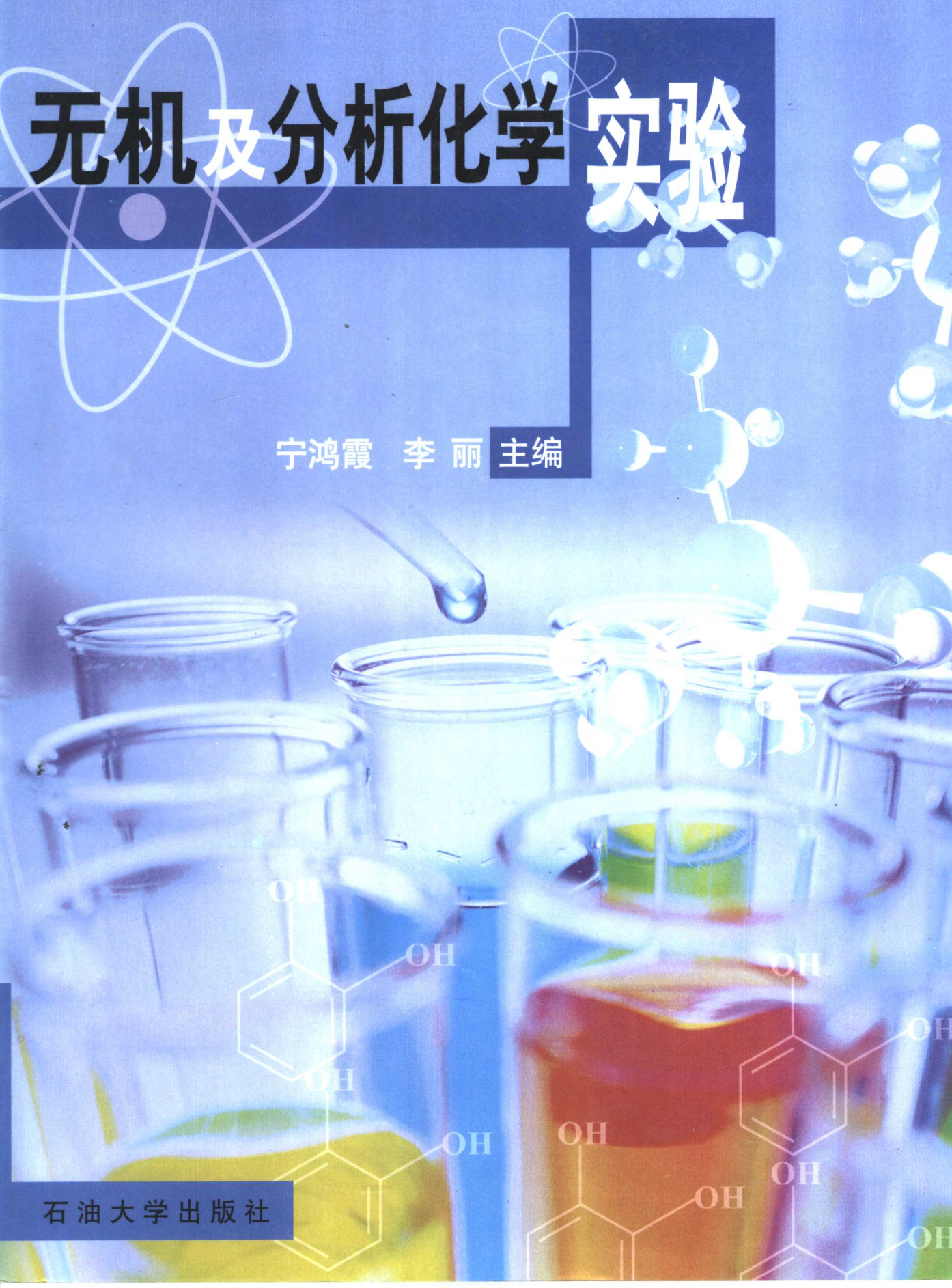




无机及分析化学实验

宁鸿霞 李丽 主编

石油大学出版社

无机及分析化学实验

宁鸿霞 李 丽 主编

石油大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验/宁鸿霞主编. —东营:石油大学出版社,
2002. 6
ISBN 7-5636-1657-8

I. 无… II. 宁… III. ①无机化学②分析化学-化学实验
IV. 06

中国版本图书馆CIP数据核字(2002)第047830号

无机及分析化学实验

宁鸿霞 李丽 主编

出版者:石油大学出版社(山东 东营,邮编 257061)

网 址: <http://sunctr.hdpu.edu.cn/~upcpres>

电子信箱: upcpres@mail.hdpu.edu.cn

印刷者:石油大学印刷厂

发 行 者:石油大学出版社(电话 0546—8392563)

开 本: 850×1168 1/16 印张:23.75 字数:610千字

版 次:2002年11月第1版第1次印刷

印 数:1—2000册

定 价:26.00元

前言

21 世纪是充满挑战的新的世纪。全球急剧变化的科学技术和社会发展的需要,要求高校必须对学生进行整体化、系列化、精炼化的现代知识教育和创新意识培养。本着这一精神,我们对原无机化学、分析化学实验课程和实验教材进行了大幅度的改革与调整,编写了《无机及分析化学实验》教材,经校内试用三届并反复修改后,由石油大学出版社正式出版。

无机及分析化学教学体系的合并、教学内容的更新和教材的编写,是石油大学“面向 21 世纪基础化学系列课程改革”教改项目的重要内容之一,是国家工科化学教学基地建设的成果。在教材编写过程中,我们纵观了国内外现代无机化学、分析化学及相关学科发展的成果和趋势,结合我校多年来基础化学实验课程教学研究、教学改革的经验 and 体会以及教师的科研成果,从适应化工、制药、环境类专业对本科生人才化学知识、素质和能力的要求出发,以基本操作技能训练和综合设计能力训练为主,突出了创新意识和能力的培养。本教材的主要特点是:

① 教材内容反映出当今社会所关注的材料科学、能源科学、环境科学的新进展,显示了无机及分析化学与其他学科领域、工程实际及日常生活的相关性。

② 将精选提炼后的无机化学和分析化学的实验内容有机地融合在一起,重点突出,层次分明;既保留了必要的基本操作技能训练,又增大了综合性、设计性实验的比例,将“定量”的概念贯彻始终,使无机制备与分析检测、定性与定量的实验效果达到理想的辩证统一。

③ 常量实验半微量化、微量化,将大量的性质、制备、检测实验的试剂用量减少为原用量的 $\frac{1}{4}$ 或 $\frac{1}{5}$,使实验现象更加灵敏,实验消耗进一步降低,更重要的是使学生强化环保意识,牢固树立绿色化学理念。

④ 对本教材实验所涉及到的相关仪器及操作知识附有简要介绍,并附加了部分实用性很强的基础化学实验资料与数据,综合性强,适用面广,有“一书多用”的功效。

本教材由石油大学化学化工学院应用化学系化学教研室集体编写,是在原教材基础上多年实践、积累、修改、完善的结果。宁鸿霞、李丽任主编。其中,宁鸿霞编写实验 1, 2, 3, 5, 28, 29, 34, 35 及第一篇的第一、三章和第三篇;李丽编写实验 4, 7, 10, 13, 14, 15, 18, 19, 24, 26, 30 及第一篇的第二章;罗立文编写实验 6, 11, 12, 16, 20, 23, 31;马荔编写实验 9, 17, 21, 27, 32, 33;李如奕编写实验 8, 22, 25。李丽、宁鸿霞、李如奕进行了书稿的校对、复核工作,宁鸿霞、李丽通审了全稿。

本教材在编写过程中,得到化学化工学院和应用化学系领导、化学教研室、基础化学实验室全体同志及本院有关科室同志的大力支持,在此一并表示衷心的感谢。

限于编者水平,并且是首次正式出版,该教材一定还存在许多不足之处,敬请读者批评指正。

编 者
2002 年 9 月

目 录

绪论	1
一、课程的目的	1
二、课程的学习方法	1

第一篇 实验基础

第一章 基本常识	8
一、实验室规则	8
二、实验室的安全和紧急救护	9
三、常用仪器简介	11
四、常用器皿材质	22
五、化学试剂	28
六、实验用水	31
七、误差理论与数据处理	37
八、实验室废弃物的处理	42
第二章 基本操作	51
一、玻璃仪器的洗涤、干燥和使用	51
二、简单玻璃工操作和塞子打孔	66
三、加热和冷却	69
四、蒸发、结晶与重结晶	82
五、气体的发生和使用	83
六、试剂的取用及溶液的配制	87
七、固体、液体的分离及重量分析基本操作	89
八、试纸的使用	95
九、固体试样的分解	96
十、无机化合物的定性分析	102
第三章 常见仪器及其使用方法	113
一、电动离心机	113
二、搅拌器	114
三、秒表	114
四、密度计	115
五、气压计	116
六、酸度计	116
七、分光光度计	119
八、电导率仪	123

九、pXD-2 型通用离子计	124
十、称量仪器	126
十一、D-max-Ⅲ A 型 X 射线粉末衍射仪	142

第二篇 实 验

第一章 基本操作训练	149
实验一、实验认识课	149
实验二、简单玻璃工操作和塞子配置与钻孔	151
实验三、氯化钠的提纯	155
实验四、分析天平称量练习及量器校准	158
实验五、摩尔气体常数的测定	169
实验六、硫酸亚铁铵的制备	172
实验七、酸碱指示剂 pH 变色范围的测定	176
实验八、非水酸碱滴定法	180
实验九、H ₂ O ₂ 含量的测定	185
实验十、硫代硫酸钠溶液的标定	187
第二章 综合性实验	191
实验十一、溶液性质综合实验 I	191
实验十二、溶液性质综合实验 II	195
实验十三、碳酸钠标定盐酸溶液及混合碱的分析	199
实验十四、氢氧化钠溶液浓度的标定及有机酸摩尔质量的测定	203
实验十五、EDTA 标准溶液的配制、标定及水的总硬度测定	206
实验十六、多种金属离子混合溶液中铜离子含量的测定	212
实验十七、胃舒平药片中铝、镁的测定	214
实验十八、水泥中 SiO ₂ 、Fe ₂ O ₃ 、Al ₂ O ₃ 、CaO、MgO 含量的测定	217
实验十九、催化剂载体中三氧化二铝含量的测定	221
实验二十、海带、紫菜中 I ₂ 的提取及碘含量的测定	223
实验二十一、地下水和地表水高锰酸钾指数的测定	225
实验二十二、重铬酸钾法测定铁矿石中的铁	227
实验二十三、漂白粉中有效氯含量的测定	231
实验二十四、可溶性氯化物中氯含量的测定	234
实验二十五、丁二酮肟重量法测定合金钢中的镍	239
实验二十六、Al ³⁺ 二元配合物与 Al ³⁺ 三元配合物光吸收性质的比较	242
实验二十七、非金属元素性质的综合实验	245
实验二十八、金属元素性质的综合实验	251
第三章 研究、设计性实验	255
实验二十九、金属元素性质综合研究设计性实验	255
实验三十、天然水基本性质及参数的测定	258
实验三十一、聚铝的合成及其在工业废水处理中的应用	264

实验三十二、纳米 ZnO 的制备	266
实验三十三、实验室废液的回收利用	269
实验三十四、 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ 的制备、组成、性质测定及含钴废液的回收	271
实验三十五、铜(II)盐的制备、组成分析和性质测定	273

第三篇 附 录

附录一、弱酸、弱碱的解离常数	280
附录二、市售酸碱试剂的含量、浓度及密度	282
附录三、常用有机溶剂	282
附录四、无机化合物在水中的溶解度	283
附录五、不同温度下气体在水中的溶解度	285
附录六、难溶化合物的溶度积常数(291~298 K)	286
附录七、金属氢氧化物、硫化物沉淀与溶解的 pH 值	288
附录八、不同温度下水的饱和蒸气压	290
附录九、标准电极电势(298 K)	292
附录十、缓冲溶液	299
附录十一、配离子的累积稳定常数(291~298 K)	301
附录十二、常见化合物的摩尔质量	302
附录十三、化学实验室常用溶液的配制	305
附录十四、特殊试剂的配制	307
附录十五、指示剂的配制方法	309
附录十六、水合离子和化合物的颜色	314
附录十七、常见阳离子的鉴定	318
附录十八、常见阴离子的鉴定	322
附录十九、常用基准物的干燥条件及标定对象	325
附录二十、标准溶液的有效期	325
附录二十一、pH 基准试剂	326
附录二十二、一些溶剂的质子自递常数($\text{p}K_s$, 298 K)	326
附录二十三、常用试纸的制备	327
附录二十四、常用掩蔽剂和解蔽剂	329
附录二十五、常用显色剂	331
附录二十六、常用干燥剂	334
附录二十七、常用冷却剂	336
附录二十八、常用坩埚	337
附录二十九、常用熔剂的性质和应用	338
附录三十、常用洗涤剂	340
附录三十一、滤纸、滤器的规格及使用	341
附录三十二、常见化合物的俗名	343
附录三十三、常见化学危险药品的分类、性质和管理	347

附录三十四、实验室常用灭火器和灭火剂	348
附录三十五、我国生活饮用水水质标准	349
附录三十六、中华人民共和国污水综合排放标准(部分)	351
附录三十七、中华人民共和国石油炼制工业水污染物排放标准	353
附录三十八、中国居住区大气中有害物质最高容许浓度	355
附录三十九、水中可能含有的无机有毒物质及其对人体的危害	356
附录四十、部分离子选择电极的特性	357
附录四十一、X 射线粉末衍射卡片使用说明	358
附录四十二、化学实验常用参考书和手册	363
附录四十三、元素名称中英文对照表	369
参考文献	371

绪 论

一、课程的目的

无机及分析化学实验是化工类学生的第一门基础实验课。要巩固无机及分析化学的基本理论和基础知识,掌握基本操作和基本技能,一定要亲自动手做实验。通过实验可以培养学生独立工作和独立思考的能力。通过独立设计实验、准备实验、进行实验、仔细观察和记录实验现象,认识和理解实验现象,学会正确归纳、综合、分析、推理,正确处理实验数据及语言文字表达等综合能力的训练。总之,培养学生实事求是的科学态度,准确、细致、认真、整洁的良好习惯和创新精神及实践能力,同时增强学生的节约观点和环保意识。

二、课程的学习方法

要想收到良好的实验效果,不仅要有明确的学习目的,端正的学习态度,还要有正确的学习方法。

1. 实验前预习

每次成功的实验都始于实验前的预习和准备,不预习势必带有盲目性。因此不预习者不得进行实验。

预习应包括以下各项:了解有关的实验内容,明确实验目的,了解实验原理,查阅有关资料,熟悉实验方法,阅读有关仪器性能、使用方法及操作注意事项。要根据自己的理解来书写好预习报告。预习报告的内容包括简要的实验步骤,定量实验的计算公式、数据表格(要留有适当的空间来记录实验现象和实验数据,切不可照抄书本)。对于设计性实验则要求写出详细的实验方案。要认真思考“实验思考题”,力求做到目的明确、原理清楚,心中有数。通过预习,根据实验内容合理地安排时间。

