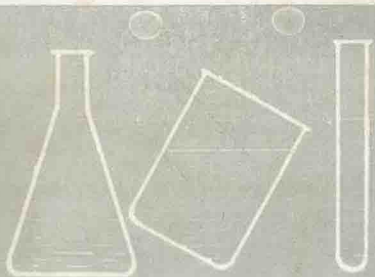


高等农林牧院校教材

无机及分析化学实验

延 边 农 学 院
西 北 林 学 院 等 校 编
安 徽 农 学 院



天 明 出 版 社

高等农林牧院校教材

无机及分析化学实验

江苏工业学院图书馆
藏书章

延边农学院
西北农学院
安徽农学院

等校编

天则出版社

高等农林牧院校教材
无机及分析化学实验

延边农学院

西北林学院 等校编

安徽农学院

*

天则出版社出版

(陕西杨陵邮箱1号)

西北林学院印刷厂印刷

陕西省新华书店发行

开本 787 × 1092毫米 1/32 5 印张

103千字 印数 1—6390册

1990年2月陕西第1版 第1次印刷

ISBN 7-80559-250-0/Z·38 定价1.65元

前 言

无机及分析化学是实践性很强的学科，实验占有重要地位。通过实验可以引导学生观察实验现象获得感性认识；测得实验数据并加以正确处理和概括，用以验证、巩固和加深对所学基本理论知识的理解；训练学生正确掌握化学实验的基本方法和技能，培养严谨的科学态度及独立分析和解决问题的能力。

本书是根据十余所院校的现行实验而编写的。这些实验内容经过多年反复实践，证明是正确的和可靠的，适用于高等农、林、牧院校各专业专科班。考虑到各院校的具体情况不尽相同，共编写了二十四个实验，供各院校酌情选用。

书中采用国家法定计量单位，用“物质的量”及其单位“摩尔”来处理化学反应中物质间量的关系。

参加本书编写的有：汪志银(浙江林学院)编写实验一、七、八、九、十、十一；曹艳霞(河北农大邯郸分校)编写实验二；俞哲洽(延边农学院)编写实验三；陈希军(河北农大邯郸分校)编写实验四、五、十二、十三；陈庆榆(安徽农业技术师范学院)编写实验六、二十、二十一；陈睿(广州仲恺农技学院)编写实验十四、十八；王世云(安徽农学院)编写实验十五、十六、十七、十九；毛富春(西北林学院)编写实验二十二、二十三；班景昭(河北农业技术师范学院)编

写实验二十四。全书由俞哲洽、王世云、曹艳霞、黄万信、毛富春统稿定稿。

本书承蒙安徽农学院夏宏魁副教授审阅，编者表示衷心感谢。

由于我们水平所限，缺点和错误在所难免，敬希读者批评指正。

编 者

1989年6月于合肥

目 录

化学实验的基本操作	(1)
一、玻璃仪器的洗涤	(1)
二、仪器的干燥	(2)
三、酒精灯、酒精喷灯的使用方法	(3)
四、加热方法	(5)
五、药品的取用	(7)
六、过滤	(9)
七、容量瓶、滴定管、移液管的洗涤和使用	(11)
八、比重计的使用	(16)
九、托盘天平	(16)
实验一 粗食盐的提纯	(18)
实验二 胶体溶液的性质	(21)
实验三 化学反应速度和化学平衡	(26)
实验四 醋酸电离度和电离常数的测定	(32)
实验五 电解质溶液	(40)
实验六 分析天平的使用	(46)
实验七 酸碱溶液的配制和比较滴定	(64)
实验八 酸碱溶液的标定	(67)
实验九 食醋中总酸量的测定 (中和法)	(69)
实验十 铵盐中氮的测定 (甲醛法)	(71)

实验十一	Na_2CO_3 和 NaHCO_3 混合物的测定·····	(74)
实验十二	莫尔法测定生理盐水中 NaCl 的含量·····	(76)
实验十三	佛尔哈德法测定 KBr 含量·····	(79)
实验十四	氧化还原反应、电化学·····	(82)
实验十五	亚铁盐中亚铁的测定 ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 法)·····	(89)
实验十六	KMnO_4 溶液的标定和 H_2O_2 含量的测定·····	(92)
实验十七	胆矾中铜的测定 (碘量法)·····	(96)
实验十八	配合物·····	(100)
实验十九	水的总硬度和钙镁含量测定·····	(105)
实验二十	铁的比色测定·····	(109)
实验二十一	磷的比色测定·····	(116)
实验二十二	直接电位法测定 pH 值·····	(122)
实验二十三	醋酸的电位滴定·····	(124)
实验二十四	常见离子的鉴定·····	(127)

