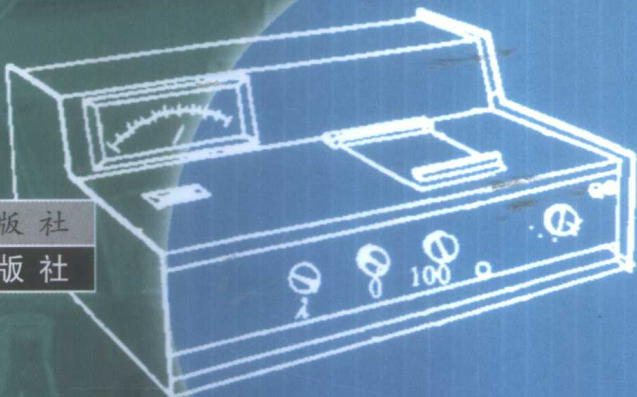
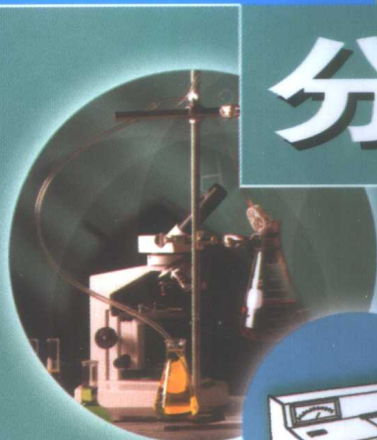


高等院校化学课实验系列教材

分析化学 实验

武汉大学化学与分子科学学院实验中心 编



全国优秀出版社
武汉大学出版社

高等院校化学课实验系列教材

武汉大学化学与分子科学学院实验中心编

ISBN 7-307-09323-X

武汉大学出版社

分析化学实验

武汉大学化学与分子科学学院实验中心 编

ISBN 7-307-09323-X

藏书

武汉大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/武汉大学化学与分子科学学院实验中心编. —武汉: 武汉大学出版社, 2003. 5

高等院校化学课实验系列教材

ISBN 7-307-03753-X

I. 分… II. 武… 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(2002)第 083522 号

责任编辑: 谢文涛 责任校对: 刘欣 版式设计: 支笛

出版发行: 武汉大学出版社 (430072 武昌 珞珈山)

(电子邮件: wdp4@whu.edu.cn 网址: www.wdp.whu.edu.cn)

印刷: 武汉大学出版社印刷总厂

开本: 850×1168 1/32 印张: 8.125 字数: 215 千字

版次: 2003 年 5 月第 1 版 2003 年 5 月第 1 次印刷

ISBN 7-307-03753-X/O·247 定价: 12.00 元

版权所有, 不得翻印; 凡购买我社的图书, 如有缺页、倒页、脱页等质量问题者, 请与当地图书销售部门联系调换。

前 言

《分析化学实验》是分析化学课程的重要组成部分,通过本课程的学习,可以加深对分析化学基础理论、基本知识的理解,正确和较熟练地掌握分析化学实验技能和基本操作,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良好的实验习惯,强化量化概念,为学习后继课程及科研工作打下良好的基础。

本教材的实验内容包括:分析化学实验基础知识;分析化学实验常用的仪器和基本操作;分析化学实验内容;附录。全书精选了40多个实验,包括基本操作练习、基础实验及综合设计实验。测试对象包括化学试剂、矿物、药物、食品等。

本书的特色之一是将微型实验引入了分析化学实验教学。本书是湖北省普通高校省级教学研究项目(NO:2000/2)的研究成果之一。

参加编书的有蔡凌霜(第三章、第八章),潘祖亭(第一章、第七章及附录),曾百肇(第五章、第九章),张玉清(第四章、第六章)和曹建军(第二章)等。全书由蔡凌霜修改统稿。

本书在编写过程中,武汉大学化学与分子科学学院的许多老师给予了支持和帮助,得到了尹权教授、王洪英教授、杨代菱教授、徐勉懿教授等的指导,在此,谨向他们表示衷心的感谢。

限于编者的水平,缺点和失误在所难免,恳请广大教师和读者批评指正。

编 者

2002年4月于珞珈山

目 录

第一章 分析化学实验基础知识	1
1.1 分析化学实验的目的和基本要求	1
1.2 定量分析化学实验概论及名词术语	2
1. 定量分析化学实验过程	2
2. 溶液的浓度、溶液的配制及分析化学中的计算式	4
3. 溶液的配制方法	9
4. 滴定分析中的指示剂和终点误差	11
1.3 分析试样的采集、制备及分解	12
1. 分析试样的采集和制备	12
2. 分析试样的分解	17
1.4 分析化学实验数据的记录、处理和实验报告	23
1. 实验数据的记录	23
2. 分析数据的过程	24
3. 实验报告	25
1.5 实验室安全知识	26
第二章 定量分析实验仪器和基本操作	29
2.1 微型滴定仪器及操作	29
2.2 容量玻璃仪器的校正	30
2.3 重量分析法的基本操作	33
1. 样品的溶解	34
2. 试样的沉淀	34

3. 沉淀的过滤和洗涤	35
4. 沉淀的烘干和灼烧	41
2.4 定量分析常用仪器及操作	43
1. 分析天平	43
2. FA-1004 型电子天平	46
3. AE-240 型电子天平	53
4. 高温电阻炉(马弗炉)	56
第三章 酸碱滴定实验	60
实验 1 有机酸摩尔质量的测定(微型滴定法)	60
实验 2 食用醋中总酸度的测定(微型滴定法)	64
实验 3 混合碱中各组分含量的测定(微型滴定法)	66
实验 4 阿司匹林药片中乙酰水杨酸含量的测定	70
实验 5 磷矿中 P_2O_5 含量的测定	74
实验 6 尿素中氮含量的测定	77
实验 7 醋酸钠含量的测定(非水滴定法)	80
实验 8 α -氨基酸含量的测定(微型非水滴定法)	83
实验 9 HCl 和 HAc 混合液的电位滴定	86
实验 10 酸碱滴定设计实验	89
第四章 络合滴定实验	92
实验 11 自来水总硬度的测定(微型滴定法)	92
实验 12 复方氢氧化铝药片中铝和镁的测定 (微型滴定法)	95
实验 13 铝合金中铝含量的测定(微型滴定法)	98
实验 14 铋铅合金中铋、铅含量的分析	100
实验 15 铜锡镍合金溶液中铜、锡、镍的连续测定	103
实验 16 钙制剂中钙含量的测定	106
实验 17 保险丝中铅含量的测定	108

实验 18	络合滴定设计实验	110
第五章	氧化还原滴定实验	112
实验 19	过氧化氢含量的测定	112
实验 20	石灰石中钙含量的测定	116
实验 21	水样中化学耗氧量的测定	118
实验 22	铜合金中铜含量的间接碘量法测定	122
实验 23	漂白粉中有效氯的测定	126
实验 24	苯酚纯度的测定	128
实验 25	维生素 C 制剂中抗坏血酸含量的直接 碘量法测定	131
实验 26	铁矿石中铁含量的测定	133
实验 27	注射液中葡萄糖含量的测定	136
实验 28	胱氨酸含量的测定	139
实验 29	氧化还原滴定设计实验	142
第六章	常用分离方法实验	144
实验 30	水中铬离子的分离及测定(离子交换分离法 及氧化还原容量法)	144
实验 31	铁矿中镍含量的测定 (萃取分离-吸光光度法测定)	147
实验 32	纸层析法分离食用色素	150
第七章	沉淀滴定与重量分析实验	153
实验 33	可溶性氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	153
实验 34	可溶性氯化物中氯含量的测定 (佛尔哈德返滴定法)	156
实验 35	可溶性钡盐中钡含量的测定(BaSO_4 沉淀 灼烧干燥恒重重量分析法)	159

实验 36	可溶性钡盐中钡含量的测定(BaSO_4 沉淀 微波干燥恒重重量法)	163
实验 37	钢铁中镍含量的测定(丁二酮肟镍 有机试剂沉淀重量分析法)	165
实验 38	沉淀滴定法方案设计实验	169
第八章	吸光光度分析实验	172
实验 39	邻二氮菲吸光光度法测定微量铁	172
实验 40	土壤中有有效磷的测定	177
实验 41	水样中六价铬的测定	181
实验 42	钢中锰的吸光光度法测定	184
实验 43	吸光光度法设计实验	187
第九章	综合实验	190
附录		
附录 1	常用浓酸、浓碱的密度和浓度	196
附录 2	常用基准物质及其干燥条件与应用	197
附录 3	弱酸及其共轭碱在水中的解离常数	198
附录 4	滴定分析中常用的指示剂	201
	(一)酸碱指示剂	201
	(二)酸碱混合指示剂	202
	(三)金属离子指示剂	203
	(四)氧化还原指示剂	204
	(五)吸附指示剂	204
附录 5	常用缓冲溶液的配制	205
附录 6	标准缓冲溶液的配制方法	206
附录 7	不同温度下标准缓冲溶液的 pH 值	207
附录 8	氨羧络合剂类络合物的稳定常数	208

附录 9	标准电极电势	210
附录 10	微溶化合物的溶度积	215
附录 11	相对原子质量表	217
附录 12	常用化合物的相对分子质量表	218
附录 13	常用分析化学实验名词术语汉英对照	221
附录 14	定量化学分析实验常用仪器清单	233
附录 15	酸度计使用说明书	234
附录 16	分光光度计使用说明书	243

第一章 分析化学实验基础知识

1.1 分析化学实验的目的和基本要求

分析化学是化学的重要分支学科之一。分析化学理论课和分析化学实验课是大学化学专业的重要基础课。两者皆单独设课,且后者占有更多的学时和学分。

学生通过本课程学习,可以加深对分析化学基础理论、基本知识的理解,正确和较熟练地掌握分析化学实验技能和基本操作,提高观察、分析和解决问题的能力,培养学生严谨的工作作风和实事求是的科学态度,树立严格的“量”的概念,为学习后继课程和未来的科学研究及实际工作打下良好的基础。

为了达到上述目的,要求学生做到:

实验前认真预习,结合理论学习教材,领会实验原理,了解实验步骤和注意事项,做到心中有数。实验前可以先写好实验报告的部分内容,列好表格,充分利用本书附录,查好有关数据,以便实验时及时、准确地记录实验现象和进行数据处理。

实验时要严格按照规范操作进行,仔细观察实验现象,并及时记录。要善于思考,学会运用所学理论知识解释实验现象,研究实验中的问题。要保持实验台和整个实验室的整洁。

要认真写好实验报告。实验报告一般包括题目、日期、实验目的、简单原理、原始记录、结果(附计算公式)和讨论。上述各项内容的繁简,应根据各个实验的具体情况而定,以清楚、简练、整齐为

原则。实验报告中的有些内容,如原理、表格、计算公式等,要求在预习实验时准备好,其他内容则可在实验过程中以及实验完成后记录、计算和撰写。

实验指导教师在学生实验过程中起着主导作用。为此,要求教师做到:①上好实验课。例如,开学初实验之前,强调实验的重要性,讲述整个实验安排,注意事项和评分标准等。另外,可在方案设计、综合实验之前集中讲授设计方案的原则和示例等。②认真做好指导实验的准备工作。如指出学生前次实验和实验报告中存在的问题,以及做好本次实验的关键,检查学生预习实验的情况,传授实验基本知识,演示实验操作,通知下次实验内容等。③指导实验时,应坚守工作岗位,及时发现和指出学生的操作错误与不良习惯;集中精力指导实验,不做其他杂事。④仔细批改学生的实验报告,及时归纳学生实验和实验报告中存在的问题,以便下次实验前总结。

学生实验成绩评定,应包括以下几项内容:①预习情况及实验态度;②实验操作技能;③实验报告的撰写是否认真和符合要求,实验结果的精密度、准确度和有效数字的表达等。特别需要强调的是实事求是、严谨创新的精神与动手能力的培养,严禁弄虚作假,伪造数据。

1.2 定量分析化学实验概论及名词术语

1. 定量分析化学实验过程

定量分析化学实验通常包括取样,试样分解和分析试液的制备,分析方法的选择,测定及分析结果的计算等几个步骤。

(1)取样。根据分析试样是固体、液体或气体,采用不同的取样方法。比较详细的讨论见本章 1.3。在取样过程中,最重要的是采取的试样应具有代表性,否则后面的分析结果即使具有很高

