

高等学校教学用书

点滴分析法

Н. А. 塔納那也夫著

高等教育出版社

高等学校教学用书



点 滴 分 析 法

H. A. 塔納那也夫著
鍾家棟 吳柳凡 趙夢瑞等譯

高[等教育]出版社

本書系根据苏联化学出版社 (Государственное научно-техническое издательство химической литературы) 出版的塔納那也夫 (Н. А. Танакаев) 著“点滴分析法”(Капельный метод) 1954 年第六版譯出的。原書經苏联高等教育部批准为化学工業高等学校教学参考書。

在本書內闡述了無機物質的点滴分析法并敘述了在点滴分析中所用的裝置, 器皿和操作方法。

在本書內有專章講述点滴比色法。

參加本書翻譯校閱工作的为东北农学院化学教研組鍾家棟、吳柳凡、趙夢瑞、劉吉相、李柏、陸曼姝、張素琴、李超同、郭維嶽、蒲潔、汪一桐、包學耕、沃文杰、蔣光正、王堃泉、高宏壘等同志, 并由趙夢瑞同志总校閱。

点 滴 分 析 法

Н. А. 塔納那也夫著

鍾家棟 吳柳凡 趙夢瑞等譯

高等教育出版社出版

北京琉璃廠一七〇號

(北京市書刊出版業營業許可證出字第〇五四號)

京華印書局印刷 新華書店總經售

書號 13010·209 開本 850×1168¹/₃₂ 印張 8¹/₂ 插頁 2 字數 205,000

一九五六年十二月北京第一版

一九五六年十二月北京第一次印刷

印數 00001—10,000 定價 (8) 羊 1.10

目 录

第六版序

緒論

第一篇 仪器、材料、操作技术

器皿与材料	14
沉淀、过滤及沉淀的洗涤	22
滤纸上的操作	22
表玻璃上的操作	25
用挥发性物质的蒸气处理	28
在水浴上的蒸发和干燥	29
点滴分析的方法論	29
分部分析过程与系统分析过程	29
pH 的测定	30
缓冲溶液	33
各指示剂在一定 pH 值时的颜色	34
依照一定顺序的 pH 测定过程	36

第二篇 离子反应

陽离子的点滴反应	41
铵离子(NH_4^+)的反应与檢定	42
钾离子(K^+)的反应与檢定	44
钠离子(Na^+)的反应与檢定	45
在所有其余陽离子存在时鹼金属离子的檢定	46
铯离子、铷离子和鉍离子(Cs^+ , Rb^+ 和 Tl^+) 的反应与檢定	50
钡离子(Ba^{++})的反应与檢定	56
锶离子(Sr^{++})的反应与檢定	61
钙离子(Ca^{++})的反应与檢定	62
镁离子(Mg^{++})的反应与檢定	64
铝离子(Al^{+++})的反应与檢定	69
锌离子(Zn^{++})的反应与檢定	71

1464890

镉离子(Cd^{++})的反应与检定	73
铟离子和镉离子共同存在时并在其他阳离子存在时的检定	74
铊离子(Mn^{++})的反应与检定	77
三价铬离子(Cr^{+++})的反应与检定	81
镍离子(Ni^{++})的反应与检定	84
钴离子(Co^{++})的反应与检定	86
亚铁离子和铁离子(Fe^{++} 及 Fe^{+++})的反应与检定	89
汞离子(Hg^{++})的反应与检定	93
亚汞离子(Hg_2^{++})的反应与检定	93
银离子(Ag^+)的反应与检定	101
铅离子(Pb^{++})的反应与检定	104
铋离子(Bi^{+++})的反应与检定	107
铜离子(Cu^{++})的反应与检定	110
锑离子(Sb^{+++})的反应与检定	115
五价锑离子(Sb^{++++})的反应与检定	118
亚锡离子(Sn^{++})的反应与检定	119
锡离子(Sn^{++++})的反应与检定	121
锡离子和锑离子共同存在时的检定	122
锆离子(Zr^{++++})的检定	123
钛离子(Ti^{++++})的反应与检定	124
铀酰离子(UO_2^{++})的反应与检定	126
铀及铀酰离子共同存在时的检定	128
贵金属离子的反应和它们共同存在时的检定	129
用点滴法检定阳离子的综合系统表解	150
 阴离子的点滴反应	 159
氯离子(Cl^-)的检定	159
溴离子(Br^-)的检定	164
碘离子(I^-)的检定	165
硫离子(S^{--})的检定	166
亚硫酸根离子(SO_3^{--})的检定	166
硫代硫酸根离子($\text{S}_2\text{O}_3^{--}$)的检定	168
硫酸根离子(SO_4^{--})的检定	169
硫离子、亚硫酸根离子、硫代硫酸根离子和硫酸根离子(S^{--} 、 SO_3^{--} 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{--}$ 和 SO_4^{--})共同存在时的检定	169
氰离子(CN^-)的检定	171
硫氰根离子(SCN^-)的检定	171
亚铁氰根离子($[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{--}$)的检定	174

