

基本館藏

145757

高等学校試用教材

分析化学实验

上册

王 璠 戚文彬編

高等教育出版社

62
01
K1

203837



高等学校試用教材

分析化学实验

下 册

王 璉 戚文彬編



高等教育出版社



統一書号 13010•487
定价 ¥ 0.34

高等学校試用教材



分析化学实验

上册

王 璿 編
戚 文 彬

高等教育出版社

203837

高等学校試用教材



分析化学实验

下册

王 璣 編
戚 文 彬

高等教育出版社

本書系根据中央教育部1954年頒布的师范学院化学系分析化学試行教学大綱編写而成,为教育部委托編写的师范学院分析化学試用教材。

本实验書是配合“分析化学上册”一書而編成的,內容着重于定性分析部分实验的說明。

本書除可供师范学院分析化学教学用外,并可作为中学教师自学进修及中等技术学校和其他高等学校非化学專業的分析化学教学参考書。

分 析 化 学 实 驗

上 册

王 璣 戚文彬 編

高等教育出版社出版 北京琉璃廠170号

(北京市書刊出版業營業許可証出字第051号)

京華印書局印刷 新华書店总經售

統一書号13010·396 開本850×1168¹/₃₂ 印張3¹⁴/₁₆ 字數89,000 印數0001—5,590
1958年2月第1版 1958年2月北京第1次印刷 定價(8) 0.46

本書系根据中央教育部 1954 年頒布的师范学院化学系分析化学試行教学大綱編写而成，为教育部委托編写的师范学院分析化学試用教材。

本書是配合編者所編的“分析化学下册”定量分析的实验部分，内容着重于定量分析方法的实验指导。

本書除可供师范学院分析化学教学用外，并可供中学教师自学进修及中等专业学校和其他高等学校非化学专业作为分析化学教学参考書。

分 析 化 学 实 驗

下 册

王 璉 戚文彬 編

高等教育出版社出版 北京宣武門內承恩寺 7 号

(北京市書刊出版業營業許可証出字第 054 号)

京华印書局印刷 新华書店發行

統一書号 13010·487 開本 850×1168 $1/32$ 印張 2 $11/16$

字數 64,000 印數 0001—6,000 定價(8) ¥ 0.34

1958 年 11 月第 1 版 1958 年 11 月北京第 1 次印刷

編写者的話

1. 本試用教材系根据 1954 年教育部頒布的师范学院化学系分析化学試行教学大綱及参考苏联教材編写而成。

2. 本試用教材分理論和实验兩部分,分册印出,本册为实验部分。

3. 本部分先叙述“实验工作的一般注意事項”,其后为各实验的指导書。

4. 本試用教材采用的离子的反应,依据下列原則选定:

(1) 反应重要,并对能巩固无机化学中所学得的化学事实知識,及与中学化学教材有联系者,予以特別注意。

(2) 所用試剂为一般中学的条件下容易購得的,及学生将来在中学教学或課外工作中可能常用到的反应,則比較詳細地叙述,并进行实验。

(3) 特殊的分析反应。

5. 实验后面所附“問題討論与对本实验的意見”一項,为供实验时發現的不正常現象的討論及对本实验指导書提出意見之用,对培养学生独立工作能力,有一定帮助,希望教师与学生能多加重視。

6. 除“实验一”外,其余每个实验的后面都附有“思考題”,主要是供学生在实验前或实验后思考之用,但也可供教师提問时的参考。

7. “实验报告”的格式,在“实验工作的一般注意事項”§6 中举例說明,可供参考。

8. 附录中所刊载的“以硫代乙酰胺代替硫化氢的分析步驟”,系根据在浙江师范学院化学系試用的經驗及参考有关文献(見附

录)写成,各校可根据具体情况試用 用硫代乙酰胺确有不少优点,但具体条件的控制,到现在还未研究到最完善的地步,希望在試用中共同来改进。

9. 編写本試用教材时,各兄弟学校的交流教材和所提供的宝贵意見,給予我們不少帮助,浙江师范学院领导以及化学系(特别是分析化学教研組)同志們,也大力支持和提出意見,在此特致衷心的感谢。

10. 本試用教材編写匆促,里面必有不少不妥或錯誤之处,希望教者和学者不断提出意見,作为修改时的指南。

編 写 者

1957年9月杭州

編写者的話

本書为配合編者所編的“分析化学下册”定量分析的实验部分,也是根据 1954 年教育部頒布的师范学院化学系分析化学教学大纲及参考苏联教材編写而成。

本实验内容先叙述“实验工作的一般注意事项”,其后为各实验的指导方法。

为使实验的效果更好,每个实验的后面附有思考题,供学生思考。又由于考虑到师范学院的特殊性以及今后发展的方向性,在有关实验的后面附有“参考资料”,其中包括试剂的配制及与本实验有关的其他方法的应用等。

最后,我們感謝兄弟学校的帮助,浙江师范学院的领导和化学系领导的支持以及許多同志給我們提出不少宝贵的意見。

同时,我們更竭誠地希望教者和学者对本書不断地提出批評和意見。

王 璣

戚文彬

上册目录

編写者的話	v
实验工作的一般应注意事項	1
§ 1. 半微量定性分析的仪器	1
§ 2. 半微量定性分析的重要操作技术	3
§ 3. 試液和試剂	15
§ 4. 定性分析中量的估計法	18
§ 5. 半微量定性分析实验的注意事項	19
§ 6. 实验报告	21
实验一 实验的准备工作和基本操作	25
实验二 第一組陽离子的反应及其混合物的分析	29
实验三 第二組陽离子的反应及其混合物的分析	35
实验四 第三組陽离子的反应及其混合物的分析	43
实验五 第四組陽离子的反应及其混合物的分析	57
实验六 第五組陽离子的反应及其混合物的分析	71
实验七 陰离子的分析	79
实验八 固体未知物的分析	95
附录	1-17
(一) 以硫代乙酰胺代替硫化氢的分析步驟	
(二) 麝砂珠和磷鹽試驗	
(三) 練習溶液及試剂的配制法	

下册目录

編写者的話	iv
定量分析实验的一般应注意事项	101
(一)天平	102
实验一 天平的使用	102
(二)重量分析	109
重量分析常用的器皿	109
重量分析的基本操作	113
实验二 氯化钡中结晶水的测定	123
实验三 氯化钡中钡的测定	127
实验四 氯化钡中氯的测定	131
实验五 铁盐中铁的测定	135
(三)容量分析	139
容量器皿的使用	139
实验六 容量器皿的校正	145
实验七 中和法	149
实验八 高锰酸钾定量法	155
实验九 碘定量法	161
实验十 沉淀法	169
(四)比色法	173
实验十一 用比色法测定铁	173
(五)电重量法	179
实验十二 用电重量法测定铜	179

实验工作的一般注意事项

§ 1. 半微量定性分析的仪器

1. 离心试管 半微量分析的大部分操作在容量为 5 毫升(或 10 毫升)的锥形试管(圖 1)中进行。试管做成锥形是为了便于用离心沉降法(見 § 2)將沉淀和溶液分离,所以这种试管叫做离心试管,简称离心管。此外,用这样的试管来进行鉴定反应时,锥形部分沉积較厚的沉淀层,因此容易辨認沉淀的生成及其顏色和形状等特征。