的准确性也将毫无意义,甚至导致错误的结论。

(2)试样分解和分析试液的制备。根据试样的性质、分析项目和共存物质的不同,分解试样的方法也不同。定量化学分析一般采用湿法分析,通常需将试样分解,使待测组分定量地转入溶液中,防止待测组分损失,避免引入干扰杂质。无机试样的分解方法有溶解法和熔融法。有机试样的分解,一般采用干式灰化法和湿式消化法。具体方法见本章 1.3。

(3)分析方法及分析方法的选择。根据分析任务、分析对象、测定原理和操作方法等不同,分析方法可分为定性分析、定量分析和结构分析;无机分析和有机分析;化学分析和仪器分析;例行分析和仲裁分析等。在考虑分析方法的选择时,应根据分析任务、分析对象及对分析结果准确度的要求和实验室的现有条件等,选择适当的分析方法。例如,对于常量成分 Fe^{3+} 的分析,可以采用络合滴定法,也可以采用氧化还原滴定法。

(4)滴定分析法。又称为“容量分析法”,滴定分析法包括酸碱滴定法、络合滴定法、氧化还原滴定法和沉淀滴定法等。

滴定分析法是将一种已知准确浓度的试剂溶液(标准溶液,通常又称滴定剂)滴加到被测物质的溶液中,直到所加的滴定剂(标准溶液)与被测物质按化学计量关系定量反应为止。然后根据滴定剂浓度、用量以及相关的化学计量关系,计算被测物质的含量。

适合滴定分析法的化学反应,应具备以下几个条件:

a. 反应必须具有确定的化学计量关系,即反应按一定的反应方程式进行,这是定量计算的依据。

b. 反应必须定量的进行。

c. 控制或创造适当的条件,使滴定反应具有较快的反应速度。

d. 具有适当简便的方法确定滴定终点。

滴定分析法简便、快速,特别是在常量成分分析中,具有很高的准确度,滴定方式通常采用直接滴定法,此外还有间接滴定法、

返滴定法和置换滴定法,因而扩展了滴定法的应用范围。

(5)溶液的浓度,溶液的配制及分析结果的计算。

2. 溶液的浓度、溶液的配制和分析化学中的计算式

溶液浓度表示方法及其计算式:

(1)摩尔质量 M

其意义是质量 m 除以物质的量 n 。

$$M = \frac{m}{n} \quad (1-1)$$

单位为 $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ 。利用此单位作为摩尔质量的单位时,任何物质的摩尔质量,在数值上等于该物质的相对原子质量或相对分子质量。

(2)摩尔体积 V_m

其意义是体积 V 除以物质的量 n 。

$$V_m = \frac{V}{n} \quad (1-2)$$

单位为 $\text{L} \cdot \text{mol}^{-1}$ 。

(3)物质的量浓度 c

分析化学中常简称为浓度。其意义是物质的量 n 除以溶液的体积 V 。

$$c = \frac{n}{V} \quad (1-3)$$

(4)质量 m 、摩尔质量 M 、物质的量 n 的浓度 c 关系

将(1-1)式代入(1-3)式得

$$c = \frac{n}{V} = \frac{m}{MV} \quad (1-4)$$

(5)用固体物质配制溶液的计算式

由(1-4)式得

$$m = cMV \quad (1-5)$$

单位为 g 。欲配制某物质(其摩尔质量为 M)溶液的浓度为 c ,需

配制体积为 V (以 L 为单位) 时, 其质量 m 应用 (1-5) 式是很容易计算的。

(6) 物质的质量浓度 ρ_B

其意义是质量 m 除以溶液体积 V 。

$$\rho_B = \frac{m}{V} \quad (1-6)$$

单位为 $g \cdot L^{-1}$ 。在吸光光度法的标准溶液系列中, 滴定分析的一般试剂, 如指示剂浓度为 $20g \cdot L^{-1}$ (即以往的 0.2%), $50g \cdot L^{-1}$ $KMnO_4$ (即以往的 5% $KMnO_4$) 等, 有些教材或论文仍继续使用 0.2% 和 5% 等表示方法。

