

高等学校试用教材

分析化学实验

成都科学技术大学分析化学教研组

浙江大学分析化学教研组 编

高等教育出版社

高等学校试用教材

分析化学实验

成都科学技术大学分析化学教研组编
浙江大学分析化学教研组



高等教育出版社

本书系根据高等工业学校《分析化学教学大纲》(草案)(四年制试用)推荐的实验编写而成,内容包括分析化学实验的一般知识和操作技术,以及基本化学分析和常用仪器分析实验共39个。

本书可供高等工业院校化工类专业用作为实验教材,也可供高等院校其他有关专业师生及厂矿化验人员参考。

本书由宋清同志主审;经高等学校工科化学教材编审委员会分析化学编审小组于1981年10月召开的全体会议审稿,同意作为高等学校试用教材出版。

本书原由人民教育出版社出版,1983年3月9日,上级同意恢复“高等教育出版社”。本书今后改用高等教育出版社名义继续印行。

高等学校试用教材

分析化学实验

成都科学技术大学分析化学教研组 编
浙江大学分析化学教研组

*

高等教育出版社出版

新华书店上海发行所发行

复旦大学印刷厂印装

*

开本 850×1168 1/32 印张 7 字数 168,000

1982年4月第1版 1984年8月第3次印刷

印数 53,001—56,000

书号 13010·0750 定价 0.65元

前 言

本书主要是根据1980年5月高等学校工科化学教材编审委员会扩大会议审订的《分析化学教学大纲》，为配合华东化工学院、成都科学技术大学合编的《分析化学》试用教材而编写的，可作为高等学校化工类各专业的分析化学实验教材。

本书除应用于指导学生实验外，也注意到实验室的教学准备工作，并适当照顾相近专业及有关的工厂化实验室的应用。

分析化学是以实验为主的学科，是加强实践性教学环节的一门主要课程。通过分析化学的学习，培养学生理论联系实际，掌握基本实验技能和初步进行科学实验的能力。因此本书对实验目的、基本原理、实验操作步骤、实验室基本知识和实验记录等，叙述稍详一些，并对实验操作中应注意之点加注说明，以便教师及实验室进行教学准备和学生自学。本书中还对分析化学实验课程列出具体考查内容，使学生明确要求，也便于教师督促检查。

分析化学实验的任务不仅是训练学生正确掌握实验基本技能，完成定量测定，同时应注意以理论指导实践，培养学生具有观察现象、分析问题和判断结果等进行科学研究的方法。为此，在一些实验中，在不增加教学负担的情况下，利用已测得数据和实测条件作进一步的计算，使学生能对基本理论、基本概念加深理解。例如利用色谱图，除可计算组分含量外，还可计算各组分的保留值、分离度、检测器灵敏度，进一步还可计算塔板数、塔板高度等；利用电位滴定曲线，可以计算弱酸(碱)的电离常数、条件电极电位等。这样既可使学生加深对基本概念的理解，又可学会测定某些常数的方法，初步了解实验是科学工作中的一个主要手段，实验在科学

发展中的重要性。

本书安排的实验内容，注意了逐步培养学生掌握较全面的实验知识和技能。每个实验突出某方面的基本知识和技能。例如第一次实验“天平称量练习”，重点是训练学生能正确进行称量操作，再通过以后的实验逐步达到熟练、迅速地进行称量。又如仪器分析中各种定量方法，分别安排在不同实验中学习，在光度法中学习用标准曲线法，离子选择性电极电位测定中则用标准加入法，色谱分析中用归一化法，原子吸收中用内标法，最后基本上可达到全面掌握各种方法。

考虑到各校实验设备条件不同，各专业实验内容也可能不同，学生程度不同，本书所列实验内容比教学大纲规定的稍多一些，相近内容的方法常并列几个，以便各校选用。由于教学时间和设备限制，试样不可能都采用天然品或工业原料，部分采用水溶液。

