

上海市教育委员会“十五”重点教材
21 世纪应用型本科教材

无机及分析化学实验

主 编 徐莉英

副主编 蔡 藩 徐丽芳

上海交通大学出版社

内 容 简 介

本教材以高校工科化学课程教学指导委员会制订的“无机化学课程教学基本要求”和“分析化学课程教学基本要求”为依据,本着“加强基本操作训练、加强基础实验、注重培养学生的思维能力、培养化工应用技术人员”的原则,把无机化学实验和分析化学实验结合起来编写而成。全书共 13 章,分三大部分:第一部分是实验前应掌握的实验室规则、实验操作和实验基础知识。第二部分是实验内容,包括实验基本操作、无机物的制备与提纯、无机化学和分析化学基础知识和基本理论的应用、元素性质和定性分析实验及定量分析实验、综合实验和设计实验等 66 个实验。第三部分是附录和参考文献。本书可作高校化学、化工、生物、食品材料、环境等专业无机化学和分析化学实验课程的教材。

书 名:无机及分析化学实验

作 者: 徐莉英 蔡 漪

出版社: 上海交通大学出版社

ISBN 7-313-03857-4

中图分类号 0.169

编 者 的 话

本教材是根据高校化工专业《无机及分析化学实验》课程的需要,以高校工科化学课程教学指导委员会 1993 年修订的“无机化学课程教学基本要求”和“分析化学课程教学基本要求”为依据,本着“加强基本操作训练、加强基础实验、注重培养学生的思维能力、培养化工应用型人才”的原则,把无机化学实验和分析化学实验结合起来编写的。编写时注意了以下几个方面:

(1) 明确实验课与理论课的关系。化学实验课是实施全面的化学教育最有效的教学形式,其内容必须配合理论课,使理论课上学到的知识,通过实验能进一步巩固、扩大和深化。但同时又要清楚地体现实验课自身的任务,建立科学的实验教学体系。

(2) 加强基本操作技能的训练。本书对常用仪器、主要操作技能都用文字和图片作了说明,并指出正误,从而加深印象,便于学生掌握,也利于基本操作规范化和系统化。不同仪器的使用及操作方法的练习,尽量分散于各个实验中,便于学生有步骤有目的地学习、多次运用、反复训练。对误差处理和有效数字的使用、作图、实验报告的书写等方面都作了介绍,而且都有一定的安排和要求。

(3) 注重培养学生的思维能力和独立工作能力。编写每个实验时,注意引导学生积极思维,叙述中多提出具有启发性的问题,实验内容后有思考题,便于学生在实验前后进行预习和小结。在实验内容的安排上,尽可能根据循序渐进的教学原则,由浅入深,由易到难,由简到繁,逐步培养学生独立观察现象、分析现象并归纳出结论的能力。在本书的后面部分中,编入了水质分析和土壤分析的实验内容,编制了一些综合实验和设计实验,并列出了参考方法或参考教材,便于学生按实验要求进行实验设计,使学生较早地对一些工矿企业的三废处理有初步的了解,以增强学生的环保意识。

全书共 13 章,分为三大部分:第一部分(第 1 章~第 5 章)是实验前应掌握的实验室规则、实验操作和实验基础知识;第二部分(第 6 章~第 13 章)是实验内容;第三部分是与实验有关的附录和参考文献。实验内容包括:实验基本操作以及通过无机物的制备与提纯,加强基本操作的训练;基础知识和基本理论应用方面的实验;元素性质及定性分析实验;定量分析实验;综合实验和设计实验。

根据当前学生的基础及各学校的专业设置和设备条件,实验内容具有较广泛的适应性。本实验教材共编入了 66 个实验,可供化学、化工、生物、食品、材料、环境等相近专业的无机以及分析化学实验课程选择使用。

