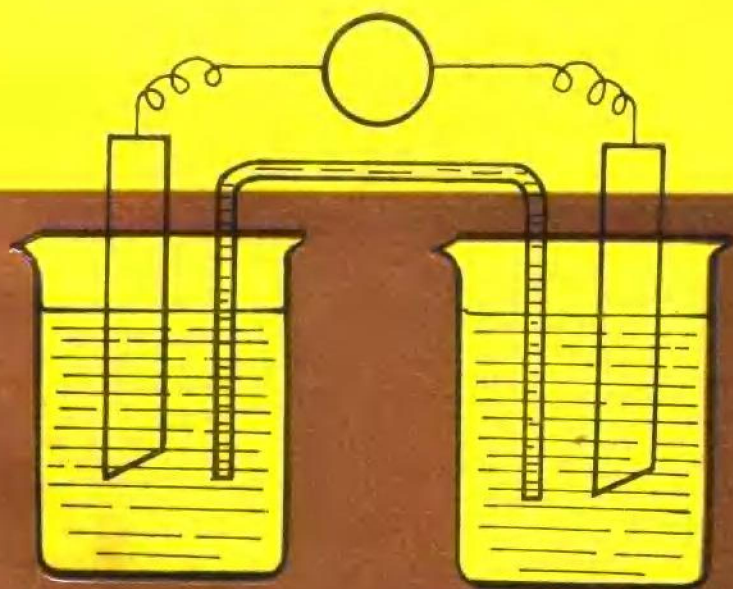


高等学校教材

无机化学与化学分析 实 验

史启祯 肖新亮 主编



高等教育出版社

高等学校教材

无机化学与化学分析

实 验

史启祯 肖新亮 主编

高等教育出版社

(京)112号

内 容 简 介

本书是根据应用化学专业《无机化学与化学分析实验》的教学基本要求编写的实验课教材。

本书包括实验基础知识、实验选编和附录三部分。实验选编包含了无机制备实验, 定量分析实验, 化学基本原理的验证及某些物理量的测定实验, 元素及化合物的性质、分离与鉴定实验以及综合性和设计性实验等。此外, 本书还有微型实验、系列性实验和计算机数据处理等内容。

本书除作为应用化学专业的实验教材外, 还可供化学、化工类各专业实验课选用。

图书在版编目(CIP)数据

无机化学与化学分析实验 / 史启祯, 肖新亮主编. —北京: 高等教育出版社, 1995

ISBN 7-04-005154-0

I. 无… II. ①史… ②肖… 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. ①061②06-3

中国版本图书馆CIP数据核字(94)第00748号

高等教育出版社出版
新华书店总店北京发行所发行
河北省香河县印刷厂印装

开本850×1168 1/32 印张13.375 字数340 000
1995 年3月第1版 1995 年3月第1次印刷
印数0001—12000

定价 7.65 元

编者的话

根据1991年全国高等学校理科应用化学专业教材建设组会议的精神，按照应用化学专业的培养目标和教学基本要求，我们受教材建设组的委托，编写了这本《无机化学与化学分析实验》教材。

本教材与《无机化学与化学分析》教材配套使用，但不完全依附于理论教学，具有相对独立性，可以单独设课。

本教材包括三部分，第一部分是实验基础知识；第二部分是实验选编；第三部分是附录。其中第二部分选编了57个实验，可供本专业依据专业方向的不同要求来选用。

本教材由史启禛、肖新亮主编。参加编写工作的有肖新亮(导言，第一部分的一、三、四，第二部分的实验十一~二十二、二十四~二十六、四十五、四十九、五十四，第三部分的附录一、二、四~六、八)、沈君朴(第一部分的无机合成方法简述，第二部分的实验五、七~九、三十三、三十七、三十九、四十、四十七、五十一、五十五)、周其镇(第一部分的二，第二部分的实验一、二、十、二十三、二十七、二十八、三十一、三十五、三十六、三十八、四十一、四十六、五十、五十六、五十七，第三部分的附录七)、王建奇(第二部分的实验三、四、六、二十九、三十、三十二、三十三、四十二~四十四、四十八、五十二、五十三，第三部分的附录三)。

本教材在编写过程中，曾参阅了国内、外有关书刊和某些兄弟院校的教材，从中吸取了某些内容，对此特致谢意。

本教材承蒙南开大学化学系史慧明教授审阅，并提出了许多宝贵意见，对此表示衷心感谢。

限于编者的学识水平与经验，谬误不足之处在所难免，恳请
专家和读者批评指正。

编 者

1994年7月

目 录

导言	1
一、本实验课程的特点	1
二、本实验课程的任务和要求	2
附 实验报告格式示例	4
第一部分 实验基础知识	8
一、实验室常识	8
1. 实验室规则	8
2. 实验室安全守则	9
3. 实验室中意外事故的处理	10
4. 实验室常用仪器介绍	11
5. 试剂的一般知识	11
6. 实验用纯水	14
7. 无机合成方法简述	16
二、基本操作技能	22
1. 玻璃仪器的洗涤和干燥	22
2. 化学试剂的取用	23
3. 溶液的配制	24
4. 天平和称量	26
5. 基本度量仪器的使用	36
6. 加热装置和加热方法	46
7. 溶解、蒸发与结晶	53
8. 沉淀的分离和洗涤	54
9. 重量分析基本操作	57
10. 气体的发生、净化、干燥和收集	64
11. 试纸的使用	67
12. 玻璃管的加工	68
三、常用仪器的操作和使用	72
1. 酸度计	72

2. 分光光度计	78
3. 电导率仪	84
四、与本实验课程有关的基础理论	89
1. 水溶液中常见离子的分离和鉴定	89
2. 定量分析中常用的分离方法	104
第二部分 实验选编	126
一、无机制备实验	126
实验一 煤气灯的使用及玻璃管(棒)的加工	126
实验二 试剂氯化钠的制备	128
附1 Fe^{3+} 标准系列溶液的配制	131
附2 SO_4^{2-} 标准系列溶液的配制	132
实验三 硝酸钾的制备及其溶解度的测定	132
实验四 高锰酸钾的制备(CO_2 法及电解法)	137
实验五 硫酸亚铁铵的制备(常规及微型实验)	140
实验六 由钛铁矿制备二氧化钛	144
实验七 四氯化锡的制备(常规及微型实验)	147
实验八 四碘化锡的制备及其最简式的确定(常规及微型实验)	150
实验九 纯水的制备(离子交换法,常规及微型实验)	153
实验十 从硼镁泥中提取七水合硫酸镁	159
二、定量分析实验	162
实验十一 分析天平的使用	162
实验十二 容量仪器的校准	164
实验十三 酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	167
实验十四 酸碱标准溶液浓度的标定	170
实验十五 混合碱的测定(双指示剂法)	174
实验十六 食用醋中醋酸含量的测定	176
实验十七 铵盐中氮含量的测定(甲醛-酸碱滴定法)	178
实验十八 EDTA标准溶液的配制和标定	179
实验十九 铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定	183
实验二十 石灰石中钙、镁含量的测定	185

附 自来水总硬度的测定	187
实验二十一 铜、铅混合液中铜、铅含量的测定	188
实验二十二 氯化物中氯含量的测定 (莫尔法)	190
附 佛尔哈德法测定氯化物中的氯含量	192
实验二十三 可溶性钡盐中钡含量的测定	195
实验二十四 高锰酸钾标准溶液的配制和标定	198
实验二十五 褐铁矿中铁含量的测定	200
实验二十六 石灰石中钙含量的测定	202
实验二十七 硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	206
实验二十八 硫酸铜中铜含量的测定	210
三、化学基本原理的验证及某些物理量的测定实验	212
实验二十九 阿伏加德罗常数的测定	212
实验三十 化学反应速率和活化能的测定	215
附 计算机处理程序	221
实验三十一 氯化铵生成焓的测定	221
实验三十二 醋酸电离常数的测定	
(一) pH值法	225
(二) 半中和法	227
(三) 电位滴定法	229
附 电位滴定法计算机处理程序	232
实验三十三 单、多相离子平衡	233
实验三十四 氯化铅活度积的测定 (常规及微型实验)	239
附 微型计算机 (PC-1500) 处理实验数据的程序及 使用说明	245
实验三十五 氧化还原与电化学	250
实验三十六 磺基水杨酸合铁 (Ⅲ) 配合物的组成及其稳定常 数的测定	255
实验三十七 物质结构与性质的关系	259
实验三十八 分光光度法测定 $Ti(H_2O)_6^{3+}$ 、 $Cr(H_2O)_6^{3+}$ 和 $(Cr-EDTA)^-$ 的分裂能 $\Delta(10Dq)$	266
四、元素及化合物的性质、分离与鉴定	269

实验三十九	<i>p</i> 区重要非金属化合物的性质和离子鉴定 (卤素、 氧、硫、氮、磷).....	269
实验四十	<i>p</i> 区重要金属化合物的性质和离子鉴定 (砷、 锑、铋、锡、铅).....	278
实验四十一	常见阴离子的分离和鉴定	284
实验四十二	<i>d</i> 区重要化合物的性质和离子鉴定(一) (钛、 钒、铬、锰).....	290
实验四十三	<i>d</i> 区重要化合物的性质和离子鉴定(二) (铁、 钴、镍、铜、钨).....	300
实验四十四	<i>ds</i> 区重要化合物的性质和离子鉴定 (铜、银、 锌、镉、汞).....	311
实验四十五	常见阳离子的分离和鉴定	320
五、综合实验和设计性实验	335
1. 综合实验	335
实验四十六	实验室废液的回收	335
实验四十七	锌系列重要化合物的制备	341
实验四十八	三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成和组成分析	345
实验四十九	水泥熟料中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含 量的测定	351
实验五十	废烂板液的综合利用	355
实验五十一	钴、镍的分离 (萃取分离法)	361
2. 设计性实验	368
实验五十二	植物中某些元素的分离和鉴定	368
实验五十三	三氯化六氨合钴(Ⅲ)的合成和组成分析	368
实验五十四	多种金属离子溶液中 Cu^{2+} 含量的测定	370
实验五十五	磷系列化合物的制备 (常规及微型实验)	371
实验五十六	从含镍废渣中提取硫酸镍及其含量测定	375
实验五十七	粗氧化铜制备硫酸铜试剂	376
第三部分 附录	378
附录一	常用酸碱溶液的配制	378
附录二	几种常用缓冲溶液的配制	379

附录三	某些试剂溶液的配制	380
附录四	常用指示剂	383
附录五	某些离子和化合物的颜色	386
附录六	不同温度下水的饱和蒸气压	389
附录七	常见阳、阴离子性质与鉴定反应总表	391
附录八	几种常用化学手册及参考文献简介	414

导 言

《无机化学与化学分析实验》是高等学校理工科应用化学专业必修的一门化学基础实验课。本实验课程是将原来的无机化学实验和分析化学实验两门实验课的有关内容，有机地紧密结合，融会贯通，使之真正成为一门独立课程。

一、本实验课程的特点

本课程要求在深入理解和掌握无机化学和分析化学理论的基础上，能够早期渗入应用意识和早期树立正确的“量”的概念。着眼于培养具有良好的科学素质、积极思维和独立动手的能力。

为此，本实验课程具有以下特点：

1. 贯穿学以致用观点 从低年级就渗入应用意识，把无机化学的基本理论与化学分析的应用方法紧密结合；把元素及其化合物的性质实验与定性分析有机结合；把无机化学中基本物理量的测定实验与常用分析仪器的应用相结合，使之能尽早体会和掌握原理、方法的实际应用。

2. 适应性强 实验内容涉及面较广，可供应用化学专业依据专业方向不同的要求来选用。并增加了微型实验、计算机数据处理等新内容，力求使实验方法和测试手段多样化，有利于加强基本操作和技能的训练和提高。

3. 加强了综合性和设计性的实验内容 增加了“三废”的综合利用和系列性实验，使实验课富于启发性和思考性，有助于培养严谨的科学态度和科学的思维方法。

二、本实验课程的任务和要求

本实验课程的任务是：通过实验，使学生能够加深对无机化学和化学分析基本概念和基本理论的理解；了解无机物的一般分离、提纯和制备方法以及物质组成含量的各种分析方法；学会正确使用常用仪器获取实验数据，正确处理数据和表达实验结果；掌握无机化学和化学分析实验的基本操作和技能；培养独立思考、独立解决问题的能力 and 良好的实验素养，为学习后继课程，开展科学研究，为今后参加实际工作打下良好的基础。

根据本课程的特点，在实验内容的安排上，强调相对独立性，不完全依附于理论教学，而是以无机合成及化学分析常用的技术、方法为主线来进行安排的。根据不同的实验内容，分别提出不同的要求，大致有以下五个方面：

1. 无机制备实验 以无机物的制备、分离和提纯所需要的技术和方法为主，要求能够掌握这些基本操作和技能，并能理解有关制备方法的原理及其应用。

2. 定量分析实验 要求在初步掌握分析天平使用的基础上，系统地学习滴定分析和重量分析的方法，较好地掌握定量分析的规范化操作，学会数据处理方法，并能理解定量分析各种方法的基本原理及其应用。

3. 化学基本原理的验证及某些物理量的测定实验 要求能够应用所学的各种分析方法测定基本常数和物理量，同时加深对无机化学基本原理的理解。

4. 元素及化合物的性质、分离与鉴定实验 要求通过实验加深对重要元素和化合物性质的理解，掌握定性分析的原理和方法，并能对常见阴、阳离子进行系统分析和个别鉴定。

5. 综合性和设计性实验 要求学生初步了解从无机物的制备、提纯到组成含量分析的全过程。要求能够在查阅有关资料的基础上，自行设计实验方案，独立完成实验，并写出实验报告。

为了使实验教学达到预期的效果，要求学生做到：

1. 实验前充分预习

充分的预习包括：

(1) 阅读实验教材并参阅有关资料。

(2) 明确实验目的和要求，弄清实验原理和实验方法，了解实验中的注意事项。

(3) 写出预习报告。预习报告应简明扼要，切忌照抄书本，实验步骤部分尽可能用方框图、箭头等符号表示。

2. 实验过程中应做到：

(1) 认真按照实验内容和操作规程进行实验。仔细观察现象，对每一步操作的目的和作用，以及可能出现的问题，进行认真的探究。如果观察到的实验现象与理论不符合，先要尊重实验事实，然后加以分析和查找原因，必要时可做对照实验、空白试验或自行设计的实验来核对，直到从中取得正确的结论。

(2) 对观察到的实验现象和测量到的实验数据，应真实地做好详细记录。一切测量的原始数据均要记在实验记录本或报告本上，不允许记在小纸片上。

(3) 严格遵守实验室规则，注意安全操作。

(4) 整个实验过程中要勤于思考 and 全神贯注，注意培养自己严谨的科学态度和实事求是的科学作风，决不能弄虚作假，随意修改数据。遇到疑难问题和异常现象难以解决时，可请教师指导。若实验失败或产生的误差较大时，找出原因，经教师同意，重做实验。

