

主编: 逢忠孔

分析化学

(下册)

南海出版公司

分析化学

(下册)

逢忠孔 主 编

江苏工业学院图书馆
藏书章

南海出版公司

主 编 逢忠孔

副 主 编 孙芬芳 曲宝涵 孙碧瑶 刘希光

编写人员 (以姓氏笔画为序)

马传利 孙芬芳 曲宝涵 孙碧瑶

刘希光 牟祖居 初熙春 周革菲

逢忠孔

前 言

本书是为了满足农林牧有关高等院校教学工作的需要,根据1995年6月在南京农业大学召开的全国高等农业院校分析化学教学研讨会新制定的分析化学教学基本要求编写而成的。

全书分理论部分和实验部分。理论部分着重介绍了酸碱滴定法、氧化还原滴定法、配位滴定法、沉淀滴定法、电位分析法和吸光光度法。对于气相色谱法、原子吸收分光光度法、极谱分析法和重量分析法只作了简单介绍。定性分析部分仅对农、林、牧业常见的阳离子和阴离子的分离、鉴定作了简明介绍。实验部分,大都是农、林、牧业分析中的基础实验及有关项目。本书采用国家法定计量单位。

在本书编写过程中注意到:尽可能反映本课程的新进展和近代理论;结合学生实际,便于自学;注意启发式,突出培养学生独立思考、分析问题和解决问题的能力;加强与生物类各学科的联系。本书内容及概念叙述深入浅出,通俗易懂。有些公式的推导及概念叙述是作者根据多年的教学经验总结出来的,其他书刊未曾发表。

本书分上、下两册,上册为理论部分,下册为实验部分。按80学时编写,其中课堂讲授34学时,实验教学46学时。书中凡带*号的章节,不属教学基本要求,教师可根据需要选用。每章后附有习题,书后附有部分习题参考答案。

参加编写的有:逢忠孔(第五、六章及实验一、六、八、十、实验设计一、实验设计二、实验设计三),孙芬芳(第四、七章及实验四、五、七、十一、二十二),曲宝涵(第八章),孙碧瑶(第三、九章及实验

十二、十三、十七),刘希光(第十、十一章及实验十八、十九、二十、二十一),周革菲(第十三章),初熙春(第一、二章及实验二、三),马传利(第十二、十四章及实验九、十四、十五、十六),牟祖居(附录及实验注意事项)。

本书在编写、出版过程中得到有关领导的大力支持和同行们的热情帮助,在此一并致谢。

全书由主编提出编写大纲及要求,并对书稿通读、修改,最后定稿。由于我们水平有限,时间仓促,书中不当之处,敬请广大读者提出宝贵意见,以便再版时修正。

编 者

1998年8月

目 录

分析化学实验课的注意事项	(1)
实验一 半微量定性分析基本操作	(3)
实验二 阴离子分析	(7)
实验三 阳离子分析	(11)
实验四 天平的种类	(16)
实验五 分析天平称量练习	(25)
实验六 水分的测定	(29)
实验七 水溶性硫酸盐中硫酸根的测定	(34)
实验八 滴定分析量器及基本操作	(48)
实验九 酸碱溶液的配制和标定	(56)
实验十 铵盐中含氮量的测定	(62)
实验十一 罐头食品总酸度的测定	(65)
实验十二 Na_2CO_3 和 NaHCO_3 混合碱的测定	(67)
实验十三 水的硬度的测定	(70)
实验十四 重铬酸钾法测定亚铁盐中的铁含量	(73)
实验十五 过氧化氢含量的测定(KMnO_4 法)	(76)
实验十六 胆矾中铜的测定(碘量法)	(80)
实验十七 罐头食品中食盐的测定(沉淀滴定法)	(84)
实验十八 土壤中速效磷含量的测定	(87)
实验十九 酸性土壤中活性铁的测定	(90)
实验二十 电位法测定土壤的 pH 值	(94)
实验二十一 离子选择性电极测定水中的氟含量	(101)

实验二十二	碳酸钠的制备及产品分析	(106)
实验设计一	石灰石中 Ca 的测定	(109)
实验设计二	工业盐酸中铁的测定	(110)
实验设计三	NaOH—Na ₃ PO ₄ 混合物的测定	(112)
附录一	阳离子系统分析法	(113)
附录二	弱酸、弱碱在水中的离解常数(25℃)	(121)
附录三	溶度积常数(25℃)	(125)
附录四	标准电极电位表(298.15K)	(127)
附录五	部分氧化还原电对的条件电位(E^{of})表	(130)
附录六	EDTA 螯合物的 $\lg K_f$	(133)
附录七	化合物式量表	(134)
附录八	指数加减法表	(139)
附录九	四位对数表	(141)
附录十	常用酸碱的密度和浓度	(145)
附录十一	常用缓冲溶液的配制	(146)
附录十二	常用基准物质的干燥条件和应用	(148)

分析化学实验课的注意事项

一、实验前

预习是做好实验的基础。实验前要认真阅读有关实验教材,弄清实验目的、原理、主要操作步骤、注意事项、计算方法和实验中误差的来源等。同时,应做好预习报告,以便实验时参阅并进行记录。

预习报告的内容包括:主要操作步骤、实验注意事项、实验数据的记录表格等。

每人要准备一个记录本,以便实验时记录数据用。

二、实验时

1. 要认真进行每一步操作,仔细观察实验现象,并对实验所遇到的现象或问题联系理论认真思考,不能“照方撮药”式地做实验。

2. 随时把实验中出现的现象和必要的数据记录在预习报告中的相应表格内。实验的原始记录不得用铅笔填写,更不允许随便涂改实验数据。

3. 在正式实验前,要熟悉实验中所用的仪器和药品。不能随意进行实验,以免损坏仪器,浪费药品,甚至发生意外事故。

4. 自觉遵守实验规则,要养成良好的科学实验习惯,做到:

(1)不在实验室内吃、喝或吸烟;

(2)做实验时要安静、严肃,并保持实验台面整洁,仪器安置有序;

(3)爱护仪器,节约药品、水、电、煤气等;

(4)注意实验安全,防止中毒、爆炸、烧伤,勿使有腐蚀性的试剂溅到皮肤或衣物上、滴洒在实验台面或地面上,更不能随意乱甩。

(5)如发生仪器损坏,应及时报告老师,并进行登记、补发。

三、实验后

1. 实验结束后,要把该洗涤的仪器洗涤干净,将仪器、药品放回原指定位置,并擦净实验台面。最后由值日生负责打扫卫生,切断(或关闭)电源、水阀、煤气开关、门、窗等。

2. 将实验的原始记录交老师审阅后方能离开实验室。

3. 及时整理实验结果和数据,写出实验报告。

实验报告的内容一般包括:实验名称、实验日期、实验目的、实验简要原理、实验内容的简要概述、实验数据及观察的现象、计算和分析结果(注意记录的有效数字并运用误差理论正确处理分析数据)和实验讨论(包括对实验现象的解释,分析产生实验误差的原因,完成实验的体会及完成教师指定的思考问题等)。

实验一 半微量定性分析基本操作

一、仪器的洗涤

在半微量定性分析中,仪器的清洁十分重要。许多定性反应灵敏度很高,仪器的玷污会引出错误的结论。

一般玻璃仪器可先用自来水冲洗,再用刷子蘸肥皂粉或去污粉刷洗,冲净。最后用少量去离子水淋洗2~3次。洗净的仪器应能完全被水浸润,不沾水珠。

若仪器内壁沾有油污时,可用酸性洗液浸泡或润洗一段时间,将洗液倒回原瓶(若洗液变绿则应弃去)。然后用自来水和去离子水(去离子水可代替蒸馏水使用)将仪器洗净。

二、试剂的取用

从试剂瓶取液时,启开的瓶塞应倒立在台面上,手持试剂瓶贴有标签的一侧,然后慢慢倒溶液。注意不要多取,若已多取,不得倒回原瓶中,以免玷污原液,取完后及时盖好瓶塞。

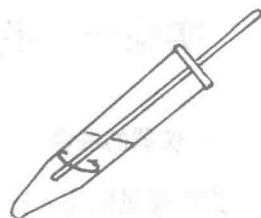
从滴瓶取用试剂时,轻压橡皮乳头,使试剂吸入滴管,滴加时要保持滴管垂直,避免倾斜,尤忌倒立,否则试剂流入橡皮乳头,将试剂玷污并腐蚀橡皮乳头。滴管尖端不要触及容器内壁。用完试剂后,滴管要及时放回原瓶中,并将余下的溶液挤回原瓶。

三、离心沉降、离心液的移离和沉淀洗涤

利用沉淀反应进行分离,在离心管内进行。逐滴加入试剂,用玻璃棒在靠近管底处沿管壁搅拌(图实1—1)。反应完全后将离心

管放入电动离心机的套管中,在对称位置上放一盛有等量水的离心管,以保持平衡。打开启动旋钮时应使速度由慢渐快。

离心时间和速度应由沉淀的性质决定,晶形沉淀,转速1000转/分,1~2分钟即可停止;无定形沉淀,转速2000转/分,3~4分钟停止。止动时,应由快渐慢直至自行停止。沉降后,在离心管上层应为清晰透明溶液。检查沉淀是否完全,可在离心管内滴加1滴沉淀剂,若有浑浊,则重复操作,直至沉淀完全为止。



图实1—1 离心管的搅动

经离心沉降后的上层清液叫离心液。移出离心液时,可将离心液倒入另一离心管中,或用毛细管徐徐吸出离心液(图实1—2,图实1—3)。



图实1—2 用倾泻法将沉淀和
溶液分离



图实1—3 用吸出法将沉淀和溶液分
离

在用毛细管吸液时,必须先用手指捏紧毛细滴管的乳头,然后将毛细滴管慢慢伸入离心液中(切勿插入溶液后再捏乳头),慢慢放松乳头,使离心液被吸入毛细管;取出毛细滴管将清液放入另一离心管中。

沉淀与清液分离后,沉淀中如仍有少量离心液和离心液中的离子,则沉淀需洗涤。洗涤的方法是:在沉淀上加少量去离子水(或含有适当电解质的洗涤液),用玻璃棒充分搅拌(图实1—4),离心分离,弃去清液。重复上述操作,直至沉淀纯净为止。

四、加热、蒸发和灼烧

盛于离心管中的溶液只宜在热水浴上加热。直接加热易使溶液溅出或造成溶液烧干,且离心管也易烧裂。

将溶液浓缩蒸干或灼烧时,一般在坩埚中进行。在水浴中加热最安全。如欲加速蒸发,可在石棉网或沙浴上用微火加热,待蒸发至将干时,立即停止加热,而利用石棉网等余热蒸发至干,从而避免因强热使某些化合物挥发,或某些盐分解成难溶性氧化物。



图实1—4 沉淀的洗涤

五、点滴分析

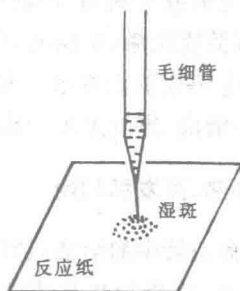
点滴分析通常在点滴板或滤纸上进行。如在滤纸上进行,要选质地较厚而又疏松的定量滤纸,大小为 $2 \times 2\text{cm}^2$ 。

1. 点滴板上的点滴反应,有色沉淀宜在白色点滴板上进行;白色沉淀则在黑色点滴板上进行。

2. 滤纸上的点滴分析可由生成的斑点颜色来鉴定某些离子是否存在。先将毛细滴管的尖端浸入试液 $1 \sim 2\text{mm}$ 处,使液体因毛细作用而上升。然后将毛细管尖端垂直地与滤纸中央接触,轻压在纸上,待潮湿斑点的直径扩大到数毫米,方移开毛细管。在斑点中央将盛有试剂的另一毛细管依上法与滤纸接触(图实1—5),如此操作,直到反应发生为止。

六、焰色反应

焰色反应的试样可以是固体,也可以是溶液。固体试样可将铂丝玻璃棒上的铂丝(或其它金属丝)用去离子水湿润,蘸上固体粉末(硫化物,砷化物除外)灼烧(铂丝不能在还原焰上高温灼烧)。液体试样可以用铂丝尖端的小环蘸取后置火焰中灼烧。



图实1—5 在滤纸上进行的点滴反应

实验二 阴离子分析

一、实验目的

1. 掌握阴离子与常用试剂反应。
2. 掌握阴离子 SO_4^{2-} 、 CO_3^{2-} 、 PO_4^{3-} 、 Cl^- 、 I^- 、 S^{2-} 、 NO_2^- 、 NO_3^- 的鉴定反应。

二、实验原理

在水溶液中,非金属元素常以简单或复杂阴离子存在,在阴离子试液中相互干扰较少,可采用分别分析法。

三、仪器和试剂

1. 仪器

离心机一台,离心试管8支,点滴板(白)1块,验气装置一个,滴管1支,玻璃棒1支, $\text{Pb}(\text{AC})_2$ 试纸。

2. 试剂

(1) 阴离子练习液:阴离子练习液8种,每毫升含阴离子10mg。

(2) 特殊试剂

① 5%钼酸铵试剂:5g $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 加5ml 浓 HNO_3 ,加水至100ml。

