

大学基础化学实验丛书

分析化学 实验

Experiments in
Analytical Chemistry

杨 梅 梁信源 黄富嵘 编



华东理工大学出版社
EAST CHINA UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY PRESS

大学基础化学实验丛书

分析化学 Experiments in Analytical Chemistry 实验

杨 梅 梁信源 黄富嵘 编



华东理工大学出版社

EAST CHINA UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY PRESS

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/杨梅 梁信源 黄富嵘 编. —上海:
华东理工大学出版社, 2005. 8

(大学基础化学实验丛书)

ISBN 7-5628-1724-3

I. 分... II. ①杨... ②梁... ③黄... III. 分析化学—化学实验—高等学校—教材 IV. O652. 1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2005)第 078542 号

大学基础化学实验丛书

分析化学实验

Experiments in Analytical Chemistry

杨 梅 梁信源 黄富嵘 编

.....
策划编辑/文 浩

责任编辑/胡 景

封面设计/王晓迪

责任校对/金慧娟

出版发行/华东理工大学出版社

地 址: 上海市梅陇路 130 号, 200237

电 话: (021) 64250306 (营销部)

传 真: (021) 64252707

网 址: www.hdlgpress.com.cn

印 刷/上海展强印刷有限公司

开 本/787×960 1/16

印 张/9.5

字 数/147 千字

版 次/2005 年 8 月第 1 版

印 次/2005 年 8 月第 1 次

印 数/1-5600 册

书 号/ISBN 7-5628-1724-3/O·142

定 价/15.00 元

内 容 提 要

本书参照教育部教学指导委员会“教学基本内容”的要求,结合实际情况编写而成。全书共分为4个部分:分析化学实验的基础知识、定量分析实验仪器和基本操作、定量化学分析实验内容及常用数据表。其中,实验内容包括酸碱滴定、配位滴定、氧化还原滴定、重量分析法、吸光光度法等内容,共编入27个实验。每一类实验都有选择余地,可根据需要选用。

本书可作为综合性大学化学、化工及相关专业的分析化学实验教材,也可供从事化学实验室工作或从事化学研究工作的人员参考。

序

广西大学化学实验中心组织编写的大学基础化学实验丛书,是一套由《无机化学实验》、《有机化学实验》、《分析化学实验》、《物理化学实验》组成的四大基础化学实验教材。它是广西大学化学化工学院化学系从事基础实验教学的教师,在实验教学经验积累的基础上,以使用多年的四大基础化学实验讲义为蓝本,经过修改与补充编写而成的。这套丛书中的综合实验融合了化学系教师科研成果的部分内容,因而颇具特色。

化学实验教学的改革在全国开展得如火如荼,改革的焦点在于通过实验提高学生的基本实验技能,培养学生的综合创新能力。基础化学实验正是培养学生基本实验技能的主要训练平台。

广西大学化学实验中心作为一个校级的公共基础实验平台,面对全校七个学院,为化学、化工、轻工、资源与环境、林学、农业科学、动物科学、生命科学、临床医学等多个学科专业的本科生开设基础化学实验。学生的人数多,面对的学科专业也多,在这种情况下通过四大基础化学实验完成基本实验技能的训练,颇具有挑战性,要牢牢地把握住实验技能训练的共性规律才能实现上述这一目的。该中心经过多年的教学实践,从容地应对了上述的挑战。现把精心策划和思考的四大基础化学实验讲义进行修改,编写成书作为系列实验教材进行出版。这不仅有利于该中心的实验教学,而且对其他兄弟院校的实验教学也有一定借鉴的意义。

选择一些编者所实践过的科研课题和研究方法,经过适当的简化,构成基础化学实验中的综合性实验,是一种值得提倡的做法。这是本套丛书的一个特点。因为只有这样,才能使教学实验体系得到发展与更新,从而有利

■ 分析化学实验

于凸显实验基本方法和技能的重要性与现实性。

本套丛书的使用对象是多个学科专业的学生,在专业要求上既要兼顾化学与应用化学专业,又要兼顾其他专业,在强调与关注实验基本方法和技能之共性方面做得较好。相信本套丛书会受到广大师生的欢迎,取得预期的效果。



2005年8月于康乐园

前言

本书依据高等学校理、工、农科的《分析化学教学大纲》编写而成。书中大部分内容在广西大学化学化工学院、轻工与食品工程学院、生命科学与技术学院、农学院、动物科学与技术学院等各专业的分析化学实验教学中已多次使用,师生们对其效果均感到较为满意。

