

高等学校教材

无机及 分析化学 实验

钱可萍 韩志坚 陈佩琴 黄孟健 编

高等教育出版社

高等学校教材
无机及分析化学实验
(第二版)

钱可萍 韩志坚 陈佩琴 黄孟健 编

*

高等教育出版社出版
新华书店上海发行所发行
上海中华印刷厂印装

*

开本 850×1168 1/32 印张 8.625 字数 207,000

1978年10月第1版

1987年4月第2版 1988年2月第2次印刷

印数 8,901—23,900

ISBN 7-04-001819-5/O·632

定价 1.65 元

第二版前言

本书初版自1978年问世以来已经八年。其间曾举行过两次无机及分析化学(生物系)教学经验交流会,对这门课程及其实验的重要性予以充分肯定并提出了新的要求。本书初版在使用过程中承兄弟院校提出不少宝贵意见,我们也发现了一些问题。现根据当前化学教育形势发展的需要,我们对它作了较大的修改和充实。主要表现在:1.无机化学部分增加了一些定量化和无机制备方面的实验;定量分析部分增加了一些仪器分析的内容。2.为了适应不同院校,不同层次的需要,总实验数目由原来的27个增加到现在的46个。凡打*号的实验,可由教师酌情选用。3.为了培养学生独立工作能力,也安排了一些由学生自己查阅资料,自己设计步骤的实验。4.全书尽量采用SI单位。

参加本书第二版编写工作的无机部分有钱可萍、韩志坚、黄孟健,定量分析部分有陈佩琴。参加初版编写的陈荣三同志,虽未参加第二版编写,但仍很关注本书的编写工作,并给予许多具体的指导。

在本书的编写和修改过程中,得到很多同志的热情支持和帮助。南京大学化学系无机化学教研室戴震同志仔细审阅了全书并提出许多宝贵意见;南京大学化学系分析化学教研室张树成同志也审阅了定量分析的实验。编者在此一并谨致谢意。

本书第二版承复旦大学化学系杜岱春同志认真审阅,提出许多供修改的宝贵意见,在此深表感谢。

限于编者水平,错误及不妥之处在所难免,敬请读者批评指正。

编 者

1986.7

第一版 编者的话

本书是高等学校生物系无机及分析化学课程的实验教材，同《无机及分析化学》(生物系用)一书配合使用。

我们是从生物系学生学习和掌握无机及分析化学课程的基本理论、基本知识和实验技能着眼，结合近年来在南京大学生物系各专业进行化学教学的经验编写的，于一九七八年六月完成初稿。七月，受教育部委托，由复旦大学(主审单位)、南开大学、安徽大学、山东大学、杭州大学、上海师范大学、江苏师范学院和南京大学等高等学校的代表组成审稿小组，对本教材进行了充分的讨论和评议，并提出了宝贵的意见。据此，我们进行了修改、定稿。

《无机及分析化学》偏重于无机化学的基本原理，《无机及分析化学实验》则偏重于分析化学的实验内容。按照一九七七年十月开的高等学校理科化学教材编写会议的意见，生物系无机及分析化学课程的实验暂定为100学时。根据这个学时数，我们编写了二十多个实验。同时，又考虑到当前全国多数高等学校的实际情况和特点，还编写了若干选择实验(在目录上注以*号)，供采用本教材的学校自行选用。

本书承南京大学化学系戴安邦教授关怀和指导，南京大学无机化学教研室和分析化学教研室的同志对我们的工作曾给予帮助，江苏省地质勘探公司钱保华同志提供了部分实验资料，特此一并致谢。

限于编者理论水平和实践经验，加以时间仓促，书中错误和不足之处在所难免，敬希读者批评指正。

编 者

一九七八年九月

目 录

实验规则	1
实验室的安全规则	2
化学实验基本仪器介绍	3
化学实验基本操作	16
一、仪器的洗涤和干燥	16
二、基本度量仪器的使用方法	18
三、加热方法	25
四、试剂及其取用	29
五、溶解和结晶	30
六、沉淀	31
七、干燥器的使用	40
天平	42
一、台天平	42
二、分析天平	43
酸度计	53
一、雷磁 25 型酸度计	53
二、pHS-3 型酸度计	56
分光光度计	58
一、72 型分光光度计	58
二、721 型分光光度计	61

第一部分 无机化学实验

*实验一 玻璃管操作和塞子钻孔	65
实验二 氯化钠的提纯	73
*实验三 凝固点降低法测分子量	77

实验四	硫代硫酸钠的制备	82
*实验五	中和热的测定	85
实验六	过氧化氢分解速度常数和活化能的测定	90
实验七	电离平衡和缓冲溶液	94
实验八	氢氧化钠和醋酸溶液浓度的测定	98
实验九	醋酸电离常数和电离度的测定	102
实验十	盐类水解与沉淀平衡	105
*实验十一	硫酸银溶度积和溶解热的测定	109
实验十二	氧化还原反应	113
*实验十三	硫酸亚铁铵的制备	117
*实验十四	原子结构和分子结构	120
实验十五	配合物的生成和性质	124
*实验十六	银氨配离子配位数及稳定常数的测定	128
*实验十七	磺基水杨酸合铁(III)配合物的组成及稳定常 数的测定	132
*实验十八	四氨合铜(II)硫酸盐的制备	137
*实验十九	碱金属和碱土金属	139
实验二十	卤族元素	144
*实验二十一	氧族元素	148
实验二十二	氮族元素	153
*实验二十三	碳族元素和硼族元素	159
实验二十四	铬、锰、铁、钴	165
实验二十五	铜、银、锌、汞	170

第二部分 定量分析实验

实验二十六	分析天平的使用和称量	174
实验二十七	容量器皿的校准	179

*实验二十八	铵盐中氮的测定(酸碱滴定法)·····	183
实验二十九	盐酸溶液的配制和标定·····	187
实验三十	混合碱中碳酸钠和碳酸氢钠含量的测定(酸碱 滴定法)·····	189
实验三十一	EDTA 标准溶液的配制与标定·····	193
实验三十二	水中钙镁的测定(配位滴定法)·····	196
实验三十三	高锰酸钾溶液的配制与标定·····	199
实验三十四	过氧化氢含量的测定(高锰酸钾法)·····	202
实验三十五	碘和硫代硫酸钠溶液的配制与标定·····	204
实验三十六	葡萄糖含量的测定(碘量法)·····	207
实验三十七	维生素 C 含量的测定(直接碘量法)·····	210
*实验三十八	水样中 Cr(VI) 的测定(氧化还原法)·····	212
*实验三十九	土壤中腐殖质含量的测定(重铬酸钾法)·····	215
实验四十	氯化钡中钡的测定(重量法)·····	219
*实验四十一	磷肥中水溶磷的测定(重量法)·····	223
实验四十二	生理盐水中氯化钠含量的测定(银量法)·····	226
实验四十三	铁的比色测定·····	229
*实验四十四	Cr(VI) 的比色测定·····	232
*实验四十五	碱灰的 pH 滴定·····	235
*实验四十六	水中氟含量的测定(离子选择电极法)·····	238
附录:	·····	242
一、消防与救护知识	·····	242
二、几种常用酸、碱的浓度	·····	243
三、定性分析试液配制方法	·····	244
四、常见离子鉴定方法汇总表	·····	245
五、基准试剂的干燥条件	·····	246
六、标准溶液的配制和标定	·····	247

七、特种试剂的配制	251
八、缓冲溶液	253
(一)不同温度下标准缓冲溶液的pH 值	253
(二)缓冲溶液的配制方法	254
九、国际原子量表	259
十、化合物的式量表	260
十一、化学手册简介	263
十二、对数表及反对数表	265

实 验 规 则

(一)实验前要认真预习,明确目的要求,了解实验步骤、方法和基本原理。

(二)实验时应遵守操作规则,保证实验安全。

(三)遵守纪律,不迟到,不早退,保持室内安静,不要大声谈笑。

(四)使用水、电、煤气、药品都要根据节约的原则,要爱护仪器。

(五)实验过程中,随时注意保持工作地区的整洁。火柴、纸屑、废品等只能丢入废物缸内,不能丢入水槽,以免水槽堵塞。实验完毕后,应把实验桌、仪器和药品整理干净。

(六)实验过程中要仔细观察,将实验中的一切现象和数据都如实记在报告本上。根据原始记录,认真地分析问题,处理数据,写出实验报告。实验报告的内容包括实验日期、目的、原理、内容、观察结果、反应式、现象的解释、结论和数据处理等。

(七)对实验的内容和安排不合理的地方可提出改进的意见。对实验中的一切现象(包括反常现象)应进行讨论,提倡提出自己的看法,做到生动、活泼、主动地学习。

实验室的安全规则

在进行化学实验时，会经常使用水、电、煤气和各种药品、仪器，如果马马虎虎，不遵守操作规则，不但会造成实验失败，还可能发生事故（如失火、中毒、烫伤或烧伤等）。出了事故，国家财产受到损失，还会损害人的健康。在化学实验中是否一定会出事呢？不是！事故与安全是一对矛盾，它们在一定的条件下可以相互转化。只要我们在思想上重视安全工作，又遵守操作规则，则事故完全可以避免。下面我们介绍一些安全知识。

（一）浓酸、浓碱具有强腐蚀性，使用时要小心，不能让它溅在皮肤和衣服上。稀释浓硫酸时，要把酸注入水中，而不是把水注入酸中。

（二）有机溶剂（如乙醇、乙醚、苯、丙酮等）易燃，使用时一定要远离火源，用后应把瓶塞塞严，放在阴凉的地方。

（三）下列实验应在通风橱内进行：

1. 制备具有刺激性的、恶臭的、有毒的气体（如 H_2S 、 Cl_2 、 CO 、 SO_2 、 Br_2 等）或伴随产生这些气体的反应；

2. 加热或蒸发盐酸、硝酸、硫酸。

（四） HgCl_2 和氰化物剧毒，不得误入口内或接触伤口，氰化物不能碰到酸（氰化物与酸作用放出 HCN ，使人中毒）。砷酸和某些钡盐也很毒，不得误入口内。

（五）用完煤气后或遇煤气临时中断供应时，应立即把煤气龙头关闭。煤气管道漏气时，应立即停止实验，进行检查。

（六）实验完毕后，值日生和最后离开实验室的人员都应负责检查水、煤气龙头是否关好？电闸是否拉开？门窗是否关好？

化学实验基本仪器介绍

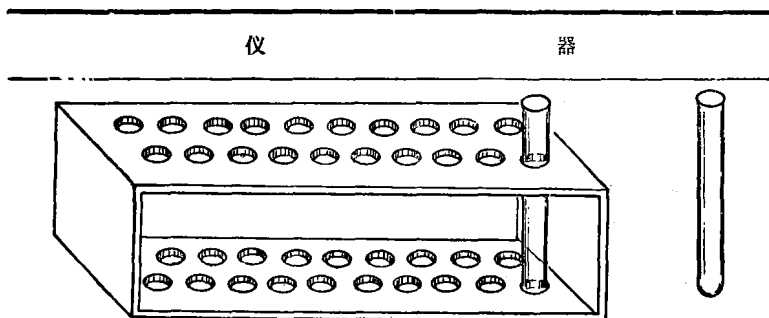


图 0-1 试管及试管架

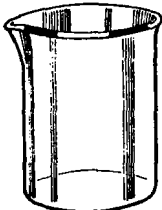
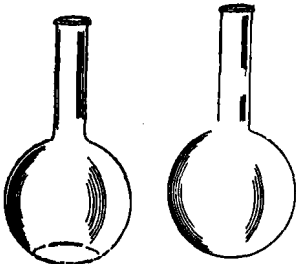
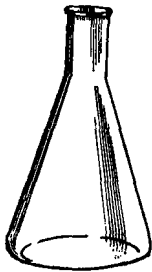
规 格 ①	一般用途	使用注意事项
试管: 以管口直径×管长(mm)表示。 如 25×150 16×150 10×75 试管架: 材料——木料、塑料或金属。	反应容器, 便于操作、观察。用药量少。 承放试管用。	1) 试管可以加热至高温, 但不能骤冷。 2) 加热时, 管口不要对人, 且要不断移动试管, 使其受热均匀。 3) 小试管一般用水浴加热。

仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
	分有刻度和无刻度, 以容积(ml)表示。 如 15、10、5。	少量沉淀的辨认和分离之用。	不能直接加热。

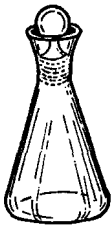
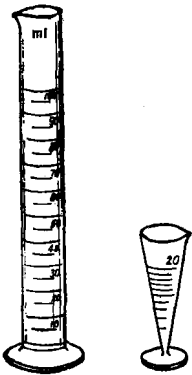
图 0-2 离心管

① 仪器所用材料除注明外皆为玻璃。所列规格为常用仪器的规格。

续前表

仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 图 0-3 烧 杯	以容积 (ml) 表示。 如 1000、600、400、250、100、50、25。	反应容器。反应物较多时用之。	1) 可以加热至高温。使用时应注意勿使温度变化过于剧烈。 2) 加热时放在石棉网上，一般不直接加热。
 图 0-4 烧 瓶	有平底和圆底之分，以容积 (ml) 表示。 如 500、250。	反应容器。反应物较多，且需要长时间加热时用之。平底烧瓶还可以用作洗瓶。	同上。
 图 0-5 锥形瓶(三角烧瓶)	以容积 (ml) 表示。 如 500、250、150。	反应容器。摇荡比较方便。	同上。

续前表

仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 图 0-6 碘量瓶	以容积 (ml) 表示。 如 500、250、100。	用于碘量法。	1) 塞子及瓶口边缘的磨砂部分注意勿擦伤, 以免产生漏隙。 2) 滴定时打开塞子, 用蒸馏水将瓶口及塞子上的碘液洗入瓶中。
 图 0-7 量筒和量杯	以所能量度的最大容积(ml)表示。 量筒: 如100、50、10、5。 量杯: 如 20、10。	量取一定体积的液体用。	不能直接加热。

续前表

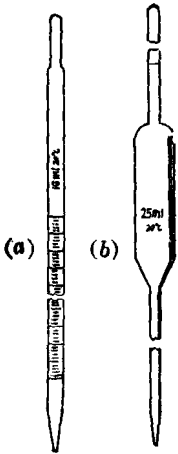
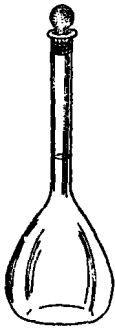
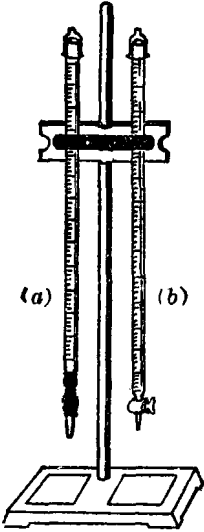
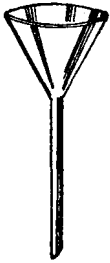
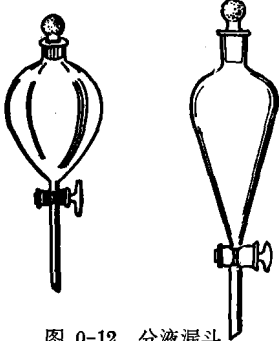
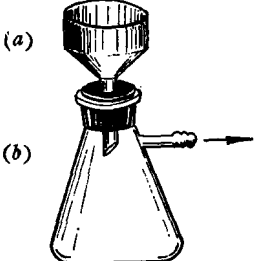
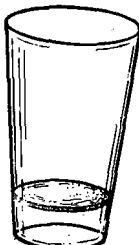
仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 (a) 吸量管 (b) 移液管	以所量的最大容积 (ml) 表示。 吸量管: 如10、5、2、1。 移液管: 如50、25、20、10、5、2、1。	精确量取一定的液体体积用。	不能直接加热。
	以容 积 (ml) 表示。 如 1000、500、250、100、50、25。	配制准确浓度的溶液时用。	1)不能受热。 2)不能在其中溶解固体。 3)瓶塞与瓶是配套的,不能互换。

