

谢国梅 等编

FENXIHUAXUE

分析化学实验

SHIYAN

实验

浙江大学出版社

分 析 化 学 实 验

(第二版)

谢国梅 等编

浙 江 大 学 出 版 社

(浙)新登字 10 号

分 析 化 学 实 验

(第二版)

谢国梅 等编

责任编辑 徐宝澍

*

浙江大学出版社出版发行

浙江省煤田地质局制图印刷厂

浙江省新华书店经销

*

开本 850×1168 1/32 印张 4 字数 100 000

1993 年 3 月第 2 版 · 1994 年 6 月第 2 次印刷

印数 17001—20000

ISBN 7-308-00158-x/O · 033 定价:2.40 元

第二版前言

本书是根据 10 余所高等农林牧院校的现行实验选编而成,所选实验经过多年的反复实践,适用于高等农林牧院校各个专业。

本书配合叶锡模等编《分析化学》使用。全书采用国家法定计量单位,用“物质的量”及其单位摩尔来处理化学反应中物质间量的关系。

分析化学是一门实践性很强的学科。通过分析化学实验课教学,既要培养学生的严谨的科学作风、良好的操作习惯,还要使学生初步掌握分析化学手册和有关资料的查阅方法;掌握化学分析的基本知识,如常见离子的基本性质和鉴定,常见基准物质和指示剂的使用,常用的分析方法和有关操作,常用仪器设备的使用等;能对实验数据进行分析、计算和讨论,使学生的化学分析的基本技能得到锻炼和提高,为今后的独立工作打下较好的基础。

本教材由谢国梅、章纪荣、周小虹、班景昭(河北农业技术师范学院)、陈明秀(上海农学院)担任主编。参加本书编写的有:吴华(上海农学院)编写实验一、二、二十;刘力(浙江林学院)编写实验三、四;叶萌(浙江省卫生防疫站)编写实验五;周小虹(北京石油学院)编写实验六;谢国梅(北京农学院)编写实验七、十四;张鹤航(天津农学院)编写实验八、九;胡永利(河北农业技术师范学院)编写实验十;王秀娟(河北农业技术师范学院)编写实验十一;刘惠民(内蒙古林学院)编写实验十二、十三;刘展媚(仲恺农技学院)编写实验十五;余德才(河北农大邯郸分校)编写实验十六、十七;刘希光(莱阳农学院)编写实验十八;胡继业(莱阳农学院)编写实验十

九;毛富春(西北林学院)编写实验二十一。

本书承蒙浙江农业大学叶锡模先生热心关怀和审阅,编者表示衷心地感谢。

由于编者水平有限,教学经验不足,书中难免有缺点和错误,恳请广大师生批评指正。

编 者

1992年5月

目 录

半微量定性分析基本操作	1
分析化学实验课的注意事项	5
实验一 阳离子分析	7
实验二 阴离子分析	14
实验三 分析天平称量练习	19
实验四 氯化钡中结晶水的测定	29
实验五 水溶性硫酸盐中硫酸根的测定	32
实验六 滴定分析的量器和基本操作	44
实验七 酸碱溶液的标定和比较滴定	54
实验八 食醋总酸量的测定	59
实验九 铵盐中氮的测定(甲醛法)	61
实验十 Na_2CO_3 和 NaHCO_3 混合碱的测定	64
实验十一 重铬酸钾法测定亚铁盐中的铁含量	67
实验十二 过氧化氢含量的测定(高锰酸钾法)	70
实验十三 钙盐中钙含量的测定(高锰酸钾法)	73
实验十四 胆矾中铜的测定(碘量法)	77
实验十五 莫尔法测定氯化物中的氯含量	81
实验十六 水中钙、镁含量的测定(EDTA 法)	84
实验十七 磷的比色测定(抗坏血酸-氯化亚锡显色法)	88
实验十八 邻二氮菲分光光度法测定铁	92
实验十九 溶液 pH 值的测定	98
实验二十 离子选择性电极测定水中的氟含量	103

实验二十一	醋酸的电位滴定.....	108
-------	--------------	-----

附 录

表一	常用酸碱的密度和浓度.....	115
表二	常用缓冲溶液的配制.....	115
表三	常用基准物质的干燥条件和应用.....	117
表四	化合物式量表.....	118

