



世纪高等院校规划教材

21. JI SHI JI GAOXUEYUAN GUIHUA JIAOCAI

定量化学分析与仪器分析实验

DINGLIANG HUAXUE FENXI YU YIQI FENXI SHIYAN

■ 主编 吴卫平 刘 辉

郑州大学出版社

定量化学分析与仪器分析实验

DING LIANG HUAXUE FENXI YU

YIQI FENXI SHIYAN

主 编 吴卫平 刘 辉

郑州大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

定量化学分析与仪器分析实验/吴卫平,刘辉主编. —郑州:
郑州大学出版社,2011.5

ISBN 978 - 7 - 5645 - 0410 - 6

I. ①定… II. ①吴…②刘… III. ①定量分析:化学分析 -
实验②仪器分析 - 实验 IV. ①0655 - 33②0657 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 042383 号

郑州大学出版社出版发行

郑州市大学路 40 号

出版人:王 锋

全国新华书店经销

河南省公安厅文印中心印制

开本:787 mm × 1 092 mm

印张:18.25

字数:424 千字

版次:2011 年 5 月第 1 版

邮政编码:450052

发行部电话:0371 - 66966070

1/16

印次:2011 年 5 月第 1 次印刷

书号:ISBN 978 - 7 - 5645 - 0410 - 6

定价:29.80 元

本书如有印装质量问题,请向本社调换

编者名单

主 编 吴卫平 刘 辉

编 委 王 玲 卢艳霞

袁利杰 赵国欣

前言

QIANYAN

分析化学是研究物质组成、状态和结构的科学,它包括化学分析和仪器分析两大部分。化学分析是利用化学反应和物质间的计量关系来确定被测物质组成和含量的一类分析方法,测定时需要使用化学试剂、天平和一些玻璃器皿,是分析化学的基础。仪器分析是以物质的物理和物理化学性质为基础建立起来的一种分析方法,测定时需要比较复杂的仪器,它是分析化学发展的方向。分析化学(化学分析和仪器分析)课程在高等学校相关专业的教学中占有重要的地位,是化学专业的核心必修基础课程。

分析化学也是一门实践性很强的学科,分析化学实验的课时几乎占了整个课时的二分之一,比重较大。通过分析化学实验的教学,可使学生加深对分析化学基本理论的理解,并熟练地掌握分析化学的实验方法和基本操作技能,为学习后续课程和将来从事化学教学和科研工作打下良好的基础。同时分析化学对其他学科的渗透特别广泛,例如:地质、医药、工业、农业、环境科学、生命科学等都离不开分析化学实验。分析化学实验是有关科学技术和工农业生产的眼晴。因此,通过分析化学实验,也可以直接培养学生在上述领域内的工作能力。

为了适应高等院校化学专业教学改革的需要,我们认真总结了多年来分析化学实验课教学的经验,并参考了国内近些年出版的分析化学实验(化学分析实验和仪器分析实验)教材以及从互联网上搜索到的分析化学实验(化学分析实验和仪器分析实验)教学大纲、教学内容、电子教案等,编写了这本包括定量化学分析和仪器分析实验的教材。全书共分为两篇,上篇为定量化学分析实验,下篇为仪器分析实验。上篇主要内容有分

析化学实验基础知识、基本操作及基础实验;下篇主要内容有各类仪器分析方法的基本原理及仪器的组成、结构、仪器分析实验及操作规程等。全书共计 61 个实验,其中定量分析化学实验 25 个,仪器分析实验 36 个。本书不仅可与相关的理论教材配套使用,而且也可根据实验课程计划,单独设课使用。本书具有以下几个特点:

1. 定量分析尽量减少类同的内容,本着实用、环保及提高准确度等要求对某些经典实验适当作了些修改。

2. 充实了仪器分析实验内容,所选方法和实验都是目前广泛应用或是在实际教学中试用过的,仪器药品易购,条件简单,实用性强。

3. 本书实验内容涉及医药卫生、环境科学、食品等领域,拓宽了学生的知识面。有些实验选用国家标准或实际生产中通用的实验方法,通过这些实验培养学生理论联系实际的工作能力。

4. 在多数实验后面列有实验记录表格及计算,便于学生在实验过程中记录数据。通过实验数据处理的基本方法的介绍,并结合具体实验,加强学生的实验数据处理及结果表达的训练,始终注意使学生牢固建立和应用“量”的概念。