开出的实验既要反映新方法和新型设备的使用，又应考虑勤俭节约、挖掘潜力，尽可能发挥已有设备的作用，因此对分析天平从阻尼式到电子天平，对光度计从 72 型到 721，对酸度计从 25 型到 PHS-3 都予介绍。由于仪器类型较多，结构差异较大，本书中不可能详细予以介绍，只对一般通用操作步骤作扼要叙述，有关的详细内容仍需参考该仪器说明书。在电位滴定中，推荐了用碳电极代替饱和双盐桥甘汞电极作沉淀滴定的参比电极，代替铂电极作氧化还原滴定的指示电极等。考虑到各校大实验室通风设备可能不完善，实验中尽可能少用浓酸溶样，以免大量酸雾污染环境，影响师生健康；也尽可能少用剧毒和易污染环境的物质，如铁的测定避免用汞盐的方法。

附录中列入了实验室必需的一些知识和数据以及学生必用仪器，以供查阅。

本书实验内容以成都科技大学和浙江大学分析化学教研组的

多年教学实践为基础，并参考了兄弟院校的有关资料。本书初稿曾分寄兄弟院校，承华东化工学院、华东纺织工学院、华南工学院、南京化工学院、北京化工学院、大连工学院、华东石油学院、中山大学、东北师范大学、天津大学、北京工业学院、中南矿冶学院、大庆石油学院、天津纺织工学院、四川化工学院、昆明工学院、贵州工学院、四川医学院、华东工程学院、郑州轻工业学院、无锡轻工业学院、天津轻工业学院等兄弟院校审阅并提供资料和修改意见，谨此致谢。

本书中“分析化学实验课的任务和要求”，“分析化学一般知识和操作技术”及实验一至十六，二十六至二十八系由浙江大学分析化学教研组柯桂华执笔。实验十七至二十五，二十九至三十九和附录系由成都科学技术大学分析化学教研组高华寿、皮以璠执笔，张志仲详细复阅，一些实验由教研组同志协助工作。本书由高华寿主编。

本书承华南工学院宋清教授审阅，谨此致谢。

由于编者水平有限，书中尚有不适当和错误之处，尚希读者提出宝贵意见。

编 者

1982年2月

目 录

分析化学实验课的任务和要求	1
分析化学实验的一般知识和操作技术	6
1. 分析化学实验的一般知识	6
1.1 实验室注意事项	6
1.2 分析用纯水	7
1.3 试剂的一般知识	8
1.4 定量分析中的常用仪器	11
1.5 玻璃器皿的洗涤	14
2. 分析天平和称量	14
2.1 天平的种类	14
2.2 等臂双盘天平的构造	17
2.3 单盘天平	24
2.4 电子天平	25
2.5 天平的性能	27
2.6 砝码	32
2.7 称量方法	34
2.8 试样的称取方法	37
2.9 称量的误差	39
2.10 天平的使用规则	40
2.11 分析天平常见故障的排除	41
3. 玻璃量器及其使用	42
3.1 滴定管及其使用	42
3.2 吸管及其使用	46
3.3 容量瓶及其使用	47
3.4 量器的允差	50
3.5 量器的校准	50

4. 重量分析基本操作	52
4.1 溶液的蒸发	52
4.2 沉淀	52
4.3 过滤	52
4.4 沉淀的洗涤	56
4.5 沉淀的烘干和灼烧	56
4.6 灼烧后沉淀的称量	59
参考资料	60
实验一 分析天平的称量练习	61
实验二 滴定管、容量瓶和移液管的使用和校准练习	63
实验三 酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	66
实验四 酸碱溶液浓度的标定	71
实验五 醋酸总酸度的测定(酸碱滴定法)	74
实验六 碱灰中总碱度的测定(酸碱滴定法)	76
实验七 碱液中 NaOH 及 Na ₂ CO ₃ 含量的测定(双指示 剂 and 混合指示剂法)	78
实验八 铵盐中氨的测定(甲醛-酸碱滴定法)	80
实验九 EDTA 标准溶液的配制和标定	82
实验十 水的硬度测定(络合滴定法)	86
实验十一 石灰石或白云石中钙、镁含量的测定(络合滴 定法)	89
实验十二 铁、铝混合液中铁、铝含量的连续测定(络合 滴定法)	92
实验十三 铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定(络合 滴定法)	97
实验十四 氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	99
实验十五 氯化物中氯含量的测定(佛尔哈德法)	101

