

分析化学实验

刘 霞 主编



科学出版社

分析化学实验

刘霞 主编

科学出版社

北京

内 容 简 介

本书主要包括绪论, 化学实验的基本知识, 滴定分析实验常用仪器及基本操作, 基本实验以及综合、设计实验等内容。本书将理论与实验密切结合, 并对实验理论阐释透彻。根据教学大纲要求可分别做必做或选做实验。书后有附录, 包括分析化学实验中常用的数据。

本书可作为高等农林院校各专业本科生的分析化学实验教材, 也可供相关科研和技术人员学习、参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验 / 刘霞主编. —北京: 科学出版社, 2016.3

ISBN 978-7-03-047896-2

I. ①分… II. ①刘… III. ①分析化学—化学实验—高等学校—教材
IV. ①O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 058381 号

责任编辑: 赵晓霞 / 责任校对: 韩 杨

责任印制: 赵 博 / 封面设计: 迷底书装

科学出版社出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码: 100717

<http://www.sciencep.com>

文林印刷厂 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2016 年 3 月第 一 版 开本: 720×1000 1/16

2016 年 3 月第一次印刷 印张: 6 3/4

字数: 140 000

定价: 25.00 元

(如有印装质量问题, 我社负责调换)

《分析化学实验》编写委员会

主 编 刘 霞

编 委 (按姓名汉语拼音排序)

刘 霞 彭庆蓉 饶震红 舒展霞

张 莉 张春荣

前 言

分析化学实验是高等农林院校各专业本科生必修的一门重要基础课程。按照2015年3月科学出版社发布的“全国高等院校精品课程配套教材编写规划”立项通知要求，将《分析化学实验》作为“实验教学示范中心配套教材”进行了申报并得到了获批。

根据新制定的培养计划和新修订的教学大纲，编者总结多年的实验教学经验基础上，按照以能力培养为核心的分层次的实验教学体系，编写了本书。本书作为实验教学示范中心配套教材，在内容上力求简明扼要，条理清晰，逻辑性强，着重强调对学生的基本操作、基本技能及创新能力的培养。本书注重与实际应用密切联系，融入学科前沿和教学改革成果，力争做到内容创新、体系创新、理念创新。本书包括五部分内容：绪论，化学实验的基本知识，滴定分析实验常用仪器及基本操作，基本实验以及综合、设计实验。本书共计24个实验，其中7个为综合、设计实验，通过该实验培养学生创新思维能力和基本的科研能力，拓宽视野。

本书由刘霞担任主编。参加本书编写的有刘霞（第1章、第4章的实验1~4，第4章的实验7、实验10、实验14，实验15，第5章的实验18~24），张春荣（第2章、第3章），彭庆蓉（第4章的实验5、6），张莉（第4章的实验8、9），舒展霞（第4章的实验10~12），饶震红（第4章的实验13、16、17）。全书由刘霞统稿。

在本书的编写过程中，得到了科学出版社的大力支持和帮助，在此表示衷心的感谢。

编写本书时参阅和引用了大量的文献，在此一并对文献作者表示诚挚的感谢。

由于编写时间仓促，编者水平有限，书中难免有疏漏和不妥之处，恳请广大读者和同行给予批评和指正。

编 者

2016年1月

目 录

前言

第 1 章 绪论	1
1.1 实验目的	1
1.2 实验方法	1
第 2 章 化学实验的基本知识	2
2.1 实验室规则	2
2.2 实验室安全规则	2
2.3 化学实验事故的处理	3
第 3 章 滴定分析实验常用仪器及基本操作	5
3.1 电子天平	5
3.2 滴定管	8
3.3 移液管和吸量管	14
3.4 容量瓶	16
3.5 重量分析法的基本操作	17
第 4 章 基本实验	23
实验 1 酸碱标准溶液的配制	23
实验 2 酸碱的比较滴定	25
实验 3 氢氧化钠溶液的标定	28
实验 4 盐酸溶液的标定	31
实验 5 食用醋中乙酸含量的测定	33
实验 6 氨水中氨含量的测定	35
实验 7 纯碱的测定	37
实验 8 天然水硬度测定	40
实验 9 高锰酸钾法测定 H_2O_2	42
实验 10 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	45
实验 11 硫酸铜中铜含量的测定 (间接碘量法)	48
实验 12 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中钡含量的测定	50
实验 13 重铬酸钾容量法测定铁矿石中的全铁含量	53
实验 14 磷钼蓝分光光度法测磷	56
实验 15 磺基水杨酸分光光度法测定铁	61

