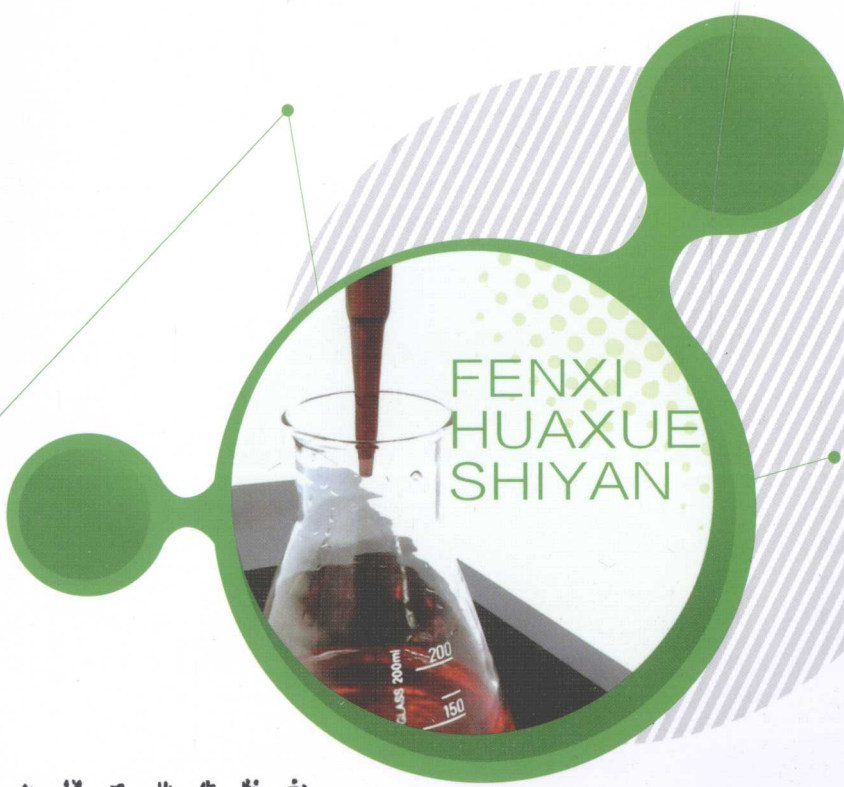


高等学校教材

分析化学实验

李慎新 主 编
卢 燕 向 珍 副主编



FENXI
HUAXUE
SHIYAN



化学工业出版社

高等学校教材

分析化学实验

李慎新 主 编
卢 燕 向 珍 副主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书专门为理工科近化学类专业的学生量身打造,内容选取以实用、够用为原则。本书在介绍了分析化学实验基本原理之后,选取了13个经典的分析化学实验,既有基本操作训练,又有与专业联系紧密的工业分析和水分析实验。本书可作为环境、生物、食品、材料等专业的教材。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/李慎新主编. —北京:化学工业出版社,
2010-8
高等学校教材
ISBN 978-7-122-08827-7

I. 分… II. 李… III. 分析化学-化学实验-高等学校-
教材 IV. Q652.1

中国版本图书馆CIP数据核字(2010)第108754号

责任编辑:宋林青 金 杰
责任校对:王素芹

装帧设计:史利平

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
印 装:北京云浩印刷有限责任公司
850mm×1168mm 1/32 印张4 彩插1 字数96千字
2010年8月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686)

售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:10.00元

版权所有 违者必究

前 言

分析化学是研究物质的组成、含量和结构等有关信息以及相关理论的科学。

分析化学实验是分析化学课程理论联系实际的重要组成部分。其课程的目的和任务是：在分析化学基础理论的指导下，综合运用相关学科的知识，掌握分析化学各种方法的原理和测试方法、所采用仪器的工作原理和操作、测量数据的处理、测量结果和结论的正确表达。由于分析化学实验课程本身的特有性质，它在培养学生严格、认真和实事求是的科学态度和坚韧不拔的工作精神提高学生观察、分析、判断问题的能力，刻苦进行科学研究的良好素质等方面具有特殊作用。

由于现在班级规模大、课程学时少，为了达到使每一个学生能够得到更好的系统实验技能训练的目的，我们把实验的具体内容分单元。本书主要包括三部分。分析化学实验基本知识、单元课堂实验和附录。分析化学实验基本知识部分共六章；单元课堂实验为分析化学实验的具体内容，共五个单元，因为沉淀滴定和重量分析的内容许多专业基本不开展，所以本书没有编入，而编入了一些在工业分析化学实验和水分析化学实验中常常涉及的实验内容，为相关的学科实验提供参考。

