

分析化学实验指导

华南农学院化学教研组

1965.9.

目 录

分析化学实验课的目的和要求	1
实验一 化学实验的基本操作	11
实验二 分析天平的使用	24
实验三 HCl 标准溶液的配制及标定	33
实验四 0.1N NaOH 溶液的配制及标定	35
实验五 铵态氮矿物质肥料中氮的测定	37
实验六 土壤中水分的测定	38
实验七 系列 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 标准溶液的配制	39
实验八 土壤中 NH_4^+-N 的测定	41
实验九 土壤中 NO_3^--N 的测定	43
实验十 土壤中速效磷的测定	44
实验十一 土壤中 pH 值的测定	46
实验十二 土壤有机质的测定	52
实验十三 钙和镁含量的测定	54
实验十四 土壤中硝态氮含量的测定	58
实验十五 土壤中速效钾的测定	59
实验十六 高锰酸钾溶液的配制与标定	61
实验十七 绿矾中 FeSO_4 含量的测定	64
实验十八 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 溶液的配制与标定	65
实验十九 漂白粉中有效氯的测定	68
实验二十 亚砷酸含量的测定	69
实验廿一 土壤全量氮快速测定法	70
实验廿二 亚硝酸盐的测定	72
实验廿三 尿液 pH 值的测定	73
实验廿四 尿液中氯化物的测定	76

分析化学实验指导

分析化学实验课的目的和要求

化学实验不但可以学会掌握各种化学操作技术，加强感性认识，同时还可以巩固与深入理解化学理论在应用时的条件、范围和方法，使理论能够在实践中得到证实。在分析化学实验中，要达到下面几点：

一、学会各种基本的化学仪器和单元操作方法；它们不但在化学工作中所必需的，而且也是任何自然科学工作中不可缺少的技能，每个操作都要严格遵守规范的指示去做，这些规范都是总结了无数科学工作者的经验而规定的，各种仪器的使用方法，是根据仪器的质地、使用目的和条件而规定的。严格遵守操作规范不但是为了掌握这些具体技能，同时也养成了准确、仔细、实事求是的科学态度和作风。

二、通过实验，学会各种分析方法，使能够为生产服务。同时学会各种化学试剂的配制，实验数据的整理和总结等，为将来进行科学研究打下良好的基础。

三、通过实验使理论知识得到巩固，深化和丰富，更加便于理解和记忆。

四、通过实验逐步培养爱科学、爱护公物、遵守纪律的共产主义道德品质。

五、通过实验逐步培养独立思考和独立工作的能力。严格的实验课的锻炼，是培养独立思考和独立工作能力的重要方法。

为此，要求同学们要做到下面几点：

1. 在实验课前必须充分做好预习。实验前的自学是十分重要的，在每次实验课中，教师仅有几分钟的关于本次实验注意事项的简单说明，如果你没有事先仔细阅读过实验指导的内容，你将会无从下手，在实验课前的自学中，要明确各项实验的分析原理和操作方法。