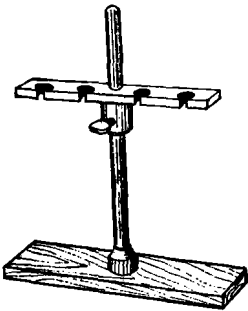
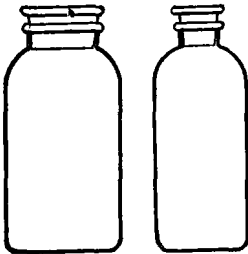
图 0-9 容量瓶

仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 图 0-10 滴定管和滴定管架	滴定管分碱式(a)和酸式(b), 无色和棕色。以容积(ml)表示。 如50、25。	1) 滴定管用于滴定溶液。 2) 滴定管架用于夹持滴定管。	1) 碱式滴定管盛碱性溶液, 酸式滴定管盛酸性溶液, 二者不能混用。 2) 碱式滴定管不能盛氧化剂。 3) 见光易分解的滴定液宜用棕色滴定管。
 图 0-11 漏 斗	以口径(cm)和漏斗颈长短表示。 如6cm长颈漏斗。	过滤用。	

续前表

仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 图 0-12 分液漏斗	以容 积 (ml) 和漏斗的形状 (筒形、球形、梨形)表示。 如100ml 球形分液漏斗	萃取时, 用以分离两种互不相溶的溶剂。	活塞应用细绳系于漏斗颈上, 或套以小橡皮圈, 防止滑出跌碎。
 图 0-13 布氏漏斗和吸滤瓶	材料: 布氏漏斗(a)瓷质; 吸滤瓶(b)玻璃。 规格: 布氏漏斗以直径(cm)表示。 如 8、6。 吸滤瓶以容积(ml)表示。 如 500、250。	吸滤较大量固体时用之。	
 图 0-14 烧结玻璃坩埚	以坩埚的孔径(μm)的大小分为六种号码(长春玻璃总厂): 1(20~30) 2(10~15) 3(4.9~9) 4(3~4) 5(1.5~2.5) 6(1.5以下)。	用于过滤定量分析中只需低温干燥的沉淀。	1)应选择合适孔度的坩埚。 2)干燥或烘烤沉淀时, 最高不得超过500°C, 最适用于只需在150°C以下烘干的沉淀。 3)不宜用于过滤胶状沉淀或碱性较强的溶液。

续前表

仪 器	规 格	一般用途	使用注意事项
 图 0-15 漏斗板	材料：木制。有螺丝可固定于铁架或木架上。	过滤时承放漏斗用。	固定漏斗板时，不要把它倒放。
 图 0-16 表面皿	以直径 (cm) 表示。 如9、7、6。	盖在蒸发皿或烧杯上以免液体溅出或灰尘落入。	不能直接加热。
 (a) (b) 图 0-17 试剂瓶	材料：玻璃或塑料。 规格：分广口 (a)、细口 (b)；无色、棕色。 以容积 (ml) 表示。 如 1000、500、250、125。	广口瓶盛放固体试剂，细口瓶盛放液体试剂。	1)不能加热。 2)取用试剂时，瓶盖应倒放在桌上。 3)盛碱性物质要用橡皮塞或塑料瓶。 4)见光易分解的物质用棕色瓶。