

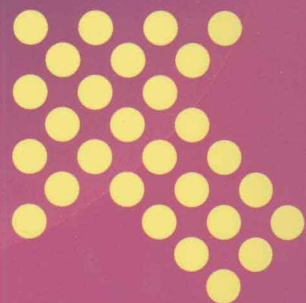
21世纪高等学校规划教材



FENXI HUAXUE SHIYAN JISHU

分析化学实验技术

刘景华 刘俊渤 主 编
杨桂霞 王 良 王明辉 副主编



中国电力出版社
<http://jc.cepp.com.cn>

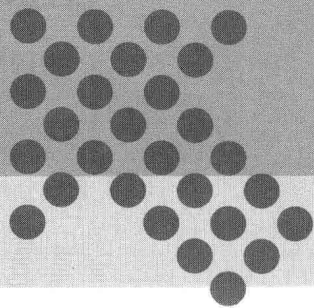
21世纪高等学校规划教材



FENXI HUAXUE SHIYAN JISHU

分析化学实验技术

主 编	刘景华	刘俊渤	
副主编	杨桂霞	王 良	王明辉
编 写	吕晓丽	程志强	常海波
	高 波	杨东伟	白靖文
主 审	周小力		



中国电力出版社

<http://jc.cepp.com.cn>

内 容 提 要

本书为 21 世纪高等学校规划教材。

本书共两篇八章，主要内容为基础知识和基本操作及实验部分，具体包括分析化学实验的基础知识、定量分析实验仪器和基本操作、酸碱滴定、配位滴定、氧化还原滴定、沉淀滴定和重量分析、仪器分析和计算机在分析化学中的应用。附录包括实验室安全守则、常用试剂配制方法等知识。

本书作为普通高等院校近化学类专业通用的基础化学实验教材，可供动物科学、动物医学、食品科学、生命科学、园林园艺、中药学、农药化肥、环境科学等专业使用，同时也可作为教师、硕士研究生和实验技术人员的参考书。

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验技术 / 刘景华, 刘俊渤主编. —北京: 中国电力出版社, 2010

21 世纪高等学校规划教材

ISBN 978-7-5123-0648-6

I. ①分… II. ①刘…②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 (2010) 第 129686 号

中国电力出版社出版、发行

(北京三里河路 6 号 100044 <http://jc.cepp.com.cn>)

航远印刷有限公司印刷

各地新华书店经售

*

2010 年 8 月第一版 2010 年 8 月北京第一次印刷

787 毫米×1092 毫米 16 开本 9 印张 215 千字

定价 16.00 元

敬 告 读 者

本书封面贴有防伪标签，加热后中心图案消失
本书如有印装质量问题，我社发行部负责退换

版 权 专 有 翻 印 必 究

前 言

化学实验教学在整个化学教学及相关专业教学中占有重要的地位,是培养应用型人才不可缺少的环节。通过实验教学可以使學生掌握各种与化学相关的知识和操作技能,加深对所学的化学基本理论的理解、掌握基本实验方法,培养学生严谨的科学态度及分析问题和解决问题的能力。

本教材编写时注重与分析化学理论相匹配,本着精选、弹性、适用的原则,在内容选择上力求做到传授知识和培养能力的有机结合,根据高等农业院校的专业特色选编了部分内容,主要包括:分析化学实验的基础知识和基本操作技术,实验部分主要是酸碱滴定、沉淀滴定、氧化还原滴定、配位滴定、对重量分析和仪器分析内容也作了简要介绍,计算机在分析化学中的应用部分没有具体编写,各校可根据实验内容让学生自己设计数据处理方案。

本教材是作者在多年从事高等农林院校及独立学院分析化学理论教学和实验学的基础上编写的,在内容选择上尽力避免与普通化学实验的重复,基本保证了现阶段高等农林院校各专业人才培养的需要,以培养学生科学态度和动手能力为目标,贯穿树立“量”的概念,加强基本操作技能技巧训练。内容安排力求循序渐进。为了培养学生独立思考和将来独立工作能力,本教材对每个实验均列出预习要点、思考题,便于学生自学,同时每章还编写了设计性实验,以提高学生实验综合能力,为培养应用型人才奠定基础。

教材的附录中列入了定性分析实验的部分内容、各种常用试剂的配制及常用的数据表,以便学生应用时查阅。

参加本教材的编写单位和人员有:吉林农业大学发展学院的刘景华;吉林农业大学的刘俊渤、杨桂霞、吕晓丽、程志强、常海波、高波、王明辉;吉林师范大学的王良;沈阳农业大学的杨东伟;东北农业大学的白靖文。全书由吉林农业大学发展学院刘景华统稿和定稿。

本书由上海电力学院周小力主审。

尽管本教材的内容是我们多年的教学结晶,但书中的疏漏和不妥之处在所难免,恳请读者提出批评和建议,编写组的全体成员表示衷心的感谢。

编 者

2010年5月

目 录

前言

第一篇 基础知识和基本操作

第一章 分析化学实验的基础知识	1
第一节 纯水的制备和检查	1
第二节 化学试剂规格	5
第三节 溶液的浓度和溶液的配制	6
第四节 滤纸	8
第五节 滴定分析基本操作考核要求细则及实验考查表	9
第二章 定量分析实验仪器和基本操作	11
第一节 分析天平	11
第二节 滴定分析仪器与基本操作	15
第三节 重量分析法	26
第四节 吸光光度法常用仪器及基本操作	32
第五节 几种电位分析仪的使用	37
第六节 定量分析中的分离操作技术	45
第七节 定量分析基本操作	48

