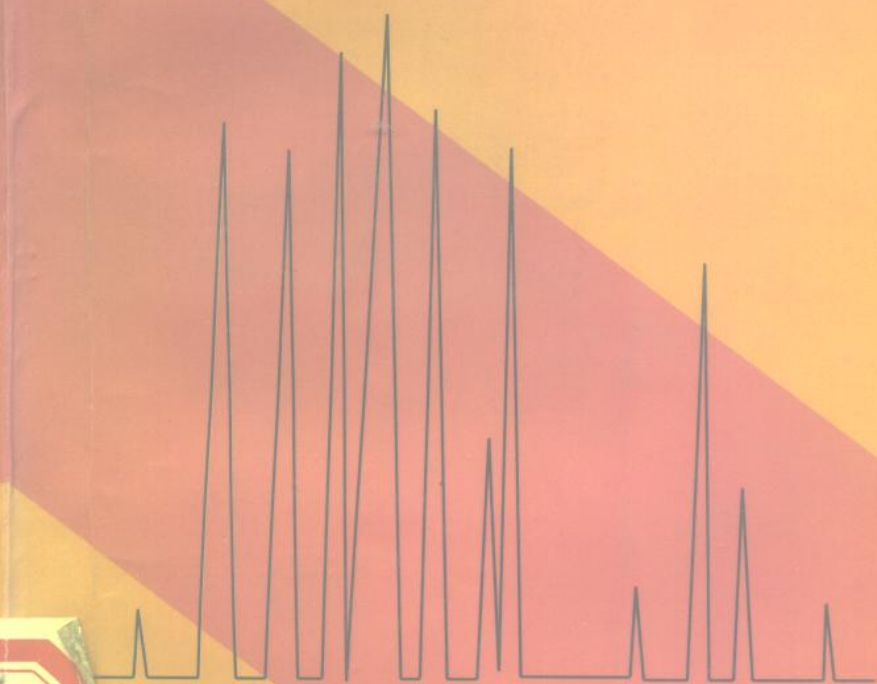


北京大学教材

基础分析化学实验

(第二版)

北京大学化学系分析化学教学组



北京大学出版社

北京大学教材

基础分析化学实验

(第二版)

北京大学化学系分析化学教学组

北 京 大 学 出 版 社
北 京

图书在版编目(CIP)数据

基础分析化学实验/北京大学化学系分析化学教学组编著. —2版.
—北京:北京大学出版社,1997.12
ISBN 7-301-03628-0

I. 基… II. 北… III. 分析化学—化学实验 IV. 0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(97)第 27288 号

书 名: 基础分析化学实验(第二版)

著作责任者: 北京大学化学系分析化学教学组

责任编辑: 段晓青

标准书号: ISBN 7-301-03628-0/O · 406

出版者: 北京大学出版社

地址: 北京市海淀区中关村北京大学校内 100871

电话: 出版部 62752015 发行部 62559712 编辑部 62752032

排印者: **中国科学院印刷厂**

发行者: 北京大学出版社

经销者: 新华书店

850×1168 32开本 13.875印张 390千字

1998年2月第二版 1998年2月第一次印刷

定 价: 18.00元

内 容 简 介

本书是在 1993 年出版的《基础分析化学实验》的基础上修改而成的。本书与分析化学理论课密切配合,内容包括经典的化学分析和现代仪器分析方法,将基本实验、自拟方案实验和课外选做实验互相配合;实验内容包括无机分析、有机分析、结构分析、成分分析等,目的在于培养学生树立严格的“量”的概念和实事求是的科学作风及处理实际问题的能力。

本书分为五个部分:分析化学实验的基本知识、仪器及操作方法、实验部分、分析化学实验常用计算机程序及常用数据表。书中收入基本实验 38 个、自拟方案实验 21 个、课外选做实验 21 个。每一类实验都有选择余地,可根据需要选用。其中包括滴定分析、重量分析、分离方法、紫外与可见吸光光度法、红外光谱法、荧光光度法、原子吸收光谱法、原子发射光谱法、电化学分析法、气相色谱法、核磁共振波谱法以及常用分析仪器的检验、校准等实验内容。