实验 16 自来水中氯含量的测定	63
实验 17 电位滴定法测定乙酸的含量及其解离常数	66
第 5 章 综合、设计实验	69
实验 18 水中化学耗氧量的测定	69
实验 19 碘盐中碘含量的测定	72
实验 20 硫酸铵肥料中氮含量的测定 (甲醛法)	74
实验 21 鸡蛋壳中钙含量的测定	76
实验 22 果蔬中维生素 C 的测定	77
实验 23 洗衣粉中磷含量的测定	79
实验 24 新鲜蔬菜中胡萝卜素的提取及测定	80
主要参考文献	82
附录	83
附录 1 不同温度下水的饱和蒸气压	83
附录 2 常用酸碱的浓度	84
附录 3 弱酸、弱碱的解离常数 K^{\ominus} (18~25℃)	85
附录 4 难溶电解质的溶度积常数 K_{sp}^{\ominus} (18~25℃)	86
附录 5 标准电极电势	87
附录 6 常见配离子的稳定常数 K_f^{\ominus}	97
附录 7 常见化合物的相对分子质量	98

第1章 绪 论

1.1 实验目的

分析化学是一门实验性极强的学科。在分析化学的发展中，分析化学理论起了十分重要的作用，但仍然可以说没有分析化学实验就没有分析化学。

通过分析化学实验，可加深学生对分析化学基本概念和基础理论知识的理解，掌握基本的实验方法、规范的实验操作技能，提高分析问题和解决问题的能力，培养学生严谨求实、一丝不苟的科学态度，锐意进取的科学精神。更重要的是通过分析实验使学生树立严格的“量”的概念，并能够根据实验的要求选择、设计实验方案和分析方法，通过实验数据的处理和误差分析得到准确的实验结果。

通过分析化学实验，逐步训练学生的科学思维和科学方法，从而具有探究未知的本领和能力，为后续课程的学习和科研工作打下坚实的基础。

1.2 实验方法

1. 预习

实验课前必须认真预习。除要明确了解实验目的、实验步骤、实验内容和注意事项外，还需撰写预习报告、列好表格、查好相关数据。

2. 实验

化学家戴安邦指出：“化学实验是实施全面化学教育的最有效的教学形式”，可见化学实验在化学教学中具有十分重要的作用。

(1) 严格按照规范操作进行，仔细观察实验现象，及时且如实地记录现象和测得的数据。

(2) 认真思考，若发现实验异常或产生较大误差时，应找出原因，必要时可重做实验。

(3) 实验时保持肃静，保持实验台面清洁整齐。

3. 实验报告

实验报告包括实验目的、基本原理、实验步骤、数据记录及处理、误差分析、结论和讨论。分析化学实验报告突出体现的是对实验原始数据进行正确的分析，需经误差分析得到准确的实验结果和科学的实验结论。

第2章 化学实验的基本知识

2.1 实验室规则

当学生进入实验室后，需遵守如下实验室规则：

- (1) 应保持实验室安静，不得在实验室内嬉戏喧哗。
- (2) 要尽快熟悉电源开关、灭火器、洗眼器、电话等安全设备的放置位置和使用方法。
- (3) 应保持实验台面整洁，台面及实验柜内的仪器应有序摆放。实验结束，应及时清洗所用仪器，并将试剂放回原处。
- (4) 保持水槽干净，切勿往水槽中乱抛杂物。火柴梗、废纸片、碎玻璃等固体废弃物应投入废物箱，废酸和废碱等液体废弃物应小心倒入废液缸内。
- (5) 要爱护实验室的仪器设备。损坏仪器应及时补领或赔偿。使用精密仪器时，应严格遵守操作规程，不得任意拆装和搬动。用毕，应登记，请教师检查签字。
- (6) 实验完毕，应请教师检查仪器、实验台面，符合要求后离开实验室。值日生负责打扫和整理实验室。最后应检查水、气开关是否关紧，切断电源。关闭窗口。

2.2 实验室安全规则

在分析化学实验中，经常使用易碎的玻璃仪器，易燃、易爆、有腐蚀和有毒性的化学试剂，电器设备及煤气等。如操作不当，则会影响实验的正常进行，甚至危及人身安全，给国家财产造成重大损失。因此，必须严格遵守实验室安全规则。

