

工科大学化学实验教程



高等学校教材

现代分析化学实验

■ 邓珍灵 主编

中南大学出版社

939

C302.1

118

现代分析化学实验

邓珍灵 主编



A1054818

中南大学出版社

现代分析化学实验

内 容 简 介

《现代分析化学实验》包含了分析化学实验的一般知识、常用分析仪器的使用方法和68个实验项目。分析方法涵盖了化学定量分析法、分光光度分析法、原子光谱分析法、电化学分析法、色谱分析法;实验内容兼顾了无机分析与有机分析,成分分析与结构分析,而以无机成分分析为骨干;保证了分析化学基本操作技能实验内容,加强了设计性、综合性实验内容,增加了选择性实验内容。书中收录了十多种分析仪器的使用与维护方法,并附有分析化学有关的数据表。本书可作为综合性大学理工科各专业的基础化学实验教材,也可供高校教师、实验室技术人员、研究生以及科技人员参考。

现代分析化学实验

邓珍灵 主编

☐责任编辑 白 木

☐出版发行 中南大学出版社

社址:长沙市麓山南路 邮编:410083

发行科电话:0731-8876770 传真:0731-8710482

电子邮件:csucbs @ public. cs. hn. cn

☐经 销 湖南省新华书店

☐印 装 长沙市华中印刷厂

☐开 本 787×960 1/16 ☐印张 19 ☐字数 298千字

☐版 次 2002年8月第1版 ☐2002年8月第1次印刷

☐书 号 ISBN 7-81061-532-7/O·026

☐定 价 25.00元

图书出现印装问题,请与经销商调换

前 言

化学实验与研究是创新能力培养的必由之路,其作用是理论教学无法取代的。化学实验有其自身的系统性与教学规律,也不同于理论教学。如何保持化学实验自身的独立性和系统性,更大程度地发挥它在人才培养中应起的作用,是目前化学实验课程改革的方向。教学改革的新形势,呼吁具有鲜明特色的化学实验新教材的问世。

为了适应新世纪人才培养的需要,加强现代工程技术人才化学素质教育与创新能力培养,我们将传统的《无机化学实验》、《有机化学实验》、《分析化学实验》和《物理化学实验》四门实验课融合为一门新的实验课程——《工科大学化学实验》。该课程以物质制备(含无机合成和有机合成)为龙头,将化学基本操作、物理化学实验研究方法和现代分析手段有机地融合,呈现给学生一个完整的工科化学实验知识体系。

全书分三个分册出版,包括:《化学基本操作与物质制备实验》、《物理化学实验研究方法》和《现代分析化学实验》。三个分册既前后呼应又相对独立,体现了化学实验体系的网络性与模块性,不仅满足于“四大化学实验融合”的教学改革的需求,也适用于“四大化学分别设课”的传统教学的需求,并能兼顾不同专业学生对化学实验课程的不同需求。

在编写方法上,本书改变了传统的以实验项目为线索的编写方法,而采用了以实验基本方法和手段为线索的编写方法。每一章先介绍有关的基本原理、基本手段和基本仪器,再配以可供选择的多个实验项目,增加了综合性、设计性实验,在实验手段的介绍上,强调了知识的完整性。而在实验项目的安排上,强调了内容的可选性。学生可以在完成基本要求的前提下,根据自己的能力和兴趣选做不同的实验内容。这就有助于提高学生学习的主动性,有利于学生能力和素质的培养。

《现代分析化学实验》包括了无机物和有机物的成分分析与结构分析的系统知识,其目的不仅在于掌握常见的现代分析测试方法,更在于了解科学研究的手段。现代分析化学实验是综合性大学基础课之一。该书的编写有以下特点:

(1) 它与分析化学理论课程教学紧密结合, 对学生进行严格的基本操作技能、科学实验能力的培养和训练, 既注意与理论教学相衔接, 又兼顾实验教材应具有完整性和独立性。

(2) 在内容上涵盖了化学定量分析法、分光光度分析法、原子光谱分析法、电化学分析法、色谱分析法等常见的各种分析方法。大幅度地增加了仪器分析的内容。

(3) 在实验内容取舍上, 兼顾无机分析与有机分析、成分分析与结构分析; 而以无机成分分析为骨干, 以利于学生增强对“量”的概念的认识, 以及培养学生分析和解决问题的能力及实事求是的科学品质。

(4) 在实验内容设计上, 既有基本操作技能训练, 又有综合性实验和设计性实验。力求做到循序渐进, 从易到难, 从简单到综合, 进而到自行设计, 以培养学生的创造性思维与创新能力。此外, 还安排了一定的可选性实验, 以适应不同专业或不同兴趣的学生的需要。

