

第一章 分析化学实验基础知识

分析化学实验是分析化学课程的重要组成部分，是药学专业学生的必修课程。通过实验教学，可以加深对分析化学的基础理论知识的理解，训练学生正确、熟练地掌握分析化学实验的基本操作技能 建立“量”的准确概念 提高分析问题和解决问题的能力 培养理论联系实际、实事求是的科学态度和良好的工作作风，为今后的学习和工作奠定坚实的基础。

为了保证实验的顺利进行和获得准确的分析结果，必须了解和掌握有关分析化学的实验基础知识。

第一节 实验室工作要求和安全知识

一、实验室工作要求

实验室工作者应该具有严肃认真的工作态度，科学严谨、精密细致、实事求是的工作作风 整齐、清洁的良好实验习惯。为此应做到：

1. 实验前要作好充分的准备 一次成功的实验，开始于实验前的充分准备。实验前的准备工作包括 认真预习实验教材 明确实验目的、任务 领会实验原理 了解实验操作步骤和注意事项，做到心中有数，才能使实验有条不紊地顺利进行。

2. 养成良好的实验习惯及严谨细致的科学作风 实验的成败和工作效率的高低，同实验者的科学习惯与操作技术水平紧密相关。因此，在实验中应做到：

(1) 清洁整齐、有条不紊 所用的仪器、药品放置要合理、有序 实验台面要清洁、整齐。实验告一段落后要及时整理。实验完毕后所用的仪器、药品、用具等都要放回原处。

(2) 正确操作、细致观察、深入思考 实验中一定要遵守操作规程 认真细致的观察实验现象，遇到问题要深入思考，及时找出原因并采取有效措施解决问题。

(3) 尊重客观事实、认真作好实验记录：实验记录应记在专用的记录本上，记录时要如实反映实验中的客观事实 数据记录应注意及时、真实、齐全、清楚、整洁和规范化。应该用钢笔或圆珠笔记录。如有记错，应在错的数据上划一条斜线，并将正确的数据写在旁边 不得涂改、刀刮或补贴。

(4) 注意卫生 实验前后都应洗手 保持清洁。否则可能沾污仪器、试剂和样品 从而引入实验误差。也可能将有毒物质带出，甚至误入口中而引起中毒。

3. 做好实验结束工作 实验结束后应清洗仪器、整理药品 将仪器、药品放回指定的位置。实验台要擦拭干净 清扫实验室。认真检查水、电、煤气开关 关好门窗。及时认真地完成实验报告。

二、实验室安全知识

在分析化学实验中 经常接触腐蚀性、易燃、有毒的化学试剂 使用水、电、煤气和各种仪器等 如不遵守操作规程或粗心大意 就可能造成中毒、着火、烫伤及仪器设备的损坏等各种事故，给人民的生命安全和国家财产造成损失。因此，必须高度重视实验室的安全工作，严格遵守操作规程。为保证实验人员人身安全和实验工作的正常进行，必须遵守以下实验室安全守则。

1. 实验室内严禁饮食、吸烟 严禁化学药品入口；严禁用实验器皿作餐具使用。实验完后必须认真洗手。
2. 一切试剂、样品均应有标签，绝不能用容器盛装与标签不相符的物质。
3. 浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性 使用时切勿溅在皮肤和衣服上。稀释浓硫酸时 必须在烧杯或耐热容器中进行，且只能将浓硫酸在不断搅拌的同时缓缓加入水中，若温度过高时应冷却降温后再继续加入。配制氢氧化钠等浓溶液时，也必须在耐热容器中溶解。如需将浓酸或浓碱中和则必须先进行稀释。
4. 开启易挥发的试剂（如浓盐酸、浓硝酸、高氯酸、氨水等）时 应在通风的地方进行，开启时瓶口不要对准人。夏天取用浓氨水时，应先将试剂瓶放在自来水中冷却数分钟后 再开启。
5. 配制的药品有毒或反应能产生有毒或有腐蚀性气体的药品（如 HCN 、 NO 、 CO 、 SO_2 、 H_2S 、 Br_2 、 HF 等）时，均应在通风橱内进行。使用汞盐、砷化物、氰化物等剧毒药品时，要特别小心，并采取必要的防护措施。氰化物不能接触酸，否则产生剧毒的 HCN 气体。实验残余的毒物应采取适当的方法加以处理，切勿随意丢弃或倒入水槽。
6. 使用易燃的有机试剂（如乙醇、乙醚、苯、丙酮等）时，一定要远离火源 使用完毕后 及时将试剂瓶塞严。不能用明火加热易燃溶剂，而应采用水浴或沙浴加热。
7. 试剂瓶的磨口塞粘固打不开时 可将瓶塞在实验台边缘轻轻磕碰 使其松动 或用电吹风稍许加热瓶颈部分使其膨胀；或在粘固的缝隙间加入几滴渗透力强的液体（如乙酸乙酯、煤油、稀盐酸、水等）也可将瓶口放入热水中浸泡。严禁用重物敲击 以防瓶子破裂。
8. 将玻璃棒、玻璃管、温度计插入或拔出胶塞或胶管时，应垫有垫布，且不可强行插入或拔出。切割玻璃管、玻璃棒，装配或拆卸玻璃仪器装置时，要防止造成刺伤。
9. 使用煤气灯时 应先将空气调小后 再点燃火柴 然后开启煤气阀点火并调节好火焰。禁止用火焰在煤气管道上查找漏气处，而应该用肥皂水检查。
10. 使用分析天平、分光光度计、酸度计等精密仪器时，应严格遵守操作规程。仪器使用完毕要切断电源，并将各旋钮恢复到原来位置。罩上外罩。
11. 使用电器设备时，要注意防止触电，不可用湿手或湿物接触电闸和电器开关。凡是漏电的仪器设备都不要使用，以免触电。使用完毕后应及时切断电源。
12. 实验结束离开实验室时 应认真检查水、电、煤气、门、窗是否已关好。

三、实验室常见紧急情况的处理

1. 酸灼烧伤时，立即用大量清水冲洗，然后再用 2% 碳酸氢钠 或氨、肥皂水 溶液冲洗 碱灼烧伤时 先用清水冲洗 再用 2% 的硼酸溶液冲洗。最后均用清水冲洗，严重者送医院治疗。
2. 如遇烫伤但未破皮时，可采用大量的自来水冲洗烫伤处，或用饱和的碳酸氢钠溶液涂擦。
3. 如因酒精、苯、乙醚等易燃物引起着火，应立即用沙土或湿布等扑灭，如火势较大，可用灭火器扑灭。如火源危及通电路，应首先切断电源再灭火。
4. 如遇触电，应首先切断电源，再将伤员送往医院抢救。

第二节 化学试剂

化学试剂有一定的级别和规格，不同级别和规格的化学试剂，纯度不同，用途各异。化学试剂的纯度对分析结果准确度的影响很大，不同的分析工作对试剂纯度的要求也不同。因此 必须了解化学试剂的性质、类别、用途等方面的知识 以便合理选择、正确使用、妥善管理。

一、化学试剂的级别

化学试剂的级别是以其中所含杂质多少来划分的，一般可分为四个等级。其级别和适用范围如表 1-1 所示。

表 1-1 化学试剂的等级标志及适用范围

等级	中文标志	符号	标签颜色	适用范围
一级品	优级纯 保证试剂	G · R	绿色	纯度很高，适用于精密分析工作和科研工作
二级品	分析纯 分析试剂	A · R	红色	纯度较高，适用于一般的分析工作和科研工作
三级品	化学纯	C · P	蓝色	纯度较低 适用于一般化学试验
四级品	化学用 实验试剂	L · R	棕色	纯度低 适用于作实验辅助试剂

此外，还有基准试剂、光谱纯试剂、色谱纯试剂等。基准试剂的纯度相当于或高于优级纯试剂，主要用作滴定分析中的基准物，也可用于直接配制滴定液。光谱纯试剂的杂质低于光谱分析法的检测限，主要用于光谱分析中的标准物质。色谱纯试剂的杂质低于色谱分析法的检测限，主要用于色谱分析中的标准物质。

二、化学试剂的选用

化学试剂的纯度越高，价格越贵。因此，应根据分析任务、分析方法和对分析结果准确度的要求等，选用不同等级的化学试剂，既不超级别而造成不必要的浪费，也不随意降级别而影响分析结果的准确度。例如，滴定分析中常用的滴定液，一般应

选用分析纯试剂配制，再用基准试剂进行标定。在某些情况下（例如对分析结果要求不很高的实验）也可用优级纯或分析纯试剂代替基准试剂。滴定分析所用的其他试剂一般为分析纯试剂。

三、化学试剂的使用和保管

化学试剂使用不当或保管不善，极易发生变质或被污染，将会影响分析结果的准确度甚至造成实验的失败。因此，必须按要求使用和保管化学试剂。

1. 使用试剂前要认清标签，取用时不可将瓶盖随意乱放，应将瓶盖反放在干净的地方，取用后应立即盖好，以防试剂被其他物质沾污。

2. 固体试剂应用洁净干燥的牛角勺取用，液体试剂应用干净的量筒或烧杯倒取，倒取时标签朝上。多余的试剂不准放回原试剂瓶中，以防污染试剂。

3. 易氧化的试剂（如氯化亚锡、亚铁盐等）、易风化或潮解的试剂（如 AlCl_3 、 NaOH 等）使用后应重新用石蜡密封瓶口，易受光分解的试剂（如 KMnO_4 、 AgNO_3 等）应保存在暗处；易受热分解的试剂和易挥发的试剂应保存在阴凉处。

4. 受光、热、空气、水或撞击等外界因素的影响，可能引起燃烧、爆炸的（如金属钠、乙醇等）试剂，或具有强腐蚀性（浓 H_2SO_4 等）、剧毒性的试剂（如 NaCN 、 As_2O_3 、 HgCl_2 等）必须安全使用，妥善保管。

第三节 实验数据的记录和实验报告

在分析化学实验中，为了得到准确的测量结果，不仅要准确地测量各种数据，而且还要正确的记录和计算。实验结果不仅表示试样中待测组份的含量多少，而且还反映测定结果的准确程度。因此，及时地记录实验数据和实验现象，正确认真地写出实验报告，是分析化学实验中很重要的一项任务，也是分析工作者应具备的基本能力。为此，应注意以下问题：

1. 实验数据的记录 实验数据的记录应注意以下几点：①使用专门的实验记录本，其篇页都应编号，不得撕去任何一页。严禁将数据记录在小纸片上或随意记录在其他地方。实验数据的记录必须做到及时、准确、清楚。坚持实事求是的科学态度。严禁随意拼凑和伪造数据。实验记录上的每一个数据都是测量的结果，应检查记录的数据与测定结果是否完全相同。记录数据时，一切数据的准确度都应做到与分析的准确度相适应（即注意有效数字的位数）⑤记录内容力求简明，如能用列表法记录的则尽可能采用列表法记录。可参照“实验记录示例”所示。⑥当数据记录有误时，应将数据用一横线划去，并在其上方写上正确的数字。

2. 实验报告 实验完毕后，对实验数据及时进行整理、计算和分析，认真写出实验报告（使用专门的实验报告本或报告纸）。分析化学的实验报告一般包括以下内容：①实验名称和实验日期；②实验目的；③实验方法提要：用文字或化学反应式简要说明；④实验步骤：简要描述实验过程（用文字或箭头流程图表示）⑤实验数据记录与计算。⑥问题与讨论：对实验中出现的现象与问题，应加以分析和讨论，总结经验教训，以提高分析问题和解决问题的能力。

附 实验记录示例

示例 1 滴定液的标定

编 号		1	2	3
项 目	m_i			
	m_{i+1}			
	m (g)			
滴定记录 V (ml)	$V_{终}$			
	$V_{初}$			
	$V_{消}$			
浓度 (mol/L)	c_1			
	c_2			
	c_3			
	$\bar{c}$			
精密度	d	$d_1 =$	$d_2 =$	$d_3 =$
	$\bar{d}$			
	$R \bar{d}$			

注 此表适用于用多次称量法标定滴定液

示例 2 滴定液的标定

称量记录(g)		m_1		
		m_2		
		m		
稀释体积(ml)				
测定份数		1	2	3
溶液的体积(ml)				
滴定记录	$V_{终}$			
	$V_{初}$			
	$V_{消}$			
浓度 (mol/L)	c_1			
	c_2			
	c_3			
	$\bar{c}$			
精密度	d	$d_1 =$	$d_2 =$	$d_3 =$
	$\bar{d}$			
	$R \bar{d}$			

注：此表适用于用移液管法标定滴定液或测定样品的含量

示例 3 固体试样的含量测定

编 号		1	2	3
项 目				
称量记录 $m(\text{g})$	m_i			
	m_{i+1}			
	m			
滴定记录 $V(\text{ml})$	$V_{\text{终}}$			
	$V_{\text{初}}$			
	$V_{\text{消}}$			
含量百分比 (g/g)	$A_1\%$			
	$A_2\%$			
	$A_3\%$			
	$\bar{A}\%$			
精密度	d	$d_1 =$	$d_2 =$	$d_3 =$
	$\bar{d}$			
	$R\bar{d}$			

此表适用于用减重法称出多份样品，用滴定液滴定，计算样品的含量百分比。

示例 4 液体试样的含量测定

编 号		1	2	3
项 目				
试样取量 $V(\text{ml})$	V			
滴定记录 $V(\text{ml})$	$V_{\text{终}}$			
	$V_{\text{初}}$			
	$V_{\text{消}}$			
含量百分比 (g/ml)	$A_1\%$			
	$A_2\%$			
	$A_3\%$			
	$\bar{A}\%$			
精密度	d	$d_1 =$	$d_2 =$	$d_3 =$
	$\bar{d}$			
	$R\bar{d}$			

注：用比较法标定滴定液的浓度时也可用实验记录示例 4

(谢庆娟)

第二章 定性分析

第一节 定性分析实验注意事项

定性分析实验的目的主要是使学生掌握半微量分析的操作技术,养成严格、实事求是的科学态度,加深对理论知识的理解、验证。提高观察、分析和解决问题的能力。因此,对定性分析实验中有关注意事项提出以下要求:

1. 实验前充分预习实验内容 一次成功的实验,实验前的充分准备至关重要。所以要求学生在实验前,一定要认真阅读相关实验教材,预测实验中应发生的现象,做到“胸中有数”。明确该实验的目的任务、实验原理、操作的主要步骤和方法。

2. 实验过程中 应培养学生实事求是的科学的态度,努力学习掌握实验的技能技巧,注重操作技能的培养和提高。要求做到:

(1) 清洁整齐、有条不紊:半微量定性分析的鉴定反应一般很灵敏,所要求使用的仪器、工具必须清洁,否则无意混入的杂质使实验现象难以解释。定性分析手续繁多,要求具备有条不紊的工作程序,对每一份溶液、每一份沉淀,都要加以标记,有一定的存放次序。用过的离心管,滴管等要同干净的仪器严格分开。各种试剂的取用,要记清名称,以便正确的将滴管等归还原位,避免张冠李戴,使试剂污染或失效,导致实验失败或得出错误的结论。

(2) 仔细观察、深入思考:仔细的观察是掌握和积累知识的重要环节。例如,同样是白色沉淀的 AgCl 、 BaSO_4 、 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 的颗粒、晶型却各有区别,只有通过仔细的观察才可能得到明确、深刻的印象。

若所观察到的现象和教科书上的记载不相同,不应简单地照着书上写的去订正自己的记录,而应该运用所学的有关知识去弄清原因。

(3) 尊重客观事实:用记录本如实地、认真地做好实验记录。不准用零散纸页作记录。要尊重客观事实,如实地反映实验中的现象,不能弄虚作假。

3. 及时送交实验报告 根据实验的原始记录,以科学的态度填写好实验报告。实验报告要求内容完整、正确、字面清晰、简明扼要。

第二节 半微量定性分析中常用仪器及基本操作

一、半微量定性分析常用仪器

1. 离心试管 通常使用容量约为 5ml 底部成锥形的离心管 见图 2-1。底部成锥形是为了便于沉淀的离心沉降,易于辨认少量沉淀的生成和观察沉淀颜色。有的离心管壁附有体积刻度,称为刻度离心管,常用于调节溶液的酸度,以示溶液体积。离心管应放在离心管架上。

2. 搅拌棒 为搅拌反应溶液及蘸取试液用，它的长度应比离心试管稍长一些，如图 2-2 所示。

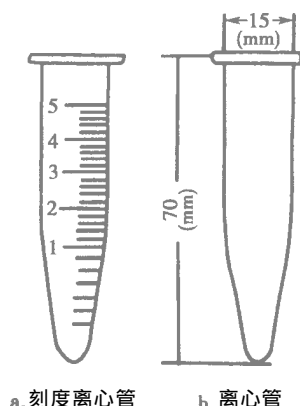


图 2-1 离心试管

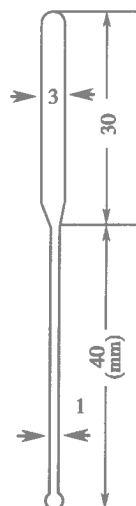


图 2-2 搅拌棒

3. 滴管 用于移取溶液、洗涤沉淀或滴加试剂等。滴管的尖端细而长，其上端附有橡皮头。标准滴管一般 20 滴为 1ml。毛细滴管一般 50 滴为 1ml。

4. 点滴板 是带有凹形穴的黑色或白色瓷板。白色瓷板用于观察生成有色沉淀或溶液颜色的改变，黑色瓷板用于观察白色沉淀的生成，其形状见图 2-3。

5. 气室 在定性分析中常用两块大小稍有不同干燥的表面皿扣在一起组成气室，见图 2-4。在气室上面的表面皿上放置一小片待鉴定气体的试纸或涂有一小块试剂；试液放在下面的表面皿中；试液加入试剂后立即将上面的表面皿盖好，必要时可在水浴上加热或放置片刻，移走上方的表面皿，观察试纸和试剂所发生的变化，以鉴定反应中所生成气体的成分。