分析化学实验原则上应当包含定性分析和定量分析两大内容,但为了适应分析化学课程改革的要求,本书编入的仅是定量分析的内容,其中又以化学分析法为主。作为基础分析化学实验,我们只在本教材中编入了吸光光度法和电位滴定法这两种仪器分析法的内容。由于我校使用本教材的各个专业对分析化学实验的要求差别较大,我们在选择实验内容时,既兼顾了作为验证性实验的基础部分,也考虑了综合性、设计性实验的提高部分。教师可以根据不同的教学对象,选取其中一部分实验供学生训练。

本书是我校从事分析化学教学的全体教师,在多年实验教学经验的基础上编写出来的,主要由杨梅执笔。全书共收入 27 个实验。其中,杨梅负责编写 10 个,梁信源、黄富嵘各编写 5 个,韦小玲、龚琦分别编写 4 个与 3 个实验。全书由龚琦老师负责审核、校对。

为了对读者负责,我们将参加编写本教材的教师姓名写在每个实验之后。由于水平所限,书中的错漏和欠妥之处在所难免,欢迎广大读者提出宝贵的意见和建议,共同提高分析化学实验的教学水平。

编者

2005 年 8 月

目 录

■ 第一章 分析化学实验的基础知识

第一节 分析化学实验的基本要求	(1)
一、目的	(1)
二、要求	(1)
第二节 实验室安全常识	(2)
第三节 实验室用水的等级、制备及检验方法	(3)
一、实验室用水的等级	(3)
二、制备方法	(4)
三、检验及合理选用	(5)
第四节 常用玻璃器皿的洗涤	(5)
一、洗涤方法	(5)
二、常用洗液的配制	(7)
第五节 化学试剂	(8)
第六节 滤纸及滤器	(9)
一、滤纸	(9)
二、实验室用烧结(多孔)滤器	(10)
三、滤膜	(11)
第七节 实验数据的记录、处理和实验报告	(12)
一、实验数据的记录	(12)
二、分析数据的处理	(12)
三、实验报告	(13)

■ 分析化学实验	
■ 第二章 定量分析实验仪器和基本操作	
第一节 分析天平及其基本操作	(15)
一、半自动电光天平的构造	(15)
二、分析天平的计量性能	(18)
三、分析天平的使用方法	(19)
四、称量方法	(20)
五、使用分析天平的注意事项	(21)
六、电子分析天平	(22)
七、附注	(24)
第二节 滴定分析量器及其基本操作	(26)
一、滴定管	(26)
二、容量瓶	(30)
三、移液管和吸量管	(32)
四、附注	(34)
第三节 重量分析法基本操作	(35)
一、试样的溶解	(35)
二、沉淀	(35)
三、沉淀的过滤和洗涤	(36)
四、沉淀的烘干、炭化及灰化	(41)
五、沉淀的灼烧	(42)
六、干燥器的使用	(43)
第四节 吸光光度法常用仪器及其基本操作	(44)
一、722 型光栅分光光度计的结构	(45)
二、722 型分光光度计使用方法	(46)
三、附注	(46)
■ 第三章 定量化学分析实验内容	
实验一 分析天平称量练习	(48)
实验二 滴定分析基本操作练习	(52)
实验三 工业纯碱总碱度测定	(56)

实验四	有机酸摩尔质量的测定	(60)
实验五	果品总酸度的测定	(62)
实验六	铵盐中氮含量的测定	(64)
实验七	磷酸的自动电位滴定	(66)
实验八	混合酸中 H_2SO_4 和 H_3PO_4 浓度的测定	(69)
实验九	EDTA 标准溶液的配制和标定	(71)
实验十	自来水总硬度的测定	(76)
实验十一	铋、铅含量的连续测定	(80)
实验十二	铝合金中铝含量的测定	(82)
实验十三	配合掩蔽法测定多种金属离子溶液中 Cu^{2+} 的含量	(85)
实验十四	高锰酸钾法测定 H_2O_2 的含量	(88)
实验十五	水中化学耗氧量(COD)的测定	(90)
实验十六	铁矿中全铁含量的测定(无汞定铁法)	(92)
实验十七	碘量法测定铜合金中铜的含量	(95)
实验十八	胆矾中铜含量的测定	(98)
实验十九	谷物样品中水分含量的测定	(100)
实验二十	二水合氯化钡中钡含量的测定(硫酸钡晶形沉淀重量分析法)	(102)
实验二十一	邻二氮菲吸光光度法测定微量铁	(106)
实验二十二	水样中六价铬的测定	(110)
实验二十三	硅酸盐水泥中 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定(综合性实验)	(113)
实验二十四	工业锅炉盐酸洗液的分析(设计性实验)	(119)
实验二十五	糖精钴的合成和化学式的测定(综合性实验)	(121)
实验二十六	混合物组分含量的测定(设计性实验)	(124)
实验二十七	土壤中游离氧化铁的草酸-盐酸羟胺高压提取及分析(综合性实验)	(126)

