

师范专科学校试用教材

分析 化学 实验

李雄志 杨仁柱 编



北京师范大学出版社

师范专科学校试用教材

分析化学实验

李雄志 杨仁柱 编

北京师范大学出版社

师范专科学校试用教材
分 析 化 学 试 验

李雄志 杨仁柱 编
责任编辑 刘秀兰

北京师范大学出版社出版
新华书店总店科技发行所发行
河北省大厂县印刷厂印刷

开本：850×1168 1/32 印张：5 字数：128千字

1990年3月第1版 1990年3月第1次印刷

印数：1—5 000

ISBN7-303-00855-1/O·117

定 价：1.35元

内 容 简 介

为了便于教学，根据师范专科《分析化学教学大纲》编写了这本《分析化学实验》作为分析化学的配套实验教材。本教材分为定性分析和定量分析两部分。每部分首先介绍实验的基本知识，然后分别叙述每个实验的目的、原理、步骤，并根据教学实践经验，对操作中须注意的问题加以注释和提示，以便教学时参考。本书可作为二年制师专和教育学院化学专业分析化学课程的教材。

前 言

本书受华北地区师专教材编写工作领导小组委托,根据师专《分析化学教学大纲》(征求意见稿)编写的,可作为师专及教育学院化学专业分析化学实验的试用教材。

分析化学是一门实践性很强的学科,分析化学实验在分析化学中占有很大比重。通过分析化学实验的教学,既能使学生对所学分析化学基本理论理解得更深刻、更具体,又能使学生比较熟练地掌握分析化学的基本操作技能和对物质进行成分分析的实际技术,为他们将来从事中学化学教学和开展社会服务打下一定的基础。

本书分为定性分析和定量分析两部分,每部分首先集中介绍实验的基本知识,然后分别叙述每个实验的目的、原理、步骤,并根据教学实践经验,对操作中须注意的问题加以注释和提示,以便教学时参考。

考虑到师专的培养目标、学生基础、设备条件等方面的特点,在内容的深广度和具体选材上都力求适应师专教学的实际需要。为了加强能力的培养,适应教育改革的需要,适当增加了实际样品分析和设计实验等方面的内容。

本书选编的实验,除大纲规定必作的以外,还有部分选作实验(标有*者),以便各校结合具体情况自行选择。

本书定性分析部分及附录由李雄志(保定师专)编写,定量分析部分由杨仁柱(唐山师专)编写。初稿由李雄志通读、整理,最后承蒙北京师范大学化学系李启隆、赵慧春审阅。

本书在编写过程中,得到唐山师专赵锡瑞副教授、太原师专罗伦元副教授的热心指导,也曾得到河北大学章旭坤、唐山师专化学系部分教师的关心、支持。在此表示感谢。

由于编者业务水平及教学经验有限,缺点、错误在所难免,敬请读者批评、指正。

编者 一九八八年七月

目 录

第一部分 定性分析	(1)
§ 1-1 预备知识	(1)
一、定性分析实验练习液	(1)
二、定性分析试剂	(1)
三、定性分析实验常用仪器	(2)
四、定性分析基本操作	(4)
五、定性分析实验的要求和注意事项	(9)
§ 1-2 定性分析实验	(13)
实验 1 实验准备工作	(13)
实验 2 基本操作练习	(14)
实验 3 第一组阳离子分析	(17)
实验 4 第二组阳离子分析	(19)
实验 5 第一、二组阳离子未知液的分析	(24)
实验 6 第三组阳离子分析	(25)
实验 7 第四组阳离子分析	(29)
实验 8 第五组阳离子分析	(32)
实验 9 阳离子已知液的分析	(34)
实验 10 阳离子未知液的分析	(35)
实验 11 阴离子的初步试验	(35)
实验 12 阴离子的分别鉴定	(37)
实验 13 阴离子未知液的分析	(40)
实验 14 固体易溶盐的定性分析	(41)
*实验 15 合金的定性分析	(41)
第二部分 定量分析	(44)
§ 2-1 基本知识	(44)
一、定量分析实验的目的与要求	(44)
二、分析天平	(45)
三、滴定分析器皿的操作技术	(63)
四、重量分析的仪器与基本操作	(74)
五、比色分析仪器及其操作技术	(81)

§ 2-2 定量分析实验	(87)
*实验16 分析天平零点和灵敏度的测定	(87)
实验17 分析天平称量练习	(88)
实验18 酸碱标准溶液的配制、浓度比较和标定	(90)
实验19 混合碱的分析(双指示剂法)	(95)
实验20 铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	(97)
实验21 设计实验(一)	(99)
实验22 天然水总硬度的测定(EDTA 滴定法)	(99)
实验23 铋、铅混合液中铋和铅含量的连续测定(EDTA 滴定法)	(103)
*实验24 铅精矿中铅含量的测定(EDTA 滴定法)	(105)
实验25 铁矿石中全铁含量的测定(重铬酸钾法)	(108)
实验26 过氧化氢含量的测定(高锰酸钾法)	(111)
实验27 铜盐中铜含量的测定(碘量法)	(114)
实验28 设计实验(二)	(117)
*实验29 水中溶解氧的测定(碘量法)	(117)
实验30 可溶性氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	(121)
实验31 氯化钡中钡含量的测定(沉淀重量法)	(123)
实验32 工业盐酸中铁含量的测定(目视比色法)	(126)
*实验33 土壤中全磷含量的测定(光电比色法)	(128)
实验34 邻二氮菲法测定铁(分光光度法)	(131)
*实验35 邻二氮菲-Fe(II)配合物组成的测定(分光光度法)	(134)
参考书目	(135)
附录	(137)
一、分析实验仪器单	(137)
二、定性分析实验练习液的配制	(140)
三、定性分析实验试剂及其溶液的配制	(141)
四、常用缓冲溶液的配制	(145)
五、常用基准物质的干燥条件和应用	(146)
六、常用酸碱的密度和浓度	(146)
七、常见阴离子与常用试剂的反应	(147)
八、常见阳离子与常用试剂的反应	(149)

第一部分 定性分析

§ 1-1 预备知识

一、定性分析实验练习液

定性分析实验中被分析的样品溶液，绝大部分由各离子溶液即练习液临时混合而成。混合溶液可作为已知液，，也可作为未知液（亦简称为试液^①）。

练习液一般浓度为 $10\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$ ，具体配制方法见附录二。注意有些离子的练习液在配制时已加入了相当浓度的HCl或HNO₃。

二、定性分析试剂

分析工作中，把组成已知的物质称为试剂。在定性分析中，

表 1-1 化学试剂等级对照表

质量次序		1	2	3	4	5
级别	等级	一	二	三	四	
	名称	优级纯	分析纯	化学纯		
瓶签颜色		绿	红	蓝	棕色等	黄色等
试剂名称		保证试剂	分析试剂		实验试剂	生物试剂
符号	中国	G. R	A. R	C. P, P	L. R	B. R, C. R
	苏联	X. II	II. II. A	II		
	德、英、美、等	G. R	A. R	C. P		

① 试液还包括实际液体试样及由实际固体试样制成的溶液。

试剂一般用于离子的分组、分离、掩蔽、鉴定及调节溶液酸度等。根据需要，绝大多数试剂都配成一定浓度的溶液。定性分析实验所用试剂溶液的具体配制见附录三。

试剂的纯度直接影响分析结果，按其所含杂质的多少分为各种等级，详见表 1-1。在基础分析化学实验中，半微量分析法一般使用二级试剂，常量分析法可使用三级试剂。

三、定性分析实验常用仪器

定性分析实验一般采用半微量分析法，少数情况下采用微量分析法，所用仪器主要有以下几种。

(一) 离心管

离心管的容量为 5 或 10mL，尖端呈圆锥形（图 1-1）。在离心沉降时，沉淀集中在尖端，便于对沉淀进行观察，也便于将上层清液（与沉淀分离后即为中心液）分出。为了便于估计溶液或沉淀的体积，有的离心管还带有刻度。

普通的圆底小试管在不进行沉淀反应时也可以使用，但不如离心管方便。



图 1-1 离心管



图 1-2 点滴板

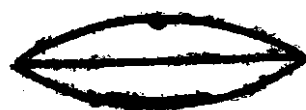


图 1-3 气室

(二) 点滴板

点滴板是带有半圆凹穴的瓷板或厚玻璃板（图 1-2），点滴反应在凹穴中进行。为了适应不同情况，点滴板有白的、黑的和透明的三种。在白点滴板上适于作生成有色沉淀的反应；在黑点滴板上适于作生成白色沉淀的反应；如果沉淀颜色和母液颜色相同，则使用透明点滴板效果最好。没有透明点滴板，也可以用表皿代替。

(三) 表皿

表皿以直径 5~7cm 的最为适用。表皿既可作鉴定反应的容器，又可把两块合起来作为气室（图1-3）。

(四) 勺皿

勺皿是一种有柄蒸发皿（图 1-4），用于蒸发溶液、灼烧铵盐。没有勺皿时，可以用蒸发皿或坩埚代替。

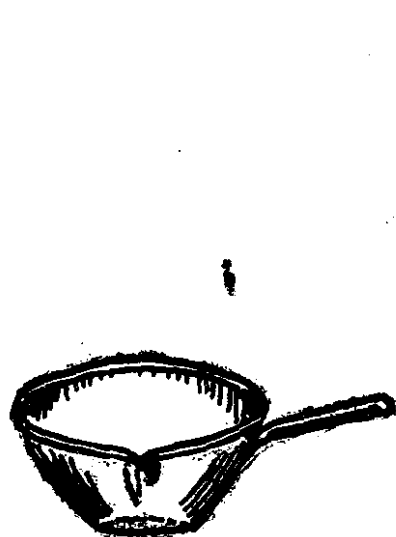


图 1-4 勺皿

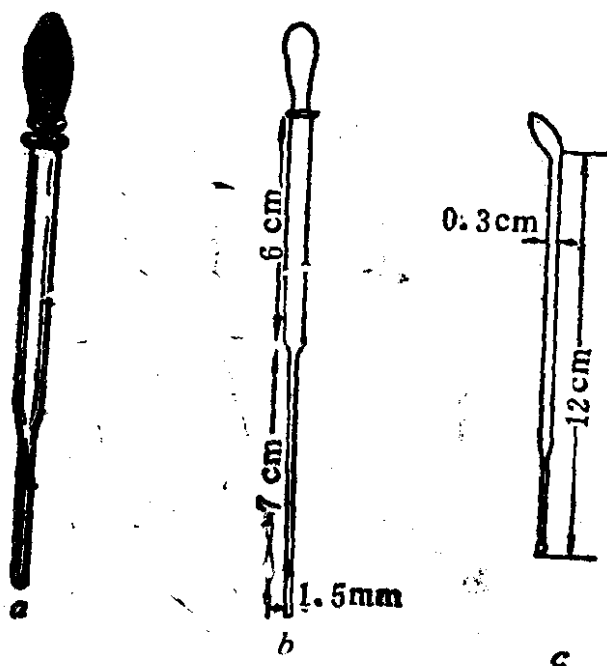


图 1-5 滴管(a)，毛细滴管(b)，搅棒(c)

(五) 洗瓶

洗瓶可用平底烧瓶或软塑料瓶制作，用于最后以蒸馏水洗涤小型玻璃器皿。

(六) 滴管、毛细滴管

滴管（图1-5a）用于滴加一定体积的水或溶液，其每滴约为 0.05mL，20 滴左右相当于 1mL。制作时，安橡胶乳头的一端应稍加扩大以免漏气。

毛细滴管（图 1-5b）的主要用途是从离心管中吸出上部清液，其尖端较滴管细而长，有时也用于滴加少量试剂，其每滴约为 0.02mL，称为 1 细滴，50 滴左右相当于 1mL。

(七) 搅棒

搅棒（图1-5c）是细长的玻璃棒，一端烧成小圆球，便于搅

拌，另一端压扁作成勺状，可用于取少量固体。

(八) 离心机

离心机是利用离心沉降原理将沉淀集中于离心管底部的设备。有手摇离心机（图1-6）和电动离心机（图1-7）两种。

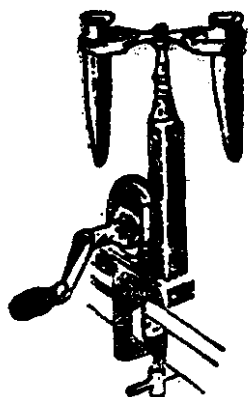


图 1-6 手摇离心机

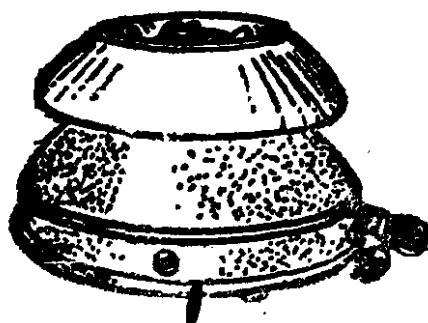


图 1-7 电动离心机

四、定性分析基本操作

定性分析由于采用半微量分析法甚至微量分析法而成为很精细的实验工作，因此在操作技术上就必须严格要求。现就其基本操作要点分述如下。

(一) 玻璃器皿的洗涤

为了使分析结果可靠，仪器必须清洁，不允许使用未经洗涤洁净的仪器进行实验。

洗涤玻璃器皿时一般先用自来水冲洗，再用合适刷子刷去器壁上的附着物，然后再用自来水冲洗2~3次，最后从洗瓶吹出蒸馏水淋洗2~3次。

洗净的玻璃器皿应清洁透明，能完全被水润湿。如果有的部分不沾水或挂水珠，这表明其表面有油污，应以洗涤剂重洗。

滴管等不便于用刷子刷洗的器皿，可用洗液如铬酸洗液^①浸泡数分钟，倒回洗液（铬酸洗液须回收）再进行洗涤。

洗净的器皿使用前不能被污染，应安放于合理的地方（不能放在实验台上）。使用过的器皿应立即洗涤或浸泡在水中，以免残留

^① 铬酸洗液配法：将 3g 工业品 $K_2Cr_2O_7$ 研细，在不断搅拌下徐徐加入到 100mL 浓 H_2SO_4 中。

物长久附着在器壁上不易洗净。

（二）滴加试剂

滴加试剂时,1.只能使用试剂瓶所附滴管,不准用其他滴管伸到试剂瓶中去吸取试剂;2.滴管必须保持垂直,避免倾斜或倒立,以免试剂流入橡胶乳头;3.滴管尖端不要碰到其他任何物品(包括试管口),用后放回原瓶,注意看清瓶签确认无误后才能放入。

（三）溶液酸碱性的检验

用搅棒充分搅匀溶液,然后将搅棒尖端与放置在干净白瓷板上已用蒸馏水润湿的 pH 试纸接触,立即观察试纸颜色变化确定其 pH 值。切勿用试纸浸取溶液。

（四）沉淀的生成

反应物用量很少并无须加热和离心分离的鉴定反应,最适宜在点滴板或滤纸上进行。如果反应时需加热或沉淀需离心分离,则应在离心管中进行。

进行沉淀操作时,沉淀剂应逐滴加入并用搅棒搅匀,直至沉淀完全。

检验沉淀是否完全的方法是,将沉淀反应后的溶液离心沉降,然后沿管壁向上层清液再加 1 滴沉淀剂,如不发生浑浊,则沉淀已完全。否则,应继续滴加沉淀剂,重复上述试验,直至不发生浑浊为止。

（五）离心沉降

分离溶液中的沉淀,首先要在离心机上进行离心沉降。离心机在使用中应注意以下几点:

1. 为了防止旋转中碰破离心管,离心机的套管底部应垫以棉花或软塞。

2. 尽量使对称位置上有质量相近的离心管。如果只准备处理一支离心管,则对称位置上应放一支盛有等量水的离心管,以保持平衡。

3. 开动时应由慢速开始,运转平稳后再逐渐过渡到快速,止动时应由快到渐慢,直至停止转动。切勿急剧变速。

4. 转速和旋转时间视沉淀性状而定，结晶形沉淀以每分1000转的转速，离心1~2分钟即可；无定形沉淀以每分2000转的转速，需经3~4分钟。

5. 如果离心管打碎在套管中，应取出碎玻璃，立即清洗套管，以免腐蚀。平时取放，切勿使离心管受到沾污。

6. 离心沉降后，上层应变为澄清透亮溶液，否则要重复操作。

(六) 离心液的转移

在证实沉淀确已完全后，可用毛细滴管将沉淀上部的清液吸出，转移至另一容器。吸出清液时要切记先在外部将橡皮乳头捏瘪，排出管内空气，然后小心地伸入管中，并接近沉淀表面，再慢慢放松，将清液吸入毛细滴管。此时离心管要保持倾斜位置，以便将全部清液吸出（见图1-8）。

在沉淀比较紧密的情况下，清液也可以用比较简单的倾泻法转移，其操作方法见图1-9。

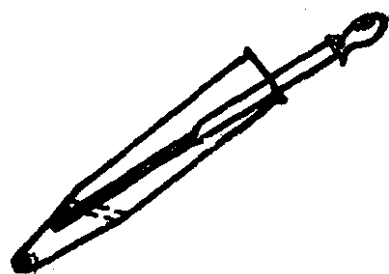


图 1-8 用吸出法将沉淀和溶液分离



图 1-9 用倾泻法将沉淀和溶液分离

(七) 沉淀的洗涤

沉淀与离心液分离后，沉淀中仍包藏着少量离心液，为使沉淀纯净和减少其他离子损失，必须洗涤沉淀。

洗涤的方法是向沉淀上加2~3倍于沉淀体积的洗涤液搅拌，离心沉降，转移洗涤液。

洗涤液视沉淀不同而异。对于溶解度较小的晶形沉淀可以用冷水洗；对胶性沉淀宜用稀电解质溶液洗，必要时还要加热洗涤液，以免发生胶溶现象；对溶解度较大的沉淀，应考虑在洗涤液中加入同离子盐，以免在洗涤过程中发生溶解损失。

洗涤的次数一般2~3次即可，但每次洗后要尽量把洗涤液全部吸出。第一次吸出的洗涤液一般应并入原离心液。

(八) 沉淀的转移

沉淀如需分作几份，可在洗净的沉淀上再加少许洗涤液，将滴管伸进溶液，挤压乳头，借排出的空气搅动沉淀，然后吸取浑浊液分为几份。

(九) 沉淀的溶解

溶解沉淀，应在沉淀洗涤后立即进行，如放置时间过长，沉淀会发生老化现象，有的沉淀可能变得不易溶解。

溶解时应一边滴加溶剂，一边搅拌，同时观察溶解的情况。必要时还要在水浴上加热，以促进沉淀的溶解。

如果沉淀只是部分地溶于某溶剂，则务必注意使应该溶解的部分溶解完全，一般加两次溶剂处理较为稳妥。

(十) 加热

定性分析中许多反应都要加热，但直接把离心管放在火焰上加热会使溶液溅出，所以一般在水浴（图1-10）上加热。

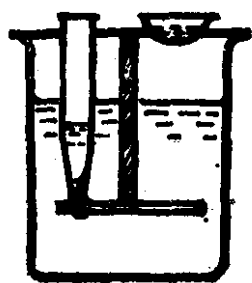


图 1-10 水浴

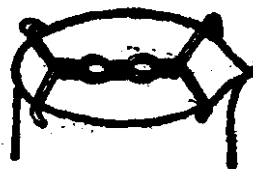


图 1-11 铁丝架

水浴可用一300mL烧杯和一个铝制离心管座组成。如果没有特制的离心管座，也可简单地用铁丝扭成（图1-11）。

烧杯放在石棉网上，以小火加热，保持烧杯中的水微沸即可。要随时观察水浴内水位（一般地杯内水面应在三分之二处），保持杯内水面高于离心管内液面。

(十一) 蒸发

在定性分析中，蒸发一般是为了浓缩溶液，除去过量的强酸或除去溶液中有害气体等。在准备灼烧除去铵盐时，事先也要先

蒸发至干。

蒸发可在勺皿或小坩埚中进行，直接放在石棉网上小心加热。蒸发至将干时，须及时停止加热，利用石棉网的余热蒸发，以免在强热下固体崩溅或使某些盐分解为难溶氧化物。

（十二）气体的检验

检验气体可在气室（见图1-3）中进行，也可在图1-12的验

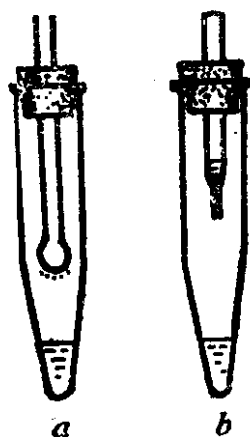


图 1-12 验气装置

气装置中进行。*a*型为在离心管的软木塞上插一尖端为球形的玻璃棒，试剂就悬在球形处。*b*型插一玻璃管，试剂保持在管的尖端。当离心管中的试液产生气体时，便与试剂发生作用。如作用的结果是产生白色沉淀（例如 CO_2 与 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 的反应），则*a*型的玻璃棒使用蓝色的更为合适。

