

中等專業學校試用教科書

定性分析實驗

烏溪江化工學院分析化學學科委員會編

北京化工學校分析化學學科委員會校訂

中國工業出版社

中等专业学校試用教科書



定性分析实验

烏溪江化工学院分析化学学科委员会編
北京化工学校分析化学学科委员会校訂

中国工业出版社

化学工业部人事司曾組織几个老化工学校編写了一套化工中等专业学校的教材,茲将其中某些教材先行印出,作为試用本,供各化工中等专业学校使用。本书为其中之一。

本书是北京化工学校与杭州化工学校(現为烏溪江化工学院)合編的“定性分析”教科書相适应的实驗講义,书中內容以半微量分析方法为主,配合了部分微量分析方法写成的。

本书由杭州化工学校(現为烏溪江化工学院)分析化学学科委员会編,北京化工学校分析化学学科委员会校訂。

定性分析实驗

烏溪江化工学院分析化学学科委员会編

北京化工学校分析化学学科委员会校訂

(照型化学工业出版社紙型重印)

※

中国工业出版社出版(北京东单德内10号)

(北京市书刊出版事业許可証出字第110号)

化工印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行·各地新华书店經售

※

开本 $850 \times 1168^{1/32}$ ·印张 $5^{1/16}$ ·插頁2·字数94,000

1959年1月北京第一版

1961年11月北京新一版·1961年11月北京第一次印刷

印数0001—9513·定价(9)0.70元

統一书号:15165·438(化工-38)

重版說明

貫徹党的教育方針以來，各校對硫化氫的系統分析法進行了許多大膽的改革和試驗。但因為時間較短，許多經驗尚待進一步總結提高，並繼續進行試驗，在教學上取得成熟經驗之後，才能納入教學內容，全面推廣。

硫化氫的系統分析法在教學上沿用較久，它系統的介紹了陽離子的性質，分組嚴密，理論和實驗配合較好，因而這個方法需要改進和補充，如何使系統分析和分別分析很好地結合起來，還需要進行大量的研究工作。

今年選編教材時，曾提出了新的方案，但不夠成熟，難於推廣。根據“未立不破”的精神，和首先解決教材的有無問題的要求，時間又很緊迫，所以重版本書。

化工工藝專業因學時較少，除保證理論的系統性外，可以適當少做些實驗，有條件的學校，也可以增加一些分別分析的內容，以便更好的結合生產實際。

化工部教育司

目 录

重版說明

实验須知	(2)
半微量定性分析的仪器和操作技术	(3)
实验一、第一組陽离子的个别試驗	(15)
实验二、第一組陽离子混合物分析	(21)
实验三、第一組陽离子未知溶液分析	(27)
实验四、第二組陽离子的个别試驗	(31)
实验五、第二組陽离子的混合物分析	(39)
实验六、第二組陽离子混合物分析报告(有 SO_4^{2-} 存在)	(47)
实验七、第一、二組陽离子未知溶液分析	(49)
实验八、第三組陽离子的分析反应試驗	(53)
实验九、第三組陽离子混合物分析	(65)
实验十、第一、二、三組陽离子未知物分析	(73)
实验十一、 PO_4^{3-} 存在下第 I、II、III 組陽离子混合物分析	(77)
实验十二、第四組陽离子个别試驗	(81)
实验十三、第四組陽离子混合物分析	(91)
实验十四、第五組陽离子的个别反应实验	(99)
实验十五、第五組陽离子混合物分析	(103)
实验十六、陽离子四、五組未知物分析	(107)
实验十七、陽离子一至五組未知物分析	(113)
实验十八、陰离子第一組混合物分析	(117)
实验十九、陰离子第二組混合物分析	(121)
实验二十、陰离子第一、二組未知物分析	(123)
实验二十一、陰离子第三組混合物分析	(127)
实验二十二、第四組陰离子混合物分析	(131)
实验二十三、陰离子混合未知物分析	(135)
实验二十四、固体混合物未知分析	(141)
实验二十五、合金分析	(147)
附录	(151)
仪器	(151)
試剂	(152)
溶度表	(插頁)