2. 准备实验

学生进入实验室后,立即找到自己的座位,将实验用仪器准备好,将玻璃仪器按要求洗净,整齐有序地摆在实验台上适当的位置,避免污染。

3. 课堂讲授和提问

实验前,指导教师对学生的预习情况进行检查和提问,并对实验课中的要点、要求和注意事项进行必要的讲授,根据要求进行操作示范。

4. 进行实验

(1) 实验中要认真操作,仔细观察,深入思考。细致观察是掌握和积累知识的重要手段。没有直接的观察,仅记熟了书本上的描述,这是远远不够的。

观察反应过程要全面,不能只看起始和结尾,否则可能会得出不切实际的结论。观察方法有直接和间接两种,多数实验现象均可直接观察,但对那些不甚明显的现象则需

进行间接观察。如 Fe^{3+} 与 I^- 的反应,若 I^- 的浓度较小,就观察不到 I_2 的生成,此时要加入淀粉溶液使之变蓝或借 CCl_4 萃取后呈现的紫红色来确认是否有 I_2 生成。

实验现象多种多样,化学工作者要对这些现象进行综合分析,才能得出确切结论。化学现象的基本特征有:反应前后颜色的变化,沉淀的生成或溶解,气体的产生或吸收,特殊气味的释放,热量的吸收或放出等。实验者要善于捕捉,深入思考,不要轻易放过“异常”现象,要尊重实验事实,然后根据反应条件仔细进行分析,提出自己的见解。最后改变实验条件,重做实验,也可以做对照实验、空白实验或重新设计实验方案,这将有助于全面提高学生的操作水平和思维能力。

(2) 若遇实验失败,应仔细分析实验过程中有无操作失误或条件控制不好等,还可通过查找资料找出失败的原因,要敢于提出自己的见解,重新进行实验。若解决不了,应找老师进行指导,切不可不经思考就找老师给答案。

(3) 对实验中的选做内容,有能力的同学应争取完成。对实验中未安排,学生自己想做的内容,应有明确的实验目的和详细的实验方案,要征得老师同意后方可进行实验。

(4) 尊重事实,准确记录。做好实验记录是实验中的一项基本功。只做实验而不做记录,或者记在零页纸上都是不允许的,更不允许追记。实验记录要忠实于观察到的事实,如实地反映实验中重要操作、发生的现象和实验的结果等等。

(5) 实验讨论。实验进行到一定程度,教师根据情况组织实验课堂讨论,对实验现象、实验结果进行分析,对基本操作进行评讲,对实验中的共同问题给予总结,以达到提高的目的。

(6) 实验完成后,应自觉地将有毒溶液和可回收利用的贵金属和我国紧缺物质的溶液倒入各自的回收瓶中集中处理,其余废液应倒入废液桶中,并将仪器洗刷干净放到指定的地方,最后整理好台面,经允许后方可离开实验室。

5. 书写实验报告

实验报告是实验的总结,能反映出学生的实验水平和总结归纳问题的能力。实验完成后要按要求及时书写实验报告。报告要用统一的实验报告用纸书写。实验报告一般包括以下内容:

(1) 实验名称

(2) 实验目的

(3) 实验原理。制备实验和定量分析实验要简述基本原理和主要化学反应方程式。

(4) 实验内容或实验步骤,应尽量采用表格、框图或流程等形式,简单、明了地反映实验内容,切忌照抄书本。

(5) 实验现象或数据。实验记录应全面、完整,不得主观臆造、抄袭或涂改,同时应对实验现象加以解释,写出相关反应方程式,并得出正确的结论。数据计算应准确,定量实验应进行误差分析。

(6) 实验问题讨论。针对实验中遇到的疑难问题,提出自己的见解,或总结实验收获。对定量分析实验应分析误差产生的原因。对实验方法、教学方法和实验内容的改进等方面提出自己的意见和建议。

实验报告应按规定准时送交,不得延误。

实验报告的格式大致可分为性质实验、制备实验、定量分析实验几类,现分别介绍如下:

格式1 制备实验报告

班 级 _____ 姓 名 _____ 实验座号 _____
实验日期 _____ 室 温 _____ 指导教师 _____

实验名称 _____

一、[实验目的]

