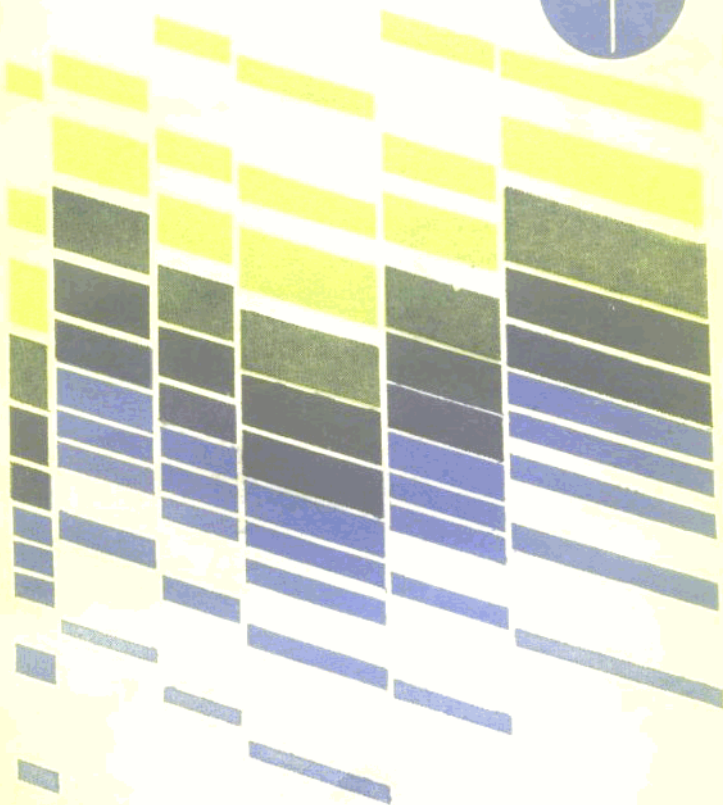




高等学校教材

分析化学实验

【第二版】 武汉大学 主编

高等教育出版社

(65-33)

W 78

(2)

2458.

高等学校教材

分析化学实验

(第二版)

武汉大学 吉林大学 编
中山大学 中国科技大学
武汉大学 主编



高等教育出版社

高等学校教
分析化学实验

武汉大学 吉林大 学
中山大学 中国科技大学 编
武汉大学 主编

*

高等教育出版社出版
新华书店北京发行所发行
：国营五二三厂印装：

*

开本 850×1168 1/32 印张 13.375 字数 320,000
1978 年 8 月第 1 版 1985 年 10 月第 2 版 1986 年 3 月第 2 次印刷
印数 13,401—30,450:
书号 13010·01142 定价 2.25 元

第二版前言

一九八〇年五月，教育部在长春召开的高等学校理科化学教材编审委员会会议上制定了新的《分析化学实验》教学大纲之后，本书第一版教材已不能适应新的教学形势发展的需要。为此，我们于同年下半年即着手第二版教材的编写工作。现就本书第二版的编写原则和内容作一些说明。

1. “分析化学实验”作为一门独立的实验课程，应密切配合“分析化学”的课堂教学，注意与讲授教材的衔接，避免不必要的重复，但又必须保持实验教材的完整性和独立性。

2. 分析化学是一门实践性很强的学科。通过本课程的教学，培养学生理论联系实际，准确地掌握分析化学的基本操作技能和初步进行科学实验的能力。为了培养学生具有观察现象、分析问题和勤于思考的能力，在每个实验后增加了“注”和“参考资料”二项。思考题的数量也有所增加。

3. 分析化学实验包括定性和定量分析。在定性分析实验中，硫化氢系统分析法是重要内容，并在此基础上增加了部分阴离子分析和某些阳离子新的鉴定反应。在定量分析实验中，从分析方法上增加了电位滴定、离子选择电极、离子交换分离、三元络合物光度分析和差示光度分析等；从内容上结合环境监测、药物分析和矿样分析等方面的需要，增写了水中铬、苯酚、耗氧量(COD)、白钨矿等实验。同第一版比较，本书的实验数目也有所增加，由第一版 25 个实验增至近 50 个实验。

4. 为了增加学生的实验基础知识，增写了《分析化学实验基础知识》一章。较系统地叙述了实验室中常用的试剂规格及配制

原则及常用的滤器、器皿的性能及使用方法等内容。

5. 为了适应电子计算机的飞速发展和广泛应用这一新形势的需要,增写了“电子计算机的应用”一章。

6. 为了培养学生分析问题和解决问题的能力,本书除安排了一定数量的基本实验外,还增加了一些难度较大的实验,从中选择了15个作为选作实验(标上*号的实验)。同时,还安排了十八组定量设计方案实验,这些实验在教材中只给出对象和要求,而让学生自己设计实验步骤。为此,本书单独写了“分析方案设计”一节。

7. 根据国家标准 GB 3102. 8-82 物理化学和分子物理学的量和单位的规定,溶液浓度量的名称为:物质B的物质的量浓度,符号为 c_B , 单位为 mol/l 。过去所惯用的摩尔浓度(符号为 M), 当量浓度(符号为 N)等, 按规定均不再使用。由于本书与武汉大学等校于1982年编《分析化学》(第二版)配合使用,因为该书仍旧使用 M 、 N 等符号,本书亦暂保留,待两书再次修订时,再按国家标准进行修改。

第二版教材初稿完成后,即在武汉大学、吉林大学、中山大学分析化学基础课教学中试用,并根据几年来教学实践中所发现的问题,进行了修改、补充和完善。本教材是三个学校从事分析化学基础课教学的老师们和实验技术人员的共同努力的结果,我们衷心感谢他们的热情支持和帮助。我们还从1982年在成都召开的全国分析化学实验教材教学讨论会议上,学习了很多兄弟院校的宝贵经验。此外,还得到一些科研部门和生产单位的协助,在此一并表示谢意。

本书由武汉大学主编。参加编写的有武汉大学王志铿、谢能咏,吉林大学罗齐昭,中山大学张大经。《电子计算机的应用》一章由中国科技大学张懋森执笔。一九八四年四月,在武汉召开了本书定稿会,会议由理科分析化学教材编审小组组长曾云鹤教授主

持,对本书的内容逐章进行了讨论。全书经赵藻藩教授审阅,最后由谢能泳、王志铨同志通读整理。

由于编者水平有限,书中难免有不妥和错误之处,望读者批评指正。

编 者

1984年8月

第一版前言

本书是根据 1977 年高等学校理科化学类教材会议制订的《分析化学实验》编写大纲编写而成的,作为综合性大学和师范院校化学系分析化学实验课程的试用教材。

分析化学是一门实践性很强的学科。通过分析化学实验课程的教学,可以使学生对分析化学基本理论加深理解,熟练地掌握分析化学的基本操作技能,为他们参加生产和科学研究打好一定的基础。

本书的实验是根据当前教学实际情况,从近几年来各兄弟院校的分析化学实验中选编出来的,其中有些实验内容(如无机定性化学分析)做了较大的改进,此外还增加了一些新的实验内容。

学习无机定性化学分析的目的,主要是熟悉常见离子的化学性质。为此,本书编排了一组“常见离子的基本性质和鉴定”实验。通过这组实验,使学生能够初步掌握常见离子与通用试剂的反应,了解硫化氢系统和两酸两碱系统分组方案的原理,并能初步设计共存离子分离和鉴定的方案。

对定量化学分析实验的基本操作,必须严格要求,并注意培养学生的严谨的科学态度。在内容上,可以安排一些纯溶液实验,但为了加深对基本理论的理解,必须有一定分量的实物分析,以培养学生解决实际问题的能力。

本书选编的实验内容分为必做和选做两种。选做的实验标有 * 号,各校可根据具体情况,自行确定,也可另选其他的实验。

本书由武汉大学主编,参加编写的有武汉大学赵藻藩、陆定安、谢能泳,吉林大学罗齐昭、顾念承和中山大学的同志。参加审

稿的有北京大学、复旦大学、兰州大学、南京大学、南开大学、中国科学技术大学、厦门大学、四川大学、北京师范大学和上海师范大学等院校的同志。最后由武汉大学赵藻藩、谢能泳通读整理。

由于编者水平有限,加以编写时间仓促,书中难免有缺点和错误,希望读者批评指正。

编 者

分析化学实验课的要求

分析化学实验是化学系的基础课程之一。它与“分析化学”理论教学紧密结合，但又是一门独立的课程。分析化学实验，不是简单地验证分析化学有关理论，而是要求通过本课程的学习，使学生能正确和较熟练地掌握分析化学实验的基本操作技能，学习分析化学实验的基本知识，培养具有一定的分析问题和解决问题的能力，为学习后续课程和将来从事实际工作打下必要的基础。

在实验前，要求每个学生认真进行预习，从而了解每个实验的基本原理，各个操作步骤的作用，测定结果的计算和实验中误差的来源等。学生不应只按实验步骤进行操作，还应善于观察，认真思考，学会运用所学理论解释实验现象，研究实验中的一些问题。

通过本课程教学，应该掌握化学分析的基本知识，如常见离子的基本性质和鉴定，常见基准物质的使用，常用的滴定方法和指示剂的应用，初步掌握分析化学手册及参考资料的查阅方法等。

通过本课程教学，还应正确地掌握定性分析，滴定法和重量法一系列基本操作。学会正确使用分析天平。首先要求操作正确，然后逐步达到操作熟练。

在实验教学过程中，要注意培养学生严谨的学习态度，科学的思想方法，良好的实验操作习惯和实事求是的工作作风。

实验结果应视所选用的测定方法，样品的情况(包括均匀性、含量等)提出不同的要求。对用重铬酸钾法测铁，碘量法测铜，重量法测钡等实验，测定结果的相对误差应在 0.2—0.3% 之内；对于混合碱、水的硬度、过氧化氢的测定等实验，则可按工业分析要求来确定测定结果的相对误差。实验中如以基准物质标定溶液，测

定的相对偏差应在 0.2% 之内。学生应该学会运用误差理论正确处理分析数据。

本课程成绩的评定, 通常包括下列内容: 实验操作技能, 实验结果的准确度与精密度, 实验原理和实验基本知识的理解, 实验报告的书写和实验结果的讨论, 设计性实验或综合性实验的情况。实验成绩的考核既要注意课程要求的全面性, 又要注意各测定方法的特殊性。更要注意在实践过程中探索对学生能力的考评。

通过本课程的基础训练后, 学生应该能够独立分析某些简易的样品。能够自己进行一些条件实验, 并能根据具体的对象和要求进行较简单的设计性试验, 包括测定的理论根据, 试剂配制, 仪器配备, 取样量的确定, 分解试样的方法, 制定操作步骤, 分析结果的计算和讨论等, 使学生对实验有全面的了解, 并得到综合训练, 培养学生具备一定的独立工作能力, 为从事实际分析工作和科学研究打下初步的基础。

目 录

分析化学实验课的要求

第一章 分析化学实验基础知识	1
§ 1-1 纯水的制备及其检定	1
§ 1-2 玻璃器皿的洗涤	4
§ 1-3 溶液的浓度及其配制方法	6
§ 1-4 常用坩埚和研钵的使用	10
§ 1-5 化学试剂规格	15
§ 1-6 滤纸及滤器	17
§ 1-7 常用干燥剂	19
§ 1-8 实验数据的记录、处理和实验报告	21
§ 1-9 实验室安全知识	27
第二章 常见离子的基本性质和鉴定	30
§ 2-1 半微量定性分析中常用仪器及基本操作	30
§ 2-2 常见阳离子的鉴定反应	43
§ 2-3 常见阴离子的鉴定反应	71
§ 2-4 实验部分	84
实验一 阳离子第 I 组 Ag^+ 、 Hg_2^{2+} 的分析	84
实验二 阳离子 II _A 组 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 、 Cu^{2+} 、 Cd^{2+} 的分析	87
实验三 阳离子 II _B 组 As(V, III) 、 Sb(V, III) 、 Sn(IV, II) 、 Hg^{2+} 的分析	95
实验四 阳离子第 III 组 Al^{3+} 、 Cr^{3+} 、 Fe^{3+} 、 Fe^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Co^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Mn^{2+} 的分析	102
实验五 阳离子第 IV 组 Ba^{2+} 、 Sr^{2+} 、 Ca^{2+} 的分析	110
实验六 阳离子第 V 组 K^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 Mg^{2+} 的分析	115
实验七 阳离子 I—V 组的分析	117
*实验八 钛、钽、钼、钨混合物的分析	120

实验九 常见阴离子分析	121
实验十 铜合金分析	131
定性分析试剂配制法	134
第三章 定量分析仪器和基本操作	147
§ 3-1 分析天平	147
§ 3-2 滴定分析	166
§ 3-3 重量分析	183
§ 3-4 酸度计	196
附: 校正 pH 计常用的标准缓冲溶液	
§ 3-5 吸光光度法	208
第四章 定量分析实验	215
§ 4-1 定量分析基本操作实验	215
实验一 分析天平称量练习	215
实验二 分析天平质量检定	217
*实验三 分析天平的砝码校准	222
实验四 滴定分析基本操作练习	233
*实验五 容量仪器校正(称量法和相对校准法)	237
§ 4-2 酸碱滴定法	242
实验一 有机酸当量值测定	246
实验二 硫酸铵中含氮量的测定(甲醛法)	250
实验三 工业纯碱中总碱度的测定	252
实验四 混合碱的分析(双指示剂法)	255
实验五 HCl 和 HAc 混合液的电位滴定	259
实验六 磷酸的电位滴定	262
*实验七 醋酸钠含量的测定(非水滴定法)	270
*实验八 α -氨基酸的测定(非水滴定法)	272
实验九 天然水盐类总当量的测定 (离子交换、酸碱滴定法)	275
附: 常见离子交换树脂的规格和性能	
§ 4-3 络合滴定法	279

实验一	白云石中钙、镁含量的测定	282
实验二	天然水的总硬度的测定	286
实验三	铅、铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 含量的连续测定(络合滴定法)	290
实验四	铝合金中铝含量的测定	292
*实验五	铜、镁混合溶液的连续电位滴定 (离子选择电极络合滴定法)	295
§ 4-4	氧化还原滴定法	298
实验一	过氧化氢含量的测定	302
*实验二	水样中化学耗氧量(COD)的测定	305
*实验三	软锰矿中 MnO_2 含量的测定	308
实验四	重铬酸钾法测定铁矿石中铁的含量($SnCl_2$ - $HgCl_2$ 法)	309
实验五	重铬酸钾-无汞盐法测定铁矿石中铁的含量	313
实验六	碘量法测定维生素C(药片)	318
实验七	铜合金中铜的测定	321
*实验八	辉铋矿中铋的测定(碘滴定法)	325
*实验九	溴酸钾法测定苯酚	328
实验十	Fe^{3+}/Fe^{2+} 电对的克式量电位的测定(作图法)	331
§ 4-5	沉淀滴定法和重量分析法	335
实验一	氯化物中氯含量的测定	336
一	莫尔(Mohr)法	336
*二	法扬司(Fajans)法	339
*三	佛尔哈德(Volhard)法	341
实验二	电位滴定法测定氯碘混合物中氯和碘的含量	343
实验三	$BaCl_2 \cdot 2H_2O$ 中钡含量的测定 (硫酸钡重量法)	345
*实验四	钢铁中镍含量的测定 (丁二酮肟镍重量法)	349
§ 4-6	吸光光度法	352
实验一	邻二氮菲吸光光度法测定铁 (条件试验、络合比及铁含量的测定)	354
实验二	水中六价铬的测定	358

实验三 钢铁中磷的测定

(磷钼蓝吸光度法).....362

实验四 铬天青 S 吸光度法测定微量铝.....366

——铝的二元与三元络合物比较——

*实验五 白钨矿中钨的硫氰酸盐差示比色法.....371

§ 4-7 复杂物质分析.....374

*硅酸盐水泥中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 、 MgO 的测定.....374

§ 4-8 分析方案设计.....379

分析方案设计实验示例.....384

第五章 电子计算机的应用.....387

附录

附录 I 常用指示剂

附录 II 常用缓冲溶液的配制

附录 III 常用酸碱的密度和浓度

附录 IV 常用基准物质的干燥条件和应用

附录 V 化合物式量表

附录 VI 原子量表

附录 VII 定量分析仪器单

* 实验前标 * 为选作实验

第一章 分析化学实验基础知识

§ 1-1 纯水的制备及其检定

一、纯水

在分析化学实验中,根据任务及要求的不同,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,而对于超纯物质分析,则要求纯度较高的“高纯水”。

由于在空气中二氧化碳可溶于水,故纯水的 pH 值常小于 7.0,一般约为 5.0—6.0。

随着制备纯水的方法不同,带来的杂质情况也不同。采用铜蒸馏器制备的水,显然会有少量或微量的铜离子;玻璃蒸馏器制备的水,则常含有钠离子、硅酸根离子等;离子交换法或电渗析法制备的水,常含有少量的微生物和某些有机物质等等。

二、纯水的制备方法:

1. 蒸馏法

目前使用的蒸馏器有玻璃、铜、石英等。蒸馏法只能除去水中非挥发性的杂质,溶解在水中的气体并不能除去。蒸馏水中杂质含量如表 1-1。

2. 离子交换法

用离子交换法制备的纯水称为去离子水。目前多采用阴、阳离子交换树脂的混合床装置来制备,此方法的优点是: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(如有机物)杂质,而且尚有微量树脂溶在水中。去离子水中杂质含量如表 1-2。

表 1-1

蒸馏器名称	杂 质 含 量 (ppb)				
	Mn ²⁺	Cu ²⁺	Zn ²⁺	Fe ³⁺	Mo(VI)
铜	1	10	2	2	2
石英	0.1	0.5	0.04	0.02	0.001

表 1-2 去离子水中杂质含量

杂质项目	Cu ²⁺	Zn ²⁺	Mn ²⁺	Fe ³⁺	Mo(VI)	Mg ²⁺	Ca ²⁺	Sr ²⁺
含量(ppb)	<0.002	0.05	<0.02	0.02	<0.02	2	0.2	<0.06

杂质项目	Ba ²⁺	Pb ²⁺	Cr ³⁺	Co ²⁺	Ni ²⁺	B Sr Si Ag			
含量(ppb)	0.006	0.02	0.02	<0.002	0.002	可检出			

3. 电渗析法

电渗析法是在离子交换技术的基础上发展起来的一种方法。它是在外电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而使溶液中的溶质和溶剂分离,从而达到净化水的目的。此方法除去杂质的效率较低,适用于要求不很高的分析工作。

三、纯水的检验

纯水的检验有物理方法(如测定水的电阻率)和化学方法两类。结合一般分析实验室的要求,现将检验纯水的主要项目介绍如下:

1. 电阻率

水的电阻率越高,表示水中的离子越少,水的纯度越高。25°C时,电阻率为 $1.0 \times 10^6 - 10 \times 10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水称为纯水,电阻率大于 $10 \times 10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水称为高纯水。高纯水应贮存在石英或聚乙

烯塑料容器中。

表 1-3 各级水的电阻率

水的类型	电阻率(25°C), $\Omega \cdot \text{cm}$
自来水	~1900
一次蒸馏水(玻璃)	~ 3.5×10^5
三次蒸馏水(石英)	~ 1.5×10^6
混合床离子交换水	~ 12.5×10^6
28次蒸馏水(石英)	~ 16×10^6
绝对水(理论上最大的电阻率)	18.3×10^6

2. pH值

用酸度计测定与大气相平衡的纯水的 pH 值, 一般应为 6.0 左右。采用简易化学方法检定时, 取两支试管, 在其中各加水 10ml, 于甲试管中滴加 0.2% 甲基红 (变色范围 pH4.4—6.2) 2 滴, 不得显红色, 于乙试管中滴加 0.2% 溴百里酚蓝 (变色范围 pH 7.6—9.6) 溶液 5 滴, 不得显蓝色。

3. 硅酸盐

取 30 ml 水于一小烧杯中, 加入 (1+3) 硝酸 5 ml, 5% 钼酸铵溶液 5 ml, 室温下放置 5 分钟后, 加入 10% 亚硫酸钠溶液 5 ml, 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 (1+3) HNO_3 1 滴酸化, 加入 0.1N AgNO_3 溶液 1—2 滴, 如有白色乳状物, 则不合格。

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

(1) Cu^{2+}

取 10 ml 水于试管中, 加入 (1+1) 盐酸溶液 1 滴, 摇匀, 加入 1—2 ml 0.001% 双硫脲及 CCl_4 1—2 ml, 观察 CCl_4 层中是否呈现浅蓝色或浅紫色, 如出现上述颜色则不合格。

(2) Pb^{2+}