第二篇 实 验 部 分

第三章 酸碱滴定	55
第一节 酸碱标准溶液的配制和比较滴定	55
第二节 食用白醋中乙酸浓度的测定	56
第三节 工业纯碱总碱度的测定	58
第四节 有机酸摩尔质量的测定	60
第五节 硫酸铵肥料中含氮量的测定(甲醛法)	61
第六节 蛋壳中碳酸钙含量的测定	63
第七节 混和酸碱组分测定方案的设计	64
第四章 配位滴定	66
第一节 EDTA 的标定和自来水总硬度的测定	66
第二节 铅、铋含量的连续测定	68
第三节 铁、铝含量的连续测定	70
第四节 铝合金中铝含量的测定	73

第五节	胃舒平药片中铝和镁的测定	75
第六节	配位滴定法应用实验方案设计	77
第五章	氧化还原滴定	78
第一节	亚铁盐中铁含量的测定 (重铬酸钾法)	78
第二节	水样中化学耗氧量 (COD) 的测定 (重铬酸钾法)	79
第三节	过氧化氢含量的测定 (高锰酸钾法)	81
第四节	饲料中钙含量的测定 (高锰酸钾法)	83
第五节	间接碘量法测定胆矾中铜含量	86
第六节	水果中抗坏血酸 (Vc) 含量的测定	88
第七节	溴酸钾法测定苯酚	89
第八节	氧化还原法实验方案设计	91
第六章	沉淀滴定和重量分析	93
第一节	氯化物中氯含量的测定	93
第二节	二水合氯化钡含量的测定	96
第三节	钢铁中镍含量的测定	98
第四节	沉淀滴定和重量分析实验方案设计	100
第七章	仪器分析	102
第一节	吸光光度法测定铁	102
第二节	吸光光度法测定水和废水中总磷	105
第三节	苹果梨总酸度的测定 (电位滴定法)	109
第四节	磷酸的电位滴定	110
第五节	水中氟含量的测定 (离子选择性电极法)	114
第六节	电位滴定法连续测定氯碘混合物中氯和碘的含量	116
第八章	计算机在分析化学实验中的应用	119
第一节	滴定分析模型	119
第二节	磷酸电位滴定数据处理	119
第三节	吸光光度分析中的工作曲线	119
第四节	吸光光度分析中的吸收曲线	119
附录		120
参考文献		137

第一篇 基础知识和基本操作

第一章 分析化学实验的基础知识

第一节 纯水的制备和检查

分析实验需要纯水。分析方法和分析项目不同,所要求水的纯度也不同。使用不合乎纯度要求的水进行分析实验是得不到准确分析结果的。

纯水的种类、纯度指标及应用范围见表 1-1。

表 1-1 纯水的种类、纯度指标及应用范围

种 类	纯度指标 (298K)	应 用 范 围
蒸馏水	杂质含量不大于 $1\sim 5\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ NH_3 含量不大于 $0.03\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ CO_2 含量不大于 $2.0\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ pH 值为 $6.5\sim 7.5$, 无 Cl^-	无机合成 有机合成
纯水	电阻率 ($\rho/\Omega\cdot\text{cm}$) 为 1.0×10^6	化学分析
高纯水	电阻率 ($\rho/\Omega\cdot\text{cm}$) 为 1.0×10^6	超微量和超纯分析
去离子水	电阻率 ($\rho/\Omega\cdot\text{cm}$) 为 $0.1\sim 1.0\times 10^6$ 含有机物和非离子型杂质	一般分析实验
电导水	电阻率 ($\rho/\Omega\cdot\text{cm}$) 为 1.0×10^6 不含 H^+ 、 OH^- 以外的其他离子	测电导

一、纯水的制备方法

通常采用蒸馏法、离子交换法制备纯水,此外还有电渗析法。

(一) 蒸馏法

用蒸馏法制备纯水的优点是操作简便,可以除去非离子杂质和离子杂质;缺点是产量低,成本高。

用蒸馏法制备纯水的机理是利用杂质和水挥发性的差异,借蒸馏把水与杂质分开。杂质有挥发性和不挥发性两种。对于不挥发性杂质,如多数无机盐、碱和某些有机化合物,可以借助蒸馏方法除去,水加热后变成水蒸气,水蒸气经过冷凝器冷却又变成水,而不挥发性杂质仍留在蒸馏器中。对于挥发性的杂质如水中的气体、挥发酚、某些有机物和一些加热易分解的盐类,单靠蒸馏是分不开的,还需另作处理。

1. 一般蒸馏水的制备

一般蒸馏水多用内电阻加热蒸馏设备或由硬质玻璃蒸馏器、冷凝器和接收瓶组成的蒸馏装置来制备。蒸馏时,把最初蒸馏出的水(约 200mL)弃去(因含有氨等物),当被蒸馏的水只剩原体积的 $1/4$ 时停止蒸馏。只接收中间蒸馏出的水,这种纯水叫一次蒸馏水。