（十三）纸上点滴反应

为了提高某些鉴定反应的灵敏度和选择性，可在滤纸上进行点滴分析。

取定性滤纸一小块（约 $2 \times 2\text{cm}^2$ ），将吸有试液并取下乳头的毛细滴管尖端与滤纸垂直接触，让试液慢慢被滤纸吸收，成一湿斑，然后移开毛细滴管，稍干后用同法将试剂加在斑点，观察反应现象。

在实际工作中，有时先将浸过试剂的滤纸晾干，制成特种试纸，进行点滴分析，效果更明显。

（十四）显微结晶反应

为了使晶形完整、颗粒粗大，反应应在稀溶液内进行，并避免试液和试剂立即全面接触，可将浓度合适的试液和试剂的液滴并排滴在载片上，然后以细玻璃棒沟通，使之相互缓慢混合。载片放在显微镜载物台上，应从侧面看着调节物镜，使物镜距载片约 0.5mm ，然后再通过圆镜观察并调节物镜上移（绝不允许下移物

镜，以免被溶液沾污)。有关显微镜的使用方法，应严格遵照教师指导。

五、定性分析实验的要求和注意事项

分析化学是一门实践性很强的学科。定性分析实验在定性分析中占有很大比重。因此，学好定性分析与做好定性分析实验密切相关。做好分析实验必须做到以下几点。

(一) 实验前要做好准备工作。

首先要复习教科书的有关内容，熟悉实验原理，预习实验教材中本次实验的内容、方法和步骤，力求作到目的明确、原理弄通、作法清楚。

其次要写好实验提纲。实验提纲不是照抄实验教材的内容，而是它的提炼、简化，是通过自己理解写出来的，一般画成表格，能使自己一目了然。实验提纲可写在实验记录本上，并留下空白，准备记录实验中即将观察到的现象和结果，以便省去在实验时写很多字的负担。提纲的格式可自行拟定，并在实践中不断改进。

进实验室后，擦净桌面，安放好实验仪器，检查练习液、试剂是否充足。

(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，与实验者的工作习惯和操作技术水平密切相关。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，要求实验者作好以下几点：

1. 清洁整齐，有条不紊

分析反应的条件是定性分析实验成败的关键，而器皿不净、手续不清就会无意中混进杂质或改变原有的反应条件，导致实验失败。因此，器皿必须洗净，工作秩序必须有条不紊。例如实验做到某一阶段，就应及时清理实验台面，使之无水滴、无废纸，器皿用后立即洗净放回原处。实验中对沉淀和离心液是舍弃还是留用，沉淀存放何处，离心液存放何处，都要仔细考虑，必要时加以标记。

2. 严格操作，细致观察

反应条件的控制是与实验操作紧密相关的，严格操作是为了确保适宜的反应条件。例如要用沉淀法分离两种离子，就得对沉淀完全、沉淀洗涤及离心分离等进行严格操作，否则会因操作走过场而导致实验失败。

细致的观察是发现问题、解决问题的开始，也是积累知识的重要手段。没有直接的观察而仅仅记熟了书本上的描述，还不是完全的知识。例如，同样是白色沉淀， AgCl 、 BaSO_4 、 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 等却各不相同，它们的区别，只有通过实际的细致观察才能得到明确的认识。有些实验异常现象，只有通过细致观察才能及时发现问题并用所学理论分析问题、解决问题，从而也增长了知识。

3. 尊重事实，准确记录

作好实验记录是进行实验的一项基本要求。实验记录要忠于观察到的事实，不能用书上的记载去修改观察到的现象。记录既要避免烦琐，又要防止空洞。太空洞的记录，日后无法据以写好实验报告、复习实验内容、总结实验经验，从而失去了实验记录的意义。

(三) 实验后要做好结束工作。

完成了规定的实验内容，并不是实验工作的结束。结束工作包括以下几方面：

1. 清洗、整理仪器药品

实验作完后，要把用过的器皿清洗干净，放回原处（下次实验需用的干燥器皿，也应洗净去晾或烘）。试剂架上的试剂、练习液是否完整无缺，是否被沾污均要检查并采取相应措施，以保证下次实验的正常使用。

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。最后关好水源、电源、门窗，仔细检查并报告教师后方可离开实验室。

3. 及时送交实验报告

写好实验报告，是科学训练的重要内容。对实验报告的要求