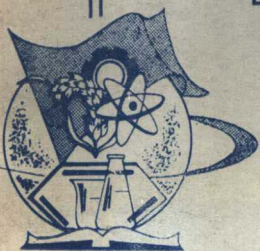


中等专业学校试用教材



分析化学实验

北京化工学校等 合编

田景君 邢文卫 主编

化学工业出版社

中等专业学校试用教材

分析化学实验

北京化工学校等 合编

田景君 邢文卫 主编

化学工业出版社

本书包括定性分析、定量分析及化学分离等三部分的实验45个，详尽地介绍了分析化学实验的基本操作、常用仪器及标准溶液的配制和标定，安排了有代表性的样品进行分析，是对分析专业学生进行基本训练的基础教材。

本书可供化工中等专业学校有关专业作为教材使用，也可供化工技工学校及有关厂矿化验室初级技术人员参考。

中等专业学校试用教材

分析化学实验

北京化工学校等 合编

田景君 邢文卫 主编

*

化学工业出版社 出版

(北京和平里七区十六号楼)

化学工业出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行

*

开本 $787 \times 1092 \frac{1}{32}$ 印张 $4 \frac{1}{2}$ 插页 1 字数97千字印数1-23,150

1979年12月北京第1版 1979年12月北京第1次印刷

书号15063·3150 (K-202) 定价0.40元

前 言

本书是根据化学工业部教育司于1978年6月在南宁召开的化工中等专业学校分析专业教材会议上讨论制订的“分析化学编写大纲”编制而成的。

分析化学实验是一门实践性很强的课程，又是分析化学专业的专业基础课，它担负着使学生把学过的理论与实际紧密联系、正确和熟练的掌握分析实验技术和技巧、学会正确处理实验中的数据、培养学生进行独立工作能力等项任务，为此编写了“分析化学实验”一书以配合分析化学课的教学。

本书内容包括定性分析、定量分析及化学分离法三部分。安排了实验室工作一般介绍，定性分析基本操作，阳离子和阴离子的一般反应、鉴定反应，混合物分析及简单无机化合物的实物分析，容量分析基本操作，酸碱滴定、氧化还原滴定，络合滴定，沉淀滴定及其标准溶液的配制和标定，重量分析基本操作，重量分析，化学分离等45个实验。尽量选择具有代表性的样品来进行分析。每个实验还安排了预习和思考题以巩固所学理论。为加强基本操作训练，对定性分析、容量滴定、重量分析等的基本操作都做了较详尽的论述，并安排了操作练习。对于分析天平的有关使用、安装和检修知识也作了介绍。

本书由北京化工学校田景君、邢文卫两同志分工主编，陕西省石油化工学校马望伯同志参加编写。初稿完成后由广西轻化工学校孙业芬同志、吉林省石油化工学校李楚芝同志、

天津化工学校李秀兰同志与编者组成审定小组进行审定，根据提出的意见，经编写人修改，最后由两主编分工整理定稿。

由于编写时间仓促，编者水平有限，错误与不妥之处，在所难免，敬希使用本教材的同志和读者提出宝贵意见。

编者

1979年2月

目 录

前言

第一章 实验室工作的一般介绍	1
一、实验室规则	1
二、实验室安全常识	2
三、化学试剂	3
第二章 定性分析	6
一、半微量定性分析的仪器及设备	6
二、半微量定性分析操作	9
三、实验记录本	14
实验一 准备工作和反应条件实验	14
实验二 阳离子 I 组的反应 (Ag^+ 、 Hg_2^{2+} 、 Pb^{2+})	17
实验三 阳离子 II 组的反应 (As^{3+} 、 Sb^{3+} 、 Sn^{4+} 、 Hg^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Bi^{3+})	20
实验四 阳离子 III 组的反应 (Fe^{3+} 、 Fe^{2+} 、 Al^{3+} 、 Cr^{3+} 、 Mn^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Co^{2+} 、 Ni^{2+})	25
实验五 阳离子 IV、V 组的反应 (Ba^{2+} 、 Sr^{2+} 、 Ca^{2+} 、 K^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 Mg^{2+})	30
实验六 阳离子混合物分析	33
实验七 第 I 组阴离子的分析 (SO_4^{2-} 、 SO_3^{2-} 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 、 CO_3^{2-} 、 PO_4^{3-})	34
实验八 第 II、III 组阴离子的反应 (Cl^- 、 Br^- 、 I^- 、 S^{2-} 、 NO_3^- 、 NO_2^-)	37
实验九 阴离子混合物分析	39
实验十 单盐分析	43

第三章 天平及称量	45
一、使用天平的规则	45
二、称量操作规程	46
实验十一 天平的使用及称量练习	48
第四章 容量分析	51
容量分析基本操作	51
实验十二 容量分析仪器及基本操作	57
实验十三 容量仪器的校准	59
实验十四 酸、碱标准溶液的配制和滴定终点的练习	60
实验十五 盐酸标准溶液的标定	62
实验十六 氢氧化钠标准溶液的标定	65
实验十七 工业硫酸纯度的测定	66
实验十八 醋酸含量的测定	67
实验十九 烧碱分析	68
实验二十 铵盐纯度测定	70
实验二十一 KMnO_4 标准溶液的配制和标定	71
实验二十二 绿矾含量的测定	72
实验二十三 软锰矿 MnO_2 含量的测定	73
实验二十四 过氧化氢含量的测定	75
实验二十五 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液的配制及铁矿中铁的测定	76
实验二十六 碘量法标准溶液的配制和标定	78
实验二十七 胆矾中 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 含量的测定	81
实验二十八 海波含量的测定	82
实验二十九 维生素丙含量的测定	83
实验三十 溴标准溶液的配制和苯酚的测定	84
实验三十一 EDTA 标准溶液的配制和标定	86
实验三十二 水中硬度的测定	88
实验三十三 铝盐中铝含量的测定	89
实验三十四 镍盐中镍含量的测定	91
实验三十五 硝酸银标准溶液的配制与标定	93

实验三十六	水中氯含量的测定	95
实验三十七	硫氰酸铵标准溶液的配制和标定	96
实验三十八	烧碱中氯化钠含量的测定	97
实验三十九	碘化物含量的测定	98
第五章	重量分析	100
	重量分析基本操作	100
实验四十	氯化钡中结晶水的测定	107
实验四十一	氯化钡含量的测定	108
实验四十二	钢铁中镍的测定	110
第六章	化学分离法	113
实验四十三	镍、钴、铜、铁的分离	113
实验四十四	杀虫脒纯度的测定	114
实验四十五	磷肥中磷的测定	115
附录		118
I.	定性分析试剂	118
II.	天平的安装、检定及调修	125

第一章 实验室工作的一般介绍

一、实验室规则

实验室是分析工作者进行科学实验，理论联系实际、训练基本操作、培养良好工作习惯的场所。为保证实验的顺利进行和能得到正确的分析结果，在实验室内进行实验时，必须遵守下列规则：

1. 实验前做好预习工作，明确实验目的和要求，透彻地了解实验内容、各步操作和所加试剂的作用，写出实验提纲及记录格式，安排好实验顺序。

2. 进入实验室后，搞好卫生工作，查点所用的仪器，布置好实验台面。

3. 公用试剂用完后放回原处，不准私自拿走。每次使用时，必须先看清标签并严防往试剂瓶回倒试剂。

4. 实验中，仔细观察实验现象，认真作好记录（绝不许使用单页纸或小纸片作记录），对于原始记录不许随意涂改（必要时只许划“—”线后重写，以便保留待查）。

5. 使用有毒气体时，应在通风厨中进行。

6. 碎玻璃、纸片、火柴杆等废弃物，不应扔入水槽内，以防堵塞下水道。废酸、废碱应倒入特备的缸钵中。

7. 实验完毕，应将仪器洗净放回原处并搞好环境卫生，洗瓶中装满蒸馏水备用。

8. 实验中应注意一切原材料的节约、爱护仪器，遇有破

损应及时补领。

9. 注意安全,随时作好水、电、气、门、窗的安全工作,以防止发生事故。

10. 在实验室工作时间内,应听从教师指导,遵守纪律,严禁喧哗,保持良好安静的实验环境。

二、实验室安全常识

化学类实验室是比较容易发生危险的场所,可能发生中毒、燃烧、爆炸等事故,因此应加强注意,并应了解其一般安全常识。

(一) 防火及灭火

1. 实验室中蒸馏可燃物质(如回收酒精、乙醚、醋酸乙酯等),先通冷凝水,然后再加热,并把接受器放在装有砂子的水浴锅内。

2. 贮存易挥发的可燃物质(如酒精、汽油、丙酮等),应塞紧盖子并应避光、远离火源。

3. 酒精灯未熄灭前,不准补加酒精。

4. 黄磷应贮于水中,钠应贮于石油中。

5. 丙酮、酒精、松节油等有机物着火时,可用水扑灭;汽油、金属钠、有机溶剂燃烧时,则用砂扑灭。

(二) 防爆

1. 点燃可燃气体如氢气、电石气、煤气时,应先排除空气。

2. 许多氧化剂、还原剂如氯酸钾与硫黄,不可在一起研磨。

3. 可能发生爆破的仪器,在使用时应以湿的厚毛巾包扎起来。

(三) 创伤的临时急救

1. 烫伤应涂上苦味酸膏或獾油。
2. 割伤应以75%的酒精擦洗伤口，撒上止血粉。若为玻璃割伤，应注意清除玻璃渣。

3. 化学灼伤

碱类灼伤，先用水洗，再用2%醋酸洗；酸类灼伤，先用大量水洗，后用 NaHCO_3 溶液洗；石炭酸灼伤，用水洗后，再用70%酒精：1N FeCl_3 = 4:1的混合溶液洗。

4. 触电

触电时先切断电路，急救者必须防止电流的作用。

三、化学试剂

分析工作中，常使用大量的化学试剂与蒸馏水，而化学试剂及蒸馏水的纯度对于分析结果的影响很大，因此对于化学试剂和蒸馏水的纯度都应有一定的要求。

蒸馏水中，一般不应含有 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 NH_4^+ 等离子，对于要求较高的分析项目，应使用二次蒸馏水或使用二次离子交换水。

市售化学试剂，根据纯度和杂质含量不同分为四种品级。品级不同，用途也不同，见表1。

此外，尚有基准试剂、光谱纯试剂及超纯试剂等。

基准试剂相当于或高于保证试剂，专作容量分析的基准物质，用以标定标准溶液的准确浓度。

光谱纯试剂(S.P)，杂质用光谱分析法测不出，或杂质低于某一限度。主要用于光谱分析中作标准物质。

超纯试剂又称高纯试剂，使用一些特殊设备（如石英、铂等器皿和真空设备）生产的。

表 1 化学试剂的品级

品 级	一 级 品	二 级 品	三 级 品	四 级 品
符 号	保証试剂 (G.R)	分析纯试剂 (A.R)	纯试剂 (Pure或C.P)	化学用试剂 (L.R)
杂 质	纯度最高， 杂质含量最低	纯度较高	纯度低于一、 二级品	杂质含量稍 多
用 途	适用于科学 研究及精密分 析	适用于科学 研究及定性、 定量分析	适用于一般定 性分析、定量分 析及无机、有机 制备	适用于无机 化学实验及一 般制备

对于大多数分析工作，通常使用保証试剂 (G.R)、分析试剂 (A.R) 或纯试剂 (C.P)。

实验室中常见的浓酸、浓碱溶液及其浓度如表 2。

表 2 常用浓酸、浓碱及其浓度

名 称	HNO ₃	H ₂ SO ₄	HCl	CH ₃ COOH	NaOH	NH ₃ ·H ₂ O
浓 当量浓度	16N	36N	12N	17N	6N	15N
溶 摩尔浓度	16M	18M	12M	17M	6M	15M
液 比 重	1.42	1.84	1.19	1.05	1.22	0.90

定性分析中常用的试剂和溶液比较多，大体分为三类：

1. 离子试液（简称离子液）供学员练习离子鉴定和性质实验用，阳离子试液为 2 毫克/毫升，阴离子试液为 5 毫克/毫升。

2. 无机试剂和有机试剂。

3. 有机溶剂、固体试剂及试纸。

为实验方便起见，将试剂分装于小试剂瓶中，集中在一个试剂架上，按顺序排列起来供使用。各试剂的配制方法见

本书附录 I。

定量分析所用的试剂，一般种类并不多，每个实验的内容都有记载。

配制和贮备溶液时，应注意以下几点：

1. 溶解固体试剂时，应先将所称取的试剂溶解于少量溶剂中，然后再用溶剂稀释到所需的体积。若溶解时需加热，则稀释应在溶液冷却后再进行。

2. 易水解的盐类，应先加入浓酸或以稀酸为溶剂，待全部溶解后再稀释。如溶解 SnCl_2 时，即是以浓盐酸为溶剂。

3. 易被空气氧化的金属盐类，常需加入相应的金属，以防止其受氧化。如 SnCl_2 溶液中常加入金属锡粒。

4. 易分解的试剂，应在使用前新配制。

5. 见光易分解的试剂，应贮于棕色瓶中并避光保存。

6. 易腐蚀玻璃的试剂溶液，如 KOH 、 NaOH 氨水等，应装于带有胶塞的试剂瓶中。

第二章 定性分析

一、半微量定性分析的仪器及设备

半微量定性分析中常用的仪器和设备如下：

1. 离心管 如图1，是锥形玻璃试管，溶液间进行反应及离心分离用，容积为5毫升及10毫升。用毕洗净，倒放于试管架上或泡于蒸馏水中。

2. 滴管(或吸管) 亦称胶帽滴管，如图2，吸取溶液、转移沉淀、滴加试剂、转移溶液，吸取蒸馏水等用，每滴溶液以0.03—0.05毫升(即20滴溶液相当1毫升)为宜。用毕洗净，泡于洁净的蒸馏水中。

3. 滴管架 如图3，放滴管和玻璃棒用。可用玻璃棒或包有塑料的导线弯成。



图 1 离心管



图 2 滴管

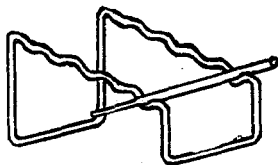


图 3 滴管架

4. 试剂瓶 如图4(a), 是装溶液用的小试剂瓶, 亦称胶帽滴瓶。图4(b)是装固体试剂用的, 上有磨口玻璃盖。两者容积皆为30—50毫升。

5. 表皿 作气室供鉴定气体用。两块表皿扣在一起即成为气室, 如图5。

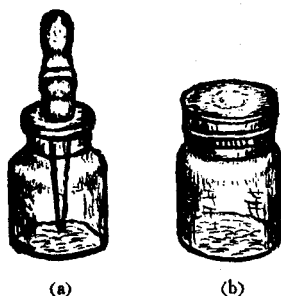


图 4 试剂瓶
a—装溶液用; b—装固体用

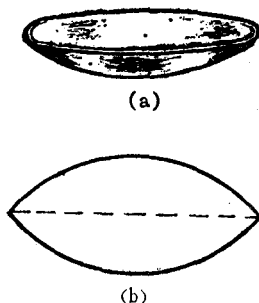


图 5 表皿及气室
a—表皿; b—气室

6. 点滴板 带有凹槽的白色或黑色的瓷板, 如图6, 每

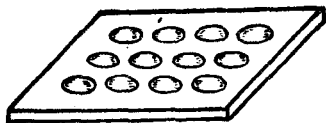


图 6 点滴板

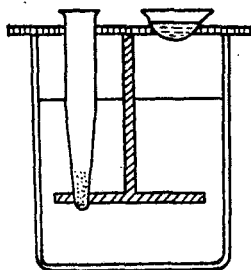


图 7 水浴锅

个槽内可容 1 毫升溶液，作为不加热时液滴间进行反应用。

7. 水浴锅 如图 7，是特制的小水浴锅，容积约为 100 毫升，供离心管加热用。一般为铝制品，亦可用 200 毫升烧杯代替。

8. 洗瓶 如图 8，装蒸馏水用。

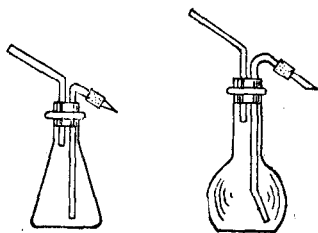


图 8 洗瓶

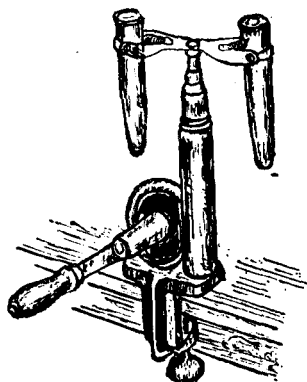


图 9 手摇离心机

9. 离心机 利用离心沉降原理，将沉淀与溶液分开的设备。分为手摇离心机如图 9 及电动离心机如图 10。

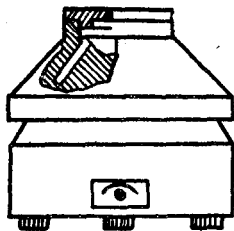


图 10 电动离心机

10. 显微镜及载片 如图 11 显微镜，它是显微结晶分析的重要设备，用来观察反应生成物微小结晶的形状。

载片如图 12，是长方形的玻璃片，供结晶反应用。

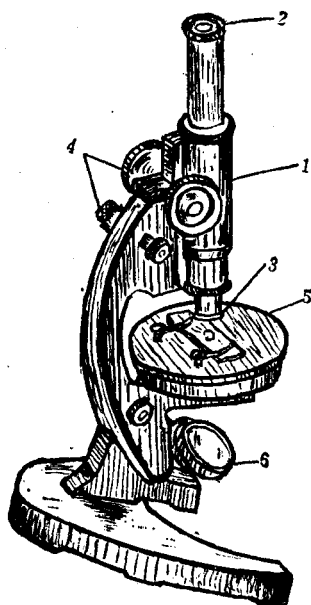


图 11 显微镜

1—镜筒；2—目镜；3—物镜；
4—调节轮；5—载物台；6—反光镜

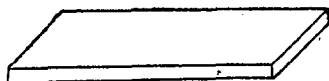


图 12 载片

二、半微量定性分析操作

1. 器皿的洗涤

定性分析所用的器皿必须十分清洁，否则会影响分析结果。

器皿清洁的标志是沾水后器壁不挂水珠。

器皿先用自来水刷洗，再用洗衣粉、去污粉等洗涤剂洗涤，然后用自来水冲净，最后用蒸馏水冲洗3—4次。

2. 试剂的取用和滴加

(1) 取试剂时，先看清标签，排出胶帽里的空气，小心吸入试剂溶液。