

分析化学实验

天津大学化学系
分析化学教研室

天津大学出版社

065-33

T60

448410

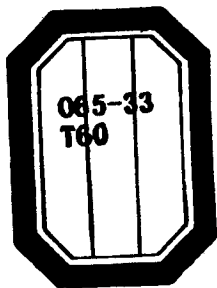
分析化学实验

天津大学化学系
分析化学教研室



00448410

天津大学出版社



2147/31 03
内容提要

《分析化学实验》是天津大学化学系分析化学教研室教师结合多年的教学实践,为化工类高等工业学校分析化学实验课程编写的实验课教材。

本书与《实用分析化学》教材配套使用,但也可以单独设课使用。实验内容包括无机分析、有机分析、成分分析和结构分析等。

本书共分三个部分:第一部分为分析化学实验基本知识;第二部分为定量化学分析实验;第三部分为仪器分析实验。其中实验部分包括滴定分析法、重量分析法、分离方法、可见与紫外吸光光度法、红外光谱法、原子吸收光谱法、原子发射光谱法、电化学分析法和气相色谱法等分析方法。共收入了43个实验,可根据需要选用。

本书除可作高等学校化工类各专业的分析化学实验课教材外,亦可作职业大学、高等工业专科各专业的实验课教材,也可供从事化学检验工作的科技人员学习和参考。

分析化学实验

天津大学化学系分析化学教研室

*
天津大学出版社出版

(天津大学内)

邮编:300072

河北省昌黎印刷厂印刷

新华书店天津发行所发行

*
开本:850×1168 米 1/32 印张:7.625 字数:197千

1995年12月第一版 1995年12月一次印刷

印数:1—4000

ISBN 7-5618-0830-5

TQ·32 定价:9.00元

前 言

本书是在自编《定量分析实验》和《仪器分析实验》讲义的基础上,结合新编《实用分析化学》教材和近年来的教学实践,并吸取了有关兄弟院校实验教材的长处,对原实验讲义进行了全面的修改和增删,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。

本书可与《实用分析化学》教材配套使用,也可以独立设课使用。内容编排上由浅入深,共包括三部分:一、分析化学实验基本知识;二、定量化学分析实验;三、仪器分析实验。

本书在选材上力图使学生通过实验能够巩固和加深对所学理论的理解;能够准确地掌握实验的基本操作技能和学会正确使用各种常用分析仪器;学会能够正确选择分析方法和初步了解进行科学研究的方法,以便培养和提高学生的动手能力和分析、解决问题的能力。

本书共选编了43个实验,其中定量化学分析实验18个,仪器分析实验25个。可根据学时数和专业特点选用。

参加本书编写的有肖新亮、赵桂英、古风才、邢宝忠和刘瑞贤同志。全书由肖新亮主编,负责修改和统稿。天津大学分析化学教研室全体同志给予了大力支持和协助,特此致谢。

由于编者水平所限,难免有错误和不妥之处,恳请广大读者批评指正。

编者

1995年7月于天津大学

目 录

第一部分 分析化学实验基本知识.....	(1)
一、分析化学实验的基本要求	(1)
(一)定量化学分析实验的要求.....	(1)
(二)仪器分析实验的要求.....	(2)
二、实验室常识	(2)
(一)实验室安全规则.....	(2)
(二)化学试剂.....	(3)
(三)分析用纯水.....	(4)
(四)玻璃器皿的洗涤.....	(6)
三、定量分析基本操作	(7)
(一)分析天平的构造和使用.....	(7)
(二)度量仪器的使用和滴定分析基本操作	(12)
(三)重量分析基本操作	(18)
四、常用分析仪器的使用方法.....	(26)
(一)电化学分析仪器的使用方法	(26)
1. DDS-11A 型电导率仪	(26)
2. pH5-2 型酸度计	(29)
3. 883 型笔录式极谱仪	(32)
4. JP-1A 型示波极谱仪	(34)
(二)光谱分析仪器的使用方法	(38)
1. 721 型分光光度计	(38)
2. 751G 型分光光度计.....	(41)
3. IR-408 型红外分光光度计	(44)