本书可作为综合性大学、师范、工、农、医等院校的有关专业的实验课教材,也可供从事化学检验工作的科技人员学习、参考。

第二版前言

本书第一版于 1993 年出版,作为北京大学化学、生物、地质类各专业本科生教材使用了四年。由于教学内容的改进,新的教学仪器的使用,以及教员在教学中得到的新的体会,实际的教学工作与本书第一版的内容有了相当的差距。在第一版即将售罄之际,我们组织力量对第一版进行了修改。在过去的几年里,承蒙兄弟院校师生厚爱,不少学校采用本书作为教科书或教学参考书,他们的鼓励和鞭策,也是写作本书的动力。

在认真审视本书第一版的基础上,根据这几年分析化学实验的新发展、新要求,对原书的内容做了增删,主要修改的地方有:

1. 对实验仪器做了较大的调整,淘汰了一些过于陈旧的仪器,以较为先进的仪器代替。这些仪器的类型有:气相色谱仪、核磁共振波谱仪、分光光度计、红外光谱仪、原子吸收分光光度计、电化学分析仪器等。本书保留了一些虽已陈旧、但仍在高校中普遍使用的仪器,以使本书能适用于具有不同仪器条件的学校。

2. 增加了一些新的实验内容。鉴于高效液相色谱已普遍使用,这次修改增加了高效液相色谱法的实验内容;由于微波技术的使用,在重量法中增加了微波干燥恒重的方法;在发射光谱分析部分增加了 ICP-AES 法;在课外实验中增加了微分脉冲伏安法、汞膜电极溶出伏安法、直流极谱可逆波、不可逆波和催化波等实验内容。

3. 删去了一些过于专门性的实验内容。例如,分析天平计量性能的检定、砝码检定等,这些工作一般由专门人员进行,对大学生可不作要求。为使学生对此有所了解,在分析天平一节做了概略的介绍。

通过这次修订,在实验部分收入基本实验 38 个、自拟方案实验 21 个、课外实验 21 个。

分析化学实验单独设课,但在教学内容上必须与课堂教学密切配合。本书与彭崇慧、冯建章、张锡瑜、李克安、赵凤林编著的《定量化学分析简明教程》(第二版)(北京大学出版社,1997年)及北京大学化学系仪器分析教学组编著的《仪器分析教程》(北京大学出版社,1997年)组成理论课和实验课的配套教材,各教材也可单独使用。

本书再版的组织和统稿工作由李克安、叶宪曾、焦书明负责。

参加这次修订和实验工作的人员有:焦书明、叶宪曾、李克安、刘虎威、陈月华、廖一平、赵凤林、刘锋、孙丹丹等。北京大学化学与分子工程学院分析化学研究所的同志们一如既往地对本书的出版给以支持,彭崇慧教授对本书的再版给以热情的鼓励和指导。为了保证本书的出版质量和教学需要,作为本书的责任编辑段晓青同志付出了辛勤的劳动。我们向为本书的出版做出过贡献的所有同志表示衷心的感谢。

这次修订仍会有不尽人意的地方和缺点错误之处,恳请读者批评指正。

编 者

1997年10月

前 言

分析化学是化学的重要分支学科之一,它的主要任务是确定物质的组成、含量和结构,它应用于许多理论研究和实际工作中。可以说,分析化学的水平已成为衡量一个国家科学技术水平的重要标志之一。分析化学课程是大学化学专业及有关专业的主要基础课。分析化学实验课是分析化学课程的重要组成部分,它与理论课教学密切配合,教给学生分析化学的基本理论、基础知识和基本实验技能。近年来,分析化学实验单独设课,加强了学生实验操作能力的训练,在培养学生严谨的工作作风和实事求是的科学态度;建立起严格的“量”的概念等方面,发挥着独到的作用。

北京大学化学系分析化学教研室历来重视分析化学实验课的教学,在教研室全体教学人员的共同努力下,先后编写了《定量分析实验》和《仪器分析实验》两本讲义,并在教学实践中不断修改和补充。近20年来,《定量分析实验》讲义已修订、铅印了四个版本。1990年,分析化学教研室经过认真的研究,确定了以彭崇慧、李克安、叶宪曾、焦书明负责的修订小组,组织有关人员认真总结了教学经验,查核了有关资料,进行了大量的实验工作,参照国家教委1992年颁布的“高等学校化学专业基本培养规格和教学基本要求”内容,对原有讲义进行了修改或增删,编成了这本包括定量化学分析实验和仪器分析实验两部分内容的教材。

本书包括五个部分:分析化学实验的基本知识;分析化学实验的仪器及操作;实验部分;分析化学实验数据处理的常用计算机程序;附录。实验部分包括基本实验35个,自拟方案实验19个,课外选做实验18个。实验内容涉及滴定分析、重量分析、分离方法、紫外-可见分光光度法、红外吸收光谱法、原子吸收光谱法、原子发射光谱法、分子荧光光度

法、电位分析法、电导分析法、库仑分析法、伏安和极谱分析法、气相色谱法、核磁共振波谱法以及部分常用仪器的检验和校准等。

本书有以下几个特点：经典的化学分析和现代仪器分析合编在一本书中，有利于学生获得分析化学的整体知识，不同实验方法的学习和比较，学会针对不同情况选用不同的分析方法；基本实验、自拟方案实验和课外选做实验相结合，既有严格的操作训练，又注重实际工作能力的培养，对学有余力的学生还可因材施教；实验内容中既有成分分析，又有结构分析；既有无机分析，又有有机分析；还收入了药物分析、生化物质分析的内容。既有测定方法，又有仪器校准和研究方法。

参加本次编写和实验工作的有焦书明、叶宪曾、李克安、刘虎威、张惠珍、陈月华、何俊英、廖一平、赵凤林、刘锋、祖莉莉等同志。陈凤、常文保等同志对实验讲义的修订和本书的出版做过许多工作。在分析化学教研室工作过的教师、实验员都付出过心血，做出过贡献，本书也凝聚着他们的劳动成果。

本书的出版得到北京大学教材建设委员会和北京大学出版社的大力支持和帮助。在此，向他们表示衷心的感谢。

由于编者水平所限，错误和不妥之处，恳请读者批评指正。

编 者

1992年10月

目 录

1 分析化学实验基本知识	(1)
1.1 分析化学实验的基本要求	(1)
1.1.1 定量化学分析实验的目的和要求	(1)
1.1.2 仪器分析实验的基本要求	(2)
1.2 实验室安全常识	(3)
1.3 实验室用水的规格、制备及检验方法	(4)
1.3.1 规格及技术指标	(4)
1.3.2 制备方法	(5)
1.3.3 检验	(6)
1.3.4 纯水的合理选用	(7)
1.4 化学试剂	(7)
1.4.1 化学试剂的分类、分级及用途	(8)
1.4.2 化学试剂的选用	(11)
1.5 标准物质和计量保证	(12)
1.5.1 标准物质	(12)
1.5.2 标准溶液	(16)
1.5.3 计量保证	(20)
1.6 滤纸和滤器	(27)
1.6.1 滤纸	(27)
1.6.2 实验室用烧结(多孔)过滤器	(28)
1.7 玻璃器皿的洗涤方法及常用洗涤剂	(30)
1.7.1 洗涤方法	(30)
1.7.2 常用洗涤剂	(31)
1.8 离子交换树脂	(33)
2 分析化学实验仪器及操作	(35)

2.1	一般仪器	(35)
2.2	玻璃量器	(41)
2.2.1	移液管	(41)
2.2.2	吸量管	(43)
2.2.3	定量及可调移液器	(45)
2.2.4	微量进样器	(47)
2.2.5	滴定管	(48)
2.2.6	容量瓶	(55)
2.2.7	量筒和量杯	(57)
2.3	重量分析一般操作	(58)
2.4	分析天平	(67)
2.4.1	天平的分类、分级及构造原理	(68)
2.4.2	天平的计量特性	(70)
2.4.3	天平计量性能的检定	(71)
2.4.4	双盘半机械加码电光天平	(75)
2.4.5	单盘天平	(80)
2.4.6	电子天平	(83)
2.4.7	称量方法	(88)
2.4.8	使用天平的注意事项	(91)
2.5	光谱分析法仪器及操作	(91)
2.5.1	紫外-可见分光光度计	(91)
2.5.2	红外光谱仪	(98)
2.5.3	RF-540 型荧光分光光度计	(101)
2.5.4	原子吸收分光光度计	(106)
2.5.5	原子发射光谱仪	(110)
2.6	核磁共振波谱仪	(120)
2.6.1	仪器基本结构和原理	(121)
2.6.2	MURCURY 高分辨超导核磁共振波谱仪	(126)
2.7	SQ-203 型气相色谱仪	(128)

2.7.1	原理及仪器结构	(128)
2.7.2	仪器操作	(131)
2.8	Waters 510 型高效液相色谱仪	(137)
2.8.1	原理及仪器结构	(137)
2.8.2	仪器操作	(138)
2.9	电分析化学仪器	(140)
2.9.1	指示电极和参比电极	(140)
2.9.2	821 型袖珍数字式 pH 离子计	(144)
2.9.3	883 型笔录式极谱仪	(146)
2.9.4	JP-2 型示波极谱仪	(149)
2.9.5	DDS-11A 型电导率仪	(152)
3	实验部分	(155)
3.1	基本实验	(155)
实验 1.1	分析天平称量练习	(155)
实验 1.2	滴定法操作练习	(157)
实验 1.3	玻璃量器的校准	(160)
实验 1.4	有机酸试剂纯度的测定	(165)
实验 1.5	工业碳酸钠总碱量的测定	(168)
实验 1.6	乙酰水杨酸含量的测定	(171)
实验 1.7	铅铋合金中铋和铅的连续络合滴定	(173)
实验 1.8	自来水总硬度的测定	(176)
实验 1.9	三氯化钛-重铬酸钾法测定铁矿石中的铁	(179)
实验 1.10	碘量法测定铜	(183)
实验 1.11	碘量法测定葡萄糖	(186)
实验 1.12	高锰酸钾法测定石灰石中的钙	(189)
实验 1.13	莫尔(Mohr)法测定氯	(192)
实验 1.14	沉淀重量法测定钡(灼烧干燥恒重)	(194)
实验 1.15	沉淀重量法测定钡(微波干燥恒重)	(197)
实验 1.16	邻二氮菲分光光度法测定铁——实验条件的研究及	

工业碳酸锂中微量铁的测定	(199)
实验 1.17 分光光度法测定水中的氨态氮和亚硝酸态氮	(205)
实验 1.18 钴和镍的离子交换法分离及分光光度法测定	(209)
实验 1.19 钽试剂萃取光度法测定低合金钢中的钒	(212)
实验 1.20 苯和苯衍生物的紫外吸收光谱的测绘及溶剂性质对紫 外吸收光谱的影响	(216)
实验 1.21 有机物红外吸收光谱的测绘及结构分析	(219)
实验 1.22 火焰原子吸收光谱法测定钙	(222)
实验 1.23 原子发射光谱定性分析	(226)
实验 1.24 原子发射光谱半定量分析——镍钢中镍的测定 ...	(230)
实验 1.25 矿泉水中微量元素的 ICP-AES 法测定	(232)
实验 1.26 荧光分析法测定邻-羟基苯甲酸和间-羟基苯甲酸混合 物中二组分的含量	(235)
实验 1.27 气相色谱填充柱的制备	(238)
实验 1.28 色谱柱的评价及分离条件的选择	(241)
实验 1.29 热导检测器灵敏度的测定	(248)
实验 1.30 气相色谱定性定量分析	(250)
实验 1.31 高效液相色谱柱参数测定及内标法定量	(254)
实验 1.32 电位法测量水溶液的 pH 值	(258)
实验 1.33 氟离子选择电极测定饮用水中的氟	(261)
实验 1.34 溴离子选择电极对碘离子选择性系数的测定	(264)
实验 1.35 库仑滴定法测定砷	(266)
实验 1.36 直流极谱法测定混合金属离子溶液中的镉	(270)
实验 1.37 单扫描极谱法测定氧化锌试剂中的微量铅	(272)
实验 1.38 在室温下乙酰乙酸乙酯互变异构体的核磁共振法 测定	(275)
3.2 自拟方案实验	(278)
3.2.1 目的和要求	(278)
3.2.2 实验题目	(280)

3.2.3	实验题目注释	(281)
3.2.4	试剂及仪器(供选用)	(282)
3.3	课外实验	(283)
实验 3.1	酸碱指示剂 pH 变色域的测定	(283)
实验 3.2	凯氏定氮法测定奶粉中的蛋白质	(287)
实验 3.3	碘量法测定水中的溶解氧	(291)
实验 3.4	地下水和地面水中高锰酸盐指数的测定	(296)
实验 3.5	丁二酮肟重量法测定合金钢中的镍	(299)
实验 3.6	非水酸碱滴定	(303)
实验 3.7	弱酸弱碱的自动电位滴定	(306)
实验 3.8	电位滴定法测定卤离子混合液中的氯溴碘	(308)
实验 3.9	电位滴定法测定铜(Ⅰ)-磺基水杨酸络合物的稳定 常数	(311)
实验 3.10	光度滴定法	(315)
实验 3.11	分光光度法测定铁(Ⅲ)-磺基水杨酸络合物的 组成	(318)
实验 3.12	分光光度法测定甲基橙的离解常数	(322)
实验 3.13	萃取法分离-紫外分光光度法测定复方乙酰水杨酸药片 中各组分的含量	(325)
实验 3.14	荧光分析法测定血清中的镁	(330)
实验 3.15	磷酸根对火焰原子吸收光谱法测定钙的干扰及 消除	(332)
实验 3.16	循环伏安法	(335)
实验 3.17	微分脉冲伏安法测定维生素 C	(340)
实验 3.18	汞膜电极溶出伏安法测定水中的镉	(343)
实验 3.19	水及溶液电导率的测定	(346)
实验 3.20	钛在直流极谱上的可逆波、不可逆波和催化波	(349)
实验 3.21	核磁共振波谱法研究乙酸-水体系中的质子交换 作用	(353)

4 分析化学实验数据处理常用计算机程序	(355)
4.1 电位滴定终点的确定	(355)
4.2 一元线性回归分析	(358)
4.3 拉格朗日插值	(362)
参考文献	(365)
附录	(367)
附录1 酸碱离解常数	(367)
表 1-1 弱酸在水溶液中的离解常数(25℃)	(367)
表 1-2 弱碱在水溶液中的离解常数(25℃)	(370)
附录2 金属络合物的稳定常数	(371)
表 2-1 金属与常见配位体络合物稳定常数的对数值	(371)
表 2-2 金属与氨基酸络合物稳定常数的对数值	(372)
附录 3 标准电极电位及条件电位(V, vs. SHE)	(374)
附录 4 常用参比电极在水溶液中的电极电位	(376)
附录 5 一些无机去极剂的极谱半波电位	(377)
附录 6 不同温度时的 $\Delta mV/\Delta pH$ 值	(379)
附录 7 难溶化合物的溶度积(25℃)	(380)
附录 8 滴定分析中常用的指示剂	(382)
表 8-1 酸碱滴定用指示剂	(382)
表 8-2 络合滴定用指示剂	(385)
表 8-3 氧化还原滴定用指示剂	(388)
表 8-4 吸附指示剂	(390)
附录 9 市售酸碱试剂的含量及密度	(392)
附录 10 常用干燥剂	(392)
附录 11 常用坩埚	(393)
附录 12 纯水的表观密度(ρ_w)	(394)
附录 13 理论纯水的电导率($\kappa_{p.t}$)及其换算因数(α_t)	(394)
附录 14 水在不同温度下的饱和蒸汽压	(395)
附录 15 红外光谱的 8 个重要区段	(396)

