

F ENXI HUAXUE SHIYAN

● 高等学校教材

● 华中师范大学

东北师范大学

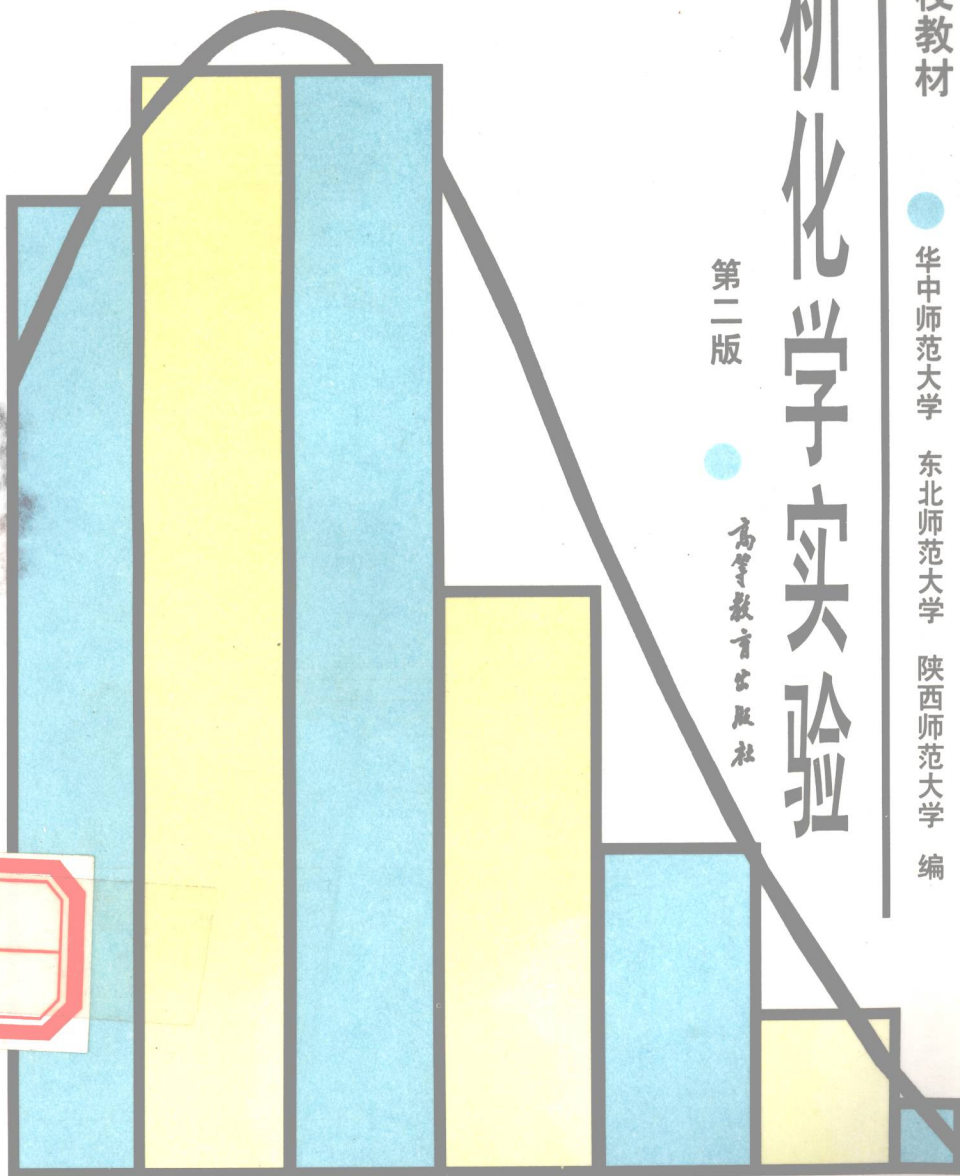
陕西师范大学 编

# 分析化学实验

第二版

● 高等教育出版社

33



(京) 111

高等学校教材

# 分析化学实验

(第二版)

华中师范大学

范大学

范大学

江苏工业学院图书馆  
藏书章

(92)第 30203 号

1987年8月第2版 1987年7月第1次印刷  
132 346-131 375

高等教育出版社

(京)112号

林 懋 芬 学 等 高

# 金 实 学 分 析 化

(第二册)

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/华中师范大学等编. -2版. -北京:  
高等教育出版社, 1987. 8(1997重印)  
高等学校教材  
ISBN 7-04-000142-X

I. 分... II. 华... III. 分析化学-化学实验-高等学校-  
教材 IV. 0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (95) 第 20509 号

\*  
高等教育出版社出版  
新华书店北京发行所发行  
河北省香河县印刷厂印装

\*  
开本 850×1168 1/32 印张 8.875 字数 214 000

1981年2月第1版 1987年8月第2版 1997年7月第11次印刷

印数 123 366-134 375

定价 8.30 元

## 第二版前言

本书是在一九八一年第一版的基础上，参考一九八三年在大连召开的全国高等师范院校分析化学教学经验交流会代表们的意见修订的。这次修订，力求保持原书特点，除了在文字叙述上稍作修饰外，为了进一步加强实验教学，提高学生动手能力和基本操作技术，对实验内容又作了进一步精选和充实。与第一版相比，第二版主要作了如下修订：

一、定性分析的阳离子分组系统，由原来的四组分组法改为五组分组法。但各组的分离、鉴定方法仍保持简化方案的特点，力求节省教学时间又易学易做。

二、将原来的第三章(滴定分析)分为酸碱滴定法、配位滴定法、氧化还原滴定法和沉淀滴定法等四章，并将《分析化学》(第一版)第七~十章中的“标准溶液的配制和浓度的标定”一节分别移入上述相应的有关章中，以避免不必要的重复。

三、为了培养学生分析问题和解决问题的能力，本书第二版除安排一定数量的基本实验外，还安排了一些具有一定难度的实验和机动实验(标有※号的实验)，各院校可根据具体情况自行选作。

四、为了贯彻国务院发布的《关于在我国统一实行法定计量单位的命令》，本书根据国家标准 GB3102.8—82，《物理化学和分子物理学的量和单位》的规定，采用了法定计量单位。按规定，溶液浓度量的名称为：物质B的物质的量浓度，符号为  $c_B$ ，单位为  $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$  或  $\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ 。根据规定，过去惯用的体积摩尔浓度

( $M$ )、式量浓度 ( $F$ )、当量浓度 ( $N$ ) 等, 本书第二版均不再使用。另外, 还根据中国化学会制定的《无机化学命名原则》, 将“络合滴定法”改为“配位滴定法”, 其他有关名词也作了相应的改变。

本书由华中师范大学李俊义主编。参加修订的有: 华中师范大学李俊义(第五、六两章和部分附录)、杜运清(第二、三、四章)、东北师范大学徐书绅(第一章和部分附录)、陕西师范大学张渔夫(第七、八、十章)、耿征(第九章)。全书由李俊义整理定稿。

本书修订稿承北京师范大学林树昌副教授、华东师范大学徐钟勇教授、山东师范大学王明德教授、东北师范大学吴立民教授、陕西师范大学张光教授分章审阅。本书修订稿在编写过程中得到全国许多兄弟院校的热情帮助; 华中师范大学、东北师范大学、陕西师范大学等三校的各级领导同志给予了关心和支持。在此一并表示感谢。

限于编者的水平, 修订后的教材, 难免还有疏漏和不妥之处, 希望广大教师和读者批评指正。

编者

一九八六年五月

## 第一版前言

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(1980)，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。这些实验如何选用，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绅(定性分析)、华中师范学院杜运清、万家亮(分析天平、滴





# 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 第一组(银组)阳离子的分析	18
实验 3 第二组(铜锡组)阳离子的分析	22
实验 4 (一) 第三组(铁组)阳离子的分析	34
*实验 4 (二) 第三组(铁组)阳离子混合物的分析	41
实验 5 第四组(钙组)阳离子的分析	44
实验 6 第五组(钠组)阳离子的分析	49
实验 7 分析方案的设计及实验	52
实验 8 阳离子未知试液的分析	52
实验 9 阴离子的分组和初步试验	52
实验 10 阴离子的分别鉴定	55
实验 11 阴离子未知物的分析	59
实验 12 未知易溶盐的定性分析	59
*实验 13 合金的定性分析	59
第二章 分析天平	62
§2-1 分析天平	62
一、分析天平的构造	62



二、分析天平的灵敏度 .....	68
三、称量方法和分析天平的使用规则 .....	72
四、分析天平的装调与质量检验 .....	75
§2-2 分析天平实验 .....	81
实验14 天平零点和灵敏度的测定 .....	81
实验15 称量练习 .....	83
*实验16 分析天平砝码的校准 .....	84
<b>第三章 滴定分析仪器和基本操作</b> .....	89
§3-1 滴定分析仪器和基本操作 .....	89
一、量器的洗涤 .....	89
二、量器的使用 .....	91
§3-2 滴定分析基本操作实验 .....	99
实验17 量器的校准 .....	99
实验18 滴定分析基本操作练习 .....	105
<b>第四章 酸碱滴定法</b> .....	106
§4-1 酸碱标准溶液的配制和浓度的标定 .....	106
§4-2 酸碱滴定法实验 .....	108
实验19 酸碱标准溶液的配制、浓度比较和标定 .....	108
*实验20 有机酸含量的测定 .....	112
实验21 铵盐中氮含量的测定(甲醛法) .....	114
实验22 混合碱的分析(双指示剂法) .....	116
<b>第五章 配位滴定法</b> .....	119
§5-1 EDTA标准溶液的配制和浓度的标定 .....	119
一、EDTA溶液的配制 .....	119
二、EDTA溶液浓度的标定 .....	120
§5-2 配位滴定法实验 .....	122
实验23 EDTA标准溶液的配制和浓度的标定 .....	122

实验24	工业用水总硬度的测定	125
实验25	石灰石或白云石中钙、镁含量的测定	128
*实验26	三元配合物在配位滴定中的应用	130
*实验27	铅、铋混合液中铅和铋含量的连续测定	133
<b>第六章 氧化还原滴定法</b>		<b>137</b>
§6-1	高锰酸钾溶液的配制和浓度的标定	137
一、	高锰酸钾溶液的配制	137
二、	高锰酸钾溶液浓度的标定	138
§6-2	高锰酸钾法实验	138
实验28	高锰酸钾标准溶液的配制和浓度的标定	138
*实验29	过氧化氢含量的测定	141
实验30	软锰矿氧化力( $MnO_2$ )的测定	143
§6-3	重铬酸钾标准溶液的配制	146
一、	重铬酸钾的重结晶	146
二、	重铬酸钾标准溶液的配制	147
§6-4	重铬酸钾法实验	148
实验31	铁矿石中铁含量的测定	148
*实验32	碘酸钾-硫酸银-重铬酸钾法测铁	151
*实验33	土壤中有有机质含量的测定	153
§6-5	$I_2$ 和 $Na_2S_2O_3$ 标准溶液的配制和浓度的标定	157
一、	$Na_2S_2O_3$ 标准溶液的配制和浓度的标定	157
二、	$I_2$ 标准溶液的配制和浓度的标定	159
§6-6	碘量法实验	161
实验34	$Na_2S_2O_3$ 和 $I_2$ 标准溶液的配制和浓度的标定	161
实验35	铜精矿中铜含量的测定	165
*实验36	漂白粉中有效氯含量的测定	169
*实验37	辉铋矿中铋含量的测定	171

*实验38 工业苯酚纯度的测定 .....	174
<b>第七章 沉淀滴定法 .....</b>	<b>179</b>
§7-1 $\text{AgNO}_3$ 、 $\text{NH}_4\text{SCN}$ 标准溶液的配制和浓度的标定 .....	179
一、 $\text{AgNO}_3$ 标准溶液的配制和浓度的标定 .....	179
二、 $\text{NH}_4\text{SCN}$ 标准溶液的配制和浓度的标定 .....	180
§7-2 沉淀滴定法实验 .....	180
实验39 $\text{AgNO}_3$ 、 $\text{NH}_4\text{SCN}$ 标准溶液的配制和浓度标定 .....	180
实验40 可溶性氯化物中氯含量的测定(莫尔法) .....	182
实验41 银合金中银含量的测定(佛尔哈德法) .....	183
实验42 氯化物中氯含量的测定(法扬司法) .....	185
<b>第八章 重量分析法 .....</b>	<b>187</b>
§8-1 重量分析的基本操作 .....	187
一、试样的分解 .....	187
二、沉淀的进行 .....	188
三、沉淀的过滤 .....	189
四、沉淀的烘干和灼烧 .....	196
§8-2 重量分析法实验 .....	198
*实验43 氯化钡中结晶水的测定(氧化法) .....	198
*实验44 氯化钡中钡含量的测定 .....	200
*实验45 磷矿石中磷含量的测定 .....	203
*实验46 合金钢中镍含量的测定 .....	206
<b>第九章 分光光度法 .....</b>	<b>209</b>
§9-1 常用分光光度计的构造、性能和使用方法 .....	209
一、72 型分光光度计 .....	209
二、721 型分光光度计 .....	213
§9-2 分光光度法实验 .....	215
*实验47 邻二氮菲分光光度法测定铁(基本条件试验和配合物组	

成的测定)	215
实验48 钢中硅含量的测定(硅钼杂多酸蓝光度法)	219
实验49 钢中铬和锰含量的同时测定	222
*实验50 三元配合物测定合金钢中钼	225
<b>第十章 定量分析中常用的分离方法</b>	<b>228</b>
*实验51 纯铜中铋的共沉淀分离与测定	228
*实验52 合金钢中微量铜的萃取光度测定	230
*实验53 锌、钴、镍的离子交换分离与测定	231
*实验54 铜、铁、钴、镍的纸上层析分离法	235
<b>部分参考书目</b>	<b>239</b>
<b>附 录</b>	<b>241</b>
一、定性分析仪器	241
二、定量分析仪器	242
三、定性分析试剂的配制方法	244
四、定性分析试液的配制方法	249
五、常见阳离子与常用试剂的反应总表	252
六、最重要的酸的百分浓度和密度表(20 °C)	260
七、苛性碱和氨溶液的百分浓度和密度表(20 °C)	263
八、化学试剂等级对照表	264
九、常用缓冲溶液的配制	264
十、常用洗涤剂	265
十一、常用熔剂和坩埚	266
十二、实验用水中杂质的含量	268
十三、各级水的电阻率	268
十四、滤器及其使用	269
十五、标准 pH 溶液的配制 (25 °C)	271
十六、水的离子积常数(0~130 °C)	272

# 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,对理论理解透彻,作法清楚。这样可以避免机械地履行手续,看一句作一步,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要用的仪器、药品准备好。自己应用的器皿、工具整齐地摆在实验台上；对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。用过待洗的离心管、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。不进行直接的观察，仅仅记熟书本上的描述，是得不到完全的知识的。例如，同样是白色沉淀， $\text{AgCl}$ 、 $\text{BaSO}_4$ 、 $\text{Al}(\text{OH})_3$ ，却并不一样。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，不管时间多紧，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、煤气的开关，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 <sup>+</sup> (2滴)	Pb <sup>2+</sup> (4滴)	Hg <sub>2</sub> <sup>2+</sup> (2滴)
6mol·L <sup>-1</sup> HCl (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，用玻璃棒摩擦管壁可加速	白色沉淀，生成较快
	反应	Ag <sup>+</sup> +Cl <sup>-</sup> =AgCl↓	Pb <sup>2+</sup> +2Cl <sup>-</sup> =PbCl <sub>2</sub> ↓	Hg <sub>2</sub> <sup>2+</sup> +2Cl <sup>-</sup> =Hg <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> ↓
	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 <sub>2</sub> 溶解	Hg <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> 不溶
	结论	可与PbCl <sub>2</sub> 分离	可与AgCl、Hg <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> 分离	可与PbCl <sub>2</sub> 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 <sup>+</sup>	6mol·L <sup>-1</sup> HCl	Ag <sup>+</sup> +Cl <sup>-</sup> =AgCl↓(白)	PbCl <sub>2</sub> , Hg <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> 干扰，但两者不溶于NH <sub>3</sub> ，可与AgCl分离	Ag <sup>+</sup> 试液 1滴 + HCl 1滴 AgCl沉淀上加 NH <sub>3</sub> 水 5滴 Ag(NH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> <sup>+</sup> 中加 HNO <sub>3</sub> 酸化	AgCl↓白色 AgCl溶解，生成 Ag(NH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> <sup>+</sup> AgCl↓又生成，证实有Ag <sup>+</sup>

(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(见本书定性分析实验部分),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  $5\text{mg/mL}$  和  $0.5\text{mg/mL}$  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 ..... 5d
- 白色沉淀 ..... 白↓
- 红色溶液 ..... 红○
- 棕色气体 ..... 棕↑
- 加 热 ..... Δ
- 搅 拌 ..... ↻
- 蒸 发 ..... ↑
- 离心分离 ..... Δ