

成人高等教育理工科试用教材

分析化学实验

李生琳 主编

南开大学出版社

成人高等教育理工科试用教材

分析化学实验

李生琳 主编

江苏工业学院图书馆
藏书章

南开大学出版社

1987年

内 容 简 介

本书与冉顺善主编的成人高等教育理工科试用教材《分析化学》配套使用，为河北省教委委托编写的成人高等教育理工科试用教材之一。除预备知识和基本操作技术外收入27个实验，兼顾无机分析和有机分析，包括化学分析和常用的仪器分析。可供职大、夜大、业大和专科院校作分析实验教材用。

分 析 化 学 实 验

李 生 琳 主 编

责任编辑 王 真

南开大学出版社出版

(天津八里台南开大学校内)

新华书店天津发行所发行

河北工学院印刷厂印刷

1987年10月第1版 1987年10月第1次印刷

开本: 850×1168 1/32 印张: 5.125

字数: 126千 印数: 1—10,000

ISBN7-310-00102-8/O.20

统一书号: 13301-60 定价: 0.94元

编 者 的 话

本书是在河北省教育委员会的领导下，责成河北工学院成人教育处负责组织。为了适应我国成人教育蓬勃发展的需要，根据成人学员的特点，与冉顺善主编的成人高等教育理工科试用教材配套使用。考虑到成人教育涉及的专业类型较多，因此本书选材比较广泛，在无机分析基础上，适当编选了有机分析的内容。全书共27个实验，既包括化学分析法，也包括常用的仪器分析法。一般学员在学习期间不可能做完全部实验，各院校可按不同专业的需要选择。但前五个实验是基本操作技术训练不可缺少的，学习分析化学的学员都应该做。所选实验都经过作者和学生多次实践过，都比较成熟。

成人学员一般有社会及家庭负担，时间不宽裕，因此各个实验（除实验十六外）在3~4小时内均可完成。重量分析实验由于费时较多，没有单独安排，但关于沉淀、过滤、洗涤等技术可通过实验十六石灰石中氧化钙的测定得到训练。为了培养学员的独立思考的能力，在做完酸碱滴定法实验，基本掌握定量分析操作技术后，由学员自己设计方案做一次实验。

为了便于学习，在叙述每个实验前都简要讲解有关原理，后面附有少量思考题。本书前部介绍分析化学实验的预备知识和基本操作技术，包括天平小故障的排除等。书后附有有关仪器的使用说明书和一些重要的化学用表，因此它不仅可以作为教材，也可作为工厂化验人员的参考书。

本书由李生琳（“分析化学实验的预备知识和基本操作技术”中的一至四和七，实验二至七和十二至十五），陈拱明

（“分析化学实验的预备知识和基本操作技术”中的五和六，实验十六、二十七），李家禾（实验一），王厚祥（实验八至十一及十七），李德怀（实验十八），刘晔（实验十九、二十），梁丽壖（实验二十一至二十六及附录一、二）等执笔，由李生琳主编，沈光中主审。

编写过程中得到河北工学院化工系分析化学实验室全体同志的大力支持，书中的插图由天津重型机器厂许阳描绘。一并表示感谢。

由于编者的水平所限，书中的错误及不当之处在所难免，欢迎读者批评指正。

编 者

1986年7月

目 录

分析化学实验的预备知识和基本操作技术

一 实验室注意事项	(1)
二 分析用水	(4)
三 化学试剂的一般知识	(5)
四 分析天平	(7)
五 玻璃量器的洗涤和使用	(25)
六 重量分析的基本操作	(34)
七 实验报告示例	(42)

实验部分

实验一 天平的使用和称量练习	(44)
实验二 滴定管、容量瓶及移液管的使用和校正	(47)
实验三 酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	(52)
实验四 酸碱溶液浓度的标定	(56)
实验五 醋酸酸度的测定	(59)
实验六 碱灰中总碱度的测定	(61)
实验七 自拟方案	(63)
实验八 EDTA标准溶液的配制和标定	(64)
实验九 自来水硬度的测定	(68)
实验十 铅铋混合液的连续滴定	(71)
实验十一 铁矿石中总铁量的测定—— $K_2Cr_2O_7$ 法	(73)
实验十二 硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	(78)

实验十三	铜盐中铜含量的测定.....	(81)
实验十四	工业苯酚纯度的测定.....	(84)
实验十五	高锰酸钾标准溶液的配制和标定.....	(88)
实验十六	石灰石中氧化钙的测定.....	(92)
实验十七	软锰矿中二氧化锰的测定.....	(95)
实验十八	摩尔法测定可溶性氯化物中氯的含量.....	(97)
实验十九	分光光度法测定微量铁	(100)
	邻菲罗啉测铁条件的研究(选作实验) ...	(104)
实验二十	分光光度法测定混合液中高锰酸钾和 重铬酸钾的含量.....	(105)
实验二十一	水样pH值的测定	(109)
实验二十二	用氯离子选择性电极测定水中氯离 子的含量	(111)
实验二十三	氯化钠和碘化钾混合物的电位连续 滴定	(116)
实验二十四	苯、甲苯、乙苯、二甲苯混合物的 色谱分析	(120)
实验二十五	气固色谱法测定空气中的氧和氮	(126)
实验二十六	乙醇中微量水份的测定	(128)
实验二十七	半水煤气的分析	(131)

附录

I	721型分光光度计的使用说明.....	(136)
II	pH S-2型酸度计的使用说明	(139)
III	市售酸碱试剂的浓度和比重	(143)
IV	常用的指示剂	(144)
V	常用的缓冲溶液	(146)
VI	常用的基准物及其干燥条件	(147)

VII	常用的洗涤剂	(148)
VIII	常用的熔剂及坩埚	(149)
IX	滤器及其使用	(150)
X	一些化合物的式量	(151)
XI	国际原子量表	(154)
参考书目		(155)

分析化学实验的预备知识和 基本操作技术

分析化学是一门实践性很强的学科。分析化学实验课的任务是加深学生对分析化学基本理论的理解，掌握分析化学的基本操作技能，培养学生具有严格认真地进行实验的习惯，提高学生分析问题和解决问题的能力。为此要求学生在实验前应认真预习实验教材，明确实验的目的及意义，掌握实验原理，做到心中有数；实验过程中要仔细观察现象，对每一项操作及出现的现象都能有所解释，严格遵守操作规程，在使用性能不熟悉的仪器和药品时应查阅有关资料（包括教材），或请教指导教师，以免损坏仪器，浪费试剂，更重要的是预防事故发生。

通过课程的学习，养成实事求是的科学态度，为同学们以后参加生产及科学研究打下良好基础。

一 实验室注意事项

- 1 遵守实验室的各项制度，尊重教师及实验室工作人员的指导。
- 2 保持实验室的清洁及安静，注意桌面及仪器的整洁。
- 3 废纸废屑应投入废纸箱内，不要投入水槽，也不要随地乱扔。废酸废碱应倒入废液缸内，切勿倒入水槽，以免腐蚀下水道。
- 4 爱护仪器，节约试剂及水电等。

5 进行实验时，非经指导教师许可，不要离开实验室。

6 注意避免浓酸、浓碱等腐蚀性试剂溅在皮肤及衣服上。

7 用 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等溶解样品应在通风橱中进行。稀释浓 H_2SO_4 时，应当把浓酸缓慢地倒进水中，而不要将水倒入浓酸中。

8 汞盐、氰化物、三氧化二砷、钡盐、重铬酸盐等试剂有毒，使用时应特别仔细。氰化物与酸作用时放出剧毒的 HCN ！因此严禁在酸性介质中加入氰化物，含氰化物的废液不能倒在下水道中，必须先倒进 Na_2CO_3 - FeSO_4 混合溶液中，使其转化为无毒的亚铁氰化物以后，方可倒进下水道。

9 使用乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷、四氯化碳等有毒易燃的有机溶剂要远离热源，用过的试剂应倒入回收瓶中，不能倒入水槽中。

10 开启易挥发的液体试剂瓶时，应将试剂瓶放在自来水龙头下用水冷却几分钟。开启时瓶口不要对着人，最好在通风橱中进行。

11 蒸馏或回流完毕，应先切断电源或热源，将蒸馏瓶脱离水浴或电热套，待冷却后再关冷凝水，以防蒸干或爆炸。

12 对于正在沸腾的溶液，应先用夹子将容器夹住轻轻地摇动几下后再移动，以防溶液暴沸溅出伤人。

13 将玻管、玻棒或温度计等插入或拔出胶塞（胶管）时应垫上棉布或毛巾，以免折断伤人。

14. 进行熔融操作时（特别是 Na_2O_2 ），应戴上护目镜，防止熔体溅出伤害眼睛。

15 使用高压气体钢瓶应严格遵守下述规则：

（1）氧气瓶及其专用工具严禁与油脂接触，操作人员绝不能穿戴沾有油脂或油污的工作服、手套，以免引起燃烧。

(2) 氧气瓶及各种可燃性气体的钢瓶不能放置在距离明火10米以内的地方。若实验室条件确难达到时,必须采取可靠的预防措施后,方可在适当的位置放置。

(3) 各种钢瓶必须分类保管。钢瓶直立时要将它固定住,避免暴晒及强烈震动。

(4) 钢瓶上的减压阀要专用,安装时螺丝要上紧。

(5) 开启钢瓶时,操作者应站在侧面,禁止面对气体出口,以免气流伤人。发现漏气,应立即关阀修理。

(6) 钢瓶中的气压不得低于规定的最低压力。出现最低压力时应停止使用,重新灌气。

(7) 各种钢瓶应定期进行技术检验,使用过程中严禁敲打,若发现严重腐蚀或损伤,应及时检查是否还能使用。

(8) 各种钢瓶均有固定的颜色及标志,最好“专瓶专用”,不要随意替换。下表列出各种钢瓶的颜色及标志供读者参考。

表1 钢瓶的颜色及标志

钢瓶种类	外表颜色	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
压缩空气	黑	压缩空气	白	—
乙炔	白	乙 炔	红	—
二氧化碳	黑	二氧化碳	黄	—

16 试剂切勿入口,实验器皿不得作食具。

17 实验完毕应清理及洗涤仪器,作好实验室的清洁工作,关闭水龙头及气阀(包括煤气及其他曾经用过的钢瓶),拉断电闸。

离开实验室前一定要仔细洗手,如曾用过毒品还要漱口。

二 分析用水

在分析化验工作中，如洗涤仪器，配制溶液等，水是不可缺少的。

自来水中有很多杂质，只能用来洗涤仪器或作水浴及冷却用水，不能直接用来配制溶液。分析用水只能用经过提纯后的纯水。纯水的电阻率在 25°C 时为 $1.0\sim 10\times 10^6$ 欧姆·厘米。电阻率大于 10×10^6 欧姆·厘米的水称为超纯水，提纯水的方法有蒸馏法(蒸

表 2 水质检验项目

检 验 项 目	检 验 方 法	合 格 标 准
$\text{Ca}^{2+}+\text{Mg}^{2+}$ 离子	水样10mL，加2~3滴 $\text{NH}_4\text{Cl}-\text{NN}_3$ 缓冲溶液及少许铬黑T	蓝色
Cl^- 离子	取水样10mL，加数滴1N HNO_3 及0.1N AgNO_3 溶液	透明无色
酸碱度	(1)取水样10mL，加甲基红指示剂2滴 (2)取水样10mL，加溴麝香草酚蓝指示剂5滴	不得显红色 ($\text{pH}=6\sim 7$) 不得显蓝色
电阻率	用100mL的烧杯盛水样，置于 25°C 的恒温水浴上片刻，放入铂电极，用电导仪测定	电阻率不得小于 1×10^6 欧姆·厘米

馏水)，离子交换法(去离子水)及电渗析法等。目前常用的是前两种方法。

一般的分析实验采用蒸馏水或去离子水即可，而超纯或高纯物质的分析则需要用超纯水。

检验纯水质的项目很多，一般的实验室用水只要求做表2中所列的项目即可。

分析用的纯水必须保持纯净。为了防止污染，装纯水的容器必须清洁（包括内外壁），纯水瓶口要随时盖上盖子（无论瓶内是否有水），空气导管最好加盖指形管或纸套，插入瓶内的导管要清洁且长度适合，纯水瓶旁不要放置挥发性试剂如浓盐酸、氨水等。洗瓶一定要保持清洁。

三 化学试剂的一般知识

1 试剂的规格

常用试剂按其所含杂质的多少分为四个等级，不同规格试剂

表3 常用试剂的规格及适用范围

等 级	名 称	英 文 名	符 号	适用范围	标签色
一级	优级纯 (保证试剂)	Guaranteed reagent	GR	精密分析 及科研	绿
二级	分析纯 (分析试剂)	Analytical reagent	AR	一般分析 及科研	红
三级	化学纯	Chemical pure	CP	普通实验 室使用	蓝
四级	实 验 室 用 试 剂	Laboratorial reagent	LR	实验室辅 助试剂	棕

表 4

分析实验常用试剂和保存方法

试 剂 类 型	试 剂 名 称	保 存 方 法
腐蚀性试剂	H_2SO_4 、 HNO_3 、 HCl 等	存放于玻璃瓶, 严密加盖或蜡封。盐酸不宜放在靠近氨水的地方
	HF 、 NaF 、 KF 、 NH_4F 、 KOH 、 NaOH 等	存放于塑料或涂石蜡的玻璃瓶中
见光易分解的试剂	H_2O_2 、 AgNO_3 、 KMnO_4 、 NaBiO_3 、草酸、焦性没食子酸等	放于棕色瓶中, 置于冷、暗处保存
易氧化试剂	SnCl_2 、 FeSO_4 、 Na_2SO_3 、 NaNO_2 等	瓶口用石蜡密封, 避免空气进入
挥发性试剂	液溴, 氨水等	放于棕色瓶中, 置于冷、暗处保存
易燃试剂	乙醇, 乙醚, 丙酮, 苯, 四氯化碳, 氯仿等	存放于阴凉通风处, 温度不超过 28°C
易爆炸试剂	HClO_4 、 H_2O_2 、硝基化合物	存放于铺干沙的柜中
易吸水试剂	无水 Na_2CO_3 、 KOH 、 NaOH 、 Na_2O_2 等	瓶口用石蜡密封
剧毒试剂	KCN 、 NaCN 、 HF 、 HgCl_2 及 As_2O_3 等	应有专人保管, 并有一定的取用手续

的适用范围见表3。此外,还有光谱纯、色谱纯、超纯试剂等。它们的纯度高于保证试剂,在特殊情况才使用,一般化学实验室里不常见。

2 常用试剂的类型及保存

不同类型的试剂要求用不同的方法保存,以免变质或发生危险。表4中列出一些常用试剂和保存方法,以供参考。

剧毒试剂指生物半致死量(LD₅₀)低于50mg/kg者。

3 取用试剂的注意事项

(1) 取用试剂时应注意保持试剂的清洁。瓶塞不许任意放置。取出试剂后应立即盖好密封,以防试剂吸水或氧化等而变质。

(2) 固体试剂应当用清洁、干燥的小勺取用。取过强碱性试剂的小勺应立即洗净,以免腐蚀。

(3) 用吸管或滴管吸取液体试剂时,绝不能用未经洗净的同一吸管(滴管)插入不同的试剂瓶中。倒出的液体试剂或溶液(特别是标准溶液)不能再倒回原瓶。

(4) 试剂瓶上都应贴有明显的标签,写明试剂的名称、规格。绝对不能在试剂瓶中装入与标签不一致的试剂,以免造成差错。没有标明名称和规格的试剂,在未查明前不能随便使用。

(5) 在分析工作中,试剂的浓度和用量要按要求恰当使用。过浓或过多,不仅浪费,还可能产生副反应,得不到正确的结果。

四 分析天平

分析天平是分析常用的精密仪器之一,分析过程中经常需要准确地进行称量,称量的准确度将直接影响测定的准确度和精密度。因此,分析工作者必须掌握和熟悉分析天平的构造、性能和

使用方法，并能排除可能出现的某些小故障。

1 天平的分类及分级

天平按结构的特点可分等臂天平 and 不等臂天平两类。双盘天平都是等臂天平。目前常用的天平除有阻尼器以外还有光学读数系统和机械加码装置，称为电光天平。无上述装置的老式天平称为摆幅天平或阻尼天平。单盘天平则有等臂及不等臂的两种，都是电光天平。此外还有电子天平等。

天平曾经单纯以能称准的最小重量来分级和命名，例如能称到0.1mg或0.2mg的天平称为“万分之一天平”或“分析天平”；能称到0.01mg的天平称为“十万分之一天平”或“半微量天平”；能称到0.001mg的天平称为“百万分之一天平”或“微量天平”。但分度值与载重量有密切关系，只讲分度值而不提载重量是不能全面反映天平性能的。正确的方法是把分度值和载重量联系起来，按相对精度进行分级，即以天平分度值与最大载重之比划分精度级别。根据这种分级原则，我国把天平分为十级，如表5所示。

表 5

天平精度分级

精 度 级 别	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
分度值与最大 载重量量比	1× 10 ⁻⁷	2× 10 ⁻²	5× 10 ⁻⁷	1× 10 ⁻⁶	2× 10 ⁻⁶	5× 10 ⁻⁶	1× 10 ⁻⁵	2× 10 ⁻⁵	5× 10 ⁻⁵	1× 10 ⁻⁴

一级天平精度最好，十级天平精度最差。常用的分析天平载重量为200g，分度值（感量）为0.1mg，其精度为

$$\frac{0.0001}{200} = 5 \times 10^{-7}$$

即相当于三级天平。

在选用天平时，不仅要注意天平的分度值，还必须注意最大载重量。

常量分析中使用最多的是最大载重量为200~100g的分析天平，属于3~4级；微量分析中，常用的最大载重量为30~20g的1~3级天平。

2 分析天平的构造

天平是根据杠杆原理制造的，如图1所示。

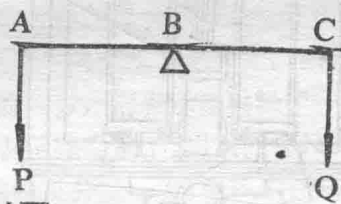


图1 杠杆原理

设有一杠杆为ABC，B为支点，A、C两端所受的力分别为P及Q。当达到平衡时，支点两端的力矩相等，即 $P \times AB = Q \times BC$ 。如果B正好在ABC的中点上，则 $AB = BC$ ，此时若以P代表物质的质量，Q代表砝码的质量，当天平达到平衡时， $P = Q$ ，即物体的质量恰好等于砝码的质量。图2是半机械电光天平的构造，天平的主要部件包括立柱、横梁、悬挂系统、光学读数装置、机械加砝器、环码指数盘和天平箱等。

天平梁由铝合金制成，横梁上装有三个棱形的玛瑙刀，装在横梁中间的刀口向下，称为中刀或者支点刀；另外两个刀等距离地分别安装在横梁的两端，刀口向上，称为承重刀。三个刀口的棱边完全平行，并处于同一水平面上。左边的承重刀承受吊耳、天平盘和重物；右边的承重刀承受吊耳、天平盘和砝码。

玛瑙刀口的角度和锋刃完整的程度直接影响天平的质量，所