

高等农业学校教学参考书

无机及分析化学实验

北京农业大学无机及
分析化学教研组编

高等教育出版社

高等农业学校教学参考书



无机及分析化学实验

北京农业大学无机及
分析化学教研组编

高等教育出版社

本书是根据 1955 年前高等教育部颁布的无机化学及分析化学教学大纲并配合北京农业大学无机及分析化学教研组编“无机及分析化学”一书而编写的。

本书共列入四十个实验，其中包括无机化学的实验 15 个，定性分析的实验 8 个（阴离子已知液的鉴定分插在有关的无机化学实验中），定量分析的实验 17 个。各校可根据实验学时和具体情况斟酌选做。

本书可作为农林院校 120—180 学时类型无机化学及分析化学课程的教学用书，也可作为其他院校生物、医药等专业和中等专业学校的参考教材。

无机及分析化学实验

北京农业大学无机及
分析化学教研组编

高等教育出版社出版 北京宣武门内承恩寺 7 号
(北京市书刊出版业营业登记证出字第 054 号)

民族印刷厂印刷 新华书店发行

统一书号 13010·675 开本 850×1168¹/₃₂ 印张 6⁵/₁₆
字数 144,000 印数 4,031—14,000 定价 (6) 0.65
1955 年 9 月第 1 版 1955 年 12 月北京第一次印刷

序 言

本教材是配合北京农业大学无机及分析化学教研組編“无机及分析化学”一书而編写的实验指导。

本課程教学大綱的特点是把无机和分析两門化学融成一体。因此实验內容也必須按照这个原則来安排。我們的具体办法是：第一学期先做几个基本操作和验证基本理論的实验，再結合几类离子反应进行定量分析的实验；第二学期在做非金属特性的实验时結合做阴离子已知液的鉴定，在两次金属特性的实验之后做阳离子的定性分析。因此，各次实验的內容很难严格区分为那些是无机化学的实验，那些是分析化学的实验。虽然如此，在全书 40 个实验中，大致可以說是包括 15 个无机化学实验（約需 30 学时），8 个定性分析实验（約需 32 学时），17 个定量分析实验（約需 44 学时）。显然，我們是力图加重定量分析实验的比重，以期满足农业院校（非土壤农化）各专业的要求。

本书适用于 120—180 学时类型的“无机及分析化学”課程。书內所列实验的个数和每个实验中的內容都比实际能做的多一些，以便采用本书的院校可以根据学时数和具体情况斟酌选择。附录中的教学周历示例，可供参考。

在本书每一阶段实验項目之前列有某些重要問題（仪器使用、基本操作技术、誤差和有效数字概念等）的簡要說明。同学在开始某阶段实验以前必須分別仔細閱讀。

鉴于有些毕业同学在参加工作时对于化学实验室工作（如实验室的建立、安全防护、试剂配制等）还不很熟悉，所以在本书附录中編入了这些参考材料，以期同学们能在学习过程中随手查閱，逐

新熟悉,有利于日后的独立工作。

本課程的實驗內容如何正確地結合專業和聯繫生產實踐,是我們目前和今後長期需要學習、研究、摸索的重要問題。在編寫和修改過程中,我們曾注意到應該把有關專業課程和某些生產實踐(主要是肥料和農藥方面)所需的基本知識和技術融化在實驗內容中,但這顯然只是一個最初步的嘗試。定性分析方面,我們同意某些兄弟院校教研組的意見,認為系統分析的學習是重要的,但同時也必須學習在實際工作中常用的分別分析。由於教學時數的限額,我們只用一個實驗的篇幅,提出幾個農業生產上常遇陽離子的簡易分析。這一切,我們都要在今後學習和工作中注意改進,熱誠地盼望讀者提出意見,批評和指正。

編寫本教材時,各兄弟院校的交流教材給予我們不少可貴的幫助;本校黨政領導也予以大力支持和策勵,謹此致深切的謝意。

北京農業大學無機及分析化學教研組

1959年7月

目 录

序言	vii
实验的目的和要求	1
实验规则	2
实验室保安措施	3
化学实验室常用仪器及其使用	6
实验一 天平的使用	10
实验二 混和物组分的分离	18
实验三 砷式碳酸铜中氧化铜的测定	21
实验四 金属当量的测定	23
实验五 气体分子量的测定	27
实验六 化学反应速度和化学平衡	30
实验七 溶液	35
实验八 电离	39
容量分析基本操作	43
实验九 溶液的配制	49
实验十 酸硷溶液的比較滴定	54
实验十一 酸硷溶液的标定	57
实验十二 食醋含酸量的测定	61
实验十三 純碱总硷量的测定	63
实验十四 水的暫硬度的测定	65
实验十五 氧化-还原反应	66
实验十六 KMnO_4 溶液的配制和标定	70
实验十七 铁的测定(高锰酸鉀法)	73
实验十八 I_2 和 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的配制、比較和标定	76
实验十九 砷的测定	79

实验二十	AgNO ₃ 和NH ₄ CNS溶液的配制、比较和标定	81
实验二十一	氯的测定	84
重量分析基本操作		86
实验二十二	BaCl ₂ ·2H ₂ O中结晶水的测定	90
实验二十三	硫酸盐中SO ₄ ²⁻ 根的测定	92
实验二十四	铁的测定(重量法)	95
实验二十五	铁的测定(比色法)	98
实验二十六	磷的比色测定	101
半微量定性分析基本操作		103
实验二十七	氯、溴、碘	106
实验二十八	硫	112
实验二十九	氮、磷	117
实验三十	碳、硅、硼	122
实验三十一	阴离子未知试液的分析	125
实验三十二	钠、镁和铝、铁。金属电动序	129
实验三十三	第一、二组阳离子的分析	133
实验三十四	第一、二组阳离子未知试液的分析	139
实验三十五	第三组阳离子的分析	141
实验三十六	第一、二、三组阳离子未知试液的分析	146
实验三十七	铜、银和锌、汞。络合物	149
实验三十八	第四、五组阳离子的分析	154
实验三十九	阳离子混和试液的简易分析	160
实验四十	固体样品的分析	167

附录

(一)实验室平面示意图	172
(二)天平室平面示意图	173
(三)实验室常备的医药用品	173
(四)试剂	174
(五)定性分析部分用的阴、阳离子贮备试液	181
(六)实验材料	182

(七)火焰颜色.....	183
(八)溶液中有色离子的颜色.....	183
(九)常见的带色化合物.....	183
(十)盐、砷和氧化物的溶解情况.....	184
(十一)重量分析中常用的化学因数.....	186
(十二)酸、砷和氨的溶液在 15° 时的比重.....	187
(十三)室温下的水蒸气压力.....	188
(十四)常用元素的原子量.....	188
(十五)对数表.....	189
(十六)无机及分析化学教学周历示例.....	191

实验的目的和要求

无机及分析化学实验课的目的是：

- (一) 通过实际操作和观察, 巩固和扩大讲课中所获得的知識。
 - (二) 通过实验, 逐步熟悉化学实验的基本操作技术, 为以后有关课程和实际工作打下良好基础。
 - (三) 通过实验, 逐步培养独立思考和独立工作的能力。
 - (四) 通过实验, 逐步培养爱科学, 爱公物, 守纪律的优良品德。
- 为此, 同学在实验时必须严格遵守下列实验规则。

实验規則

(一) 实验前必須結合复习講課的理論, 預习实验指导, 明确实验的目的, 了解实验的內容、操作方法和理論根据。

(二) 仪器每人一套, 輪流公用。因此, 在实验开始前要清点仪器, 并在仪器使用登記表上签名。仪器如有短缺或破損, 应立即报告教师补領。

(三) 遵守实验指导所規定的手續进行实验; 接受教师的指导, 并回答教师提問的問題。

(四) 在教师指导下独立地、精密地进行工作, 研究实验中所有的細节, 發揮主动性、坚忍性、想象力、观察能力和判断能力。

(五) 随时把观察到的現象、反应式、数据、計算和結論等正确而簡明地記錄在报告上。

(六) 公用仪器和藥品用毕随时放回原处。

(七) 爱护仪器, 不浪費藥品, 节省水电。

(八) 遵守实验室的保安措施。

(九) 保持实验室的安靜和整洁。

(十) 实验結束时, 把所用仪器洗净后放回柜內, 并将实验所在地段清理洁淨; 檢查仪器, 如有破損或短缺, 必須当时补領齐全; 把实验报告交給教师。

實驗室保安措施

(一)一切有毒和惡臭氣體的實驗都應在通風櫥內或室外進行。

(二)謹慎處理易燃和有毒的物質。易燃品的實驗應在離火較遠處進行。

(三)稀釋濃酸(特別是硫酸)時,應將酸注入水,切勿將水注入酸。

(四)傾注藥劑或加熱液體時,不要俯視容器,以防濺出。

(五)如有酸鹼液體濺在臉上或手上,必須立即用水沖洗。酸灼傷時,水洗後再用飽和 NaHCO_3 溶液(或稀氨水肥皂水)處理;鹼灼傷時,用 2% 醋酸 (HAcO) 溶液處理。最後用水把稀酸或稀鹼洗淨。

當酸濺入眼中時,除立刻用大量自來水沖洗眼睛外,還可以用 2% NaHCO_3 溶液處理,當鹼濺入眼中時,用飽和硼酸 (H_3BO_3) 溶液處理,然後再用水沖洗。如用洗眼杯可以洗滌得更徹底。

(六)如遇燙傷,不要用水洗滌傷處。未破時,可塗擦飽和 Na_2CO_3 溶液或用 Na_2CO_3 粉調成糊狀敷于傷處;必要時,用綑帶包紮。已破後,塗以紫藥水或 10% KMnO_4 溶液;若燙傷較重,再撒上消炎粉或敷等量的消炎膏和亞鉛華軟膏的混和體于傷處,墊以紗布,用綑帶包紮。不要塗敷凡士林。

(七)如遇創傷(玻璃或鐵器刺傷等),傷處不能用手撫摸,也不能用水洗滌。先把碎玻璃等從傷處挑出。如輕傷,可用 3% H_2O_2 溶液搽拭傷處,塗以紫藥水(或紅汞水、碘酒);必要時,撒些消炎粉或敷消炎膏,用綑帶包紮。傷較重時則須先塗上紫藥水(或碘酒)

然后撒上消炎粉，用紗布按压伤口，立即就医縫合。

(八)如遇 Cl_2 、 Br_2 、 H_2S 和 CO 等有毒气体中毒时，应立刻将患者移至有新鲜空气处，解松衣服，但要保持身体温暖，特别要安静休息。中毒较重时，可以输入氧气。但应注意到， Cl_2 、 Br_2 中毒不可施用人工呼吸； CO 中毒不可施用兴奋剂。

(九)如遇触电事故，应立刻拉开开关，截断电流；或尽快地用绝缘物(如木棒、竹杆等)使触电者与电源隔离。

(十)遇有严重的烫伤、创伤、中毒或触电事故时，除施以急救外，应立即就医治疗。

(十一)如因酒精、苯或醚等引起着火时，应立刻用沙土或湿布等扑灭。如火势较大，可用灭火器。但不可用水扑救。

(十二)离开实验室时，应检查煤气阀门、水阀门和电门等是否关闭。

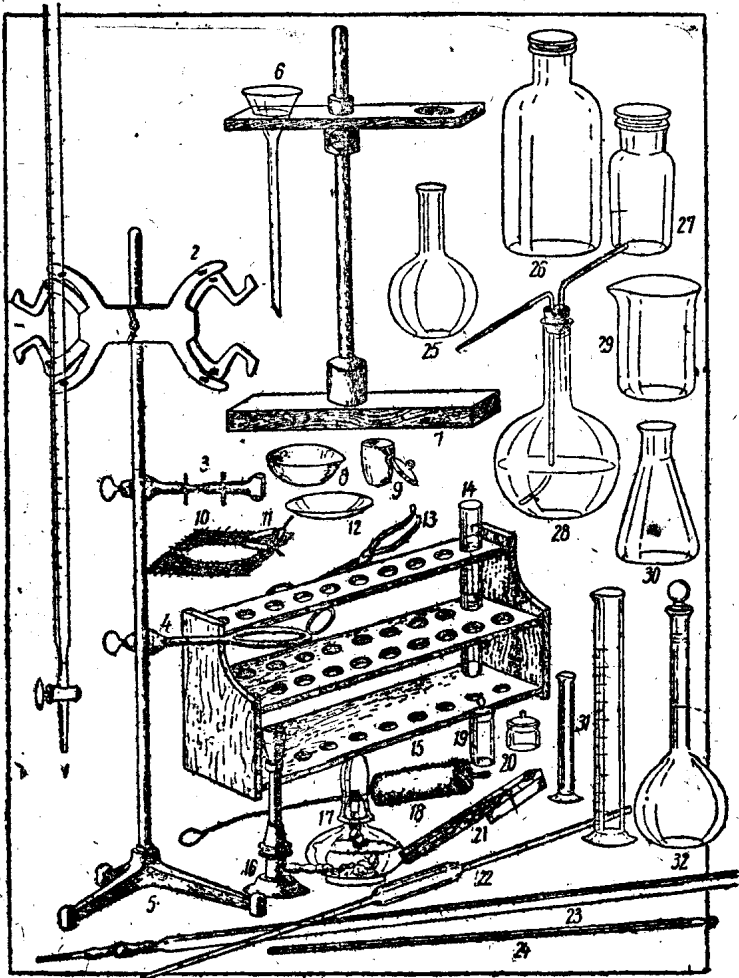


图 1

1. 酸滴定管; 2. 滴定管夹; 3. 铁夹; 4. 铁环; 5. 铁台; 6. 长颈漏斗; 7. 漏斗架; 8. 蒸发皿; 9. 坩埚; 10. 石棉网; 11. 泥三角; 12. 玻璃板; 13. 坩埚钳; 14. 试管; 15. 试管架; 16. 煤气灯; 17. 酒精灯; 18. 试管刷; 19. 称量瓶; 20. 水分皿; 21. 试管夹; 22. 移液管; 23. 碱滴定管; 24. 温度计; 25. 平底烧瓶; 26. 细口瓶; 27. 广口瓶; 28. 洗瓶; 29. 烧杯; 30. 锥形瓶; 31. 量筒; 32. 容量瓶。

化学实验室常用仪器及其使用

參看圖1和实物, 認識化学实验室中常用的各种仪器, 并了解其規格、性能和用途。

(一) 容器和量器

最常用的玻璃容器是試管、燒杯、平底燒瓶、錐形瓶、試劑瓶(細口瓶)和广口瓶。常用的瓷制容器是坩堝和蒸发皿。

附有鐵环和鐵夾的鐵台是用以支架和固定某些器皿的。燒杯、燒瓶和錐形瓶加热時必須放在石棉网上(圖2); 否則容易因受熱不勻而裂損。瓷制器皿和試管則可以用燈火直接加热。如果要在一定溫度下進行較長時間的加热, 則須使用水浴或砂浴。水浴是具有可移動的同心圓蓋的銅制沸水鍋。砂浴是盛有細砂的鐵盤。

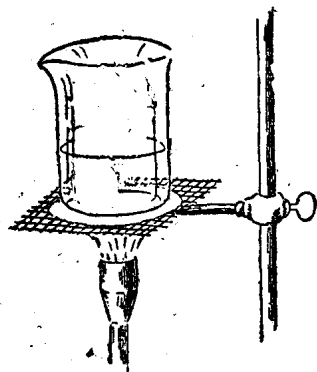


圖2 燒杯受熱的裝置

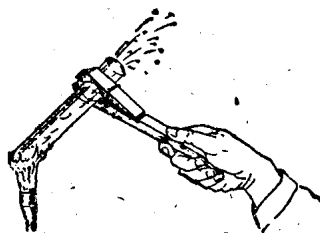


圖3 不正確的試管受熱將引起濺出

試管加热時, 可以直接用手拿着或用試管夾夾好, 先使管內液體普遍受熱, 然後小心地在管底加热, 並不斷上下移動, 務使各部溶液受熱均勻; 否則管內液體會驟然濺出(圖3)。加热時管口不要

朝向自己或別人。

蒸发液体一般用蒸发皿在水浴或砂浴上进行。灼燒(或少量液体的蒸发)則用坩堝。灼燒时把坩堝放在泥三角上,用坩堝鉗夹持坩堝轉动,使之受热均匀(图4)。坩堝鉗放置时应将弯嘴朝上,以免沾污。

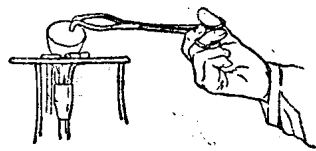


图4 坩堝灼燒的方法

各种器皿加热前都要把器皿外边的水滴擦干。强热后的器皿不可与冷的鉄器或桌面接触,应该把它们放在石棉网或泥三角上冷却。

为了防止尘埃落入蒸发皿和燒杯,有时要用表玻璃把它们盖好。

常用的量器是量筒、量瓶、移液管和滴定管。后三者有很高的准确性,它们的使用方法将在“容量分析基本操作”中讲述。量筒仅具有一定的准确性,只能用以量取体积不須十分准确的液体。

用量筒从试剂瓶量取溶液时,先将瓶塞取下,倒放在桌上,再用右手持试剂瓶(瓶的标签向手心,以免试剂流出瓶外时伤及标签),左手持量筒,并以姆指指示所需体积的刻度处。瓶口輕靠量筒上口边缘,慢慢注入试剂(图5)。如果不慎倾出了过多的试剂,只好把它弃去或給別人,切勿倒回原瓶。试剂取用后,应立即将瓶子塞好,放回原处。

