



全国高等农林院校“十一五”规划教材

分析化学实验

王 芬 王艳芳 主编

 中国农业出版社

全国高等农林院校“十一五”规划教材

分析化学实验

王 芬 王艳芳 主编

中国农业出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验 / 王芬, 王艳芳主编. —北京: 中国农业出版社, 2007.1

全国高等农林院校“十一五”规划教材

ISBN 978-7-109-11384-8

I. 分… II. ①王…②王… III. 分析化学-化学实验-高等学校-教材 IV. 065-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 161806 号

中国农业出版社出版

(北京市朝阳区农展馆北路 2 号)

(邮政编码 100026)

责任编辑 毛志强

北京中兴印刷有限公司印刷 新华书店北京发行所发行

2007 年 2 月第 1 版 2007 年 2 月北京第 1 次印刷

开本: 720mm×960mm 1/16 印张: 15.75

字数: 279 千字

定价: 22.00 元

(凡本版图书出现印刷、装订错误, 请向出版社发行部调换)

主 编 王 芬 (沈阳农业大学)

王艳芳 (沈阳农业大学)

副主编 肖振平 (东北农业大学)

王新一 (沈阳农业大学)

王大鹏 (吉林农业大学)

参 编 王 旭 (沈阳农业大学)

杨东伟 (沈阳农业大学)

刘衣南 (沈阳农业大学)

李永库 (沈阳农业大学)

主 审 徐宝荣 (东北农业大学)

前 言

本书为全国高等农林院校“十一五”规划教材，是辽宁省教育科学“十五”规划课题的研究成果。本教材可作为高等农林院校本科生的教材，也可作为与分析化学相关的专业人员的参考书。编者注意突出教材的基础性、实用性与先进性，在内容的选择及编排上力求体现以下特点：

1. 对原教材的结构框架进行了调整，将各种分析方法独立设为一章。增加了分离分析实验、设计实验和技能考核、计算机在分析化学实验中的应用三章，进一步完善了分析化学实验课程的新体系。

2. 适用性广。既有反映分析化学基础知识和基本操作的实验，又有分析方法在土壤、农学、食品、环境、农药、畜牧等农林领域的应用性实验，也有反映现代分析化学新进展、新技术的实验。使教材的适用性更强，应用范围更广。

3. 在实验设置上，以基本操作和技能训练为主线，充分体现对学生准确记录实验数据，正确处理实验结果，独立分析问题、解决问题和创新能力的培养。

4. 以提高学生综合素质为核心，细化了实验目的和要求，增加了实验注意事项，按内容层次编写了难易不同的问题与思考，以拓宽学生的智力空间和思维广度。

5. 为适应高等农林院校教学改革的需要，在化学实验部分编排了一些半微量分析化学实验。这不仅是分析化学实验发展的一个趋势，也符合绿色化学“减少使用有毒有害物质，减少排放废物”的理念，有利于提高学生的环境保护意识，也可以节省实验经费。

参加本书编写的学校有沈阳农业大学、东北农业大学、吉林农业大学。全书由主编修改统稿。

本书旨在为高等农林院校提供一本内容丰富、便于教学的实验教材。由于编者学识水平有限，难免有疏漏欠妥之处，恳请同行专家和读者批评指正。

编者

2006年9月

001	 (去待位量端半) (去整甲) 宝测的里含其申基对	8.4
101	 (去待位量端半) 宝测的里含其申基对	4.4
201	 (去待位量端半) 宝测的里含其申基对	4.4
301	 宝测的里含其申基对	4.4
401	 宝测的里含其申基对	4.4
501	 宝测的里含其申基对	4.4
601	 宝测的里含其申基对	4.4
701	 宝测的里含其申基对	4.4
801	 宝测的里含其申基对	4.4
901	 宝测的里含其申基对	4.4