附录 16	一些基团的振动与波数的关系	(397)
附录 17	部分元素的光谱线	(399)
附录 18	气相色谱中常用固定液	(400)
附录 19	气相色谱中常用载体	(402)
附录 20	一些气体和蒸气的热导系数	(403)
附录 21	一些化合物的相对质量校正因子和沸点	(404)
附录 22	常用氘代溶剂中残存质子的化学位移值	(404)
附录 23	常用内标准物质的化学位移值	(405)
附录 24	化合物的摩尔质量	(405)
附录 25	原子吸收光谱分析的常用火焰	(409)
附录 26	原子发射光谱感光板的特性及冲洗条件	(410)
附录 27	常用分析化学术语汉英对照	(413)
附录 28	定量化学分析实验仪器清单	(427)

元素周期表

1 分析化学实验基本知识

1.1 分析化学实验的基本要求

1.1.1 定量化学分析实验的目的和要求

1. 目的

分析化学是一门实践性很强的学科,因此定量化学分析实验独立设课。学生通过实验应达到下述目的:

(1) 正确、熟练地掌握定量化学分析实验的基本操作技术,充实实验基本知识,学习并掌握典型的分析方法。

(2) 充分运用所学的分析化学理论知识指导实验,提高实验技术、动手能力和统筹能力。

(3) 确立“量”的概念、“误差”(尤其是相对误差)的概念和“有效数字”的概念,了解并掌握影响分析结果的关键环节,学会正确、合理地选择实验条件和实验仪器,以保证实验结果的可靠性。正确掌握实验数据的处理方法。

(4) 通过自拟方案实验,训练和考查理论联系实际、独立分析和解决实际问题的能力。

(5) 培养严谨的科学态度和实事求是、一丝不苟的科学作风。

(6) 整个实验课的过程中,都着重于培养科学工作者应有的基本素质。

2. 要求

为达到上述教学目的,提出以下要求:

(1) 课前必须进行预习,理解实验原理,熟悉实验步骤,明确实验顺序,做好必要的预习记录。未预习者不得进行实验。

(2) 保持室内安静,以利于集中精力做好实验。保持实验台面清洁,仪器摆放整齐、有序。爱护仪器,了解实验室安全常识,按操作规程和教师的指导认真进行操作。

(3) 所有实验数据,尤其是各种测量的原始数据,必须随时记录在专用的、预先编好页码的实验记录本上,不得记在其他任何地方,不得涂改原始实验数据。

(4) 常量分析的基本实验,其平行实验数据之间的相对极差和实验结果的相对误差,一般要求不超过 0.2% 和 $\pm 0.3\%$,自拟方案实验、双组分及复杂物质的分析和微量分析实验则适当放宽要求。

(5) 实验课开始时应认真阅读“实验室使用规则”和“天平室使用规则”,要遵守实验室的各项制度。要注意节约使用试剂、滤纸、纯水及自来水、天然气等。取用试剂时要看清标签,避免因误取而造成浪费和失败。洗仪器用水要遵循“少量多次”的原则。不需要大火加热时应及时关小天然气阀门。实验过程中还要树立环境保护意识,在保证实验准确度要求的情况下,尽量降低化学物质(特别是有毒有害试剂及洗液、洗衣粉等)的消耗。

(6) 实验课开始和期末都要按照仪器清单(见附录 28)认真清点自己使用的一套仪器。实验中损坏和丢失的仪器要及时去“实验准备室”登记领取,期末按有关规定进行赔偿。

1.1.2 仪器分析实验的基本要求

(1) 了解有关分析方法及其仪器结构的基本原理、仪器的主要组成部件和它们的简单工作过程。

(2) 掌握有关分析方法的实验技术,正确使用仪器。未经教师允许不得随意改变操作参数,更不得改换、拆卸仪器的零部件。

(3) 了解有关分析方法的特点、应用范围及局限性。学会根据试样情况选择最合适的分析方法及最佳测试条件。

(4) 掌握有关分析方法的分析步骤和对测试数据进行处理的方法。