

中等专业学校教材

分析化学实验

吉林化工学校
李楚芝 主编



HUAGONG

化学工业出版社

中等专业学校教材

分析化学实验

吉林化工学校

李楚芝 主编

化学工业出版社

· 北 京 ·

2853820

(京)新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验/李楚芝主编. —北京: 化学工业出版社, 1995
中等专业学校教材
ISBN 7-5025-1458-9

I. 分… II. 李… III. 分析 (化学) - 化学实验 - 专业学校 - 教材 IV. 0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (94) 第 13702 号

中等专业学校教材
分析化学实验
吉林化工学校 李楚芝 主编
责任编辑: 梁 虹
封面设计: 郑小红

*

化学工业出版社出版发行
(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)
发行电话: (010) 64982530
<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销
北京市燕山印刷厂印刷
北京市燕山印刷厂装订

开本 787 毫米×1092 毫米 1/32 印张 12 $\frac{1}{4}$ 字数 278 千字
1995 年 6 月第 1 版 2003 年 2 月北京第 7 次印刷
ISBN 7-5025-1458-9/G · 370
定 价: 16.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

内 容 提 要

本书是根据 1991 年 1 月全国化工中等专业学校工业分析专业教材编审委员会审定的《分析化学实验》和《教学实习》大纲编写的。

本书包括定性分析、定量分析、化学分离法三部分共九章、六十一个实验。全书采用法定计量单位，并以“等物质的量规则”作为滴定分析计算的依据，各实验均附有思考题，书后附有参考书。

本书是全国化工中等专业学校工业分析专业的统编教材，也可供轻工、冶金、地质等行业分析专业技术人员和技工人参考。

前 言

分析化学实验是化工中等专业学校工业分析专业的专业技术基础课。它既是一门独立的课程，又是分析化学课的重要组成部分，既要与《分析化学》教材配套使用，同时还要兼顾教学实习的需要，故本书具有以下特点。

1. 编写中一方面注意到与分析化学的相互配合，另一方面又力求保持分析化学实验的完整性和独立性。

2. 为加强基本训练，提高实验教学质量，本书所提供的实验大都是经过多年实践、比较成熟的分析方法及 GB(国标)规定的定量方法。注意了新试剂和新分析方法的应用。全书采用法定计量单位，并以“等物质的量规则”作为滴定分析计算的依据。

3. 本书中增加了分析化学实验室基础知识；定性分析实验要求；标准溶液制备；定量分析方法应用示例等，既有利于学生理论联系实际，又能培养他们熟练掌握分析化学实验的基本操作技能。

4. 为培养学生分析问题与解决问题的能力，适当增加了实际试样分析和自行设计分析方法等实验内容，各个实验还附有思考题。

本书包括定性分析、定量分析、化学分离法三部分共九章、六十一个实验。其中分析天平、滴定分析仪器及基本操作、称量分析仪器及基本操作等可作为教学实习内容。

本书第一章至第四章由河北化工学校辛述元编写，第五章至第九章由吉林化工学校李楚芝编写。由工业分析专业教材编

审委员会组织集体审稿,参加审稿的有天津化工学校贾定本、上海市化工学校李品芳、山东化工学校何云华、陕西化工学校刘阜英、扬州化工学校张文英。他们对初稿提出了宝贵意见,特此一并致谢。

本书由李楚芝统一修改定稿,贾定本主审。

由于编者水平有限,书中错误和不妥之处,恳请读者批评指正。

编 者

一九九四年一月二十日

目 录

第一章 分析化学实验室基础知识	1
第一节 实验室安全守则	1
第二节 纯水的制备和质量检验	3
一、一般纯水的制备	3
二、特殊纯水的制备	4
三、纯水的质量检验	5
第三节 化学试剂的应用	6
一、化学试剂的分类	6
二、化学试剂的选用	9
三、化学试剂效能的简易判断	10
第四节 常用致冷剂和干燥剂	11
一、致冷剂	11
二、干燥剂	12
第五节 常用器皿	13
一、玻璃仪器	13
二、其它非金属器皿	17
三、金属器皿	19
第六节 常用洗涤液	22
第二章 半微量定性分析基本操作	24
第一节 半微量定性分析常用仪器及设备	24
第二节 半微量定性分析基本操作技术	30
第三节 定性分析实验要求	38
实验一 准备工作和基本操作练习	41
实验二 灵敏度的测定和反应条件实验	44

