

基础化学实验丛书
丛书主编 徐国财

无机与分析化学实验

邢宏龙 ◎主 编
刘玉林 马祥梅 ◎副主编



华东理工大学出版社
EAST CHINA UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY PRESS

基础化学实验丛书
丛书主编 徐国财

无机与分析化学实验

主 编 邢宏龙
副主编 刘玉林 马祥梅
参 编 黄若峰 朱文晶



华东理工大学出版社
EAST CHINA UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY PRESS

图书在版编目(CIP)数据

无机与分析化学实验/邢宏龙主编. —上海: 华东理工大学出版社, 2009. 9

ISBN 978-7-5628-2622-4

I. 无... II. 邢... 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. O61-33 O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 153752 号

基础化学实验丛书

无机与分析化学实验

主 编/邢宏龙

策划编辑/胡 景

责任编辑/刘 强

责任校对/金慧娟

封面设计/陆丽君

出版发行/华东理工大学出版社

地址: 上海市梅陇路 130 号, 200237

电话: (021)64250306(营销部)

传真: (021)64252707

网址: press.ecust.edu.cn

印 刷/上海展强印刷有限公司

开 本/787 mm×1092 mm 1/16

印 张/10.5

字 数/277 千字

版 次/2009 年 9 月第 1 版

印 次/2009 年 9 月第 1 次

印 数/1-4 000 册

书 号/ISBN 978-7-5628-2622-4/O·213

定 价/15.00 元

(本书如有印装质量问题, 请到出版社营销部调换。)

序

安徽理工大学化学工程学院现有应用化学专业、化学工程与工艺专业、制药工程专业和弹药工程与爆炸技术专业等四个本科专业,开设的基础化学实验课因专业不同而具有不同的教学内容和教学学时,另外化工学院还承担全校非化学化工类专业的化学课程,选用的实验教材不同给实验教师的实验教学和实验内容的准备带来诸多不便。为此,根据基础化学课程的建设要求,我们提出编写基础化学实验系列丛书。丛书编写的基本原则:因材施教,既满足教学基本要求,又为学有余力者提供能力训练的机会;既是实验教材,又作为撰写实验报告的范本;参加编写人员均是直接参与实验教学的教师。编写前原则性地设计了丛书的编写框架和具体内容的写作框架,在广泛征求意见的基础上,提出了丛书具体编写人员。我们计划编写基础化学实验系列丛书包括《普通化学实验》、《无机与分析化学实验》、《物理化学实验》、《有机化学实验》等,从而形成完整的适合我院教学特点的实验系列丛书。

徐国财

前 言

“无机与分析化学实验”是高等院校化工类专业的基础化学实验课程,学生通过本课程的学习,获得物质结构的基础理论、化学反应和分析化学的基本原理、元素化学的基本知识,以及获得应用这些原理和知识进行定量分析的基本操作技能。树立“量”的概念,养成良好的实验习惯和严格求实的科学作风。独立进行实验,初步达到分析处理一般化学问题、选择分析方法及正确判断和表达分析结果的能力。

由于各院校所涉及的专业门类繁多,不同专业对实验内容及数量的要求也随之不同,在编写过程中我们在选择实验时尽量做到兼顾各专业的不同要求,重点把握基础实验的操作训练。

本教材有以下特色。

1. 把无机化学实验和分析化学实验有机地整合在一起,将化学物质的“制备—组成—结构—性能检测”完整地融为一体。

2. 综合性实验有较详细的操作步骤,使学生运用综合基础知识、实验技能和测试方法,培养分析问题和解决问题的能力。设计性实验对学生提出实验要求,提示实验关键和参考文献,要求学生独立设计方案,完成实验。这将有助于培养学生的创新意识和能力。

