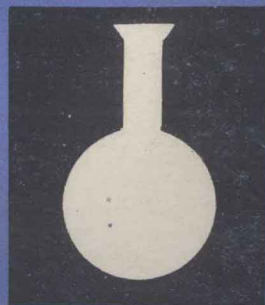


高等师范专科学校通用教材

分析化学实验

中南五省(区)师专《分析化学实验》编写组 编



湖南大学出版社

高等师范专科

分析化学实验

中南五省(区)师专教材编委会

《分析化学实验》编写组 编



湖南大学出版社

高等师范专科学校通用教材

分 析 化 学 实 验

中南五省(区)师专教材编委会

《分析化学实验》编写组 编



湖南大学出版社出版发行

(长沙岳麓山)

湘潭大学印刷厂印刷



850×1168 32开 5印张 116千字

1988年7月第1版 1988年7月第1次印刷

印数: 0001-5500册

ISBN7-314-00234-7/O·10

定价: 1.05元

前 言

教材建设是学校三大基本建设之一。长期以来，高等师范专科教育没有一套具有自己特点、较为系统的教材，影响了教育质量的提高。为了深化高等师范专科教育的改革，为普及九年制义务教育培养更多的合格教师，中南五省（区）教委（高教局）高教（教学）处，共同组织五省（区）师专及部分有关高校的教师，协作编写了师专12个专业85门主干课程的通用教材。

编写这套教材的指导思想是，从高等师范专科教育人才培养的目标出发，根据国家教委新制定的二年制师专教学计划、教学大纲的要求，兼顾三年制和双科制专业的需要，力求突出适用性、科学性及高等师范教育的特点。因此，这套教材，不仅适用于普通高等师范专科教育，而且也适用于教育学院和电大普通师范教育相关专业的教学，同时，还可作在职初中教师的培训和自修教材。

为了加强基本知识、基本实验方法和操作技能的教学，本书分五章（包括定性分析、分析天平、滴定分析、重量分析和吸光光度法）编写，并要求对有关基本操作技能进行系统讲授。此外，在定性分析中适当增加了离子的基本性质实验，特别是在阳离子分析中，用硫代乙酰胺代替了传统的硫化氢气体进行实验；在定性与定量分析中，增加了分析方案设计实验等。

书中有关内容已采用我国法定计量单位，对一些不是法定的物理量或名称以及单位或单位代号，本书不再使用。

本书由湖南常德师范专科学校刘廉泉主编。参加编写的有湖南常德师专刘廉泉（第一、二章，附录），湖北宜昌师专颜克美（第三章），广东韩山师专庄孙枬（第四章），广西右江民族师专谭历生（第五章）。全书由刘廉泉整理定稿。

本书承蒙华中师范大学李俊义教授、湖南师范大学武广贞副教授审阅。本书在编写过程中曾得到不少兄弟院校的热情支持和帮助，在此一并表示感谢。

这套教材是按主编负责、分工编写的原则成书的。由于这样大规模有组织地进行教材编写在我们还是第一次，因而错误缺点在所难免，恳请读者批评指正。

中南五省（区）师专协作教材编委会

1988年2月

目 录

第一章 定性分析	(1)
§1—1 预备知识.....	(1)
一、定性分析实验用试液与试剂.....	(1)
二、半微量定性分析的仪器及基本操作.....	(2)
三、定性分析实验的注意事项.....	(12)
§1—2 定性分析实验.....	(16)
•实验一 仪器和试液、试剂的准备.....	(16)
实验二 基本操作练习.....	(17)
实验三 第一组(银组)阳离子分析.....	(18)
实验四 第二组(铜锡组)阳离子分析.....	(22)
•实验五 第一、二组阳离子未知液分析.....	(28)
实验六 第三组(铝镍组)阳离子分析.....	(28)
实验七 第四组(钙钠组)阳离子分析.....	(33)
实验八 已知阳离子的混合液分析.....	(38)
实验九 阳离子未知液分析.....	(38)
实验十 阴离子的初步试验.....	(38)
实验十一 阴离子的分别鉴定.....	(41)
•实验十二 阴离子未知液分析.....	(45)
实验十三 未知易溶盐的定性分析.....	(45)
第二章 分析天平	(46)
§2—1 分析天平的构造与安装.....	(46)
一、称量原理.....	(46)
二、分析天平的构造.....	(47)
三、分析天平的安装.....	(53)

