

高等学校教学用书

无机及分析化学实验

WUJI JI FENXI HUAXUE SHIYAN

北京农业大学无机及分析化学教研组编

人民教育出版社

高等学校教学用书



无机及分析化学实验

WUJI JI FENXI HUAXUE SHIYAN

北京农业大学无机及分析化学教研组编



人民教育出版社

本书是根据北京农业大学无机及分析化学教研组編“无机及分析化学实验”(1959年)一书改編而成。与該教研组改編后的“无机及分析化学”(1961年)一书相配合,可以做为农林院校及綜合大学、高等师范学校地理各专業无机及分析化学課程的教材。

本书共选列了54个实验,其中基本操作及无机理論验证的实验10个;定量分析实验30个;无机元素各論、定性分析及农业样品鉴定的实验14个。各校可根据需要酌选做。

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編

北京市书刊出版业营业許可証出字第2号

人民教育出版社出版(北京景山东街)

人民教育印刷厂印装

新华书店北京发行所发行

各地新华书店經售

統一書号K13010·675 开本 850×1168 $\frac{1}{32}$ 印张 7 $\frac{1}{16}$ 插頁 2

字數 170,000 印数 31,801—37,800 定价(6) 0.80

1959年7月第1版 1961年7月第2版 1962年4月北京第6次印刷

序

本书是配合北京农业大学无机及分析化学教研组改编后的“无机及分析化学”一书(1961年版)而编写的实验教材,在本教研组原编“无机及分析化学实验”一书(1959年版)的基础上改编而成。

本书改编后加强了分析部分(尤其是定量分析)、印证理论部分和联系实际部分的内容。较具体的安排是:前10个实验为基本理论的验证和基本操作的训练部分,希望通过这些实验,不仅能巩固课堂讲授内容,同时也要学会化学实验的最基本的操作技术,为下面的定量分析实验打下可靠的基础。

从实验十一到四十,30个实验是定量分析部分,处理这部分内容时,除了把重量分析、容量分析基本操作单列为一次实验以加强分析操作的训练外,针对生产的需要,还增加了重铬酸钾法、络合滴定法和比色法等内容,同时各种方法也选择了较多的实例,以便不同专业的选用。

从实验四十一到最后14个实验是元素各论及定性分析部分,改编后的定性分析内容改变较大,我们采用了分别分析的方法,并把各离子的鉴定方法分别插入到有关元素性质中去做,这样就可以把定性分析与元素性质密切结合起来。在阴、阳离子分别鉴定之后,另辟了阴、阳离子未知液和固体样品的分析3个实验,做为定性分析的总结。为了加强定性分析的生产意义,最后还增加了3个有关农业样品分析的实验。

另外,在元素各论中,除了适当地丰富了元素性质的内容外,还增加了有关专业需要的无机化合物的制备。

改编时为了尽量避免与“无机及分析化学”一书重复,故实验

的分析原理部分，仅做了一些必要的叙述。全书共 54 个实验，其中定量分析部分与无机(包括基本操作训练)及定性分析部分的分配约为 1:1 的比例。基本符合改编精神。

由于编者业务水平所限，本书错误或不恰当之处在所难免，我们热诚地希望读者提出批评和指正。

本书改编过程中，各兄弟院校给予了许多的支持和鼓舞，尤其是南京农学院和西北农学院两兄弟教研组与我们一起讨论了编写大纲和实验内容，这对于我们的工作是一莫大的帮助；我校党政领导也给予大力的支持和鼓励，我们谨此致以深切的谢意。

北京农业大学无机及分析化学教研组

1961 年 5 月

目 录

序	v
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 碱式碳酸铜中氧化铜的测定	17
实验三 粗食盐的精制	19
实验四 金属当量的测定	22
实验五 气体分子量的测定	26
实验六 化学反应速度和化学平衡	29
实验七 溶液	35
实验八 胶体溶液	39
实验九 电离	43
实验十 硫酸铜的制备	47
实验十一 重量分析基本操作	49
实验十二 粮食及土壤水分的测定	55
实验十三 硫酸盐中硫酸根的测定	59
实验十四 铝的测定	62
实验十五 容量分析基本操作	65
实验十六 溶液的配制	70
实验十七 酸碱溶液的比較滴定	73
实验十八 酸碱溶液的标定	76
实验十九 氨水中氨的测定	80
实验二十 鉍盐中氮的测定	82
实验二十一 純碱总碱量的测定	84
实验二十二 磷的测定(中和法)	86
实验二十三 食醋含酸量的测定	89
实验二十四 2,4-D含量的测定	91

实验二十五	高锰酸钾溶液的配制和标定	93
实验二十六	钙的测定(高锰酸钾法)	96
实验二十七	过氧化氢的测定	97
实验二十八	重铬酸钾标准溶液的配制和铁矿中铁的测定	98
实验二十九	土壤中腐殖质的测定	101
实验三十	碘和硫代硫酸钠溶液的配制、比较和标定	103
实验三十一	砷的测定	106
实验三十二	胆矾中铜的测定	108
实验三十三	亚硫酸及果品、蔬菜加工品中 SO_2 含量的测定	110
实验三十四	硝酸银和硫氰酸铵溶液的配制、比较和标定	112
实验三十五	氯的测定	115
实验三十六	硬水中钙和镁的测定(络合滴定法)	117
实验三十七	铁的测定(比色法)	120
实验三十八	铍的测定(比色法)	123
实验三十九	磷的测定(比色法)	125
实验四十	钾的测定(比色法)	129
实验四十一	半微量定性分析基本操作	131
实验四十二	氟、溴、碘	136
实验四十三	硫	142
实验四十四	氮、磷、砷	150
实验四十五	碳、硅、硼	157
实验四十六	阴离子未知试液的分析	162
实验四十七	钠、镁、铝	166
实验四十八	铁、锰	171
实验四十九	铜、锌、汞	176
实验五十	阳离子未知试液的分析	180
实验五十一	固体样品的分析	184
实验五十二	土壤的 pH 值和速效性氮、磷、钾的速测	189
实验五十三	无机肥料的鉴定	192
实验五十四	农药的鉴定	197
附录		205

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本上。

(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、煤气。

(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, 把所用仪器洗淨后放回柜內, 并将实验所在地段清理潔淨; 检查仪器, 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)如有酸鹼液體潑濺在臉上或手上,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,可塗搽飽和 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),然後撒上消炎粉,用紗布按壓傷口,立即就醫縫合。

(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,应立刻拉开闸匣,截断电流;或尽快地用绝缘物(如木棒、竹竿等)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。

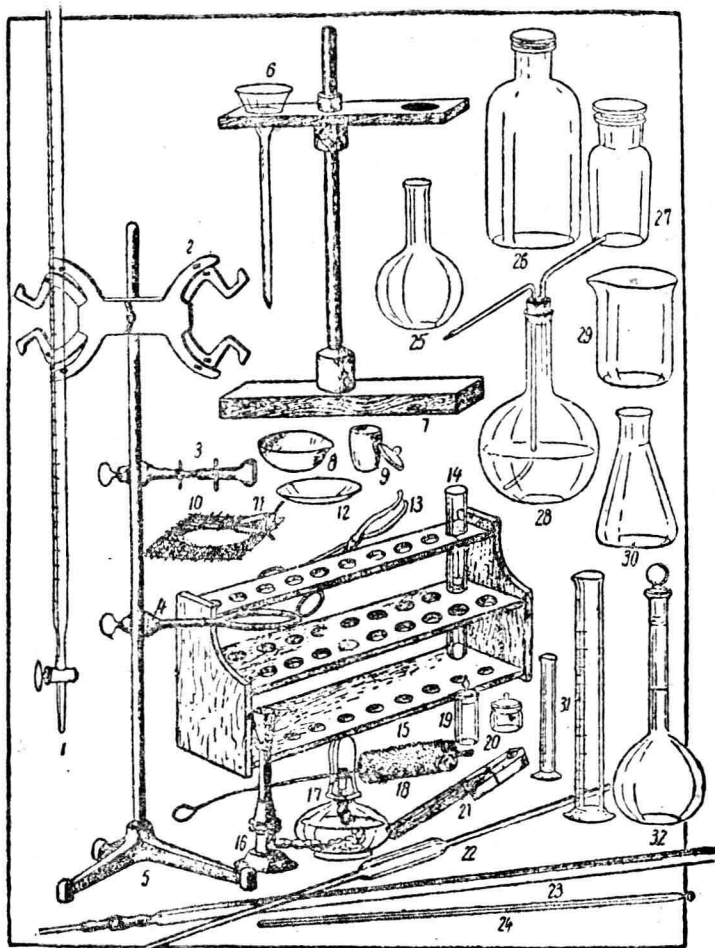


图 0-1 常用仪器

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—表玻璃；
 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

参看图 1 和实物, 認識化学实验室中常用的各种仪器, 并了解其规格、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、試剂瓶(細口瓶)和广口瓶。常用的瓷制容器是坩堝和蒸发皿。

附有鉄环和鉄夹的鉄台是用以支架和固定某些器皿的。燒杯、燒瓶和錐形瓶受热时必须放在石棉网上(图 2); 否則容易因受热不匀而裂損。瓷制器皿和試管則可以用灯火直接加热。如果要在一定温度下进行較长时间的加热, 則須使用水浴或砂浴。水浴是具有可移动的同心圓盖的銅制沸水鍋。砂浴是盛有細砂的鉄盘。

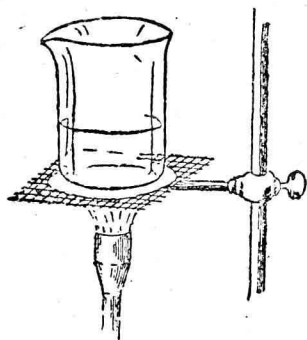


图 0-2 燒杯受热的装置

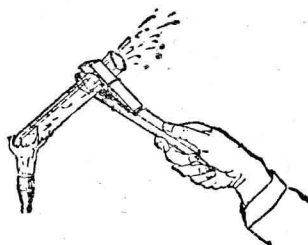


图 0-3 不正确的試管受热将引起濺出

試管受热时, 可以直接用手拿着或用試管夹夹好, 先使管内液体普遍受热, 然后小心地在管底加热, 并不断上下移动, 务使各部溶液受热均匀; 否則管内液体会驟然濺出(图 3)。加热时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。灼烧(或少量液体的蒸发)则用坩埚。灼烧时把坩埚放在泥三角上,用坩埚钳夹持坩埚转动,使之受热均匀(图4)。坩埚钳放置时应将弯嘴朝上,以免沾污。

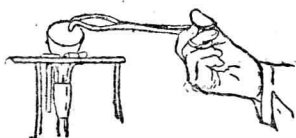


图0-4 坩埚灼烧的方法

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铁器或桌面接触,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烧杯,有时要用表玻璃把它们盖好。

常用的量器是量筒、容量瓶、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须十分准确的液体。

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。瓶口轻靠量筒上口边缘,慢慢注入试剂(图5)。如果不慎倾出了过多的试剂,只好把它弃去或给别人,切勿倒回原瓶。试剂取用后,应立即将瓶子塞好,放回原处。

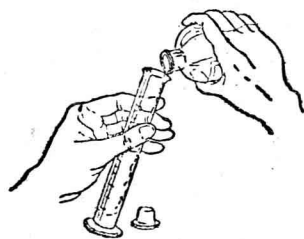


图0-5 量取溶液的姿势

取用极少量(少于1毫升)液体时往往使用带橡皮帽的滴管。大约每20滴水溶液的体积相当于1毫升。用滴管吸取试剂时,必须永远保持它的垂直位置,避免倾斜或倒立,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须用试管刷在自来水下洗刷洁净,有些(例如定性和定量性质的实验所用的器皿)则还要用少量蒸馏水淋洗2—3次。污浊的器

皿可按污物的性質分別用肥皂、粗的濃 HCl 或洗滌液($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 和濃 H_2SO_4 的混和液) 处理。洗淨的器皿決不可再用手指或抹布摸擦內壁。

(二) 灯

實驗室中用以加热的器具是酒精灯、煤气灯、电炉和普通的火炉。酒精灯的火焰并不很热。熄灯时只要把灯帽盖上，不要用嘴吹。

煤气灯的式样不一，常用的一种的构造如图 6 所示。可以把

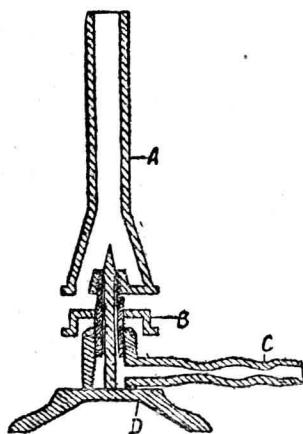


图 0-6 煤气灯的构造

灯管 A 和圆盘 B 自灯座上旋轉卸下，以便观察灯的构造。旋轉灯管 A 和圆盘 B 可以分別調節空气和煤气的流入量。侧管 C 是煤气的导入管，可用橡皮管把它与煤气管的閥門連接起来。

使用时将灯管 A 向下旋轉，关闭空气入口；把圆盘 B 向上旋轉，开放煤气入口。扭开煤气管的閥門，用火柴点火，煤气即在灯管上燃着。这时因空气不足，火焰中含有很多燃燒不完全的碳粒而呈黄色，甚至冒出黑烟。

这种火焰不能用以加热。漸将灯管向上轉动，增加空气流入量，火焰即由黄色变为淺藍色。如繼續开放空气入口，火焰会发出吼声，这是空气进入过速的征象；这样將降低火焰的温度，甚至会使火焰吹熄。調節灯管和圆盘至吼声恰好停止，这时火焰几乎呈不发光的淺藍色，它的温度最高，最适于加热之用。

当煤气进入量太少而空气进入量过多时，火焰往往会縮回灯管底部而发生跳火現象或发出不正常的声音。这时应立即关闭煤气管閥門，待灯管冷却后向下旋紧灯管空气入口，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。

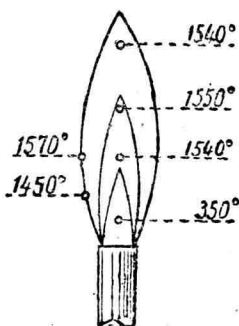


图0-7 火焰各部分的温度

(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等。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。

实验一 天平的使用

化学实验室内使用的天平有粗天平(台平或托盘天平)、化学天平和分析天平等类型。它们的构造、规格和用途各不相同。经常使用的天平,说明如下:

台平(或托盘天平)只能用于粗放的称量。通常载重(负荷限度)是1000克,感量(称量的准确程度)是0.5克。化学天平的载重是100克,感量0.01克。分析天平是精密仪器,通常都把它装在特制的玻璃箱内,不用时并须加盖黑布罩或“塑料”布罩。分析天平有两种型式,一种是普通式,一种是气阻式。它们的载重都是100克,感量从0.001克到0.0001克。

每个天平都附有自己的砝码。各个砝码的准确性不同,因此不能互相挪用。

粗天平可以放在任何桌上使用,化学天平常放在实验桌或公用仪器桌上,分析天平则须安置在与实验室隔离的天平室内。天平室的地面和桌面均须牢固,不使天平受到震动。

使用分析天平必须严格遵守下列规则。

分析天平使用规则

1. 只能使用指定的天平做实验,不得任意调动。同一实验进行多次称量时,必须使用同一天平和砝码。布罩折迭整齐,放在天平匣顶上。

2. 不要移动天平的位置,不要任意调动天平的各种零件。如果天平发生故障,应请教师指导修理。

3. 不能使天平超过载重。不能在天平上称量温热的物品。称