量清水冲洗,然后用 5% 的碳酸氢钠溶液冲洗,再搽上凡士林。

(4) 强碱腐蚀伤。应立即用大量清水冲洗,然后用 5% 的硼酸溶液冲洗,再搽上凡士林。

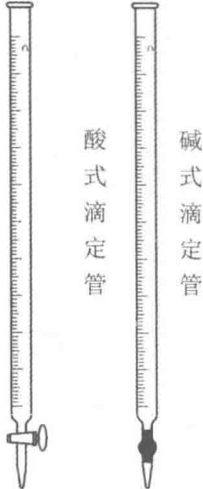
(5) 火灾。应及时关闭煤气、切断电源、迅速移开易燃物,避免火势扩大。然后根据起火的原因进行灭火。酒精及其他可溶于水的液体着火时,可用水灭火;汽油、乙醚等有机溶剂着火时,用沙土或湿布扑灭,此时绝不能用水,否则反而扩大燃烧面;电器着火,必须用 CCl_4 灭火器,绝对不能用水或 CO_2 泡沫灭火器。

(6) 吸入刺激性或有毒气体。吸入氯、氯化氢气体时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸汽解毒。吸入硫化氢气体而感到不适时,立即到室外呼吸新鲜空气。

第二章 实验室常用玻璃仪器

名称	仪器图片	主要用途	使用注意事项
烧杯		配制溶液、溶解样品等	加热时应置于石棉网上,使其受热均匀,一般不可烧干
锥形瓶		加热处理试样和容量分析 滴定	除有与烧杯相同的要求外,磨口锥形瓶加热时要打开瓶塞,非标准磨口要保持原配瓶塞
碘瓶		碘量法或其他生成挥发性物质的定量分析	同上
圆底烧瓶		加热及蒸馏液体	一般避免直火加热,隔石棉网或各种加热浴加热,所装液体的量,不应超过其容积的 1/2
圆底蒸馏烧瓶		蒸馏,也可作少量气体发生反应器	同上

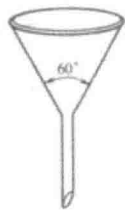
续表

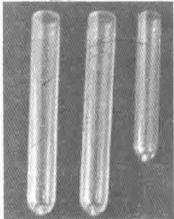
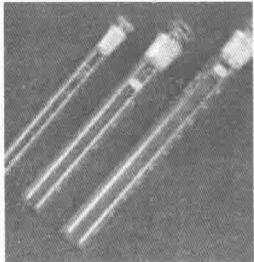
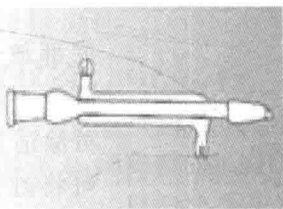
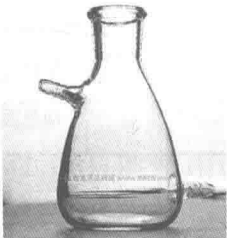
名称	仪器图片	主要用途	使用注意事项
洗瓶		装纯化水洗涤仪器或装洗涤液洗涤沉淀	不能加热
量筒		粗略地量取一定体积的液体	不能加热,不能在其中配制溶液,不能在烘箱中烘烤。操作时要沿量筒壁加入或倒出溶液
量杯		同上	同上
滴定管 (25、50、100mL)		容量分析滴定操作,分酸式、碱式	活塞要原配,漏水的不能使用,不能加热,不能长期存放碱液,碱式管不能放与橡皮作用的滴定液

