

高等学校试用教材

分析化学实验

华中师范学院 东北师范大学 陕西师范



高等学校试用教材

分析化学实验

华中师范学院
东北师范大学 编
陕西师范大学

人民教育出版社

高等学校试用教材
分析化学实验

华中师范学院
东北师范大学 编
陕西师范大学

*

人民教育出版社出版
新华书店北京发行所发行
人民教育出版社印刷厂印装

*

开本 850×1168 1/32 印张 6.875 字 数 160,000

1981年2月第1版 1981年10月第1次印刷

印数 00,001—35,500

书号 13012·0580 定价 0.62 元

前 言

本书系受教育部委托，根据一九七九年六月制订的高师院校《分析化学实验》教材编写大纲编写的，定稿时又参照教育部新审定的高等师范院校《分析化学实验》教学大纲，对内容作了适当的调整。本书可以作为高等师范院校和师范专科学校化学专业分析化学课程的教材。

分析化学是一门实践性很强的学科，分析化学实验的课时占整个课时的三分之二，比重是比较大的。通过分析化学实验教学，应使学生加深对分析化学基本理论的理解，并熟练地掌握分析化学的实验方法和基本操作技能，为学习后续课程和将来从事化学教学和科研工作打下良好的基础。

本书的实验内容包括：定性分析、定量分析和光度分析等三大部分。根据当前高等师范院校教学经验和设备的实际情况，我们对实验的具体内容认真地进行了考虑，特别是对定性分析实验内容作了较大的改进，重点是使学生掌握常见离子的个性、共性和反应进行的条件等基本知识和有关实验技能。对定量分析实验的基本操作，必须严格要求，并熟练掌握。在内容上，除安排一些纯样品的实验外，还安排了一定分量的实物分析，以培养学生解决实际问题的能力。

本书选编的实验内容较多，其中标有星号(*)者为选作实验。这些实验如何选作，各校可根据具体情况自行确定。

本书由华中师范学院担任主编。参加编写的有东北师范大学徐书坤(定性分析)、华中师范学院杜运清、万家亮(分析天平、滴定分析等)、陕西师范大学张渔夫(重量分析、沉淀滴定、分离方法)、耿征(比色分析及光度法)等同志，华中师范学院、陕西师范大学、

东北师范大学分析化学教研室的部分同志参加了工作。最后，由华中师范学院李俊义同志整理定稿。

本书初稿写成后，于一九七九年九月在武昌召开了审稿会议，参加审稿的除主审单位北师大、华东师大的同志外，还有山东师院、西南师院、北京师院、新乡师院、湖南师院、武汉师院、华南师院、甘肃师大、贵阳师院、玉林师专、安徽师大、南京师院、上海师院、晋东南师专、辽宁师院、哈尔滨师院等 35 所师范院校的同志。最后由北师大林树昌、华东师大宗巍和山东师院王明德等三位同志校阅。

本书在编写过程中，各兄弟院校的同志对初稿提出了许多宝贵的意见，华中师院、东北师大、陕西师大等三校的领导同志给予了关心与支持，东北师大吴立民教授热情指导，北京师院分院冯颖铎同志多方协助，在此一并表示感谢。

由于编者业务水平、教学经验有限，加之编写时间仓促，书中错误在所难免，敬希读者批评指正。

编 者

一九八〇年九月

目 录

第一章 定性分析	1
§ 1-1 预备知识.....	1
一、定性分析实验中应注意的事项.....	1
二、半微量定性分析的试剂、仪器和操作.....	6
§ 1-2 定性分析实验.....	14
实验 1 仪器的准备和基本操作练习.....	14
实验 2 阳离子的分组.....	17
实验 3 第一组(银组)阳离子的分析.....	20
实验 4 (一)第二组(铜锡组)阳离子的分析.....	23
* 实验 4 (二)铜组和锡组阳离子的分析.....	32
实验 5 (一)第三组(铁组)阳离子的分析.....	36
* 实验 5 (二)铁组阳离子的分析.....	42
实验 6 第四组(钙钡组)阳离子的分析.....	45
实验 7 分析方案的设计及实验.....	49
实验 8 阳离子未知溶液的分析.....	50
实验 9 阴离子的分组和初步试验.....	50
实验 10 阴离子的分别鉴定.....	52
实验 11 阴离子未知物的分析.....	56
实验 12 未知易溶盐的定性分析.....	56
* 实验 13 合金的定性分析.....	56
第二章 分析天平	59
§ 2-1 分析天平.....	59
一、分析天平的构造.....	59
二、分析天平的灵敏度.....	65
三、称量方法和分析天平的使用规则.....	69
四、分析天平的装调与质量检验.....	71
§ 2-2 分析天平实验.....	77
实验 14 天平零点和灵敏度的测定.....	77
实验 15 称量练习.....	79
* 实验 16 砝码的校准.....	80

第三章 滴定分析	85
§ 3-1 滴定分析仪器和基本操作	85
一、容量器皿的洗涤	85
二、容量器皿的使用	87
§ 3-2 滴定分析实验	95
实验17 容量器皿的校准	95
实验18 酸碱标准溶液的配制、浓度比较和标定	100
实验19 有机酸当量的测定	105
* 实验20 铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	106
实验21 混合碱的测定(双指示剂法)	108
实验22 工业用水总硬度的测定	111
实验23 石灰石中钙、镁的测定	114
* 实验24 铅、铋混合液中铅和铋的连续测定	116
* 实验25 过氧化氢含量的测定	119
实验26 软锰矿氧化力的测定	121
实验27 铁矿石中铁的测定	124
实验28 碘酸钾-硫酸银-重铬酸钾法测铁(无汞定铁法)	126
实验29 铜盐中铜的测定	128
* 实验30 漂白粉中有效氯的测定	131
* 实验31 辉铋矿中铋的测定	133
实验32 硝酸银、硫氰酸铵标准溶液的配制和标定	136
实验33 可溶性氯化物中氯的测定(摩尔法)	138
* 实验34 银合金中银的测定(佛尔哈德法)	139
第四章 重量分析	141
§ 4-1 重量分析的基本操作	141
一、沉淀	141
二、沉淀的过滤	141
三、沉淀的烘干和灼烧	149
§ 4-2 重量分析实验	151
实验35 氯化钡中结晶水的测定(气化法)	151
实验36 氯化钡中钡的测定	153
实验37 磷矿石中磷的测定	155
* 实验38 合金钢中镍的测定	158
第五章 比色分析及分光光度法	162

§ 5-1 比色分析中常用的仪器与操作技术	162
一、目视比色法	162
二、光电比色法	163
三、分光光度法	167
§ 5-2 比色分析和分光光度法实验	172
实验39 工业盐酸中铁的测定(目视比色法)	172
实验40 钢中锰的测定(光电比色法)	173
* 实验41 钢中硅的测定(硅钼杂多酸蓝比色法)	176
实验42 邻二氮菲分光光度法测定铁(基本条件试验和络合物组成的测定)	178
* 实验43 钢中铬和锰的测定	182
第六章 分离方法	186
* 实验44 纯铜中铋的共沉淀分离与测定	186
* 实验45 合金钢中微量铜的萃取比色分析	188
* 实验46 含铬废水中铬的离子交换分离与测定	189
* 实验47 铜、铁、钴、镍的纸上层析分离法	191
附录	195
一、定性分析仪器	195
二、定性分析试剂的配制方法	196
(一) 酸溶液	196
(二) 碱溶液	196
(三) 铵盐溶液	197
(四) 钾盐溶液	198
(五) 钠盐溶液	198
(六) 其他盐溶液	199
(七) 特殊试剂	199
(八) 固体试剂	201
(九) 有机试剂	201
(十) 试纸和反应纸	201
三、定性分析试液的配制方法	201
(一) 阳离子贮备试液	202
(二) 阴离子贮备试液	203
四、常见阳离子与常用试剂的反应总表	204