§2—2 分析天平的性能及检测	(55)
一、天平灵敏度及其检测	(55)
二、天平的正确性及其检测	(59)
三、天平的示值不变性及其检测	(59)
四、天平的稳定性	(60)
§2—3 称量方法与天平使用规则	(61)
一、称量方法	(61)
二、称量误差	(62)
三、分析天平的使用规则	(64)
§2—4 分析天平实验	(65)
实验十四 分析天平的性能检定	(65)
实验十五 称量练习	(66)
第三章 滴定分析	(68)
§3—1 滴定分析的仪器及操作	(68)
一、滴定分析仪器的洗涤	(68)
二、滴定分析仪器的操作	(69)
三、容量器皿的校准	(76)
§3—2 标准溶液的配制与标定	(79)
一、直接配制法	(79)
二、间接配制法—标定法	(80)
三、标准溶液浓度大小的确定	(82)
§3—3 滴定分析实验	(82)
实验十六 容量器皿的校准	(82)
实验十七 酸碱溶液的配制与浓度的标定	(84)
实验十八 铵盐中含氮量的测定	(87)
实验十九 工业纯碱中总碱量的测定	(89)
实验二十 水的总硬度测定	(91)
实验二十一 铅、铋混合液中铅和铋含量的连续测定	(94)
实验二十二 过氧化氢含量测定	(96)
实验二十三 重铬酸钾法测定铁	(98)

实验二十四 可溶性铜盐中铜含量的测定·····	(101)
实验二十五 可溶性氯化物中氯的测定·····	(104)
•实验二十六 综合练习(常量元素测定)·····	(105)
第四章 重量分析 ·····	(107)
§4—1 重量分析仪器及基本操作·····	(107)
一、样品的溶解·····	(107)
二、沉淀·····	(107)
三、过滤和洗涤·····	(108)
四、沉淀的干燥和灼烧·····	(112)
§4—2 重量分析实验·····	(116)
实验二十七 氯化钡中钡含量的测定·····	(116)
第五章 吸光光度法 ·····	(116)
§5—1 常用仪器及使用方法·····	(119)
一、目视比色法·····	(119)
二、光电比色仪器的基本部件·····	(120)
三、分光光度计的构造和使用方法·····	(123)
§5—2 光度分析实验·····	(127)
实验二十八 土壤中全磷的测定·····	(127)
实验二十九 邻二氮菲光度法测铁·····	(130)
•实验三十 综合练习(杂质分析)·····	(132)
参考书目 ·····	(134)
本书教学时间分配表(供参考) ·····	(135)
附录 ·····	(136)
一、定性分析仪器·····	(136)
二、定量分析仪器·····	(137)
三、定性分析试液的配制·····	(138)
四、定性分析试剂的配制·····	(140)
五、基准物质及其干燥温度·····	(145)
六、重要的酸的百分浓度和密度·····	(147)
七、苛性碱和氨溶液的百分浓度和密度·····	(150)

第一章 定性分析

§1-1 预 备 知 识

一、定性分析实验用试液与试剂

(一) 试液

在分析化学中，被分析的物质称为试样，试样的溶液称为试液。在定性分析实验中，为了学习各离子的鉴定方法而配制成各种阳离子试液和阴离子试液，这些练习性试液的浓度一般为每毫升试液中含欲检离子 10mg。具体配制方法见有关附录。

为了方便起见，有时也配制一种贮备试液，其浓度一般为每毫升试液中含欲检离子 100mg，使用时稀释 10 倍即成练习试液。

(二) 试剂

在定性分析实验中，检验试液所使用的已知组成的物质称为试剂。根据需要，大多数试剂都配成一定浓度的溶液。为方便起见，一般按试剂的组成为酸、碱、盐、有机试剂和有机溶剂等。

试剂的纯度直接影响分析结果。试剂的纯度按其所含杂质的多少而分为各种等级，例如一级、二级、三级和四级（或依次叫保证试剂 GR，分析试剂 AR，化学纯试剂 CP 和实验试剂 LR），其中一级试剂的纯度较高。基础分析化学实验一般使用二级或三级试剂即可。

(三) 试液和试剂的存放

由于试液和试剂的种类较多,为了使用方便,把大多数试液和试剂都分装在一些容积不大的(20~30mL)带滴管的试剂瓶(图1-1)中,然后将这些试剂瓶按一定顺序放在阶梯式的试剂架上。应注意根据试剂不同性质选用不同颜色、不同瓶塞的试剂瓶。



图 1-1 试剂瓶

二、半微量定性分析的仪器及基本操作

(一) 常用仪器

1. 离心管 离心管是容量约为 5 或 10mL、下端呈圆锥形的试管(图 1-2)。使用离心管,对观察少量沉淀及离心沉降分出的上层清液都很方便。因此,半微量定性分析的许多反应都在离心管中进行。每人要备 8~10 支离心管,有时为了便于估中溶液体积,还需备有 2 支带刻度的离心管。离心管应放在离心管架上。



图 1-2 离心管

2. 点滴板 它是带有凹槽的黑色或白色瓷板(图 1-3),分别适用于白色沉淀或有色沉淀及溶液颜色发生变化的点滴反应。

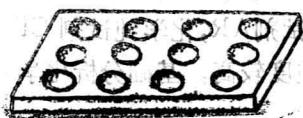


图 1-3 点滴板



图 1-4 试纸

3. 表面皿

表面皿以 7~9cm 直径的最为适宜。它既可作鉴定反应的容器，也可把两块合起来作为气室（图1—4）。

4. 滴管、毛细滴管

滴管（图1—5,a）用于滴加一定体积的水或溶液，每滴约为 0.05mL。毛细滴管（图1—5,b）用于从离心管中吸出离心液，故也称毛细吸管。它有时也用于滴加少量试剂溶液，每滴约 0.02mL，称为 1 细滴。

不带乳头的毛细滴管是专供纸上点滴分析使用的。

每人要备有足够数量的滴管和毛细滴管（每人 3~4 支），以便在进行几种有关操作时分别使用。

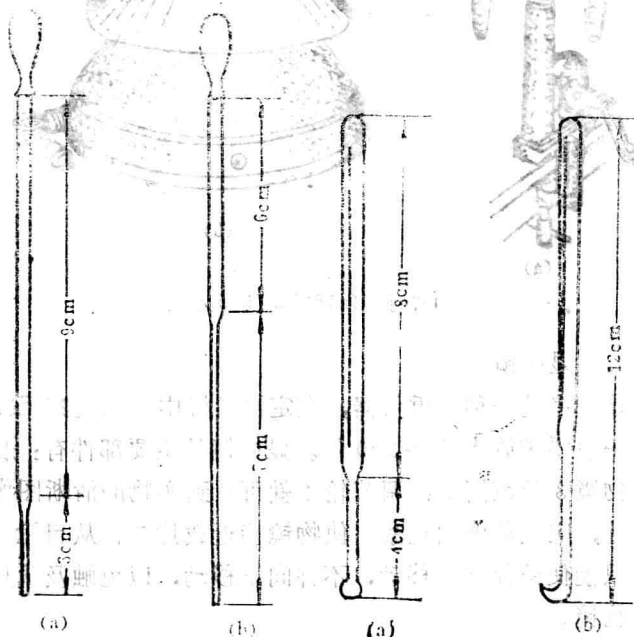


图 1-5 滴管(a)，毛细滴管(b)

图 1-6 玻棒(a)，药匙(b)

5. 玻棒和药匙

玻棒(图1—6,a)用于搅拌离心管中的客物,以洗涤沉淀、加速反应等。

药匙(图1—6,b)是将细玻璃棒的一端烧红后用镊子压扁并稍许弯曲而成,适于取用少量固体试剂。

6. 离心机

离心机是利用离心沉降原理将沉淀和溶液分离的设备,有手摇(图1—7,a)和电动(图1—7,b)两种。

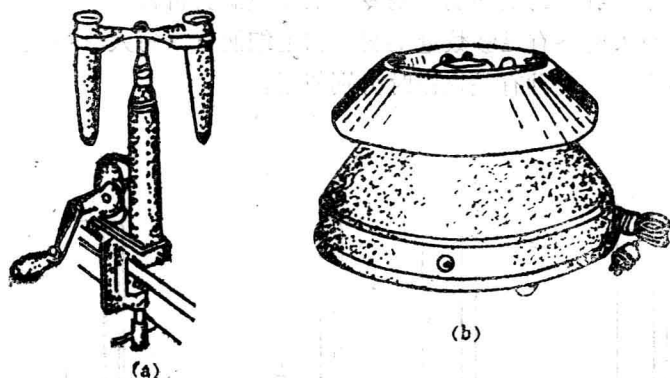


图 1-7 手摇(a)和电动(b)离心机

7. 显微镜

显微镜是一种贵重仪器,在定性分析中用以观察沉淀晶形,一般要求放大50~200倍。显微镜的主要部件有:目镜2、物镜3及镜筒1,调节轮4就可看到实物的清晰图像。调节时,应先从侧面观察,使物镜接近载片7;从目镜观察时,只能使镜筒向上移动,不许向下移动,以免触及载片,损坏物镜。

显微镜应保持清洁,擦拭目镜和物镜时,必须用擦镜纸。目镜不用时,应放在显微镜箱内的专用小柜中。

(二) 基本操作

1. 仪器的洗涤

为了使分析结果准确可靠,仪器必须保持清洁,决不允许在仪器未洗净时就进行实验。

洗涤仪器时,一般先用自来水淋洗,并用毛刷刷洗,此时若发现仪器上有污渍或器壁上沾有水珠,可用刷子沾洗衣粉(或去污粉、皂角水)刷洗,再用自来水淋洗,最后用蒸馏水淋洗。

滴管不便于用刷子刷洗,可先在铬酸溶液①中浸泡,然后用自来水淋洗,最后用蒸馏水淋洗。滴管在每次使用后,都应取下乳头,用自来水和蒸馏水冲洗其内部和外部。

使用过的离心管、滴管及毛细滴管等,如果不能立即洗涤,应将它们浸放在水中,以免残留物干着在器壁上不易洗涤。

洗净的仪器,应该是在水自然下流后,器壁均匀润湿,而不沾有水珠。

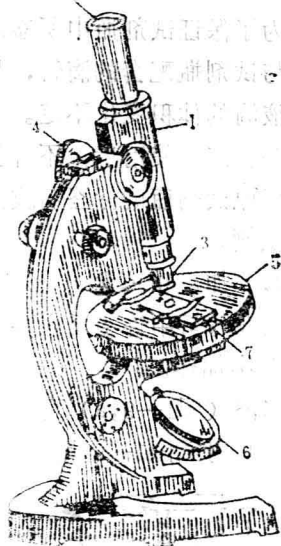


图 1-3 显微镜

① 铬酸洗液配制法: 取 $5-10\text{gK}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 先用少量水溶解, 在不断搅拌下, 慢慢加入 100mL 工业浓 H_2SO_4 。

2. 滴加试剂

为了保证试剂瓶中所盛溶液的纯净，滴加试剂时，只能使用与试剂瓶配套的滴管，且滴管应保持垂直，不得倾斜，以免液滴的体积变化不定。更不得将滴管倒立，以免溶液流入乳头。滴管使用后，不许放在桌上或其他任何地方，必须在看清原试剂瓶的标签后放回原试剂瓶，避免“张冠李戴”沾污试剂。

3. 加热和蒸发

定性分析中许多反应要在热溶液中进行，离心管只能放在水浴中加热。

水浴（图1—9,a）可由一个300mL烧杯和一个铝制管座组成，也可照图1—9,b自制铁丝架，再放在烧杯上。

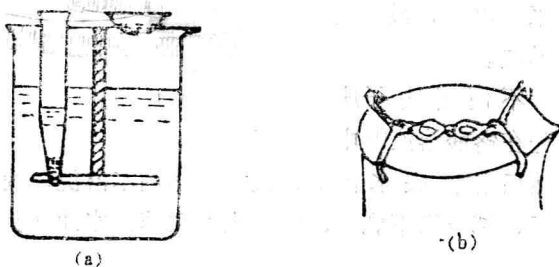


图 1-9 水浴 (a) 和自制铁丝架 (b)

蒸发是为了浓缩溶液、除去有害气体或过多的强酸；在灼烧除去铵盐时，事先也要使溶液蒸发至干。蒸发应在坩埚中进行。蒸发时，将盛有溶液的坩埚放在石棉网上用小火加热，待蒸发至近干时，须及时停止加热，而利用石棉网的余热蒸发至干，从而可避免强热使某些化合物挥发或某些盐分解成难溶性氧化物。

4. 溶液酸碱性的检验

需要检验溶液的酸碱性时，应先用玻棒将溶液充分搅

匀，然后用蘸有溶液的玻棒尖端与放在表面皿上的试纸接触，观察试纸颜色的变化。切勿将试纸浸入溶液中，以免沾污溶液。用完的试纸应投入废废水杯中，不可乱扔在桌上或地板上。

5. 沉淀

试剂用量很少和以鉴定为目的的沉淀反应，最适宜在点滴板上或滤纸上进行。

如果沉淀需要分离，则反应一般在离心管中进行。操作时应逐滴加入试剂，每加一滴，应用玻棒搅匀，直至沉淀完全。为了检验沉淀是否完全，应在离心沉降后，沿管的内壁加入1滴试剂，观察上层清液是否发生浑浊，如不发生浑浊，表示已沉淀完全，否则，应再加沉淀剂，重复上述操作，直至不发生浑浊为止。

6. 用硫化氢气体作沉淀剂

由于 H_2S 是有毒气体，通入 H_2S 的操作应在通风柜中进行；通入 H_2S 的气流量也不应太大，否则会有大量未作用的 H_2S 逸出而毒化空气。通入 H_2S 的毛细尖管（导气管）应自制3~4个备用。

目前已逐渐用硫代乙酰胺试剂代替 H_2S 气体作沉淀剂，但在一时没有硫代乙酰胺的情况下，仍可采用下述两种方法制得 H_2S 气体：

(1) 用磺铁矿或 FeS 与工业稀盐酸（1:1）作用，其装置如图1—10，a所示。

(2) 用 H_2S 发生粉较为方便。发生粉可用石蜡（5份）、硫磺（3份）及石棉丝（1份）混合而成，也可用炉灰、硫磺及花生油混合而成^①。使用时，将这种混合物装入小试管中，

^① 详见《化学世界》6卷5期（1951年）。

管口用石棉丝轻轻塞住，小试管放在大的硬质试管中，如图1—10,b所示。稍加热即放出 H_2S 气体，停止加热，反应立即停止。

7. 离心沉降

用离心管分离其中的沉淀和溶液时，首先要在离心机上离心沉降。无论是手摇离心机还是电动离心机，使用时都必须注意以下几点：

(1) 离心机的套管底部应垫有棉花或软塞，以防止旋转时碰破离心管。

(2) 尽量使对称位置上的重量相近。如果只有一支离心管盛沉淀，就在对称的套筒内放一支盛有等量水的离心管，以保持平衡。

(3) 启动时应由慢渐快，止动时应由快渐慢，直至停止转动，切勿急剧起动或停止。

(4) 离心管外壁与套筒必须保持干燥清洁，以防止腐蚀套筒和转动支架。

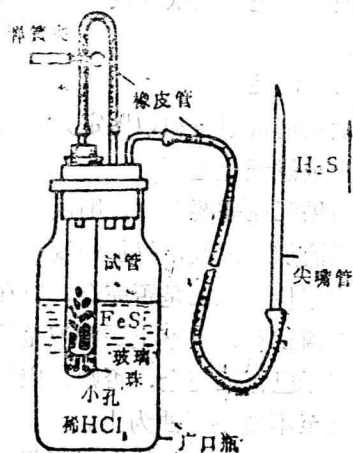


图 1-10 (a) 用 FeS 制 H_2S

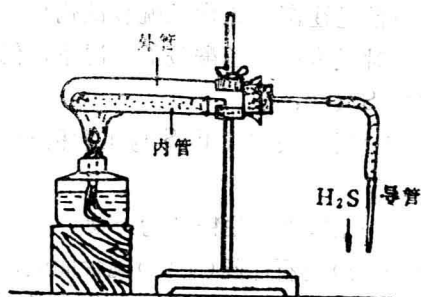


图 1-10 (b) 用干粉制 H_2S

8. 离心液的转移

经过离心沉降后的上层清液叫离心液。移出离心液时，先捏住毛细滴管的乳头，排出部分空气，然后再将毛细滴管按一定角度慢慢伸入倾斜的离心管中，毛细滴管尖端与沉淀表面应保持约 2 mm 的距离（图 1-11, a），然后慢慢放松乳头，离心液被吸入毛细滴管，取出毛细滴管，将离心液放入另一离心管中。

当沉淀比较紧密时，离心液也可用比较简单的倾泻法转移，其操作方法如图 1-11, b。

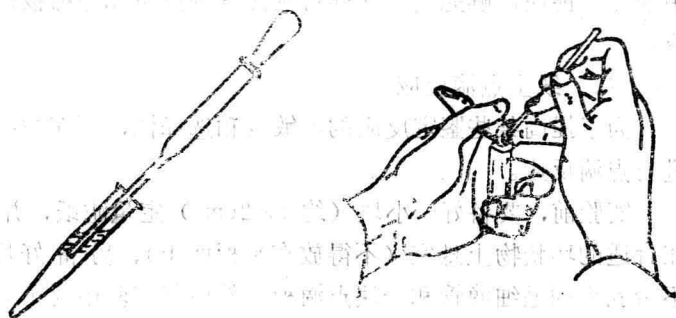


图 1-11 吸出法 (a) 与倾泻法 (b) 转移离心液

9. 沉淀的洗涤

沉淀与离心液分离后，沉淀中仍有少量离心液及其所含离子，为了使沉淀不被其他离子所沾污，沉淀应该洗涤。

洗涤沉淀的方法是用滴管加约 0.5 mL 的洗涤液于沉淀上，用玻棒搅匀后再离心沉降。分出洗涤后的离心液，并入原离心液中（指第一次洗涤的）。

为了提高洗涤效率，必须按“少量多次”的原则进行洗涤，即残留液尽可能少，洗涤液每次用量少（5~10 滴），而洗涤次数多（2~3 次）。

洗涤液视沉淀不同而异。对于溶解度较小的晶形沉淀可