第三章 阳离子分析	48
第一节 I 组阳离子分析实验	48
实验三 I 组阳离子的分析	48
第二节 II 组阳离子分析实验	53
实验四 II 组阳离子的分析	53
实验五 I、II 组阳离子混合物分析	58
第三节 III 组阳离子分析实验	66
实验六 III 组阳离子分析	66
实验七 II、III 组阳离子混合物分析	71
实验八 I ~ III 组阳离子未知物分析	77
第四节 IV 组阳离子分析实验	78
实验九 IV 组阳离子的分析	78
第五节 V 组阳离子分析实验	84
实验十 V 组阳离子的分析	84
实验十一 IV、V 组阳离子混合物分析	88
实验十二 I ~ V 组阳离子混合物分析	89
实验十三 阳离子未知物分析	91
第四章 阴离子及一般物质分析	92
第一节 阴离子分析实验	92
实验十四 阴离子分组和初步试验	92
实验十五 阴离子的分析	94
实验十六 阴离子未知物分析	103
第二节 一般物质分析实验	105
实验十七 易溶盐分析(未知)	105
实验十八 合金的分析	107
第五章 分析天平	113
第一节 分析天平的种类	113
第二节 分析天平的构造	114
一、半自动电光天平的构造	114
二、单盘电光天平	120

三、电子天平	121
第三节 分析天平的计量性能与质量检查	122
一、天平的灵敏性	122
二、天平的稳定性	124
三、示值变动性	125
四、天平的正确性	125
第四节 称量方法	126
一、天平使用规则	126
二、称量的一般程序	127
三、称样方法及操作	129
第五节 分析天平的安装调试	134
一、天平的安装调试	134
二、天平简单故障的排除	137
第六节 天平称量实验	139
实验十九 分析天平主要性能的检定	139
实验二十 分析天平称量练习	142
实验二十一 试样称量及分析天平性能的检定(考核实验)	144
第六章 滴定分析仪器和基本操作	146
第一节 滴定分析仪器的洗涤	146
第二节 滴定分析仪器的准备和使用	147
一、滴定管	147
二、容量瓶	156
三、移液管和吸量管	159
第三节 滴定分析仪器的校准	163
一、玻璃量器的允差	163
二、校准方法	164
三、校准时注意事项	170
第四节 滴定分析基本操作实验	170
实验二十二 滴定分析仪器基本操作	170
实验二十三 滴定分析仪器的校准	172

实验二十四 滴定终点练习	174
第七章 滴定分析法	178
第一节 酸碱滴定法	178
一、酸碱标准溶液的制备	178
二、酸碱滴定法的应用	184
实验二十五 盐酸标准溶液的制备	197
实验二十六 氢氧化钠标准溶液的制备	200
实验二十七 工业硫酸纯度的测定	204
实验二十八 氨水中氨含量的测定	205
实验二十九 混合碱分析(双指示剂法)	207
实验三十 铵盐纯度测定(甲醛法)	209
实验三十一 硼酸纯度的测定(强化法)	211
实验三十二 工业醋酸含量的测定(设计实验)	212
实验三十三 氨基乙酸的测定(非水滴定)	213
实验三十四 醋酸钠含量的测定(非水滴定)	216
第二节 配位滴定法	217
一、EDTA 标准溶液的制备	218
二、配位滴定法的应用	221
实验三十五 EDTA 标准溶液的制备	229
实验三十六 水中硬度的测定	232
实验三十七 镍盐中镍含量的测定	234
实验三十八 铝盐中铝含量的测定	236
实验三十九 铅铋混合物中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 含量的连续测定	238
第三节 氧化还原滴定法	240
一、高锰酸钾法	240
实验四十 KMnO_4 标准溶液的制备	246
实验四十一 过氧化氢含量的测定	248
实验四十二 软锰矿中 MnO_2 含量的测定	249
实验四十三 钢中铬的测定	251
二、重铬酸钾法	254

实验四十四	$K_2Cr_2O_7$ 标准溶液制备	258
实验四十五	铁矿石中总铁量的测定 (附:无汞测定铁法)	259
三、碘量法		263
实验四十六	硫代硫酸钠标准溶液的制备	271
实验四十七	碘标准溶液的制备	273
实验四十八	胆矾中 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 含量的测定	275
实验四十九	硫化钠总还原能力的测定	276
实验五十	维生素 C 的测定	277
四、溴量法		278
实验五十一	苯酚含量的测定	281
第四节	沉淀滴定法	283
一、标准溶液		283
二、银量法的应用		286
实验五十二	硝酸银标准溶液的制备	294
实验五十三	水中氯含量的测定	295
实验五十四	硫氰酸钾标准溶液的制备(设计实验)	296
实验五十五	烧碱中氯化钠含量的测定	296
实验五十六	碘化钠含量的测定	298
第八章	称量分析仪器和基本操作	300
第一节	称量分析仪器	300
第二节	称量分析基本操作	309
一、试样的溶解		309
二、沉淀		310
三、过滤和洗涤		311
第三节	称量分析实验	320
实验五十七	$BaCl_2 \cdot 2H_2O$ 中结晶水的测定	320
实验五十八	氯化钡含量的测定	322
实验五十九	钢铁中镍的测定(丁二酮肟镍称量法)	328
第九章	化学分离法	333

第一节 离子交换分离法	333
一、离子交换法的柱上操作	333
二、离子交换分离法在分离和测定上的应用	335
实验六十 硝酸钠(钾)纯度的测定	338
实验六十一 离子交换树脂交换量的测定	340
第二节 纸上层析法	344
一、铜、铁、钴、镍的纸上层析分离	345
二、氨基酸的纸上层析分离	346
三、氨基蒽醌各种异构体的定性检出	347
附录	348
一、定性分析仪器	348
二、定性分析试液的配制	349
三、定性分析试剂的配制	351
四、溶解度表	362
五、常用指示剂	367
六、常用酸碱的密度和浓度	372
七、常用基准物质的干燥条件和应用	372
八、常用缓冲溶液的配制	373
九、常见化合物的摩尔质量 M , ($\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$)	375
十、定量分析实验仪器单(学生自用仪器)	376
十一、公用仪器	377
主要参考书目	378

第一章 分析化学实验室基础知识

分析化学实验既是一门独立的课程，又是分析化学课程的重要组成部分。通过实验教学，可以巩固、深化分析化学的基础理论知识，正确、熟练掌握分析化学的基本操作技能，训练分析问题、解决问题和独立工作能力，培养理论联系实际、实事求是的科学态度和良好的职业道德与工作作风，为后续专业课的学习和将来从事实际工作奠定基础。

但是，分析化学实验并不是一项单纯孤立的工作，需要各方面工作相配合。因此，无论进行何种分析化验，仅仅掌握相应的分析理论和分析操作是不够的，还必须熟悉许多有关的其他知识和技能。本章主要介绍各专业基础课与专业课所未涉及或很少涉及的一些分析化学实验室基础知识。

第一节 实验室安全守则

在分析化学实验中，经常使用有腐蚀性、有毒、易燃、易爆的各类试剂，使用易破损的玻璃仪器、各种电器设备及煤气等。为保证实验人员的人身安全和实验操作的正常进行，必须注意遵守如下实验室安全守则。

(1) 实验室内严禁饮食、吸烟，严禁试剂入口及用实验仪器代替餐具。一切试剂、试样均应有标签，绝不可在容器内装与标签不相符的物质。

(2) 试剂瓶的磨口塞粘固打不开时，可将瓶塞在实验台边缘轻轻磕撞，使其松动；或用电吹风稍许加热瓶颈部分使其膨胀；

或在粘固的缝隙间滴加几滴渗透力强的液体(如乙酸乙酯、煤油、渗透剂 OT 以及水、稀盐酸)。严禁用重物敲击,以防瓶体破裂。

(3)稀释浓硫酸,必须在烧杯等耐热容器中进行,且只能将浓硫酸在不断搅拌下缓缓注入水中,温度过高时应冷却降温后再继续加入。配制氢氧化钠、氢氧化钾等浓溶液时,也必须在耐热容器中溶解。如需将浓酸或浓碱中和,则必须先行稀释。

(4)使用浓硝酸、浓硫酸、浓盐酸、浓高氯酸、浓氨水时,或有氰化氢、二氧化氮、硫化氢、三氧化硫、溴、氨等有毒、有腐蚀性气体的操作,应在通风橱中进行。

(5)使用氰化物、砷化物、汞盐等剧毒物质时要特别小心,并采取必要的防护措施。实验残余的毒物应采取适当的方法处理。切勿随意丢弃或倾入水槽。装过有毒、强腐蚀性、易燃、易爆物质的器皿,应由操作者亲自洗净。

(6)易燃溶剂加热应采用水浴或沙浴,并注意避免明火。高温物体如灼热的坩埚、瓷舟和燃烧管,应放在隔热材料上,不可随意放置。

(7)将玻璃棒、玻璃管、温度计插入或拔出胶塞、胶管时应垫有垫布,且不可强行插入或拔出。切割玻璃管、玻璃棒,装配或拆卸仪器装置时,要防止玻璃管或玻璃棒的突然损坏而造成刺伤。

(8)使用煤气灯,应先将空气调小再点燃火柴,然后开启煤气开关点火并调节好火焰。禁止用火焰在煤气管道上查找漏气处,应用肥皂水检查。

(9)使用电器设备,要注意防止触电。切不可用湿手或湿物接触电闸和电器开关,实验结束后应及时切断电源。

(10)使用分析天平、分光光度计、酸度计等精密仪器,应

严格遵守操作规程。仪器使用完毕要切断电源,并将各旋钮恢复到原来位置。

(11)实验室应保持洁净、整齐。废纸、碎玻璃片、火柴杆等废弃物应投入垃圾箱;废酸、废碱及其他废液应倒入废液桶内;洒落在实验台上的试剂要随时清理干净;打扫实验室地面时要使用湿润的清扫工具或使用吸尘器。实验完毕要仔细洗手,离开实验室时应认真检查水、电、煤气及门、窗是否已关好。

(12)实验室应备有急救药品、防护用品和灭火器材。

第二节 纯水的制备和质量检验

对于分析化学实验来说,水的作用是极其重要的,仪器的洗涤、溶液的配制及某些冷却操作等都离不开水。通常的自来水中往往含有 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Na^{+} 、 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Cl^{-} 、 SO_4^{2-} 、 HCO_3^{-} 等杂质,而这些杂质对分析反应会造成不同程度的干扰。因此,自来水只能在仪器的初步洗涤或降温冷却时使用,分析化学实验用水必须是纯水。纯水的制备方法很多,如蒸馏法、离子交换法、电渗析法、电泳法等。由于制备方法不同,纯水的质量也不同。

一、一般纯水的制备

(一)蒸馏法

蒸馏法制备纯水是根据水与杂质的沸点不同,将自来水(或其他天然水)用蒸馏器蒸馏而得到的。用这种方法制备纯水操作简单,成本低廉,不挥发的离子型和非离子型杂质均可除去。但蒸馏一次所得蒸馏水仍含有微量杂质,只能用于定性分析或一般工业分析。对于洗涤洁净度高的仪器和进行精确的定量分析工作,则必须采用多次蒸馏而得到的二次、三次甚至更多次的高纯蒸馏水。

蒸馏器有多种类型,实验室常采用金属或玻璃制造的内电阻加热式蒸馏设备。市售电热蒸馏水器即可满足一般中小型分析实验室制备蒸馏水的需要。制备高纯蒸馏水时,则须使用硬质玻璃蒸馏器或石英、银及聚四氟乙烯等蒸馏器。

必须指出的是,以生产中的废汽冷凝制得的“蒸馏水”,因含杂质较多,是不能直接用于分析化验的。

(二)离子交换法

蒸馏法制备纯水产量低,一般纯度也不够高,化学实验室广泛采用的制备纯水方法系离子交换法,即通过离子交换树脂对水进行精制纯化^①,以这种方法制得的纯水称为去离子水,也称离子交换水。用离子交换法制备纯水,不但产量大,成本低,而且水的质量很高。离子交换法制备纯水的缺点,是设备及操作较复杂,水中有机物难以除去,而且尚有微量树脂溶在去离子水中。

市售“70型离子交换纯水器”体积小、质量轻,价格低,很适合一般分析实验室制备去离子水使用。

(三)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。这种方法是在外电场作用下,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开,从而达到纯化水的目的。

电渗析法除去杂质的效率较低,水的质量较差,只适用于一些要求不太高的分析工作。

二、特殊纯水的制备

(一)无二氧化碳纯水

① 离子交换法制备纯水的原理,参见第九章化学分离法。

将普通纯水置于烧瓶中,煮沸 10min,立即用装有钠石灰管的胶塞塞紧瓶口,放置冷却后即得无二氧化碳纯水。

无二氧化碳纯水常用于酸碱滴定法中碱标准溶液的制备。

(二) 无氧纯水

将普通纯水置于烧瓶中,煮沸 1h 后,立即用装有玻璃导管(导管与盛有 $100\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 焦性没食子酸碱性溶液的洗瓶连接)的胶塞塞紧瓶口,放置冷却后即得无氧纯水。

无氧纯水多用于氧化还原滴定法中某些物质的测定。

纯水是分析化学实验室应用最多的纯净溶剂和洗涤剂,应严格加以保护,防止受到污染。高纯水应贮于聚乙烯或有机玻璃、石英容器中。

三、纯水的质量检验

为保证纯水的质量能符合分析工作的要求,对于所制备的每一批纯水,都必须进行质量检验^①。

(一) 电导率的测定

纯水是微弱导体,水中溶解了电解质,其电导率将相应增加。以电导仪测定水的电导率,如其值不大于 $5.0\mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ (25°C),对于一般分析实验来说即符合要求(但电导率不能表示有机物的污染程度)。

各类水的电导率如表 1-1 所示。

(二) pH 值的测定

普通纯水 pH 值应在 5.0~7.5 之间(25°C),可用精密 pH 试纸或酸碱指示剂检验(对甲基红不显红色,对溴百里酚蓝不呈蓝色),更准确的方法是用酸度计测定。

(三) Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Fe^{3+} 的定性检验

① 一般分析化学实验用水,应符合 GB6682 中三级水标准。