第一章 定性分析

§1-1 预备知识

一、定性分析实验中应注意的事项

在定性分析化学的教学中,定性分析实验占的比重很大。因此定性分析学习得如何,在很大程度上决定于定性分析实验的效果。

定性分析实验有两个特点。第一,它采用半微量的实验操作技术,处理的溶液往往以滴计。因此,没有一个细致认真的态度和比较精密的量的概念,是不会作好定性分析实验的;第二,定性分析中分析离子混合物,特别是未知物时,具有某种研究的性质,要求实验者不仅能按实验指导书去作实验,而且要能自己去设计方案,自己去解决书本上没有现成答案的问题。所以,归根到底,忽视实验或照方配药地作实验,都是学不好定性分析的。

那么,在定性分析实验中到底应注意哪些问题呢?

(一) 实验前要充分作好准备工作

一次成功的实验,开始于实验前的充分准备,没有准备就到实验室去现看现作,一定不会得到好的效果。这些准备工作包括:

1. 复习教科书中有关本次实验的原理和叙述,预习实验教材中本次实验的内容、步骤和方法,力求作到目的明确,理论透彻,作法清楚。这样可以避免机械地履行手续,看一句作一句,对错都不知其所以然等等现象。

2. 在预习的基础上写好实验提纲。实验提纲不是照抄实验教材的内容,而是它的提炼、简化,是通过自己的理解写下来的,能使自己一目了然。一般可以写在记录本上,并留下一些准备填入现

象和结果的空白,以便省去在实验室作记录时要写很多字的负担,关于提纲的格式可自行拟定,并应在实践中不断改进。

3. 到实验室后,利用上课前的时间将实验的仪器、药品准备好。自己应用的器皿、工具整齐地摆在实验台上;试剂架上的试剂要检查是否完整足用,否则应及时补充。

(二) 实验中要自觉养成科学的工作习惯,努力掌握实验的技能技巧。

实验的成败和工作效率的高低,同实验者的科学习惯与操作技术水平有直接关系。在初学者中,由于不注意这些问题而遭致失败的事例是屡见不鲜的。为此,要求实验者作到以下几点:

1. 清洁整齐,有条不紊

半微量定性分析的鉴定反应一般都很灵敏,有时甚至百万分之几的含量都可鉴定出来,所以要求使用的器皿、工具都必须清洁。否则无意中混进其它杂质,会使实验现象难于理解。不仅如此,定性分析的手续繁多,要求有条不紊的工作秩序,哪一份溶液是什么,哪一份沉淀放在哪里,都要加以标记,有一定的放法。用对待洗的离心管、滴管等要同清洁的严格分开。各种试剂的取用,都要严格遵守操作规则。否则,乱拿乱放,很容易导致错误或失败。

2. 细致观察,深入思考

细致的观察,是掌握和积累知识的重要手段。没有直接的观察仅仅记熟了书本上的描述,还不是完全的知识。例如,同样是白色沉淀, AgCl 、 BaSO_4 、 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 都各不一样。它们的区别,只有通过实际的细致观察才可以得到明确的印象。

观察也是发现问题解决问题的开始。有了问题就要深入思考,实事求是地去解决。在实验室中进行实验时,由于种种难于一一列举的原因,所观察到的现象有时可能同书上记载的不尽相同。对于这种差异决不可忽视,更不应简单地照着书上写的去订正自己

的记录,这种时候,要运用自己各方面的知识去设法弄清。应当知道,每弄清一次这种不一致的原因,都会取得知识上的更大进步。

3. 尊重事实,准确记录

作好实验记录是实验工作中的一项基本功。只作实验而不作记录,或者记在零页纸上都是不允许的。实验记录要忠实于观察到的事实,如实地反映实验中的重要操作,发生的现象、得到的结果等等。既要避免烦琐,又要防止空洞。太空洞的记录日后无法据以写好实验报告,复习实验的内容,总结实验的经验,从而也就失去了实验记录的作用。

(三) 实验后要作好结束工作

完成了实验课上规定的实验内容,并不是实验的结束。结束工作包括:

1. 清洗、整顿好仪器药品

实验作完后,不管时间多忙,都要把用过的器皿清洗干净,放回原处。试剂架上的试剂是否都安放在原来位置,试剂瓶的盖子或滴管是否都完整无缺,也都要认真检查一遍。用完了的试剂要及时补充。

2. 清理环境,检查安全

实验台要擦拭干净;实验室要认真清扫。然后检查水、电的开关,关好门窗后离开实验室。

3. 及时交送实验报告

写好实验报告,是科学训练的重要内容。对实验报告的要求是:正确而又清晰、简明而又深入。因此,写出一份好的实验报告也是不容易的,但每写一次,都是对有关内容的一次很好的复习、巩固和提高,一定要认真作、及时交。

实验报告的格式可以不拘一格。但在可能的条件下应尽量采用表格式。表格的具体样式随实验内容不同而异,现分别建议一

种参考的格式。在教学实践中，教师应鼓励学生创造性地自拟各种富于表现力的格式。

(1) 关于离子的性质和鉴定方法的实验见表 1-1 和表 1-2。

表 1-1 银组阳离子的一般性质

试液		Ag ⁺ (2滴)	Pb ²⁺ (4滴)	Hg ₂ ²⁺ (2滴)
6NHCl (1滴)	现象	白色凝乳状沉淀 光照下逐渐变灰	白色晶形沉淀，生成 较慢，用玻棒摩擦管 壁可加速	白色沉淀，生成较 快
	反应	Ag ⁺ +Cl ⁻ =AgCl↓	Pb ²⁺ +2Cl ⁻ = PbCl ₂ ↓	Hg ₂ ²⁺ +2Cl ⁻ = Hg ₂ Cl ₂ ↓
	结论	沉淀溶解度较小	溶解度较大	溶解度较小
沉淀上加 热水(5滴)	现象	AgCl 不溶	PbCl ₂ 溶解	Hg ₂ Cl ₂ 不溶
	结论	可与 PbCl ₂ 分离	可与 AgCl、Hg ₂ Cl ₂ 分离	可与 PbCl ₂ 分离

(下略)

表 1-2 银组离子的分别鉴定

离子	试剂	鉴定反应	干扰及其消除	鉴定步骤	现象和结果
Ag ⁺	6NHCl	Ag ⁺ +Cl ⁻ = AgCl↓(白)	PbCl ₂ 、Hg ₂ Cl ₂ 干扰，但两者不 溶于NH ₃ ，可与 AgCl 分离	Ag ⁺ 试液 1 滴 + HCl 1 滴 AgCl 沉淀上加 NH ₃ 5 滴 Ag(NH ₂) ₂ 中加 HNO ₃ 酸化	AgCl ↓ 白色 AgCl 溶解，生成 Ag(NH ₃) ₂ ⁺ AgCl ↓ 又生成， 证实有 Ag ⁺

(下略)

(2) 关于混合物系统分析的实验 这类实验可采用分析系统表的格式(见本书)，但实验现象可在有关位置上注得详细些，反应方程式因不便写在表中，可注明编号写在表外备查。

(3) 关于未知物分析的实验 这类实验不要求写详细报告, 只要求写好实验记录备查, 报告的格式可以比较简单(表 1-3)。

表 1-3 中的检出量只是大致的估计, 可写为大量($>5\text{mg/ml}$)、中量($0.5\sim 5\text{mg/ml}$)、小量($<0.5\text{mg/ml}$)。估计的方法是取含量为 5mg/ml 和 0.5mg/ml 的两种已知浓度的练习试液进行鉴定反应, 然后根据所得沉淀的体积和有色溶液颜色深浅来估计未知试液的含量。

表 1-3 未知物分析报告单

未知物号码——

离 子	检 出 量	教 师 批 语

在实验记录和报告中, 有些常用的术语可以用简略符号表示, 例如

- 5 滴..... 5 D
- 白色沉淀..... 白 ↓
- 棕色气体..... 棕 ↑
- 加 热..... △
- 搅 拌..... ↷
- 蒸 发..... ↑
- 离心沉降(包括离心液的转移)..... ↙ ↘

此外, 为减少标明浓度的麻烦, 凡酸碱的浓度为 $6N$ 时, 一律不注明, 只写分子式, 仅在不是 $6N$ 时才注明其浓度; 其他试剂, 凡未写明固体者, 均为溶液, 也只写分子式, 其浓度见本书附录; 金属试剂只写元素符号, 不特意标明固体字样。

二、半微量定性分析的试剂、仪器和操作

(一) 试剂

半微量定性分析所需要的试剂量很少，对溶液来说每次不过几滴，对固体来说不过几毫克，但所需试剂的种类却很多(本书使用 99 种)。为了工作的方便，把其中的大部分试剂装在一些体积较小的试剂瓶中，试剂瓶再按一定的顺序排列在试剂架上。试剂瓶的容量一般为 10—30ml，其样式见图 1-1，使用这样的试剂瓶可以使试剂架的体积不至过大。但在多班级共用一套试剂时，为了省去经常补充试剂的麻烦，也可以使用容量较大的试剂瓶，如 30—60ml 的，放在一个较大的架上。



图 1-1 试剂瓶

试剂可按其性质分为以下几种类型：酸、碱、盐、特殊试剂、固体试剂、有机溶剂、试纸等等。其中酸碱溶液又各有不同的浓度，以满足使用中的不同需要。盐溶液和特殊试剂的浓度及其配制方法，见本书附录。

试剂在使用中要严防沾污。试剂瓶所附带的滴管除非在取药时，不能随便拿下，更不准放在别处。取药时要注意不使其尖端接触到其他药品。试剂经常按一定顺序排列，可以使实验者很快地找到所需的试剂。

(二) 试液

试液是研究各离子性质、配制混合分析试液和未知溶液时用的，分为贮备试液和练习试液两种。贮备试液的浓度，按所含离子的重量计，一般为 100mg/ml，存放在教师实验室中备用；发给学生用的叫做练习试液，浓度为 10mg/ml。试液的配法见本书附录。

注意有些试液在配制时加入了相当浓度的 HCl 或硝酸。

(三) 主要仪器

1. 离心管及离心管架

离心管的容量为 5~10ml, 尖端呈圆锥形(图 1-2)。在离心沉降时, 沉淀集中在尖端较细部分, 便于对沉淀进行观察, 也便于将离心液分出, 因此半微量定性分析反应大部分都在离心管中进行。为了便于估计溶液或沉淀的体积, 有的离心管还带有刻度, 但这样的离心管较贵, 备有 1~2 支已足。

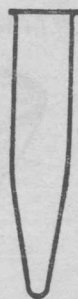


图 1-2 离心管

普通的圆底小试管在不进行沉淀反应时也可以使用, 但因底部体积远较离心管大, 用起来不如离心管方便。

离心管放在离心管架上, 每个架最好能放置 20 支以上的离心管。

2. 点滴板

是带有凹槽的瓷板或厚玻璃板(图 1-3), 点滴反应在凹槽中进行。为了适应不同的情况, 点滴板有白的、黑的和透明的三种。在白瓷点滴板上适于作有色反应; 在黑瓷点滴板上适于作生成白色沉淀的反应; 如果沉淀颜色和母液颜色相同, 则使用厚玻璃制的透明点滴板效果最好。不过没有透明点滴板时也可以用表皿代替。

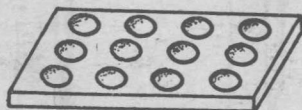


图 1-3 点滴板



图 1-4 气室

3. 表皿

表皿以直径 5~7cm 的最为适用。在半微量定性分析中, 表皿既可作鉴定反应的容器, 又可把两块合起来作为气室(图 1-4)。

4. 杓皿(或坩埚)

杓皿是一种有柄蒸发皿(图 1-5, a), 在半微量定性分析中用于蒸发溶液, 灼烧分解铵盐。可以用微坩埚(图 1-5, b)代替。

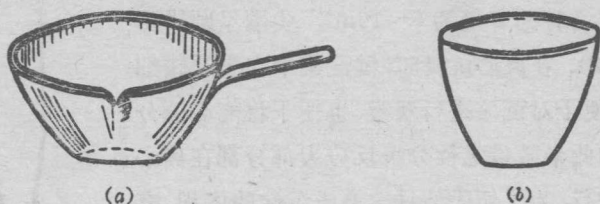


图 1-5 有柄蒸发皿(a); 和坩埚(b)

5. 洗瓶

用 500ml 平底烧瓶制作, 用于最后以蒸馏水洗涤离心管或滴管(见下)等。

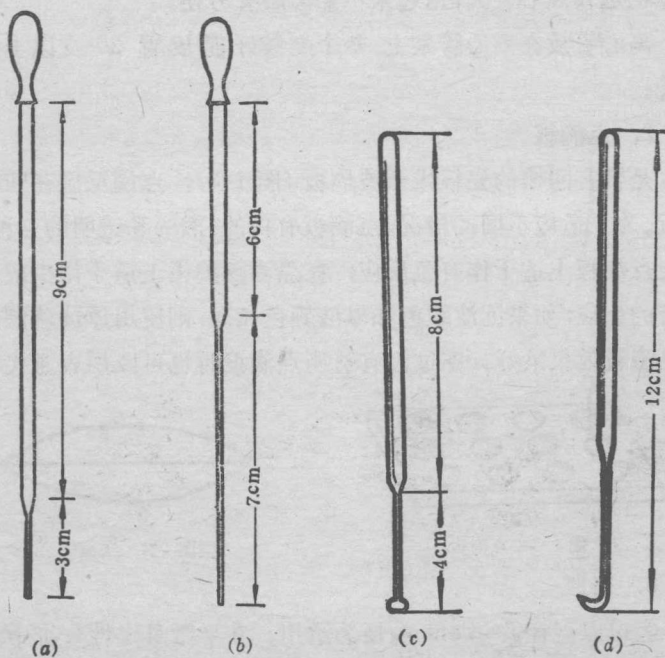


图 1-6 滴管(a), 毛细滴管(b), 搅棒(c)和药匙(d)

6. 滴管、毛细滴管和搅棒

滴管(图 1-6, a) 用于滴加一定体积的水或溶液, 其每滴应为 0.05 ml, 20 滴相当于 1ml。制作时安橡皮乳头一端应稍加扩大以免透气。

毛细滴管(图 1-6, b) 的主要用途是从离心管中吸出沉淀上的离心液, 所以也叫毛细吸管, 其尖端较滴管细而长。有时也用于滴加少量试剂, 其 1 滴应为 0.02ml, 称为 1 细滴, 50 细滴相当于 1ml。制作方法与滴管相似。

搅棒(图 1-6, c) 是细长的玻璃棒, 用于搅拌离心管的内容物, 洗涤沉淀, 加速反应等。

药匙(图 1-6, d) 是将玻棒的一端烧红用镊子压扁制成的, 用于取少量固体试剂。

7. 离心机

这是利用离心沉降原理将沉淀同溶液分开的设备, 有手摇离心机(图 1-7) 和电动离心机(图 1-8) 两种。



图 1-7 手摇离心机

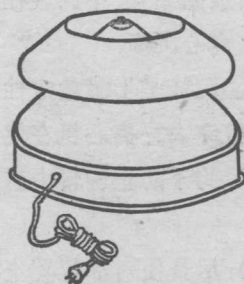


图 1-8 电动离心机