附录

附录 I	常用指示剂	(128)
------	-------	-------

■ 分析化学实验	
附录 II 常用缓冲溶液的配制	(131)
附录 III 常用浓酸、浓碱的密度和浓度	(132)
附录 IV 常用基准物质及其干燥条件与应用	(133)
附录 V 相对原子质量表	(134)
附录 VI 常用化合物的相对分子质量表	(135)
■ 参考文献	(138)

第一章

分析化学实验的基础知识

第一节 分析化学实验的基本要求

一、目的

分析化学是大学化学中不可或缺的一门课程,它具有很强的实践性,而作为独立于理论课开设的分析化学实验,恰为学生提供了一个实践的重要机会。学生通过本课程的训练,应达到如下目的:

1. 运用所学分析化学的理论知识指导实验,加深对分析化学理论的理解,提高实验能力。
2. 正确、熟练地掌握分析化学实验的基本操作技能。
3. 确立“量”的概念,懂得“准确测量”是分析化学实验技术的首要指标。
4. 培养严格、认真、实事求是的科学态度以及良好的实验习惯。
5. 提高观察、分析和解决问题的能力。

二、要求

为达到上述教学目的,对学生提出以下要求:

1. 实验前认真预习实验教材,明确实验目的,理解实验原理,熟悉实验步骤和注意事项,做到心中有数。
2. 遵守实验室操作规程,保持室内安静,以利于集中精力做好实验。
3. 注意实验台面的整洁,仪器摆放须整齐、有序。
4. 实验数据的记录必须规范清晰(详见本章第七节内容)。
5. 实验时,应认真操作,仔细观察实验现象,积极思考,做到手脑并用,学习用相关的理论解释实验中的现象。如有疑惑,可与指导教师讨论,或写

入实验报告中。

6. 实验过程中要注意节约使用试剂、滤纸、水、电等。特别是取用试剂时要看清标签,以免误取而造成差错和浪费。器皿洗涤时用水要遵循“少量多次”原则。

7. 实验中损坏了器皿或仪器,应及时向实验管理人员报告,做好登记并换领新的器皿或仪器,课程结束时要按实验室的有关规定进行赔偿。

第二节 实验室安全常识

实验室安全包括人身安全及实验室、仪器、设备的安全。分析化学实验室主要应预防化学药品中毒,操作过程中的烫伤、割伤、腐蚀和燃气、高压气体、高压电源、易燃易爆化学品可能产生的火灾、爆炸及漏水等事故。

1. 实验室内禁止饮食、吸烟,一切化学药品禁止入口,实验结束后要洗手。水、电、煤气等使用完毕后应立即关闭。

2. 使用煤气灯时,应先将空气孔调小,再点燃火柴,然后一边打开煤气开关一边点火。不允许先开煤气灯,再点燃火柴。用后随时关闭。使用液化石油气炉及酒精灯、电炉等时,应严格按照规定的使用方法操作。

3. 取用 KCN、As₂O₃、HgCl₂ 等剧毒品时要特别小心,用过的废物、废液不可乱扔、乱倒,要按指定方法回收或加以处理。

4. 取用汞时,应避免泼洒在实验台或地面上,使用后的汞应收集在专用的回收容器中,切不可倒入下水道或污物箱内。万一发生少量汞洒落,应尽量收集干净,然后在可能洒落的地方洒一些硫磺粉,最后清扫干净,并集中作固体废物处理。

5. 取用浓酸、浓碱及其他具有强烈腐蚀性的试剂时,操作要小心,防止溅伤和腐蚀皮肤、衣物等。如不慎溅出,应立即处理。不慎溅到皮肤甚至眼睛时,应立即用大量水冲洗,然后用 5% 碳酸氢钠溶液冲洗酸腐蚀处,或用 5% 硼酸溶液冲洗碱腐蚀处,最后再用水冲洗。严重时,应立即送医院诊治。溅到实验台上或地面上时要用水稀释后擦掉。应在通风橱中使用有毒或有强烈腐蚀性的气体或易挥发液体。

6. 浓热的高氯酸遇到有机物易发生爆炸,所以,需用高氯酸处理有机物

时,应先用硝酸加热消解,破坏有机物后再加入高氯酸使之分解完全。常使用高氯酸的实验室通风橱或排气管道中易积聚高氯酸盐,遇到有机物会发生作用,有引起燃烧或爆炸的可能,应注意定期清洗通风橱或排气管道。

7. 取用乙醚、丙酮、苯、三氯甲烷、四氯化碳等有机溶剂时,要远离火焰和热源,用后盖紧瓶塞,置阴凉处存放。低沸点、低熔点的有机溶剂不得在明火或电炉上直接加热,而应在水浴或电热套中加热。

8. 水、电、煤气使用完毕应立即关闭开关。离开实验室时应仔细检查水、电、煤气的开关是否已关闭妥当。尤其遇到暂时停水停电时,应及时关闭各开关,以免恢复供水供电时发生事故。

9. 实验过程中意外着火燃烧,应保持沉着,根据起火原因及时采取措施。例如,立即关掉电源、气源,转移可燃、易燃物质等。酒精及其他可溶于水的液体着火时,可用水灭火;汽油、乙醚等有机溶剂着火时,用沙土(此时绝对不能用水)灭火;导线或电器着火时,不能用水或 CO_2 灭火器,而应首先切断电源,用 CCl_4 灭火器灭火。并根据火情决定是否要报告消防部门。

10. 如果发生烫伤或割伤,可先利用实验室的小药箱进行简单处理,然后尽快去医院进行医治。

11. 实验室应保持室内整齐、干净。禁止将毛刷、抹布、碎纸、碎玻璃片等扔入水槽,以免造成下水道堵塞。

第三节 实验室用水的等级、制备及检验方法

一、实验室用水的等级

分析化学实验对水的质量要求较高,既不能直接使用自来水或其他天然水,也不能一概使用蒸馏水,而应根据实验对水质量的要求,合理选用不同规格的纯水。

国家标准规定的实验室用水分为三级:

一级水:用于有严格要求的分析实验,包括对颗粒有要求的实验,如高效液相色谱用水。这种水基本上不含有溶解或胶态离子杂质及有机物。它可以用二级水经进一步加工处理而制得。例如,可将二级水经蒸馏,离子交换

混合床和 $0.2\ \mu\text{m}$ 的过滤膜的方法,或者用石英装置经进一步加工制得。

二级水:用于无机痕量分析实验等,如原子吸收光谱分析用水。这种水仍含有痕量的无机、有机或胶态杂质。可采用蒸馏、反渗透或去离子后再经蒸馏等方法制备。

三级水:适用于一般化学分析实验室。可以采用蒸馏、反渗透、去离子(离子交换及电渗析法)等方法制备。三级水是使用最普遍的纯水,过去多采用蒸馏(用铜质或玻璃蒸馏装置)的方法制备,故通常称为蒸馏水。为节约能源和减少污染,目前多改用离子交换法、电渗析法或反渗透法制备。

二、制备方法

制备实验室用水的原料水应当是饮用水或其他比较纯净的水。如有污染,则必须进行预处理。

1. 蒸馏法

将原料水加热或蒸馏,除去水中不易挥发的无机盐类,然后再冷凝成水。蒸馏法设备成本低,操作简单,但能量消耗大,只能除去水中非挥发性杂质,不能完全除去水中溶解的气体杂质。因蒸馏器的材料不同,蒸馏水所带杂质亦不同。

2. 离子交换法

用阴、阳离子交换树脂来分离出水中的杂质离子。用此法制得的水,通常称为“去离子水”。该方法的优点是:操作简便、设备简单、出水量大、成本低。去离子水在一般情况下可代替蒸馏水。离子交换处理能除去水中绝大部分盐类、碱和游离酸,但不能除去有机物和非电解质,而且尚有微量树脂溶在水中。要获得既无电解质又无微生物等杂质的纯水,还需要将离子交换水进行一次蒸馏。为了消除非电解质的杂质和提高实验室中离子交换树脂的利用率,应以普通蒸馏水代替自来水进行离子交换处理。

3. 电渗析法

在直流电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对原水中存在的阴、阳离子选择性渗透的性质而去除离子型杂质。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、检验及合理选用

我国已建立了实验室用水规格的国家标准(GB 6682—86),国标中规定了实验室用水的技术指标、制备方法及检验方法如表 1-1 所示。

表 1-1 实验室用水的级别及主要指标

指标名称	一级	二级	三级
pH 范围(25 ℃)	—	—	5.0~7.0
电导率(25 ℃)/ $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$	≤ 0.1	1.0	5.0
吸光度(254 nm, 1 cm 光程)	≤ 0.001	0.01	—
可溶性硅(以 SiO_2 计)/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	< 0.01	0.02	—

国标只规定了一般的技术指标。在实际工作中,有些实验对水还有特殊的要求,还要检验有关的项目,例如铁、钙、氯等离子及细菌等。

纯水来之不易,也较难存放,要根据不同的情况选用适当级别的纯水。在保证实验要求的前提下,注意尽量节约用水,养成良好的习惯。

本书定量化学分析实验的用水,除了另有注明外,均为去离子水。

第四节 常用玻璃器皿的洗涤

一、洗涤方法

分析化学实验所用的器皿都应该是洁净的。玻璃器皿洗净与否的标志是:将水倒出后,其内壁被水均匀地润湿,不挂水珠,晾干后不留水痕;否则必须重新洗涤。常用的洗涤方法有:

1. 用去污粉、肥皂或合成洗涤剂刷洗

一般的容量器皿,如烧杯、锥形瓶、量筒、试剂瓶等,其洗涤方法是,用毛刷蘸取洗衣粉或合成洗涤剂刷洗其内壁。

具有精确刻度的器皿如容量瓶、吸量管、移液管和滴定管等,为了保证容积的准确性,不宜用毛刷刷洗。将配成 0.1%~0.5% 的洗涤剂溶液倒入待洗容器中,摇动几分钟后弃去。如果仍洗不干净,可以使用铬酸洗液洗涤。

2. 用铬酸洗液洗涤

待器皿尽量保持干燥,倒少许洗液于器皿内,转动器皿使其内壁被洗液浸润,必要时可用洗液浸泡,然后将洗液倒回原盛放瓶内以备再用(若洗液的颜色变绿,则另作处理)。再用自来水冲洗器皿内残留的洗液,直至干净为止。如用热的洗液洗涤,则去污能力更强。

铬酸洗液主要用于洗涤被无机物沾污的器皿,它对有机物和油污的去污能力也较强。例如被有色物质附着的容量瓶等用此法洗涤也很有效。洗液具有强酸性、强氧化性,对衣服、皮肤、桌面、橡皮等有腐蚀作用,使用时要特别小心。

3. 用酸性洗液洗涤

根据器皿中污物的性质,可直接使用不同浓度的硝酸、盐酸和硫酸进行洗涤或浸泡,并可适当加热。

(1) 浓盐酸(粗)可以洗去附着在器皿上的氧化剂,如二氧化锰。大多数不溶于水的无机物也可以用它来去除。灼烧过沉淀的瓷坩埚,用1:1盐酸洗涤后再用洗液洗。

(2) 硝酸-氢氟酸洗液是玻璃器皿和石英器皿的优良洗涤剂,可以避免杂质金属离子的沾附。常温下使用,贮存于塑料瓶中。洗涤效率高,清洗速度快,但对油脂及有机物的清除效果差。对皮肤有很强的腐蚀性,操作时应戴手套。若沾到皮肤上时,应立即用大量水冲洗。对玻璃和石英器皿有腐蚀作用,精密玻璃量器、标准磨口仪器、活塞、砂芯漏斗、光学玻璃、精密石英部件、比色皿等不宜用这种洗液。

4. 用碱性洗液洗涤

适用于洗涤油脂和有机物。因它的作用较慢,一般要浸泡24 h或用浸煮的方法。

(1) 氢氧化钠-高锰酸钾洗液 用此洗液洗过后,在器皿上可能会留下二氧化锰或三氧化二铁,可再用盐酸清洗。

(2) 氢氧化钠(钾)-乙醇洗液 洗涤油脂的效力比有机溶剂高,但不能与玻璃器皿长期接触。使用碱性洗液时要特别注意,碱液有腐蚀性,应当防止溅到眼睛上。

5. 用有机溶剂洗涤