[附录]

一、常见元素原子量表·····	(140)
二、浓酸和浓氨水近似密度、百分含量和物质 的量浓度·····	(141)
三、常见化合物式量表·····	(142)
四、某些试剂的配制方法·····	(146)
五、四位对数表·····	(149)

化学实验的基本操作

一、玻璃仪器的洗涤

化学实验经常使用各种玻璃仪器，而这些仪器是否洁净，常常影响到实验结果的准确性，所以应该保证所使用的仪器是很洁净的。

洗涤玻璃仪器的方法很多，应根据实验的要求、污物的性质和沾污的程度来选用。一般来说，附在仪器上的污物既有可溶性物质，也有尘土和其它不溶性物质，还有油污和有机物质。针对这种情况，可以分别采取下列洗涤方法：

1. 用水刷洗。用水和毛刷刷洗，既可以使可溶物溶去，也可以使附在仪器上的尘土和不溶物质脱落下来，但往往洗不去油污和有机物质。

2. 用去污粉、肥皂或洗衣粉洗。去污粉是由 Na_2CO_3 、白土、细砂等混合而成的。使用时，首先把要洗的仪器用水湿润(水不能多)，撒上少许去污粉，或用毛刷蘸肥皂水、洗衣粉水，然后用毛刷擦洗。待仪器的内外壁都经过仔细擦洗后，用自来水冲去仪器内外的去污粉或肥皂泡沫，要冲洗到没有微细的白色颗粒状粉末为止。最后用蒸馏水淋洗仪器2~3次，每次蒸馏水用量要少一些，注意节约，采用“少量多次”的原则。这样洗出来的仪器的器壁就洁净了，把仪器倒置时，就会观察到仪器中的水可以完全流尽而没有水珠附在

器壁上。

3. 用铬酸洗液洗。铬酸洗液由浓 H_2SO_4 和 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 配制而成，具有很强的氧化性，对有机物和油污的去污能力特别强。

洗液的配制：25g粗 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶于50ml热水中，冷却后慢慢地加浓硫酸到总体积为500ml。

往仪器内加入少量洗液，使仪器倾斜并慢慢转动，让仪器内壁全部为洗液湿润。转几圈后，把洗液倒回原瓶内，然后用自来水把仪器壁上残留的洗液洗去，最后用蒸馏水淋洗2~3次。

如果用洗液把仪器浸泡一段时间，或者用热的洗液洗涤，则效果更好。但要注意安全，不要让洗液灼伤皮肤。

洗液的吸水性很强，应该随时把装洗液的瓶子盖严，以防吸水，降低去污能力。当洗液用到出现绿色时（ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 还原成硫酸铬）就失去了去污能力，不能继续使用。

4. 特殊物质的去除，应该根据沾在器壁上的物质的性质，用适当的药品来处理。例如沾在器壁上的 MnO_2 用浓 HCl 来处理，很容易除去。

凡是已洗净的仪器，决不能再布或纸去擦拭。否则，布或纸的纤维将会留在器壁上而沾污仪器。

二、仪器的干燥

1. 加热烘干。洗净的仪器可以放在电烘箱（控制在 150°C 左右）内烘干（图1），放入烘箱前应先尽量把水倒干。一些常用的烧杯、蒸发皿可置于石棉网上用小火烤干；试管可以直接用火烤干，但必须把试管口向下倾斜，以免水珠倒流炸裂试管。（图2）

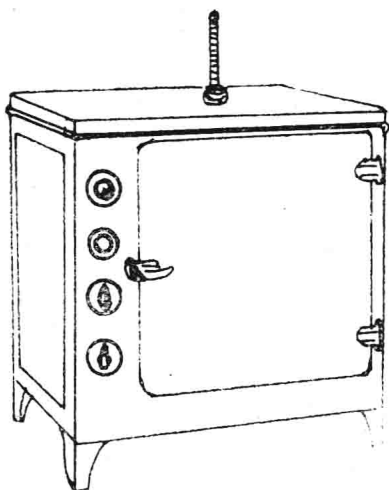


图1 电烘箱



图2 用试管加热潮湿的固体

2. 晾干和吹干。不急用的仪器洗净后就可以放置于干燥处，任其自然晾干。

带有刻度的计量仪器，不能用加热的方法进行干燥，因为它会影响仪器的精密度。可以加一些易挥发的有机溶剂（最常用的是酒精或1:1酒精与丙酮的混合物）倒入已洗净的仪器中去，倾斜并转动仪器，使器壁上的水与这些有机溶剂互相溶解混合，然后倒掉。少量残留在仪器中的混合物，很快就挥发而干燥。如用吹风机往仪器中吹风，那就干得更快。

三、酒精灯、酒精喷灯的使用方法

酒精灯用于温度不需太高的实验，酒精喷灯用于温度较高的实验。

酒精灯为玻璃制品，其盖子带有磨口（或用塑料盖子）。

点燃灯芯时要用火柴或打火机，决不能用另外一个燃着的酒精灯来点火。否则，一旦灯内酒精外洒，就会引起烧伤或火灾。用完后马上盖上盖子使火焰熄灭，决不能用嘴去吹灭。如需添加酒精时也要用同样办法使火焰熄灭，然后借助于小漏斗添加酒精，以免酒精外溢。长期未用的酒精灯，在第一次点燃时，先打开盖子，用嘴吹去其中聚集的酒精蒸气，然后点燃，以免发生事故。

酒精喷灯有不同的类型，常用的有挂式酒精喷灯和座式酒精喷灯(图3、图4)。酒精喷灯是金属制成的，有灯管和一个燃烧酒精用的预热盆。挂式酒精喷灯的预热盆的下方有一支管，经过橡皮管与酒精贮罐相通。座式酒精喷灯的预热盆下面有贮存酒精的空心灯座。使用前，先往预热盆上注入一些酒精，点燃酒精使灯管受热，待酒精接近烧完时，开启开关使酒精从酒精贮罐或灯座内进入灯管而受热气化，并与来自气孔的空气混合。用火柴点燃，可得到高温火焰。实验完毕时只要关闭开关，就可熄灭。

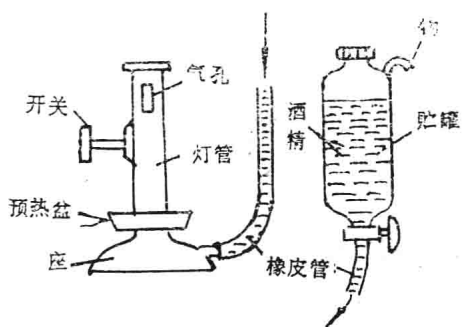


图3 挂式酒精喷灯的结构

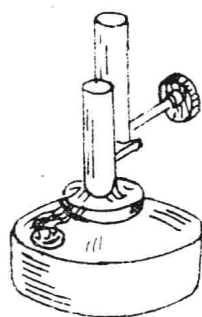


图4 座式酒精喷灯

正常火焰可分为三层：

内层(焰心)——温度低，约为 300°C 左右。

中层(还原焰)——不完全燃烧，并分解为含碳的产物，所以这部分火焰具有还原性，称为“还原焰”。这部分温度较高，火焰呈淡蓝色。

外层(氧化焰)——完全燃烧，过剩的空气使这部分火焰具有氧化性，称为“氧化焰”，温度最高。最高温度处在还原焰顶端上部的氧化焰中，约 $800\sim 1000^{\circ}\text{C}$ ，火焰呈淡紫色。实验时，一般都用氧化焰来加热。(图5)

在酒精喷灯里，当空气进入量调节得不合适时，会产生不正常的火焰。

四、加热方法

常用的受热仪器有烧杯、烧瓶、锥形瓶、蒸发皿、坩埚、试管等。这些仪器一般不能骤热，受热后也不能立即与潮湿的或过冷的物体接触，以免由于骤热骤冷而破裂。

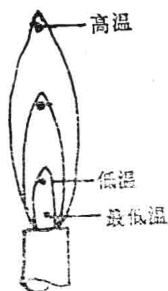


图5 灯的火焰温度的分布

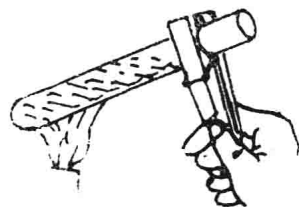


图6 用试管加热液体

1. 直接加热试管中液体或固体

加热时应该用试管夹，不要用手拿。加热液体时，试管

应稍倾斜，管口向上，管口不能对着别人或自己，以免溶液在煮沸时迸溅到脸上，造成烫伤。液体的量不能超过试管高度的三分之一。应使液体各部分受热均匀，先加热液体中上部，再慢慢往下移动，然后不时地上下移动，不要集中加热某一部分，否则易造成局部沸腾迸溅。(图6)

在加热固体物质时，管口应略向下倾斜，以免管口冷凝的水珠倒流到试管的灼热处而使试管炸裂。(图7)

加热烧杯、烧瓶和锥形瓶时，必须放在石棉网上，否则容易因受热不均匀而破裂。

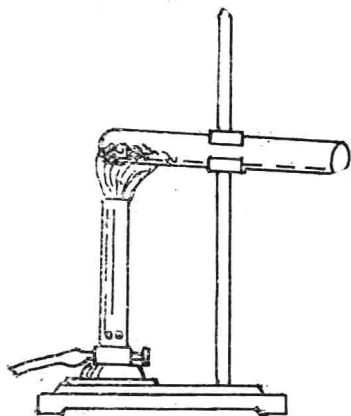


图7 加热试管中的固体

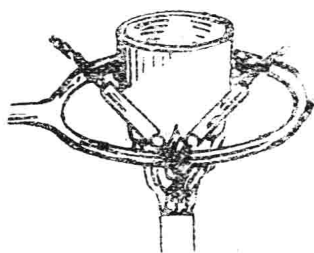


图8 坩埚的灼烧

2. 灼烧

当需要用高温加热固体时，可把固体放在坩埚中用氧化焰灼烧，不要让还原焰接触坩埚底部，以免在坩埚底部结成黑炭。(图8)

要夹取温度高的坩埚时，必须使用干净的坩埚钳。使用

前先在火焰旁预热一下坩埚钳的尖端，然后再去夹取。坩埚钳用后，应按图9所示平放在桌上，尖端向上，保证坩埚钳尖端洁净。

五、药品的取用

1. 液体试剂的取法

液体试剂通常盛在细口瓶中，见光容易分解的试剂如 AgNO_3 应盛在棕色瓶中。每个试剂瓶上都必须贴上标签，并标明试剂的名称、组成量度和纯度。试剂瓶的瓶塞一般都是磨口的，最常用的是平顶的。



图9 坩埚钳

从试剂瓶中取用试剂的方法：取下瓶塞把它仰放在台上，用左手的大母指、食指和中指拿住容器（如试管、量筒等），用右手拿起试剂瓶，并注意使试剂瓶上的标签对着手心（图10）。倒出所需量的



图10 用量筒取液体

试剂后，应该将试剂瓶口在容器上靠一下，再使瓶子竖直，这样可以避免遗留在瓶口的试剂从瓶口流到试剂瓶的外壁。必须注意倒取试剂后，瓶塞立即盖上，把试剂瓶放回原处，并使瓶上的标签朝外。

从滴瓶中取用少量试剂的方法：瓶上装有滴管的试剂瓶称作滴瓶。使用时，提起滴管，使之离开液面，用手指紧捏

橡皮头，以赶出滴管中的空气，然后把滴管插入试剂瓶中，吸入试剂，再提起滴管，将试剂滴入试管或烧杯中。

将试剂滴入试管中时，必须用一手垂直地拿着试管，另一手持滴管橡皮头将滴管放在试管口的正中上方，然后挤捏滴管橡皮头，使试剂滴入试管中。绝对禁止将滴管伸入试管中(图11、图12)。否则，滴管的管口很容易碰到试管壁上而沾附了其他溶液。如果再将此滴管放回试剂瓶中，则试剂将被污染，不能再使用。