本书由李慎新主编。参加编写的人员和编写的内容如下：卢燕（实验 3、4），向珍（实验 6、8、11、12），王涛（实验 1 和绪论、第一部分第 5 章分析天平）、其余内容由李慎新编写。全书由李慎新统稿。

本书的出版得到了四川理工学院教务处和化学与制药工程学院

领导的关心和大力支持，承担分析化学实验教学的老师们对本书的编写提出了宝贵意见。在此表示衷心感谢！

由于编者水平所限，书中难免有不妥之处，望读者批评指正。

编者

2010 年 5 月

目 录

绪论	1
第一部分 分析化学实验基本知识	6
第 1 章 分析化学实验室安全知识和规则	6
第 2 章 分析化学实验用水	13
第 3 章 分析化学实验常用试剂的规格及试剂的使用和保存	15
第 4 章 定量化学分析中的常用器皿	18
第 5 章 分析天平	20
第 6 章 滴定分析基本操作	38
第二部分 单元课堂实验	50
一、基本操作实验单元	50
实验 1 分析天平基本操作及称量练习	50
实验 2 酸碱溶液的配制和浓度的比较——滴定分析基本操作训练	54
二、酸碱滴定分析法实验单元	58
实验 3 酸的配制和标定及混合碱中 NaOH 及 Na_2CO_3 含量的测定	58
实验 4 碱的配制和标定及硫酸铵含氮量的测定（甲醛法）	62
实验 5 水中碱度的测定（酸碱滴定法）	66
实验 6 果汁饮料中总酸度的测定——酸碱滴定法	69
三、配位滴定分析法实验单元	72
实验 7 EDTA 标准溶液的配制和标定及水硬度的测定	72
实验 8 总铁的测定——EDTA 滴定法	78

四、氧化还原滴定分析法实验单元	81
实验 9 高锰酸钾标准溶液的配制和标定及过氧化氢含量的测定	81
实验 10 水中高锰酸钾盐指数的测定 (高锰酸钾法)	85
实验 11 化学需氧量的测定——重铬酸钾法	89
五、分光光度法实验单元	93
实验 12 钢铁中磷的测定——磷钼蓝光度法	93
实验 13 邻二氮菲分光光度法测定铁的条件研究及微量铁的测定	96
附录	100
附录 1 常用酸、碱溶液的配制	100
附录 2 分析实验中有关单位符号	101
附录 3 常用基准物质的干燥条件和应用	102
附录 4 弱酸及其共轭碱在水中的离解常数 (25°C , $I=0$) ...	103
附录 5 常用的缓冲溶液	105
附录 6 常用的指示剂	106
附录 7 氨羧配合剂类配合物的稳定常数	109
附录 8 常见化合物的摩尔质量	110
参考文献	115

绪 论

1. 分析化学实验的要求

分析化学实验课程的基本要求是：在实验教学过程中，注重培养学生发现问题和解决问题的能力，要求学生自觉、主动地接受严格训练，培养学生进行科学研究的良好实验习惯。实验前做好充分的预习，实验中注意观察现象，按要求做好原始记录，实验后正确处理所得数据，能够正确表达测量结果和结论，写出合乎要求的实验报告。

2. 实验前的预习

实验前的预习是进实验室进行实验的必须准备。进实验室前必须做到：

(1) 明确实验目的和要求，查阅有关文献资料，弄通实验原理（理论准备）。

(2) 列出实验所需的仪器和试剂（标明规格），并计划好试剂、基准物、试样的所需量（物质准备）。

(3) 拟定实验提纲，简明扼要地列出实验程序、操作方法和实验次数（这项作为预习的重点），并预先画好数据记录表格，使记录数据一目了然（工作准备）。

(4) 准备好分析化学实验预习记录本，将一个实验的预习、原始记录、数据处理等（即实验的全过程）都写在同一个本子上（实验收获）。

3. 实验数据的记录和处理

原始记录是科学实验最宝贵的第一手资料，应以实事求是的科学态度准确、客观地记录有关数据和现象，切忌夹杂主观因素。即使实验数据并不理想，也只能认真地分析原因，绝不能虚造或拼凑数据。记录数据应注意以下几点。

(1) 用钢笔或圆珠笔记录数据, 不要用铅笔, 以免模糊不清造成失误。

(2) 字迹要清楚, 记下的数据需改动时, 应将错误数据用横线划去, 再在旁边写上正确的数字, 不要在原来的数据上涂改。

(3) 记录测量数据时, 应根据测量仪器的性能和实验的具体要求, 保留应有的有效数字。如滴定管应读至小数点后两位, 24.32mL 等。

(4) 根据实验要求进行数据以及误差的处理, 并写出合乎要求的实验报告。

4. 实验报告

实验完毕后, 应及时将所得数据进行处理, 并写出合乎要求的实验报告。没有实验报告的实验是一次无效的实验。分析化学实验报告的内容一般包括以下内容:

(1) 实验编号, 实验名称。

(2) 实验目的、意义。

(3) 实验内容

简明写清楚用什么实验方法、怎样测定试样中的什么组分等。

(4) 实验结果的表示

要求用表格、图形将实验结果简明地表示出来。并将数据处理的主要过程和计算公式列出, 按实验要求计算结果, 得出正确结论。

(5) 问题讨论

根据实验中观察到的现象、出现的问题、误差的大小等进行讨论分析, 以提高分析问题和解决问题的能力。

5. 实验成绩的评定

实验成绩的构成为: 平时成绩 60% + 单元操作考核 40%。

平时成绩包括: ①预习 (占 15%); ②原始记录 (占 15%); ③实验操作技术 (占 20%); ④纪律和卫生 (占 10%); ⑤结果报

告(占40%)。实验指导教师根据以上5点评定成绩。

单元操作考核学生单独抽签进行,按设计的考核项目给出成绩。

6. 严格遵守实验室的各项规章制度

为使实验室有序、安全地运作和保障实验人员的人身安全,实验室制定了各项规章制度。每一位到实验室做实验的人员必须严格遵守各项规章制度。

7. 学习方法

学生在学习中要真正实现分析化学实验的教学目的和任务,必须做到以下几点。

① 充分认识理工科专业学习中实验教学与训练、掌握规范操作技术在自身综合素质的培养中的重要性。

② 认真理解实验原理,明确实验要解决的问题和如何去解决问题。

③ 十分重视分析化学实验的基础训练。必须清楚地认识到:在理解实验原理的前提下,掌握规范的分析化学实验操作技术,是做好分析化学实验的根本保证。有人说,“掌握规范的分析化学实验操作技术,是做好后续课程实验的重要保证,可以受用一辈子”,正是说明了分析化学实验操作技术基础训练的重要性和实用性。

④ 实验前做好充分的预习,列出简明的实验流程。

⑤ 实验中有序地去完成每一个步骤,细心观察实验过程中发生的变化;认真做好原始记录(包括现象和数据)。

⑥ 实验后,根据所得数据和观察到的现象,认真进行实验分析和数据的处理,按要求写出实验报告。

在分析化学和分析化学实验课程的学习中,充分体现理论—实践—理论—实践的认识过程。只有这样才能把理论与实践更好地相结合,才能将知识掌握得更牢固,才能使分析问题解决问题的能力得到更好地提高。

8. 本书需要说明的问题

(1) 试剂

① 所用试剂，除特别说明外，均为分析纯（A. R.）。

② 盐酸、硫酸、硝酸、磷酸、氢氟酸、高氯酸、氨水等液态试剂（包括有机溶剂），未标明其具体浓度数据的，即为原装瓶试剂，其有关参数按国家有关规定及标签标明。

(2) 溶液及浓度

① 溶液均指水溶液，若非水溶液有特别标明。

② 按体积比配制的溶液

$\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}(1:1)$ ：指 1 体积的原瓶氨水与 1 体积的实验用水混合均匀的溶液，以此类推；

$\text{HCl}(1+9)$ ：指 1 体积的原瓶盐酸与 9 体积的实验用水混合均匀的溶液，以此类推；

苯-乙酸乙酯-乙酸（12：7：3）：指 12 体积的苯、7 体积的乙酸乙酯和 3 体积的乙酸混合均匀的溶液，以此类推。

(3) 仪器及用品

① 分析天平、砝码、滴定管、移液管、刻度吸管、容量瓶均按国家有关规定及操作规程进行校正。如容量瓶，可按绝对校正操作进行校正，也可采用与移液管配套使用的相对校正。

② 实验部分需要的玻璃仪器作为一般实验仪器，如滴定操作仪器、沉淀重量法操作仪器等一般不在实验中一一列出，只有较特殊的操作才列出有关仪器及用品。滴定操作使用的仪器，一般滴定管规格为 50mL、锥形瓶为 250mL，如个别实验特殊要求，另列出。

③ 实验所需要的玻璃仪器或器皿，必须都按要求选择及处理后才能使用。例如：容量瓶，先视实验所需选择规格（如 100mL、250mL），用细绳将瓶塞系好，试漏检查后再洗至不挂水珠，备用。