实验十六	氯化物中氯含量的测定(法扬司法)	104
实验十七	高锰酸钾标准溶液的配制和标定	105
实验十八	石灰石中钙的测定	108
实验十九	褐铁矿中铁含量的测定	112
实验二十	碘和硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	115
实验二十一	商品硫化钠总还原能力的测定	120
实验二十二	硫酸铜中铜含量的测定	121
实验二十三	工业苯酚纯度的测定	123
实验二十四	可溶性硫酸盐中硫的测定	127
实验二十五	硅酸盐中二氧化硅的测定(动物胶重量法).....	130
实验二十六	硼镁矿中硼含量的测定(离子交换分离-酸 碱滴定法)	133
实验二十七	水泥熟料中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定	137
实验二十八	邻菲罗啉分光光度法测定铁	147
实验二十九	水的 pH 值测定(直接电位法)	153
实验三十	醋酸(磷酸或顺丁烯二酸)的电位滴定.....	156
实验三十一	用重铬酸钾电位滴定硫酸亚铁铵溶液	159
实验三十二	氯化钠与碘化钠混合物的电位连续滴定	161
实验三十三	水中微量氟的测定(离子选择电极法).....	163
实验三十四	硼酸的电位滴定(直线法).....	169
附	酸度计的结构和使用方法	172
实验三十五	C_1 — C_3 混合气的分析	175
实验三十六	苯系物的分析(附:保留值、分离度、校正因 子的测定)	177
实验三十七	醇系物的分析	183
附	气相色谱仪的使用方法	185

实验三十八 自来水中镁的测定	189
实验三十九 排放水中铜、铬、锌及镍的测定	193
附 原子吸收分光光度计的使用方法及注意事项	197
附录	
表 1 原子量表	199
表 2 常用化合物式量表	200
表 3 常用的酸和碱溶液的密度和浓度	202
表 4 常用试剂的配制	204
表 5 常用指示剂	205
表 6 常用缓冲溶液	207
表 7 常用基准物及其干燥条件	208
表 8 常用洗涤剂	209
表 9 常用熔剂和坩埚	210
表 10 滤器及其使用	211
表 11 学生常用分析化学实验仪器表	212
参考资料	214

分析化学实验课的任务和要求

分析化学是一门实践性很强的学科。分析化学实验课的任务是使学生加深对分析化学基本理论的理解,掌握分析化学的基本操作技能,养成严格、认真和实事求是的科学态度,提高观察、分析和解决问题的能力。为了完成上述任务,提出以下要求:

1. 做好预习工作。预习是为做好实验奠定必要的基础的,所以,学生在实验之前,一定要在听课和复习的基础上,认真阅读有关实验教材,明确本实验的目的任务、有关的原理、操作的主要步骤及注意事项,做到心中有数,打有准备之仗。并写好实验报告中的部分内容,以便实验时及时、准确地进行记录。

2. 在实验过程中:

(1) 应手脑并用:在进行每一步操作时,都要积极思考这一步操作的目的和作用,应得什么现象等等,并认真细心观察,理论联系实际,不能只是“照方配药”。

(2) 每人都必须备有实验记录本和报告本,随时把必要的数据和现象清楚地正确地记录下来(详见关于实验记录和报告部分)。

(3) 应严格地遵守操作程序并注意应注意之处,在使用不熟悉性能的仪器和药品之前,应查阅有关书籍(或讲义)或请教指导教师和他人。不要随意进行实验,以免损坏仪器、浪费试剂、使实验失败,更重要的是预防发生意外事故。

(4) 自觉遵守实验室规则,保持实验室整洁、安静,使实验台整洁、仪器安置有序,注意节约和安全。

3. 在实验完毕后:对实验所得结果和数据,按实际情况及时

进行整理、计算和分析，重视总结实验中的经验教训，认真写好实验报告，按时交给指导老师。清理仪器，该洗涤的及时洗涤，该放置的按要求妥善放置。该切断(或关闭)的电源、水阀和气路，应及时切断(或关闭)。

在整个实验过程中，要求学生养成严格、认真、实事求是的科学态度和独立工作能力。

在作记录和报告时，应注意以下几个问题：

(1) 一个实验报告大体包括下列内容：实验名称，实验日期，实验目的，简要原理，实验步骤的简要描述(可用箭头式表示)，测量所得数据，各种观察与注解，计算和分析结果，问题和讨论。

这几项内容的取舍、繁简，应视各个实验的具体需要而定，只要能符合实验报告的要求，能简化的应当简化，需保留的必须保留，要详尽的也必须详尽。报告示例见后。

其中前五项应在实验预习时写好。记录表格也应在预习时画好，其他内容则应在实验进行过程中以及实验结束时填写。

(2) 记录和计算必须准确、简明(但必要的数据和现象应记全)、清楚，要使别人也容易看懂。

(3) 记录本和篇页都应编号，不要随便撕去。切莫用小片纸做实验记录。

(4) 记录和计算若有错误，应划掉重写，不得涂改。每次实验结束时，应将所得数据交教师审阅，然后进行计算，绝对不允许私自凑数据。

(5) 在记录或处理分析数据时，一切数字的准确度都应做到与分析的准确度相适应，即记录或计算到第一位可疑数字为止。一般滴定分析的准确度是千分之一至千分之几的相对误差，所以记录或计算到第四位有效数字即可，因此用计算器或四位对数表进行计算是适宜的。

为了使教与学的任务和要求更明确、更具体，兹提出定量分析实验成绩考查项目如下，以供参考。

1. 对实验的理解程度和独立思考能力方面

(1) 对所做各实验的基本原理是否了解，对实验中涉及的重要化学反应是否清楚。

(2) 对实验中各操作步骤的目的、要求、作用和注意点是否知道。

(3) 对实验中的一些试剂（如标准溶液、指示剂、溶剂、沉淀剂和洗涤液等）的选择原则及其用量是否了解。

(4) 对实验过程中出现的不正常现象能否进行分析和处理。

(5) 对各种测定方法（如酸碱滴定法、氧化还原法、沉淀滴定法、络合滴定法、重量法和分光光度法等）的允许误差及其误差的主要来源是否了解。能否对分析结果的误差进行分析。

(6) 能否对各种测定方法和分离方法进行比较并作合适的选择。

(7) 对各种操作方法和仪器的使用是否了解其原理。

(8) 对实验中用到的计算公式能否自己推导并正确运用。

2. 关于操作技能（包括仪器的使用）方面

(1) 对定量分析中常用仪器的性能、规格、选用原则和洗涤方法是否了解。

(2) 对常用试剂的性质、规格、取用和储存方法是否清楚。

(3) 是否具有实验室一般安全防护知识。

(4) 称量技术：中心问题是，是否能正确、迅速、稳妥地进行称量。对分析天平的构造原理及保护方法是否了解。

是否掌握调节水平及测定平衡点、零点和灵敏度的方法。能否遵守天平使用规则，正确地进行称量。砝码、游码和试样的拿取方法是否正确，是否能正确而迅速地读出所称的重量。台秤的使用。

(5) 滴定操作技术：滴定管的选择、准备与洗涤。滴定管的正确读数法。酸式和碱式滴定管的正确操作法，液滴滴加速度和液滴大小的控制。

*校准滴定管和使用校准值。

注：标有*号的，是机动内容。

- (6) 各种常用标准溶液的配制及其浓度的确定。
- (7) 吸管的选用、移液、洗涤和校准方法。
- (8) 容量瓶的使用和校准方法。
- (9) 指示剂的使用：几种主要滴定法中常用指示剂的选择、颜色变化的条件、终点的判定等。

(10) 干燥器的使用。

(11) 一般试样的分解方法。

* (12) 用固体熔剂熔融试样的方法。

(13) 有关重量法的操作技术：*对试样称取量的计算，*溶剂的选择和试样溶解的操作，*沉淀剂的选择及其用量的计算，沉淀(控制合宜的沉淀条件)，过滤，沉淀的洗涤，*沉淀的干燥和烟化，*玻璃砂芯坩埚的使用和抽气过滤的操作，*沉淀的灼烧，各种电热设备如烘箱、电热板和马弗炉的使用。

(14) 分光光度法操作技术。

(15) 离子交换分离技术：如离子交换树脂的选择和处理，交换柱的装置，以及交换与淋洗及其是否完全的检查等。

* (16) 溶剂萃取操作技术。

* (17) 电位分析操作技术，玻璃电极、甘汞电极、氟离子选择电极的使用及 PHS-2 型酸度计的使用等。

* (18) 气相色谱分析法操作技术。

* (19) 原子吸收分光光度法操作技术。

3. 完成实验情况和学习态度

(1) 试样分析结果的准确性。

(2) 完成实验的速度，实验的工作效率。

(3) 分析数据的计算和处理。

(4) 实验报告情况：包括对数据和现象的观察、记录是否正确、细致和实事求是，是否能正确地运用和处理有效数字，是否按时交报告，字迹是否工整，等等。

(5) 实验台是否整洁，台上仪器的安置是否有序，是否认真进行实验，爱护仪器，节约试剂、水和电等。

- (6) 是否认真预习。
- (7) 实验结束后的善后情况。
- (8) 实验室规则的执行情况。

分析化学实验的一般知识和操作技术

1. 分析化学实验的一般知识

1.1 实验室注意事项

(1) 遵守实验室各项制度，尊重教师的指导及实验室工作人员的职权和劳动。

(2) 经常保持实验室的整洁和安静，注意桌面和仪器的整洁。

(3) 保持水槽干净，切勿把固体物品投入水槽中。废纸和废屑应投入废纸箱内，废酸和废碱小心倒入废液缸内，切勿倒入水槽，以免腐蚀下水管。

(4) 爱护仪器，节约试剂、水和电等。

(5) 实验时，非经教师许可，不得擅自离开实验室。

(6) 避免浓酸、浓碱等腐蚀性试剂溅在皮肤、衣服或鞋袜上。用 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等溶样时，操作应在通风橱中进行。通常应把浓酸加入水中，而不要把水加入浓酸中。

(7) 汞盐、氰化物、 As_2O_3 、钡盐、重铬酸盐等试剂有毒，使用时要特别小心。氰化物与酸作用放出剧毒的 HCN ！严禁在酸性介质中加入氰化物。

(8) 使用 CCl_4 、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有毒或易燃的有机溶剂时要远离火源和热源，用过的试剂倒入回收瓶中，不要倒入水槽中。

(9) 试剂切勿入口。实验器皿切勿用作食具。离开实验室时要仔细洗手，如曾使用过毒物，还应漱口。

(10) 每个实验人员都必须知道实验室内电闸、水阀和煤气阀

的位置,实验完毕离开实验室时,应把这些阀、闸关闭。

1.2 分析用纯水

纯水是分析化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤剂。根据分析的任务和要求的不同,对水的纯度要求也有所不同。一般的分析工作,采用蒸馏水或去离子水即可;超纯物质的分析,则需纯度较高的“超纯水”。在一般的分析实验中,离子选择电极法、络合滴定法和银量法用水的纯度又较高些。

纯水常用以下三种方法制备:

(1) 蒸馏法:蒸馏法能除去水中的非挥发性杂质,但不能除去易溶于水的气体。同是蒸馏而得的纯水,由于蒸馏器的材料不同,所带的杂质也不同。目前使用的蒸馏器有玻璃、铜和石英等材料制成的。

(2) 离子交换法:这是应用离子交换树脂来分离出水中的杂质离子的方法。因此用此法制得的水通常称为“去离子水”。此法的优点是容易制得大量的水(因而成本低),而且纯度高,缺点是设备较复杂。

(3) 电渗析法:这是在离子交换技术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杂质离子自水中分离出来的方法。

纯水并不是绝对不含杂质,只不过是其杂质的含量极微少而已。随制备方法和所用仪器的材料不同,其杂质的种类和含量也有所不同。用玻璃蒸馏器蒸馏所得的水含有较多的(相对而言) Na^+ 、 SiO_3^{2-} 等离子;用铜蒸馏器制得的则含有较多的 Cu^{2+} 离子等;用离子交换法或电渗析法制备的水则含有微生物和某些有机物等。

纯水的质量可以通过检验来了解。检验的项目很多,现仅结合一般分析实验室的要求简略介绍主要的检查项目如下: