

师范专科学校试用教材

分析化学实验

谢全彪 李光耀 陈显堂 编

师范专科学校试用教材

分析化学实验

谢全彪 李光耀 陈显堂编

前 言

分析化学是一门实践性很强的科学。实验部分历来占有很大的比重。通过分析化学实验课程的教学,可以使学生在基本理论方面得以逐步印证和深入理解,在科学态度方面得以认真训练和严格培养,在操作技术方面得以切实掌握和逐渐熟练。

本书是根据1981年11月在天津召开的全国师范专科学校教学工作座谈会的精神而编写的。可作为师范专科学校化学科分析化学实验课程的试用教材。

全书编入定性、定量和吸光光度法三部分实验。编者认为,定性分析的传统内容,作为培养初中化学教师有其重要的教育价值,它又是学习定量分析的基础。而定量分析有其重要的实用价值,它可以培养学生严肃认真的科学态度,建立准确量的概念,提高分析问题和解决问题的能力。因此,定性分析和定量分析之于化学分析犹如人的双手,不可偏废。本书以突出定性分析、精选定量实验为主要特点,采用具有完整系统和严密逻辑性的五组阳离子硫化氢系统分离方案,并考虑到硫化氢气体对环境的污染,着重介绍硫代乙酰胺作阳离子第二组沉淀剂的方法,又考虑初中教材和实验条件,尽量多用无机试剂、纸上点滴分析、显微结晶分析、纸色谱分析,增加定性分析方案的设计和组成简单的实物分析,以提高学生分析问题和解决问题的能力。

本书选编的实验分必做和选做两种。选作的实验标有*号,各校可根据具体情况,自行取舍。

参加本书编写的有孝感师专的谢全彪同志（定性分析、氧化还原滴定、沉淀滴定、纸色谱分析）、鄖阳师专的李光耀同志（酸碱滴定、络合滴定）、襄阳师专的陈显堂同志（重量分析、比色分析和吸光光度分析），孝感师专的郭新章同志作了部分实验验证工作。最后由谢全彪同志通读整理。

本书于1983年4月在孝感召开了定稿会，参加定稿会的有曾火英、陈昌新（荆洲师专）、黄春保（黄冈师专）、颜克美（宜昌师专）、杜娟（襄阳师专）、马容明（咸宁师专）等同志。

本书在编辑过程中，得益于华中师范学院的李俊义副教授、杜运清老师、武汉大学的谢能泳老师的热情支持和宝贵指导，谨在此致谢！

由于编者水平有限，加之编写时间仓促，书中难免有缺点和错误之处，诚望读者批评指正。

编 者

一九八三年四月

目 录

第一章 定性分析

§ 1—1 预备知识

- 一、半微量定性分析的常用仪器及主要操作技术…………… (1)
- 二、半微量定性分析的试液和试剂…………… (6)

§ 1—2 定性分析实验

- 实验一 仪器的准备和基本操作练习…………… (7)
- 实验二 阳离子的分组…………… (10)
- 实验三 第一组 (银组) 阳离子分析…………… (15)
- 实验四 第二组 (铜锡组) 阳离子分析…………… (18)
- 实验五 第二组和第三组的分离及第三组 (铁组) 阳离子分析…………… (26)
- 实验六 第四组 (钙组) 阳离子分析…………… (30)
- 实验七 第五组 (可溶组) 阳离子分析…………… (32)
- 实验八 已知阳离子混合液的分析方案设计…………… (36)
- 实验九 未知阳离子混合液分析…………… (36)
- 实验十 阴离子分析…………… (37)
- 实验十一 阴离子未知物分析…………… (42)
- 实验十二 固体未知物分析…………… (42)

第二章 分析天平与称量

§ 2—1 分析天平

- 一、分析天平的构造..... (42)
- 二、分析天平的灵敏度、变动性及臂长
误差..... (48)
- 三、分析天平的称量及使用..... (53)

§ 2—2 分析天平实验

- 实验十三 天平零点和灵敏度的测定..... (56)
- 实验十四 称重练习..... (58)

第三章 重量分析

§ 3—1 重量分析基本操作

- 一、沉淀..... (59)
- 二、沉淀的过虑..... (60)
- 三、沉淀的烘干和灼烧..... (65)

§ 3—2 重量分析实验

- 实验十五 硫酸钠中硫酸根含量的测定..... (69)
- *实验十六 磷矿石中磷的测定..... (71)

第四章 滴定分析

§ 4—1 滴定分析仪器和基本操作

- 一、容量器皿的洗涤..... (75)

二、容量器皿的使用.....	(76)
----------------	--------

§ 4—2 滴定分析实验

实验十七 容量瓶和移液管的相对校准.....	(84)
实验十八 酸碱标准溶液的配制、浓度比 较和标定.....	(84)
实验十九 铵盐中含氮量的测定(甲醛法).....	(90)
*实验二十 有机酸当量的测定.....	(92)
实验二十一 混合碱的测定(双指示剂法).....	(93)
实验二十二 工业用水总硬度的测定.....	(95)
实验二十三 铅、铋混合液中铅和铋的连 续测定.....	(99)
实验二十四 铁矿石中全铁的测定	(101)
*实验二十五 无汞定铁法	(104)
实验二十六 过氧化氢含量的测定	(106)
实验二十七 碘量法测铜	(109)
*实验二十八 土壤中腐殖质的测定	(111)
实验二十九 氯化物中氯的测定	(115)

第五章 比色分析和吸光光度分析

§ 5—1 常用仪器及操作

一、光电比色法	(116)
二、吸光光度法	(121)

§ 5—2 比色分析和吸光光度法实验

*实验三十 钢中锰的比色测定	(125)
实验三十一 邻二氮菲测铁的条件试验(包括	

(37) 吸收曲线的绘制) (128)

*实验三十二 铜、铁、钴、镍的纸上层析

(128) 分离法 (130)

附 录

(00) 一、定性分析仪器 (132)

(01) 二、定性分析试剂的配制方法 (133)

(02) 三、定性分析试液的配制方法 (142)

(03) 四、试剂在试剂架上的顺序 (144)

(04) 五、参考书目 (145)

(05) (145)

(101) 四十二

(101) 五十二

(101) 六十二

(101) 七十二

(101) 八十二

(101) 九十二

(101) 一百一十二

(101) 一百一十二

(101) 一百一十二

(101) 一百一十二

(101) 一百一十二

(101) 一百一十二

(101) 一百一十二

(101) 一百一十二

(101) 一百一十二

(101) 一百一十二

第一章 定性分析

§ 1—1 预备知识

一、半微量定性分析的常用仪器及主要操作技术

(一) 常用仪器

半微量定性分析常用仪器甚多。其中如离心管、试剂瓶、容量瓶、洗瓶、坩埚等已在无机化学实验教材中介绍过，我们不拟重复。仅介绍其它几种：

1、点滴板(图1—1)

是带有凹槽的、用于点滴反应的瓷板。一般分黑白两种。



图1—1 点滴板

白色点滴板宜于作有色反应的实验，黑色点滴板宜于作生成白色沉淀的实验。



图1—2 气室

2、气室(图1—2)

由两块表面皿合成。可用于某种气体的鉴定反应。

3、简易水浴(图1—3)

定性分析反应常要加热，但直接将离心管置于火焰上加热，一会使溶液溅失，二会损坏离心管。所以应在水浴上热。水浴可由一个250ml烧杯和一个铝制离心管座组成。

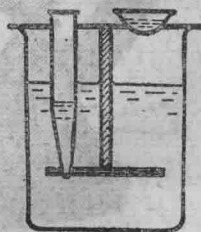


图1—3 简易水浴

4、离心机 (图 1—4 和图 1—5)

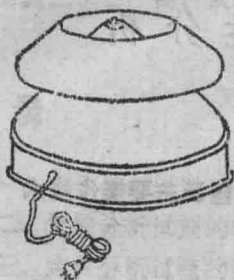


图 1—4 电动离心机

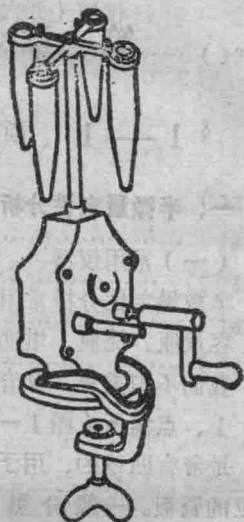


图 1—5 手摇离心机

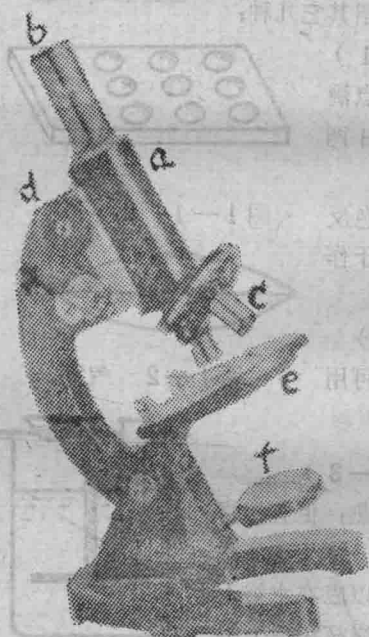


图 1—6 显微镜

离心机分为手摇式及电动式两种。在半微量定性分析中，常借助离心沉降原理将沉淀同溶液分离。图1—4为电动式离心机，图1—5为手摇式离心机。

5、显微镜（图1—6）

显微镜的主要部件有镜筒a，目镜b，物镜c，镜筒可用调节轮d依垂直方向移动。镜筒的下面有载物台e，台下有反光镜f，可将光线反射穿过台中央的开孔。在定性分析中，常用到显微镜结晶法，在显微镜下即可清晰看到某种沉淀的特殊晶形。

6、硫化氢发生器

可用气体发生器或自制简易装置。

7、滴管（图1—7a）、毛细滴管（图1—7b）

滴管可用于滴加一定体积的水或溶液，其每滴应为0.05 ml左右， 20 ± 2 滴相当于1.00 ml。毛细滴管的主要用途是从离心管中吸出沉淀上的离心液，其尖端细而长，有时也用于滴加少量试剂，其一滴应为0.02 ml， 50 ± 2 滴相当于1.00 ml。

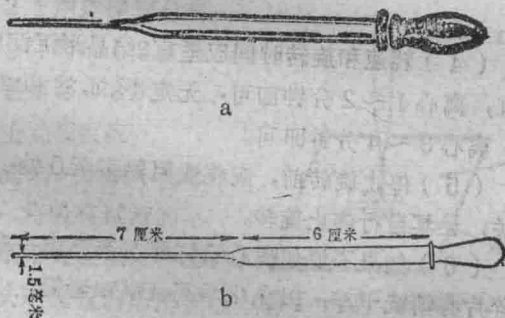


图1—7（a、滴管 b、毛细滴管）

(二) 操作技术

半微量定性分析是一种很精细的实验工作。因此必须坚持严肃认真、实事求是的科学态度，培养精密细致、一丝不苟的实验作风。

1、滴加试剂

滴加试剂时，a) 只能使用试剂瓶所属的专一 滴管，不准用其它滴管伸到试剂瓶中去吸取 试剂。b) 滴管切忌倒立，以免试剂流入橡皮头内。c) 滴管不要乱放乱碰以避免放回剂瓶后污染试剂。