2. 在实验的过程中要严格遵守操作规程独立进行工作，并将分析数据忠实的随时记录在记录本上，不得任意涂改。

3. 要遵守实验纪律和严格执行实验室工作规则。

实验室工作规则

一、实验前必须做好预习。

二、仪器每两人一套，轮流公用。因此，在实验开始前要清点仪器，如发现残缺或破坏应立即向教师反映情况及补领。

三、实验开始前，必须将所用仪器检出并洗涤干净，然后进行实验操作。

四、使用仪器时如有损破，应立即报告教师并填写仪器损破报告单请教师签名后由教师补充。

五、实验时要保持肃静，不得高声谈话，不得擅自离开实验室。

六、实验时要保持整齐清洁，公用仪器和试剂瓶用完后立即放回原处，不得拿用其他组或其他实验桌的仪器药品，遇有试剂不足时，应立即报告教师请求补充。

火柴杆、滤纸、试纸等废物必须投入桌旁废物缸内，不得扔入水槽或扔在地下。实验完毕废液残渣酸液等必须倒入废物缸，不得倒入水槽。

七、实验时使用水、电、煤气，以及一切药品材料，必须遵守节约的原则。水、电、煤气使用后应立即关闭，药品用量以使用小量为原则。

八、实验完毕后应将用过的仪器洗净放回柜内，并检查有否破损，如有上述情况应立即报告教师取表填写补领。

九、离开实验室前应将实验结果交教师检查，最后再重检一次煤气开关是否关好，将台面清洁，倒去废液盘污水。

十、值日生应将公用药品桌及地面清洁干净并值日生和最后

后离开实验室的工作人员都应负责检查一遍，并把水和煤气的总门关闭，拉开电闸。

实验室安全措施

一、灯、火、水、电用毕后或在离开实验室时必须关闭熄灭。

二、不得用口吸有毒药品，在嗅挥发性气味时必须按规定操作进行。

三、试剂或反应液溅于皮肤或衣服时，必须立即用水洗净（如为强酸，则先用大量水洗，然后用小苏打液洗，再用水洗净）。

四、遇有割伤、烫伤、中毒等事故应立即报告教师处理。

实验室中一般伤害的救护

1. 割伤：在伤口处抹红药水或紫药水。

2. 烫伤：在伤口上抹烫伤药，或用浓高锰酸钾溶液润湿伤口，至皮肤变为棕色。

3. 受伤腐伤：先用水冲洗，再用饱和硼酸或稀氨水洗，最后用水冲洗。

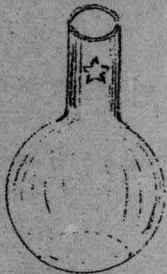
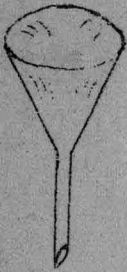
4. 受碱腐伤：先用水冲洗，再用醋酸溶液（20克/升）洗。酸或碱溅入眼中时，用硼酸溶液洗。

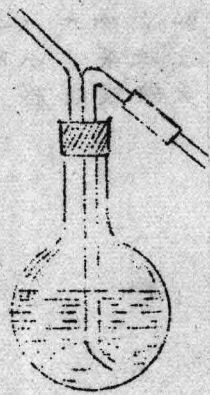
5. 受溴腐伤：用苯或甘油洗，再用水洗。

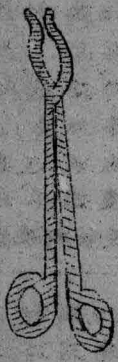
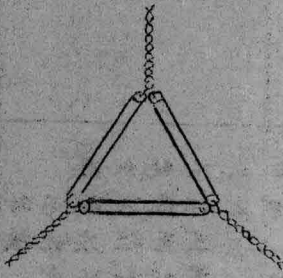
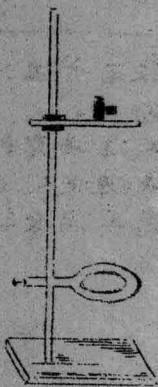
6. 吸入浓蒸气、氯气、氯化氢：可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气。

7. 毒物进入口内：把5~10毫升稀硫酸铜溶液加入一杯温水中，口服之，用手指伸入喉部促使呕吐，然后送医。

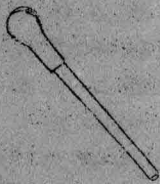
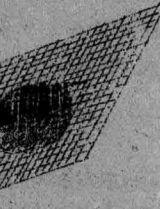
化学实验常用仪器的介绍

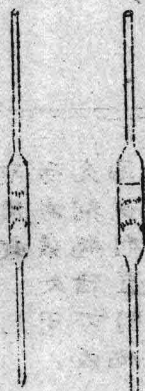
仪 器	规 格	用 途	使用方法和注意事项
 平底烧瓶	容量：50、100、150、250、500、1000 (毫升)	反应容器，尤其是反应物较多时经长时间加热者多用之，还可以用作洗瓶。	加热时要用铁丝网，内部所装液体不能超过 $\frac{2}{3}$ 。
 漏 斗	直径：40、50、60、75、90、120 (mm)	过滤及引导液体或粉末状固体入小口容器中时用。	过滤方法见实验二。
 量 筒	容量：5、10、20、25、50、100、250、500、1000 (毫升)	量度液体的体积。	液体在量筒中成一弯月面，读数时眼睛与弯月面成水平，读其最低点的读数，不能作反应容器，不能加热或烘。