目 录

重版說明

实验須知	(2)
半微量定性分析的仪器和操作技术	(3)
实验一、第一組陽离子的个别試驗	(15)
实验二、第一組陽离子混合物分析	(21)
实验三、第一組陽离子未知溶液分析	(27)
实验四、第二組陽离子的个别試驗	(31)
实验五、第二組陽离子的混合物分析	(39)
实验六、第二組陽离子混合物分析报告(有 SO_4^{2-} 存在)	(47)
实验七、第一、二組陽离子未知溶液分析	(49)
实验八、第三組陽离子的分析反应試驗	(53)
实验九、第三組陽离子混合物分析	(65)
实验十、第一、二、三組陽离子未知物分析	(73)
实验十一、 PO_4^{3-} 存在下第 I、II、III 組陽离子混合物分析	(77)
实验十二、第四組陽离子个别試驗	(81)
实验十三、第四組陽离子混合物分析	(91)
实验十四、第五組陽离子的个别反应实验	(99)
实验十五、第五組陽离子混合物分析	(103)
实验十六、陽离子四、五組未知物分析	(107)
实验十七、陽离子一至五組未知物分析	(113)
实验十八、陰离子第一組混合物分析	(117)
实验十九、陰离子第二組混合物分析	(121)
实验二十、陰离子第一、二組未知物分析	(123)
实验二十一、陰离子第三組混合物分析	(127)
实验二十二、第四組陰离子混合物分析	(131)
实验二十三、陰离子混合未知物分析	(135)
实验二十四、固体混合物未知分析	(141)
实验二十五、合金分析	(147)
附录	(151)
仪器	(151)
試剂	(152)
溶度表	(插頁)

实验须知

学习定性分析实验应该做到下列三点：

- (1) 熟悉离子与其化合物的性质；
- (2) 了解各重要反应的基本原理和条件；
- (3) 正确掌握实验操作技术。

为此，要求在实验前对实验内容必须事先作好充分预习；在实验时，详细观察和判断反应的现象，并用所学之理论来解决发生的现象和问题。通过实验后应使理论能够联系实际，又以实际印证和巩固理论。

实验注意事项：

- (1) 遵守操作规程；
- (2) 保证仪器清洁，并注意全面的整洁；
- (3) 因试剂瓶太多，所以绝对不许移动试剂瓶，以防混乱；
- (4) 遵守实验室规则；
- (5) 实验时必须随时记下反应现象和存在问题，实验完毕后讨论研究这些问题。

半微量定性分析的仪器和操作技术

I 仪 器

1. 試剂瓶 試剂存放于 10~15 毫升試剂瓶中(如圖 1)，滴瓶上有橡皮头的滴管。滴管所滴出的溶液以每毫升相当 20 ± 2 滴最为相宜。在分析过程中决不能使滴管尖端接触到其他溶液或仪器壁上，以免沾污試剂。因此决不允許把橡皮头滴管放置在桌面上，而只能安插在試剂瓶中或拿在手中。如果發現滴管尖端已被沾污，应立即清洗干淨，再安插在原試剂瓶中。

試剂瓶有無色和棕色兩種，一般試剂都放在無色試剂瓶中；容易見光分解的試剂如硝酸銀、高錳酸鉀、碘液等应放在棕色瓶中。試剂瓶排列在木架上(圖 2)。为了避免塵埃和陽光，在不用时，將滴瓶木架盖好。