使用本教材应根据各校的实际情况,具体安排实验教学,实验总学时应不少于 90 学时,选做 25~30 个实验。

本教材是在教学实践的基础上,由徐莉英(绪论、第 1、2、3、6、7、9、10 章、附录及第 13 章部分)、蔡蒨(第 4、5 章及第 12 章部分)、徐丽芳(第 10、11 章及第 12、13 章部分)、王也如(第 8 章及第 13 章部分)编写,全书由徐莉英、蔡蒨、徐丽芳统稿。王文荣、祝优珍、周祖新对全书进行了校对。

本书由华东理工大学樊行雪教授、上海大学吕敬慈教授审阅,他们提出了许多宝贵意见,在此我们谨表示衷心的感谢。

在编写过程中,上海应用技术学院化工系无机及分析化学教研室和图书馆有关老师提供素材并给予大力支持,化工系 2004 届分析专业学生对本书稿提出了有益的意见和建议,并协助绘制图、表,在此一并表示感谢。

我们水平有限,疏漏和不妥之处,敬请读者批评指正。

编者

2004 年 6 月

目 录

绪论	1
0.1 无机及分析化学实验的目的和方法	1
0.2 无机及分析化学实验报告的格式	3

第一部分 实验室规则、实验操作和 实验基础知识

第 1 章 化学实验的基本知识	13
1.1 化学实验基本要求	13
1.2 化学实验安全规则	13
1.3 实验室紧急情况的处理	14
1.4 化学试剂的规格、存放及取用	18
第 2 章 无机及分析化学实验基本操作	21
2.1 玻璃仪器的洗涤	21
2.2 仪器的干燥	25
2.3 加热方法	27
2.4 基本度量仪器的使用方法	31
2.5 溶解和结晶	37
2.6 沉淀	38
2.7 干燥器的使用	44
2.8 玻璃管的加工	45

第 3 章 常用实验仪器的使用方法	47
3.1 常用仪器	47
3.2 标准磨口仪器	51
3.3 称量仪器的使用	52
3.4 气压计的使用	59
3.5 磁力加热搅拌器及其使用	62
3.6 pH 计的使用	63
3.7 721 型分光光度计的使用	70
第 4 章 实验数据的采集与处理	73
4.1 化学测定中的误差	73
4.2 有效数字及其处理规则	77
4.3 实验数据的采集和处理	79
第 5 章 计算机应用基础	84
5.1 计算机基本知识及其应用基础	84
5.2 计算机在无机及分析化学实验中的应用	90

第二部分 实 验 内 容

第 6 章 无机化学基本操作实验	107
实验 1 实验录像	107
实验 2 仪器的认领和洗涤	107
实验 3 实验基本操作	108
第 7 章 无机物的制备与提纯	109
实验 4 氯化钠的提纯	109
实验 5 硫酸亚铁铵的制备	111

实验 6	硫代硫酸钠的制备	114
实验 7	硝酸钾的制备	117
实验 8	硫酸铜的提纯	120
* 实验考核——硫酸铜的提纯		123
第 8 章	元素的性质、分离和鉴定	125
实验 9	若干 s 区元素阳离子的定性鉴定	125
实验 10	若干 p 区非金属元素化合物的性质和反应	128
实验 11	若干 p 区金属元素化合物的性质和反应	136
实验 12	若干 d 区元素化合物的性质和反应	141
实验 13	若干 ds 区元素化合物的性质和反应	145
第 9 章	常数的测定	150
实验 14	摩尔气体常数 R 的测定	150
实验 15	化学反应速率和化学平衡	153
实验 16	化学反应热效应的测定	157
实验 17	弱酸解离度和解离常数的测定 (pH 法)	161
实验 18	硫酸钙溶度积常数的测定	164
第 10 章	化学原理的应用	171
实验 19	解离平衡	171
实验 20	沉淀反应	175
实验 21	氧化还原反应	179
实验 22	配合物的生成和性质	183
第 11 章	定性分析	190
实验 23	第一组 (银组) 阳离子的分析	190
实验 24	第二组 (铜锡组) 阳离子的分析	193
实验 25	第三组阳离子的分析	198
实验 26	第四、五组阳离子混合液的分析	203

实验 27	第一至五组未知阳离子混合液的分析	208
实验 28	阴离子混合溶液的分析	208
第 12 章	定量分析	213
实验 29	分析天平的称量练习	213
实验 30	容量仪器的校准	214
实验 31	酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	217
实验 32	NaOH 标准溶液浓度的标定	219
实验 33	食醋溶液中 HAc 含量的测定	221
实验 34	HCl 标准溶液浓度的标定	222
实验 35	混合碱的测定	223
实验 36	硫酸铵肥料的分析测定	225
实验 37	硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	226
实验 38	硫酸铜中铜含量的测定	228
实验 39	水中溶解氧的测定	230
实验 40	高锰酸钾标准溶液的配制和标定	233
实验 41	亚铁铵矾含量的测定	235
实验 42	碳酸钙中钙含量的测定	236
实验 43	化学需氧量(COD)的测定——重铬酸钾法	239
实验 44	EDTA 标准溶液的配制和标定	242
实验 45	水的总硬度的测定	244
实验 46	工业硫酸铝中铝的测定	246
实验 47	铅、铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的连续滴定	248
实验 48	氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	250
实验 49	硫酸铵含量的测定(沉淀滴定法)	251
实验 50	$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中钡含量的测定——重量法	253
实验 51	钢铁中镍的测定	255
实验 52	离子交换树脂法测定 NH_4Ac 含量	256
实验 53	邻二氮菲吸光光度法测定铁(含基本条件试验)	258
实验 54	磺基水杨酸吸光光度法测定铁的含量	261

实验 55	天然水中氨氮的测定	263
实验 56	污水中总磷的测定	266
实验 57	碳酸钠融熔——姜黄素法测定土壤中的全硼	269
实验 58	离子选择性电极测定水中 F^- 离子含量	273
实验 59	NaCl 和 NaI 混合物的电位连续滴定	277
第 13 章	综合实验和设计实验	281
实验 60	印刷电路烂版液中铜的回收、利用及有关分析	281
实验 61	从废电池回收锌皮制备硫酸锌	288
实验 62	从废定影液中回收金属银	291
实验 63	磁性体法处理含铬废水	292
实验 64	黄铁矿中铁含量的测定	294
实验 65	水泥熟料中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、CaO 和 MgO 含量 的测定	296
实验 66	工业碳酸锶产品质量分析	301

第三部分 附录和参考文献

附录.....	311
附录 1 常见阳、阴离子的鉴定方法	311
附录 2 常用酸碱的浓度	318
附录 3 某些离子和化合物的颜色	319
附录 4 某些试剂溶液的配制	323
附录 5 几种常用的酸碱指示剂	326
附录 6 常用化合物的相对分子质量表	326
参考文献.....	330

绪 论

0.1 无机及分析化学实验的目的和方法

化学是一门实验科学。无机及分析化学是化学化工类专业学生所学的第一门专业基础课。化学中的定律和学说都源于实验,同时又为实验所检验,做好实验可以巩固和扩大课堂上所获得的知识,掌握基本的操作技能,培养独立工作和分析问题、解决问题的能力,并养成良好的工作作风。因此,实验在无机及分析化学的课程教学中占有极其重要的地位。其教学目的和要求是:

(1) 通过实验,使学生获得大量物质变化的第一手感性知识,进一步熟悉元素及其化合物的重要性质和反应,以利于理解和掌握课堂讲授的基本原理和基础知识。

(2) 使学生得到基本操作和基本技能的训练,初步了解和掌握重要无机化合物的一般分离、提纯和制备方法。

(3) 使学生初步学会正确使用无机及分析化学实验中的各种常用仪器,学会测定实验数据,并加以正确的处理和概括,以利于培养学生独立工作和独立思考的能力、分析实验和用文字表达实验结果的能力以及一定的组织实验和研究实验的能力。

(4) 培养学生具有实事求是的科学态度,准确、细致、整洁等良好的科学习惯以及科学的思维方法,以利于学生初步掌握科学研究的方法。

为了达到上述实验目的,学生不仅要具有正确的学习态度,而且还要有正确的学习方法。无机及分析化学实验的学习方法大致可分为以下三个方面:

(1) 预习。为了使实验能获得良好的效果,实验前必须进行预习。

① 明确本实验的目的和要求。

② 阅读实验教材、教科书和参考资料中的有关内容,理解实验的基本原理。

③ 了解实验的内容、步骤、操作过程和实验时应注意的问题。

④ 认真思考与本实验有关的一些问题,并用所学过的基本原理加以解决。

⑤ 通过查阅教材附录、参考书、手册,收集本实验所需的化学反应方程式及所需物理化学数据等。

⑥ 在预习的基础上,参考下述实验报告格式示例,认真、简要地写好实验预习报告。实验前未进行预习者不准进行实验。

(2) 实验。按拟定的实验方案、步骤、试剂用量和实验操作规程来进行操作,要求做到:

① 既要大胆,又要细心,要仔细观察实验现象,认真测定数据,并把观察到的实验现象和实验数据,如实、详细而又及时地记录在实验记录本上,不得用铅笔记录,也不得记录在纸片上。原始数据不得涂改或用橡皮(或修正液)擦拭,如有记错,可在原始数据上划一道线,再在旁边写上正确的数值。培养自己严谨的科学态度和实事求是的科学作风。

② 实验中如果发现观察到的实验现象和理论不符合,先要尊重实验事实,同时要认真分析和检查原因,并仔细地重做实验,也可以做对照实验、空白实验,或自行设计实验进行核对,必要时应多次实验,从中得到有益的结论。

③ 要勤于思考。实验中遇到的疑难问题和异常现象,需仔细分析,尽可能通过查资料自己解决,亦可与教师讨论,得到指导。

④ 如实验失败,要检查原因,经实验指导教师同意,重做实验。

⑤ 实验过程中要严格遵守实验室工作规则,实验后做好结束工作,包括清洗、整理好实验仪器、药品,清理实验台面,清扫实验室,检查并关闭电源、煤气、自来水开关,关好门窗。

(3) 实验报告。实验报告是实验的总结,实验后要及时分析实验现象,整理实验数据,把直接的感性认识提高到理性思维阶段。应解释

实验现象并作出结论,或根据实验数据进行计算,完成实验报告并及时交指导教师审阅。

实验报告要求按一定格式书写,字迹端正,叙述要简明扼要,实验记录、数据处理需使用表格形式,所作图形准确清楚,结论明确,报告本整齐洁净。

实验报告一般应包括下列几个部分:

① 预习部分(实验前完成):实验名称、实验日期(若实验是由几个人合作完成,应注明合作者)。然后按实验目的、原理(扼要)、步骤(简明)几项书写。

② 记录部分(实验时完成):实验现象、测定数据,即实验的原始记录。

③ 结论部分(实验后完成):实验现象的分析、解释、结论;原始数据的处理、误差分析;结果讨论以及通过实验有何收获。

0.2 无机及分析化学实验报告的格式

实验报告的格式大致可分为定量测定、制备或提纯、定性鉴定、性质验证四大类。现将四种类型的实验报告格式推荐如下,以供参考。

0.2.1 测定类实验示例

0.2.1.1 摩尔气体常数 R 的测定

一、实验目的

1. 学习使用分析天平。
2. 练习测量气体体积(量气管液面位置的观察、仪器装置的检漏)。
3. 进一步了解气体分压的概念。

二、实验原理

一定量的金属镁条 $m(\text{Mg})$ 和过量的稀酸作用,产生一定量的氢气 $n(\text{H}_2)$, 在一定的温度 (T) 和压力 (p) 下,测定被置换的氢气体积 $V(\text{H}_2)$ 。根据分压定律算出氢气的分压:

$$p(\text{H}_2) = p - p(\text{H}_2\text{O})$$

假定在实验条件下,氢气符合理想气体行为,可根据气态方程式计算出摩尔气体常数 R :

$$R = \frac{p(\text{H}_2) V(\text{H}_2) \times 2.016}{n(\text{H}_2) T}$$

其中

$$n(\text{H}_2) = \frac{m(\text{Mg})}{A_r(\text{Mg})} \times 2.016$$

式中, $A_r(\text{Mg})$ 为 Mg 的相对原子质量。所以

$$R = \frac{p(\text{H}_2) V(\text{H}_2) A_r(\text{Mg})}{m(\text{Mg}) T}$$

三、实验步骤

1. 称量: 用分析天平准确称取三份镁条, 每份质量为 $0.030 \pm 0.005 \text{ g}$ 。

2. 安装: 装配仪器(见图 0.1), 并赶走气泡。

3. 检漏: 把漏斗下移一段距离并固定。如量气管中液面稍稍下移后(约 $3 \sim 5 \text{ min}$)即停止下降。说明装置不漏气。如装置漏气, 检查原因, 调整装置, 重复试验, 直至不漏气为止。

4. 测定: 用漏斗加 $5 \text{ mL } 2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ H}_2\text{SO}_4$ 到试管内(切勿使酸沾在试管壁上), 用少量水沾镁条于试管上部壁上。调整漏斗高度, 使量气管内液面保持在略低于刻度“0”的位置, 塞紧磨口塞, 检查是否漏气。

使量气管和漏斗内液面保持同一水平, 读量气管液面的位置, 记录。抬高试管底部, 使镁条与酸接触。同时降低漏斗位置, 使两液面大体水平。待试管冷却至室温, 保持两液面在同一水

平, 记下液面位置。稍等 $1 \sim 2 \text{ min}$ 再记录液面位置。

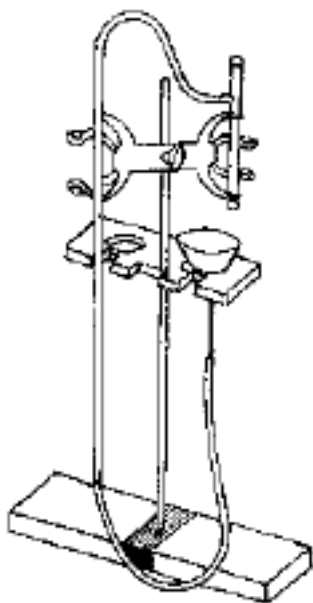


图 0.1 装配仪器图

用另两份已称量的镁条重复实验。

四、实验数据记录与处理

1. 称量：

	1	2	3
表面皿 + 镁条质量/ g			
表面皿质量/ g			
镁条质量/ g			

2. 测气体常数 R ：

实 验 序 号	1	2	3
镁条质量 $m(\text{Mg})/\text{g}$			
反应后量气管液面位置/ mL			
反应前量气管液面位置/ mL			
氢气体积 $V_{(\text{H}_2)}/\text{mL}$			
室温 T/K			
大气压 p/Pa			
T 时的饱和水蒸气压 $p_{(\text{H}_2\text{O})}/\text{Pa}$			
氢气分压 $p_{(\text{H}_2)}/\text{Pa}$			
摩尔气体常数 R			
$\overline{R}$			
相对误差 = $\frac{R_{\text{理}} - \overline{R}}{R_{\text{理}}} \times 100\%$			

3. 数据处理：(略)

0.2.1.2 NaOH 标准溶液浓度的标定

一、实验目的(略)

二、实验原理(略)

三、实验步骤(略)