仪 器	规 格	用 途	使用方法和注意事项
 烧 杯	容量： 50、 100、150、 200、250、 400、500、 600、800、 1000、2000。 (毫升)	1. 盛溶液或配制溶液，溶解药品等容器。 2. 反应容器	加热时放在石棉网上，加热时杯内所盛的液体不要太多，不要做剧烈过热的现象及受热不均匀，使杯破裂或液体溅出。
 三角瓶	容量： 50、 100、125、 150、250、 500、1000 2000 (毫升)	反应容器，操作方便，口径较小，能减小反应物的蒸发，用于滴定。	加热时应放在石棉网上，不得直接加热。
 表面皿	直径： 60、 70、110、 120、155 (mm)	1. 作烧杯或蒸发皿的盖，以防液体溅出。 2. 点滴反应或观察小晶体及结晶过程均可在表面皿进行。	1. 不能加热 2. 作盖玻璃用时其直径应比被盖物略大。
 圆 瓶		1. 盛蒸馏水。 2. 洗沉淀时用。	1. 使用方法见实验一。 2. 不得将管排出来随便乱放以免弄污及损坏。

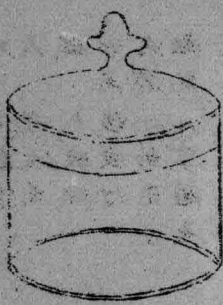
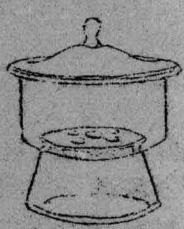
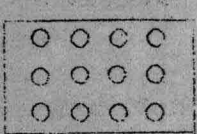
仪器	规格	用途	使用方法和注意事项
	铜制	夹取坩埚和坩埚盖用	夹取坩埚时，应先将钳子端部预热，免得坩埚骤而破裂。
		坩埚或小蒸发皿加热时的承放器。	架在铁环上，坩埚在其上。
		1. 铁夹固定时应夹紧。 2. 铁环也可作漏斗架或泥三角的承放。	不能用作敲打其他硬物以防折断，铁夹头要套上胶套，以防止夹破玻璃器。
铁架台、铁环、铁夹			

仪 器	规 格	用 途	使用方法和注意事项
 坩 埚	容量: 10、15、20、25、30 (毫升)	因为它能耐高温 (1000°C 以上) 一般是用以灼烧固体。	1. 灼烧时放在泥三角上, 泥三角放在铁圈上而铁圈固定在铁架上, 直接用火加热。 2. 烧热的坩埚避免骤冷骤热。 3. 加热后不能放在木台上, 要放在石棉网上。 4. 拿出正在灼烧的坩埚所用的坩埚夹也须先加灼烧, 否则坩埚会因而破裂。
 蒸发皿	磁制, 直径 60、90、110 (mm)。	蒸发液体时用	1. 口很大, 液体化蒸气而散入空间去。 2. 加热后不能放在木台上, 要放在石棉网上。
 试 管	直径 $\times$ 长是 (mm), 普通的和硬质的两种。	以应容器适合于少量试剂的反应。	1. 使用时用试管夹夹住后可以直接加热。 2. 加热时要注意使试管下部受热均匀。 3. 进行反应时或加热时要常振荡试管, 使内容物混合均匀。

仪 器	规 格	用 途	使用方法和注意事项
 滴 管		滴加少量试剂 时使用滴管，可 逐滴的加入。	1. 吸取液体时将 橡皮头一捺， 将空气驱出， 液体即吸入， 放出液体时轻 捺橡皮头，液 体即逐滴流出。 2. 同一滴管未经 洗净，不能放 入另一种试剂 瓶中。
 水 锅	铜 制	仪器加热时， 加热均匀缓和， 不勿过热。	面上由同心环 组成的盖盖之， 这种盖可以适应 不同大小的容器。 防止锅内水份 蒸发，加热时锅 内水不要太满， 以防止沸腾时溢 出。
 石 棉 网		玻璃容器加热 时，承垫在玻璃 容器底部，使加 热均匀。	不能随意乱丢， 不宜和铁夹、铁 环放在一起以免 损坏石棉。
 试 管 刷		洗刷试管或其 他仪器用。	1. 洗刷玻璃器皿 时特别是洗刷 试管要小心， 勿使刷子顶端 的铁丝撞穿器 皿底部。 2. 刷子不应与酸 性液体接触。 3. 洗刷后的毛要散开，铁丝端 部不能再用，以免弄破仪器。

