



全国高等农业院校教材

全国高等农业院校教学指导委员会审定

无机及分析化学实验

呼世斌 主编



中国农业出版社

全国高等农业院校教材
全国高等农业院校教学指导委员会审定

无机及分析化学实验

呼世斌 主编

中国农业出版社

P) 数据

无机及分析化学实验/呼世斌主编. —北京: 中国农业出版社, 2003. 2

全国高等农业院校教材

ISBN 7-109-08194-X

I. 无... II. 呼... III. ①无机化学-化学实验-高等学校-教材②分析化学-化学实验-高等学校-教材
IV. ①O61-33②O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2003) 第 000159 号

中国农业出版社出版

(北京市朝阳区农展馆北路 2 号)

(邮政编码 100026)

出版人: 傅玉祥

责任编辑 彭明喜

中国农业出版社印刷厂印刷 新华书店北京发行所发行

2003 年 2 月第 1 版 2003 年 7 月北京第 2 次印刷

开本: 787mm×960mm 1/16 印张: 12 75

字数: 224 千字

定价: 17.80 元

(凡本版图书出现印刷、装订错误, 请向出版社发行部调换)

内 容 简 介

本教材为全国高等农业院校“十五”规划教材。该教材根据 21 世纪农、林院校对本科生化学知识和技能的要求,以及创建规范化公共基础实验室的需要,将原先涉及于《普通化学》和《分析化学》两门课程的实验经筛选、更新和融合后,自成体系,独立设课。全书共分三大部分:第一部分为实验基础知识;第二部分为实验技能训练;第三部分为常用数据及试剂的配制。考虑到农林生产的实用性,教材中增设了农业生产上常用的阴、阳离子定性鉴定。

本书为农林院校及相关专业本科生实验教材,也可供农林院校函授生和科技工作者参考。

主 编 呼世斌
副主编 任丽萍 赵晓农 高 岐 王兴民
编 者(以姓氏笔画为序)
王兴民 毛富春 任丽萍 李国琴
张春荣 张增强 吴 瑛 呼世斌
周玲妹 姜项福 赵晓农 高 岐
梁淑芳

前 言

生命科学的发展,生物技术的进步,使化学与生命、材料、能源和环境科学的关系越来越密切。研究生命过程、生物工程、生物医学,揭示生命起源、疾病起因、遗传奥秘都离不开化学。人的生、老、病、死与体内蛋白、肽链、脂类、糖类、核酸、激素和维生素等化学物质的水平有着密切关系。然而,要深入这一领域,探索这些深层次问题,农林院校传统的教学模式与教学内容已经不能适应这种要求。为此,我们曾与国内9所院校共同承担完成了原国家教委设立的“高等农林院校本科化学系列课程教学内容和课程体系改革的研究与实践(04-8)”课题。经过几年的研究与实践,我们认为:将原来的《普通化学》和《分析化学》两门课程整合为《无机及分析化学》和《无机及分析化学实验》,更有利于知识的衔接和内容的贯通,有利于增加新知识,强化新技能,可较好地解决课程内容的重复和脱节。2001年7月高等教育出版社将《无机及分析化学》作为面向21世纪课程教材正式出版。

《无机及分析化学实验》是全国高等农业院校“十五”规划教材,也是上述理论教材的配套教材。全书共分三大部分。第一部分为实验基础知识,它包括了实验室基本规则,安全常识,常用仪器的结构、原理及使用方法;第二部分为实验技能训练,总共选编了四十一个实验,内容几乎涉及无机和分析化学的各种操作,难度有高有低,学时上有一定的伸缩余地,各校可根据实际确定选修内容;第三部分为常用数据及特殊试剂的配制,以方便读者查阅,使之具有教科书和工具书双重功能。为了确保本教材实验数据的准确性,各编委对自己承担的编写内容全部进行了预做。考虑到农林生产的实用性,教材中增设了农业上常见阴、阳离子的定性鉴定。