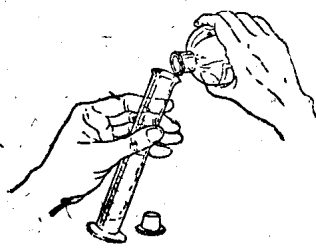


图5 量取溶液的姿勢

取用极少量(少于1毫升)液体时往往使用带橡皮帽的滴管。大約每20滴水溶液的体积相当于1毫升。用滴管吸取试剂时,必須永远保持它的垂直位置,避免傾斜或倒立,防止试剂流入橡皮帽而污染。

容器和量器在每次使用后就要立即洗净。有些实验所用的器

皿只須用試管刷在自來水下洗刷潔淨；有些（例如定性和定量性質的實驗所用的器皿）則還要用少量蒸餾水淋洗 2-3 次。污濁的器皿可按污物的性質分別用肥皂、粗的濃 HCl 或洗滌液（ $K_2Cr_2O_7$ 和濃 H_2SO_4 的混和液）處理。洗淨的器皿決不可再用手指或抹布摸擦內壁。

(二) 燈

實驗室中用以加熱的器具是酒精燈、煤氣燈、電爐和普通的火爐。酒精燈的火焰並不很熱。熄燈時只要把燈帽蓋上，不要用嘴吹。

煤氣燈的式樣不一，常用的一種的構造如圖 6 所示。可以把

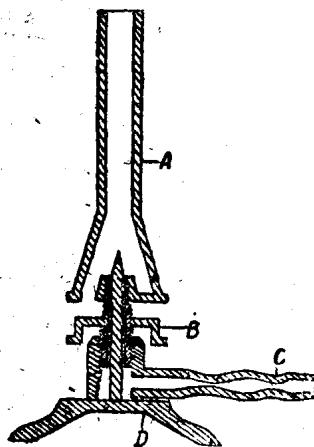


圖 6 煤氣燈的構造

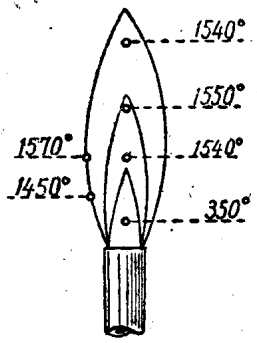
燈管 A 和圓盤 B 自燈座上旋轉卸下，以便觀察燈的構造。旋轉燈管 A 和圓盤 B 可以分別調節空氣和煤氣的流入量。側管 C 是煤氣的導入管，可用橡皮管把它與煤氣管的閥門連接起來。

使用時將燈管 A 向下旋轉，關閉空氣入口；把圓盤 B 向上旋轉，開放煤氣入口。扭開煤氣管的閥門，用火柴點火，煤氣即在燈管上燃着。這時因空氣不足，火焰中含有很多燃燒不完全的碳粒而呈黃色，甚至冒出黑煙。

這種火焰不能用以加熱。漸將燈管向上轉動，增加空氣流入量，火焰即由黃色變為淺藍色。如繼續開放空氣入口，火焰會發出吼聲，這是空氣進入過速的徵象；這樣將降低火焰的溫度，甚至會使火焰吹熄。調節燈管和圓盤至吼聲恰好停止，這時火焰幾乎呈不發光的淺藍色，它的溫度最高，最適於加熱之用。

当煤气进入量太少而空气进入量过多时，火焰往往会缩回灯管底部或发生跳火现象。这时应立即关闭煤气管阀门，待灯管冷却后向下旋紧，重新如前通入煤气燃点。

火焰各部分的温度不同，以中上部处为最高(图7)。因此，一切加热都应在火焰的上部进行。



煤气是易燃的有毒气体。用完煤气灯后必须随手关闭煤气管阀门，以免发生意外事故。

(三)其他仪器

实验室内经常要使用各种天平称量物体；用启普发生器制取各种气体；用漏斗和滤纸进行过滤，或用离心机分离沉淀物；用烘箱烘干水分；用干燥器冷却和保干某些器皿及其内容物；用温度计、气压计、比重计测定温度、气压和溶液的比重。此外，有时还用比色计测定溶液颜色的深度；用显微镜观察晶粒的形状。这些仪器和它们的使用方法将在有关实验或基本操作中分别叙述。