



高等师范专科学校教材

分析化学实验

赵清泉 (主编) 姜官权 编

高等教育出版社

0652.1
312

高等师范专科学校教材

分析化学实验

赵清泉(主编) 姜言权 编

高等教育出版社

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/赵清泉主编. —北京:高等教育出版社,1995
(2001 重印)

师专教材

ISBN 7-04-005183-4

I. 分… II. 赵… III. 分析化学-化学实验-高等学校:
师范学校-教材 IV. 0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (94) 第 00758 号

分析化学实验

赵清泉 主编

出版发行 高等教育出版社

社 址 北京市东城区沙滩后街 55 号

邮政编码 100009

电 话 010-64054588

传 真 010-64014048

网 址 <http://www.hep.edu.cn>

经 销 新华书店北京发行所

印 刷 高等教育出版社印刷厂

开 本 850×1168 1/32

版 次 1995 年 3 月第 1 版

印 张 5.375

印 次 2001 年 6 月第 7 次印刷

字 数 130 000

定 价 5.70 元

凡购买高等教育出版社图书,如有缺页、倒页、脱页等
质量问题,请在所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

前 言

1988年7月,国家教育委员会在东北师范大学召开了全国高等师范专科学校教材编写、出版规划会议,决定编写全国高等师范专科学校用《分析化学》(包括《分析化学实验》)。《分析化学》已经出版发行,《分析化学实验》是《分析化学》的配套教材。

分析化学实验是师范专科学校化学系的一门重要基础课,对于培养学生能力,特别是实验动手能力起着重要作用。分析化学对其他学科的渗透特别广泛,例如,地质、冶金、医药、农业、环境科学、生命科学、原子能工业和航天技术等都离不开分析化学实验,只有通过分析化学实验才能提供有关材料的组成、纯度等方面的数据。分析化学实验是有关科学技术和工农业生产的眼睛。因此,通过分析化学实验,可以直接培养学生在上述领域工作的能力。

随着教育水平的不断提高和教育改革的进行,不仅要求中学教师具有一定的基础科学知识,而且要求他们对工农业生产中所涉及的一些技术问题也有所了解。

考虑到中学化学教学的需要,适当重视定性分析实验,对定量分析实验尽量减少类同的内容,注重综合性实验,以利于培养学生独立操作的能力。

针对目前师专的仪器设备状况和教学需要,本书内编选了几个简单的仪器分析实验。

本书实验内容,涉及到工业、农业、医药卫生、环境科学和生命科学等领域,借以拓宽学生的知识面。

每个实验的末尾都安排了思考题,这些思考题不但数量较丰,而且紧扣实验内容,以启发学生对实验原理、操作技能、数据处理和实验方法的拟订等进行系统的、举一反三的思考,借以提高学生

解决问题的能力。

本书所编入的实验内容,大多数是经典的实验,新编入的实验也曾在教学中试用过。对本书内容,各校可以根据自己的具体情况进行调整,以使教学和当地的实际更紧密地结合起来。

本书对实验所涉及的各种仪器的结构和使用方法作了简要说明。另外,对各种仪器的读数方法,实验数据的记录,分析数据的数学处理等,也作了必要的说明,借以培养学生量的概念和严谨的科学态度。

本书由青岛大学师范学院赵清泉教授任主编(编写第二章和附录)山东省昌潍师专姜言权副教授参加编写(编写第一、三、四章),全书由赵清泉整理定稿。

由于编者水平有限,本书缺点、错误在所难免,恳请读者批评指正。

编 者

1994年3月

目 录

第一章 定性分析	1
§ 1-1 定性分析实验概述	1
§ 1-2 定性分析实验	12
实验一 仪器的准备和基本操作练习	12
实验二 第一组(银组)阳离子的分析	15
实验三 第二组(铜锡组)阳离子的分析	18
实验四 第一、二组阳离子混合液的分析	23
实验五 第三组(铝镍组)阳离子的分析	24
实验六 第四组(钙钠组)阳离子的分析	28
实验七 阳离子未知液的分析	32
实验八 阴离子的分析	34
实验九 阴离子未知物的分析	38
实验十 未知易溶盐的分析	39
第二章 滴定分析	41
§ 2-1 分析天平	41
§ 2-2 分析天平的性能	46
§ 2-3 分析天平的使用	51
§ 2-4 分析天平实验	56
实验十一 天平性能的鉴定	56
实验十二 天平称量练习	58
§ 2-5 滴定分析仪器的使用	59
§ 2-6 容量器皿的校准	70
§ 2-7 测定数据的处理	72
§ 2-8 滴定分析实验	75
实验十三 容量器皿的校准	75
实验十四 酸碱溶液浓度的比较和标定	76
实验十五 苯甲酸含量的测定	81

实验十六	工业纯碱中总碱量的测定	82
实验十七	硫酸铵含氮量的测定(甲醛法)	84
实验十八	综合练习	86
实验十九	水的总硬度的测定	86
实验二十	铅、铋混合液中铅、铋的连续滴定	89
实验二十一	汞量法测定血中的氯化物	91
实验二十二	铁矿石中全铁的测定	93
实验二十三	过氧化氢含量的测定	96
实验二十四	铜盐中铜含量的测定	98
实验二十五	腐植酸总量的测定(焦磷酸浸提—— $K_2Cr_2O_7$ 滴定法)	101
实验二十六	用碘滴定法测定锑(Ⅲ)	103
实验二十七	可溶性氯化物中氯含量的测定	106
实验二十八	综合练习	108
第三章	重量分析	109
§ 3-1	重量分析仪器及基本操作	109
§ 3-2	重量分析实验	117
实验二十九	氯化钡中钡含量的测定	117
实验三十	重量法测定镍	119
第四章	仪器分析	122
§ 4-1	分光光度计的种类、构造和使用方法	122
§ 4-2	PH计的构造与使用方法	129
§ 4-3	气相色谱仪的构造与使用方法	132
§ 4-4	仪器分析实验	135
实验三十一	邻二氮菲分光光度法测定铁	135
实验三十二	751-G分光光度计测定氯霉素的含量	137
实验三十三	分光光度法测定树叶上的铅	139
实验三十四	氯化物和碘化物混合物的电位滴定	142
实验三十五	气相色谱法分析三元混合物 (苯系物的变性分析和定量分析)	145
实验三十六	纸色谱法分离和鉴定锌(Ⅱ)、钴(Ⅱ)、 镍(Ⅱ)、锰(Ⅱ)	149

主要参考文献	153
附录	154
一、定性分析仪器	154
二、定性分析试液	155
三、定性分析试剂	156
四、国际相对原子质量表(1989)	161

第一章 定性分析

§ 1-1 定性分析实验概述

分析化学是一门实践性很强的学科。分析化学实验在工业生产和科学研究中起着重要的作用。分析化学实验的基本操作技能是化学专业学生应掌握的基本功。

定性分析理论与实验结合十分密切,而且定性分析实验在定性分析教学中占有很大的比重。要学好定性分析,必须做好定性分析实验,要做好定性分析实验,必须采取严肃认真的科学态度。

本书定性分析实验采用半微量定性分析方法进行离子的分离和鉴定。

一、半微量定性分析实验仪器

(一) 离心试管及试管架

离心试管的容量一般分 5mL 和 10mL 两种,其尖端呈圆锥形(图 1-1),这样便于进行沉淀的离心沉降,易于观察少量沉淀的生成和颜色的变化,也便于将离心液分出。因此半微量定性分析反应大部分在离心试管中进行。离心试管不能在火焰上直接加热,以防溅出溶液、炸裂试管。

离心试管放置在试管架上,每个试管架最好能放置 20 支以上的离心试管。

(二) 点滴板

点滴板是带有凹槽的瓷板(图 1-2),分白釉和黑釉两种。点滴反应在凹穴内进行(可同时进行较多的反应)。瓷板比离心试管容易洗涤,但不便于进行加热反应。白色点滴板用于进行有色产物的反应,黑色点滴板用于进行白



图 1-1 离心试管

色沉淀及某些浅色沉淀的反应。

(三) 试剂瓶

试剂瓶用于盛装练习试液和试剂溶液,其容量为 30mL、60mL 等,附有胶皮乳头滴管(图 1-3)。试剂瓶上贴有标签,标签上应写明试剂名称、浓度和配制日期,试剂瓶应按一定次序放于试剂架的固定位置上,不能随意变动其位置。取液时只能使用试剂瓶上所配的胶皮乳头滴管;不能将试剂瓶从试剂架上取下,以免发生差错。容易分解的或不稳定的试剂,如硝酸银、硫代硫酸钠等,应盛装在棕色试剂瓶中。

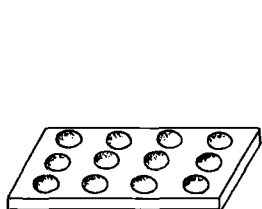


图 1-2 点滴板



图 1-3 试剂瓶



图 1-4 气室

(四) 表面皿

表面皿以直径为 5~7cm 的最为适用。在定性分析实验中,表面皿可用于进行鉴定反应,又可把两块合起来用作为气室(图 1-4)。

(五) 滴管、毛细滴管、搅棒和药匙

滴管(图 1-5a)用于滴加一定体积的水和试剂溶液,每滴以 0.04~0.05mL (即 20 滴或 25 滴溶液约为 1mL) 为宜。

毛细滴管(图 1-5b)的主要用途是从离心试管中吸出沉淀上面的离心液,其尖端较滴管的尖端细而长。毛细滴管一滴为 0.02mL,约 50 滴为 1mL。可用玻璃管拉制而成。

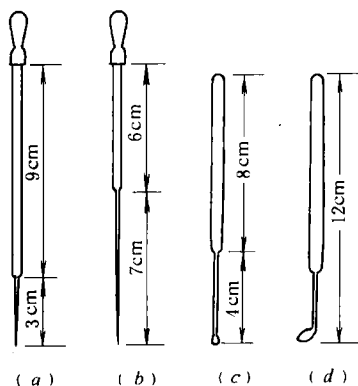


图 1-5 滴管(a),毛细滴管(b),搅棒(c)和药匙(d)

搅棒是细($\phi=3\text{mm}$)长的玻璃棒(图 1-5c),用于搅拌离心管的内容物,以加快反应或加快洗涤速度。

药匙是将玻璃棒一端在酒精喷灯上烧红后,立即用镊子压扁并稍为弯曲而成的(图 1-5d)。它适于取用少量固体试剂。

(六) 洗瓶

用软质塑料瓶制作,用来盛装蒸馏水,洗涤仪器和沉淀等。

(七) 离心机

离心机是利用离心沉降原理将沉淀和离心液分开的一种设备。现在常用的是 4 000 转/min 的电动离心机(图 1-6)。

(八) 显微镜

在定性分析实验中,显微镜是用来观察沉淀结晶形状的,一般要求放大 50~200 倍。显微镜(图 1-7)的主要部件有:1 镜筒,2 目镜,3 物镜,4 调节轮,5 载玻片盘,6 反光镜。转动调节轮,调好反光镜就可以看到实物的清晰图像。调节时应先从侧面观察,使物镜接近载玻片,从目镜观察时,只能使镜筒向上移动,不许向下移动,以免触及载玻片,损坏物镜。

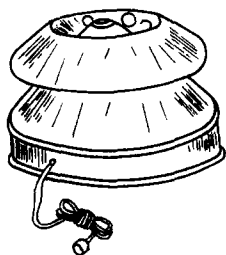


图 1-6 电动离心机

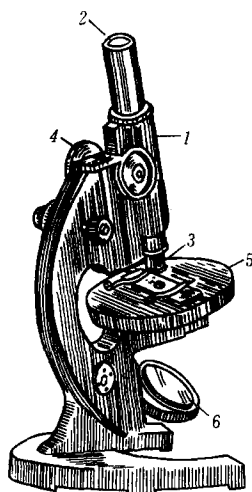


图 1-7 显微镜

显微镜应保持清洁,擦拭目镜和物镜时,必须用擦镜纸。物镜不用时应放在显微镜的专用小柜中。

二、半微量定性分析实验基本操作

(一) 仪器的洗涤

半微量定性分析中的鉴定反应都是较灵敏的,即使有少量杂质,也会影响分析结果,所以必须保持器皿的洁净。这是定性分析实验中很重要的一项要求,若仪器不干净,将会严重影响分析结果。

玻璃器皿洗涤干净的标准是:清洁透明,水沿器壁自然流下后,器壁均匀润湿,而不挂水珠。

洗涤仪器的方法:一般仪器如烧杯、离心试管等,如果没有特殊的污垢,可先用自来水涮洗,再用毛刷沾少量洗衣粉或洗涤剂洗刷,然后用自来水冲净,最后用少量蒸馏水润洗 2~3 次。

若仪器内壁附有难以洗掉的油污,可先用铬酸洗液洗涤。使用铬酸洗液时要注意安全。

铬酸洗液的配法:在台秤上称取 10g 研细的工业纯重铬酸钾粉末,置于烧杯中,加少许水,在不断搅拌下慢慢加入 300mL 工业级浓硫酸,待溶液冷却后,保存于试剂瓶中。所配的铬酸洗液应为暗红色液体。

(二) 试剂的取用和滴加

1. 试剂只能保存于规定的试剂瓶中,并保持清洁。
2. 取用试剂时,应看清标签,只能使用试剂瓶上原有的滴管,不得用其他滴管,以免弄脏试剂。
3. 滴加试剂时,滴管必须保持垂直,滴管口应离开离心试管口 2~3mm,不准伸入离心试管内或靠在管壁上。
4. 滴管只能放在原来的试剂瓶中,或拿在手里,切不可放在实验台上,以免沾污。
5. 放回滴管时,必须看清标签,以免放错,沾污试剂。

(三) 离心沉降

离心沉降是半微量定性分析中将沉淀与溶液分离的基本方法。一般用电动离心机完成,使用离心机时应注意以下几点:

1. 离心机是高速旋转的,为了防止旋转中碰破试管,离心机套管底部应垫以棉花。
2. 放置离心试管时,应使对称位置上有质量相近的离心试管。如果只处理一支离心试管,则应在其对称位置上放一盛有等量水的离心试管,以保持平衡,使离心机旋转平稳。
3. 启动时应先用慢速,待运转平稳后再逐渐加速。休止时任其自然停止,切勿用外力强制使其停止。
4. 转速和旋转时间随沉淀性状而定,对结晶形沉淀,大约每分钟 1 000 转,旋转 1~2min 即可;对无定形沉淀,2 000~2 500 转/min,旋转 3~4min。
5. 为了防止离心试管出现差错,可在离心机套管口附近标以

序号。

6. 使用过程中如出现异常,应停止使用,并向教师报告,以便维修。

(四) 沉淀和离心液的分离

在离心沉降后,转移离心液之前,应首先检查沉淀是否完全。其方法是沿离心试管内壁再加一滴试剂,观察上部清液是否发生浑浊,如不发生浑浊,表示沉淀已经完全。否则,应继续滴加试剂,直至沉淀完全,重新离心沉降。

在证实沉淀完全后,可用毛细滴管将沉淀上部的离心液吸出,转移至另一容器中。吸出离心液时要切记,先在试管外面将毛细滴管乳胶头捏瘪,排出管内空气,然后将毛细滴管小心地伸入离心试管中液面以下(图 1-8),慢慢放松乳胶头,将离心液吸入毛细管中,随着离心试管中溶液的减少,将毛细滴管逐渐下移,至全部溶液吸入毛细管为止。当毛细滴管尖端接近沉淀时,要特别小心,勿使滴管触及沉淀,以免吸出沉淀。

(五) 沉淀的洗涤

离心分离后得到的沉淀,仍含有少量的离心液。为了使沉淀纯净,必须将这部分离心液洗去。

洗涤的方法是用滴管向沉淀上加 2~3 倍于沉淀体积的洗涤液,用细玻棒充分搅拌,再离心分离。

洗涤液的选用,应视沉淀不同而异。对于溶解度较小的晶形沉淀,可

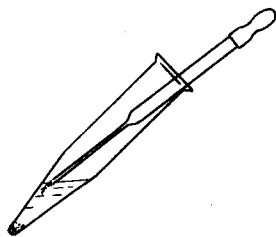


图 1-8 离心液的转移

用蒸馏水洗涤;对于胶性沉淀,宜用稀电解质溶液洗涤,必要时还要将洗涤液加热,以免发生胶溶现象;对于溶解度较大的沉淀,应在洗涤液中加入含有相同离子的电解质,以免在洗涤过程中发生较多的溶解损失。

洗涤的次数,一般 2~3 次即可,但每次洗后要尽量把洗涤液

吸出。

(六) 沉淀的移取

洗净后的沉淀,如果需要分成几份,则可在含有沉淀的离心试管中加几滴蒸馏水,用毛细滴管向其中冲气搅拌,使之成为悬浊液,然后用滴管分几次吸取悬浊液,分别置于适当的容器中(如离心试管),再进行离心分离。

(七) 沉淀的溶解

沉淀的溶解,应在沉淀洗涤后立即进行,以免沉淀因放置时间过长而发生老化现象,有的沉淀会变得不易溶解。溶解时应一边滴加试剂,一边搅拌,同时观察溶解情况。必要时可以在水浴上加热,以促进沉淀的溶解。

(八) 加热和蒸发

离心试管不能直接在灯焰上加热,因为直接加热会使离心试管中的液体溅出,炸裂离心试管,所以应放在水浴中加热(图 1-9)。最简单的水浴是由一个 250mL 烧杯和铝制管座(或自制铁丝架)组成,杯内加水,水位为杯高度的 2/3。加热至水沸,然后小火加热,保持水沸即可。杯内水面要高于离心试管内的液面。因此在加热过程中要注意不断向水浴中加水。

蒸发是为了浓缩溶液或除去溶液中过量的强酸或有害气体。

蒸发可在坩埚(或微烧杯)中进行。蒸发时,将盛有溶液的坩埚直接放在石棉网上用小火加热。蒸发至近干时,要停止加热,利用余热蒸发至干,以免在强热下某些盐分解为难溶性的氧化物和某些易挥发的盐类挥发而损失。

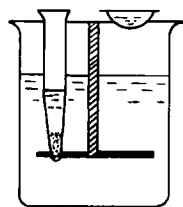


图 1-9 水浴

(九) 纸上点滴反应

取定性滤纸(反应纸)一小块,将吸有试液的毛细滴管的尖端垂直地置于滤纸的中央(图 1-10),让试液慢慢被滤纸吸收,成一

湿斑,然后移开毛细滴管,用同样的方法将试剂滴加在湿斑上,观察反应结果。

注意,不可用毛细滴管直接从试剂瓶中吸取试剂,而应先把试剂滴在点滴板上,再用毛细滴管吸取。

(十) 显微结晶反应

显微结晶反应在载玻片上进行(图 1-11)。

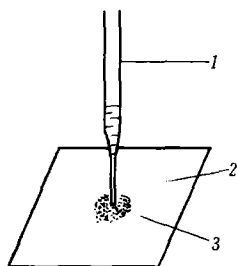


图 1-10 点滴反应方法

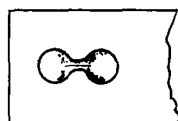


图 1-11 显微结晶反应

1 毛细管 2 反应纸 3 湿斑

在洁净的载玻片上,滴加一滴试液,在其旁边加一滴试剂,然后用玻棒在两滴之间划一下,将它们连接起来,则反应慢慢进行,放置一段时间或将载玻片放在石棉网的边缘上,小心加热至出现固体结晶。取下载玻片,放冷后,在显微镜下观察结晶形状。

三、半微量定性分析实验所用试剂与试液

(一) 试剂

在定性分析实验中,离子的鉴定所需用的试剂量很少,对于溶液来说,每次不过几滴,对于固体来说,每次不过几毫克,但是所需要的试剂种类却很多。为了实验使用方便,把试剂盛装在小试剂瓶中,试剂瓶再按一定的顺序排列在阶梯式试剂架上。

试剂按其性质可分为酸、碱、盐、特殊试剂、有机溶剂等,按照

实验需要配成不同的浓度。其中盐溶液和特殊试剂的浓度及配制方法见本书附录。

试剂按其纯度分为以下几类：

表 1-1 试剂的分类

级 别	试剂纯度	类 别	代号	标签颜色
一级品	优级纯	保证试剂	G. R.	绿
二级品	分析纯	分析试剂	A. R.	红
三级品	化学纯	一般试剂	C. P.	蓝
四级品	实验室试剂	辅助试剂	L. R.	黄

分析化学实验多用分析纯和化学纯试剂。

(二) 试液

在分析化学中,被分析的物质称为试样。试样的溶液称为试液。在定性分析实验中配制成各种阳离子和阴离子试液。试液分为贮备试液和练习试液两种。贮备试液浓度为每毫升试液含待测离子 100mg,这种试液可贮备较长时间,使用时稀释 10 倍就成为练习试液。练习试液浓度为每毫升试液含待测离子 10mg。

四、定性分析实验注意事项

(一) 实验前要做好准备工作

在实验前进行充分的预习是做好实验的关键。要以严肃认真的科学态度对待实验,事先不预习就进实验室做实验是不允许的。预习的内容应包括:复习教材中有关本次实验的原理以及实验教材中本次实验的内容。通过预习,要求能明确实验目的,弄清实验原理,熟悉实验步骤。

在预习的基础上写出实验提纲。写实验提纲不是照抄实验教材内容,而是在理解的基础上将实验内容提炼、简化后写出来的。提纲的格式根据不同的实验内容可以是表格式、图表式、叙述式等。提纲应写在实验记录本上。