目 录

前言		第2章
第1章 分析化学实验基本知识		1
1.1 分析化学实验的目的和要求		1
1.2 有效数字及其运算规则		2
1.3 实验记录、实验数据的表达和实验报告		5
1.4 化学试剂和实验室废液处理		7
1.5 溶液的配制和计算公式		12
1.6 分析化学实验室安全知识		15
第2章 分析化学实验基本仪器		17
2.1 分析化学实验一般仪器和设备		17
2.2 分析天平		23
2.3 紫外和可见分光光度计		36
2.4 电势分析仪		38
第3章 分析化学实验基本操作技术		42
3.1 滴定分析基本操作技术		42
3.2 重量分析基本操作技术		56
3.3 几种分光光度计的使用		64
3.4 几种电势分析仪器的使用		68
3.5 定量分析中的分离操作技术		81
3.6 纯水的制备和检查		90
第4章 酸碱滴定实验		96
4.1 酸碱标准溶液的比较滴定(半微量分析法)		96
4.2 HCl 标准溶液的标定(半微量分析法)		98

4.3	铵盐中氮含量的测定(甲醛法)(半微量分析法)	100
4.4	NaOH 标准溶液的标定(半微量分析法)	103
4.5	食醋中总酸度的测定(半微量分析法)	105
4.6	果蔬中总酸度的测定	107
4.7	蛋壳中碳酸钙含量的测定	108
4.8	工业纯碱总碱度的测定	110
第5章	配位滴定实验	113
5.1	EDTA 标准溶液的标定(半微量分析法)	113
5.2	天然水中总硬度的测定(半微量分析法)	115
5.3	铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定	117
5.4	铝合金中铝含量的测定	120
第6章	氧化还原滴定实验	123
6.1	高锰酸钾标准溶液的标定(半微量分析法)	123
6.2	过氧化氢含量的测定(半微量分析法)	125
6.3	水样中化学耗氧量的测定	127
6.4	饲料中钙含量的测定	129
6.5	汽水、果露等饮料中还原糖的测定(高锰酸钾法)	132
6.6	亚铁盐中铁含量的测定(半微量分析法)	135
6.7	土壤有机质含量的测定(重铬酸钾法)	137
6.8	硫代硫酸钠标准溶液的标定(半微量分析法)	139
6.9	胆矾中铜含量的测定(间接碘量法)(半微量分析法)	142
6.10	维生素 C 含量的测定(直接碘量法)(半微量分析法)	144
6.11	漂白粉中有效氯的测定(间接碘量法)(半微量分析法)	146
第7章	沉淀滴定和重量分析实验	149
7.1	味精中氯化钠含量的测定(莫尔法)	149
7.2	氯化物中氯含量的测定(佛尔哈德法)	151
7.3	氯化钡中结晶水含量的测定	153
7.4	灰分的测定	154
7.5	二水合氯化钡含量的测定(硫酸钡晶形沉淀重量分析法)	155
7.6	钢铁中镍含量的测定(丁二酮肟有机试剂沉淀重量分析法)	158

第 8 章 仪器分析实验	161
8.1 分光光度法的基本条件试验	161
8.2 磷的分光光度法测定	164
8.3 植物组织中氮的微量测定	167
8.4 铁的分光光度法测定	169
8.5 直接电势法测定土壤酸度	172
8.6 离子选择性电极法测定水中氟含量	173
8.7 HCl 和 HAc 混合液的电势滴定	176
8.8 电势滴定法连续测定氯碘混合物中氯和碘的含量	178
8.9 电势滴定法测定铜(II)-磺基水杨酸配合物的稳定常数	181
第 9 章 分离分析实验	185
9.1 微量铈的共沉淀分离和萃取光度测定	185
9.2 合金钢中微量铜的萃取光度测定	187
9.3 铜、铁、钴、镍的纸色谱分离	189
9.4 偶氮苯和对硝基苯胺的薄层分离	192
9.5 植物鲜叶中 β -胡萝卜素的柱层析分离和检测	193
9.6 钴、镍的离子交换分离和配位测定	195
9.7 海水中微量维生素 B ₁₂ 的固相萃取与测定	198
第 10 章 设计实验与技能考核	201
10.1 设计实验的目的和要求	201
10.2 设计实验选题参考	202
10.3 滴定分析技能考核	206
第 11 章 计算机在分析化学实验中的应用	208
11.1 模拟酸碱滴定实验	208
11.2 沉淀滴定模拟实验	211
11.3 重量分析模拟实验	214
11.4 实验数据的计算机处理	216
附录	223
附录 1 弱酸在水中的离解常数 (25 °C)	223
附录 2 弱碱在水中的离解常数 (25 °C)	225

附录 3	难溶化合物的溶度积 (25 °C)	225
附录 4	酸性溶液中的标准电极电势 (18~25 °C)	227
附录 5	碱性溶液中的标准电极电势 (18~25 °C)	229
附录 6	条件电极电势	229
附录 7	常用参比电极在水溶液中的电极电势	231
附录 8	6 种 pH 标准溶液在 0~90 °C 下的 pH	231
附录 9	常用酸碱的密度和浓度	232
附录 10	常用缓冲溶液的配制	232
附录 11	常用基准物质的干燥条件和应用	233
附录 12	常用酸碱指示剂	233
附录 13	常用氧化还原指示剂	234
附录 14	常用沉淀及金属指示剂	234
附录 15	常用洗涤剂	235
附录 16	推荐的一些离子强度调节剂	236
附录 17	化合物的摩尔质量	236
附录 18	相对原子质量	239
主要参考文献		241

第1章

分析化学实验基本知识

1.1 分析化学实验的目的和要求

1.1.1 实验目的

分析化学实验课是高等农林院校有关专业必修的,以介绍分析化学实验原理、实验方法、实验手段为主要内容,以实验技术训练和实验技能培养为目标的独立课程。它是大学化学教学中极其重要的组成部分,也是培养学生创新意识、创新能力的重要途径。

学生通过具体的实验,应达到以下目的:

(1) 巩固、扩大和加深对分析化学基本理论的理解,熟练掌握分析化学的基本操作技术,充实实验基本知识,学习并掌握重要的分析方法,具有初步进行科学实验的能力,为学习后续课程和将来从事与化学有关的科学研究工作打下良好的基础。

(2) 了解并掌握实验条件、试剂用量等对分析结果准确度的影响,树立正确的“量”的概念。学会正确、合理地选择分析方法、实验仪器、所用试剂和实验条件进行实验,确保分析结果的准确度。

(3) 掌握实验数据的处理方法,正确记录、计算和表示分析结果,写出完整的实验报告。

(4) 根据所学的分析化学基本理论和所掌握的实验基本知识,设计实验方案,并通过实际操作验证其可行性。

(5) 培养严谨细致的工作作风和实事求是的科学态度,培养学生提出问题、分析问题、解决问题的能力和创新能力。

1.1.2 实验基本要求

(1) 实验开始时应认真阅读“实验室规则”和“天平使用规则”,要遵

守实验室的各项制度。了解实验室安全常识、化学药品的保管和使用方法及注意事项,了解实验室一般事故的处理方法,按操作规程和教师的指导认真进行操作。

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

(3) 洗涤仪器用水要遵循“少量多次”的原则。要注意节约使用试剂、滤纸、纯水及自来水等。取用试剂时要看清标签,避免因误取而造成浪费和实验失败。

(4) 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。

(5) 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。

(6) 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。实验产生的废液、废物要进行无害化处理后方可排放,或放在指定的废物收集器中,统一处理。

(7) 实验课开始和期末都要按照仪器清单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向实验教师报告,登记领取,并按有关规定进行赔偿。

1.2 有效数字及其运算规则

1.2.1 有效数字

有效数字是指实际工作中所能测量到的有实际意义的数字。它包括从仪器上准确读出的数字和最后一位估计数字。有效数字不仅表示测量数量的大小,也反映了所用仪器测量的准确度。例如,由分析天平称得试样质量为 0.4672 g ,这里 0.467 是准确数字, 2 是估计数字,有 $\pm 0.0001\text{ g}$ 的误差。又如,溶液在滴定管中的液面位置(即滴定管读数)是 23.00 mL ,这里面前三位数字在滴定管上有刻度标出,是准确的,第四位数字因为没有刻度,是估计出来的,是不确定数字。如果记为 23 mL ,则这一数字没有反映出滴定管的准确程度,会使别人误以为是用量筒量取的。因此,有效数字保留的位数是与所用仪器的精度有关的,因此在分析过程中要注意正确地记录、计算和正确地表示分析结果,也就是要按有效数字记录、计算和表示分析结果。

确定有效数字位数时应注意:

(1) 数字“0”有两种意义。它作为普通数字用,就是有效数字;作为定位用则不是有效数字。例如,10.10 mg,两个“0”都是测量所得数字,都是有效数字。这个有效数字有四位。若以“g”为单位,则写成0.010 10 g,此时,前面的两个“0”只起定位作用,不是有效数字,后面的两个“0”是有效数字,此数仍为四位有效数字。

(2) 常数如 $\sqrt{2}$ 、 $\ln 5$ 、 π 等,以及分数、倍数等非测量数字为无误差数字,计算时可不予考虑。

(3) pH、 pK_a 、 pK_b 、 $\lg K$ 、 pM 等对数值,其小数部分为有效数字。整数部分只表示真数的方次,不是有效数字。例如HAc的 $pK_a=4.74$ 为两位有效数字,化为 $K_a=1.8 \times 10^{-5}$ 也是两位有效数字。

(4) 单位变换时,有效数字位数不能变。例如,质量为25.0 g,为三位有效数字。若以“mg”为单位,则应表示为 2.50×10^4 mg,若表示为25 000 mg,就会被认为是五位有效数字。

1.2.2 有效数字的修约规则

对分析数据进行处理时,必须合理地保留有效数字,并弃去多余的尾数,这个过程叫有效数字的修约。其修约规则是“四舍六入,过五进位,恰五留双”。具体做法是:拟保留 n 位有效数字,当第 $n+1$ 位的数字 ≤ 4 时则舍弃;当第 $n+1$ 位的数字 ≥ 6 时则进位;当第 $n+1$ 位的数字为5而后面还有不为零的任何数即超过5时,则进位;当第 $n+1$ 位的数字等于5而后面为零(即恰好为5)时,若“5”前面为偶数(包括零)则舍,为奇数则入,总之是奇入偶舍。例如,将下列数据修约为4位有效数字。

$$0.526\ 64 \rightarrow 0.526\ 6$$

$$0.526\ 66 \rightarrow 0.526\ 7$$

$$10.245\ 2 \rightarrow 10.25$$

$$10.235\ 0 \rightarrow 10.24$$

$$10.245\ 0 \rightarrow 10.24$$

对有效数字进行修约时,只能对原测量数据一次修约到所需要的位数,不能连续多次地修约。例如将2.345 7修约到两位,应为2.3。如连续修约则为 $2.345\ 7 \rightarrow 2.346 \rightarrow 2.35 \rightarrow 2.4$,这种做法是不对的。

1.2.3 有效数字的运算规则

(1) 根据有效数字的定义,参加运算的每一数字和运算结果只能保留一位估计数字。

(2) 非有效数字的舍弃应按照“四舍六入，过五进位，恰五留双”的修约规则进行修约。

(3) 加减运算。和或差的有效位数的保留应与运算数据中小数点后位数最少的数据（绝对误差最大）相同。例如：

$$0.1235 + 15.34 + 2.455 + 11.37589 = ?$$

四个数据分别有 ± 0.0001 、 ± 0.01 、 ± 0.001 、 ± 0.00001 的绝对误差，其中 15.34 的绝对误差最大，它决定了和的绝对误差为 ± 0.01 ，其他数据的绝对误差不起决定作用，因此和的有效位数应与小数点后位数最少的 15.34 相同，将其余三个数修约后再相加。即：

$$0.1235 + 15.34 + 2.455 + 11.37589 = 0.12 + 15.34 + 2.46 + 11.38 = 29.30$$

(4) 乘除运算。积或商的有效位数的保留，应与各数据中有效位数最少的数据（相对误差最大的）相同。例如：

$$\frac{0.0325 \times 5.103 \times 60.06}{139.8}$$

各数的相对误差分别为：

$$0.0325 \quad \frac{\pm 0.0001}{0.0325} \times 100 = \pm 0.3$$

$$5.103 \quad \frac{\pm 0.001}{5.103} \times 100 = \pm 0.02$$

$$60.06 \quad \frac{\pm 0.01}{60.06} \times 100 = \pm 0.02$$

$$139.8 \quad \frac{\pm 0.1}{139.8} \times 100 = \pm 0.07$$

可见，四个数中相对误差最大即准确度最低的是 0.0325，它是三位有效数字，因此运算结果也应取三位有效数字。即：

$$\frac{0.0325 \times 5.103 \times 60.06}{139.8} = 0.0713$$

(5) 进行数值的开方和乘方时，保留原来的有效数字的位数。

(6) 误差或偏差的有效数字只有一到二位。故在计算误差或偏差时，只取一位，最多取两位有效数字。

(7) 有关化学平衡的计算结果（如求平衡状态下某离子的浓度）一般应保留 2 位或 3 位有效数字。

(8) 填报分析结果时，对高含量组分 $[w(x) > 10\%]$ ，要求分析结果保留四位有效数字；对于中等含量的组分 $[w(x): 1\% \sim 10\%]$ ，要求分析结果保留三位有效数字；对于微量的组分 $[w(x) < 1\%]$ ，则只要求分析结果保留两

位有效数字。

此外,借助计算器作连续运算时,不必对每一步的计算结果进行修约,但应根据对准确度的要求,正确表达最后结果的有效数字。

1.3 实验记录、实验数据的表达和实验报告

1.3.1 实验记录

要做好实验,除了安全、规范操作外,还要做好实验工作的原始记录。在实验过程中及时、全面、真实、准确地记录实验现象和实验数据,实验记录一般要求如下:

(1) 应有专门的实验记录本,不得将实验数据随意记在单页纸上、小纸片上或其他任何地方。记录本应标明页数,不得随意撕去其中的任何一页。

(2) 实验过程中的各种测量数据及有关现象的记录应及时、准确、清楚。不许事后凭记忆补写或以零星纸条暂记再转抄,那样容易错记或漏记。在记录实验数据时,一定要持严谨的科学态度,实事求是,切忌带有主观因素,更不能为了追求得到某个结果,擅自更改数据。

(3) 实验记录上的每一个数据都是测量结果。重复测量时,即使数据完全相同,也应记录下来。

(4) 实验记录切忌随意更改,如发现数据测错、读错等,确需改正时,应将错误记录用一斜线划去,再在其下方或右边写上修改后的内容。

(5) 记录的数据应准确有效,体现出所用仪器和实验方法所能达到的准确度。记录测量值时,只保留最后一位估计数字。例如,用分析天平称量时,要求记录至 0.0001 g ,滴定管和移液管的读数应记录至 0.01 mL ,用分光光度计测量溶液的吸光度时,应记录至 0.001 。

(6) 记录应简明扼要,字迹清楚。实验数据最好采用表格形式记录。

1.3.2 实验数据的表达

数据是表达实验结果的重要方式之一。除应正确地记录实验数据外,还应 对原始的实验数据进行系统分析、归纳、整理和总结,并正确表达实验结果所获得的规律。实验数据的表达方法主要有列表法和作图法。

1. 列表法 列表法是表达实验数据最常用的方法之一。将各种实验数据列入一种设计合理、形式紧凑的表格内,可起到化繁为简的作用,有利于对获得的实验结果进行相互比较,有利于分析和阐明某些实验结果的规律性。

设计表格的原则是简单明了,列表时还应注意以下几点:

(1) 每一个表的上方都应有表格序号及表格名称,表格名称应简明、完备,一目了然。

(2) 表中每一行或每一列的第一栏应写出该行或该列数据的名称和单位。

(3) 表中的数据应用最简单的形式表示,公共的乘方因子应在第一栏的名称下注明。

(4) 每一行中的数字要排列整齐,小数点应对齐。

(5) 原始数据可与处理结果并列在一张表上,处理方法和运算公式应在表下注明。

2. 作图法 用作图法表示实验数据,能直接显示出自变量和因变量间的变化关系。从图上易于找出所需数据,还可用来求实验内插值、外推值、曲线某点的切线斜率、极值点、拐点及直线的斜率、截距等。因此,利用实验数据正确地作出图形是十分重要的。作图法常与列表法并用,作图前,往往先将实验测得的原始数据与处理结果用列表法表示,然后再按要求作出有关图形。

作图法也存在作图误差,要获得好的图解效果,首先要获得高质量的图形。准确作图应注意以下几点:

(1) 坐标纸及比例尺的选择。最常用的坐标纸为直角坐标纸、对数坐标纸、半对数坐标纸和三角坐标纸也常用到。作图时以横坐标表示自变量,纵坐标表示因变量。横、纵坐标不一定由“0”开始,应视实验具体数值范围而定,比例尺的选择非常重要,需遵守以下几点:

① 坐标纸刻度要能表示出全部有效数字,使从图中得到的精密度与测量的精密度相当。

② 所选定的坐标刻度应便于从图上读出任一点的坐标值,通常使用单位坐标格所代表的变量为1、2、5的倍数,不用3、7、9的倍数。

③ 充分利用坐标纸的全部面积,使全图分布均匀合理。

④ 若作直线求斜率,则比例尺的选择应使直线倾角接近 45° ,这样斜率测量误差最小。

⑤ 若作曲线求特殊点,则比例尺的选择应使特殊点表现明显。

(2) 画坐标轴。选定比例尺后,画上坐标轴,在轴旁说明该轴所代表的变量名称及单位。在纵坐标轴左边及横坐标轴的下面,每隔一定距离写下该处变量应有的值,以便作图及读数,但不应将实验值写在坐标轴旁或代表点旁。读数时,横坐标自左向右,纵坐标自下而上。

(3) 作代表点。将相当于测量数值的各点绘于图上。在点的周围以圆圈、方块、三角、十字等不同符号在图上标出。点要有足够的大小,它可以粗略地

表明测量误差范围。在一张图上,如有几组不同的测量值时,各组测量值的代表点应用不同的符号表示,以便区别,并在图上说明。

(4) 连曲线。作出各点后,用曲线尺作出尽可能接近于实验点的曲线,曲线应平滑均匀,细而清晰。曲线不必通过所有的点,但各点应在曲线两旁均匀分布。点和曲线间的距离表示测量误差。

(5) 写图名。每个图应有简单的标题,横、纵坐标轴所代表的变量名称及单位,作图所依据的条件说明等。

1.3.3 实验报告

写好实验报告是科学训练的重要内容。对实验报告的要求是:正确而又清晰,简明而又深入。写实验报告应注意以下几点:

(1) 实验报告包括的内容:实验名称、实验日期、实验目的、实验原理、实验步骤、测定数据、计算结果、注意事项、问题与讨论等。实验报告的格式可以不拘一格,一般采用表格式为好。前五项内容应在实验预习时写好,并画好数据记录表格。

(2) 记录和计算必须准确、简明、清楚。不允许随意涂改数据,更不能凑数据。

(3) 每次实验结束时,应先将数据交教师审阅,然后进行计算,写出实验报告。

(4) 实验测定结果的准确度视所选用测定方法、仪器和样品情况(如均匀性、含量等)而定。对重铬酸钾法测铁、碘量法测铜等实验,要求相对误差在 $0.2\% \sim 0.3\%$;对混合碱、水的硬度、过氧化氢等的测定,可按工业分析要求确定测定结果的相对误差。以基准物质标定溶液浓度的测定结果的相对误差则应小于 0.1% 。并要求能运用误差理论分析处理数据。

1.4 化学试剂和实验室废液处理

化学试剂的种类很多,世界各国对化学试剂的分类和分级的标准不尽一致,各国都有自己的国家标准及其他标准(行业标准、学会标准等)。我国的化学试剂产品有国家标准(GB)、化工部标准(HG)及企业标准(QB)三级。

1.4.1 化学试剂的分类

化学试剂产品已有数千种,有分析试剂、仪器分析专用试剂、指示剂、有机合成试剂、生化试剂、电子工业或食品工业专用试剂、医用试剂等。随着科