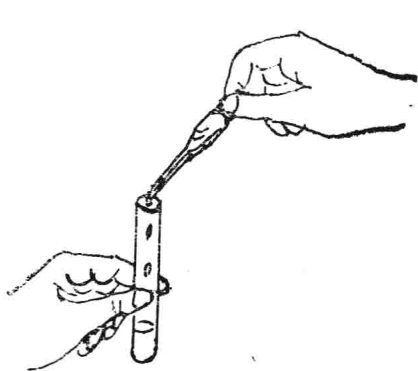


图11 用滴管加少量液体
药品的正确操作

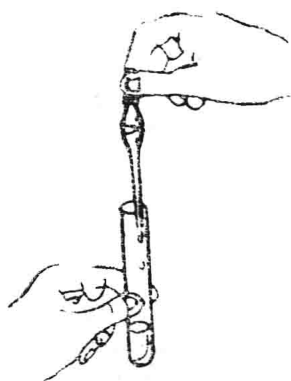


图12 用滴管滴加少量液体
药品的不正确操作

滴瓶上的滴管只能专用，不能和其它滴瓶上滴管弄错。因此，使用后应立刻将滴管插回原来的滴瓶中。

2. 固体试剂的取法

固体试剂一般都用药匙取用。药匙的两端为大小两个匙，取大量固体药品时用大匙，取小量固体药品时用小匙(取用的固体要加入试管里时，也必须用小匙)。使用的药匙

必须保持干燥而洁净。

实验室中药品瓶的安放，一般均有一定的次序和位置，不得任意更动。若需移动药品瓶，使用后应立即放回原处。

注：化学试剂是纯度较高的化学制品，按杂质含量多少，通常分成四个等级，我国化学试剂的等级见下表：

等 级	一级试剂 (保证试剂)	二级试剂 (分析试剂)	三级试剂 (化学纯试剂)	四级试剂 (实验试剂)
符 号	GR	AR	CP	LP
标签颜色	绿 色	红 色	蓝 色	黄 色
使用范围	精密分析及 科学研究	一般分析及 科学研究	一般定性及 化学制备	一般化学 制备

六、过滤

先将滤纸对折两次(若滤纸不是园形的，则应剪成扇形)，拨开一层即成园锥形，内角适成 60° ，一面是三层，另一面是一层。在三层的那一面撕去一个小角(如图13)，再把园锥形滤纸平整地放入干净的漏斗中，使滤纸与漏斗壁靠近，再

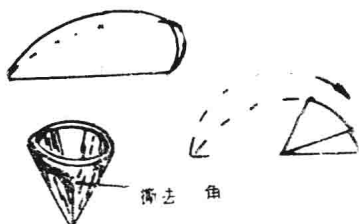


图13 滤纸的折法

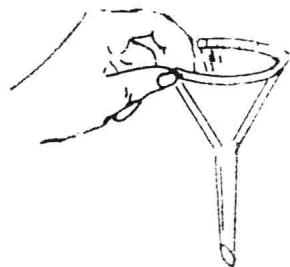


图14 用手指按住滤纸

用食指按住滤纸(图14)。右手持洗瓶挤水使滤纸湿润,然后用手指轻压,使之紧贴在漏斗壁上。此时滤纸与漏斗应当密合,其间不应留有空气泡。一般滤纸边应低于漏斗上缘3~5mm。将漏斗放在漏斗架上,下面放以接收滤液的烧杯,使漏斗颈下端与烧杯壁接触,将要过滤的溶液沿着玻璃棒慢慢倾入漏斗中(图15)。过滤时不要搅拌溶液,先将上面清液小心倾入漏斗中,以此保证沉淀物不致堵塞滤孔,节省过滤时间。倾入溶液时,应注意使溶液低于滤纸边缘约1cm,切勿超过滤纸边缘。滤过完毕后,从洗瓶中挤出少量水淋洗盛放沉



图15 过 滤

淀物。倾入溶液时,应注意使溶液低于滤纸边缘约1cm,切勿超过滤纸边缘。滤过完毕后,从洗瓶中挤出少量水淋洗盛放沉

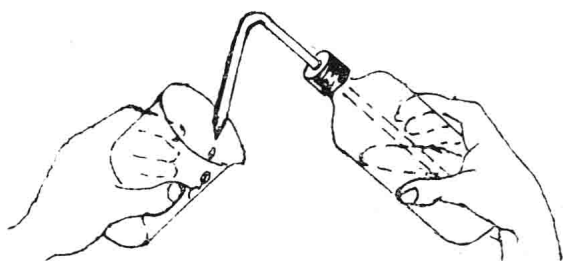


图16 淋 洗