二、[实验原理]

三、[操作流程及反应条件]

四、[主要现象]

五、[实验结果]

产品外观 _____

产 量 _____

理论产量计算 _____

收 率 _____

纯度评价：

项 目	评价方法	现象及结果

六、[实验讨论]

格式2 性质实验报告

班 级 _____ 姓 名 _____ 实验座号 _____

实验日期 _____ 室 温 _____ 指导教师 _____

实验名称 _____

一、[实验目的]

二、[实验内容]

项 目	步 骤	现 象	反 应 式	解释或结论

三、[实验讨论]

格式3 定量分析实验

班 级 _____ 姓 名 _____ 实验座号 _____
 实验日期 _____ 室 温 _____ 指导教师 _____

实验名称 盐酸溶液的配制和标定

一、[实验目的]

二、[实验原理]

三、[实验步骤]

准确称取 Na_2CO_3 0.15~0.2 g → 加 80 cm^3 蒸馏水溶解 →
 → 加 9 滴溴甲酚绿—二甲苯黄混合指示剂 → 用待标定的 HCl 溶液滴至由绿色变亮黄色

四、[实验记录和结果处理]

编 号	1	2	3
纪 录 项 目			
称量瓶+ Na_2CO_3 质量(倒出前)/g			
称量瓶+ Na_2CO_3 质量(倒出后)/g			
Na_2CO_3 质量/g			
HCl: 最后读数/ cm^3			
最初读数/ cm^3			
净用量/ cm^3			
$c(\text{HCl})/\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$			
$\bar{c}(\text{HCl})/\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$			
相对平均偏差			

五、[实验讨论]

第一篇 实验基础

重要内容

★ 基本常识

★ 基本操作

★ 常见仪器及其使用方法

第一章 基本常识

一、实验室规则

实验室规则是实验工作者在长期的实验室工作中归纳总结出来的,它是防止意外事故、保证正常地从事实验的环境和工作秩序,是做好实验的一个重要前提,必须严格遵守。

具体的实验室规则如下:

1) 实验前一定要做好预习和实验准备工作,检查仪器、药品是否齐全、完备和良好。

2) 遵守实验纪律,保持安静,不得喧哗和打闹;要集中精力,认真操作,仔细观察,积极思考,如实并详细地记录;实验记录不得随意涂改。

3) 实验仪器是国家财物,务必爱护,谨慎使用。

(1) 使用玻璃仪器要小心谨慎,如有损坏要报告指导老师及时更换,并根据情况给予适当赔偿。

(2) 使用精密仪器时,必须严格按照操作规程,不得随意拆装和移动。若发现异常情况或故障,应立即停止使用,报告教师,找出原因,排除故障。

(3) 保持实验室及桌面整洁,废弃物应放入指定容器中,需回收的药品,要倒入指定的回收瓶内,不得随意丢弃,以防堵塞下水道和污染环境。

(4) 节约使用试剂、水、电、气及实验材料,杜绝浪费。慎重使用贵重及剧毒药品。使用药品时应注意:

① 按规定的量取用药品,注意节约。

② 药品自瓶中取出后,不应倒回原瓶中,以免带入杂质而污染瓶中药品。

③ 试剂取用后,应立即盖上塞子,并放回原处,以免和其他瓶上的塞子搞错,混入杂质。

④ 吸取溶液前要将滴管洗净,同一滴管在未洗净时,不应在不同的试剂瓶中吸取溶液。

4) 注意安全操作,遵守安全守则。

化学实验室存在中毒、易燃、易爆和易腐蚀等多种隐患,极易发生各种事故,学生必须遵从教师指导,注意安全操作。发生意外事故时应保持镇静,及时报告指导教师。

5) 实验结束后,要认真清洗玻璃仪器,整理仪器、药品,搞好卫生,学生轮流值日。值日生负责整个实验室的清扫、整理及安全检查工作。关好水、电、气、门、窗,得到指导教师许可后方可离开实验室。