四、数据记录与处理

	I	II	III
m_1 (称量瓶 + 基准物重) / g	16.151 1	15.618 1	15.112 6
m_2 (称量瓶 + 基准物重) / g	15.618 1	15.112 5	14.581 1
m (基准物重) / g	0.533 0	0.505 6	0.531 5
V_{NaOH} 未读数 / mL	25.08	23.84	24.96
V_{NaOH} 始读数 / mL	0.02	0.04	0.03
V_{NaOH} / mL	25.06	23.84	24.93
c_{NaOH} / $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$	0.104 2	0.103 8	0.104 4
NaOH 浓度平均值 / $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$	0.104 1		
相对平均偏差 / %	0.2		

计算公式:

$$c_{\text{NaOH}} = \frac{m_{\text{基准物}} \times 1000}{M_{\text{基准物}} \times V_{\text{NaOH}}}$$

$$\text{相对平均偏差} = \frac{|c_1 - \bar{c}| + |c_2 - \bar{c}| + |c_3 - \bar{c}|}{3 \times \bar{c}} \times 100\%$$

0.2.2 制备类实验示例

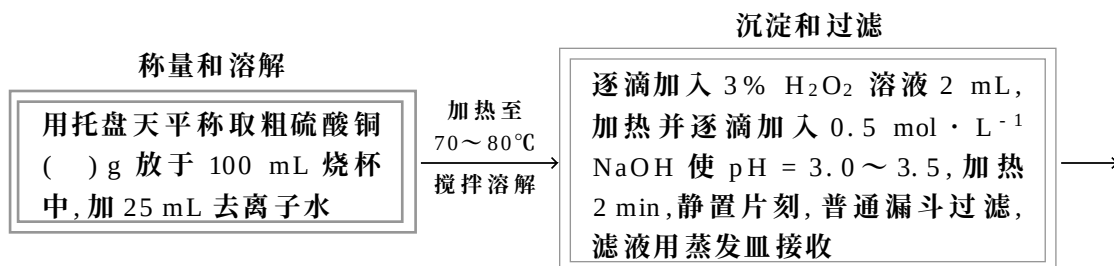
无水硫酸铜的提纯

一、实验目的(略)

二、实验原理(略)

三、实验步骤

1. 硫酸铜的提纯:



(续表)

实 验 步 骤	现 象	反 应 方 程 式 及 现 象 解 释
2. 上试管中,各加入 CCl_4 10 滴,振荡试管,观察、记录 CCl_4 相和水相的颜色	CCl_4 相中氯水为黄绿色(或无色),溴水为橙黄色,碘水为紫红色	氯、溴、碘在 CCl_4 中的溶解度均比较大(相似者相溶)
结论: Cl_2 、 Br_2 、 I_2 在水中的溶解度均比较小,而在 CCl_4 中的溶解度均比较大,颜色不同		
二、(略)		

四、思考题(略)

0.2.4 分析化学定性实验示例

第一组(银组)阳离子的分析

一、实验目的

1. 掌握本组离子的分析特性及分离的条件。
2. 掌握本组离子的鉴定反应。
3. 掌握沉淀、分离、洗涤等定性分析基本操作。

二、实验内容(略)

1. 离子鉴定反应的报告格式实例

离子	试 剂	现 象	反应方程式	结论及讨论
Ag^+	依次加 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ HCl}$	白色沉淀	$\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- \rightleftharpoons \text{AgCl} \downarrow$	生成 AgCl 白色沉淀
	$2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ NH}_3$	白色沉淀溶解	$\text{AgCl} + 2 \text{ NH}_3 \rightleftharpoons \text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+ + 2 \text{ Cl}^-$	生成 $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+$
	$6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ HNO}_3$	又产生白色沉淀	$\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+ + 2 \text{ Cl}^- + 2 \text{ H}^+ \rightleftharpoons \text{AgCl} \downarrow + 2 \text{ NH}_4^+$	又产生 AgCl 白色沉淀

2. 混合物分析报告格式实例