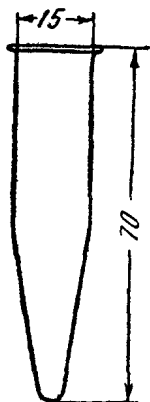


圖 1. 离心试管。

除离心管外,也可用同样大小的普通试管,但在大多数情形下,以用离心试管较为适合。

离心管放在特制的小架上(圖 2)。

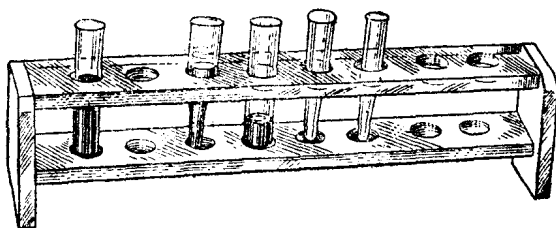


圖 2. 小试管架(离心管架)。

2. 试管 如果試驗时溶液体积較大,或需要將溶液热至沸騰,則需用容积为 10—15 毫升的普通试管,也可用普通的坩埚或容积約 10 毫升的微量烧杯(圖 3)。

3. 点滴板(磁板) 为上釉的白磁板,通常用的有同样大小的凹穴十二个,每穴約可容 0.5—1 毫升的溶液(圖 4),适用于 1—2 滴

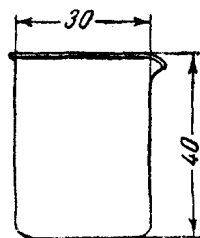


圖 3. 微量烧杯。

試液产生顏色改变或生成有色沉淀的檢出反应，在点滴板的白色背景上，反应产物的顏色特別显明

点滴板上可連續做几个反应，若試剂和反应产物都有色时，可

在鄰近的凹穴中同时作空白試驗和对照試驗，更易区别顏色的异同。

如生成的为白色沉淀或渾濁，則宜用黑色点滴板。

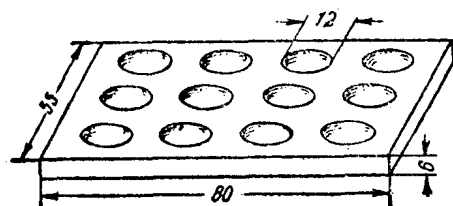


圖 4. 点滴板。

4. 表玻璃 一般为供制“气室”(見 § 2)用，有时也在其上进行反应。

5. 滴管 为进行点滴反应及量取試液和試剂等用的滴管，內徑約 3—4 毫米，一端拉成毛細管，毛細管的大小以溶液 20 滴左右成一毫升为最适宜 (圖 5)。



圖 5. 滴管。

6. 吸管 主要用来吸去离心管中沉淀离心沉降后的上層离心液(見 § 2)，也可用来量取微量的試液和試剂等用。毛細管的內徑約 1.5—2 毫米，約 50 滴左右溶液成 1 毫升(圖 6)。

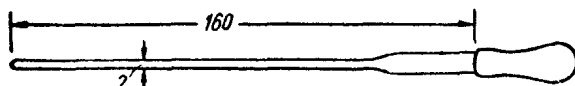


圖 6. 吸管

7. 导气管 为將 H_2S 通于离心管中的溶液用。它是一內徑約 4 毫米的玻管，其一端拉成內徑約 1 毫米的細管。它的長度要比离心試管長些。

8. 細玻璃棒 为攪拌反应溶液及蘸取試液等用,它的長度要比离心管長些,形狀如圖 7。

9. 洗瓶 通常准备一只容量为 250 毫升的洗瓶,为以蒸餾水冲洗已洗净的仪器及洗滌沉淀等时用。

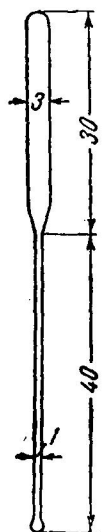


圖 7. 細玻璃棒。

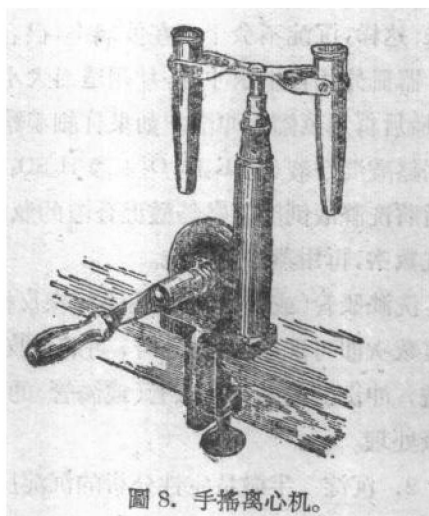


圖 8. 手搖离心机。

10. 磁皿 为了蒸發溶液,灼热沉淀及熔化固体物質等,需用各种形狀的磁器。例如小蒸發皿及通常容量为 10—15 毫升的坩堝等,其中以坩堝为最常用。

11. 离心机 在微量和半微量定性分析中,沉淀和溶液的分離最常利用离心沉降法,所用的仪器是离心机。盛有沉淀和溶液混合物的离心管在离心机中迅速轉动时,沉淀的微粒受离心力的影响而加速沉降。最常用的是手搖离心机(圖 8)。但更有效的是电动离心机。