4. WYX-402 型原子吸收分光光度计	(46)
5. WFX-1F2B 型原子吸收分光光度计	(50)
6. Q-24 型中型石英摄谱仪	(54)
7. 8W 型投影仪	(58)
(三)气相色谱分析仪器的使用方法	(60)
1. SP-2305 型气相色谱仪	(60)
2. 102G 型气相色谱仪	(64)
第二部分 定量化学分析实验	(70)
实验一 分析天平的使用	(70)
实验二 容量仪器的校准	(72)
实验三 酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	(75)
实验四 酸碱标准溶液浓度的标定	(78)
实验五 混合碱的测定	(82)
实验六 铵盐中氨含量的测定	(85)
实验七 EDTA 标准溶液的配制和标定	(87)
实验八 铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定	(90)
实验九 石灰石中钙、镁含量的测定	(93)
实验十 自来水总硬度的测定	(95)
实验十一 硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	(97)
实验十二 硫酸铜中铜含量的测定	(99)
实验十三 高锰酸钾标准溶液的配制和标定	(101)
实验十四 石灰石中钙含量的测定	(103)
实验十五 氯化物中氯含量的测定	(107)
实验十六 钡盐中钡含量的测定	(112)
实验十七 离子交换树脂交换容量的测定	(115)
实验十八 纸上层析法分离氨基酸	(118)
第三部分 仪器分析实验	(123)

实验十九	邻二氮菲分光光度法测定 铁条件的研究·····	(123)
实验二十	水中微量铬(VI)和锰(VI)的同时测定·····	(128)
实验二十一	紫外双波长光度法测定苯酚 和对氯苯酚的含量·····	(132)
实验二十二	取代基及溶剂对苯紫外吸收 光谱的影响·····	(134)
实验二十三	液体样品红外光谱的测试·····	(137)
实验二十四	固体样品红外光谱的测试·····	(138)
实验二十五	原子吸收光谱法测定水中钾、钠、钙 和镁的含量·····	(141)
实验二十六	原子吸收光谱法测定 含铜废液中铜的含量·····	(144)
实验二十七	原子吸收分析的灵敏度 和检测极限的测定·····	(149)
实验二十八	原子发射光谱定性分析·····	(151)
实验二十九	原子发射光谱半定量分析·····	(156)
实验三十	直接电导法测定水的纯度·····	(158)
实验三十一	离子选择性电极法测定水中氟含量·····	(162)
实验三十二	氯离子选择性电极性能的测试 和Cl ⁻ 的测定·····	(166)
实验三十三	电位滴定法测定醋酸的浓度 及其离解常数·····	(173)
实验三十四	电位滴定法连续测定混合液中的 氯和碘·····	(178)
实验三十五	恒电流库仑滴定法测定 硫代硫酸钠溶液的浓度·····	(180)
实验三十六	极谱分析基础实验·····	(185)

实验三十七	极谱催化波测定水中痕量钼	(191)
实验三十八	单扫描示波极谱法测定铜	(193)
实验三十九	阳极溶出伏安法测定水中铜	(196)
实验四十	空气中氧和氮的分析	(201)
实验四十一	$C_1 \sim C_3$ 混合气的分析	(204)
实验四十二	醇系物的气相色谱分析	(207)
实验四十三	邻二甲苯中杂质的测定	(209)

附 录

附录一	常用酸碱溶液的配制	(212)
附录二	几种常用缓冲溶液的配制	(213)
附录三	几种常用的酸碱指示剂	(214)
附录四	常用酸碱混合指示剂	(215)
附录五	氧化还原指示剂	(216)
附录六	金属离子指示剂	(217)
附录七	红外光谱的 8 个重要区段	(219)
附录八	一些基团的振动与波数的关系	(220)
附录九	元素的重要分析线	(222)
附录十	常用化合物的相对分子质量	(225)
附录十一	数据处理计算机程序	(227)
1.	邻二氮菲分光光度法测铁程序	(227)
2.	双组分铬(VI)和锰(VI)的同时测定程序	(228)
3.	电位滴定法测定醋酸的浓度及 pK_a 程序	(230)
4.	电位滴定法连续测定混合液中的氯和碘程序	(231)
附录十二	学生常用分析化学实验仪器清单	(233)

第一部分 分析化学实验基本知识

一、分析化学实验的基本要求

分析化学是一门实践性很强的学科。分析化学实验课作为一门课程,要使学生通过实验能够加深对分析化学基本概念和基本理论的理解;正确、熟练地掌握分析化学实验的基本操作和技能;学会正确使用基本仪器测量实验数据;学会正确、合理地选择实验条件和实验仪器,正确处理数据和表达实验结果;培养良好的实验习惯、严谨细致的科学态度和实事求是的科学作风;为学习后继课程和将来从事科学研究打下良好的基础。

为了达到上述教学目的,分别对定量化学分析实验和仪器分析实验提出以下要求:

(一) 定量化学分析实验的要求

1. 实验前必须预习,理解实验原理,熟悉实验步骤,并写好预习报告。未预习者不得进行实验。
2. 遵守操作规程,按要求认真地进行实验。对每一步操作的目的和作用,以及可能出现的问题,进行认真的探究,理论联系实际。要注意正确的操作,养成良好的实验习惯。
3. 所有实验数据,尤其是各种测量的原始数据均要记在实验记录本或报告本上,不得记在小纸片上,不得任意涂改实验数据。
4. 严格遵守实验室规则,保持实验室肃静、整洁。实验台面保持清洁,仪器摆放整齐有序,注意节约使用纯水和化学药品。
5. 实验课开始和期末结束前都要按仪器清单(见附录十二)

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领取补齐,并按有关规定进行赔偿。

(二)仪器分析实验的要求

1. 了解有关分析仪器的结构、主要的组成部件及其基本原理。
2. 了解有关分析方法的特点和应用范围。学会根据试样情况选择最合适的分析方法及其最佳实验条件。
3. 学会正确使用仪器。未经教师允许不得随意开动仪器,更不得随意改变操作参数和拆卸仪器的零部件。
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。
5. 要爱护实验室的仪器设备,每次实验完毕后,要使仪器复原。如发现仪器工作不正常,要及时报告指导教师。

二、实验室常识

(一)实验室安全规则

1. 实验室内严禁饮食、吸烟。一切化学药品禁止入口,实验结束后要洗手。
2. 水、电、煤气灯使用完毕后,应立即关闭。
3. 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿溅在皮肤和衣服上。用浓 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等溶样时均应在通风橱中进行操作。
4. 汞盐、铬盐、钡盐、 As_2O_3 、氰化物等均有毒,使用时要特别小心,用过的废物、废液不可乱扔、乱倒,应回收集中处理。
5. 使用易燃的有机溶剂(如乙醚、乙醇、三氯甲烷、丙酮、苯等)时,必须远离火源,用毕立即盖紧瓶塞。废液倒入瓶中回收。
6. 使用高压气体钢瓶(如氢气、乙炔气)时,要严格按操作规程进行操作。高压气体钢瓶应存放在远离明火、通风良好的地方。

钢瓶在更换前仍应保持一部分压力。

7. 如发生烫伤或割伤,可先利用实验室的小药箱进行简单处理,然后尽快去医院治疗。

8. 实验室如发生火灾,应尽快切断电源或燃气源并立即灭火。灭火时应根据起火原因有针对性地灭火。一般的小火可用湿布、防火布或砂子覆盖燃烧物即可灭火。火势大时可用水、泡沫灭火器灭火。但有机溶剂和电器设备着火时,不能用水及泡沫灭火器,而应该用四氯化碳灭火器、专用防火布、干粉等灭火。衣服着火时,切勿惊慌乱跑,应赶快脱下衣服,或就地卧倒打滚,或用湿衣服在身上抽打灭火。