仪器	规格	用途	使用方法和注意事项
 滴定管	酸式、碱式 容量： 25 毫升 50 毫升	滴定时或量取较准确的体积时用。	1. 酸式和碱式不能混用 2. 小心酸式滴定管的玻璃活塞，避免打碎或遗失。
 容量瓶	容量：25、50、100、125、250、500、1000 (毫升)	配制一定量准确体积的溶液时用。	1. 不能用作反应容器。 2. 不能加热。 3. 要特别小心瓶塞，勿使跌落或遗失。
 移液管	容量：1、2、5、10、15、20 (毫升)	吸取一定量准确体积的液体时用。	1. 不能加热。 2. 将吸取的液体放出时，管端剩余的液体不得用心吹出。

分析化学实验指导

仪器	规格	用途	使用方法和注意事项
 称量瓶	扁型、高型。	用于称量药品。	1. 不能加热。 2. 一般放在烘箱或干燥器内干燥。
 干燥器	内经：180、240、300 (mm)	保持物质干燥或使潮湿物干燥	1. 拿干燥器时要注意盖的滑落以免打破。 2. 物体太热时不宜立即放入。
 点滴板	瓷制：12穴	点滴反应或比色用	有色沉淀用白瓷板，白色沉淀则用黑瓷板。
 试剂瓶	其磨砂玻塞，有小口、大口，无色、棕色各种大小规格	装试剂用。（大口瓶可装土壤样本用。）	见光易起变化的试剂需用小口瓶并装软，并放于暗处，其他试剂可用无色小口瓶装。

实验一 化学实验的基本操作

一、仪器的洗涤和洗液的配制

目的：

学习洗涤仪器的方法和洗液的配制。

内容：

1. 仪器的洗涤

实验时必须使用清洁的仪器。如果使用了不洁的仪器，必然会得到不正确的结果。因此，实验室内仪器必须保持清洁，为此，实验完毕后，应立刻把仪器洗净。

玻璃和瓷质的仪器，可用试管刷蘸取去污粉（或铬酸洗液）刷洗，务求把仪器内外壁的污物擦去，再用清水冲洗数次，最后以少量的蒸馏水冲洗两三次，已洗净的仪器，瓶壁能被水完全润湿而附有一层均匀的薄水膜，应无水珠附着在器壁上。

已洗净的仪器可倒立在清洁的仪器柜内或仪器架上晾干，或放入烘箱内烘干。已洗净的仪器，切记不能用布或纸去擦干，以免使仪器重新沾污。

遇污秽而不能用上述方法洗净的仪器，可用洗液洗涤，洗液是重铬酸钾和浓硫酸的混合液，有很强的氧化性、酸性和去污能力（配制方法见下）。洗涤时可往仪器内加入少量（用量约为仪器总重的 $1/5$ ）洗液，慢慢转动，使仪器的内壁完全为洗液所润湿，放置数分钟后把洗液倒回原瓶中，然后用清水冲洗仪器数次（第一、二次的洗出液只能倒入污水盆内，切忌倒入水槽。为什么？）最后用少量蒸馏水冲净。

如果仪器存有油脂，可用热肥皂水或酒精碱液（普通酒精与等量的 $3\% \text{NaOH}$ 或 KOH 的混合液）洗涤；过分脏的仪器可用 $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{HNO}_3$ 的混合液洗涤。曾盛高锰酸钾的容器（如滴定管）中两壁盖着棕色的 MnO_2 薄层，可用硫酸亚铁的酸性溶液或草酸清洗。在任何情况下都不能用砂子擦去玻璃仪器上的污垢，以免损伤玻璃的表面。

2. 洗液的配制

称取重铬酸钾 ($K_2Cr_2O_7$) 或重铬酸钠 5 克溶于 10 毫升热水中，冷却后在不断搅拌下缓慢加入工业用的浓硫酸 90 毫升，冷却后貯在有玻璃塞的瓶中备用。