(5) 本书精选了 68 个实验, 还收录了十多种分析仪器的使用方法与维护及与分析化学有关的数据表, 既有利于学生当前的学习需要, 又可作为学生今后从事化学分析工作时的参考。

(6) 本书全面贯彻我国法定计量单位的名称和符号。

本书由邓珍灵主编与定稿。参加本书编写工作的有: 邓珍灵(第一、二、四章及附录); 宋鸽(第三章); 严规有(第五章); 郭方道(第六章); 江文辉(第 3.5.2 节及实验三十二); 李滨(第 4.1.3 节及实验三十八); 李滨、王丽群(第 4.3 节及实验四十六、四十七)。

《工科大学化学实验教程》由关鲁雄负责组织编写。在构思过程中得到了张平民教授的大力帮助、指导, 中南大学化学化工学院的领导和教职工给予了大力支持, 在此深表谢意。

目 录

第一章 分析化学实验基础知识	(1)
1.1 分析化学实验课的目的和要求	(1)
1.2 定量分析的过程及分析结果的表示方法	(2)
1.2.1 定量分析的过程	(2)
1.2.2 分析结果的表示方法	(3)
1.3 分析结果的数据处理	(3)
1.4 分析化学实验课成绩的评定	(5)
1.5 纯水的制备与检验	(7)
1.5.1 纯水的概念	(7)
1.5.2 纯水的制备方法	(7)
1.5.3 纯水水质的检验	(8)
1.6 化学试剂的规格与取用方法	(12)
1.6.1 化学试剂的规格	(12)
1.6.2 化学试剂的取用方法	(13)
1.7 分析化学中玻璃仪器的洗涤	(14)
1.7.1 玻璃仪器器皿的洗涤	(14)
1.7.2 常用洗涤液的配制	(15)
1.8 实验室安全规则	(16)
第二章 化学定量分析法	(18)
2.1 重量分析法	(18)
2.1.1 概述	(18)
2.1.2 分析天平和基本操作技术	(18)
2.1.3 重量分析的常用仪器及耗材	(27)

2.1.4 重量分析基本操作技术	(33)
实验一 分析天平称量练习	(44)
实验二 氯化钡中钡含量的测定	(47)
实验三 工业用煤总水分的测定	(50)
实验四 钢铁中镍含量的测定(设计性实验)	(52)
2.2 滴定分析法	(52)
2.2.1 概述	(52)
2.2.2 滴定分析仪器和基本操作技术	(53)
2.2.3 酸碱滴定法	(60)
实验五 浸出液中酸浓度的测定	(60)
实验六 炉料中 Na_2CO_3 含量的测定	(63)
实验七 铵盐中含氮量的测定	(66)
实验八 食品中有机酸总酸度的测定(设计性实验)	(68)
实验九 酸碱混合物测定的方法设计(综合性实验)	(69)
2.2.4 络合滴定法	(70)
实验十 水的总硬度的测定	(70)
实验十一 铅铋合金中 Pb^{2+} , Bi^{3+} 含量的连续测定	(75)
实验十二 铝合金中铝含量的测定	(77)
实验十三 PAN 作为金属离子指示剂在络合滴定中的应用研究 (综合性实验)	(79)
2.2.5 氧化还原滴定法	(80)
实验十四 过氧化氢含量的测定	(80)
实验十五 重铬酸钾法测定铁矿石中铁的含量(选择性实验)	(83)
I $\text{SnCl}_2\text{—HgCl}_2$ 测铁法	(83)
II 无汞测铁法	(86)
实验十六 间接碘量法测定胆矾中铜的含量	(88)
实验十七 碘量法测定维生素 C 含量的方案设计	(91)
2.2.6 沉淀滴定法	(92)
实验十八 氯化物中氯含量的测定(选择性实验)	(93)
I 莫尔(Mohr)法	(93)
II 佛尔哈德(Volhard)法	(95)

第三章 分光光度分析法	(98)
3.1 可见分光光度分析法	(98)
3.1.1 概述	(98)
3.1.2 可见分光光度计的使用方法与维护	(98)
实验十九 邻二氮菲分光光度法测定铁的含量	(107)
实验二十 有机化合物平衡常数的测定方法 ——甲基橙离解常数的测定	(112)
实验二十一 锰、铬、钒的连续测定(设计性实验)	(113)
3.2 紫外分光光度分析法	(114)
3.2.1 概述	(114)
3.2.2 紫外分光光度计的使用方法与维护	(114)
实验二十二 不同溶剂中苯酚的紫外光谱研究	(117)
实验二十三 紫外分光光度法测定水中总酚的含量	(119)
实验二十四 血清中总蛋白质的测定	(120)
实验二十五 抗氧自由基物质含量的测定方法研究 (设计性实验)	(122)
3.3 荧光光度分析法	(122)
3.3.1 概述	(122)
3.3.2 930 荧光光度计的使用方法与维护	(122)
实验二十六 荧光光度法测定水中铝的含量	(124)
实验二十七 荧光光度法测定水中维生素 B ₂ 的含量	(126)
实验二十八 影响维生素 B ₂ 荧光强度因素的研究(设计性实验)	(127)
3.4 流动注射分光光度分析法	(128)
3.4.1 概述	(128)
3.4.2 流动注射分光光度计的使用方法与维护	(128)
实验二十九 流动注射分光光度法测定铁的含量的方法研究	(129)
实验三十 流动注射分析装置功能的研究	(130)
3.5 红外分光光度分析法	(132)
3.5.1 概述	(132)

4.3 X 射线荧光光谱分析法	(187)
4.3.1 概述	(187)
4.3.2 X 射线荧光光谱仪的使用方法	(187)
实验四十六 地质化探样品中主要成分的荧光光谱(XRFS)	
定性分析	(189)
实验四十七 地质化探样品中主要成分的 X 荧光光谱定量分析 ..	(191)
 第五章 电化学分析法	 (194)
5.1 电位分析与离子选择性电极分析法	(194)
5.1.1 概述	(194)
5.1.2 pH 酸度计的使用方法	(194)
实验四十八 离子选择电极法测定天然水中 F^- 离子的含量	(197)
实验四十九 氯离子选择电极性能的测试(设计性实验)	(199)
实验五十 电位法沉淀滴定测定氯离子含量	(200)
实验五十一 电位法络合滴定测定铝的含量(设计性实验)	(201)
实验五十二 电位法测定水溶液的 pH 值(设计性实验)	(202)
5.2 库仑分析法	(202)
5.2.1 概述	(202)
5.2.2 库仑滴定仪的使用方法与维护	(203)
实验五十三 库仑滴定法测定砷的含量	(205)
实验五十四 化学指示剂指示终点的库仑滴定法(设计性实验) ..	(207)
5.3 极谱法和阳极溶出伏安法	(208)
5.3.1 概述	(208)
5.3.2 示波极谱仪的使用方法与维护	(208)
5.3.3 电导率仪的使用方法与维护	(219)
实验五十五 水样中镉的极谱分析	(221)
实验五十六 单扫描示波极谱法测定胱氨酸的含量	(223)
实验五十七 水中痕量钼的测定	(224)
实验五十八 溶出伏安法测定水中微量铅的含量	(226)
实验五十九 电导法测定水质纯度及醋酸离解常数 K_a 值	(227)

第六章 色谱分析法	(230)
6.1 气相色谱分析法	(230)
6.1.1 概述	(230)
6.1.2 GC-4001 气相色谱仪的使用方法与维护	(231)
实验六十 气-固色谱法测定空气中 O_2, N_2 组分的含量 (归一化法)	(232)
实验六十一 气相色谱法测定乙醇中少量杂质的含量(外标法) ...	(235)
实验六十二 气相色谱中最佳载气流速的选择(设计性实验)	(238)
6.2 离子色谱分析法	(239)
6.2.1 概述	(239)
6.2.2 IC-6 离子色谱仪的使用方法与维护	(239)
实验六十三 离子色谱法测定常见阴离子的含量	(241)
实验六十四 常见阳离子的离子色谱分析	(243)
实验六十五 离子色谱法测定矿泉水中阴离子的含量(设计性实验)	(245)
6.3 高效液相色谱分析法	(245)
6.3.1 概述	(245)
6.3.2 高效液相色谱仪使用方法	(246)
实验六十六 芳烃衍生物的高效液相色谱分析	(247)
实验六十七 对羟基苯甲酸酯类混合物的反相高效液相色谱分析	(248)
实验六十八 高效液相色谱法测定茶叶中的咖啡因含量(设计性实验)	(250)
附录一 一些弱电解质的标准解离常数	(251)
附录二 金属配合物的稳定常数(18~25℃)	(253)
附录三 难溶电解质的溶度积(18~25℃)	(254)
附录四 常用指示剂	(255)
(一)酸碱指示剂	(255)
(二)混合酸碱指示剂	(257)
(三)金属离子指示剂	(258)

[7]

参考文献 (290)

第一章 分析化学实验基础知识

1.1 分析化学实验课的目的和要求

分析化学实验是工业分析专业及与化学相关的其他专业的重要的基础课程之一,它与分析化学理论课教学紧密结合,相辅相成,却又是一门独立的课程。

学生通过本课程的学习,可以加深对分析化学基础理论的理解,正确并较熟练地掌握分析化学实验基本操作,学习分析化学实验的基本知识,提高观察、分析和解决问题的能力,培养实事求是的科学态度和认真细致的工作作风,为学习后续课程打下良好的基础。

学生通过本课程的学习,可以深入地了解:同一物质的化学组成的研究可以有各种不同的分析方法,同一分析方法可以研究不同物质中的同一成分,而相同的分析方法其条件不同时可以得到不同的现象和结果;因而可激发学生进行创造性的思维,努力通过实践去认识事物的客观规律,从而培养学生的创新精神和提高学生的实践能力,为将来从事科学研究打下良好的基础。

学生学习分析化学实验课应达到下述目的:

(1)加深对分析化学基础理论的理解,加深“实践出真知”的认识,克服重理论轻实践的倾向。

(2)正确和熟练地掌握分析化学实验的基本操作,提高观察、分析和解决问题的实际动手能力。

(3)学习分析化学实验的基本知识,严格树立准确“量”的概念,养成良好的实验习惯,严谨的科学态度和实事求是的工作作风。

(4)学会独立自主地利用前人的工作成果,设计新的实验方案,培养创新精神和独立工作能力。

为达上述目的,要求学生做到:

(1) 实验前认真预习、领会实验的目的和基本原理,了解实验步骤和注意事项,做到心中有数,有条不紊地做好实验。

(2) 实验前根据实验内容,先写实验报告的部分内容,划好表格,查好有关数据,以便实验时及时、准确地记录实验现象和有关数据,并进行数据处理。

(3) 实验时要严格按照规范操作进行,仔细观察现象,及时记录,并运用所学理论知识解释实验现象,研究实验中的问题。

(4) 认真填写好实验报告,对于实验中出现的现象和问题进行认真讨论。

(5) 遵守实验室规则和实验室安全、卫生要求,听从指导教师安排,保持实验台面和整个实验室的整洁。

1.2 定量分析的过程及分析结果的表示方法

1.2.1 定量分析的过程

定量分析的过程通常包括以下几个步骤:

(1) 取样 分析时必须取出含有被分析物质的代表性的试样。不同的物质、物质的不同状态其取样方法各不相同,一般是从被分析物质中取出大量的试样,经多次缩分获得少量的具有代表性的分析试样。若所取试样的组成没有代表性,则分析测试结果是毫无意义的。

(2) 试样的储存与制备 在处理和保存试样的过程中,应防止试样被污染、吸附损失、分解、变质等等。应根据不同物质、物质的不同状态及生化特征等选择合适的处理和保存条件。对于固体试样,一般须处理成溶液,因此,必须选择合适的试样分解方法将欲测组分转化成溶液之后再测定。

(3) 消除干扰 试样中若有干扰被测组分分析测定的其他组分存在,通常先考虑用掩蔽的方法消除其干扰,如若达不到消除干扰的效果,则必须采用适当的分离方法将干扰组分除去。

(4) 选择分析方案和测定 根据被测组分的含量、性质和对分析结果准确度的要求及共存组分的情况,选择合适的分析方案和测定仪器,精心组织分析测定过程。

(5)分析结果的统计处理 根据分析测定方案中有关的化学反应的定量关系,测定的有效数据及试样的质量,计算试样中被测组分的含量,并进行适当的统计处理,对分析结果进行合理的评价。

1.2.2 分析结果的表示方法

试样的存在形态不相同,其分析结果的表示方法也不一样。

(1)固体试样 固体试样的分析结果,最常用的表示方法是质量分数表示法,即被测组分的质量 $m(B)$ 与试样质量 $m(s)$ 之比,通常情况下,采用百分比(百分含量)表示。

$$w(B) = \frac{m(B)}{m(s)} \times 100 \quad (1)$$

(2)液体试样 液体试样的分析结果,因试样的密度通常为未知数,故最常用的表示方法是以质量浓度来表示,即被测组分的质量 $m(B)$ 与试样体积 $V(s)$ 之比,通常情况下,被测组分的质量为 g 表示,而试样体积用 L 表示。

$$\rho(B) = \frac{m(B)}{V(s)} \quad (2)$$

(3)气体试样 气体试样的分析结果的表示方法与液体试样的表示方法基本相同,有所区分的是,被测组分的质量以 g 表示,而试样体积用 dm^3 表示。

$$\rho(B) = \frac{m(B)}{V(s)} \quad (3)$$

在某些情况下,也用体积分数表示。

1.3 分析结果的数据处理

在实际工作中,分析结果的数据处理是非常重要的。分析工作者仅做 1~2 次测定不可能提供可靠的信息,也不会被人们所接受。因此,在科学研究和实验工作中,应该对试样进行多次平行测定,直至获得足够的数据,然后进行统计处理。

对分析结果的要求比较高的情况下,其数据处理包括下述六个步骤:

(1)将分析测定的分析结果按大小进行排列,用 Q 检验法检验有无

离群值,并将离群值舍弃,如某分析工作者平行测定 6 次,其分析结果大小排列如下:

测定次数	1	2	3	4	5	6
分析结果($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)	0.1020	0.1022	0.1023	0.1025	0.1026	0.1035

$$Q_1 = \frac{0.1022 - 0.1020}{0.1035 - 0.1020} = \frac{0.0002}{0.0015} = 0.06$$

$$Q_2 = \frac{0.1035 - 0.1026}{0.1035 - 0.1020} = \frac{0.0009}{0.0015} = 0.6$$

由 Q 值表可知,当设定值 $Q(0.90)$ 时, $Q_2 > Q(\text{表值})$, $Q_1 < Q(\text{表值})$, 故 0.1035 为离群值,必须舍去。

表 1-1 不同置信水平舍弃离群值的 Q 值表

测量次数 n	3	4	5	6	7	8	9	10	∞
$Q(0.90)$	0.94	0.76	0.64	0.56	0.51	0.47	0.44	0.41	0.00
$Q(0.95)$	0.98	0.85	0.73	0.64	0.59	0.54	0.51	0.48	0.00
$Q(0.99)$	0.99	0.93	0.82	0.74	0.68	0.63	0.60	0.57	0.00

(2) 求出所有保留值的平均值 $\bar{x}$:

$$\bar{x} = \frac{0.1020 + 0.1022 + 0.1023 + 0.1025 + 0.1026}{5} = 0.1023$$

(3) 求出平均偏差 $\bar{d}$:

$$\bar{d} = \frac{|0.0003| + |0.0001| + |0.0002| + |0.0003|}{5} = 0.0002$$

(4) 求出标准偏差 S :

$$S = \sqrt{\frac{(0.0003)^2 + (0.0001)^2 + (0.0002)^2 + (0.0003)^2}{5-1}} = 0.0004$$

(5) 求出变异系数 $CV\%$:

$$CV\% = \frac{0.0004}{0.1023} \times 100 = 0.3$$

(6) 求出置信水平为 95% 时的置信区间:

$$\mu = 0.1023 \pm \frac{2.57 \times 0.0003}{\sqrt{5}} = 0.1023 \pm 0.0003$$

表 1-2 t 分布值表

实验次数 n	自由度(f) $n-1$	置 仪 水 平				
		50%	90%	95%	99%	99.5%
2	1	1.00	6.31	12.71	63.66	127.3
3	2	0.82	2.92	4.30	9.93	14.09
4	3	0.76	2.35	3.18	5.84	7.45
5	4	0.74	2.13	2.78	4.60	5.60
6	5	0.73	2.02	2.57	4.03	4.77
7	6	0.72	1.94	2.45	3.71	4.32
8	7	0.71	1.90	2.37	3.50	4.03
9	8	0.71	1.86	2.31	3.36	3.83
10	9	0.70	1.83	2.26	3.25	3.69

在平行测定次数比较少,且分析结果的要求不非常严格的情况下,分析结果的数据处理可只进行(2)、(4)、(5)项处理。

1.4 分析化学实验课成绩的评定

学生分析化学实验课学习成绩的评定是根据学生的培养目标和教学大纲要求而定,对化学、医药学、生物学类专业学生的要求相对要比冶金、选矿类专业学生的要求要高。任课教师可视具体情况参照下述两种评定方法进行灵活掌握。

课堂学习成绩,对分析化学实验课来说并不是非常重要的,重要的是学生通过实验,掌握各种分析方法和技能,提高自己的观察、分析和解决问题的能力,提高自己的实际动手能力,培养自己的创新精神。

对于设计性实验与自拟方案实验,成绩评定包括以下几个方面: