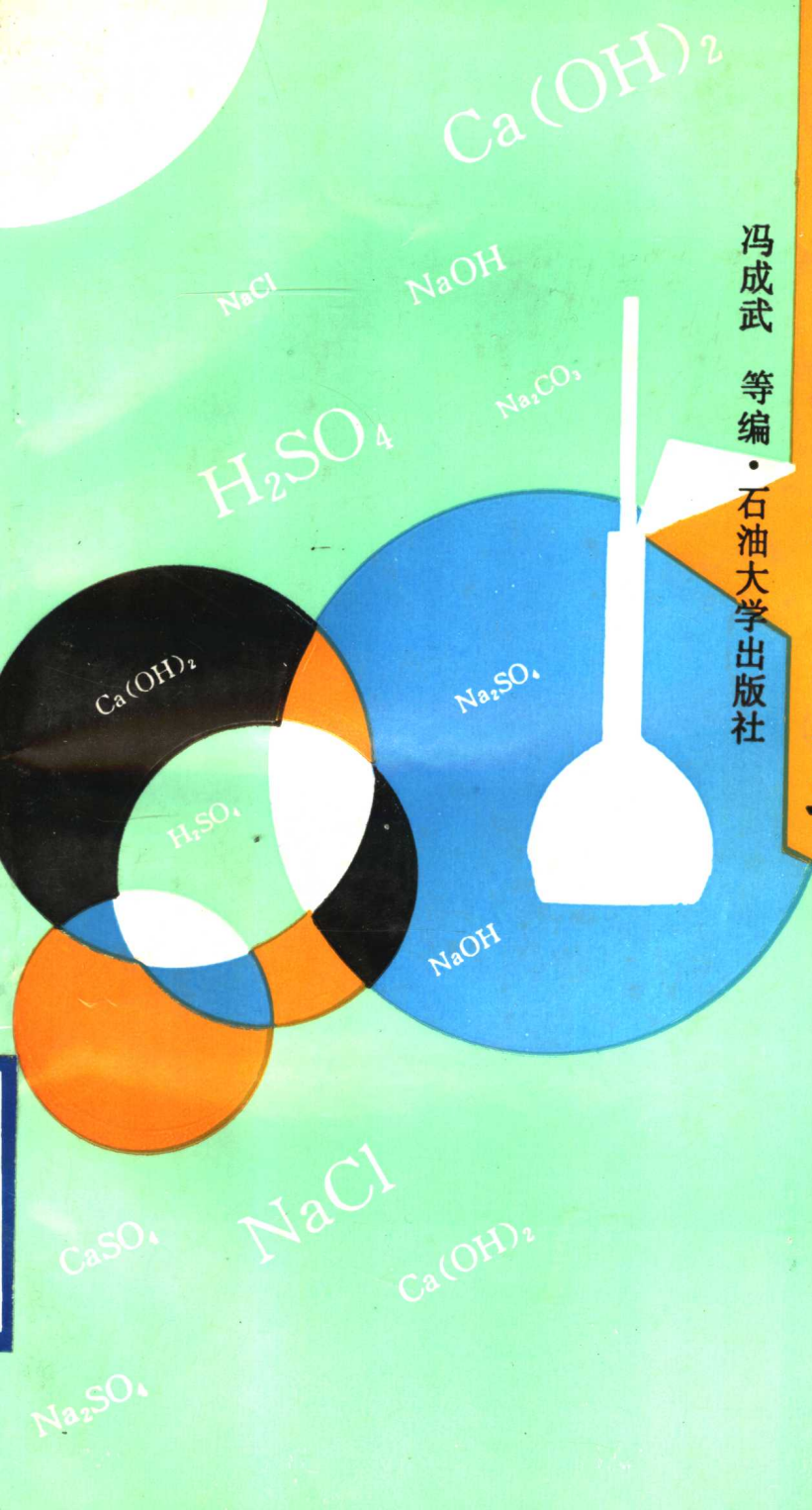


分析化学实验

冯成武 等编 · 石油大学出版社



分析化学实验

冯成武 袁存光 鞠美庭 张有序 编

石油大学出版社

鲁新登字 10 号

分析化学实验

冯成武等编

*

石油大学出版社出版

(山东省东营市)

新华书店发行

山东省东营新华印刷厂印刷

*

开本 850×1168 1/32 11.125 印张 298 千字

1994 年 1 月第 1 版 1994 年 11 月第 1 次印刷

印数 1—3500 册

ISBN 7-5636-0571-1/O₆ · 19

定价: 11.50 元

前 言

本书是按照高等学校“分析化学课程教学基本要求”的精神，结合化工类型、应用化学类型专业的特点而编写的。

分析化学是一门实践性很强的基础课程，其实验课课时占整个分析化学教学课时的三分之二，比重是比较大的。分析化学实验课程的特点是以分析化学方法为系统，综合应用多门有关学科的知识。在编写中突出量的概念，加强理论联系实际。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，培养学生实验中的独立工作能力，养成良好的实验习惯和严格细致、实事求是的科学作风，为学习后续课程和将来从事科研工作打下良好的基础。

本书是在分析化学教研室多年教学实践的基础上，不断修改、补充，日臻完善。本书分为定性分析基本操作指导；定性分析实验；定量分析基本操作指导；定量分析实验等部分。本书是从教学观点出发，所提的操作方法要求比较严格。本书还附有定性分析参考用表；定性分析实验准备；定量分析参考用表；定量分析实验准备。本书选编的实验内容较多，教学中可根据专业具体情况自行选定。

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。按规定溶液浓度的名称为：物质 B 的物质的量浓度，简称浓度，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，本书均不再使用。

本书由冯成武教授担任主编，书中有关定性分析基本操作、定量分析基本操作、定性分析实验及附录由冯成武编写，并对全书统

稿。有关定量分析实验由袁存光、张有序、鞠美庭编写。鞠美庭对定量分析实验进行了统稿。承郑明祥同志主审全书,提出宝贵意见。张秀霞、李纪云、耿春香、赵东风、张丙华、郭继香、刘广东、杜洪伟、董晓芳、陈诗帆等参加校阅工作,在此一并致谢。

限于编者的水平,难免有疏漏和不妥之处,敬请批评指正。

编 者

1994年3月

目 录

第一章 定性分析基本操作指导	(1)
第一节 定性分析化学实验中应注意的事项.....	(1)
第二节 定性分析化学实验中常用的仪器.....	(6)
第三节 半微量定性分析化学实验基本操作	(13)
第四节 无机物质定性分析的一般程序	(23)
第二章 定性分析化学实验	(40)
实验一 定性分析基本操作练习	(40)
实验二 常见阳离子的鉴定反应	(45)
实验三 常见阳离子与组试剂的反应	(60)
实验四 第 I、II 组阳离子混合液的定性分析.....	(71)
实验五 第 III、IV、V 组阳离子混合液的定性分析	(74)
实验六 第 I ~ V 组阳离子混合液的定性分析	(83)
实验七 已知阳离子混合液的定性分析	(85)
实验八 已知阳离子混合液的定性分析(自拟分 析步骤).....	(94)
实验九 未知阳离子混合液的定性分析	(94)
实验十 常见阴离子的鉴定反应	(94)
实验十一 已知阴离子混合液的定性分析	(97)
实验十二 一般物质分析.....	(102)
实验十三 无标签常用无机化学试剂的定性鉴定.....	(102)
第三章 定量分析基本操作指导	(106)
第一节 分析天平基本操作.....	(106)
第二节 重量分析基本操作.....	(125)
第三节 滴定分析基本操作.....	(145)

第四节	721 型分光光度计简介	(163)
第四章	定量分析化学实验	(168)
实验一	等臂分析天平称量练习	(168)
实验二	单盘分析天平称量练习	(172)
实验三	分析天平性能检定	(175)
实验四	分析天平的安装	(182)
实验五	砝码检定	(185)
实验六	滴定分析基本操作练习	(189)
实验七	量器校准练习	(192)
实验八	碱标准溶液的配制和标定	(197)
实验九	溶液中酸含量的测定	(200)
实验十	碳酸钠标定盐酸溶液(实验结果准确性 考查)	(202)
实验十一	碱液中总碱量的测定	(205)
实验十二	油品中酸价的测定(非水溶液滴定)	(208)
实验十三	EDTA 标准溶液的配制和标定	(210)
实验十四	水的总硬度测定	(216)
实验十五	铁、铝混合液中铁、铝的连续测定	(221)
实验十六	铅、铋混合液中铅、铋的连续测定	(226)
实验十七	分子筛中三氧化二铝的含量测定	(229)
实验十八	白云石中钙、镁的测定	(231)
实验十九	高锰酸钾标准溶液的配制和标定	(234)
实验二十	过氧化氢含量的测定	(237)
实验二十一	铁矿石中全铁的测定	(238)
实验二十二	硫代硫酸钠溶液的标定(基本操作考查)	(242)
实验二十三	铜合金中铜的测定	(247)
实验二十四	酚水中苯酚含量的测定	(249)
实验二十五	氯化物中氯的测定	(252)

实验二十六	水中硫酸根含量的测定	(256)
实验二十七	钢铁中镍的测定	(259)
实验二十八	微量铁的测定	(262)
实验二十九	水溶液中钒的测定	(268)
附录一	定性分析参考用表	(272)
附表 1	元素的国际摩尔质量	(273)
附表 2	第 I 组阳离子与常用试剂的反应	(274)
附表 3	第 II 组阳离子与常用试剂的反应	(275)
附表 4	第 III 组阳离子与常用试剂的反应	(277)
附表 5	第 IV 组阳离子与常用试剂的反应	(278)
附表 6	第 V 组阳离子与常用试剂的反应	(279)
附表 7	阴离子与某些试剂的反应	(280)
附表 8	阳离子的初步实验结果	(282)
附表 9	水溶液中离子的颜色	(284)
附表 10	常见的有色固体物质	(285)
附表 11	灼烧实验的现象和推断	(286)
附表 12	焰色反应及推断	(287)
附表 13	硼砂珠及磷酸盐球实验和推断	(287)
附录二	定性分析化学实验准备	(288)
(一)	准备定性分析化学实验的一般要求	(288)
(二)	需用仪器	(288)
附表 14	预备室用的仪器	(289)
附表 15	学生公用的仪器	(289)
附表 16	学生每人专用的仪器	(290)
(三)	需用试剂	(290)
附表 17	酸溶液	(290)
附表 18	碱溶液	(291)
附表 19	钾盐溶液	(292)
附表 20	钠盐溶液	(293)

附表 21	铵盐溶液	(294)
附表 22	其他盐溶液	(295)
附表 23	固体试剂	(296)
附表 24	金属试剂	(296)
附表 25	有机试剂	(296)
附表 26	特殊试剂	(297)
附表 27	试纸	(298)
(四)	阳离子试液和阴离子试液	(299)
附表 28	阳离子试液	(299)
附表 29	阴离子试液	(301)
(五)	气体制备装置	(302)
附录三	定量分析参考用表	(304)
附表 30	化合物的摩尔质量表	(304)
附表 31	常用的酸和碱溶液的密度和浓度	(306)
附表 32	常用熔剂和坩埚	(308)
附表 33	常用洗涤剂	(309)
附表 34	常用高压气瓶的颜色与标志	(309)
附表 35	滤器及其使用	(310)
附表 36	常用干燥剂的干燥能力	(311)
附表 37	常用试纸的制备	(312)
附录四	定量分析化学实验准备	(313)
(一)	准备定量分析化学实验的一般要求	(313)
(二)	定量分析化学实验用水	(313)
附表 38	实验室用水规格	(316)
(三)	定量分析化学实验常用仪器	(318)
附表 39	预备室常用仪器	(318)
附表 40	学生公用仪器	(319)
附表 41	学生专用仪器	(319)
(四)	定量分析化学实验常用试剂	(320)

附表 42	试剂规格和适用范围	(320)
附表 43	酸溶液	(326)
附表 44	碱溶液	(327)
附表 45	盐溶液	(327)
附表 46	酸碱指示剂	(329)
附表 47	氧化还原指示剂	(330)
附表 48	金属指示剂	(330)
附表 49	常用缓冲溶液	(331)
附表 50	常用基准试剂	(332)
附表 51	标准缓冲溶液的 pH 值	(337)
附表 52	其他试剂	(338)
附表 53	学生用分析试样	(339)

图 录

图 1-1	离心试管	(6)
图 1-2	滴管、毛细滴管、搅棒、药匙	(7)
图 1-3	点滴板	(7)
图 1-4	表面皿、气室	(8)
图 1-5	瓷坩埚、坩埚钳	(8)
图 1-6	瓷柄皿	(9)
图 1-7	洗瓶	(10)
图 1-8	水浴、金属丝架、空气浴	(10)
图 1-9	离心机	(11)
图 1-10	显微镜	(13)
图 1-11	滴加试剂	(14)
图 1-12	离心液的转移	(18)

图 1-13	纸上点滴反应	(19)
图 1-14	载片上结晶操作	(21)
图 1-15	验气装置	(22)
图 1-16	铂丝玻璃棒、焰色反应操作、灯焰	(22)
图 1-17	四分法示意图	(26)
图 2-1	$\text{Rb}_2[\text{SnCl}_6]$ 结晶	(42)
图 2-2	$\text{Rb}_2[\text{BiI}_5] \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$ 结晶	(42)
图 2-3	$\text{CaNH}_4\text{AsO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 结晶	(43)
图 2-4	硝酸试剂的硝酸化合物 $\text{C}_{20}\text{H}_{16}\text{N}_4 \cdot \text{HNO}_3$ 结晶	(43)
图 2-5	硝酸试剂的亚硝酸化合物 $\text{C}_{20}\text{H}_{16}\text{N}_4 \cdot \text{HNO}_2$ 结晶	(43)
图 2-6	NaSiF_6 结晶	(43)
图 2-7	$\text{Li}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 2\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 结晶 (黄色)	(44)
图 2-8	$\text{Li}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 2\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$ 结晶 (无色)	(44)
图 2-9	$\text{K}_2\text{SrCu}(\text{NO}_2)_6$ 结晶	(44)
图 2-10	反应灵敏度的测定	(45)
图 2-11	稀溶液中生成的 PbCl_2 结晶	(47)
图 2-12	浓溶液中生成的 PbCl_2 结晶	(47)
图 2-13	由 SnCl_2 还原所生成的 Hg_2Cl_2 结晶(放大 150~200 倍)	(49)
图 2-14	由氯化物沉淀所得的 Hg_2Cl_2 结晶(放大 150 倍)	(49)
图 2-15	$\text{Co}[\text{Hg}(\text{CNS})_4]$ 结晶	(53)
图 2-16	$\text{Zn}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ 结晶	(54)
图 2-17	在无机酸存在下或在稀溶液中生成的 $\text{Zn}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ 结晶	(54)

图 2-18	在无机酸存在下生成的 $\text{Cu}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ 结晶	(55)
图 2-19	$\text{Cu}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ 结晶	(55)
图 2-20	BaSO_4 结晶(放大 200 倍)	(55)
图 2-21	用草酸铵沉淀的 $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 结晶	(55)
图 2-22	用草酸沉淀的 $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 结晶	(56)
图 2-23	稀溶液中沉淀的 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 结晶	(57)
图 2-24	浓溶液中沉淀的 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 结晶	(57)
图 2-25	SrSO_4 结晶(放大 200 倍)	(57)
图 2-26	缓慢结晶时生成的 $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 结晶	(58)
图 2-27	迅速结晶时生成的 $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 结晶	(58)
图 2-28	$\text{NaUO}_2(\text{Ac})_3$ 结晶	(59)
图 2-29	$\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ 结晶	(59)
图 2-30	验气装置	(95)
图 2-31	鉴定 CO_2 和 SO_2 的装置(1)	(96)
图 2-32	鉴定 CO_2 和 SO_2 的装置(2)	(96)
图 3-1	等臂天平原理图	(108)
图 3-2	全机械加码电光天平	(109)
图 3-3	天平横梁	(110)
图 3-4	玛瑙刀口示意图	(111)
图 3-5	吊耳(1)	(112)
图 3-6	吊耳(2)	(112)
图 3-7	阻尼器	(112)
图 3-8	阻尼原理示意图	(112)
图 3-9	标牌在光幕上的读数	(113)
图 3-10	普通标牌	(113)
图 3-11	光学读数系统结构图	(114)

图 3-12	加码架结构及挂码的配置方式示意图	(115)
图 3-13	读数方法示例	(116)
图 3-14	单盘天平结构图	(118)
图 3-15	单盘天平称量原理	(119)
图 3-16	DT-100 型单盘天平	(120)
图 3-17	DT-100 型天平读数器	(120)
图 3-18	用纸条套住称量瓶	(121)
图 3-19	试样敲击方法示意图	(124)
图 3-20	称量瓶	(126)
图 3-21	漏斗	(127)
图 3-22	玻砂坩埚与抽滤装置	(127)
图 3-23	各种常用的坩埚	(128)
图 3-24	干燥器	(128)
图 3-25	干燥器的使用	(128)
图 3-26	滤纸的四折法	(134)
图 3-27	滤纸的皱折法	(134)
图 3-28	倾注法过滤	(135)
图 3-29	沉淀的转移	(137)
图 3-30	烧杯扶正的操作	(137)
图 3-31	沉淀在漏斗中的洗涤	(138)
图 3-32	掀起滤纸和沉淀	(141)
图 3-33	过滤后滤纸的折卷	(142)
图 3-34	过滤后滤纸的折叠	(142)
图 3-35	胶体沉淀的包法	(143)
图 3-36	沉淀的干燥	(143)
图 3-37	具塞滴定管	(146)
图 3-38	无塞滴定管	(146)
图 3-39	旋塞的涂油方法	(148)
图 3-40	旋塞涂油操作	(148)

图 3-41	同一方向转动旋塞	(148)
图 3-42	逐去气泡	(150)
图 3-43	装无色或浅色溶液时滴定管读数	(151)
图 3-44	装深色溶液时滴定管读数	(151)
图 3-45	握旋塞手式	(152)
图 3-46	滴定操作	(152)
图 3-47	玻璃珠的控制	(153)
图 3-48	溶液从空隙中流出	(153)
图 3-49	边滴边摇	(154)
图 3-50	使用带磨口玻璃瓶塞锥形瓶的滴定操作	(155)
图 3-51	无塞滴定管的滴定操作	(155)
图 3-52	移液管和吸量管	(157)
图 3-53	移液管调节液面的方法	(158)
图 3-54	放溶液操作	(158)
图 3-55	容量瓶	(160)
图 3-56	拿容量瓶的手法	(160)
图 3-57	旋摇容量瓶	(162)
图 3-58	容量瓶读数	(162)
图 3-59	溶液的混匀	(162)
图 3-60	转移溶液	(163)
图 3-61	721 型分光光度计结构示意图	(164)
图 3-62	721 型分光光度计的光学系统	(164)
图 3-63	721 型分光光度计	(166)
图 4-1	不等臂天平称量原理示意图	(173)
图 4-2	砝码在秤盘上的位置	(177)
图 4-3	阻尼器的安装	(183)
图 4-4	横梁的安装	(184)
图 4-5	安装全机械加码天平左秤盘示意图	(184)

附图 1	硫化氢制备装置	(302)
附图 2	离子交换装置	(314)

第一章 定性分析基本操作指导

定性分析实验有两个特点：

第一，采用半微量的实验操作技术，处理的溶液以滴计。因此，要有一个认真细致的科学态度和比较精密的量的概念，才能做好定性分析实验。

第二，定性分析化学实验中分析离子混合物，特别是分析未知物时，具有某种研究的性质，要求实验者不仅能按实验指导去做实验，而且能设计方案，解决书本上没有现成答案的问题。

所以归根结底，忽视实验或照方配药式地做实验，都是不能学好定性分析化学的。

第一节 定性分析化学实验中 应注意的事项

一、实验前要充分做好准备工作

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观看现做，一定不会有好的效果。准备工作包括：

1. 复习教科书中有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，力求做到目的明确，原理清楚，掌握做法。这样可以避免机械地履行手续，看一句做一做，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，而是通过自己的理解写出来的，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。关于提纲的格式可以自己拟定,并应在实验中不断改进。

3. 到实验室后,利用上课前的时间将实验用的仪器、试剂准备好。把自己所用的器皿、工具整齐地摆在实验台上。要检查试剂架上的试剂是否够用,否则应及时补充。

二、实验中要自觉养成科学的工作作风和良好的习惯,努力掌握实验的技能

实验的成败和工作效率的高低,同实验者的作风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实验失败的事例是屡见不鲜的。为此,要求实验者做到以下几点:

1. 清洁整齐,有条不紊

半微量定性化学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,否则无意中混进其他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,要求实验者有条不紊地工作,哪一份溶液干什么,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。

2. 细致观察,深入思考

细致观察,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,这不是完全的知识。例如,同样是白色沉淀, AgCl 、 BaSO_4 、 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 、 $\text{Cd}(\text{OH})_2$ 、 ZnS 都各不一样。它们的区别,只有通过实验的细致观察才可以得到确切的印象。

观察也是发现问题的开始。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本上记载的不尽相同。对于这种差异决不可忽视,更不应简单地照着书上写的去改正自己的记录,这时,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。