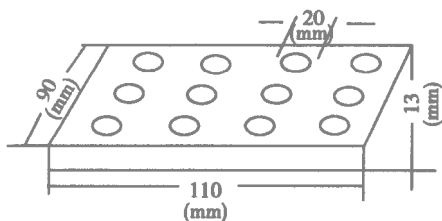


图 2-3 点滴板

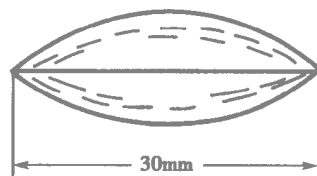
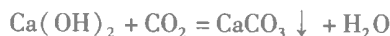


图 2-4 气室

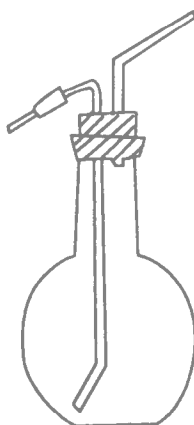
6. 验气装置 装置见图 2-5。在 5ml 离心试管上装一软木塞，塞中插入一玻璃棒或一滴管，玻璃棒或滴管尖端悬一滴试剂。离心管内盛有试液，加适当试剂于试液中后，立即塞上软木塞，使生成的气体与玻璃棒顶端上的试剂作用，生成混浊或有色化合物溶液以鉴定反应中所产生的气体。例如检验 CO_2 气体，可在玻璃棒尖端悬一滴 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 溶液，有 CO_2 气体生成，则尖端上的这一滴溶液变浑浊。反应如下：



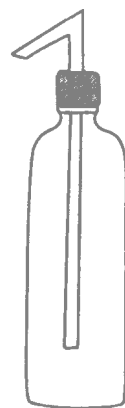
7. 洗瓶 洗瓶常用来装纯化水，用其冲洗所用仪器，有玻璃和塑料的两种。使用塑料洗瓶时 稍用力挤压瓶身 即可将水压出 使用玻璃洗瓶，一般用洗耳球将水吹出 见图 2-6。



图 2-5 验气装置



a. 玻璃洗瓶



b. 塑料洗瓶

图 2-6 洗瓶

8. 离心机 用于沉淀与溶液分离的仪器 如图 2-7 所示。

二、半微量定性分析的基本操作技术

1. 仪器的洗涤 为了使分析结果准确可靠，实验仪器须保持洁净。玻璃仪器如离心管应先用自来水冲洗后用刷子蘸取肥皂水刷洗，再用自来水冲洗，最后用少量纯化水润洗 2~3 次。如上述方法洗不干净或不能刷洗的仪器需用铬酸洗液浸泡一段时间，然后用自来水及纯化水洗净。

2. 滴加试剂 滴加试剂时 应注意滴管垂直 不可斜放 更不可倒置 滴管的尖端不可以触及离心管或其他容器的内壁或试液 以免沾污。

3. 试验溶液的酸碱性 定性分析中常要先试验溶液的酸碱性，试验前应先将溶液用细玻璃棒充分搅匀 然后用玻璃棒尖端蘸取少许溶液 滴至在已准备好的表面皿或点滴板上的 pH 试纸上，观察试纸颜色的改变，以了解溶液的酸碱性。

4. 沉淀 半微量定性分析的沉淀反应，常用以下几种方法进行。

(1) 在离心管中进行沉淀：先在管内放几滴试液，然后用滴管慢慢地加入一定量试剂 每加一滴试剂需用玻璃棒小心搅匀 使沉淀的结晶成长缓慢 以获得粗大的晶形沉淀，便于和溶液分离。如沉淀为胶体状，可在水浴上加热数分钟，或加入适当电解质。

检查沉淀是否完全的方法是：将反应混合物离心沉降，在上清液中小心滴加试剂 1 滴 如仍有沉淀生成 则表示沉淀尚未完全。这时 须再加入数滴试剂搅拌 必要时加热，直到沉淀完全。

(2) 在点滴板上进行沉淀：取试液 1 滴于点滴板凹穴之中。滴加试液 1 滴 用玻璃棒搅

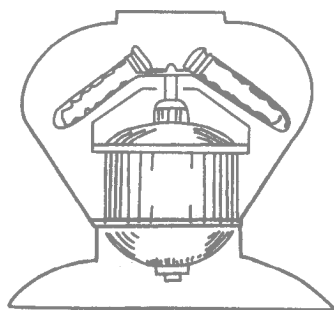


图 2-7 电动离心机

拌，即产生沉淀。必要时可在邻近的凹穴中做空白试验或对照实验。

(3)在载玻片上进行沉淀 在玻璃片的一端处放试液 1 滴 在相距 2~3cm 处再放试剂 1 滴 然后用细玻璃棒将两液沟通 或将玻片倾斜 使试剂缓缓流入试液中 二者接触后，就可看到沉淀的析出，或在显微镜下观察沉淀的结晶形状等。

5. 沉淀和溶液的分离 在半微量分析中，常用离心沉淀法来分离沉淀和溶液。这是利用离心力将沉淀微粒迅速下沉到离心管底部，使溶液完全澄清的方法。使用离心机一定要使离心机两端平衡，如将一支离心管装在套管中，一定要在其对面的套管中放一支同样大小，内装体积相同的水的离心管，保持平衡。否则旋转时发生振动，易损坏离心机。启动和停止离心机转动时 速度应由小逐渐增大 或从大逐渐减小。

离心沉降持续 1~2 分钟即可，取出离心管用毛细滴管将溶液转移到另一容器。离心管只剩下沉淀。离心液的转移操作见图 2-8。离心液也可用倾泻法转移。

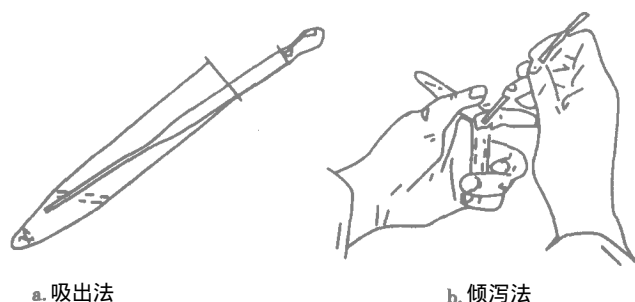


图 2-8 离心液的转移

6. 沉淀的洗涤 在分出溶液后的沉淀上加适量纯化水 (或其他洗涤液) 用玻璃棒仔细搅拌以增强洗涤效果 然后离心分离 用滴管将洗涤液吸出弃去。一般洗涤 2~3 次即可。

7. 沉淀的转移和溶解 离心管中的沉淀，如要移至另一容器中或作另用，可先加入几滴纯化水，将滴管伸进混合液中，压缩橡皮头，借挤出的空气搅动沉淀使之悬浮于溶液中，再将混浊液吸出即可。

若要溶解沉淀 可缓缓加入适当的溶剂搅拌 必要时置水浴上加热 以促进溶解。

8. 加热 定性反应如需加热，绝不能用离心管直火加热。因离心管不耐高温，而且易使溶液溅出或烧干，加热应在热水浴中进行。如果需要，可将离心管中的溶液移至磁坩埚中，放在石棉网上小心地用直火加热。

9. 纸上点滴反应 纸上点滴反应在近代定性分析方法中应用很广，因为纸的细小纤维所构成的无数小毛细管具有很大的表面 能强烈地吸附溶质 使溶液浓度显著增高，因而提高了反应的灵敏性。其次液体在纸上也可因纸的毛细管作用而扩散，不同的离子具有不同的扩散速度 因而可以分离干扰离子 提高反应的选择性。

操作方法如下 选质地较厚而又疏松的滤纸 大小约 $2\text{cm} \times 2\text{cm}$ 。将浸有试液的毛细管直立于纸的中央，

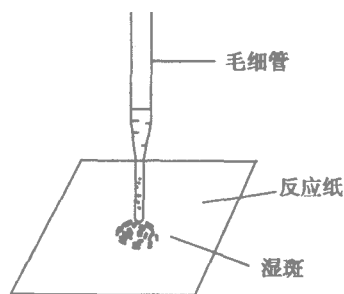


图 2-9 纸上点滴反应

使尖端和反应纸接触并轻轻压在纸上,直到纸上湿斑扩大到直径约为 5~10mm 移去毛细管。用同样方法将试剂加在湿斑上,观察所形成的色斑或色环,见图 2-9。

操作时应注意:①试液或试剂不能直接滴在纸上,否则因液滴太大而向四周分散;毛细管口要细,湿斑不可过大;③加试剂时必须按一定的顺序,否则可能得出错误结论。

10. 焰色反应 首先应将铂丝或镍铬丝的前沿弯成一小环状蘸取浓 HCl 在无色火焰中反复灼烧至火焰无杂色,稍冷,再用铂丝环蘸取置点滴板上的试样,于无色火焰中灼烧(必要时可以蘸取浓 HCl,再蘸取试样)。借助观察火焰的特殊颜色初步推测试样中可能存在的元素或离子。

实验一 已知阳离子的分别分析

【实验目的】

1. 熟悉常见阳离子的鉴定反应。
2. 掌握半微量定性分析的基本操作。

【仪器与试剂】

仪器:点滴板、离心试管、搅拌棒、表面皿、洗瓶、水浴箱、电动离心机、铂丝、玻棒。

试剂:各种阳离子试液、6mol/L NaOH、6mol/L HCl、 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 、6mol/L HAc、 $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 、 $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 、 NH_4SCN 、 NH_4Cl 、 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、 Na_2HPO_4 、 $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ 、 $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ 、邻二氮菲乙醇溶液、0.1% 四苯硼钠、醋酸氧铀锌、 I_2 试液、广泛 pH 试纸、石蕊试纸

【方法提要】

利用各种阳离子与不同试剂的特征性反应来鉴定某些阳离子。

【操作方法】

1. K^+ 的鉴定

(1) 取经加热灼除可能含有铵盐的 K^+ 试液 2 滴置点滴板上 再加 0.1% 四苯硼钠溶液与 2mol/L HAc 各 2 滴 有白色沉淀生成 示有 K^+ 。

(2) 焰色反应 取铂丝用盐酸湿润后 蘸取试样 在无色火焰中燃烧 火焰即显紫色; 但如有少量钠盐混存时 须隔蓝色玻璃透视 方能辨认。

2. Na^+ 的鉴定

(1) 取含 Na^+ 的中性试液 1 滴于离心管中 加醋酸氧铀锌溶液 即生成黄色沉淀 必要时用玻棒磨擦试管壁 示有 Na^+ 。

(2) 焰色反应 火焰呈鲜黄色。

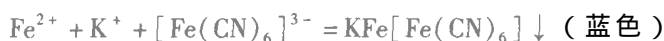
3. Ca^{2+} 的鉴定

(1) 取 Ca^{2+} 试液 10 滴于离心管中 加甲基红指示液 2 滴 用氨试液中和 再滴加盐酸呈酸性 加草酸铵溶液 即生成白色沉淀。离心分离 沉淀分两份,一份加 6mol/L HAc 数滴 沉淀不溶 另一份加 6mol/L HCl 数滴 沉淀溶解 示有 Ca^{2+} 。

(2) 焰色反应 火焰呈砖红色。

4. Fe^{2+} 的鉴定

(1) 取 Fe^{2+} 试液 1 滴于离心管中 加铁氰化钾溶液 2 滴 即生成蓝色沉淀 离心分离。沉淀分两份,一份加稀 HCl 不溶 另一份加 NaOH 溶液 沉淀分解成棕色 示有 Fe^{2+} 。



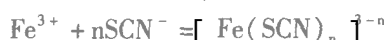
(2)取 Fe^{2+} 试液 1 滴于点滴板上 加 1% 邻二氮菲乙醇溶液 2 滴 即显深红色 示有 Fe^{2+} 。

5. Fe^{3+} 的鉴定

(1)取 Fe^{3+} 试液 1 滴于离心管中, 加亚铁氰化钾溶液 2 滴 即生成蓝色沉淀 离心分离。沉淀分两份, 一份加稀 HCl 不溶 另一份加 NaOH 溶液 沉淀分解成棕色 示有 Fe^{3+} 。



(2)取 Fe^{3+} 试液 1 滴于点滴板上 加 NH_4SCN 溶液 2 滴 即显血红色 示有 Fe^{3+} 。



反应在 HCl 酸性条件下进行。因为碱能破坏配合物。

6. Zn^{2+} 的鉴定 取 Zn^{2+} 试液 1 滴置离心管中 加亚铁氰化钾溶液 2 滴 即生成白色沉淀 离心分离。沉淀在稀盐酸溶液中不溶解 示有 Zn^{2+} 。

7. Mg^{2+} 的鉴定

(1)取 Mg^{2+} 试液 1 滴置离心管中 加氨溶液有白色沉淀生成 继续往管内滴加氯化铵溶液 沉淀溶解 再加磷酸氢二钠试液 1 滴振摇, 又生成白色沉淀。沉淀在氨试液中不溶, 示有 Mg^{2+} 。

(2)取 Mg^{2+} 试液 1 滴置离心管中 加 6mol/L NaOH 溶液 即生成白色沉淀 离心分离。沉淀分两份, 一份中加过量的氢氧化钠溶液不溶, 另一份中加碘试液沉淀转成红棕色 示有 Mg^{2+} 。

8. NH_4^+ 的鉴定

(1)取 NH_4^+ 试液 2 滴置离心管中 加氢氧化钠溶液数滴并稍过量 加热后分解出氨臭气, 遇湿润的红色石蕊试纸使之变蓝。生成的氨气能使经硝酸亚汞溶液湿润的试纸显黑色 示有 NH_4^+ 。

(2)取 NH_4^+ 试液 1 滴于点滴板上 加碱性碘化汞钾溶液 1 滴 即生成红棕色沉淀 示有 NH_4^+ 。

【注意事项】

半微量定性分析的各鉴定反应都有明显外观变化(如沉淀的生成和溶解、溶液颜色的变化、气体的逸出等)反应中应严格按照操作要求滴加试剂、试液 并非滴加试剂越多现象就越明显。

【报告内容】

1. 用表格方式列出各种阳离子分析的实验现象。
2. 解释说明实验现象(可用反应式表示)

【思考题】

1. 用 NH_4SCN 鉴定 Fe^{3+} 的反应为什么要在酸性条件下进行?
2. 鉴定反应试液和试剂的量一般为 1~2 滴 多加是否对鉴定反应更有利?

实验二 已知混合阳离子分析

【实验目的】

1. 熟悉常见阳离子系统分组方法。

2. 熟悉几种阳离子混合物分离鉴定方法。

3. 巩固半微量定性分析的操作。

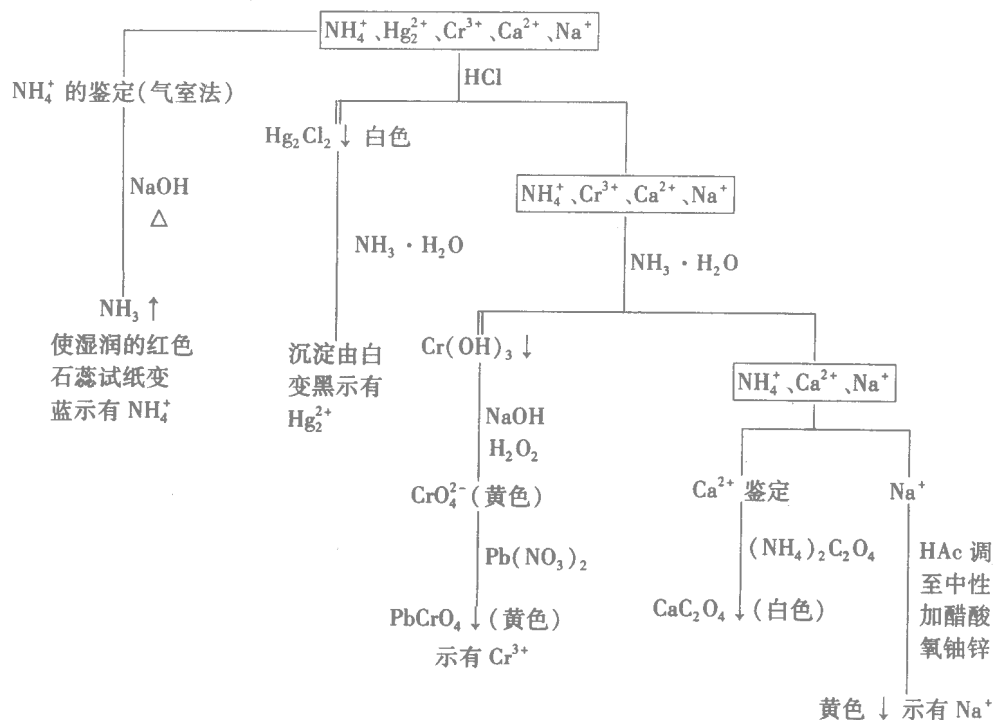
【仪器与试剂】

仪器：点滴板、离心管、搅拌棒、水浴箱、表面皿、洗瓶、电动离心机。

试剂：石蕊试纸 6mol/L HCl、6mol/L $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、6mol/L NaOH、HAc、3% H_2O_2 、 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 、 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 、 NH_4^+ 、 Hg_2^{2+} 、 Cr^{3+} 、 Ca^{2+} 和 Na^+ 的混合试液

【方法提要】

用组试剂将混合阳离子分离后，个别鉴定。分析示意图如下：



【操作方法】

1. NH_4^+ 的鉴定（气室法）在小表面皿内贴一湿润的红色石蕊试纸纸片，取混合试液 1 滴于大表面皿内凹处加 6mol/L NaOH 2~3 滴，将贴有试纸的小表面皿倒盖在大表面皿上观察试纸颜色变化。

如果红色石蕊试纸变蓝 示有 NH_4^+ 存在。

2. Hg_2^{2+} 与 Cr^{3+} 、 Ca^{2+} 、 NH_4^+ 、 Na^+ 的分离及鉴定 取阳离子混合液 1ml 置离心管中，加 6mol/L HCl 检查有无沉淀后 将沉淀 A 和溶液 A 分离 离心液置另一刻度离心管中。

沉淀 A 为 Hg_2Cl_2 。

溶液 A 内含 Cr^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Na^+ 、 NH_4^+ 。

Hg_2^{2+} 的鉴定 将沉淀 Hg_2Cl_2 用纯化水洗涤一次，弃去洗涤液，在沉淀中加入 6mol/L $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 2~3 滴搅拌 沉淀由白变灰变黑 示有 Hg_2^{2+} 。

3. Cr^{3+} 与 Ca^{2+} 、 Na^+ 、 NH_4^+ 的分离及鉴定 取溶液 A 数滴加 $6\text{mol/L NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 数滴 搅拌 有 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 沉淀生成 继续多滴几滴 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 使沉淀完全 水浴加热 离心分离。

沉淀(B)为 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 。

溶液(B)内含 Ca^{2+} 、 Na^+ 、 NH_4^+ 。

Cr^{3+} 的鉴定 在 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 的沉淀上加 6mol/L NaOH 5~6 滴及 3% H_2O_2 4 滴 水浴加热 搅拌 离心分离 溶液为黄色 CrO_4^{2-} 取此液数滴 加 6mol/L HAc 酸化 加 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 2 滴 产生黄色 PbCrO_4 沉淀 示有 Cr^{3+} 。

4. Ca^{2+} 、 Na^+ 的鉴定

(1) 取溶液(B) 2 滴 加 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 试剂 2 滴 有白色沉淀产生 示有 Ca^{2+} 。

(2) 取溶液(B) 数滴 加 6mol/L HAc 调至中性 加醋酸氧铈 有黄色沉淀生成 必要时摩擦管壁 示有 Na^+ 。

【注意事项】

1. 用组试剂将某组离子分离时，采用沉淀分离法，要求沉淀一定要完全，否则会影响后面离子的分离鉴定。

2. 在进行系统分析前，一定要做 NH_4^+ 的鉴定反应，因为所用的组试剂或介质会引入 NH_4^+ 。

【报告内容】

1. 阳离子系统分析示意图。

2. 表格表示各种阳离子分别分析的现象及解释说明。

【思考题】

1. 本实验阳离子分离步骤是否合理？你是否可以设计另一种分析方案？

2. 鉴定 Cr^{3+} 还有其他的方法吗？

(肖唐慧)

第三章 分析天平与称量

第一节 分析天平的称量方法

分析天平的称量方法有几种，主要有直接称量法、递减称量法和固定质量称量法。

1. 直接称量法 将天平调节零点后，把被称量物品放置在天平的左盘上（若称量样品则应将样品放在已知质量的干燥洁净的表面皿上），右盘先试加克以上的砝码，再用指数盘试加克以下的环码来进行平衡。达到平衡后（光幕标线在微分标尺 $0 \sim 10\text{mg}$ 刻度范围内）所加砝码质量及环码和光幕示重之和 即为被称量物品的质量。

称量物质量 (g) = 砝码质量 + 指数盘所示质量 + 光幕所示质量

全机械加码电光天平的直接称量法与上述不同之处仅在于：砝码加在左盘，被称量物放在右盘。

直接称量法主要用于称取固体物品的质量或一次称取一定质量的样品。被称量物的性质应稳定，空气中不易吸湿或挥发。

2. 递减称量法 利用两次称量之差，求得一份或多份被称量物的质量，称为递减称量法。称量时不用测零点。定量分析中称取多份样品或基准物质时常用递减称量法。这种方法称出样品的质量不要求固定的数值，只需在要求的一定范围内即可。适用于称取易吸湿、易氧化、易与二氧化碳反应的样品。将此类样品装在带盖的称量瓶中进行称量，既可防止样品吸湿和氧化，又便于称量。

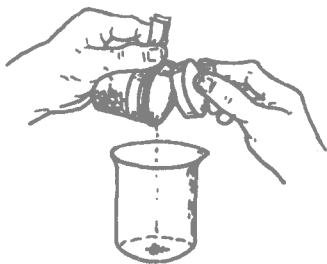


图 3-1 倾出样品操作

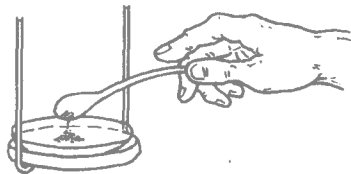


图 3-2 固定质量称量加样操作

操作方法 在洁净而干燥的称量瓶中放入适量样品 准确称其质量 设为 m_1 克 做好记录。取出称量瓶，移到事先准备好的盛放样品的洁净容器的上方，打开称量瓶盖，用瓶盖轻轻敲击倾斜的称量瓶口内缘，使样品慢慢落入容器之中。如图 3-1 所示。操作须细心，勿使样品撒落在容器外面。当敲出的样品适量后，缓缓直立称量瓶，同时用瓶盖轻轻敲击瓶口 使沾在瓶口的样品落回瓶内。盖好瓶盖 再准确称其质量 设为 m_2 克 两次称量之差 $m_1 - m_2$ 即为称出的第一份样品的质量。如此继续称量 便可称出多份样品。

这种方法的优点是称取多份样品时 可连续称量 减少读数次数 缩短称量时间。

3. 固定质量称量法 某些实验需准确称取一定质量的试样（如称取干燥的某纯品

0.3147g) 则用此法称量。用这种方法称量要求样品本身不吸水 在空气中性质稳定。操作方法是先在分析天平上准确称量干燥、洁净的表面皿的质量,记录数据。然后在右盘加上欲称量样品质量的砝码、环码,并记录微分标尺上应出现的毫克数。再非常仔细的用小药匙将样品慢慢地倒入表面皿中 接近停点时 药匙上只能取少量样品 用指尖轻弹药匙,每次只使极少量的样品落下,直到光幕上出现的数字与记录的毫克数一致,这样即可称得固定质量的样品。

这种方法的优点是称量计算简便,结果计算方便。

第二节 分析天平的使用规则

分析天平是贵重而精密的仪器,必须仔细地使用和维护,以保持天平的精密度和灵敏度。使用时应严格遵守以下规则。

一、天平室的规则

1. 天平必须安放在坚固的水泥台上,以免震动。
2. 天平对温度的波动十分敏感 因此 室温要相对稳定。天平要避免阳光的直射 以免天平梁变形。
3. 要保持天平室的清洁和干燥。天平箱内要放吸湿用的干燥剂,并定期检查与更换。
4. 天平室内不能存放或转移腐蚀性、挥发性的试剂(例如浓酸、氨水、碘及其他有机溶剂)。
5. 天平室内应保持安静,不许大声喧哗。尽量不要在天平室来回走动。进、出天平室时 脚步和动作要轻。与称量无关的物品不能带入天平室。

二、分析天平的使用规则

1. 称量前 先检查天平梁、吊耳等部件是否在正常位置 指数盘是否都回到了零位;砝码、环码是否齐全 环码的位置是否正常。
2. 检查天平是否水平 若不水平 调节天平箱下水平脚 使水平仪中的气泡位于中间。
3. 启动或休止天平时 应轻轻地、缓缓地转动升降枢 以保护刀口。
4. 切不可对未休止的天平有任何触动。从天平盘上取放称量物、加减砝码和环码以及调整、修理天平时 必须先休止天平 以免损坏刀口。
5. 称量物的温度应与天平的温度一致,不能称量潮湿或有腐蚀性的物品。
6. 砝码必须用镊子夹取,不得用手拿取。砝码和天平是配套的,不同盒内的砝码不能随意调换。砝码只能放在天平盘或砝码盒内,不可放在其他任何地方,以免沾污或腐蚀。
7. 试加砝码时应遵循‘从大到小 中间截取’的原则 转动指数盘时 动作不能太快,要逐档进行加减,以防环码跳落。砝码和称量物都应放在天平盘的中央。
8. 一个样品分析中 所有称量应该使用同一台天平和同一盒砝码 以减小误差。
9. 称量时 不要使用前门 以免呼出的气流、二氧化碳、水蒸气影响称量。读取零点、

停点时,要将天平两边的侧门关闭,以免空气对流,影响读数的准确性。

10. 称量完毕后,将砝码放回盒内原位置,并检查天平是否休止,打扫天平箱内的卫生,关好天平箱两侧的推门,套上防尘罩。

11. 不得任意移动天平的位置,如果发现天平有不正常的情况,或在称量过程中发生故障,不可自行修理,应及时报告老师。

第三节 分析天平常见故障及排除方法

称量时若违反操作规程,则会常常发生故障。各种常见故障产生的原因和排除方法如下。

1. 零点、停点变动性大 可能出现的原因有:

(1)天平放置不水平。

(2)侧门未关。

(3)称量物未冷却至室温。

(4)玛瑙刀口和刀承被沾污或磨损。

(5)天平各部件和螺丝发生松动或偏离正确的位置。

2. 吊耳脱落 可能出现的原因有:

(1)启动或休止天平时操作太重或太快。

(2)取放称量物或砝码时未休止天平。

(3)盘托过高,天平休止时将盘向上抬。用拨棍调节盘托螺丝的高低。将吊耳轻轻地重新挂上可以排除。

3. 天平摆动受阻 可能出现的原因有:

(1)空气阻尼器内外圆筒相碰或有轻微摩擦。天平位置不水平,可调节天平脚螺丝使之水平。

(2)环码和挂钩接触。将挂钩轻轻地向前或向后稍稍弯曲可使二者分开。

(3)盘托受阻,不灵活。可取下盘托,擦拭污垢,再滴少许机油。

4. 开启天平后灯不亮 可能出现的原因有:

(1)插头、插座接触不良,或电源线断开。

(2)灯泡烧坏或变压器损坏。

(3)底板下弹簧开关的接点不能闭合。可拨动弹簧片使之与接点紧密接触。

5. 天平休止后灯仍然亮 可能出现的原因有:

(1)底板弹簧片与接点不能断开。可将弹簧片适当拨开。

(2)弹簧开关的插头或插座上的连线短路。

6. 光幕上微分标尺模糊、标尺偏高或偏低 可能出现的原因有:

(1)微分标尺模糊,其原因是放大镜的焦距未调节好。可旋松放大镜的固定螺丝或放大镜筒的固定螺丝,前后移动镜座或镜筒,重新调整焦距。

(2)标尺偏高或偏低,可调节反射镜的角度调节手轮校正。

实验三 分析天平的性能测定

【实验目的】