3. 附录中列入了实验中必需的一些知识、数据,以供学生实验中查阅。

本书第1~2章由邢宏龙编写;第3章由刘玉林编写;第4章由黄若峰编写;第5章由马祥梅、朱文晶、黄若峰和刘玉林共同编写;附录由朱文晶编写。全书由邢宏龙统稿。

本书由于编写者的水平有限,书中可能存在的错误和不当之处敬请读者指正,以便继续修改完善。

编 者

内 容 提 要

化学是一门实践性很强的学科。《无机与分析化学实验》是高等院校化学化工类专业的基础化学实验课程。由于各院校所涉及的专业门类繁多,不同专业对实验内容及数量的要求也随之不同,本书在编写过程中选择实验时尽量做到兼顾各专业的不同要求,同时又有一定的针对性,重点在于加强实验基础操作的训练。

本书是编者根据教学改革实践和课程建设需要,结合多年的教学实践而编写的。全书分 5 章共 37 个实验,内容包括:绪论、化学实验的基本知识、无机与分析化学实验基本操作、常用实验仪器的使用方法、基础实验、综合性和设计性实验。目的在于强化培养学生的综合素质、创新意识和能力。

本书可作为高等院校化学、化学工程与工艺、制药工程、材料科学与工程、环境科学与工程等专业的实验教材,也可供相关专业的研究人员参考。

目 录 Contents

第 1 章 绪论	1
1.1 关于无机与分析化学实验课程	1
1.2 实验报告格式举例	4
第 2 章 化学实验的基本知识	9
2.1 化学实验基本知识	9
2.2 常用玻璃仪器	12
2.3 化学试剂的规格、存放及使用	17
2.4 气体的制备、净化及气体钢瓶的使用	22
2.5 试剂与试纸	25
第 3 章 无机与分析化学实验基本操作	27
3.1 基本度量仪器的使用方法	27
3.2 加热与冷却	39
3.3 无机及分析化学实验中的分离与提纯	44
第 4 章 常用实验仪器的使用方法	51
4.1 酸度计的使用	51
4.2 电导率仪的使用	53
4.3 722N 型分光光度计的使用	56
4.4 UV-1600 紫外可见分光光度计的使用	56
4.5 ZD-2 电位分析仪的使用	57
第 5 章 基础实验	59
实验 1 分析天平的称量练习	59
实验 2 溶液的配制	60
实验 3 二氧化碳相对分子质量的测定	62
实验 4 化学反应速率及活化能的测定	65
实验 5 醋酸解离度和解离常数的测定	68
实验 5-1 pH 法	68
实验 5-1 电导率法	70
实验 6 硫酸铜的提纯	72
实验 7 硫代硫酸钠的制备	73
实验 8 磺基水杨酸合铁(Ⅲ)配合物的组成及稳定常数的测定	75
实验 9 配合物的生成与性质	78
实验 10 氧化还原反应与电化学	81



实验 11	常见阴离子的鉴定	85
实验 12	常见阳离子的鉴定	88
实验 13	容量器皿的使用与校准练习	92
实验 14	酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	94
实验 15	酸碱标准溶液浓度的标定	97
实验 16	工业纯碱总碱量的测定	98
实验 17	EDTA 标准溶液的配制与标定及自来水总硬度的测定	100
实验 18	工业硫酸铝中铝含量的测定	102
实验 19	铁、锌混合液中铁、锌的连续测定	104
实验 20	氯化物中氯含量的测定	105
实验 20-1	摩尔法	105
实验 20-2	佛尔哈德法	107
实验 21	硫酸铜中铜含量的测定	108
实验 22	维生素 C 片剂中维生素 C 含量的测定	111
实验 23	可溶性硫酸盐中硫含量的测定	112
实验 24	邻二氮菲分光光度法测定微量铁	114
实验 25	紫外分光光度法同时测定食品中的维生素 C 和维生素 E	117
实验 26	米醋中醋酸含量的电势滴定	118
实验 27	用重铬酸钾电位滴定硫酸亚铁溶液	120
实验 28	气相色谱法测定白酒中甲醇的含量	121
实验 29	综合性和设计性实验	123
实验 29-1	三草酸根合铁(Ⅲ)酸钾的合成及其组成分析——综合实验	124
实验 29-2	配合物光谱化学序列的测定——综合实验	126
实验 29-3	硫酸亚铁铵的制备——设计实验	129
实验 29-4	黄铜中铜、锌含量的测定——综合实验	130
实验 29-5	铁矿石中铁含量的测定——综合实验	132
实验 29-6	水分析综合实验——设计实验	133
实验 29-7	石灰石中钙含量的测定——设计实验	134
附 录		136
附录 1	相对原子质量表	136
附录 2	常见化合物的相对分子质量表	138
附录 3	某些离子和化合物的颜色	142
附录 4	常见阴、阳离子的鉴定方法	145
附录 5	常用酸、碱的浓度	150
附录 6	常用的基准物质及其干燥条件	151
附录 7	某些试剂溶液的配制	152
附录 8	常用指示剂	155
附录 9	常用缓冲溶液	158
附录 10	常用标准缓冲溶液	159
参考文献		160

第1章 绪 论

1.1 关于无机与分析化学实验课程

1.1.1 目的要求

无机与分析化学实验的主要任务是通过实验教学,加深学生对无机化学和分析化学中基本理论和基本概念的理解。学生通过该课程的学习,熟悉常见仪器的使用方法,熟练掌握基本实验操作技能和实验技术,掌握无机化合物的一般分离和制备方法;掌握基础分析的基本原理和测定方法;正确掌握有关的科学实验技能;提高分析问题和解决问题的能力。

学生通过系统学习本教材可以逐渐熟悉无机化学和分析化学实验的基本知识及基本操作方法,获得物质变化的感性认识,加深对化学基本原理和基础知识的理解和掌握,从而养成独立思考、独立准备和进行实验的实践能力。培养学生细致观察和记录现象,归纳、总结、正确地处理数据和分析实验结果、用语言正确表达实验结果的能力。

1.1.2 教学组织

1. 课前准备

(1) 实验教学文件(包括实验教材、讲义、指导书、挂图、表格、实验仪器设备使用说明和操作规程等)是进行实验教学所必备的文件,实验室主任应根据教学大纲要求,组织力量精选或编写,教材(讲义)或指导书应在实验前发到学生手中。

(2) 没有实验教材、讲义或指导书的课程,不准进行实验(教学)。

(3) 实验指导书的内容应包括实验项目、名称、目的、要求、原理、方法、步骤、实验报告和注意事项等。

(4) 实验课主讲教师要认真写出实验教案。实验目的与要求、实验的难点及易出现的错误、仪器设备出现的异常及处理方法等均应记入教案。要做好实验仪器设备、材料和实验教学文件的准备。并与实验课辅导人员一起预做实验,写出标准实验报告。

(5) 学生预习,写出预习报告,经指导教师检查合格,方准做实验。

(6) 学生第一次上实验课前,由实验主讲教师负责宣讲《学生实验室守则》和有关规章制度及注意事项,对学生进行安全、纪律教育。

2. 进行实验

(1) 清点学生人数,凡无故不上实验课或迟到十分钟以上者,以旷课论处。

(2) 主讲教师必须向学生说明与本次实验有关的理论知识、实验方法、操作规程;对学生上课纪律要严格要求,认真负责;要求学生自己独立操作。

(3) 主讲教师要做到“三勤、五坚持”,即腿勤(巡视学生操作了如指掌)、嘴勤(善于启发学



生思考)、手勤(做必要的示范)、坚持严格要求、坚持发挥学生的独立性、坚持人人动手操作、坚持因材施教、坚持勤俭办学。

(4) 学生要认真操作,做好实验记录和分析;实验结束,主讲教师要对实验的结果进行审核并签字,有错误的要求重做;学生要按规定清理场地,检查仪器设备状态,经指导教师同意后,方可离开实验室,如发现问题要及时上报处理。

(5) 实验过程中,对违反规章制度、操作规程或不听指导的学生,指导教师有权停止其实验;对造成事故者、损坏仪器设备者、丢失工具者,均应追究其责任,并严格按实验室仪器赔偿制度处理。

3. 实验报告

(1) 学生要按规定的时间独立完成实验报告,做到内容完整,计算分析严密,测试结果及数据处理正确,书写整洁。

(2) 主讲教师或实验课辅导人员对学生的实验报告要全部认真批改、评分,不合格者,要重做实验或重写实验报告。

4. 实验考核

(1) 单独设置的实验课,可单独考试(考查)。考试内容包括实验理论、实验操作和综合实验能力。主讲教师要根据学生的动手能力、完成实验质量情况和实验报告的处理等,按平时成绩和考试成绩各占一定比例,计入总成绩。

(2) 附属于理论课的实验课,实验课指导教师将学生实验考核成绩交给理论课主讲教师,一同计入课程总成绩。实验不及格者,不得参加该课程的理论课考试。

课程教学大纲中对实验部分的考核有规定的,按规定执行。

(3) 对实验课迟到的学生,要给予批评教育,并扣减平时成绩。

1.1.3 实验预习

预习是做好实验必要的基础,提前做好实验预习可以使实验有目的地进行,从而获得良好的效果,认真而充分的预习是实验成功的重要前提。

做好实验预习有以下几点要求。

1. 阅读实验教材、教科书和参考资料中的有关内容。
2. 明确本实验的目的。
3. 了解实验的内容、步骤、操作过程和实验注意事项及安全知识、操作技能和实验现象。
4. 在充分预习的基础上,写好预习报告。

1.1.4 实验过程

根据实验教材所规定的方法、步骤和试剂用量进行操作,并应该做到下列几点。

1. 认真操作,细心观察现象,并及时、如实地做好详细记录。
2. 如果发现实验现象和理论不符合,应首先尊重实验事实,并认真分析和查找其原因,也可以做对照实验、空白实验或自行设计的实验来核对,必要时应多次重做验证,从中得到有益的科学结论和学习科学思维的方法。
3. 实验过程中应勤于思考,仔细分析,力争自己解决问题。但遇到疑难问题而自己难以解决时,可请教师指点。

4. 在实验过程中应保持安静,讨论时声音要小,严格遵守实验室工作规则。

1.1.5 实验记录

在科学研究中,实验记录是涉及研究工作能否得到真实可靠结果和能否顺利持续进行的重要环节。实验记录的基本要求有以下几点。

1. 必须由实验者自己记录,不能让他人代记。
2. 及时记录。必须随做实验随记录,不能作回忆性记录。如果有回忆性记录,必须注明。
3. 凡实验时使用的记录草稿,必须保存在正式记录的相应部位。
4. 记录的修改部分不能用完全掩盖的方式(如用涂改液),只能用简单画线,使能保留原记录字样。
5. 记录用笔应注意其性能使书写的笔迹能长期保存。
6. 记录用纸应有可靠的编页方式,不能丢弃任何“废页”。
7. 记录时保存一定字间距和行间距,不易过于密集。
8. 实验记录是记录实验的过程和结果,但对每项实验,必须先完成和记录实验设计的各项内容(包括具体步骤和试剂的制备法和来源),每次实验工作结束时,应有分析性小结或总结。
9. 科学研究实验的原始记录必须存档。个人保存件只能用复制件或另作抄写件记录。
10. 完成实验过程中应及时在记录目录中填写记录项目。

1.1.6 实验报告

实验完毕对实验现象进行解释并作出结论,或根据实验数据进行处理和计算,独立完成实验报告,交指导教师审阅。若实验现象、解释、结论、数据和计算等不符合要求,或实验报告写得草率,应重做实验或重写报告。书写实验报告应字迹端正,简明扼要,整齐清洁。

1.1.7 实验考核

只有全面地进行化学实验考核,才能使其最有效地促进化学实验教学质量的提高。全面的化学实验考核应该包括下列几个方面。

1. 知识预备情况。对实验的化学原理、装置原理、操作原理、实验方法知识、有关的元素化合物和试剂知识、仪器知识以及其他重要的有关知识的了解和熟悉程度。
2. 实验方案的预备情况。自行设计实验方案的科学性、周密性和可行性,或者对既定方案的熟悉、理解程度。
3. 使用仪器、试剂的技能水平。实验操作技能水平。
4. 实验现象的观察、测量、判定和描述情况。在实验过程中发现、分析和解决问题的能力。
5. 对实验观测结果进行整理、加工、解释和讨论的情况。实验结果的质和量、速度、结论的正确性等。
6. 遵守实验纪律和实验规范情况,安全、卫生、环境保护和环境整洁等方面的表现。探索精神和实事求是态度等。



1.2 实验报告格式举例

1.2.1 无机物的制备

实验课程名称: _____

开课院系及实验室: _____

年 月 日

院系		专业班级		姓名		成绩	
实验项目名称		硫酸铜的提纯			指导教师		

一、实验目的

.....

.....

.....

二、实验原理

.....

.....

.....

三、制备流程图

.....

.....

.....

四、产物外观及产率计算

原料质量	
产品外观(颜色、晶形、湿度)	
产量	
产率	
产品等级	

五、结果与讨论

讨论内容可以是实验中发现的问题、误差分析、经验体会、心得体会等

.....

.....

.....

1.2.2 无机测定实验

实验课程名称: _____

开课院系及实验室: _____

年 月 日

院系		专业班级		姓名		成绩	
实验项目名称		醋酸解离度与解离常数的测定			指导教师		



一、实验目的

.....

.....

二、实验原理

.....

.....

三、简要实验步骤

1. NaOH 溶液的标定

.....

.....

2. 配制不同浓度的 HAc 溶液

.....

.....

3. pH 测定步骤

.....

.....

四、数据记录与处理

1. NaOH 溶液的标定

记录项目	平行测定次数	I	II
(称量瓶+邻苯二甲酸氢钾)的质量(前)/g			
(称量瓶+邻苯二甲酸氢钾)的质量(后)/g			
邻苯二甲酸氢钾的质量/g			
NaOH 终读数/mL			
NaOH 初读数/mL			
V(NaOH)/mL			
$c(\text{NaOH})/(\text{mol}\cdot\text{L}^{-1})$			
$\bar{c}(\text{NaOH})/(\text{mol}\cdot\text{L}^{-1})$			
个别测定的绝对偏差			
相对平均偏差			

2. HAc 解离度与解离常数的测定

编号	醋酸体积 V/mL	$c(\text{HAc})/(\text{mol}\cdot\text{L}^{-1})$	pH	$c(\text{H}^+)/(\text{mol}\cdot\text{L}^{-1})$	解离度 α	解离平衡常数 K_a	
						测定值	平均值
1	2.50						
2	5.00						
3	10.00						
4	25.00						



25℃时醋酸解离平衡常数的文献值为 1.76×10^{-5} 。

解离常数测定的相对误差

$$E_r = \frac{\bar{x} - x_T}{x_T} \times 100\% =$$

五、结果与讨论

讨论内容可以是实验中发现问题、误差分析、经验体会、心得体会等

1.2.3 无机性质实验报告

实验课程名称: _____

开课院系及实验室: _____

年 月 日

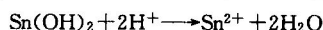
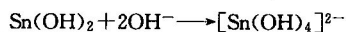
院系	专业班级	姓名	成绩
实验项目名称	指导教师		

请参照性质实验记录格式形式书写性质实验报告。

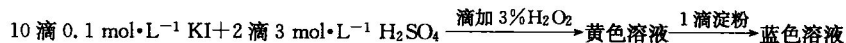
记录格式 I —— 表格形式: 氢氧化物酸碱性实验

	Sn^{2+}	Pb^{2+}	Sb^{3+}	Bi^{3+}
盐 + 稀 NaOH 溶液 (现象)	$\text{Sn}(\text{OH})_2 \downarrow$ 白			
氢氧化物	+ 浓 NaOH (现象)	沉淀溶解		
	+ 稀酸 (现象)	沉淀溶解		
结论	$\text{Sn}(\text{OH})_2$ 两性			

现象解释和反应方程式: $\text{Sn}^{2+} + 2\text{OH}^- \rightarrow \text{Sn}(\text{OH})_2 \downarrow$



记录格式 II —— 箭头形式: 过氧化氢的氧化性实验



解释: $2\text{I}^- + \text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{I}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$, 碘遇淀粉变蓝。

一、实验目的

二、实验内容及现象解释

三、结果与讨论

讨论内容可以是实验中发现问题、误差分析、经验体会、心得体会等



1.2.4 定量分析测定实验报告

实验课程名称: _____

开课院系及实验室: _____

年 月 日

院系		专业班级		姓名		成绩	
实验项目名称		EDTA 的标定及自来水总硬度的测定			指导教师		

一、实验目的

.....