续表

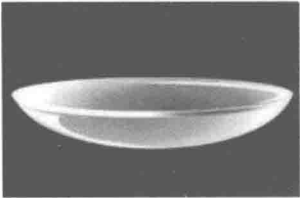
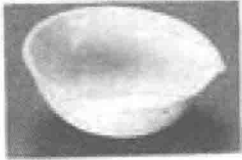
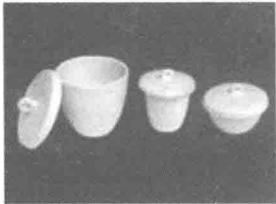
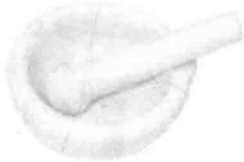
名称	仪器图片	主要用途	使用注意事项
大肚移液管		准确地移取一定量的液体	不能加热,上端和尖端不可磕破
刻度吸管		准确地移取各种不同量的液体	同上
称量瓶		矮形用作测定干燥失重或在烘箱中烘干的基准物,高形用于称量基准物、样品	不可盖紧磨口塞烘烤,磨口塞要原配
试剂瓶: 细口瓶		细口瓶用于存放液体试剂	不能加热,不能在瓶内配制在操作过程放出大量热量的溶液,磨口塞要保持原配,放碱液的瓶子应使用橡皮塞,以免日久打不开

续表

名称	仪器图片	主要用途	使用注意事项
下口瓶		同上	同上
细口瓶 (棕色)		棕色瓶用于存放见光易分解的试剂	同上
广口瓶		广口瓶用于装固体试剂	同上
滴瓶		装需滴加的试剂	同上
漏斗		长颈漏斗用于定量分析, 过滤沉淀; 短颈漏斗用作一般过滤	不能加热。过滤时漏斗颈尖端紧靠容器壁

名称	仪器图片	主要用途	使用注意事项
球形分液漏斗		分开两种互不相溶的液体,用于萃取分离和富集(多用梨形),制备反应中加液体(多用球形及滴液漏斗)	磨口旋塞必须原配,漏水的漏斗不能使用
试管:普通试管		定性分析检验离子	硬质玻璃制的试管可直接在火焰上加热,但不能骤冷。加热前,试管外壁有水时要擦干
离心试管		离心试管可在离心机中借离心作用分离溶液和沉淀	离心管只能水浴加热
(纳氏)比色管		比色、比浊分析	不可直火加热,非标准磨口塞必须原配,注意保持管壁透明,不可用去污粉刷洗。不能用作反应器
冷凝管:直形		用于冷却蒸馏出的液体,蛇形管适用于冷凝低沸点液体蒸汽,空气冷凝管用于冷凝沸点 150℃ 以上的液体蒸汽	不可骤冷骤热,注意从下口进冷却水,上口出水
抽滤瓶		抽滤时接受滤液	属于厚壁容器,能耐负压,不可加热

续表

名称	仪器图片	主要用途	使用注意事项
表面皿		盖烧杯及漏斗等	不可直火加热,直径要略大于所盖容器
蒸发皿		用于蒸发浓缩溶液	能耐高温,但不宜骤冷。一般放在石棉网上加热,也可直接加热。溶液不可加太满,液面应距离边缘1厘米处
坩埚		可作灼烧沉淀、熔融试样之用,有时也用于加热蒸发少量溶液	放在泥三角上直接强热或煅烧,热坩埚不能放在桌上,应放在石棉网上
研钵		研磨固体试剂及试样等用,不能研磨与玻璃作用的物质	不能撞击,不能烘烤
干燥器		保持烘干或灼烧过的物质的干燥,也可干燥少量制备的产品	底部放变色硅胶或其他干燥剂,盖磨口处涂适量凡士林,不可将红热的物体放入,放入热的物体后要时时开盖,以免盖子跳起或冷却后打不开盖子

第三章 无机及分析化学实验

实验一 实验室规则及安全知识和仪器的认领、洗涤

一、实验目的

- (1) 了解实验室基本常识和安全知识。
- (2) 认领、清点仪器。
- (3) 学习基本操作要领。

二、实验用品

仪器(本学期使用的全部仪器):烧杯(100mL、250mL、500mL),锥形瓶,酒精灯,三脚架,白点滴板,洗瓶,酸碱滴定管,移液管,试管夹,酸碱滴定台,蝴蝶夹,量筒(10mL、50mL),玻璃漏斗。