参加本教材编写工作的有:中国农业大学任丽萍(第一部分一、二、三、四、五(一)、六、七)、张春荣(第一部分中的五(二)至五(八));河南农业大学高岐(实验十五、十六、三十二、三十七)、周玲妹(实验三

十三、三十四、三十五、三十六);甘肃农业大学王兴民(实验一、三、四、九)、李国琴(实验十、二十九、三十、三十一);塔里木农垦大学吴瑛(实验二十三、二十四、二十五、二十六)、姜项福(实验二十、二十一、二十二);西北农林科技大学赵晓农(实验十二、三十八、三十九、四十)、毛富春(实验二、五、六、七、八)、梁淑芳(实验十一、十四、十七、十八、十九)、张增强(实验十三、二十七、二十八、四十一)等。冯贵颖教授对书稿进行了初审,并提出了宝贵修改意见,在此特别感谢!

限于编者的水平,书中不尽完善之处,敬请读者批评指正。

编 者

2002年9月

目 录

前言

第一部分 实验基础知识	1
一、实验室基本规则	1
二、实验室安全常识	1
三、实验室事故的紧急处理方法	2
四、化学试剂的一般知识	3
五、实验室常用仪器介绍	4
(一) 小件仪器	4
(二) 分析天平	10
(三) 气压计	14
(四) 电热仪器	16
(五) 自动电位滴定仪	23
(六) 电导率仪(DDS-11A型)	26
(七) 分光光度计	28
(八) 酸度计	33
六、化学实验操作常识	36
(一) 玻璃仪器的洗涤	36
(二) 玻璃仪器的干燥	37
(三) 干燥器的使用	38
(四) 试剂的取用	40
(五) 液体量器及使用方法	42
(六) 常用加热方法	49
(七) 沉淀分离基本操作	50
七、分析样品的预处理	54
第二部分 实验技能训练	56
实验一 玻璃仪器的加工和塞子钻孔	56
实验二 玻璃仪器的洗涤及铬酸洗液的配制	61

实验三	粗食盐的提纯	63
实验四	硫酸铜的提纯	65
实验五	镁摩尔质量的测定	67
实验六	胶体溶液的性质	70
实验七	化学反应速率和化学平衡	72
实验八	过氧化氢分解速率常数的测定	75
实验九	配位化合物的性质	78
实验十	光度法测定磺基水杨酸铁配合物的组成和稳定常数	81
实验十一	电解质溶液	85
实验十二	常见阳离子的定性鉴定	89
实验十三	常见阴离子的定性鉴定	94
实验十四	HAc 电离度和解离常数的测定	99
实验十五	氧化还原反应和电化学	101
实验十六	离子交换法制备纯水	107
实验十七	凝固点降低法测定摩尔质量	112
实验十八	天平练习一(直接称量法)	116
实验十九	天平练习二(差减称量法)	118
实验二十	酸碱滴定练习和比较滴定	120
实验二十一	酸碱标准溶液的配制和标定	122
实验二十二	食用醋中总酸量的测定	126
实验二十三	混合碱的测定(双指示剂法)	128
实验二十四	返滴定法测定氨水中氨的含量	130
实验二十五	铵盐中含氮量的测定(甲醛法)	131
实验二十六	含氮有机物中氮的测定(凯氏定氮法)	133
实验二十七	摩尔法测定氯离子	136
实验二十八	佛尔哈德法测定氯离子	137
实验二十九	EDTA 标准溶液的配制和标定	140
实验三十	自来水硬度的测定	143
实验三十一	混合液中铅、铋含量的连续测定	145
实验三十二	重铬酸钾标准溶液的配制和亚铁盐中铁含量的测定	148
实验三十三	高锰酸钾标准溶液的配制和标定	149
实验三十四	高锰酸钾法测定双氧水中 H_2O_2 的含量	151
实验三十五	高锰酸钾法测钙	152
实验三十六	污水中化学耗氧量(COD)的测定	154

目 录

实验三十七 碘量法测定维生素 C 的含量	157
实验三十八 直接电位法测定 pH	160
实验三十九 自动电位滴定法测定 NaOH 浓度	162
实验四十 邻二氮菲分光光度法测定铁的含量	164
实验四十一 钼蓝分光光度法测定磷	166
第三部分 常用数据及特殊试剂的配制	168
一、元素相对原子质量	168
二、常见化合物的相对分子质量	172
三、不同温度时水的饱和蒸气压	175
四、弱酸、弱碱在水中的解离常数	176
五、溶度积常数	179
六、常用缓冲溶液及其配制方法	181
七、常用指示剂及其配制方法	182
八、常见离子和化合物的颜色	186
九、常用酸、碱的浓度	189
十、常用试剂的配制	190

第一部分 实验基础知识

一、实验室基本规则

(1) 实验前对实验内容要充分预习,明确实验目的和要求,了解实验原理、实验方法、实验步骤以及实验的关键问题。

(2) 实验过程中要正确操作,仔细观察,积极思考,及时且真实地记录实验现象和数据,确保实验结果真实可靠。

(3) 药品试剂应整齐摆放在一定的位置上,公用仪器和试剂用完后应立即放回原处,发现试剂或仪器有问题时应及时向指导教师报告,以便及时处理,保证实验顺利进行。使用大型或精密仪器时应记录使用情况,并由指导教师签字。

(4) 实验时应按照教师的指导,在规定的课时内认真完成规定的实验内容,如打算做规定内容以外的实验,须事先报告指导教师。

(5) 遵守纪律,上课不迟到,保持实验室安静,禁止在实验室内聊天、打闹、吃东西、听音乐等。

(6) 严格遵守实验室安全守则及易燃、易爆、具有腐蚀性及有毒药品的管理和使用规则。爱护公共财产,节约水、电和试剂。

(7) 实验时要保持实验台面和地面清洁整齐。火柴梗、废纸、碎玻璃片及实验废液等应放在指定的地方或容器内,不准随处乱扔。

(8) 实验结束后,根据原始记录,认真处理数据,对实验中的问题认真分析,写出实验报告,按时交给指导教师审阅。

(9) 离开实验室前,将药品摆放整齐,仪器洗刷干净回复原位。值日生负责实验室清洁和安全,关好水、电及门窗。

二、实验室安全常识

在进行化学实验时,要经常使用水、电、煤气、仪器、各种易燃易爆和有毒的药品,因此熟悉有关的安全知识、注意安全操作是非常必要的。

(1) 进入实验室开始工作前,应熟悉实验室的周围环境,了解水、气阀门及电闸的位置。在使用煤气和电器前应检查是否漏气或漏电,电器设备是否超过电源负载。用完煤气后或遇煤气临时中断供应时,应立即关闭阀门。实验完毕

时应注意关闭水、气阀门及电闸、门窗。

(2) 具有腐蚀性的药品如浓酸、浓碱,使用时要小心,不能让它溅在皮肤和衣服上,尽量避免溅到桌面和地面上,稀释浓硫酸时,一定要注意把酸倾入水中,决不能把水倾入酸中。

(3) 一切与有毒、有刺激性气味气体有关的操作(如制备 H_2S , Cl_2 , CO , SO_2 , Br_2)都应在通风厨内进行;易燃易爆等物品的操作应远离明火,如乙醇、乙醚、苯、丙酮等易燃有机溶剂,使用时一定要远离明火,用后应立即塞好瓶塞,放在阴凉的地方。

(4) 不允许随意混合化学药品,以防发生爆炸事故。实验进行时,人不能随意离开。

(5) 实验室内试剂一般不得入口或接触伤口,应避免接触皮肤;有毒、有腐蚀性的废液不能直接倒入水槽排入下水道,应统一回收处理。易燃、易爆物质的残渣如金属钠、白磷和火柴头等不能倒入废物缸或水槽中,应放入指定的位置统一处理。

(6) 实验室废液的一般处理:

①废酸(碱)液可加碱(酸)中和,至 pH 6~8 后排出。

②回收的铬酸洗液可以用高锰酸钾氧化后再生使用,少量的废洗液可加入废碱液或石灰使其生成 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 沉淀,统一处理。

③氰化物、含汞盐和重金属离子的废液等应先利用一定的化学反应使有毒形态转化为无毒形态,再进行处理,以降低对环境的影响。

三、实验室事故的紧急处理方法

(1) 割伤:先取出伤口内的异物,用蒸馏水或硼酸水溶液洗净伤口,伤口不严重时可贴上“创可贴”,也可涂以红药水或紫药水。如伤口较大或流血不止,应迅速扎紧伤口的上部和下部,并立即送医院处理。

(2) 烫伤:在烫伤处涂以烫伤膏或万花油,也可用风油精。如烫伤处起泡,不要弄破水泡,防止感染。如果烫伤处皮肤显棕黑色,说明伤势严重,应尽快到 hospital 治疗。

(3) 强酸、溴等灼伤:先用大量水冲洗,再用饱和 NaHCO_3 溶液或稀氨水冲洗,然后再用水冲洗。如果酸液溅入眼内,立即用大量水长时间冲洗,再用质量分数为 0.02% 的硼砂溶液洗眼,最后再用水冲洗。严重时应及时去医院治疗。

(4) 强碱灼伤:先用大量水冲洗,再用 2% HAc 溶液或 5% 的硼酸溶液冲洗,然后再用水冲洗;如果碱液溅入眼内,立刻用大量水长时间冲洗,再用质量分数

约为 0.03 的 H_3BO_3 溶液洗眼,最后再用水冲洗。严重时应及时去医院治疗。

(5) 吸入刺激性或有毒气体:吸入刺激性或有毒气体(如 Br_2 、 Cl_2 、 HCl)时,可吸入少量乙醇和乙醚混合蒸气来解毒。吸入 H_2S 气体而感到不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气。

(6) 起火:实验过程中万一不慎起火,切不要惊慌,立即采取如下灭火措施:

①防止火势蔓延。关闭煤气闸门,切断电源,移走一切可燃物质。

②灭火。一般的小火可用湿布、石棉布或砂土覆盖在着火的物体上;火势较大时要用灭火器灭火。实验室常备的灭火器主要有泡沫灭火器和四氯化碳灭火器。泡沫灭火器可用于一般的起火,不适用于电器和有机溶剂起火;四氯化碳灭火器适用于油类、电器及忌水化学物质的起火,但不适用于一些轻金属(如 Na , K , Al 等)起火。

③当身上衣服着火时,切勿惊慌乱跑,应尽快脱下衣服或就地卧倒打滚。

④火势较大时应立刻报警。

四、化学试剂的一般知识

1. 化学试剂的分类及规格

化学试剂种类很多,大体上可分为四大类,标准试剂、高纯试剂、专用试剂和一般试剂。标准试剂是用于衡量其他物质化学量的标准物质,其特点是纯度高、含量准确可靠,由专业试剂厂生产;高纯试剂杂质含量低,主要用于微量分析中试样的分解及试液的制备;专用试剂是指特殊用途的试剂,如薄层色谱试剂、核磁共振试剂等;一般试剂是实验室普遍使用的试剂,通常根据纯度分为四级和生化试剂,表 1-4-1 列出了一般试剂的规格和使用范围。

表 1-4-1 一般试剂的规格和使用范围

试剂级别	中文名称	英文名称	使用范围	标签颜色
一级	优级纯	GR	精密分析实验	绿色
二级	分析纯	AR	一般化学分析	红色
三级	化学纯	CP	一般化学实验	蓝色
四级	实验试剂	LR	一般化学实验辅助试剂	棕色
生化试剂	生化试剂	BR	生化实验	咖啡色

2. 化学试剂的选用和管理

根据不同的实验要求可选用不同的化学试剂。痕量分析多采用一级试剂,

以降低空白值和杂质干扰;做仲裁分析或试剂检验可选用一、二级试剂;实验室一般实验可用二、三级试剂;某些制备或实验辅助可用三、四级试剂。实际中应该根据节约和适合的原则,按照实验的具体要求来选用试剂。不能以粗品代替纯品,也不能认为试剂越纯越好,以纯品代替粗品,试剂级别不同价格相差很大,在要求不是很高的实验中使用较纯的试剂,是一种很大的浪费。试剂选用在满足实验要求的前提下还应该考虑试剂成本、毒性等因素。

保管化学试剂,要注意安全,特别要注意防火、防水、防挥发、防曝光和防变质。保管不当,有时还会给使用者造成重大的伤害。化学试剂的保存,应根据试剂的毒性、易燃性、腐蚀性和潮解性等不同的特点,采取不同的保管方式。

固体试剂应保存在广口瓶内,液体试剂盛放在细口瓶或滴瓶内,见光易分解的试剂应盛放在棕色瓶中。

一般单质和无机盐类的固体应放在试剂柜内,无机试剂要与有机试剂分开存放;危险性试剂要有专门人员管理,并且应该有详细的使用记录。


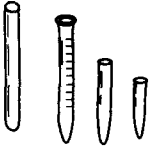
易燃液体保存处要注意阴凉通风,远离明火。氧化剂存放处应阴凉通风,不能与还原性物质或可燃物放在一起。

五、实验室常用仪器介绍

(一) 小件仪器

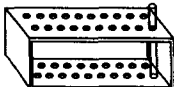

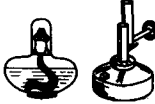
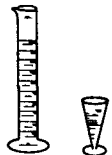


实验室常用小件仪器见表 1-5-1。

表 1-5-1 实验室常用小件仪器

仪 器	质地和常用规格	主要用途	备 注
 <p>烧杯</p>	玻璃或塑料质,以容量/mL 表示,有 10、15、25、50、100、250、500、1 000 等规格	配制溶液、溶解样品,也可做常温或加热时的反应容器	加热时应置于石棉网上,使受热均匀,烧杯壁外不能有水滴,一般情况下不可烧干
 <p>试管</p>	硬质和软质玻璃两种质地,分普通试管、离心试管和具塞刻度试管,以容量/mL 表示,有 5、10、15 等规格	普通试管用于少量试剂反应器,离心试管还可用于少量溶液和沉淀的离心分离,具塞刻度试管可用于定容	(1) 硬质玻璃普通试管可直接在火焰上加热,加热时应使试管均匀受热,切忌将试管骤冷; (2) 离心试管和具塞刻度试管只能水浴加热

第一部分 实验基础知识

(续)


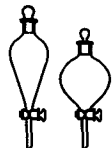
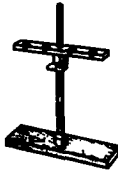

仪 器	质地和常用规格	主要用途	备 注
试管架 	木质和铝质,有 不同形状和大小	承放试管	试管放在试管架时外壁不 能沾有试剂,以防腐蚀试管架
试管夹 	木质、竹质或金 属,有不同的形状	加热试管时夹试 管用	夹试管中上部以免烧焦夹 子
酒精灯和酒精喷灯 	酒精灯为玻璃质, 酒精喷灯是金属质	用于加热	(1) 酒精量不能超过容积 的 2/3; (2) 添加酒精时要熄灭火; (3) 不能烧干灯内酒精
量筒和量杯 	以容量/mL 表示, 有 5、10、25、50、100、 250、500、1 000、 2 000 等规格	粗略地量取一定 量的液体	(1) 不能加热; (2) 不能在其中配制溶液; (3) 不能在烘箱中烘烤
毛刷 	分试管刷、烧杯 刷、瓶刷和滴定管刷 等,有各种规格	用于刷洗各种仪 器	不能使用顶端无刷毛的毛 刷,以防损坏玻璃仪器
洗瓶 	有玻璃和塑料两 种,以 容 积/mL 表 示,常用为 250、500 两种规格	用蒸馏水或去离 子水洗涤沉淀和容 器时使用	(1) 不能加热; (2) 不能用作反应器; (3) 使用新的或长时间没 用的洗瓶时,应认真洗刷干 净; (4) 加水时,取下的内管不 能接触实验台面,以防污染