.....

.....

二、实验原理

1. EDTA 溶液的标定

.....

.....

.....

2. 自来水总硬度的测定

.....

.....

.....

三、简要实验步骤

1. EDTA 溶液的标定

.....

.....

.....

2. 自来水总硬度的测定

.....

.....

.....

四、数据记录

1. EDTA 溶液的标定(指示剂: _____)

记录项目	平行测定次数	I	II	III
碳酸钙基准物的质量(前)/g				
碳酸钙基准物的质量(后)/g				
碳酸钙基准物的质量/ g				
EDTA 终读数/mL				
EDTA 初读数/ mL				
V(EDTA)/mL				
$c(\text{EDTA})/(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$				
$\bar{c}(\text{EDTA})/(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$				
个别测定的绝对偏差				
相对平均偏差				



2. 自来水总硬度的测定： 自来水样的体积 $V = \underline{\hspace{2cm}}$ mL。

记录项目	平行测定次数	I	II	III
EDTA 终读数/mL				
EDTA 初读数/mL				
$V(\text{EDTA})/\text{mL}$				
自来水总硬度 $(\text{CaCO}_3)/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$				
平均硬度 $(\text{CaCO}_3)/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$				
个别测定的绝对偏差				
相对平均偏差				

五、结果与讨论

讨论内容可以是实验中发现的问题、误差分析、经验体会、心得体会等

第2章 化学实验的基本知识

2.1 化学实验基本知识

2.1.1 化学实验室守则

1. 实验前做好预习和实验准备工作,检查实验所需的仪器、药品是否齐全。做规定以外的实验,应先经教师允许。
2. 实验时要集中精神,认真操作,仔细观察,积极思考,如实详细地做好实验记录。
3. 实验中必须保持安静,不准大声喧哗,不得到处乱走。不得无故缺席,因故缺席未做的实验应该补做。
4. 实验台上的仪器、药品应整齐地放在一定的位置上并保持台面的清洁,每人准备一个废品杯,实验中的废纸、火柴梗和碎玻璃等应随时放入废品杯中,待实验结束后,集中倒入垃圾箱。酸性溶液应倒入废液缸,切勿倒入水槽,以防腐蚀下水管道。碱性废液倒入水槽并用水冲洗。
5. 爱护公共财物,小心使用仪器和实验室设备。按规定的量取用药品,注意节约水、电。称取药品后,及时盖好原瓶盖。放在指定地方的药品不得擅自拿走。
6. 使用精密仪器时,必须严格按照操作规程进行操作,细心谨慎,避免粗心而损坏仪器。如发现仪器有故障,应立即停止使用,报告教师及时排除故障。
7. 剧毒药品必须有严格的管理、使用制度,领用时登记,用完后要回收或销毁。把落过毒物的桌子和地面擦净,洗净双手。
8. 加强环境保护意识,采取积极措施,减少有毒气体和废液对大气、水和周围环境的污染。
9. 在使用煤气、天然气时要严防泄漏,火源要与其他物品保持一定的距离,用后要关闭煤气阀门。
10. 实验后,应将所用仪器洗净并整齐地放回实验柜内。实验台和试剂架必须擦净,最后关好电闸、水和煤气龙头。实验柜内仪器应存放有序,清洁整齐。
11. 每次实验后,由学生轮流值日,负责打扫和整理实验室,并检查水龙头、煤气开关、门、窗是否关紧,电闸是否拉掉,以保持实验室的整洁和安全。教师检查合格后方可离去。
12. 如果发生意外事故,应保持镇静,不要惊慌失措;遇有烧伤、烫伤、割伤时应立即报告教师,及时救治。

2.1.2 化学实验室安全规则

1. 严禁在实验室内饮食、吸烟,或把食物带进实验室。实验完毕,必须洗净双手。