三、实验内容

1. 基本规则、安全知识学习
2. 认领、清点仪器
3. 基本仪器操作

(1) 洗涤仪器

常用仪器。洗涤剂刷洗,再用自来水适量冲洗三次,蒸馏水少量涮洗三次。

精密仪器。先用洗液润洗,后用自来水适量冲洗三次,再用蒸馏水少量涮洗三次,有些仪器还要用配好的试液润洗三次。

(2) 仪器洗涤洁净的标准

仪器不挂水珠即是洁净了。

(3) 滴加试剂

滴加试剂时,①只能使用试剂瓶所附滴管,不准用其他滴管伸到试剂瓶中去吸取试剂;②滴管必须保持垂直,避免倾斜或倒立,以免试剂流入橡皮乳头;③滴管尖端要略高于容器口,不要碰到其他任何东西,用后放回原处,不许放在

桌子上或其他地方。

(4) 水浴加热法

离心管不得在火上直接加热,应放在水浴上加热,水浴中的水应保持沸腾。简单水浴即:在烧杯里加上自来水作为水浴器皿,给烧杯加热即可。烧杯中可以放一个离心管座,也可用铁丝扭成。

(5) 蒸发

蒸发可以在蒸发皿或坩埚中进行,直接放在石棉网上小火加热。蒸发至将干时,须及时停止加热,利用石棉网上的余热蒸发,以免在强热下使某些盐分解为难溶性的氧化物,变得不好处理。

(6) 气体鉴定

在定性分析中,鉴定气体可在气室中进行,也可在验气装置中进行,装置如图 1 所示。例如 CO_2 气体与 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 溶液反应,反应后 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 的溶液变浑浊。做实验时,离心试管中放入产生 CO_2 的药品(如 CO_3^{2-} 和 HCl 的混合溶液),上面玻璃滴管中加入 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 溶液。反应后,上面的 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 澄清溶液变浑浊,即生成了 CaCO_3 ,表示在下面的离心试管中有 CO_2 产生。

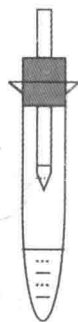


图 1

思考题

- (1) 用滴管滴加试剂时,需要注意哪些事项?
- (2) 水浴加热需要注意什么?

实验二 溶液的配制

一、实验目的

- (1) 学习、掌握溶液的粗略配制(由固体或液体配制新溶液)。
- (2) 学习、了解溶液的精确配制。
- (3) 学习、练习相关仪器的使用。

二、实验原理

1. 由固体试剂配制溶液

公式 1: 质量摩尔浓度

$$m_{\text{溶质}} = (\rho_{\text{溶剂}} \cdot V_{\text{溶剂}} \cdot b \cdot M_{\text{溶质}}) / 1000$$

式中: $m_{\text{溶质}}$ 为溶质的质量, $M_{\text{溶质}}$ 为溶质的摩尔质量, $\rho_{\text{溶剂}}$ 为溶剂的密度, $V_{\text{溶剂}}$

为溶剂的体积, b 为溶液的质量摩尔浓度。

公式 2: 物质的量浓度

$$m_{\text{溶质}} = C \cdot V \cdot M$$

式中: C 为物质的量浓度, 单位为 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$; V 为溶液体积, 单位为 L ; M 为溶质的摩尔质量。

(1) 溶液的粗略配制: 算出配制一定体积溶液所需固体试剂的质量, 用台秤称取所需固体试剂, 倒入带刻度烧杯中, 加入少量蒸馏水搅动使固体完全溶解后, 用蒸馏水稀释至刻度, 即得所需的溶液。然后将溶液移入试剂瓶中, 贴上标签, 备用。

(2) 溶液的精确配制: 先算出配制给定体积准确浓度溶液所需要的固体试剂的用量, 并在分析天平上准确称出它的质量, 放在干净的烧杯中, 加适量蒸馏水使其完全溶解。将溶液转移到容量瓶(与所配的溶液体积相应的体积)中, 用少量蒸馏水洗涤烧杯 2~3 次, 冲洗液也移入容量瓶中, 再加蒸馏水至标线处, 盖上盖子, 将溶液摇匀即成所配溶液, 然后将溶液移入试剂瓶中, 贴上标签, 备用。