圖 1 試剂瓶

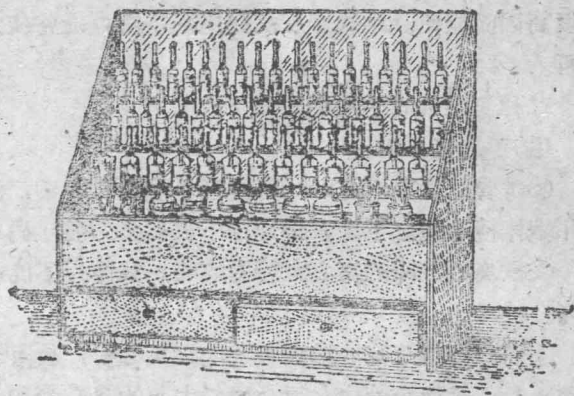


圖 2 滴瓶木架

2. 离心試管 通常使用的 5~10 毫升离心管是錐形的。它具有下列两个优点：

- (1) 沉淀聚集層較厚，容易觀察沉淀的生成和辨別沉淀的顏色。
- (2) 易于使沉淀和溶液分离。

帶有刻度的离心管在半微量定性分析中常用以調节酸度，其刻度一般准确到十分之一毫升。

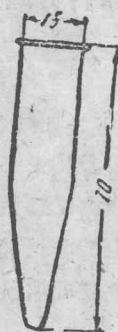


圖 3 离心試管

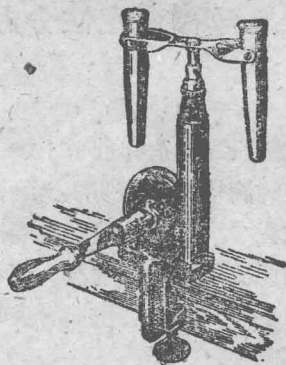


圖 4 手搖离心机

3. 离心机 分手搖及电动式二种。为借离心机迴轉所引起的离心力作用使沉淀沉集在离心試管底部而与溶液分离。电动式离心机轉动速率很高因而能使悬浮的膠狀沉淀迅速下沉，通常使用小型手搖离心机即可。

二种离心机的使用規則如下：

甲)手搖离心机：

①試管邊緣有沉淀时，可用極小量的水冲下，溶液表面如有沉淀，可用攪棒攪动使之下降，否則由于表面張力將阻碍其下沉。

②欲离心沉降的离心試管内容物，其体积不能超过离心試管体积的 $\frac{2}{3}$ 。

③將貯有待分离的溶液与沉淀之离心管，放置于离心机的套管中（圖 4），对面套管中必須放同样大小的离心管和等体积的水与之平衡，否則会引起剧烈震动，离心机的旋轉軸極易损坏。

④离心机开始搖动时应緩慢，然后逐漸加速，但用力必須均匀。离心完畢待旋轉的套管自行停止后，才能取出离心管。在任何情況下，不得借外力阻止其迴轉。

⑤离心机必須时常加油，如搖动时發生杂声，則需立即停止搖动，并报告任課老师。

乙)电动式离心机

①使用前注意离心管边缘如有沉淀，则用极少量水冲下，溶液表面如有沉淀，则用搅棒搅动。所装溶液量不能超过离心管高度的 $\frac{2}{3}$ 。

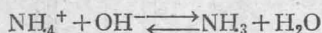
②将贮有待分离的溶液与沉淀的离心管，放置于离心机之套管中，对面套管中必放一同样大小之离心管，管中装有约等体积之水，以使其平衡。

③盖好离心机盖并接好电源，然后慢慢移动变阻器的柄，半分钟后，再慢慢将变阻器恢复原始的位置。待离心机停止迴转，打开离心机盖，取出离心管。

④在离心机迴转时如果发现有特别的声音、强烈的震动或离心机发热，则必须立即断电，并报告任课老师。

4. 烧杯 一般容量为 150、250、400 或 800 毫升的烧杯仅在配制试液或试剂时才用到。在分析过程中则需使用体积约 5~10 毫升的微烧杯来进行煮沸、浓缩或干涸等操作。有时也可用瓷坩埚来代替。

5. 表玻璃 一般用于盖复烧杯，但在半微量定性分析中，却用于进行分析检验，气室法检验气体。其装置为二个大小不同的表玻璃相复合而成（图 5）。如果在反应中有气体生成，而希望从某种试剂的颜色改变来检定这种气体，则可利用这种装置，例如，铵盐的检定：



+ 奈氏试剂 $\rightarrow$ 棕红色沉淀

在表玻璃甲中置待鉴定的试料(NH_4Cl)和能使之发生气体的试剂(NaOH)，在干燥的表玻璃乙的中央，放或滴有能与所生气体产生显明变化的试纸或试剂(石蕊或奈氏试剂液滴)，若发生颜色改变(红色石蕊变蓝或奈氏试剂液滴中生棕红色沉淀)，则示试料中有 NH_4^+ 离子。



图 5 表玻璃与气室装置

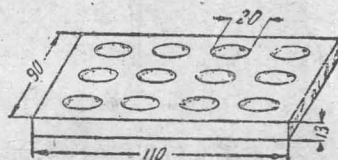


图 6 点滴板

6. 点滴板 通常是用带有凹槽的瓷板（图 6），分黑白二种，分析反应就在凹槽中进行。点滴板适于应用一滴试液产生颜色改变或生成有

顏色的沉淀的檢出反应。由于瓷板的白色背条或黑色背条，使反应产物的顏色特別鮮明。使用点滴板可以連續做几个反应，洗滌时也較試管来得快而容易。

7. 滴管

甲)帶橡皮头的滴管：形狀与試剂瓶上的滴管相同。在半微量定性分析的許多操作中都要使用它。例如在檢出离子时用它取試液样品，在离心沉降后用它把溶液与沉淀分离，洗滌沉淀时用它分离洗滌液等，因此实验者必須备有足够数量的滴液。滴管尖端应細而長（圖 7）。

由于在分析中常須用它来控制所加試剂或試液的量，所以最好校准 2~3 枝滴管，使它的滴液体积分别为 1 毫升 = 20 滴和 1 毫升 = 50 滴。校正的方法是測定滴出水滴的体积。为此，用手压缩橡皮头赶走空气，將滴管伸入水中，則液体就随橡皮头的放松上昇而入管中，然后將水滴逐滴加入干燥的 5 毫升量筒內，計算加滿 2 毫升的滴数。重复測定 2~3 次，若不合乎以上規格，則应修改或重新拉制。已校准滴管应貼有标签以便区别。



圖 7 滴管



圖 8 点滴分析用毛细管

乙)点滴分析用毛细管：毛细管是吸取試液用的，由直径 2~3 毫米的玻管將其一端拉細制成，毛细管之口徑不能太大以能取 0.001~0.05 毫升液滴为度（圖 8 甲）当毛细管放入液体中，液体由于表面張力上升到一定高度（愈細上升愈高），当此毛细管与濾紙接触时，液体便流出

而形成湿的斑点。一般在紙上的斑点，直径为1~4毫米。

如果溶液需要放在表面皿或磁板上时，可將毛细管液滴小心吹出。

如果需要吸取容量約0.1~0.5毫升的溶液时，可用圖8乙形毛细管將液体吸入，立即用食指封閉管口，拿到表面皿上放出所需要的滴数。

点滴分析中的毛细管，除用作移取溶液以外，还可用作過濾，这样的毛细管由直径4~5毫米之厚壁玻管一端拉細制成，拉成之毛细管尖端尽可能使其坚固、平滑、不要有缺口(圖8丙)。

在点滴分析中有时需要將液滴一滴又一滴的重叠上去，有时要在濾紙上洗滌沉淀。在这些情况下，宜用能容納0.03~0.05毫升液体之毛细

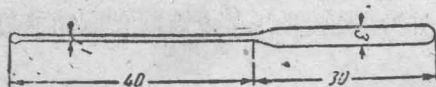


圖9 細玻棒(原大的1/2)

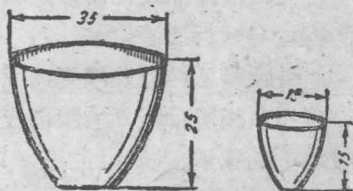


圖10 常量坩埚和微量坩埚

管，制成圖8丁的形狀。拿起来較方便。

8. 玻棒 为攪拌反应溶液、蘸取試液及摩擦管壁等用，使用时不可用力过猛，以免折断或触穿試管底(玻璃攪棒一端拉細如圖所示)。

9. 瓷坩埚 直接蒸發或作空气浴用。半微量定性分析中宜用常量坩埚和微量坩埚，如圖10。

10. 显微镜 显微镜的最重要的光学装置部分是物鏡，因为影像的質量基本上是由物鏡的質量来决定的。它按置在管身的下端，是借助旋轉盤按需要的倍数，随便更換，但在移动物鏡时，必須要非常小心地进行。

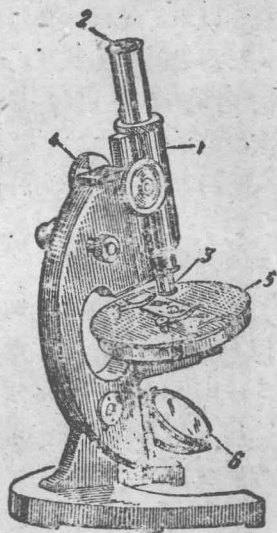


圖11 显微镜構造圖

1—鏡筒；2—目鏡；3—物鏡；4—調節輪；5—載物台；6—反光鏡。

目鏡常按它的放大倍数来区别，它的

倍数刻在目鏡套面上。

$$\text{目鏡倍数} = \frac{250}{\text{焦距 (毫米)}}$$

显微鏡总的放大倍数等于目鏡与物鏡单独放大倍数的乘积。

显微鏡的使用規則：

1. 显微鏡安放在不含硫化氢或酸的蒸气的室内。
2. 調节反光鏡，使整个視野亮度适宜。
3. 將作好結晶的載片放在鏡台上，載片下面必須干燥，这样可使台上經常保持清潔。
4. 慢慢下降显微鏡筒身，調节物鏡至距載片約为 0.5 厘米处，切不可使物鏡与分析液滴接触。

如果物鏡已經触及液滴，应立即用湿軟布拭淨。

5. 用左眼看目鏡（右眼仍应張开），極慢地上昇鏡筒，使眼睛能看清載片上的标本。

6. 在任何情況下，不允許一边看着目鏡，一边下降筒身，如要下降，必須从旁边看着物鏡，逐漸下降，使之再度到达物鏡与載片的距离为 0.5 厘米，然后再在目鏡中一边觀察結晶，一边上昇筒身。

7. 用畢，拿掉載片，仔細察看鏡台与物鏡，必要时，須用清潔軟布揩拭干淨。不使用时，显微鏡应放在特制的盒中或用玻璃罩子盖好，以防灰塵的沾污。

8. 当显微鏡的任何一部分不正常时，应立即报告任課老师。

II、操作技术

1. 器皿的洗滌 一切半微量分析工作中使用的玻璃器皿及瓷器都必須絕對清潔。常常一点点污穢的存在会影响分析結果，甚至造成錯誤的結論，因而不得不重复分析，大大地浪費了時間。

用过的离心試管、坩堝及其他器皿，在实验終了后应立即把內容物倒入廢液槽內，放在一燒杯中浸沒，到洗滌时再取出来，这样沉淀不会粘涸在壁上。

器皿先用自来水冲洗，并用适当大小的刷子蘸取去污粉洗刷器皿的内外壁，用自来水冲洗几次之后，再用蒸餾水冲洗，洗淨的器皿壁上

不應掛有水珠。對於小口器皿（如膠帽滴管）或者經過洗滌還未洗淨的器皿，則需裝入清潔劑^⑨放置數分鐘，然後將冷卻的清潔劑回收在原瓶中（仍可用），將器皿用自來水洗數次後再用蒸餾水沖洗，習慣上常用洗瓶盛蒸餾水沖洗器皿（見圖 12），這樣可以節約蒸餾水的用量，提高洗滌效果。

使用洗瓶沖洗時，向洗瓶短管吹入空氣，以中指食指控制長管尖端流出液體的方向。

膠帽滴管每次用過以後都要仔細洗淨，洗滌時將橡皮帽取下，由洗瓶吹出一道水流，沖洗滴管內外，滴管并需常常用清潔劑處理。

2. 加熱 定性分析反應一般是在離心試管中進行的，如果需要加熱，應該把離心管放在熱水浴中加熱。

水浴為一鋁制的杯或玻璃燒杯，杯口上放有一試管座（可以用兩根鐵絲扭成如圖 13）以便安插試管。應該注意，不能把試管直接放入水浴中，以免水浴沸騰時，震破試管底。



圖 13 水浴

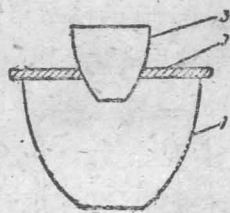


圖 14 空氣浴

1—鐵絲三角；2—微燒杯；3—坩堝。

3. 蒸發 欲將溶液蒸發濃縮，最好把溶液放在瓷皿或坩堝中，在水浴上進行蒸發。也可直接在小火上加熱，但宜注意下列事項：

甲) 在蒸發的末期生成的結晶被水蒸汽濺出四散；於是造成損失，甚至毀壞了整個分析。

乙) 干涸殘渣繼續受熱時，常能分解，生成氧化物；灼熱的氧化物有時不溶于酸，因此使分析變得複雜。

因此蒸發時必須小心控制火力，不使蒸發過劇。如用空氣浴（圖14）來蒸發，更為相宜。

4. 沉淀 沉淀反應可以在磁坩堝蓋上、載片上、表玻璃上、点滴板上以及在離心試管中進行，而以在離心試管中進行為最常用。

甲、在離心試管中進行沉淀時，應注意：

（一）在試液中必須逐滴加入試劑，同時用玻璃棒充分攪拌，最好是每加一滴試劑即加以攪拌，這樣可以得到容易與溶液分離的大顆粒沉淀。

（二）試驗沉淀是否完全。將沉淀離心沉降後，加一滴沉淀劑於上層清液中，如溶液仍舊透明，則表明沉淀已完全，否則需要再加幾次沉淀劑攪拌，必要時加熱，再離心沉降，再試驗沉淀是否完全。

（三）如果反應析出膠體溶液，則在加入試劑後，把離心管移入水浴加熱數分鐘或加入電解質（如 NH_4Cl , NH_4NO_3 等）以促使其凝結。

乙、在玻璃載片上進行沉淀



圖 15 玻片沉淀

顯微結晶反應的沉淀工作多半是在玻璃載片上進行的。操作時，在玻片的一隅，置試液 S 一滴，於其鄰近處再置試劑 R 一滴，二滴相距約 2~3 厘米，然後用尖細的玻璃棒或鋁絲溝

通，同時將玻片略微傾斜，使試劑緩引流入試液中，沉淀在 P 處析出。

如須加熱，則把溶液放在玻片一角，以小火在其左近或邊緣處審慎加熱，在玻片中央加熱，往往有破裂的危險。

丙、硫化氫沉淀法

1. 硫化氫發生器

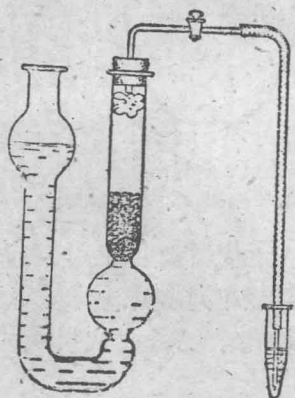


圖 16 H_2S 發生器

2. 操作 將試液放置在離心管中，並以絕對清潔的導管（內徑約 1 毫米，長約 8 厘米），連接在橡皮管上，將導出氣體玻璃管的活栓打開，試液內有氣泡發生，同時沉淀析出，必須控制氣流不能太急，通常在 1~2 分鐘內沉淀即告完全，將活栓關閉，則生成的硫化氫壓迫酸進入左方彎管，反應停止。取下導管，進行沉淀是否完

全。

全的試驗。 H_2S 很毒，應該在烟櫥中進行操作。

5. 分离

①毛細滴管吸取法：利用离心机使沉淀下沉之后，可用帶有橡皮头的毛細滴管取出溶液，先壓縮橡皮头排出空气，然后将吸管緩緩插入溶液，其尖端伸至極近沉淀处，于是輕輕放松橡皮球，尽量吸取溶液。如果操作得当，可使澄清溶液几乎全部升入滴管内（圖 17 橡皮头圖中未示出）。

②過濾：視過濾条件的不同可用不同方法进行。

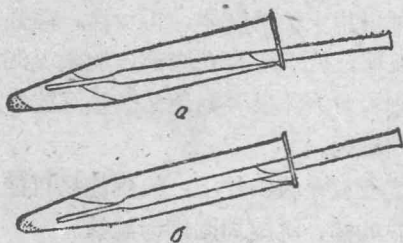


圖 17 用毛細滴管使溶液与沉淀分离
a—准确姿态；b—不准确姿态

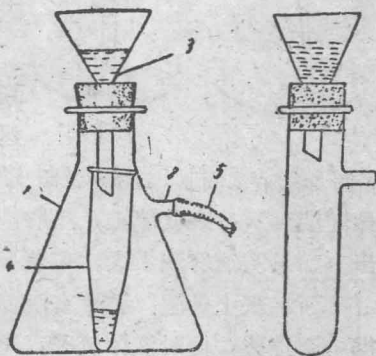


圖 18 過濾器，二种类型
1—抽气瓶；2—側管；3—小漏斗；
4—离心管；5—橡皮管。

甲、漏斗過濾：当沉淀为膠体沉淀时，單借离心机沉降，可能分离不清，如借漏斗過濾就容易分离完全。其裝置如圖 18 所示。

这是帶有側管的瓶，上面用塞塞好小漏斗，濾紙直徑約 2~3 厘米，瓶中放入淨潔的离心試管，以容納濾液，小漏斗的頸管导入离心試管。將待過濾的液体連同沉淀移到濾紙上，由橡皮(5)將瓶中空气抽出④，于气瓶中造成部分真空，大大加速了過濾，并且溶液也可以与沉淀很好地分离。

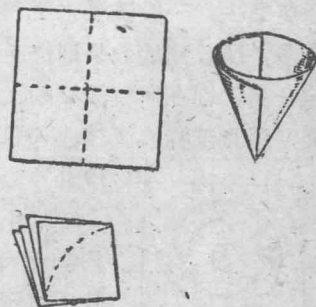


圖 19 濾紙的折疊法

在濾紙放入漏斗以前應疊成四折，然后将一層紙与三層分开（圖 19）。將这样得到的圓錐放入漏斗中，用水潤

湿并用清潔手指把濾紙压紧在漏斗壁上,使漏斗与紙中間不致留有空气。

乙、表面皿上过濾: 將 2~3 毫米的濾紙片折成四層,用水滴潤湿,放在表玻璃上与帶有沉淀的液体相近,毛細管不要太重地压在紙上,將紙移向液体,或小心傾側表玻璃迫使液体流向濾紙,濾液就沿毛細管

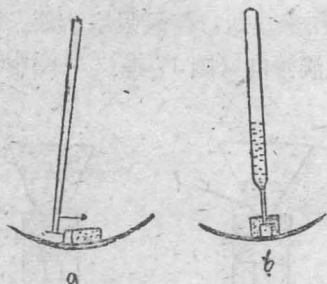


圖 20 在表面皿上过濾示范圖 动表玻璃,使沉淀聚在底部,將微混濁液体傾瀉到另一表玻璃上,然后借毛細管將液体很容易地从微量沉淀中濾出。如果濾液容积太大,可蒸發將其濃縮。

丙、紙上过濾: 將帶有沉淀的溶液放在濾紙片上,使沉淀尽可能占据中心位置,此时液体流开,形成湿的环,沉淀周圍即为濾液。

6. 沉淀的洗滌 沉淀与溶液分离以后,沉淀中仍滲有溶液,因此仍含有溶液中所含的离子,为达到完全的分离,必須洗滌沉淀。通常就在进行沉淀的同一試管内洗滌。为此,在分出离心液后沉淀上加 1~1.5 毫升蒸餾水(或某种其他洗滌液),用玻棒仔細攪拌其内容物(必要时,可在水浴上加热 1~2 分鐘),然后将所得的混合物离心沉降,离心液用滴管分离棄去,一般洗滌二至三次,每次的洗滌液用量宜少,而洗滌的次数愈多,所收到的效果則快而且好。如果使用抽吸過濾裝置(圖 18)將沉淀分离,則在將裝濾液的試管由瓶中取出以后,可以直接在濾紙上洗滌,这时洗滌液直接洩入瓶中,在加入新鮮洗滌液以前需尽量將前次的洗滌液吸去。



圖 21

紙上过濾的沉淀斑点有时也須洗滌,其方法只須用含水的毛細滴管湿润沉淀数次,这样濾液向四周扩散,这样使沉淀表面濾液可全部洗净。以 K_2CrO_4 与 Ag^+ 的作用为例: 洗滌 Ag_2CrO_4 斑点后紙上呈现三色,中央磚紅色为 Ag_2CrO_4 ,其外圈無色环为水帶(洗