3. 写好实验报告

实验报告是实验的总结，实验结束后要及时写好实验报告。实验报告应结论明确，字迹端正，整齐清洁。报告内容一般包括以下几个方面：

(1) 实验名称、实验者、实验日期。

(2) 实验目的。

- (3) 实验原理。
- (4) 实验步骤。
- (5) 实验现象或实验数据。
- (6) 实验结论或数据处理。
- (7) 实验讨论。

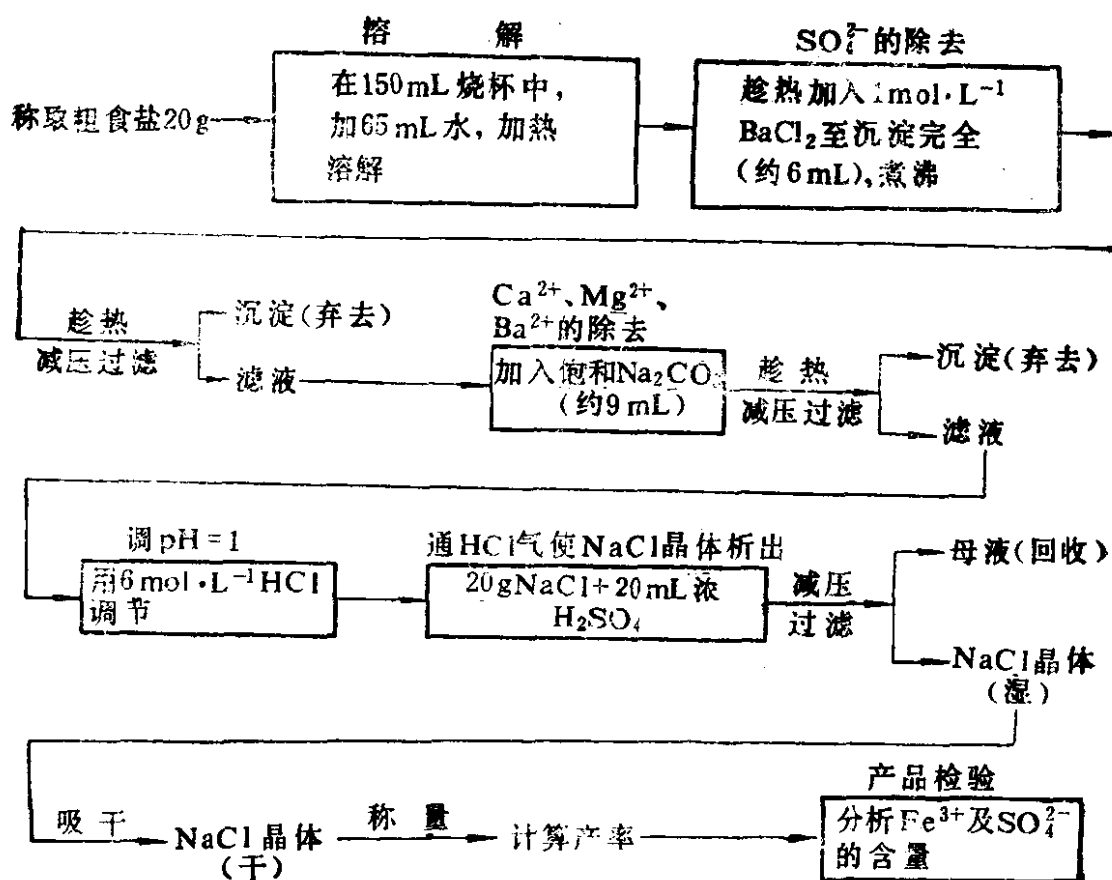
以上各项，可根据具体情况取舍。下面附上几种不同类型的实验报告格式，仅供参考。

附 实验报告格式示例

1. “无机制备实验”实验报告格式示例、

实验名称：试剂NaCl的制备

- 一、实验目的
- 二、实验步骤



三、实验结果

产量: _____ 产率: _____

产品等级: _____

四、问题与讨论

2. “定量分析实验”实验报告格式示例

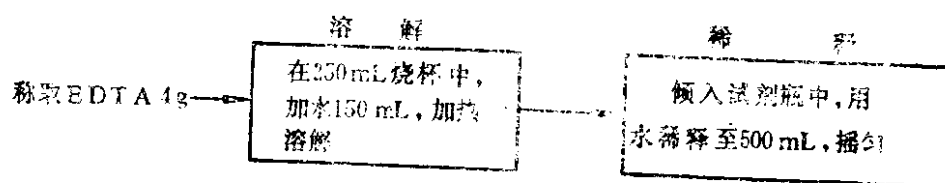
实验名称: EDTA标准溶液的配制和标定

一、实验目的

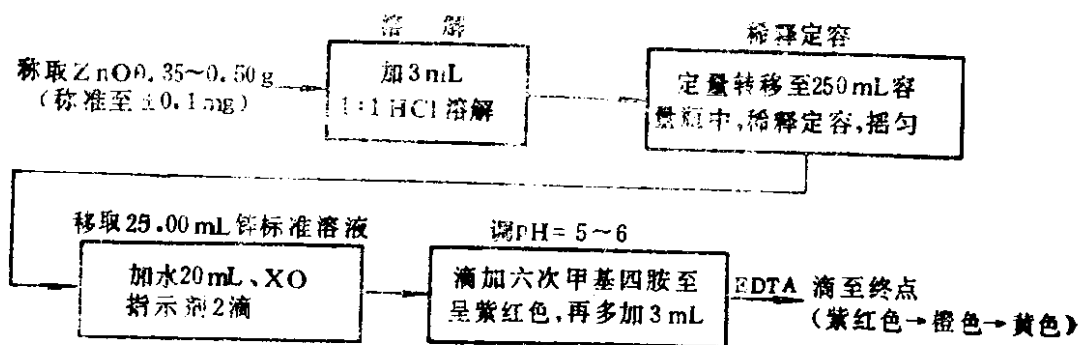
二、实验原理

三、实验步骤

1. 配制 $0.02\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ EDTA溶液



2. 标定EDTA溶液 (以二甲酚橙作指示剂)



四、记录和结果

记录项目	序 号		
	1	2	3
[称量瓶+ZnO(前)]/g			
[称量瓶+ZnO(后)]/g			
ZnO的质量/g			
EDTA 终读数/mL			
EDTA 初读数/mL			
V_{EDTA}/mL			
$c_{EDTA}/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$			
$\bar{c}_{EDTA}/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$			
个别测定的绝对偏差			
相对平均偏差			

五、讨论

3. “物理量的测定实验”实验报告格式示例

实验名称：HAc电离常数的测定

一、实验目的

二、实验原理

三、实验步骤

1. 配制HAc系列标准溶液

HAc标准溶液的浓度 _____ $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$

溶液编号	HAc的体积/mL	H ₂ O的体积/mL
1	3.00	45.00
2	6.00	42.00
3	12.00	36.00
4	24.00	24.00
5	48.00	0.00

2. 依次测定HAc溶液由稀到浓的pH值

四、记录 and 结果

测定时溶液的温度：_____ ℃

溶液编号	$\frac{c_{\text{HCl}}}{\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}}$	测得溶液的 pH值	$\frac{c_{\text{H}^+}}{\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}}$	K_{HAc}	α_{HAc}
1					
2					
3					
4					
5					
				$\bar{K}_{\text{HAc}} =$	

五、讨论