④ 实验所需试剂基本全部详细列出，并有试剂配制的操作

步骤。

(4) 其他

① 本书实验部分的实验操作用语采用惯用的术语，如“定容”、“恒重”、“陈化”、“滴加”等。

② 滴定分析中常用的量及分析实验中的单位和符号见附录 2。

③ 本教材采用国际单位制及测试工作中法定的计量单位。

第一部分 分析化学实验基本知识

第 1 章 分析化学实验室安全知识和规则

1.1 分析化学实验室安全知识

为保障进入实验室工作人员的人身安全和国家财产安全，保证实验室承担的教学和科研工作的顺利进行，当第一次进入实验室时，该实验室相关负责人的首要职责，就是对未来实验的人员进行安全教育。而作为学习与化学相关专业的学生本人，必须具备最基本的实验室安全知识。

人们在长期的化学实验过程中，总结了关于实验室工作安全的七个字：“水、电、门、窗、气、废、药”，这七个字涵盖了实验室工作中使用水、电、气体、试剂、实验过程产生的废物处理和安全防范的关键字眼。下面分别对上述问题进行讨论。

1.1.1 实验室用水安全

使用自来水后要及时关闭阀门，尤其遇突然停水时，要立即关闭阀门，以防来水后跑水。离开实验室之前应再检查自来水阀门是否完全关闭（使用冷凝器时容易忘记关闭冷却水，要特别注意）。

1.1.2 实验室用电安全

实验室用电有十分严格的要求，不能随意。必须注意以下几点：

- (1) 所有电器必须由专业人员安装；

(2) 不得任意另拉、另接电源；

(3) 在使用电器时，先详细阅读有关的说明书及资料，并按照要求去做；

(4) 所有电器的用电量应与实验室的供电及用电端口匹配，绝不可超负荷运行，以免发生事故。谨记：任何情况下发现用电问题（事故）时，应首先关闭电源！

(5) 发生触电事故的应急处理：若遇触电事故，应立即使触电者脱离电源—拉下电源或用绝缘物将电线拨开（注意千万不可徒手去拉触电者，以免抢救者也被电流击倒）。同时，应立即将触电者抬至空气新鲜处，如电击伤害较轻，则触电者短时间内可恢复知觉；若电击伤害严重或已停止呼吸，则应立即为触电者解开上衣并及时做人工呼吸和给氧。对触电者的抢救必须要有耐心（有时要连续数小时），同时忌注射强心兴奋剂。

1.1.3 实验室用火（热源）安全

目前，实验过程中使用的热源大多用电，但也有少数直接用明火（如用煤气灯）。首先，不管采用什么形式获得热源都必须十分注意用火（热源）的规定及要求：

(1) 使用燃气热源装置，应经常对管道或气罐进行检漏，避免发生泄漏引起火警。

(2) 加热易燃试剂时，必须使用水浴、油浴或电热套，绝对不可使用明火。

(3) 若加热温度有可能达到被加热物质的沸点，则必须加入沸石（或碎瓷片），以防暴沸伤人，实验人员不得离开实验现场。

(4) 用于加热的装置，必须是规范厂家的产品，不可随意使用简便的器具代替。

(5) 如果在实验过程中发生火灾，第一时间要做的是：将电源和热源（或煤气等）断开。起火范围小可以立即使用合适的灭火器材进行灭火，但若火势有蔓延趋势，必须同时立即报警。

常用的灭火器及其适用范围见表 1-1。

表 1-1 常用的灭火器及其适用范围

类 型	药 液 成 分	适 用 范 围
酸碱式	$\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{NaHCO}_3$	非油类及非电器灭火的一般火灾
泡沫式	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 + \text{NaHCO}_3$	油类灭火
二氧化碳	液体 CO_2	电器灭火
四氯化碳	液体 CCl_4	电器灭火
干粉灭火	粉末主要成分为 Na_2CO_3 等盐类物质,加入适量润滑剂、防潮剂	油类、可燃气体、电器设备、精密仪器、文件记录和遇水燃烧等物品的初期火灾
1211	CF_2ClBr	油类、有机溶剂、高压电器设备、精密仪器等失火

水虽然是大家共知的常用灭火材料,但在化学实验室的灭火中要慎用。因为大部分易燃的有机溶剂都比水轻,会浮在水面上流动,此时用水灭火,非但不能灭火反而会使火势扩大蔓延;有的试剂能与水发生剧烈的反应,产生大量的热能引起燃烧加剧,甚至爆炸。