鉄氰根离子($[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$)的檢定	174
硫氰根离子、亞鉄氰根离子和鉄氰根离子(SCN^- 、 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ 和 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$)共同存在时的檢定	175
亞硝酸根离子(NO_2^-)的檢定	175
硝酸根离子(NO_3^-)的檢定	176
亞砷酸根离子(AsO_3^{3-})的檢定	177
砷酸根离子(AsO_4^{3-})的檢定	178
砷酸根离子和亞砷酸根离子(AsO_4^{3-} 和 AsO_3^{3-})的一般反应	178
砷酸根离子和鉄氰根离子(AsO_4^{3-} 和 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$)共同存在时的檢定	181
碘酸根离子(IO_3^-)的檢定	181
鉻酸根离子(CrO_4^{2-})的檢定	182
鉻酸根离子、碘酸根离子、砷酸根离子和鉄氰根离子(CrO_4^{2-} 、 IO_3^- 、 AsO_4^{3-} 和 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$)共同存在时的檢定	182
次氯酸根离子(ClO^-)的檢定	183
硼酸根离子(BO_3^{3-} 和 BO_2^-)的檢定	183
氟离子(F^-)的檢定	184
硅酸根离子(SiO_3^{2-})的檢定	185
鋁硅酸根离子(SiF_6^{4-})的檢定	186
高錳酸根离子(MnO_4^-)的檢定	187
高錳酸根离子、鉻酸根离子、鉄氰根离子、碘酸根离子和砷酸根离子(MnO_4^- 、 CrO_4^{2-} 、 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ 、 IO_3^- 和 AsO_4^{3-})共同存在时的檢定	188
碳酸根离子(CO_3^{2-})的檢定	189
磷酸根离子(PO_4^{3-})的檢定	191
磷酸根离子、砷酸根离子、硅酸根离子、鉍酸根离子、鉄氰根离子和碘酸根离子 (PO_4^{3-} 、 AsO_4^{3-} 、 SiO_3^{2-} 、 CrO_4^{2-} 、 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ 和 IO_3^-)共同存在时的 檢定	192
溴酸根离子(BrO_3^-)的檢定	193
鉬酸根离子、鉍酸根离子和鉍酸根离子(MoO_4^{2-} 、 WO_4^{2-} 和 VO_3^-)的檢定	194
鉍酸根离子、鉍酸根离子及鉍酸根离子共同存在时的檢定	199
亞硒酸根和亞碲酸根离子(SeO_3^{2-} 和 TeO_3^{2-})的檢定	200
陰离子分步分析过程的綜合公式	203
有能使分析过程复杂化的陰离子存在时的陽离子分析	212
离子的系統檢定	217
固体物質的分析	222
有色合金的分析	227
不取鉍屑的点滴分析(無鉍屑点滴法)	229
無鉍屑法分析的实例	234

薄膜分析	240
第三篇 点滴比色法	
一般特点	244
点滴比色法的仪器、方法和技术	245
点滴比色法实例	248
事前注意	248
铂的测定	249
金的测定	251
铝的测定	253
铁的测定	256
铅的测定	256
硫离子的测定	257
锰的测定	258
铜的测定	259
文献	261
附录:	
I. 点滴法反应的灵敏度	264
II. 试剂	265
III. 色澤表	271
索引	275