(续)

仪 器	质地和常用规格	主要用途	备 注
滴管 	有玻璃和塑料两种,以长度/cm表示,有10、15、20等规格	滴加试剂和分离沉淀用	不能倒立
滴瓶 	有玻璃(棕色、无色)和塑料两种,以容量/mL表示,有30、60、125等规格	用于盛放需要滴加的试剂,棕色瓶用于盛放见光易分解的试剂,碱性试剂和氟化物试剂应放在塑料滴瓶中	(1) 不能加热; (2) 不能用作反应器; (3) 磨口滴管应保持原配
锥形瓶 	玻璃质,分普通锥形瓶(a)和碘量瓶(b),以容量/mL表示,有50、100、150、250、500、1 000等规格	普通锥形瓶用于加热处理试样和滴定分析;碘量瓶用于碘量法或其他挥发物质的定量分析	(1) 加热时应置于石棉网上,使受热均匀,瓶壁外不能有水,一般情况下不可烧干; (2) 碘量瓶加热时应打开塞子,非标准磨口用原配塞子
试剂瓶 	玻璃质,磨口,有细口和广口两种,分棕色和无色,以容量/mL表示,有100、125、250、500、1 000、2 000等规格	细口瓶用于存放液体试剂;广口瓶用于存放固体试剂;棕色瓶用于存放见光易分解的试剂	(1) 不能直接加热; (2) 不能在瓶中配制能放大量热的溶液; (3) 磨口塞要保持原配; (4) 盛碱液的瓶子应该用橡皮塞; (5) 不用时应在磨口处垫上纸条
普通漏斗 	玻璃质地,有长颈和短颈漏斗之分,以口径/mm表示,有50、60等规格	用于沉淀和溶液的分离	不能直接加热

第一部分 实验基础知识

(续)

仪 器	质地和常用规格	主要用途	备 注
<p>热滤漏斗</p> 	<p>由普通玻璃漏斗和金属外套组成。以口径/mm表示,有60、40、30等规格</p>	<p>用于热过滤操作</p>	<p>热滤套内加水量要小于其容积的 2/3</p>
<p>微孔玻璃砂漏斗</p> 	<p>滤板由玻璃粉高温烧制而成,以容量/mL表示,35、60、500等和板孔号表示</p>	<p>过滤不能用滤纸过滤的物质</p>	<p>只能在减压情况下过滤</p>
<p>布氏漏斗和吸滤瓶</p> 	<p>布氏漏斗为瓷质,以口径/cm表示,有6、8、10等规格 吸滤瓶为玻璃质,以容量/mL表示,有250、500等规格</p>	<p>减压过滤</p>	<p>不能用火直接加热</p>
<p>分液漏斗</p> 	<p>玻璃质,有球形、梨形等形状,以容量/mL表示,有100、250、500、1 000等规格</p>	<p>用于互不相溶两种液体的分离和向反应系统中滴加液体试剂</p>	<p>(1) 不能加热; (2) 分液漏斗的磨口塞必须原配,不用时在磨口处应垫上纸片</p>
<p>漏斗架</p> 	<p>由木质漏斗板和固定铁架或木架组成</p>	<p>过滤时放漏斗</p>	
<p>表面皿</p> 	<p>玻璃质,以直径/cm表示,有5、60、75、90等规格</p>	<p>盖在蒸发皿和烧杯上,也可用于称量腐蚀性试剂</p>	<p>(1) 不能用火直接加热; (2) 直径要大于所盖容器直径</p>