2、离心沉降

在半微量定性分析中，常用离心沉降的方法，把沉淀和溶液分开。使用离心机要注意下列几点：

(1) 为了避免旋转时将离心管碰破，应在离心机的套筒底部垫上少许棉花。

(2) 为了保证旋转时不发生强烈震动，几个离心管应置入相对称的套筒中，并使对称离心管所盛溶液量基本相等。

(3) 开动时，应该由慢速始，运转平稳之后再逐渐加速。

(4) 转速和旋转时间应适宜。结晶形沉淀以1000转/分为宜，离心1~2分钟即可，无定形沉淀以2000转/分为宜，离心3~4分钟即可。

(5) 停止旋转前，应将变阻器移至0处，再关闭电源开关，让其自行停止旋转。

(6) 如果不慎使离心管打碎在套筒中，应立即取出玻璃碎片并清洗干净，以免化学药液腐蚀套筒。

3、离心液的转移

(1) 吸出法：用毛细滴管吸取离心清液注入另一离心

管中,使沉淀和溶液分离。

注意在插入离心管吸液前,应先将橡皮乳头捏瘪,排出空气,插入清液后慢慢放松,吸出清

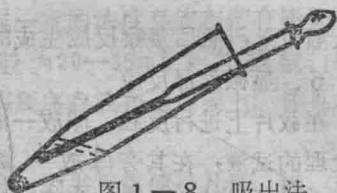


图 1—8 吸出法

液。重复几次吸取,即可将管内清液吸净。具体操作见图 1—8。

(2) 倾泻法:在沉淀比较紧密的情况下,离心液也可用比较简单的倾泻法转移,如图 1—9 所示。



图 1—9 倾泻法

4、沉淀的洗涤 沉淀和溶液分离后,沉淀表面仍含有少量溶液,沉淀内部尚包藏着部分溶液,为使沉淀纯净,必须将沉淀进行洗涤。

洗涤的方法如下:(1)在装有沉淀的离心管中,加入适量(一般加2~3倍于沉淀体积)的蒸馏水或适量的电解质溶液,(2)用搅棒充分搅动,然后离心分离,(3)洗涤操作一般重复2~3次。

5、纸上点滴反应

取定性滤纸一小块(约 $2 \times 2 \text{ cm}^2$),将吸有试液的毛细滴管与滤纸垂直接触,不必挤压橡皮乳头,待管内溶液被纸吸收后,移开毛细管,纸上形成一湿斑,再用同法将试剂

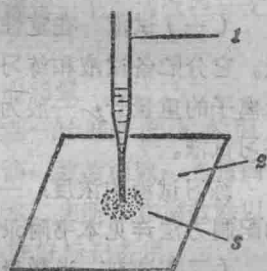


图 1—10 点滴反应方法

1、毛细滴管

2、反应纸 3、湿斑

滴入湿斑上，然后观察反应生成的颜色。如图 1—10所示。

6、显微结晶反应

在载片上进行反应。即放一滴经过处理的试液，在其旁再放一滴试剂，然后用细玻璃棒尖端将两滴试液勾连，静置一下，再在显微镜下观察。如图 1—11所示。

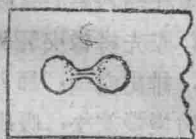


图 1—11

显微结晶反应方法

显微镜的使用，应严格在教师的指导下操作。注意选用显微镜的物镜和目镜应由低倍数到高倍数逐一试用。例如在用 $(\text{NH}_4)_2\text{Hg}(\text{SCN})_4$ 鉴定 Zn^{2+} 离子时，应选用标有“ $8\times$ ”的物镜和标有“ $15\times$ ”的目镜为好，此时的放大倍数为 $8\times 15=120$ 倍。

鉴定晶体时，先用粗调螺旋使物镜接近载片的试液（但不能触及试液！），再用粗调螺旋使物镜向上调，调至物象基本清晰，再用细调螺旋调至物象最清晰为止。

二、半微量定性分析的试液和试剂

（一）试液 在定性分析中，待测物质的溶液称为试液。它分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 ，使用时可将其稀释成练习试液。

练习试液的浓度，一般是含待检离子 10mg/ml 。试液的配制方法详见本书附录。

（二）试剂 半微量定性分析每次所需试剂量很少，对溶液来说，每次不过几滴，对固体来说，每次不过几毫克，但种类繁多。因之，这些检验未知物所需用的药品均称为试剂。

为方便计，把试剂配成一定的浓度存放在带有滴管的试剂瓶中，试剂瓶的容量一般为20—35ml，并按酸、碱、盐、特殊试剂，有机溶剂等顺序存放在试剂架上。详见本书附录。

注意本书所列试剂浓度，为书写简便，凡酸、碱、盐的浓度为6N时，我们一律未另注明，只写出分子式，仅在不是6N时才注明其具体浓度。其它试剂，凡未注明固体者，均指溶液。个别特殊试剂，只写了分子式，其浓度可见本书附录。金属试剂只写元素符号，不特别标明固体字样。