9. 应保持实验室的整洁。废纸、火柴杆、玻璃碎片等应扔入废物桶中,废酸、废碱等应小心倒入废液桶中,严禁倒入水槽内,以防水槽堵塞和腐蚀下水管道。

(二)化学试剂

1. 化学试剂规格

化学试剂的规格以其中所含杂质的多少来划分,一般可分为四个等级,其规格和适用范围见表1。

表1 试剂规格和适用范围

等级	名称	符号	标签颜色	适用范围
一级品	优级纯 (保证试剂)	GR	绿色	精密分析实验
二级品	分析纯 (分析试剂)	AR	红色	一般分析实验
三级品	化学纯	CP	蓝色	一般化学实验
四级品	实验试剂	LR	棕色等	一般化学制备实验

此外,还有基准试剂、光谱纯试剂、色谱纯试剂等。

选用试剂时,必须对化学试剂规格有明确的认识,做到合理地使用化学试剂,既不超规格而造成浪费,又不随意降低规格而影响分析结果的准确度。

2. 试剂的保管

试剂的保管在实验室工作中也是一项十分重要的工作。若保管不当,会使试剂变质失效,不仅造成浪费,甚至会引起事故。一般的化学试剂应保存在通风良好、干净、干燥的室内;以防止水分、灰尘和其他物质沾污。同时,应根据试剂的性质不同而采取不同的保管方法。

(1)见光会逐渐分解的试剂,如过氧化氢、硝酸银、高锰酸钾、草酸等;与空气接触易逐渐被氧化的试剂,如氧化亚锡、硫酸亚铁等;以及易挥发的试剂,如氨水、乙醇等,都应放在阴暗处。

(2)容易侵蚀玻璃的试剂,如氢氟酸、含氟盐、氢氧化钠等,应保存在塑料瓶内。

(3)吸水性强的试剂,如无水碳酸钠、氢氧化钠等,试剂瓶口应严格密封。

(4)互相容易作用的试剂,如挥发性的酸与氨、氧化剂和还原剂等,应分开存放;易燃与易爆的试剂应分开贮存于阴凉通风、不受阳光直射的地方。

(5)剧毒试剂如氰化物、二氯化汞、三氧化二砷(砒霜)等,应特别注意由专人妥善保管,取用时应严格做好记录,以免发生事故。

(三)分析用纯水

1. 纯水的制备

在分析化学实验中,根据分析任务和要求的不同,对水的纯度要求也不同。对于一般的分析工作,采用蒸馏水或去离子水即可;而对于超纯物质的分析,则要求纯度较高的“高纯水”。由于空气中的 CO_2 可溶于水中,故纯水的pH值常小于7.0,一般约为6.0~6.5。

纯水的制备常用以下三种方法：

(1) 蒸馏法

将自来水(或天然水)在蒸馏器中加热气化,水蒸气冷凝即得蒸馏水。所用的蒸馏器是用玻璃、铜或石英等材料制成。蒸馏法能除去水中非挥发性的杂质及微生物等,但不能除去易溶于水的气体。蒸馏水中仍含有微量杂质,其杂质含量如表 2 所示。

表 2 蒸馏水中杂质含量

蒸馏器名称	杂质含量(mg/mL)				
	Mn ²⁺	Cu ²⁺	Zn ²⁺	Fe ³⁺	Mo(VI)
铜蒸馏器	1	10	2	2	2
石英蒸馏器	0.1	0.5	0.04	0.02	0.001

(2) 离子交换法

用离子交换法制取的纯水称为去离子水。该法是将自来水通过装有阴、阳离子交换树脂的混合床装置来制备纯水的。它的优点是制备的水量大,成本低,除去离子的能力强;缺点是设备及操作较复杂,不能除去非电解质杂质。去离子水杂质含量如表 3 所示。

表 3 去离子水杂质含量

杂质项目	Zn ²⁺	Mn ²⁺	Fe ³⁺	Mo(VI)	Mg ²⁺	Ca ²⁺	Sr ²⁺	Pb ²⁺	Cr ³⁺
含量(mg/mL)	0.05	<0.02	0.02	<0.02	2	0.2	<0.06	0.02	0.02

(3) 电渗析法

电渗析法是将自来水通过由阴、阳离子交换膜组成的电渗析器,在外电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对水中阴、阳离子的选择性透过,使杂质离子自水中分离出来,从而达到净化水的目的。此法除去杂质的效果较低,水质质量较差,只适用于一些要求

不太高的分析工作。

2. 纯水的检验

纯水的质量可以通过水质鉴定,检验水中杂质离子含量的多少来确定。检验的方法有物理方法(测定水的电阻率)和化学方法两类。现将纯水检验的主要项目介绍如下:

(1)电阻率

用电导率仪测定水的电阻率(或电导率)。水的电阻率越高,表示水中杂质离子的含量越少,水的纯度越高。一般来说,25℃时电阻率为 $1.0 \times 10^6 \sim 1.0 \times 10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水为纯水,电阻率大于 $1.0 \times 10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水为高纯水。高纯水应保存在石英或塑料容器中。

(2)pH 值

用酸度计测定纯水的 pH 值,一般应为 6 左右。

(3)硅酸盐

取 10mL 水于小烧杯中,加入 $4 \text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HNO}_3$ 5mL,5% 钼酸铵 5mL,室温下放置 5min 后,加入 10% Na_2SO_3 5mL,观察是否出现蓝色,如呈现蓝色则不合格。

(4)氯化物

取 20mL 水于试管中,用 $4 \text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HNO}_3$ 一滴酸化,加入 $0.1 \text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{AgNO}_3$ 1~2 滴,如出现白色乳状物,则不合格。

(5) Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等金属离子

取 25mL 水于烧杯中,加 0.2% 铬黑 T 指示剂一滴,pH=10 的氨性缓冲溶液 5mL,如呈现蓝色,说明上述离子含量甚微,水合格。如呈现紫红色,则说明水不合格。

(四)玻璃器皿的洗涤

分析化学实验中所使用的各种玻璃器皿都应洗涤干净,以保证所进行的实验不因受污染而影响实验结果的准确性。洗净的玻璃器皿,其内壁应能被水均匀地润湿而无条纹,且不挂水珠。

一般的玻璃器皿如烧杯、锥形瓶、试剂瓶、量筒等,可用毛刷蘸

取洗衣粉、肥皂或合成洗涤剂刷洗,再用自来水冲净,然后用蒸馏水润洗 2~3 次。

滴定管、容量瓶和移液管等具有精确刻度的仪器,不宜用刷子刷洗,可以用合成洗涤剂淌洗,必要时可用热的洗涤剂浸泡数分钟后,再用自来水冲净。若用铬酸洗液洗涤时,可先在仪器中倒入一些铬酸洗液,慢慢摇动或转动仪器,使仪器内壁都沾上铬酸洗液,稍等片刻,待铬酸洗液与污物充分作用后,把铬酸洗液倒回原瓶中(铬酸洗液可以反复使用至失效为止,失效时溶液呈绿色),再用自来水冲净,最后用蒸馏水润洗 2~3 次。

铬酸洗液是用重铬酸钾的饱和溶液和浓硫酸配制而成。它具有很强的氧化性和腐蚀性,使用时应特别注意不要溅在皮肤和衣服上。

三、定量分析基本操作

(一)分析天平的构造和使用

分析天平是定量分析实验中最主要、最常用的仪器之一。在使用分析天平称量之前,必须了解分析天平的结构和正确的使用方法。

常用的分析天平有空气阻尼天平、半自动电光天平、全自动电光天平和单盘天平等。下面以半自动电光天平为例,介绍这种天平的结构和使用方法。

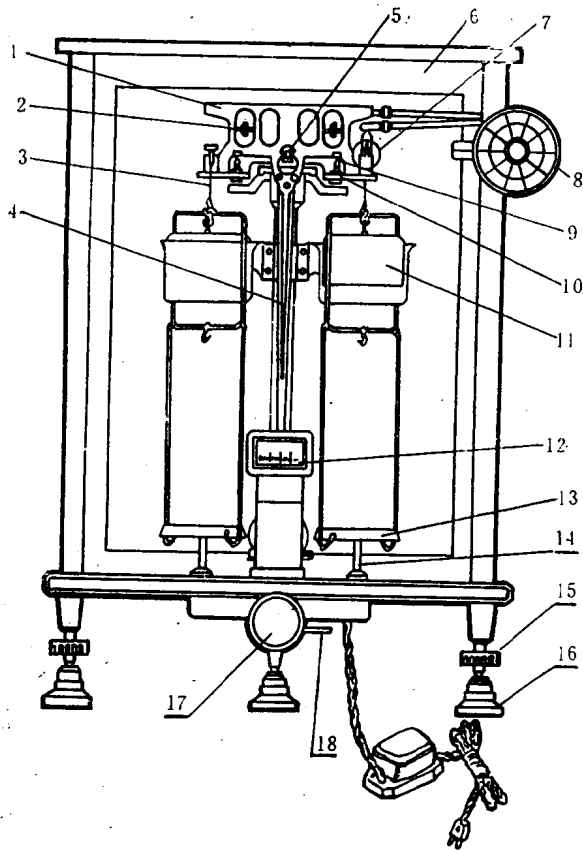


图1 半自动电光天平

1. 横梁; 2. 平衡砣; 3. 吊耳; 4. 指针; 5. 支点刀; 6. 框罩; 7. 环形砝码; 8. 指数盘; 9. 承重刀; 10. 支架; 11. 阻尼筒; 12. 投影屏; 13. 称盘; 14. 盘托; 15. 螺旋脚; 16. 垫脚; 17. 开关旋钮(升降枢); 18. 微动调节杆

1. 半自动电光天平的结构

半自动电光天平(也称半机械加码电光天平)的外形和结构如图1所示。

(1)天平横梁是天平的主要部件,一般由铝铜合金制成。三个玛瑙刀等距安装在梁上,中间的刀口向下,称为支点刀,用来支承天平梁,左右两边的刀口向上,称为承重刀。梁的两端装有零点调节螺丝,用来调整横梁的平衡位置(即粗调零点),梁的中间装有垂直的指针,用以指示平衡位置。支点刀的后上方装有重心调节螺丝,用以调整天平的灵敏度。

(2)天平正中是立柱,安装在天平底板上。柱的上方正中嵌有一块玛瑙平板,与支点刀口相接触。柱的上部两侧装有能升降的托梁架,关闭天平时它托住天平梁,使刀口脱离接触,以减少磨损。柱的中部装有空气阻尼器的外筒。

(3)悬挂系统,在横梁的左右两端各悬挂一个吊耳,它的平板下面嵌有光面玛瑙,分别与力点和重点的刀口相接触,使吊耳钩上悬挂的阻尼器内筒及称盘能自由摆动。阻尼器内筒是套入固定在立柱上的外筒中,两筒间隙均匀,没有摩擦,开启天平后,内筒能自由上下移动,由于筒内空气阻力的作用使天平横梁很快停摆而达到平衡。挂在吊耳钩上的两个称盘,左盘放被称物,右盘放砝码。

(4)读数系统,指针的下端装有缩微标尺,光源通过光学系统将缩微标尺上的分度线放大,再反射到光屏上,从屏上可看到标尺的投影,可以直接读出 $0.1\sim 10\text{mg}$ 以内的数值。天平箱下的投影屏调节杆可将光屏在小范围内左右移动,用于细调天平零点。

(5)天平升降旋钮,位于天平底板正中,它连接托梁架、盘托和光源。开启升降旋钮,光源接通,屏幕上显示标尺的投影,天平进入工作状态;关闭升降旋钮,光源切断,屏幕黑暗,天平进入休止状态。