高等学校教学用书



点 滴 分 析 法

H. A. 塔納那也夫著
鍾家棟 吳柳凡 趙夢瑞等譯

高(等)教(育)出(版)社

本書系根据苏联化学出版社 (Государственное научно-техническое издательство химической литературы) 出版的塔納那也夫 (Н. А. Танакаев) 著“点滴分析法”(Капельный метод) 1954 年第六版譯出的。原書經苏联高等教育部批准为化学工業高等学校教学参考書。

在本書內闡述了無機物質的点滴分析法并敘述了在点滴分析中所用的裝置, 器皿和操作方法。

在本書內有專章講述点滴比色法。

參加本書翻譯校閱工作的为东北农学院化学教研組鍾家棟、吳柳凡、趙夢瑞、劉吉相、李柏、陸曼姝、張素琴、李超同、郭維嶽、蒲潔、汪一桐、包學耕、沃文杰、蔣光正、王堃泉、高宏壘等同志, 并由趙夢瑞同志总校閱。

点 滴 分 析 法

Н. А. 塔納那也夫著

鍾家棟 吳柳凡 趙夢瑞等譯

高等教育出版社出版

北京琉璃廠一七〇號

(北京市書刊出版業營業許可證出字第〇五四號)

京華印書局印刷 新華書店總經售

書號 13010·209 開本 850×1168¹/₃₂ 印張 8¹/₂ 插頁 2 字數 205,000

一九五六年十二月北京第一版

一九五六年十二月北京第一次印刷

印數 00001—10,000 定價 (8) 羊 1.10

目 录

第六版序

緒論

第一篇 仪器、材料、操作技术

器皿与材料	14
沉淀、过滤及沉淀的洗涤	22
濾紙上的操作	22
表玻璃上的操作	25
用揮發性物質的蒸气处理	28
在水浴上的蒸發和干燥	29
点滴分析的方法論	29
分部分析过程与系統分析过程	29
pH 的測定	30
緩冲溶液	33
各指示剂在一定 pH 值时的顏色	34
依照一定順序的 pH 測定过程	36

第二篇 离子反应

陽离子的点滴反应	41
铵离子(NH_4^+)的反应与檢定	42
鉀离子(K^+)的反应与檢定	44
鈉离子(Na^+)的反应与檢定	45
在所有其余陽离子存在时鹼金属离子的檢定	46
铯离子、銣离子和鉍离子(Cs^+ , Rb^+ 和 Tl^+) 的反应与檢定	50
鋇离子(Ba^{++})的反应与檢定	56
锶离子(Sr^{++})的反应与檢定	61
鈣离子(Ca^{++})的反应与檢定	62
鎂离子(Mg^{++})的反应与檢定	64
鋁离子(Al^{+++})的反应与檢定	69
鋅离子(Zn^{++})的反应与檢定	71

1464890

镉离子(Cd^{++})的反应与检定	73
铟离子和镉离子共同存在时并在其他阳离子存在时的检定	74
铊离子(Mn^{++})的反应与检定	77
三价铬离子(Cr^{+++})的反应与检定	81
镍离子(Ni^{++})的反应与检定	84
钴离子(Co^{++})的反应与检定	86
亚铁离子和铁离子(Fe^{++} 及 Fe^{+++})的反应与检定	89
汞离子(Hg^{++})的反应与检定	93
亚汞离子(Hg_2^{++})的反应与检定	93
银离子(Ag^+)的反应与检定	101
铅离子(Pb^{++})的反应与检定	104
铋离子(Bi^{+++})的反应与检定	107
铜离子(Cu^{++})的反应与检定	110
锑离子(Sb^{+++})的反应与检定	115
五价锑离子(Sb^{++++})的反应与检定	118
亚锡离子(Sn^{++})的反应与检定	119
锡离子(Sn^{++++})的反应与检定	121
锡离子和锑离子共同存在时的检定	122
锆离子(Zr^{++++})的检定	123
钛离子(Ti^{++++})的反应与检定	124
铀酰离子(UO_2^{++})的反应与检定	126
钍及铀酰离子共同存在时的检定	128
贵金属离子的反应和它们共同存在时的检定	129
用点滴法检定阳离子的综合系统表解	150
 阴离子的点滴反应	159
氯离子(Cl^-)的检定	159
溴离子(Br^-)的检定	164
碘离子(I^-)的检定	165
硫离子(S^{--})的检定	166
亚硫酸根离子(SO_3^{--})的检定	166
硫代硫酸根离子($\text{S}_2\text{O}_3^{--}$)的检定	168
硫酸根离子(SO_4^{--})的检定	169
硫离子、亚硫酸根离子、硫代硫酸根离子和硫酸根离子(S^{--} 、 SO_3^{--} 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{--}$ 和 SO_4^{--})共同存在时的检定	169
氰离子(CN^-)的检定	171
硫氰根离子(SCN^-)的检定	171
亚铁氰根离子($[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{--}$)的检定	174

鉄氰根离子($[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$)的檢定	174
硫氰根离子、亞鉄氰根离子和鉄氰根离子(SCN^- 、 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ 和 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$)共同存在时的檢定	175
亞硝酸根离子(NO_2^-)的檢定	175
硝酸根离子(NO_3^-)的檢定	176
亞砷酸根离子(AsO_3^{3-})的檢定	177
砷酸根离子(AsO_4^{3-})的檢定	178
砷酸根离子和亞砷酸根离子(AsO_4^{3-} 和 AsO_3^{3-})的一般反应	178
砷酸根离子和鉄氰根离子(AsO_4^{3-} 和 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$)共同存在时的檢定	181
碘酸根离子(IO_3^-)的檢定	181
鉻酸根离子(CrO_4^{2-})的檢定	182
鉻酸根离子、碘酸根离子、砷酸根离子和鉄氰根离子(CrO_4^{2-} 、 IO_3^- 、 AsO_4^{3-} 和 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$)共同存在时的檢定	182
次氯酸根离子(ClO^-)的檢定	183
硼酸根离子(BO_3^{3-} 和 BO_2^-)的檢定	183
氟离子(F^-)的檢定	184
硅酸根离子(SiO_3^{2-})的檢定	185
鋁硅酸根离子(SiF_6^{4-})的檢定	186
高錳酸根离子(MnO_4^-)的檢定	187
高錳酸根离子、鉻酸根离子、鉄氰根离子、碘酸根离子和砷酸根离子(MnO_4^- 、 CrO_4^{2-} 、 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ 、 IO_3^- 和 AsO_4^{3-})共同存在时的檢定	188
碳酸根离子(CO_3^{2-})的檢定	189
磷酸根离子(PO_4^{3-})的檢定	191
磷酸根离子、砷酸根离子、硅酸根离子、鉍酸根离子、鉄氰根离子和碘酸根离子 (PO_4^{3-} 、 AsO_4^{3-} 、 SiO_3^{2-} 、 CrO_4^{2-} 、 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ 和 IO_3^-)共同存在时的 檢定	192
溴酸根离子(BrO_3^-)的檢定	193
鉬酸根离子、鉍酸根离子和鉍酸根离子(MoO_4^{2-} 、 WO_4^{2-} 和 VO_3^-)的檢定	194
鉬酸根离子、鉍酸根离子及鉍酸根离子共同存在时的檢定	199
亞硒酸根和亞碲酸根离子(SeO_3^{2-} 和 TeO_3^{2-})的檢定	200
陰离子分部分析过程的綜合公式	203
有能使分析过程复杂化的陰离子存在时的陽离子分析	212
离子的系統檢定	217
固体物質的分析	222
有色合金的分析	227
不取鉍屑的点滴分析(無鉍屑点滴法)	229
無鉍屑法分析的实例	234

薄膜分析	240
第三篇 点滴比色法	
一般特点	244
点滴比色法的仪器、方法和技术	245
点滴比色法实例	248
事前注意	248
铂的测定	249
金的测定	251
铝的测定	253
铁的测定	256
铅的测定	256
硫离子的测定	257
锰的测定	258
铜的测定	259
文献	261
附录:	
I. 点滴法反应的灵敏度	264
II. 试剂	265
III. 色澤表	271
索引	275

第六版序

点滴化学分析法的一些最重要的优点，即完成反应可以迅速，用最小量的試料和試剂进行工作，設備簡單等，使該法在定性分析教学實驗室中应用起来非常方便。

根据長期实践工作的結果，使我們肯定了用点滴法的定性分析来做教学实验作業是合理的、可能的。

点滴法以分部反应为基础，用此法来进行物質的定性分析时，可以少費時間(和用硫化氫的分析法相比)并少用試料和試剂。采用点滴法沒有必要在實驗室中設備專門的“硫化氫”室和許多通風櫥，也大大减少了玻璃的和磁的器皿的需要。

不只是在教学實驗室中可以成功地采用点滴分析。它特別适用于生产檢驗、野外实验場所等的快速定性分析。在許多研究中不允許样品的變質，在这样情况下，最适于用点滴法进行分析。

在本書中闡明了無机化合物的点滴分析法，詳盡地敘述了完成点滴反应的方法，操作技术，所用的器皿和試剂。

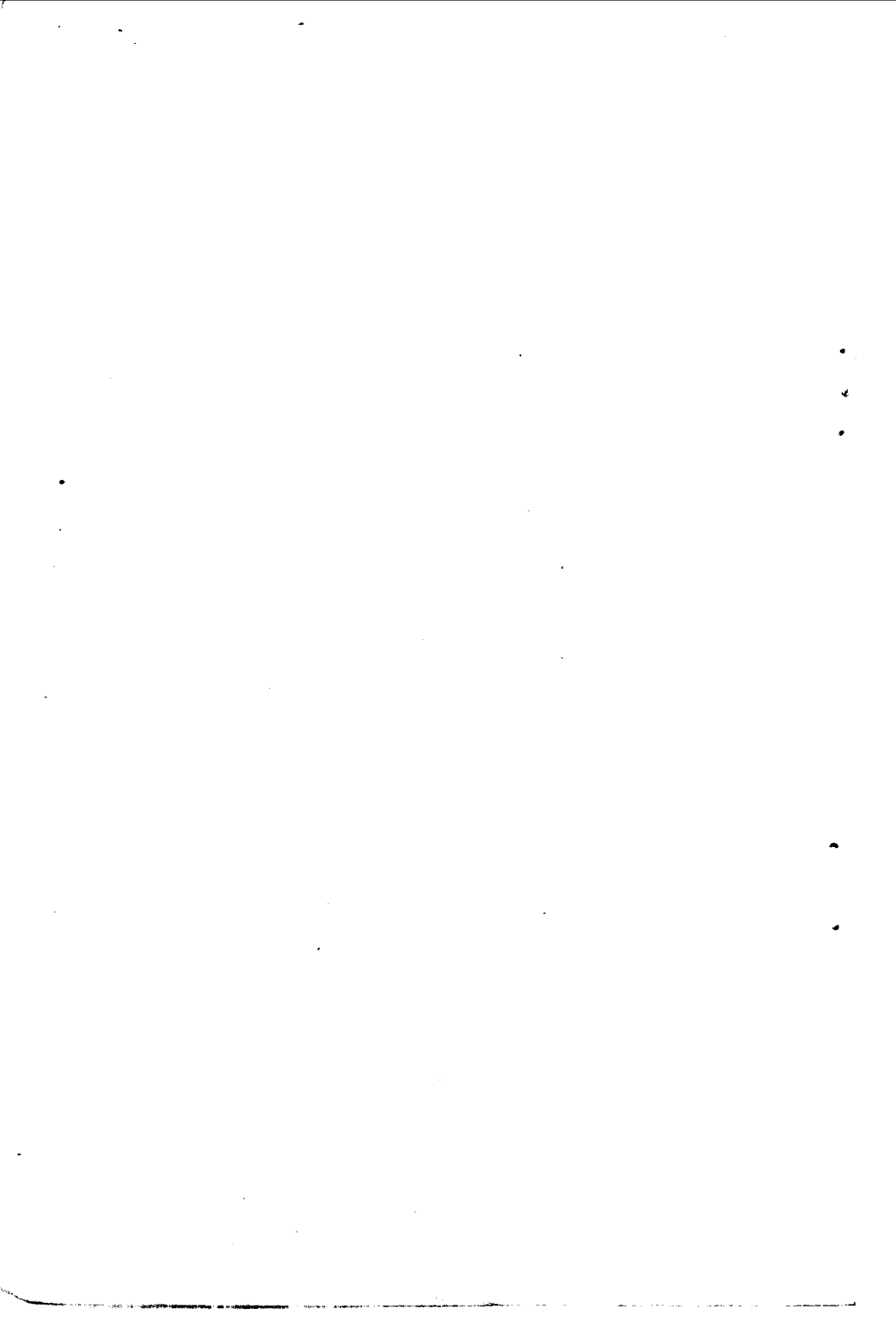
本書的第六版是供化学工業高等学校作为教学参考書之用的。在本版中有了很多补充和修訂。其中最主要的是新加入了“离子的系統檢定”，“固态物質的分析”等章和“有色合金的分析”，“不取鉋屑的点滴分析”，“pH 的測定”及“緩冲溶液”等节。