根据燃烧物质的性质,国际上统一将火灾分为 A、B、C、D 四类,必须根据不同的火灾原因,选择相应的灭火器材。火灾类别及灭火器材的选用见表 1-2。

表 1-2 火灾类别及灭火器材的选用

火灾类型	燃烧物质	灭火器材	注意事项(灭火效果)
A 类	木材、纸张、棉布等为一类	水、泡沫式、酸碱式	酸碱式灭火器喷出的主要是水和二氧化碳气体,而泡沫式灭火器除了有水和二氧化碳气体外,同时喷出发泡剂,与水、二氧化碳混合在一起,形成被液体包围的细小气泡群,在燃烧物表面形成抗热性好的泡沫层,阻止燃烧气化和外界氧气的侵入

续表

火灾类型	燃烧物质	灭火器材	注意事项(灭火效果)
B类	可燃烧液体(液态石油化工产品,食用油脂和涂料稀释剂等)	泡沫式灭火器,切记:不能用水和酸碱式灭火器	可用泡沫式灭火器,其作用如前述。B类火灾还可以用二氧化碳灭火器和四氯化碳灭火器,注意:①使用二氧化碳灭火器时人要站在上风处,以免二氧化碳中毒,手和身体不要靠近喷射管和套筒,以防低温(约-70℃)冻伤。另外,二氧化碳灭火器的有效喷射距离仅为1.5~2m。②四氯化碳灭火器:由于四氯化碳在高温下可能会转化为剧毒的光气,所以使用时应保持一定的距离
C类	可燃性气体(天然气、城市生活用煤气、沼气、液化石油气等)	干粉灭火器	干粉灭火器灭火时间短、灭火能力强。禁用水、酸碱式和泡沫式灭火器
D类	可燃性金属(钾、钠、钙、镁、铅、钛等)	砂土	严禁用水、酸碱式、泡沫式和二氧化碳灭火器灭火。扑灭D类火灾最经济有效的材料是砂土(注意消防用砂土应该清洗干净且放置在固定位置)。另外,偏硼酸三甲酯(TMB)灭火剂,因其受热分解,吸收大量的热量,并在可燃性金属表面生成氧化硼保护膜,隔绝空气。原位石墨灭火剂:由于它受热迅速膨胀,生成较厚的海绵状保护层,使燃烧区温度骤降,并隔绝空气,迅速灭火

1.1.4 实验室使用压缩气的安全

根据实验室任务的不同,实验室常用的压缩气体及气体钢瓶的标志如表1-3所示。

使用压缩气(钢瓶)时应注意如下事项。

(1) 压缩气体钢瓶有明显的外部标志(见表1-3),内容气体与外部标志一致。

(2) 搬运及存放压缩气体钢瓶时,一定要将钢瓶上的安全帽旋紧。

表 1-3 压缩气体钢瓶的标志

内装气体名称	外表涂料颜色	字样	字样颜色	横条颜色
氧气	天蓝	氧	黑	—
氢气	深绿	氢	红	红
氮气	黑	氮	黄	棕
氩气	灰	氩	绿	—
压缩空气	黑	压缩空气	白	—
石油气体	灰	石油气体	红	—
硫化氢	白	硫化氢	红	红
二氧化硫	黑	二氧化硫	白	黄
二氧化碳	黑	二氧化碳	黄	—
光气	草绿	光气	红	红
氨气	黄	氨	黑	—
氯气	草绿	氯	白	白
氟气	棕	氟	白	—
氟气	褐红	氟	白	—
丁烯	红	丁烯	黄	黑
氧化亚氮	灰	氧化亚氮	黑	—
环丙烷	橙黄	环丙烷	黑	—
乙烯	紫	乙烯	红	—
乙炔	白	乙炔	红	—
氟氯烷	铅白	氟氯烷	黑	—
其他可燃气体	红	(气体名称)	白	—
其他非可燃气体	黑	(气体名称)	黄	—

(3) 搬运气瓶时,要用特殊的担架或小车,不得将手扶在气门上,以防气门被打开。气瓶直立放置时要用铁链等进行固定。

(4) 开启压缩气体钢瓶的气门开关及减压阀时,旋开速度不能太快,应逐渐打开,以免气体过急流出,发生危险。

(5) 瓶内气体不得用尽,剩余残压一般不应小于数百千帕,否则将导致空气或其他气体进入钢瓶,再次充气时将影响气体的纯度,甚至发生危险。

1.1.5 化学实验废液(物)的安全处理

由于化学实验室的实验项目繁多,所使用的试剂与反应后的废