2. 由液体(或者浓溶液)试剂配制溶液

公式 3: 物质的量浓度

$$V_{\text{原}} = C_{\text{新}} \cdot V_{\text{新}} / C_{\text{原}}$$

式中: $V_{\text{原}}$ 为原溶液的体积, $C_{\text{新}}$ 为稀释后溶液的浓度, $V_{\text{新}}$ 为稀释后溶液的体积, $C_{\text{原}}$ 为原溶液的浓度。

配制方法:

(1) 溶液的粗略配制: 算出配制一定物质的量浓度的溶液所需液体(或浓溶液)的用量, 用量筒量取所需的液体(或浓溶液), 倒入装有少量蒸馏水的带有刻度的烧杯中混合, 如果溶液放热, 需要冷却至室温, 再用水稀释至刻度。搅动使其均匀, 然后移入试剂瓶中, 贴上标签, 备用。

(2) 溶液的精确配制: 算出配制一定物质的量浓度的溶液所需液体(或浓溶液)的用量, 然后用处理好的移液管吸取所需溶液, 注入给定体积的洁净的容量瓶中, 再加蒸馏水至标线处, 盖上盖子, 摇匀后, 倒入试剂瓶, 贴上标签, 备用。

三、实验用品

仪器: 烧杯(50mL、100mL), 移液管(50mL 或者分刻度的), 容量瓶(50mL、100mL), 量筒(50mL), 试剂瓶, 称量瓶, 台秤, 电子分析天平。

固体药品: $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 。

液体药品: 浓硫酸, 醋酸($2.00\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)。

四、实验内容

1. 粗略配制 50mL $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的硫酸铜溶液

由 $m_{\text{溶质}} = C \cdot V \cdot M$ 算出配制 50mL $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的硫酸铜溶液所需硫酸铜固体试剂的质量,用台秤称取所需 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 固体,倒入带 50mL 刻度的烧杯中,加入少量蒸馏水搅动使固体完全溶解后,用蒸馏水稀释至 50mL 刻度,即得所需的溶液。然后将溶液移入试剂瓶中,贴上标签,备用。

2. 精确配制 50mL $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的硫酸铜溶液

由 $m_{\text{溶质}} = C \cdot V \cdot M$ 算出配制 50mL $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的硫酸铜溶液所需硫酸铜固体试剂的质量,并在分析天平上准确称出它的质量,放在干净的烧杯中,加适量蒸馏水使其完全溶解。将溶液转移到 50mL 容量瓶中,用少量蒸馏水洗涤烧杯 2~3 次,冲洗液也移入容量瓶中,再加蒸馏水至标线处,盖上盖子,将溶液摇匀即成所配溶液,然后将溶液移入试剂瓶中,贴上标签,备用。

3. 粗略配制 50mL $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的硫酸溶液(用 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的硫酸溶液)

由 $V_{\text{原}} = C_{\text{新}} \cdot V_{\text{新}} / C_{\text{原}}$ 算出配制 50mL $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的硫酸溶液所需 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的硫酸溶液的体积,用量筒量取所需的 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的硫酸溶液体积,倒入带有 50mL 刻度的烧杯中,如果溶液放热,需要冷却至室温,再用水稀释至刻度。搅动使其均匀,然后移入试剂瓶中,贴上标签,备用。

4. 精确配制 50mL $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的硫酸溶液(用 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的硫酸溶液)

由 $V_{\text{原}} = C_{\text{新}} \cdot V_{\text{新}} / C_{\text{原}}$ 算出配制 50mL $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的硫酸溶液所需 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的硫酸溶液的用量,然后用处理好的移液管吸取所需 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的硫酸溶液,注入 50mL 的洁净的容量瓶中,再加蒸馏水至标线处,盖上盖子,摇匀后,倒入试剂瓶,贴上标签,备用。

思考题

(1) 配制硫酸溶液时烧杯中先加水还是先加酸?

(2) 配制三氯化铁溶液时,如何防止水解?

实验三 化学反应速率的测定

一、实验目的

(1) 了解浓度、温度、催化剂对化学反应速率的影响。