使用洗液时，必须注意以下几点：

- (1) 使用洗液前，最好用水或去污粉先把仪器洗一遍，
- (2) 应该把仪器内的水尽量去掉，以免把洗液冲稀，
- (3) 洗液用后应倒回原来的瓶内，可以重复使用，应该把装洗液的瓶塞盖紧，以防止洗液吸水，
- (4) 不要用洗液去洗涤具有还原性的污物（如某些有机物），已变为绿色的洗液，不具有氧化性，不能继续使用，
- (5) 洗液具有很强的腐蚀性，会灼伤皮肤和破坏衣物。如果不慎地把洗液洒在皮肤、衣物和实验桌上，应立即用水冲洗。

操作：洗净烧杯、试管各一个。

二. 平台的使用

实验室一般的称量可使用台平（图 1），它能准确称量至 0.1 克。使用前先检查天平的两臂是否平衡，当台平静置时，

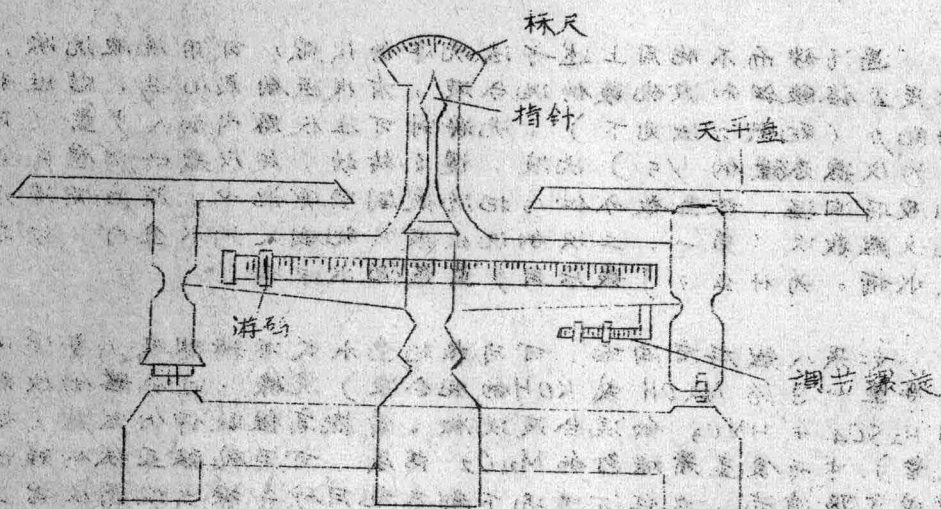


图 1 台平示意图

指针指在标尺的零点上，则表示平衡，若指针不指在零点，可调节螺旋使之平衡。

称量时，称重物在自平左盘的中央，在右盘上加砝码使两盘平衡。称量 10 克以下的物品可使用游码较为方便。达平衡后，即将砝码的重量记录在本子上，砝码的重量即为所称物品的重量。

称量时必须注意以下几点：

- (1) 称量物要放在纸片或表面皿上，不能直接放在托盘上，潮湿的或具有腐蚀性的药品，则要放在玻璃容器内。
- (2) 不能称量热的物品。
- (3) 称量完毕后，应把砝码放回砝码盒内，把游标尺上的游码移到刻度“0”处，使自平的各部分恢复原状。
- (4) 应经常保持自平的整洁。

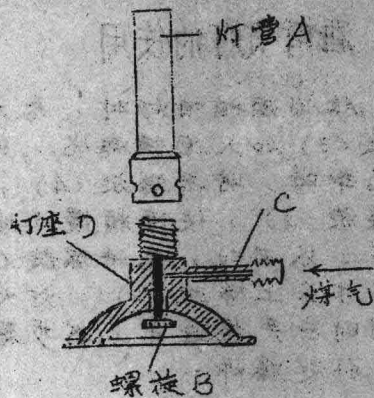
三. 煤气灯的使用

目的要求：

熟悉煤气灯的构造和使用方法。

煤气灯的构造：

煤气灯是实验室内常用的加热设备，有各种不同的式样，在构造上彼此略有不同，我们现有的煤气灯（图 2）其构造包括可以旋转的金属管 A，是空气的进口，其下是灯座，配有可以旋转的螺旋 B，是调节煤气进口阀门，另有一侧管 C，是煤气进口的导管，借橡皮管与侧管上的煤气管连上，即有煤气导入，旋转管 A 可以调节空气进入量，旋转 B 可以调节煤气进入量。



煤气灯的使用方法

图 2 煤气灯的构造

实验时先把煤气灯的 A 及 B 两部分都从灯座 D 旋转卸下，以便各部的构造，然后再装好备用。

煤气灯的使用方法：旋转管A，使空气入口闭塞，向下旋转B，使煤气入口开放，然后先擦着火柴，再打开煤气进口开关，在低于灯口1厘米附近处点火，煤气即在灯口燃着，此时因无空气进入，火焰呈黄色，用玻璃管放在黄色火焰上部，片刻玻璃管表面即附着一层黑烟，这种火焰不适宜于加热之用。

旋转管A，使空气进入量慢慢增加，观察火焰由黄色变为蓝色，继续旋转管A，至煤气灯发出吼声，这是空气进入量过多的现象，此时应慢慢转回管A，使吼声恰好停止，这时所生成的是几近无色的淡蓝色火焰，温度最高，最适合加热之用。

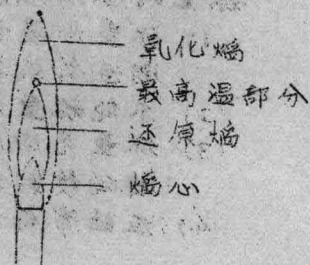


图3 火焰

当煤气进入量大而空气进入量太多时，火焰往管内缩回管低燃烧，如发生这种情形可暂时关闭煤气，使灯冷却后调节空气进入量，再按上述法点燃。

火焰各部分的温度不同，以中部处为最高（图3），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阀门，以免发生事故。

附：酒精喷灯的使用

使用酒精喷灯时，先在喷灯下部凹处(3)加入酒精燃烧，待酒精燃烧将完半时，拧开螺旋(4)，然后再拧开螺旋(2)，使酒精慢慢地从圆筒(1)流下。不用时，先将螺旋(2)关紧，然后才关上螺旋(4)，灯火即熄灭。使用时应严格遵守上述步骤，否则，容易引起爆炸。

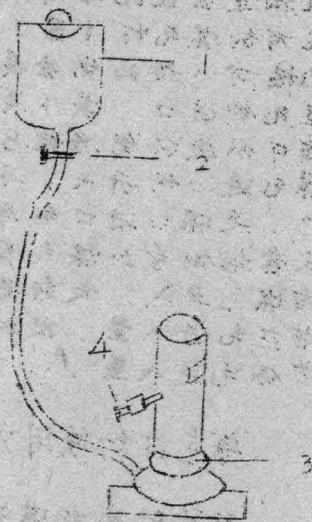


图4 酒精喷灯

四. 玻璃管的截断弯曲和塞子钻孔

目的要求

1. 学习玻璃管的加工方法。
2. 练习塞子的钻孔操作。

1. 玻璃截断法

① 选好直径适度的玻璃管(棒)平放在实验桌上,用锉锋在欲截断处向前或向后一锉,管(棒)上即出现一深痕(不要用锉来回锉,因为没有必要锉得更深,来回锉反而易伤锉或震裂玻璃伤手),然后两手持玻璃管(棒),两拇指抵住锉痕背面,用力一折同时稍向外拉,管即由痕处折断(如图5)。



图5 玻璃的切断

② 使切口平光,折断的切口很锐利,必须平光之,否则在应用时容易伤手伤仪器,割坏胶塞或胶管。平光办法是在火焰上烧光,当玻璃加热到半熔时由于表面张力作用,其锋锐棱角自行收缩而呈光滑状态,平光时,玻璃(棒)应与火焰成 45° 角,并且不断转动,以免加热不均,到火焰呈黄光后片刻,即已烧好,不可把欲平光处烧得过红,否则会变形。

2. 弯曲法:

取断面已烧光滑的玻璃管,先将要加热的部位用布(或纸)抹干,双手持管的两端,把要加热的部分伸入火焰中的最高温部分并且不断转动玻璃管使其均匀受热,直到受热部分变为发生黄光的软体后(注意勿使玻璃管弯曲),拿离火焰稍等一秒钟,然后度成所需要的角度,保持此位置数分钟以待其冷却再放下来(放在什么地方?)要获得光滑的弯曲,必须使热的部位长度至少略长于弯曲部分(使用鱼尾灯头更好),否则不能达到均匀的加热,曲部将呈扁形或打折,不但不美观,更严重的是易于在应用时断裂。