半微量定性分析基本操作

一、仪器的洗涤

在半微量定性分析中,仪器的清洁十分重要。许多定性反应灵敏度很高,仪器的玷污会导致错误的结论。

一般玻璃仪器可先用自来水冲洗,再用刷子蘸肥皂粉或去污粉刷洗、冲净。最后用少量去离子水淋洗 2~3 次。洗净的仪器应能完全被水润湿,不沾水珠。

若仪器内壁沾有油污时,可用酸性洗液浸泡或润洗一段时间,将洗液倒回原瓶(若洗液变绿则应弃去)。然后用自来水和去离子水^①将仪器洗净。

二、试剂的取用

从试剂瓶取液时,启开的瓶塞应倒立在台面上,手持试剂瓶贴有标签的一侧,然后慢慢倒溶液。注意不要多取,若已多取,不得倒回原瓶中,以免玷污原液。取完试剂后及时盖好瓶塞。

从滴瓶取用试剂时,轻压橡皮乳头,使试剂吸入滴管,滴加时要保持滴管垂直,避免倾斜,尤忌倒立,否则试剂流入橡皮乳头,将试剂玷污并腐蚀橡皮乳头。滴管尖端不要触及容器内壁。用完试剂后,滴管要及时放回原瓶中,并将余液挤回原瓶。

三、离心沉降、离心液的移离和沉淀的洗涤

利用沉淀反应进行分离操作时,在离心管内进行。逐滴加入试剂,用玻璃棒在靠近管底处沿管壁搅拌(图 0-1)。反应完全后将离

① 去离子水可代替蒸馏水使用。

离心管放入电动离心机的套管中,在对称位置上放盛有等量水的离心管,以保持平衡。打开启动旋钮时应使速度由慢渐快。

离心时间和速度应由沉淀的性质决定,晶形沉淀,转速 1000 转/分,1~2 分钟即可停止;无定形沉淀,转速 2000 转/分,3~4 分钟停止。止动时,应由快渐慢直至自行停止。离心沉降后,在离心管上层应为清晰透明溶液。检查沉淀是否完全,可在离心管内滴加 1 滴沉淀剂,若有浑浊,则重复操作,直至沉淀完全为止。

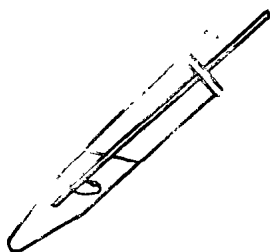


图 0-1 离心管的搅动

经离心沉降后的上层清液叫离心液。移出离心液时,可将离心液倾入另一离心管中,或用毛细管徐徐吸出离心液(图 0-2、图 0-3)。

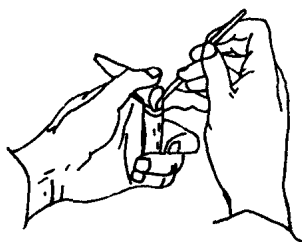


图 0-2 用倾泻法将沉淀和溶液分离

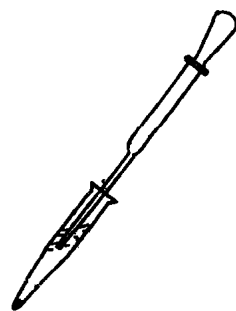


图 0-3 用吸出法将沉淀和溶液分离

在用毛细滴管吸溶液时,必须先用手指捏紧毛细滴管的乳头,然后再将毛细滴管慢慢伸入离心液中(切勿插入溶液后再捏乳头),慢慢放松乳头,使离心液被吸入毛细管;取出毛细滴管将清液放入另一离心管中。

沉淀与清液分离后,沉淀中如仍有少量离心液和离心液中的离子,则沉淀需洗涤。洗涤的方法是:在沉淀上加少量去离子水(或含有适当电解质的洗涤液),用玻璃棒充分搅拌(图 0-4),离心分离,弃去清液。重复上述操作,直至沉淀纯净为止。

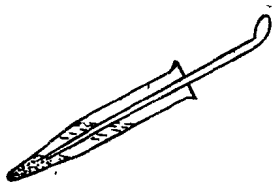


图 0-4 沉淀的洗涤

四、加热、蒸发和灼烧

盛于离心管中的溶液只宜在热水浴上加热。直接加热易使溶液溅出或造成溶液烧干,且离心管也易烧裂。

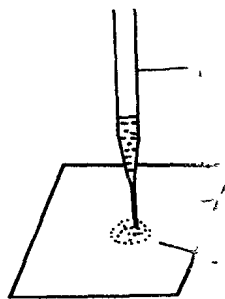
将溶液浓缩蒸干或灼烧时,一般在坩埚中进行。在水浴上加热最安全。如欲加速蒸发,可在石棉网或沙浴上用微火加热,待蒸发至将干时,立即停止加热,而利用石棉网等余热蒸发至干,从而避免因强热使某些化合物挥发,或某些盐分解成难溶性氧化物。

五、点滴分析

点滴分析通常在点滴板或滤纸上进行。如在滤纸上进行,要选质地较厚而又疏松的定量滤纸,大小为 $2 \times 2\text{cm}^2$ 。

1. 点滴板上的点滴反应,有色沉淀宜在白色点滴板上进行;白色沉淀则在黑色点滴板上进行。

2. 滤纸上的点滴分析可由生成的斑点颜色来鉴定某些离子是否存在。先将毛细滴管的尖端浸入试液中 $1 \sim 2\text{mm}$ 处,使液体因毛细管作用而上升。然后将毛细管尖端垂直地与滤纸中央接触,轻压在纸上,待潮湿斑点的直径扩大到数毫米时,方



1—毛细管 2—反应纸 3—湿斑

图 0-5 在滤纸上进行的点滴反应

移开毛细管。在斑点中央将盛有试剂的另一毛细管依上法与滤纸接触(图 0-5),如此操作直到反应发生为止。

六、焰色反应

焰色反应的试样可以是固体,也可以是溶液。固体试样可将铂丝玻璃棒上的铂丝(或其它金属丝)用去离子水湿润,蘸上固体粉末(硫化物、砷化物除外)灼烧(铂丝不能在还原焰上高温灼烧)。液体试样可以用铂丝尖端的小环蘸取后置火焰中灼烧。

分析化学实验课的注意事项

一、实验前

预习是做好实验的基础。实验前要认真阅读有关实验教材,弄清实验目的、原理、主要操作步骤、注意事项、计算方法和实验中误差的来源等。同时,应做好预习报告,以便实验时参阅并进行记录。

预习报告的内容应包括:主要操作步骤、实验注意事项、实验数据的记录表格等。

二、实验时

1. 要认真进行每一步操作,仔细观察实验现象,并对实验所遇到的现象或问题联系理论认真思考,不能“照方撮药”式地做实验。

2. 随时把实验中出现的现象和必要的数据记录在预习报告中的相应表格内。实验的原始记录不得用铅笔填写,更不允许随意涂改实验数据。

3. 在正式实验前,要熟悉实验中所用的仪器和药品。不能随意进行实验,以免损坏仪器、浪费药品,甚至发生意外事故。

4. 自觉遵守实验室规则,养成良好的科学实验习惯,做到:

(1)不在实验室内吃、喝或吸烟;

(2)做实验时要安静、严肃,并保持实验台面整洁,仪器安置有序;

(3)爱护仪器,节约药品、水、电、煤气等;

(4)注意实验安全,防止中毒、爆炸、烧伤,勿使有腐蚀性的试剂溅到皮肤或衣物上、滴洒在实验台面或地面上,更不能随意乱

甩；

(5)如发生仪器损坏,应及时报告教师,并进行登记、补发。

三、实验后

1. 实验结束后,要把该洗涤的仪器清洗干净,将仪器、药品放回原指定位置,并擦净实验台面。最后由值日生负责打扫卫生,切断电源、水阀、煤气开关,关闭门、窗等；

2. 将实验的原始记录交教师审阅后,方能离开实验室；

3. 及时整理实验结果和数据,写出实验报告。

实验报告的内容一般包括:实验名称,实验日期,实验目的,实验简要原理,实验内容的简要描述,实验数据及观察的现象,计算和分析结果(注意记录的有效数字并运用误差理论正确处理分析数据),实验讨论(包括对实验现象的解释,分析产生实验误差的原因,完成实验的体会以及完成教师指定的思考问题等)。