2. 纯水的制备

纯水即二次蒸馏水或三次蒸馏水。由于一次蒸馏水含微量低沸点的杂质,不适合要求较

高的实验用, 所以要对一次蒸馏水进行重蒸馏, 以获得二次蒸馏水或三次蒸馏水。在重蒸馏时, 为抑制某些杂质的挥发, 可加入适当的试剂。如用硬质玻璃蒸馏器时加入甘露醇以抑制硼的挥发, 加入碱性高锰酸钾可破坏有机物, 防止 CO_2 蒸出。

3. 高纯水的制备

若制备 $\text{pH}=7$ 的高纯水, 须在第一次蒸馏时加入氢氧化钠与高锰酸钾, 第二次蒸馏时加入磷酸 (除 NH_3), 第三次蒸馏时使用石英蒸馏器进行蒸馏。在整个蒸馏过程中要避免水与空气接触。

4. 不含 CO_2 的蒸馏水的制备

将蒸馏水放入锥形瓶中, 加几粒玻璃珠, 隔石棉网加热煮沸 30min, 赶走 CO_2 , 然后储放在装有碱石灰干燥管的瓶中, 就得到不含 CO_2 的蒸馏水。

5. 不含酚、碘和亚硝酸的蒸馏水的制备

在一次蒸馏水中加氢氧化钠, 使其呈碱性, 再用硬质玻璃蒸馏器蒸馏即可得到不含酚、碘和亚硝酸的蒸馏水。采用加入活性炭的方法也可制得不含酚的蒸馏水 ($10\sim 20\text{mg}$ 活性炭/L 水), 加入活性炭振荡后用两层定性滤纸过滤两次即可得到。

6. 不含氯的蒸馏水的制备

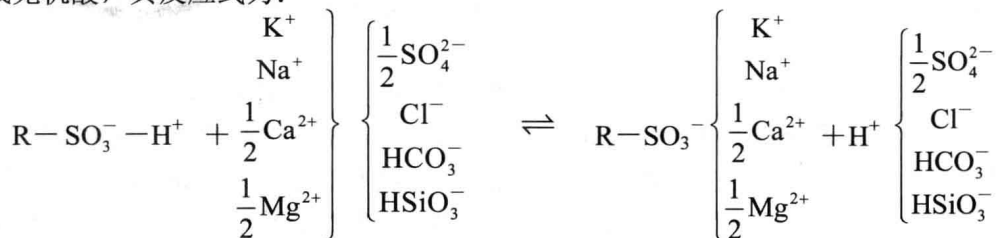
将一次蒸馏水在硬质玻璃蒸馏器中先煮沸再进行蒸馏, 收集中间馏出部分即可得到不含氯的蒸馏水。

(二) 离子交换法

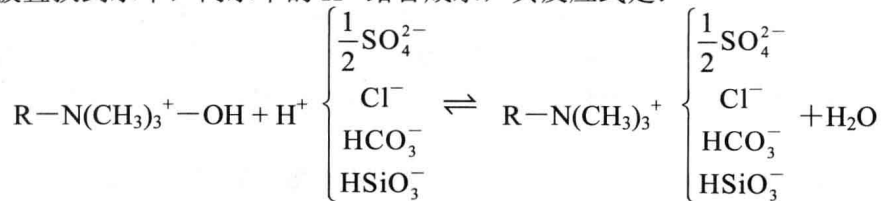
离子交换法制备的纯水叫“去离子水”。它是利用离子交换树脂的离子交换作用将水中其他离子除去。此法的优点是操作简便, 设备简单, 出水量大, 成本低; 缺点是不能完全除去有机物质和非电解质。要想获得既无电解质又无非电解质和微生物等杂质的纯水, 就需要将“去离子水”再进行蒸馏。

1. 离子交换树脂净化水的原理

当含有 K^+ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等和 SO_4^{2-} 、 Cl^- 、 HCO_3^- 、 HSiO_3^- 等的原水通过磺酸型阳离子交换树脂时, 水中的阳离子被树脂吸附, 而树脂上的 H^+ 则置换到水中, 并和水中的阴离子组成无机酸, 其反应式为:



当含有无机酸的水再通过季胺型阴离子交换树脂时, 水中的阴离子也被树脂吸附, 树脂上的 OH^- 被置换到水中, 同水中的 H^+ 结合成水, 其反应式是:



2. 制备去离子水的装置

实验室中常用的简易离子交换装置是用三根交换柱连接而成的。柱子常用玻璃或塑料管等材料制成，以聚乙烯或有机玻璃为最佳。管径和长度比为 1:10。柱的下端铺以玻璃棉，并装有瓷片或玻璃珠。装柱前要用碱或酸以及蒸馏水洗涤干净，准备好胶塞和连接管（聚乙烯管或玻璃管）。将处理好的阳离子交换树脂装入第一根柱的 2/3 处（一般不超过 60cm），将处理好的阴离子交换树脂装入第二根柱子，将处理好的阳离子交换树脂和阴离子交换树脂按 1:1.5 的比例混合装在第三根柱子（装柱时注意：将树脂带水一起装入柱中，不要使树脂层出现气泡）中，然后用连接管把三根柱子连接起来，如图 1-1 所示。

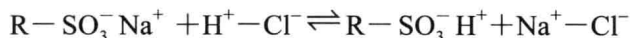
3. 离子交换树脂的处理

市面上出售的离子交换树脂一般都混有杂质，如有机杂质磺酸、胺类等，无机杂质铁、铜、铅、钙、镁等。而且，实验室制备去离子水多采用聚苯乙烯磺酸型强酸性阳离子交换树脂（如上海产品 732 型，天津产品强酸 1 号）和聚苯乙烯季胺型强碱性阴离子交换树脂（如上海产品 717 型，天津产品强碱 201 型）。前者为钠型，后者为氯型，不符合制水的离子形式要求（制水的离子形式为 H^+ 型和 OH^- 型），所以需要去杂质和转型处理。

将新购的树脂（一般选择粒度在 16~50 目，含水量 35%~50%）用 20 号筛过筛后，放在烧杯中，用温水（30~40℃）（阴离子交换树脂在 40℃ 以上易分解）浸泡 2~3 次，每次浸泡 0.5h，然后转移到筛网上用自来水冲洗，以洗去色素、水溶性物质和不溶性杂质，直至洗出液呈无色为止。再转移到烧杯中注入氯化钠—乙醇溶液（100mL 乙醇中加 1g NaCl），浸泡 24h，以除去芳香族物质和醇溶性物质，最后用自来水冲洗至无乙醇为止。再分别对阳、阴离子交换树脂进行活化和转型处理。

（1）强酸性阳离子交换树脂的处理。酸碱活化处理，将阳离子树脂用 $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{HCl}$ 溶液浸泡 12h，用自来水洗涤至洗出液的 pH 值为 4~5。再用 $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{NaOH}$ （或 8%NaOH）溶液浸泡 4h，用去离子水洗至 pH 值为 8~9。

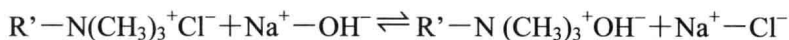
转型处理：将阳离子树脂转为 H^+ 型，其反应式为：



将树脂用 $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{HCl}$ 溶液浸泡 0.5h，用去离子水冲洗至 pH 值达到 5 为止。

（2）强碱性阴离子交换树脂的处理。酸碱活化处理，将阴离子树脂用 $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{NaOH}$ （或 8%NaOH）溶液浸泡 12h，用自来水冲洗至洗出液的 pH 值为 8~9，再用 $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{HCl}$ 溶液浸泡 4h，最后用去离子水冲洗至洗出液的 pH 值为 4~5。

转型处理：将阴离子树脂转为 OH^- 型，其反应式为：



将树脂装入柱内，用 $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{NaOH}$ 溶液浸泡 0.5h，排掉 NaOH，以 $200\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 的流速用去离子水淋洗，至洗出液的 pH 值达到 8~9 为止。

二、纯水质量检查

（一）测定纯水的比电阻

根据水中所含导电杂质与比电阻之间的关系，可间接测定水的纯度（见表 1-2、表 1-3）。

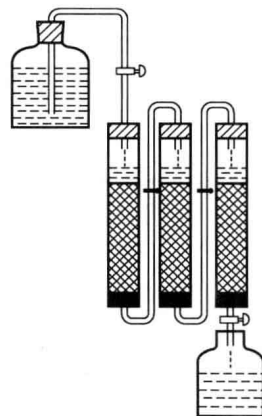


图 1-1 去离子水的制备装置

用电导仪测定在 298K 时水的电阻率，当测出的比电阻在 $5 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上者为去离子水。

表 1-2 国际标准化组织 (ISO) 纯水标准 (1983 年制订)

项 目	一级水	二级水	三级水
pH 值 (298K)			5.0~7.5
电导率 (298K) $\sigma/(\text{s} \cdot \text{cm}^{-1})$	1.0×10^{-7}	1×10^{-6}	5.0×10^{-6}
电阻率 (298K) $\rho/(\Omega \cdot \text{cm})$	10×10^6	1×10^6	2×10^5
最大耗氧量 $\rho_{\text{B}}/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$		0.08	0.4
最大吸光度 (254nm 1cm 比色皿)	0.001	0.01	
SiO_2 最大含量 $(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	0.02	0.06	

表 1-3 各种纯度的水及其比电阻 ($\rho/\Omega \cdot \text{cm}$) (298K)

种 类	比电阻	种 类	比电阻
自来水	1 900	玻璃蒸馏器中蒸馏 1 次	500 000
纯水的理论值	18 300 000	玻璃蒸馏器中蒸馏 2 次	1 000 000
混合床式纯水 (强酸型+强碱型树脂)	18 000 000	石英蒸馏器中蒸馏 3 次	2 000 000
复床式纯水 (强酸型→强碱型树脂)	1 000 000	石英蒸馏器中蒸馏 28 次	16 000 000
蒸馏水 (商品)	100 000		

(二) 阳离子的检查

取纯水 10mL 于试管中，加 3~5 滴氨性缓冲溶液 ($\text{pH} \approx 10$)，调节 pH 值至 10 左右，再加 2~3 滴铬黑 T 溶液，摇匀，若此溶液呈天蓝色，表明此纯水无阳离子存在，若呈红色或紫红色表示有阳离子存在。

(三) pH 值的检查

纯水的 pH 值为 7.0。pH 值小于 7.0 时，表明水中溶解的 CO_2 含量较大；pH 值大于 7.0 时，一般是由于 HCO_3^- 含量较高所致。取纯水 10mL 加甲基红指示剂 2 滴，不显红色，另取纯水 10mL，加溴麝香草酚蓝指示剂 5 滴，不显蓝色，即表示合格。也可以用精密 pH 试纸或 pH 计进行检查。

(四) 氯离子的检查

在 10mL 纯水中加 2~3 滴 HNO_3 酸化后，加 2~3 滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ (或 1%) AgNO_3 溶液，摇匀，若溶液清澈，表示氯化物含量极低，符合要求。

(五) 硅含量的检查

纯水中硅含量应小于 $0.05\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。将 10mL 纯水放入 25mL 具塞比色管中，加入 2 滴 0.5% 的对硝基酚水溶液和 2 滴 1:7 的硫酸，混合后，若无硅存在，溶液应该是无色的。检查纯水中可溶性硅的方法是：取 10mL 纯水于试管中，加入 15 滴 1% 钼酸铵，加入 8 滴草酸和硫酸混合液 (4% 草酸和 $8\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硫酸按 1:3 比例混合)，摇匀，放置 10min，加入 5 滴 1% 硫酸亚铁铵 (新配制的)，摇匀，如溶液呈蓝色，表示有硅存在，如无色表示硅不存在。

用化学方法检查纯水的纯度，操作比较麻烦，不如测定溶液的电阻率间接测定水的纯度来得快。所以一般都依据电导仪测定纯水的电阻率来检查水的纯度。

三、离子交换树脂的再生

在制备去离子水的过程中,阳(阴)离子交换树脂上的 $\text{H}^+(\text{OH}^-)$ 完全被交换后,树脂即失去了交换水中阳(阴)离子的能力,可通过树脂再生恢复树脂交换的能力,再生操作分柱进行。

(一) 强酸性阳离子交换树脂的再生

再生反应式为



1. 逆洗

将自来水从交换柱底部通入,废水从顶部排出,被压紧的树脂松动,洗去树脂碎粒及其他杂质,排除树脂层内气泡(因二氧化碳逸出),以利于树脂与再生液接触。洗至水清澈,时间为 15~30min。逆洗后从下部放水至液面高出树脂层表面 10cm 处。

2. 加酸

用 5%~10% 盐酸(三级纯以上)溶液以 $20\sim 30\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$ 的流速经过阳离子交换树脂柱,一般用 2 倍于树脂体积的酸液即可。

3. 正洗

先用自来水正洗,控制流速为 2 倍于加酸的流速,开始 15min 慢些。洗至 pH 值约为 2~3 时,改用去离子水洗,洗至 pH 值为 6.5~7.5,无阳离子存在。此再生后的树脂即可继续使用。

(二) 强碱性阴离子交换树脂的再生

再生反应式为



1. 逆洗

方法同阳离子树脂。

2. 加碱

用 8% 的 NaOH 溶液从柱顶加入,控制流速,使碱液(2 倍于树脂体积)在 1h 左右加完。

3. 正洗

先用自来水从柱顶通入,流速同阳离子。洗至 pH=11 后,改为去离子水洗,洗至 pH=7.0,无氯离子。此再生后的树脂可继续使用。

离子交换树脂使用过久,被色素、有机物等严重污染时,若还按常规再生处理,效果不佳。这时可先用 25%NaCl 溶液浸泡,使其活化,而后再用酸、碱处理,这样效果较好。

(三) 混合树脂的再生

对于混合树脂的再生可采用分别再生法。分别再生法为:将混合树脂从柱中倒入大烧杯中,加入饱和氯化钠溶液,充分搅拌,阴离子树脂轻浮在上面,阳离子树脂重沉在下面。将它们分开分别装柱,用自来水洗去 NaCl 后,再生处理同前。

值得注意的是,再生操作不能间断,以免再生剂与某些阳离子生成沉淀而使柱内树脂受到堵塞。另外不可将柱中水放到树脂层以下,以免树脂之间产生气泡,影响流速。

第二节 化学试剂规格

化学试剂规格是衡量试剂纯度的量化指标,以特定符号标识。我国和某些国家化学试剂

等级标志详见表 1-4。

表 1-4

我国和某些国家化学试剂等级标志

质 量 次 序		1	2	3	4	5
我国化学试剂等级标志	级别	一级品	二级品	三级品	四级品	
	中文标志	保证试剂	分析试剂	化学纯	化学用	生物试剂
		优级纯	分析纯	纯	试验试剂	
	符号	GR	A.R	C.P; P	L.R	B.R; C.R
瓶签颜色		绿	红	蓝	棕色等	黄色等
德、美、英等国通用等级和符号		GR	A.R	C.P		
前苏联等级		化学纯	分析纯	纯		

第三节 溶液的浓度和溶液的配制

一、定量实验中常用的溶液浓度及计算式

溶液的浓度是指在一定的溶液或溶剂中所含溶质的量。在定量分析化学实验中常用的浓度表示方法有以下四种。

(一) 比例浓度 (V/V)

比例浓度 (也称稀释比浓度或体积比浓度) 是指用浓的 (市售原装) 液体试剂与溶剂的体积比来表示的浓度。比例浓度中的第一个数字表示浓试剂的体积, 后一个数字表示溶剂 (通常是水) 的体积。例如 1:2 (有时也写成 1+2) 的 HCl 溶液表示, 该 HCl 溶液是由 1 体积市售的浓度 HCl ($12\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$) 和 2 体积水配制而成的。

(二) 百分浓度

百分浓度用于表示定量分析实验中辅助试剂的浓度, 常用质量—质量百分浓度 ($\text{m/m}\%$)。质量—质量百分浓度简称质量百分浓度, 用 100g 溶液中所含溶质的质量来表示。

质量百分浓度 ($\text{m/m}\%$) = $\{\text{溶质质量 (g)} / [\text{溶质质量 (g)} + \text{溶剂质量 (g)}]\} \times 100\%$

市售的酸碱浓度常用此法表示。例如: H_2SO_4 (98%), 表示在 100g H_2SO_4 溶液中含有 98g H_2SO_4 。

(三) 物质 B 的物质的量浓度 (c_B)

物质 B 的物质的量浓度, 也称为物质 B 的浓度, 简称浓度。其定义为: 物质 B 的物质的量 N_B 除以混合物的体积 V , 其国际符号为 c_B , 即 $c_B = n_B/V$ 。物质 B 的物质的量浓度 c_B 的 SI 单位为 $\text{mol} \cdot \text{m}^{-3}$, 在化学中常用的单位名称为摩尔每升, 其符号为 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。例如, $c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$, 表示在 1LNaOH 溶液中含有 0.1molNaOH。

(四) 滴定度 T

滴定度是用每毫升标准溶液相当于被测物质的质量 (g) 来表示的。例如 $T(\text{Fe}/\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 0.005\,585\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$, 表示用 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 法测定 Fe 含量时, 1mLK₂Cr₂O₇ 标准溶液相当于被测物 Fe 0.005 585g。在常规分析某一固定组分时, 标准溶液的浓度常用此法表示, 对计算测定结果极为方便。

二、溶液的配制

定量分析实验中，水是最常用的溶剂。一般所用的水是蒸馏水。有时根据实验的需求也用去离子水或重蒸水。通常不指明溶剂的溶液为水溶液。

定量分析实验中所用的溶液有两大类：一类为非标准溶液，它只有大致的浓度，即实验中所用的辅助试剂（如指示剂、沉淀剂、洗涤剂、显色剂等）；另一类为标准溶液，它具有准确的浓度，即实验中作为分析被测物质的标准。除此以外，还有一类溶液为缓冲溶液，它具有一定的 pH 值，在许多定量分析实验中是不可缺少的辅助试剂。由于它不是由某种单一物质配制而成，所以它的配制方法及 pH 值的计算方法有一定的特殊性，在普通化学课程中已经专门讲述。

（一）非标准溶液的配制

非标准溶液的浓度通常用比例浓度、百分浓度或物质的量浓度表示。

1. 用固体试剂配制

视实验要求，用台秤称取合适量的固体试剂，溶于适量水中（若是易水解的盐，则需加入适量的酸），必要时以小火助溶，冷却后转移入试剂瓶，稀释至所需体积，贴上标签，注明溶液的名称、浓度及配制日期，摇匀备用。切忌将固体试剂直接放入试剂瓶溶解，以防止因溶解发热而导致试剂瓶破裂或溶解不完全。

2. 用液体试剂配制

用量筒量取合适量的试剂，缓慢倒入适量水中（若发热，需冷至室温），再转移到试剂瓶，稀释至所需体积，贴上标签，注明液体的名称、浓度及配制日期，摇匀备用。

（二）标准溶液的配制

标准溶液的浓度通常用物质的量浓度 c_B 、滴定度 T 来表示。标准溶液有两种配制方法。

1. 直接法

准确称取一定量的基准物质，溶解后再定量转移到容量瓶，用水稀释至刻度。根据试剂的质量和容量瓶的体积，即可计算溶液的准确浓度。配制标准溶液用的基准物质必须符合以下条件：

- （1）纯度高，其杂质含量一般不超过 0.02%；
- （2）物质的组成与化学式完全符合（包括结晶水）；
- （3）在一定的条件下，物理、化学性质稳定；
- （4）最好有较大的摩尔质量以减小称量误差。

常用的基准物质的干燥条件及应用见表 1-5。

2. 间接法

只有少数试剂符合基准试剂的要求，所以大部分标准溶液不能用直接法来配制。间接法是先将被溶液配制成所需的大致浓度，然后用另一基准试剂或标准溶液来测定它的浓度（这种操作过程称为标定。）例如，HCL 溶液的浓度可用硼砂作为基准物质来进行标定，也可以用标准 NaOH 溶液来进行标定。用已知准确浓度的标准溶液来标定，方法简单，但精确度不及用基准试剂标定的高。因为在确定标准溶液浓度时，已存在误差，在进行标定时又引入误差，误差的积累，对结果的影响较大。因此标定应尽可能采用基准试剂。一般标定需做三次平行测定。

表 1-5 常用基准物质的干燥条件和应用

基 准 物 质		干燥后组成	干燥条件 (°C)	标定对象
名 称	分 子 式			
碳酸氢钠	NaHCO_3	Na_2CO_3	270~300	酸
碳酸钠	$\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	Na_2CO_3	270~300	酸
硼砂	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	放于含 NaCl 和蔗糖饱和液的干燥器中	酸
碳酸氢钾	KHCO_3	K_2CO_3	270~300	酸
草酸	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	室温空气干燥	碱或 KMnO_4
邻苯二甲酸氢钾	$\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$	$\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$	110~120	碱
重铬酸钾	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	140~150	还原剂
溴酸钾	KBrO_3	KBrO_3	130	还原剂
碘酸钾	KIO_3	KIO_3	130	还原剂
铜	Cu	Cu	室温干燥器中保存	还原剂
三氧化二砷	As_2O_3	As_2O_3	同上	氧化剂
草酸钠	$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	130	氧化剂
碳酸钙	CaCO_3	CaCO_3	110	EDTA
锌	Zn	Zn	室温干燥器中保存	EDTA
氧化锌	ZnO	ZnO	900~1000	EDTA
氯化钠	NaCl	NaCl	500~600	AgNO_3
氯化钾	KCl	KCl	500~600	AgNO_3
硝酸银	AgNO_3	AgNO_3	280~290	氯化物
氨基磺酸	HOSO_2NH_2	HOSO_2NH_2	在真空 H_2SO_4 干燥器中 48h	碱
氟化钠	NaF	NaF	铂坩埚中 500~550°C 下 40~50min 后硫酸干燥器中冷却	

第四节 滤 纸

在分析实验中经常要进行沉淀的过滤和洗涤，这就需要恰当选择和使用滤纸。

对于需要灼烧的沉淀，一般采用滤纸过滤。滤纸分定性滤纸和定量滤纸两种，每张定量滤纸灼烧后的灰分小于 0.000 05g。当重量分析中须将滤纸连同沉淀一起灼烧并称重时，就必须采用定量滤纸过滤。选用滤纸的大小以沉淀装到不超过滤纸圆锥高度的 1/3 至 1/2 处为宜。常用的圆滤纸直径为 9~11cm。滤纸致密程度的选择决定于沉淀的性质。胶状沉淀用质松孔大的滤纸；晶状沉淀则应选用质地致密的滤纸。我国国产滤纸按其致密程度可分为快速、中速、慢速三类，其规格见表 1-6。

表 1-6 滤 纸 的 规 格

项 目	单 位	定 量 滤 纸			定 性 滤 纸		
		快速	中速	慢速	快速	中速	慢速
		(白带)	(蓝带)	(红带)	(白带)	(蓝带)	(红带)
定量*	$\text{g} \cdot \text{m}^{-2}$	75	75	80	75	75	80
分离性能		氢氧化铁	碳酸锌	硫酸钡 (热)	氢氧化铁	碳酸锌	硫酸钡 (热)
过滤速度**	s	10~30	31~60	61~100	10~30	31~60	61~100
紧度	$\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$, 不大于	0.45	0.50	0.55	0.45	0.50	0.55
水分	%, 不大于	7	7	7	7	7	7
灰分	%, 不大于	0.01	0.01	0.01	0.15	0.15	0.15
含铁量	%, 不大于	—	—	—	0.003	0.003	0.003
水溶性氯化物	%, 不大于	—	—	—	0.02	0.02	0.02

* 是指规定面积内滤纸的重量，这是造纸工业上用的一个术语。

** 过滤速度是指把滤纸折成 60°角的圆锥形，将滤纸完全浸湿，取 15mL 水进行过滤，开始滤出 3mL 不计时，之后计时，滤出 6mL 所需的时间。

第五节 滴定分析基本操作考核要求细则及实验考查表

滴定分析基本操作考核要求细则及实验考查表见表 1-7。

表 1-7 滴定分析基本操作考核要求细则及实验考查表

考查项目	滴定分析基本操作要求细则		分数	正误判断
	正 确	错 误		
容量瓶、滴定管、移液管的洗涤	1. 容量瓶、滴定管查漏 2. 自来水冲洗—皂液、洗涤剂洗 3. 有油污用铬酸洗液洗 4. 自来水冲洗管壁至不挂水珠 5. 蒸馏水润洗内壁 3 次 6. 蒸馏水润洗每次用量 7~8mL	未查漏 用去污粉洗滴定管、滴定管刷铁丝磨损管壁 未布满全管、洗后洗液未放回原瓶 仍挂水珠 未润洗或只润洗 1 次 用量多于 8mL		
滴定管装滴定剂	1. 滴定剂润洗 3 次 2. 每次润洗溶液用量 7~8mL 3. 滴定剂直接由试剂瓶装入滴定管 4. 赶气泡操作正确 5. 调液面至刻度 0 处或略低	未润洗或只润洗 1 次 用量多于 8mL 转入其他容器再装滴定管 未赶气泡或气泡未赶干净 高于 0 或低于 0 超过 1mL 或滴定前未调至刻度“0”处		
定容 (容量瓶的使用)	1. 溶液移入容量瓶操作正确 2. 定容操作正确 3. 摇匀操作正确	倒完烧杯未沿玻璃棒上滑立起 漂洗烧杯时拿法不对，定容时温度未冷至室温，冲过标线或视线未水平 摇匀时拿法不对，摇动次数不够		
移液管操作	1. 润洗前内吹尽外擦干 2. 润洗 3 次 3. 洗耳球吸液操作正确	润洗前未吹尽擦干 未润洗或只润洗 1 次 左手执管、空吸、反复吸放操作		

续表

考查项目	滴定分析基本操作要求细则		分数	正误判断
	正 确	错 误		
移液管操作	4. 准确放液至刻度处 5. 半滴处理 6. 放液操作正确	食指有水、大拇指按管口、不会慢慢放液 未与刻度处平视、半滴未处理 移液管悬空或不垂直或放完时未停顿 15s		
滴定操作	1. 初读数正确，管尖半滴处理正确 2. 活塞操作正确 3. 摇动操作正确 4. 能根据滴定时溶液颜色变化和反应特点掌握滴定速度 5. 终读数准确并及时记录	管倾斜读数或未平视刻度或半滴未处理 活塞操作不正确或漏液 直线摇动或管尖端碰瓶口或管尖离瓶口 2cm 以上 不能根据具体反应掌握滴定速度 滴定过程中形成气泡，未等 2min 读刻度视线不水平或未及记录		
滴定终点判断	1. 指示剂选用正确 2. 指示剂用量恰当 3. 滴定终点时能一滴一滴或半滴半滴滴定 4. 滴定突跃明显，判断正确 5. 半滴处理正确	指示剂选用错误 用量太少或太多 滴定速度控制不好 滴定终点判断不准 半滴处理不正确		

第二章 定量分析实验仪器和基本操作

第一节 分 析 天 平

分析天平 (analytical balance) 是定量分析不可缺少的精密衡量仪器。常用的分析天平有半自动电光天平、全自动电光天平、单盘电光天平和电子天平等。

一、分析天平的分类

根据分析天平的结构特点, 可分为等臂 (双盘) 分析天平、不等臂 (单盘) 分析天平和电子天平三类。它们的载荷一般为 $100\sim 200\text{g}$ 。有时又根据分度值的大小, 分为常量分析天平 ($0.1\text{mg}/\text{分度}$)、微量分析天平 ($0.01\text{mg}/\text{分度}$) 和超微量分析天平 ($0.001\text{mg}/\text{分度}$)。

(一) 等臂 (双盘) 分析天平

等臂分析天平种类较多, 主要有上海天平厂生产的 TG-328B 型半自动电光天平 (见图 2-1) 和 TG-328A 型全半自动电光天平 (见图 2-2)。前者为等臂双盘天平, 后者为等臂单盘天平。TG-328A 型与 TG-328B 型半自动电光天平比较, 不同之处在于只有一只天平盘, 所有砝码都采用机械加减, 设在天平左侧。全部砝码自上而下分为三组: $10\sim 990\text{mg}$ 组, $1\sim 9\text{g}$ 和 $10\sim 190\text{g}$ 组。

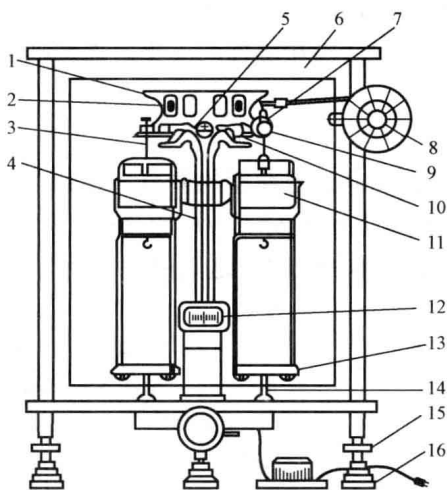


图 2-1 TG-328B 型半自动电光天平

- 1—横梁; 2—平衡螺丝; 3—吊耳; 4—指针; 5—支点刀; 6—框罩; 7—圈码; 8—指数盘; 9—支柱; 10—梁托架; 11—阻尼筒; 12—投影屏; 13—天平盘; 14—盘托; 15—螺旋脚; 16—旋钮

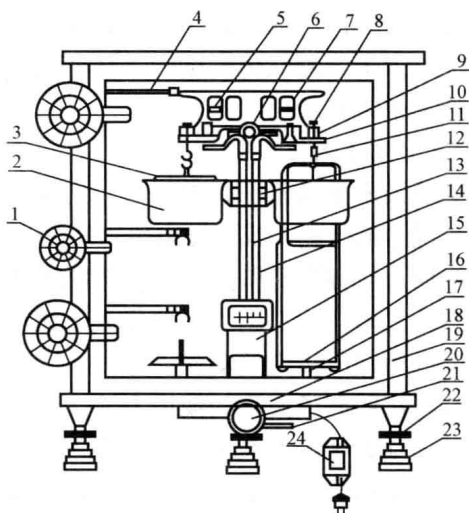


图 2-2 TG-328A 型全半自动电光天平

- 1—指数盘; 2—阻尼器外筒; 3—阻尼器内筒; 4—加码杆; 5—平衡螺丝; 6—中刀; 7—横梁; 8—吊耳; 9—边刀盒; 10—翼托; 11—挂钩; 12—阻尼架; 13—指针; 14—立柱; 15—投影屏座; 16—天平盘; 17—盘托; 18—底座; 19—框罩; 20—开关旋钮; 21—调零杆; 22—调水平底脚; 23—脚垫; 24—变压器