② 亚硝酰铁氰化钠:3g $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 溶于100ml水中。

③ 对一氨基苯磺酸溶液:1g 试剂溶于300ml $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HAc

中。

④ α -奈胺溶液:将1.5g试剂在100ml热水中溶解,过滤,取清液,用 $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HAc}$ 稀释至1升。

(3)一般试剂

① $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HAc}$, $6\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HAc}$ 溶液。

② $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HCl}$ 溶液, $6\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HCl}$ 溶液。

③ $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HNO}_3$, $6\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HNO}_3$, 浓 HNO_3 溶液。

④浓 H_2SO_4

⑤ $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NaOH}$

⑥ $0.25\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{BaCl}_2$

⑦ $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{AgNO}_3$

⑧ $12\%(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$

⑨ $10\%\text{NaNO}_2$

⑩ 0.5% 淀粉溶液

⑪Zn 粉

四、实验内容

1. Cl^- 的鉴定

取4滴试液于离心管中,以 $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HNO}_3$ 酸化,加2滴 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{AgNO}_3$,产生白色沉淀。继续滴加 AgNO_3 至沉淀完全,将离心管置于水浴上微热,离心分离,弃去清液,沉淀用热水洗涤两次后再加入10滴 $12\%(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$,加热搅拌,沉淀减少或全部溶解,最后用 $6\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HNO}_3$ 酸化,又出现白色沉淀,表示有 Cl^- 。

2. I^- 的鉴定

取1滴试液于点滴板上,用 $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HAc}$ 酸化,加 0.5% 淀粉液和 $10\%\text{NaNO}_2$ 各1滴,出现蓝色,表示有 I^- 。

3. S^{2-} 的鉴定

(1)亚硝酰铁氰化钠法

取1滴试液于点滴板上,加1滴 $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NaOH}$ 碱化,再加1滴 $1\%\text{Na}_2[(\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO})]$,出现紫红色,表示有 S^{2-} 。

(2) 醋酸铅法

取3滴试液于离心管中,加入3滴 $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HCl}$,立即用湿润的 $\text{Pb}(\text{Ac})_2$ 试纸放在管口,试纸变成棕黑色,表示有 S^{2-} 。

4. SO_4^{2-} 的鉴定

取3滴 SO_4^{2-} 于离心管中,滴加2~3滴 $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HCl}$ 酸化,加3滴 $0.25\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{BaCl}_2$,生成白色沉淀,表示有 SO_4^{2-} 。

5. PO_4^{3-} 的鉴定

取3滴 PO_4^{3-} 试液于离心管中,加1滴浓 HNO_3 ,8滴钼酸铵试剂,微热($40-50^\circ\text{C}$),生成黄色晶形沉淀,表示有 PO_4^{3-} 。

6. NO_2^- 的鉴定

取1滴试液于点滴板上,加1滴 $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HAc}$ 酸化,依次加入对氨基苯磺酸和 α -萘胺各1滴,立即出现红色,表示有 NO_2^- 。

7. NO_3^- 的鉴定

(1) 棕色环法

取1滴试液于点滴板上,加1粒 FeSO_4 ,沿凹坑壁加1滴浓 H_2SO_4 ,沿 FeSO_4 晶体出现棕色环,表示有 NO_3^- 。

(2) 还原 NO_2^- 法

取1滴试液于点滴板上,加1~2滴 $6\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HAc}$ 及少许锌粉,稍停片刻,依次加入对-氨基苯磺酸及 α -萘胺各1滴,出现红色,表示有 NO_3^- 。但要注意,用此法检出 NO_3^- 之前,必须检验是否有 NO_3^- 存在,如有,应先除去。

8. CO_3^{2-} 的鉴定

取试液加入5~6滴 $6\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HCl}$,迅速塞好,将产生的气体迅速导入石灰水中,若变混,表示有 CO_3^{2-} 。

习 题

1. 怎样进行下列鉴定:① Cl^- 和 S^{2-} 共存;② SO_4^{2-} 和 Cl^- 共存;
③ I^- 和 Cl^- 共存;④ NO_2^- 和 NO_3^- 共存。
2. 如果阴离子试液为强酸性,哪些阴离子不可能存在?