实验一 阳离子分析

一、实验目的

1. 掌握阳离子与常用试剂的反应。
2. 掌握 NH_4^+ 、 K^+ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Ba^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Hg^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Zn^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Al^{3+} 离子的鉴定方法。
3. 学会综合利用阳离子分析特性和个别鉴定方法, 检出未知液中的阳离子。
4. 学习半微量定性分析的基本操作。

二、原理

本实验鉴定的 14 种阳离子是农业上常见的阳离子。通过阳离子与常用试剂的反应和个别鉴定, 可使初学者进一步熟悉常见阳离子的共性和个性。

未知液分析方法有分别分析法和系统分析法。本实验采用分别分析法, 先通过初步试验消去一些离子, 然后拟定分析方案, 必要时应用分离掩蔽的方法以排除干扰, 检出离子。

三、仪器和试剂

(一) 仪器

离心试管 14 支; 离心机 1 台; 点滴板(白) 1 块; 表面皿 2 块(一大一小); 水浴锅 2 个; 毛细滴管 1 支; 滴管 1 支; 铂丝; 铜片 1 块; 玻璃棒 1 支; pH 试纸, 滤纸。

(二) 试剂

1. 阳离子练习试液

练习试液 14 种, 每毫升含阳离子 10mg。

2. 特殊试剂

(1) 奈斯勒(Nessler)试剂: 将 115gHgI₂ 和 80gKI 溶于足量水中, 稀释至 500ml, 加入 500ml6mol · L⁻¹(NaOH)。如静置时产生沉淀, 将溶液过滤后, 清液用棕色瓶贮存。

(2) 醋酸铀酰锌溶液: 10g 醋酸铀酰[$\text{UO}_2(\text{Ac})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$]和 6ml6mol · L⁻¹(HAc)溶于 50ml 水中; 30gZn(Ac)₂ · 2H₂O 和 6ml6mol · L⁻¹(HAc)溶于 50ml 水中。然后将以上两种溶液混合, 放置过夜, 取清液使用。

(3) 亚硝酸钴钠溶液: 230gNaNO₂ 溶于 500ml 水, 再加 165ml6mol · L⁻¹(HAc)和 30gCo(NO₂)₂ · 6H₂O, 静置过夜, 过滤, 将滤液稀释至 1L。溶液为橙色。

(4) 乙二醛双缩: 2-羟基苯胺的乙醇饱和溶液。

(5) 镁试剂: 将镁试剂(对-硝基苯偶氮间苯二酚)0.01g 溶于 1L2mol · L⁻¹(NaOH)溶液中。

(6) 酒石酸钾钠溶液: 21gNaKC₄H₄O₆ 溶于 100ml 水中。

(7) 铝试剂溶液: 1g 铝试剂溶于 1L 水中。

(8) 茜素: 茜素红溶于 95%乙醇至饱和。

(9) 5%硫代乙酰胺: 5g 硫代乙酰胺溶于 100ml 水中。

(10) 硫化铵溶液: 通 H₂S 于 200ml 15mol · L⁻¹(NH₃ · H₂O)中至饱和, 加 200ml 15mol · L⁻¹(NH₃ · H₂O)并将所得溶液稀释至 1L。

(11) 硫化钠: 480gNaS · 9H₂O 和 40gNaOH 溶于 1L 水中。

(12) 硫氰化铵: NH₄SCN 的饱和水溶液。

(13) 0.01%双硫腙: 10mg 双硫腙溶于 100mlCCl₄ 中。

(14) 0.2%玫瑰红酸钠: 0.2g 玫瑰红酸钠溶于 100ml 水中, 用棕色瓶贮存。仅能保持 2~3 天。

(15) 2%邻二氮菲: 2g 邻二氮菲盐酸盐溶于 100ml 水中。

3. 一般试剂(包括有机溶剂和固体试样)

- (1) $0.25\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 溶液
- (2) $0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} (\text{SnCl}_2)$ 溶液
- (3) $0.3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 溶液
- (4) $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} (\text{NaOH})$ 、 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} (\text{NaOH})$ 溶液
- (5) $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} (\text{HCl})$ 溶液
- (6) $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} (\text{HNO}_3)$ 溶液
- (7) $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} (\text{H}_2\text{SO}_4)$ 溶液
- (8) $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} (\text{HAc})$ 溶液
- (9) $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} (\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O})$ 、 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} (\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O})$ ，浓氨水
- (10) 95% 乙醇
- (11) CCl_4 溶剂
- (12) CHCl_3 溶剂
- (13) NH_4Cl 固体
- (14) NaNO_2 固体
- (15) NaBiO_3 固体
- (16) NaAc 固体

四、实验内容

(一) 阳离子的个别鉴定

1. NH_4^+ 的鉴定

(1) 气室法 用大小不同的 2 块表面皿对合组成气室。在下面大块表面皿里放 3 滴 NH_4^+ 试液，上面小表面皿中心贴 1 片润湿的 pH 试纸。迅速向大表面皿中加入 2 滴 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} (\text{NaOH})$ 溶液，立即将小表面皿盖上，放置片刻，观察试纸颜色变化。若现象不明显，可将气室置于水浴锅上加热数分钟。观察试纸颜色变化情况，若 pH 试纸呈碱性，表示有 NH_4^+ 。

(2) 奈斯勒试剂法 取 1 滴 NH_4^+ 试液于白色点滴板上，加奈斯勒试剂 1~2 滴。生成红棕色沉淀，表示有 NH_4^+ 。

2. K^+ 的鉴定 (钴亚硝酸钠法)

取 2 滴 K^+ 试液于离心管中,加 2 滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$,用玻璃棒摩擦管壁,生成黄色晶形沉淀,表示有 K^+ 。反应应在中性或弱酸性条件下进行。

3. Na^+ 的鉴定

(1)醋酸铀酰锌法 取 1 滴 Na^+ 试液于离心管中,加 4 滴 95% 乙醇和 8 滴醋酸铀酰锌溶液,用玻璃棒摩擦管壁,生成淡黄色晶形沉淀,表示有 Na^+ 。

反应在中性或弱酸性条件下进行。 Ag^+ 与试剂有类似反应,应事先除去。

(2)焰色反应 用铂丝尖端小环蘸取 Na^+ 试液,在无色火焰中灼烧,火焰呈强烈的黄色,并持续数秒种不褪,表示有 Na^+ 。

4. Ca^{2+} 的鉴定(乙二醛双缩法)

取 2 滴 Ca^{2+} 试液于离心管中,加 6~8 滴乙二醛双缩的乙醇饱和溶液、1 滴 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}(\text{NaOH})$ 、2 滴 10% Na_2CO_3 和 2~4 滴 CHCl_3 ,加水数滴,振荡, CHCl_3 层显红色,表示有 Ca^{2+} 。

5. Mg^{2+} 的鉴定(镁试剂法)

取 1 滴 Mg^{2+} 试液于点滴板上,加镁试剂和 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}(\text{NaOH})$ 各 1 滴。有天蓝色沉淀生成,表示有 Mg^{2+} 。如溶液变为黄色,则补加 1 滴 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}(\text{NaOH})$,即有天蓝色沉淀生成。

6. Ba^{2+} 的鉴定(玫瑰红酸钠法)

取 1 滴 Ba^{2+} 试液于离心管中,加 1 滴 0.2% 玫瑰红酸钠,生成红棕色沉淀,加 $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}(\text{HCl})$ 至强酸性,沉淀变为桃红色,表示有 Ba^{2+} 。

7. Pb^{2+} 的鉴定(双硫脲法)

取 2 滴 Pb^{2+} 试液于离心管中,加 2 滴 $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}(\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6)$,滴加 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}(\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O})$ 1 滴,调至 pH 值为 9~11,加入 0.01% 双硫脲 4~5 滴,用力摇动, CCl_4 层呈红色,表示有 Pb^{2+} 。