5. 实验信息量大,方便各校根据实际情况有选择地使用。有些实验还可作为综合实验、设计性实验或学生的毕业论文,通过与生产紧密相关的实验激发学生的学习热情,培养学生科学思维、自主设计、独立操作的创新能力。

本书由郑州师范学院吴卫平,刘辉担任主编,王玲担任副主编,其中吴卫平撰写第 1-6 章,刘辉撰写第 7、11、15 章,王玲撰写第 12、13 章,卢艳霞撰写第 16 章及附录,河南省食品药品检验所袁利杰撰写第 8、9、14 章,中州大学赵国欣撰写第 10 章,最后由吴卫平、刘辉统一修订定稿。郑州师范学院的毛泽宇、赵东旺、张建州、陈秀丽等人参与了实验方法探索,资料收集等工作;朱效华、张二磊同学在文字录入和资料收集方面做了大量工作。

另本书获得郑州师范学院优秀学术著作出版基金资助,在此一并致以衷心的感谢!

限于著者水平、加之编写仓促,书中欠妥之处,恳请读者批评指正。

编者

2011 年 1 月

内 容 提 要

NEIRONGTIYAO

本书内容分为定量化学分析实验和仪器分析实验两大部分,定量化学分析实验主要包括定量化学分析的基本操作技术,分析天平的使用,酸碱滴定法,配位滴定法,氧化还原滴定法,沉淀滴定法以及重量分析法实验等内容;仪器分析实验主要包括紫外-可见吸收光谱法,红外吸收光谱法,分子荧光分光光谱法,原子吸收光谱法,电化学分析法,库仑分析法,极谱与伏安法,气相色谱法以及高效液相色谱法。全书精选了61个实验,实验内容不仅含有经典的基础实验,而且涉及工业分析、医药卫生、环境科学、食品等多个领域的实际工作,可与分析化学(化学分析和仪器分析)理论教材配套使用,也可适应当前实验课程单独设课使用的需求。

本书可供高等院校化学专业、分析与检验专业的学生使用,也可供从事化学分析及其相关专业的技术人员参考。

目录

QIANYAN

第一篇 化学分析

第一章 分析化学实验基础知识	3
第一节 分析实验的目的与要求	3
第二节 实验室安全常识	4
第三节 纯水的规格及检定	6
第四节 玻璃器皿的洗涤和干燥	8
第五节 化学试剂的一般知识	10
第六节 实验预习、数据记录和实验报告	12
第二章 定量分析仪器和基本操作	14
第一节 分析天平	14
第二节 滴定分析仪器与基本操作	25
第三节 滴定分析基本操作实验	33
实验一 分析天平称量练习	33
实验二 容量器皿的校准	35
实验三 容量分析基本操作练习	37
第三章 酸碱滴定分析实验	40
第一节 酸碱标准溶液浓度的标定	40
第二节 硫酸铵含氮量的测定(甲醛法)	42
第三节 苯甲酸含量的测定	44
第四节 混合碱中 NaOH 及 Na_2CO_3 含量的测定(双指示剂法)	45
第五节 自拟设计方案实验	46
第四章 配位滴定分析实验	48
第一节 EDTA 标准溶液的配制和标定	48

第二节	水的总硬度测定	50
第三节	铅、铋混合液中铅、铋的连续测定	52
第四节	置换滴定法测定铝合金中的铝	53
第五章	氧化还原滴定分析实验	56
第一节	高锰酸钾标准溶液的配制和标定	56
第二节	高锰酸钾法测定过氧化氢含量	57
第三节	铁矿石中全铁含量的测定(重铬酸钾法)	59
第四节	铁矿石中全铁含量的测定(无汞定铁法)	61
第五节	水样中化学耗氧量的测定	63
第六节	硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	66
第七节	铜盐中铜含量的测定(间接碘量法)	68
第八节	水中溶解氧的测定(间接碘量法)	69
第六章	沉淀滴定分析实验	72
第一节	可溶性氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	72
第二节	酱油中氯化钠的测定(佛尔哈德法)	73
第三节	设计方案实验	75
第七章	重量分析	78
第一节	重量分析仪器及基本操作	78
第二节	重量分析实验	84
实验一	氯化钡中钡含量的测定	84
实验二	重量法测定镍合金中的镍	86

第二篇 仪器分析

第八章	仪器分析实验的基本知识	91
第一节	仪器分析实验的基本要求	91
第二节	实验数据处理的基本方法	92
第三节	《仪器分析实验》报告格式	96
第九章	紫外-可见吸收光谱法	98
第一节	方法原理	98
第二节	紫外-可见分光光度计的结构与原理	100
第三节	分光光度法实验	102
实验一	邻二氮菲分光光度法测定微量铁的条件研究	102
实验二	邻二氮菲分光光度法测定微量铁	105
实验三	水中微量 Cr(VI) 和 Mn(VII) 的同时测定	108
实验四	分光光度法测定肉制品中亚硝酸盐含量	110

第四节	紫外分光光度法实验·····	112
实验一	紫外分光光度法测定硝态氮的含量·····	112
实验二	紫外分光光度法同时测定维生素 C 和维生素 E ·····	114
实验三	甲硝唑片中甲硝唑的鉴别及含量测定·····	117
实验四	紫外吸收光谱法测定水中的总酚·····	118
第十章	红外吸收光谱法 ·····	121
第一节	方法原理·····	121
第二节	红外光谱法的定性分析·····	123
第三节	红外吸收光谱仪的组成与结构·····	124
第四节	红外吸收光谱实验·····	126
实验一	红外分光光度计性能检查·····	126
实验二	苯甲酸红外光谱的测定(KBr 法) ·····	127
实验三	醛和酮的红外光谱测定·····	130
第十一章	分子荧光光谱法 ·····	133
第一节	方法原理·····	133
第二节	荧光分析仪器·····	136
第三节	分子荧光分析法特点及其应用·····	138
第四节	分子荧光光谱实验·····	140
实验一	荧光分光光度法测定诺氟沙星片的含量·····	140
实验二	荧光分光光度法测定维生素 B ₂ 含量 ·····	142
第十二章	原子吸收光谱法 ·····	146
第一节	方法原理·····	146
第二节	原子吸收分光光度计的基本组件及类型·····	150
第三节	实验条件的选择·····	155
第四节	干扰及消除方法·····	157
第五节	原子吸收光谱实验·····	159
实验一	火焰原子吸收光谱法测定钙·····	159
实验二	火焰原子吸收光谱法测定葡萄糖酸锌口服液中锌的含量·····	162
实验三	石墨炉原子吸收光谱法测定水中的痕量镉·····	164
第十三章	电位分析法 ·····	167
第一节	直接电位分析法·····	167
第二节	电位滴定分析法·····	171
第三节	直接电位分析法实验·····	173
实验一	直接电位法测定水溶液 pH ·····	173
实验二	氟离子选择性电极测定氟·····	176

第四节 电位滴定法实验	180
实验一 乙酸的电位滴定分析及其离解常数的测定	180
实验二 电位滴定法测食醋的总酸度	184
实验三 电位滴定法测定酱油中氨基酸含量	186
实验四 电位法沉淀滴定测定氯	188
第十四章 库仑分析法	191
第一节 方法原理	191
第二节 库仑分析方法	192
第三节 库仑分析法实验	197
实验一 库仑滴定法测 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的含量	197
实验二 库仑滴定法测定 As(III) 的浓度	199
实验三 库仑滴定法测水中六价铬	201
第十五章 极谱与伏安法	205
第一节 极谱分析方法	205
第二节 现代极谱方法	208
第三节 极谱伏安法实验	215
实验一 方波极谱法测定水中的镉	215
实验二 线性扫描极谱法测定锌中微量铅的含量	217
实验三 循环伏安法测定电极反应动力学参数	221
实验四 阳极溶出伏安法测定水中微量铅和镉	225
第十六章 色谱分析法	229
第一节 气相色谱分析法	229
第二节 高效液相色谱分析法	232
第三节 色谱分析法实验	236
实验一 气相色谱仪进样技术练习	236
实验二 气相色谱填充柱柱效的测定	237
实验三 苯及同系物的测定	239
实验四 气相色谱法测定室内空气中总有机挥发物	241
实验五 高效液相色谱柱参数测定	242
实验六 高效液相色谱法测定双黄连口服液中药黄芩苷	246
实验七 反相高效液相色谱法测定果汁(苹果汁)中有机酸的含量	247
附 录	250
附录一 721 型可见分光光度计的构造和使用方法	250
附录二 光栅型分光光度计的构造和使用方法	252
附录三 T6PC 型紫外-可见分光光度计操作规程	254