§ 2. 半微量定性分析的重要操作技术

1. 器皿的洗滌 半微量分析的一切工作中所使用的仪器,都

應絕對清潔，因為常常因一点点污穢的存在而歪曲了反應的結果，甚至引起錯誤的結論，因此不得不重復整個分析過程，而大大浪費了時間和藥品。

對於離心管、坩堝及其他器皿，在實驗終了後應立即把其中內容物倒去，然後將這些用過的器皿放在一燒杯水中，到洗滌時再取出來；這樣，沉淀不會干着在玻璃上，很容易除去。

器皿先用自來水沖洗，并用適當大小的刷子刷洗，然後沖洗幾次，最後再用蒸餾水沖洗。如果仔細觀察仍有污穢未完全除去，則需用鉻酸混合液（為 $K_2Cr_2O_7$ + 濃 H_2SO_4 溶液）處理，放置數分鐘，然後將洗滌液倒回原盛鉻酸混合液的瓶中，將洗過的器皿用自來水洗數次，再用蒸餾水沖洗。

洗滌吸管（或滴管）時，用手捏橡皮帽吸入蒸餾水，再放出之，反復數次即可洗淨；不得已時，可將橡皮帽取下，由洗瓶吹出一道水流，沖洗其內外部。吸管（或滴管）的玻璃部分并需常用鉻酸混合液處理。

2. 沉淀 半微量定性分析的沉淀反應，通常可用下列幾種方法進行：

1) 在離心管中 最常在離心管中進行沉淀，特別是分組沉淀時用離心管更為相宜。進行時，在管內放所需滴數的試液，必要時放在水浴上加熱，然後用滴管緩緩加入指定滴數的試劑，每加 1 滴，即小心用玻棒攪勻，這樣可使沉淀的結晶成長較慢，得到較大的結晶，容易與溶液分離。

如果反應中析出的沉淀可能生成膠體溶液，則為了能夠更好地凝結，在加入試劑後常在水浴上加熱數分鐘，或加入適當的電解質。

沉淀是否完全，不能單憑推測，必須將反應中所析出的沉淀離心沉降後，在其上層清液中再加試劑一二滴，觀察是否還有沉淀產生，如溶液仍舊透明，則表示沉淀已經完全；如尚有沉淀產生，則

需再加試劑 1—2 滴，攪拌，必要時加熱，直至離心沉降後再試，不再產生沉淀為止。

2) 在点滴板上 用作離子鑒定的沉淀反應，多在点滴板上進行。當生成白色沉淀時，除可用黑色点滴板外，還可在下面襯有黑色蠟光紙的小表玻璃上進行。

3) 在載玻片上 有的沉淀反應，也在載玻片上進行。在玻片的近一角處，放試液 1 滴，在相距約 2—3 厘米處再放試劑 1 滴，然後用尖玻棒或白金絲將兩液溝通，同時將玻片稍微傾斜，使試劑緩緩流入試液中，試液和試劑接觸後，就可看到沉淀析出，或發生變色反應。

3. 用 H_2S 沉淀法 在陽離子系統分析過程中，時常應用 H_2S 來沉淀，在半微量分析中適用的 H_2S 發生裝置是小型的發生器，其構造原理與啓普發生器完全相同，各校可根據具體情況自行設計。圖 9a 和圖 9b 為兩種裝置，可供參考。

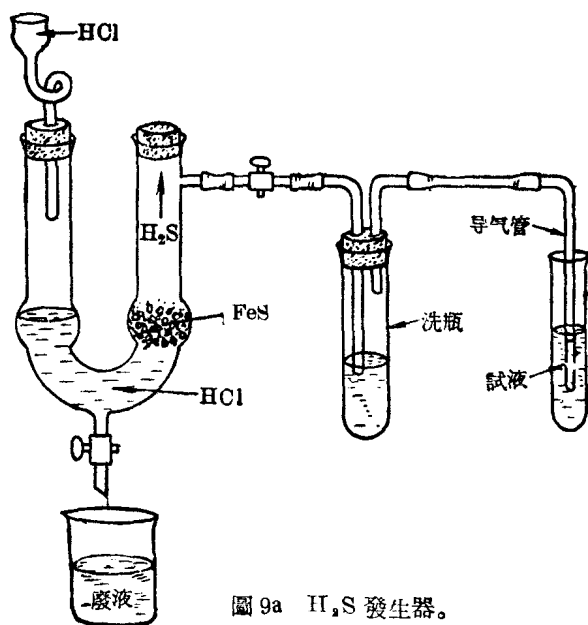


圖 9a H_2S 發生器。