§ 1—2 定性分析实验

实验一 仪器的准备和基本操作练习

一、仪器的准备

- 1、领取、清点、洗刷自用仪器。
- 2、清点药品，配制必要的需临时配制的药品。
- 3、制作半微量定性分析用的滴管、毛细滴管各三支。

二、基本操作练习

1、滴管和毛细滴管每滴体积的测量

取10ml量筒，盛水，调好在某一刻度，记下水面读数，再将滴管吸水向量筒中滴加水滴，数清滴数，当量筒中水量恰好增加2.00ml时，停止滴水。由所加水滴数除以2可算出该滴管相当于每ml的滴数。作好标记备用。

毛细滴管每滴体积的测量同上。

2、沉淀的生成

取 Ag^+ 练习试液一滴， Hg_2^{2+} 练习试液二滴，同置于一

离心管中，再加盐酸一滴，摇荡并观察现象。

3、离心沉降

将生成沉淀的离心管及另一盛等量水的离心管放在离心机对称的位置上，按离心机操作离心。

4、沉淀完全的检查

将离心管稍稍倾斜，沿管壁再滴加1滴HCl，观察上部清液是否变浑，如果变浑，继续滴加HCl 1滴，搅拌，离心沉降，按下述手续转移离心液。

5、离心液的转移

用吸出法将离心液全部吸出弃去。

6、沉淀的洗涤

在另一支离心管中放4滴水，加3N HCl 2滴，配成1N HCl，作为洗涤液，取此洗涤液3滴加至含有沉淀的离心管中，搅拌，离心沉降，吸出洗涤液弃去。

7、离子的鉴定

于沉淀上加氨水6滴，搅拌，观察沉淀的部分溶解现象。离心沉降，分离出上部清液移入另一支离心管中，沉淀为 $\text{HgNH}_2\text{Cl} \downarrow + \text{Hg} \downarrow$ （黑），示有 Hg_2^{2+} 存在。

在上述离心液中，加 HNO_3 酸化，析出白色 AgCl 沉淀，示有 Ag^+ 。

三、反应灵敏度的测定

1、仪器的准备

①、取每滴恰为0.05ml的滴管1支，洗净，滴管内残留的水用滤纸吸干，以后每次洗完均按同法处理。

②、白色点滴板2块，洗净并以滤纸擦干。

③、离心管8支，洗净，干燥，编成1~8号。

2、溶液的准备

① 稀释液：不含 Fe^{3+} 的纯水 3 ml，滴入不含 Fe^{3+} 的 HCl 1 滴，然后取 1 滴以 NH_4SCN 检查，应无色。如 HCl 质量不合要求，也可用纯水作为稀释液。

② Fe^{3+} 试液：由 Fe^{3+} 浓度为 10 mg/ml 的试液开始，配制以下各种浓度的 Fe^{3+} 试液，分装于 1~8 号离心管中备用。配制时要注意：1)、每次应用同一滴管，每次换取溶液后，都要清洗干净，以滤纸吸干。2)、配好一个溶液后，要振荡均匀。

编 号	Fe^{3+} 的浓度 (1 : G)	配 制 方 法
1	1 : 10^3	取原试液 1 滴，加 9 滴稀释液
2	1 : 10^4	取 1 号 2 滴，加 18 滴稀释液
3	1 : 5×10^4	取 2 号 4 滴，加 16 滴稀释液
4	1 : 10^5	取 3 号 8 滴，加 8 滴稀释液
5	1 : 2×10^5	取 4 号 8 滴，加 8 滴稀释液
6	1 : 4×10^5	取 5 号 8 滴，加 8 滴稀释液
7	1 : 8×10^5	取 6 号 8 滴，加 8 滴稀释液
8	1 : 1.6×10^6	取 7 号 8 滴，加 8 滴稀释液

3、灵敏度的测定

1)、从每支离心管中分别取 Fe^{3+} 试液各 3 滴，放在点滴板上的三个凹槽内。凹槽按顺序编成 1~8 号。(图 1—12)

2) 向 1~8 号凹槽内各加一滴 NH_4SCN ，观察在何