附录四	TU - 1901 型紫外 - 可见分光光度计操作规程	257
附录五	岛津 FTIR - 8400S 型傅立叶变换红外分光光度计操作规程	258
附录六	F - 4000 荧光分光光度计操作规程	260
附录七	RF5301 分子荧光光度计操作规程	261
附录八	TAS - 986 型原子吸收分光光度计操作规程	262
附录九	pHS - 3D 酸度计使用方法	264
附录十	pHS - 3C 型数字酸度计使用方法	266
附录十一	pH211 型酸碱度离子计使用方法	267
附录十二	JP - 303 极谱分析仪操作规程	269
附录十三	GC - 900 型气相色谱仪操作规程	270
附录十四	高效液相色谱仪操作规程	271
附录十五	一些常用的数据	272
参考文献		278

第一篇 化学分析

第一章 分析化学实验基础知识

第一节 分析实验的目的与要求

一、分析实验的目的

分析化学是化学这门自然科学的重要分支之一,是一门实践性很强的学科,被称为科学研究和现代工业生产的“眼睛”。在大学化学专业及相关专业的学习中,分析化学又分为分析化学理论课、分析化学实验课和仪器分析课三门独立的课程,其中实验课占了相当大的比例,它在分析化学的学习中起着非常重要的作用。

学生通过本课程的学习,可加深对分析化学、仪器分析课程的基础理论、基本知识的理解,正确及较熟练地掌握分析实验、仪器分析实验的基本操作和基本技能,了解经典的和现代的分析方法以及各种方法的分析原理和实验条件,熟悉实验数据的处理过程与方法,从而提高观察、分析和解决问题的能力。通过分析化学实验课程的学习和操作,应使学生建立准确、严格的“量”的概念,培养起正确规范的实验习惯和严谨细致的工作作风以及实事求是的科学态度,熟练实验操作的基本程序和技能,为以后学习和未来科学研究及实际工作打下良好坚实的基础。

二、分析实验的要求

为了达到上述的学习目的,本课程要求学生做到以下几个方面。

1. 做好预习

实验前,学生要在分析化学理论课、仪器分析理论课学习的基础上,认真预习,阅读实验教材的有关内容,明确本实验的目的、原理,了解实验进行的条件和方法,并熟悉实验操作的要求、步骤及注意事项,做到实验时心中有数。实验前应先写出实验预习报告,设计并绘制出相关实验数据记录表格,查好有关数据,以便实验时及时、准确地记录实验数据,进行数据处理。做好预习是做好实验的基础和前提,没有做好预习是不可能达到实验目的的。

2. 认真操作

实验操作时要手脑并用,在进行每一步操作时,应将实际与理论相联系,明确其操作的目的和作用。在整个实验过程中,要细心认真观察,及时记录,勤于思考,学会运用所学理论知识解释实验现象,并研究实验中出现的异常现象。

实验操作要严格按照规范要求进行,注意掌握正确的操作方法,减少操作误差,不断提高分析结果的精确度和准确度。自觉遵守实验室规则,保持实验室、实验台整洁,

仪器放置有序,试剂瓶盖及时复原,切忌乱放、乱盖。实验中要注意安全,爱护仪器,节约试剂与水、电。

3. 主动整理收尾

实验所得数据如实记录后,应及时交指导老师审阅,如不符合要求应重做,合格后要主动做好实验结束工作,所用仪器洗涤干净,试剂、仪器恢复原位,实验台打扫干净,全班实验完毕后,应有值日生打扫实验室并关闭电源、水阀等开关。

4. 及时完成实验报告

做完实验后,要及时书写实验报告,实验报告书写要工整、规范,内容完整,一般包括实验名称、实验日期、实验目的、简单原理、操作步骤、原始数据记录、分析结果的计算(附计算公式)与评价及其问题和讨论。上述各项内容的繁简取舍,应根据各个实验的具体情况而定,以清楚、简练、整齐为原则。实验报告中的有些内容,如原理、操作步骤、表格、计算公式等要求在实验预习时准备好,其他内容则可在实验过程中及实验完成后记录、计算和撰写。

在整个实验过程中,学生一定要自觉培养实事求是的科学态度,严谨、认真的工作作风,规范、熟练的操作技能和自主分析、解决实际问题的研究能力。

第二节 实验室安全常识

在分析化学实验中,经常使用易腐蚀的、易燃的、易爆的或有毒的化学试剂,大量使用易损的玻璃仪器和某些精密的分析仪器以及水、电等。为确保实验的正常进行和人身安全,实验操作人员必须熟悉实验室安全常识,严格遵守实验室的安全规则,并了解实验室意外事故发生时的应变措施和处理方法。

一、实验室安全守则

1. 实验室内严禁饮食、吸烟。一切化学药品严禁入口。水、电等使用完毕应及时关闭。离开实验室时,应仔细检查水、电、气及门窗是否均已关好。

2. 使用酒精灯及电器设备时,应特别仔细小心,切不可违反操作,用湿手去开起电闸和电器开关,凡是漏电的仪器不要使用,以免触电。

3. 浓酸、浓碱具有腐蚀性,使用应十分小心,切勿溅在皮肤和衣服上。用浓 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等强酸溶样时均应在通风橱中操作,不准在实验台上直接进行加热。稀释浓 H_2SO_4 时,应将浓 H_2SO_4 慢慢倒入水中,同时不断用玻璃棒搅拌,切忌将水直接倒入浓 H_2SO_4 中。夏天,打开浓氨水瓶盖之前,应先将氨水瓶放在自来水下流水冷却后,再在通风橱中开启。

4. 使用 CCl_4 、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时,要远离火焰和热源。使用后应将试剂瓶塞严,放在阴凉处保存。有机溶剂用后最好倒入瓶中回收,以免造成污染。低沸点的有机溶剂不能直接在火焰或热源(煤气灯或电炉)上加热,而应在水浴上加热。

5. 汞盐、钡盐、铬盐、 As_2O_3 、氰化物以及 H_2S 气体均有毒,使用时要特别小心。氰化物与酸作用,放出 HCN 有剧毒! 严禁在酸性介质中加入氰化物! 氰化物废液应倒入碱性亚铁盐溶液中,使其转化为亚铁氰化铁盐,然后作废液处理,严禁直接倒入下水道或废液缸中。

硫化氢气体有毒,涉及有关硫化氢气体的操作时,一定要在通风橱中进行。

6. 分析天平、pH 计或离子活度计、721 型分光光度计等是分析实验室中常用的精密仪器,使用时应严格按照操作规程进行操作。使用后应将仪器各部分旋钮恢复到原来的位置,关闭仪器,拔去电源插头。

7. 实验室应保持整齐、干净。不能将毛刷、抹布扔在水槽中。禁止将固体物、玻璃碎片、废纸、火柴棒等扔入水槽内,以免造成下水道堵塞。此类物品应放入废纸箱或实验室规定的地方。废酸、废碱应小心倒入塑料提桶内,切勿倒入水槽内,以免腐蚀下水道。

二、实验室事故处理措施

1. 创伤

若玻璃划伤,应抬高创面,按压创口下部止血,先将玻璃碎片取出,伤口较小,可用清水清洗后,贴上“创可贴”按压止血;若伤口较大较深,应及时送医院处理。

2. 烫伤

轻度烫伤可立即用冷水冲洗,然后在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤软膏。严重者应立即送医院治疗。

3. 酸、碱腐蚀

皮肤上若溅上浓硫酸,应先用干布擦去,然后用大量自来水冲洗,其他强酸腐蚀,可直接用大量自来水冲洗,再用 $50\text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 碳酸氢钠溶液冲洗;被强碱腐蚀时,也应先用大量自来水冲洗,然后用 $50\text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 硼酸溶液冲洗,最后再用水冲洗。眼睛若受伤,除用上述方法处理后,还应去医院检查医治。

4. 吸入有毒气体

若吸入 Cl_2 、 HCl 等有毒气体,可吸少量乙醇和乙醚的混合蒸气来解毒,若吸入 H_2S 、 CO 等气体感到不适时,应立即到窗口或户外呼吸新鲜空气。

5. 着火

实验室如发生火灾,应根据起火的原因有针对性地灭火。酒精及其他可溶于水的液体着火时,可用水灭火;汽油、乙醚等有机溶剂着火时,应用砂土扑灭,此时绝不能用水,否则将扩大燃烧面;导线和电器着火时,应首先切断电源,不能用水及二氧化碳灭火器,应用 CCl_4 灭火器灭火;衣服着火时,忌奔跑,而应就地躺下滚动,或用湿衣服在身上抽打灭火。

6. 触电

若仪器漏电,应立即切断电源,撤去漏电仪器,不得再使用。