- (1) 实验室严禁饮食、吸烟，严禁将任何化学试剂入口品尝。实验完毕应洗手。
 - (2) 正确使用电器设备，确保安全第一。切不可用湿润的手去开启电闸和电器开关。电源打开后，如发觉无电必须立即关闭。
 - (3) 应正确使用铬酸洗液、浓酸、浓碱、溴等具有强腐蚀性的试剂，切勿溅到皮肤和衣服上。如溅到身上应立即用水冲洗，溅到实验台上或地上时要用水稀释后擦掉。
- 要注意保护眼睛，必要时戴上防护眼镜。

(4) 遇有下列试剂, 如 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等浓酸及实验过程中产生的有刺激性或有毒气体(如 H_2S 、 Cl_2 、 Br_2 、 NO_2 、 CO 等)应在通风橱内操作。

(5) 剧毒试剂(如 KCN 、 As_2O_3 、 HgCl_2)使用时应格外小心!用过的废液切不可倒入下水道或废液桶中,应回收后集中处理。

(6) 使用乙醚、乙醇、丙酮、苯等易燃性有机试剂时,应远离火源,用后盖紧瓶塞,置阴凉处保存。钾、钠和白磷等在空气中易燃烧的物质,应隔绝空气存放。钾、钠保存在煤油中,白磷保存在水中,取用时应使用镊子。

(7) 加热试管中的液体时,切不可将管口对着自己或他人,也不可俯视正在加热的液体,以防液体溅出伤人。闻气体的气味时,应当用手轻轻扇动气体,让少量气体飘入鼻孔进行嗅闻。

2.3 化学实验事故的处理

实验过程中如不慎发生意外事故,应立即向教师报告并及时采取救护措施,处理后受伤严重者应马上送医院医治。

1. 酸灼伤

如果实验过程中被酸液灼伤,应马上用大量水冲洗,然后用饱和 NaHCO_3 溶液或肥皂水冲洗,再用水冲洗,最后涂上烫伤膏。如果酸液溅入眼内,应立刻用大量水冲洗,然后用 2% $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 溶液洗眼,最后用蒸馏水冲洗。

2. 碱灼伤

如果实验过程中被碱液灼伤,要立即用大量水冲洗,然后用 1% HAc 溶液冲洗,最后用水冲洗干净并涂敷硼酸软膏。如果碱液溅入眼内,应马上用大量水冲洗,再用 3% H_3BO_3 溶液冲洗,最后用蒸馏水冲洗。

3. 溴灼伤

如果是溴灼伤,应立即用乙醇或 10% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液洗涤伤处,再用蒸馏水冲洗干净,然后涂敷甘油。

4. 磷灼伤

若不慎被磷灼伤,马上用 5% CuSO_4 溶液或 KMnO_4 溶液洗涤伤口,然后用浸过 CuSO_4 溶液的绷带包扎。

5. 烫伤

如果被烫伤,切不可用水冲洗,应尽快在烫伤处涂烫伤膏或万花油。严重者

立即送医院诊治。

6. 吸入刺激性或有毒气体

吸入 Br_2 、 Cl_2 、 HCl 等气体时，可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气以解毒。若吸入 H_2S 气体而感到不适时，应马上到室外呼吸新鲜空气。

7. 触电

如发生触电事故，应立即切断电源，必要时进行人工呼吸。

8. 着火事故的紧急处理

如遇着火事故，室内人员应保持冷静，要根据起火原因立即采取相应的灭火措施。首先切断电源，移走易燃试剂。有机溶剂和电器设备着火，马上用四氯化碳灭火器、专用防火布、干粉等灭火，切不可用水或泡沫灭火器灭火。

第3章 滴定分析实验常用仪器及基本操作

3.1 电子天平

3.1.1 电子天平的原理

电子天平是一种利用电磁力平衡原理实现称量的称量衡器，即测量物体时采用电磁力与被测物体重力相平衡的原理实现测量。由于电子天平没有机械天平的横梁，没有升降枢装置，全程不用砝码，直接在显示屏上读数，所以具有操作简单、性能稳定、称量速度快、灵敏度高等特点。目前一般电子天平还具有去皮（净重）称量、累加称量、计件称量等功能，并配有对外接口，可连接打印机、计算机、记录仪等，实现了称量、记录、计算自动化。

3.1.2 电子天平的分类

电子天平按其精度可分为超微量天平（称量范围为2~5g）、微量天平（称量范围一般为3~50g）、半微量天平（称量范围为20~100g）、常量天平（称量范围一般为100~200g），它们的分度值小于（最大）称量的 10^{-5} 。而电子天平其实是常量天平、半微量天平、微量天平和超微量天平的总称（图3-1）。

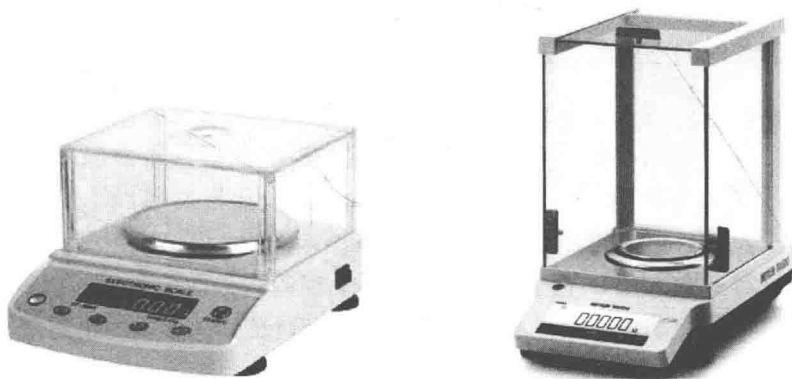


图3-1 电子天平的外观

3.1.3 电子天平使用方法

- (1) 天平应放在避风、稳定、无震动的台面。
- (2) 调节水平：调节两只水平调节螺丝，使水平泡位于中央位置。

(3) 接通电源, 单击【On】键, 天平自检(显示屏上)出现“0.0000g”时, 自检结束, 天平处于可操作状态。

(4) 调整校准: 单击【CAL】键, 放上校准砝码, 天平自动进行校正。校正结束, 取下校准砝码。天平显示屏上出现“0.0000g”时即可正常使用。

(5) 称量: 将空容器放在天平的托盘上, 去皮(点击【TAPE】键), 向容器内加入称量样品, 则显示净重。记录称量数据。取出容器, 再点击【TAPE】键清零。

(6) 关闭电源。

(7) 填写使用记录。

注意事项:

(1) 使用前务必仔细阅读说明书。

(2) 使用过程中应保持天平室清洁, 切勿使样品撒落在天平内。

(3) 使用完毕要如实填写使用记录。

3.1.4 电子天平的维护与保养

(1) 天平应置于稳定的工作台上, 避免震动、气流及阳光照射。

(2) 电子天平应按说明书的要求进行预热。

(3) 称量易挥发和具有腐蚀性的物品时, 要盛放在密闭的容器中, 以免腐蚀和损坏电子天平。

(4) 经常对电子天平进行自校或定期外校, 保证其处于最佳状态。

(5) 操作天平不可过载使用, 以免损坏天平。

(6) 若长时间不用电子天平时应暂时收藏好。

3.1.5 物质的称量方法(电子天平)

1. 直接法

天平零点调好后, 将被称物用一干净的纸条套住(也可采用戴汗布手套、用镊子或钳子等适宜方法), 放在天平秤盘中央, 所得读数即被称物的质量。这种方法适用于称量洁净干燥的器皿、棒状或块状的金属及其他整块的不易潮解或升华的固体样品。

2. 固定质量称量法

此法用于称取指定质量的试样。适用于称取在空气中性质稳定的粉末状或小颗粒试样, 如金属、矿石、合金等。其操作如下: 先称出容器(如表面皿、称量纸)的质量, 然后用药匙将试样慢慢加入盛放试样的器皿(或称量纸)中,

并极其小心地将盛有试样的药匙伸向称盘中容器上方 2~3cm 处，药匙的另一端顶在掌心，用大拇指、食指拿住药匙，用左手食指轻轻敲打右手手腕，将试样慢慢抖入容器中（图 3-2），直到显示所需质量。如不慎加多了试样，需重复上述操作直到合乎要求为止。