此外，在本書中还加入了很多校訂及校閱中的修正。

在書中仅介紹了那些經過实际实验之后，証明是有效而且实施起来方便的反应。

为了避免扩大書的篇幅，著者認為，每一化学反应的詳盡理論根据照例是不必引証出来的。

尼·阿·塔納那也夫



緒 論

化学分析在工業中的基本任务是生产檢驗。

只有在分析中应用了足够快而精确的方法时，生产过程的化学檢驗才完全符合工業的需要。

完成化学分析的速度應該比工艺过程的速度大得多。

工業分析的精确度由标准和技术规范所規定，在这些标准和技术规范中，指出了平行进行的各測定的差数值，以及測定值与規定的試料組成百分含量的容許誤差值。所謂定性分析的准确度，就是要相当清晰地显示出質的特征，使得至少能近似地从量的方面、通过目測来估計質的特性。

在許多情況下，只有当进行分析并不需要复杂的仪器和稀有的試剂时，此分析方法才是可用的。常常还有这种可能，即不仅在固定的實驗室中应用分析方法，也直接在生产的各个現場、在倉庫、在野外条件下等等进行分析。廉价的仪器和試剂也起着相当重大的作用。

有可能使用小量物質操作的分析方法，对所有上面列举的各种要求是完全符合的。但并非任一种可以用小量物質进行操作的分析方法都可以在生产的条件下广泛使用。例如，当用显微結晶法操作时需要使用显微鏡，需要小心地制备試液、純化試剂及其他类似的操作，这些总是会費时甚久。

多年的試驗証明，著者于 1920 年在本書中介紹的点滴分析法对生产檢驗完全适合。

这一方法用几滴試液操作就能够确定所分析物質的定性組成。

使用点滴法工作时，滴的大小不能小于肉眼可見的程度。試驗証明，用肉眼可清楚看到的体积为 0.001 毫升的液滴；这一数值是比較有把握地去进行种种分析操作的液滴的最小界限。

在實踐中只有当分析者仅掌握極少量的可供分析的物質时，才采用如此小的体积。用体积 0.002 毫升的液滴更便于工作（特别是在近似定量的測定中）。实际上，在用点滴法操作时，体积为 0.005 毫升的液滴是最方便的。

这样体积的液滴不能在硬而光滑的表面上（玻璃的，磁的）得到。粗糙的濾紙面，当以裝有溶液的毛細管尖端与其接触时，在毛細管力的影响下可吸入 0.001—0.01 毫升的溶液。

被紙所吸入的溶液之体积，可由有刻度的毛細管中液面的下降来决定。

但在这样小量的溶液内进行的反应，其效应只有当反应結果在濾紙的底面析出了足够强烈的有色化合物时，才可能被观察到。在这样情况下，生成或不生成沉淀的反应是否进行了，从紙面观察色斑即可知道。

如果用盛有某种溶液的毛細管接触濾紙面，則溶液迅速地由中心均匀地向各方浸潤，形成斑点。如果以盛有另一种溶液的毛細管接触湿斑的中心，而这溶液中的离子又与前一溶液中的离子發生反应而形成难溶的沉淀，則沉淀滯留于濾紙的毛細管孔道中^①，而濾液則向湿斑外圍滲出。在濾紙上將沉淀与溶液分离的快而方便的办法就是根据这一現象；分析者無須采用任何补充方法便可进行過濾。与此不同的是，在表玻璃与磁板的表面上或在試管中进行沉淀时，需要特別的過濾方法去分离沉淀。

① 濾紙孔徑 1—3 毫微米。沉淀粒子的大小超过濾紙孔徑，因此沉淀滯留于生成它的毛細孔道內。