图 3-2 固定称样

3. 差减称量法

差减称量法适用于连续称取多份易吸水，或易氧化，或易与 CO_2 反应的物质。称取样品的质量只要控制在一定的要求范围内即可。操作如下：将适量的试样装入洁净干燥的称量瓶中，用洁净的小纸条套在称量瓶上（图 3-3），将称量瓶放在天平称盘中心，设称得其质量为 $m_1\text{g}$ 。取出称量瓶，用左手将其举在盛接试样的容器（烧杯或锥形瓶）上方，右手用小纸片夹住瓶盖柄，打开瓶盖，将称量瓶慢慢向下倾斜，并用瓶盖轻轻敲击瓶口，使试样慢慢落入容器内（图 3-4）。当估计倾出的试样已接近所要求的质量时，慢慢将称量瓶竖起，用盖轻轻敲瓶口，使黏附在瓶口上部的试样落入瓶内，然后盖好瓶盖（从打开称量瓶盖到盖上瓶盖，整个操作过程都应在烧杯或锥形瓶口中央的正上方），将称量瓶再放回天平盘上称量。如此反复数次直到倾出的试样质量达到要求为止。设此时称量瓶质量为 $m_2\text{g}$ ，则称出试样为 $(m_1 - m_2)\text{g}$ 。按上述方法连续操作，可称取多份试样。例如

	I	II	III
称量瓶与试样质量 m_1 g:	25.3830	25.1347	24.9047
倾出试样后称量瓶与试样质量 m_2 g:	25.1347	24.9047	24.6535
试样质量 mg	0.2483	0.2300	0.2512

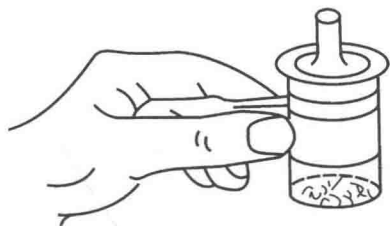


图 3-3 称量瓶



图 3-4 试样敲击的方法

3.2 滴 定 管

滴定管是可放出不固定量液体的量出式玻璃量器，主要用于滴定过程中准确测量标准溶液的体积。滴定管的管身是用细长而内径均匀的玻璃管制成，上面有均匀

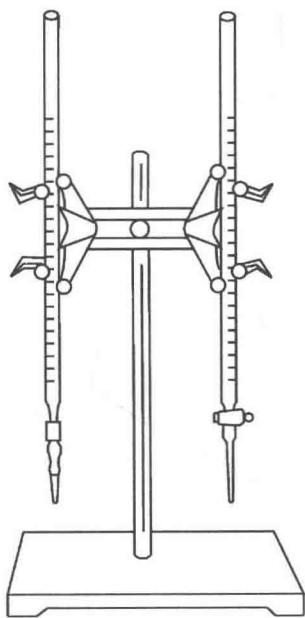


图 3-5 滴定管

的分度线。常量分析的滴定管容积有 50mL 和 25mL 两种，最小刻度为 0.1mL，读数可估计到 0.01mL。另外，还有 10mL、5mL、2mL、1mL 的半微量或微量滴定管。按盛放溶液性质不同，滴定管分为两种（图 3-5）：一种是下端带有玻璃活塞的酸式滴定管；另一种是管的下端连接一段乳胶管的碱式滴定管，乳胶管内放一玻璃珠，乳胶管下端再连接一个尖嘴玻璃管，用手指捏玻璃珠周围的乳胶时，便会形成一条狭缝，溶液即可流出，并可控制流速。玻璃珠的大小应适当，过小会漏液或在使用时上下移动，过大则在放液时手指很吃力，操作不方便。

酸式滴定管用于盛放酸性和氧化性溶液，但不能盛放碱性溶液，因碱性溶液会腐蚀玻璃活塞，放置久了，活塞将不能打开。碱式滴定管用于盛放碱性溶液，但不能盛放与乳胶管发生反应的氧化性溶液，如 KMnO_4 、 I_2 等。

3.2.1 酸式滴定管的洗涤与涂油

首先检查活塞的密合性，将活塞用水润湿后插入活塞套内，管中充水至最高标线，垂直固定在铁架台上，15min后漏水不应超过1个分度(0.1mL)。

其次是洗涤滴定管，洗涤方法根据其沾污程度而定。一般情况下用自来水冲洗；如洗不净，先用普通洗涤剂洗涤，然后用自来水冲洗，再用蒸馏水洗两三次。如还洗不净，则应用铬酸洗液洗涤。若滴定管中有少量的污垢，可装入约10mL洗液，双手平托滴定管的两端，不断转动滴定管，使洗液布满全管。在放平过程中，滴定管口应对着洗液瓶口(或烧杯)，以防洗液洒到外面。洗完后，将洗液分别由两端放出，倒回原瓶。如果滴定管太脏，可将滴定管装满洗液，固定在滴定管架上放置一段时间(为防止洗液滴在实验台上，滴定管下方应放一烧杯)，然后用自来水将洗液冲净，再用蒸馏水润洗3次，每次用水约10mL。洗净后的滴定管内壁应被水均匀润湿而不挂水珠。如挂水珠，应重新洗涤。

为使酸式滴定管的活塞不漏水且转动灵活，必须给活塞涂油，实验步骤如下：把滴定管中的水倒掉，平放在实验台上，取出活塞。用滤纸片将活塞及活塞套表面的水及油污擦干净。用玻璃棒(也可用食指)蘸上少量凡士林油，均匀地涂在活塞的A、B两部分(图3-6)。油不要涂得太多，以免活塞孔被堵住，也不能涂得太少，否则达不到转动灵活与防止漏水的目的。涂好油后，将活塞插入平放在实验台上的滴定管活塞套中，插入时活塞孔应与滴定管平行方向插入，以免将油脂挤到活塞孔中。活塞插好前滴定管不可直立，否则活塞套会被管中残留的水润湿。插好活塞后，可拿起滴定管，向同一方向旋转活塞，旋转时，应有一定的向活塞套挤压的力，避免来回移动活塞，使塞孔被堵。最后用橡皮圈将活塞套在活塞小头部分沟槽上，以免活塞被碰松动时脱落打碎。套橡皮圈时应用手抵住活塞柄，不得使活塞松动。否则，活塞松动，影响密合性，甚至会使用活塞掉下来打碎。涂油后的滴定管，活塞应转动灵活，凡士林层中没有纹络，活塞呈均匀的透明状态。滴定管活塞涂好油后，将管中充满水，放在滴定管架上直立静置2min，观察流液口及活塞两端是否有水滴渗出，然后将活塞旋转180°，再放置2min，继续观察有无水滴渗出。若两次检查均无水滴渗出，即可使用，否则应重新涂油后检查不漏水再使用。

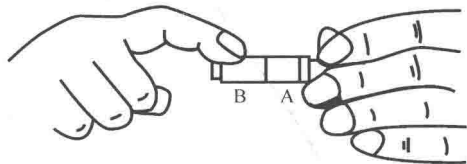


图3-6 活塞涂油操作

如果活塞孔或出口尖嘴被凡士林堵塞时，可将滴定管充满水后，将活塞打开，用洗耳球在滴定管上部挤压、鼓气，即可将油排除。

3.2.2 碱式滴定管的洗涤

使用前应检查乳胶管是否老化、变质，玻璃珠大小是否合适，若不合要求，应及时更换。

洗涤方法与酸式滴定管相同，如需用洗液时，应将玻璃珠向上推至与滴定管管身下端相接触，以防止洗液与乳胶管接触。

3.2.3 滴定管的使用方法与滴定操作

1. 标准溶液（或待标定的标准溶液）的装入

为了保证操作溶液的浓度装入滴定管中后不发生变化，必须做到以下三点：

(1) 装标准溶液之前必须将试剂瓶中的溶液摇匀，使凝结在瓶壁上的水珠混入溶液。

(2) 标准溶液应从试剂瓶中直接装入滴定管，不得用其他容器（如烧杯、漏斗等）来转移。左手持滴定管上部无刻度处，并稍微倾斜，右手拿住试剂瓶向滴定管倒入溶液。如用小试剂瓶，右手可握住瓶身；如用大试剂瓶，可将瓶放在实验台上，握住瓶颈，使瓶倾斜，将溶液慢慢倾入滴定管中。

(3) 为了保证装入滴定管中的标准溶液不被稀释，必须用该溶液润洗滴定管两三次，每次用 10mL 左右的溶液，平放滴定管，双手托住滴定管两端无刻度部位，边转动边倾斜，使溶液充满全部内壁，然后将溶液从流液口放出弃去。最后，将标准溶液装入至“0”刻度以上。

2. 管嘴气泡的检查及排除

滴定管中装好溶液后应检查其下端尖头部分是否未被溶液充满而留有气泡。酸式滴定管的气泡一般容易看出，当有气泡时，右手拿管上部无刻度处，并将滴定管倾斜 60°，左手迅速旋开活塞，使溶液急速流出的同时将气泡赶出。碱式滴定管的气泡往往在乳胶管内和出口玻璃管内存留，对光检查则易发现。将滴定管倾斜 30°，用左手的食指和拇指捏玻璃珠部位，乳胶管向上弯曲的同时捏挤乳胶管，使溶液急速流出的同时将气泡赶出（图 3-7）。



图 3-7 碱管排气泡

3. 滴定姿势

一般采取站姿滴定，要求操作者身体站正。有时为操作方便也可坐着滴定。