(7) 质量摩尔浓度 b_B

其意义是物质的量 n 除以质量 m 。

$$b_B = \frac{n}{m} \quad (1-7)$$

单位为 $mol \cdot kg^{-1}$, 它多在标准缓冲溶液的配制中使用。

根据 SI 单位, 各门学科都有自己特殊、常用的单位。分析化学中常用的量及其单位的名称与符号如表 1-1 所示。

对分析化学中习惯使用的 (1+2) HCl 溶液① 的表示方式, 本教材将继续沿用, 但不作为一种浓度单位使用。

(8) 滴定分析计算式

对一个化学反应:



A 物质和 B 物质在反应达到化学计量点时, 其间物质的量的关系为

$$n_A = \frac{a}{b} n_B \text{ 或 } n_B = \frac{b}{a} n_A \quad (1-9)$$

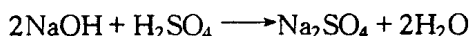
式中: $\frac{a}{b}$ 或 $\frac{b}{a}$ 称为 A 物质与 B 物质间的化学计算数比。

① 此处为体积比: $V_{HCl} : V_{水} = 1:2$ 。

表 1-1 分析化学中常用的量及其单位的名称和符号

量的名称	量的符号	单位名称	单位符号	代用单位
相对原子质量	A_r	(量纲为 1)		
相对分子质量	M_r	(量纲为 1)		
物质的量	n	摩(尔)	mol	mmol(毫摩)等
摩尔质量	M	千克每摩	$\text{kg} \cdot \text{mol}^{-1}$	$\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ 等
摩尔体积	V_m	立方米每摩	$\text{m}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$	$\text{L} \cdot \text{mol}^{-1}$ 等
物质的量浓度	c	摩每立方米	$\text{mol} \cdot \text{m}^{-3}$	$\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 等
质量摩尔浓度	b_B	摩每千克	$\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$	
质量浓度	ρ_B	千克每立方米	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	$\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 等
质量分数	w	(量纲为 1)		
质 量	m	千克	kg	g, mg 等
摄氏温度	t	摄氏度	$^{\circ}\text{C}$	
密 度	ρ	千克每立方米	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	$\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ 等
相对密度	d	(量纲为 1)		
压力、压强	p	帕(斯卡)	Pa	1atm = 101 325Pa 1mmHg = 133.322Pa
体 积	V	立方米	m^3	L, mL
试样质量	m_s	千克	kg	g 等

a. 两种溶液间的计量关系。例如,用 NaOH 标准溶液(A)滴定 H_2SO_4 (B)溶液时,反应式为



其计量关系是

$$c_A V_A = \frac{a}{b} c_B V_B \quad \left(\frac{a}{b} = \frac{2}{1} \right) \quad (1-10)$$

上式如果用于配制稀酸(盐酸等)或稀碱(氨水等)时, $\frac{a}{b} = 1$ 。

b. 固体物质(A)与溶液间的计量关系。例如,用基准物质标定溶液浓度时,其计算式为

$$\frac{m_A}{M_A} = \frac{a}{b} c_B V_B \quad (1-11)$$

上式亦可很方便地用于计算所需待测物质或所需基准物质的质量,即

$$m_A = \frac{a}{b} c V M_A$$

例如,用草酸标定约 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液,欲使滴定消耗 NaOH 25mL 左右,则草酸所需质量约为

$$m = \frac{1}{2} \times 0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \times 25 \times 10^{-3} \text{ L} \times 126.07 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} \approx 0.16 \text{ g}$$

$$[M_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 126.07 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}]$$

c. 质量分数计算式。当用物质 B 标准溶液测定物质 A 的含量时,其关系式为

$$\omega_A = \frac{\frac{a}{b} c_B V_B M_A}{m_s} \quad (1-12)$$

物质 A 的含量,根据 SI 单位是用质量分数 $0. \times \times \times \times$ 表示。分析化学中可以乘 100%,用百分数表示。

d. 滴定度的计算式。用物质 A 的标准溶液滴定物质 B 时,A 物质对 B 物质的滴定度 $T_{A/B}$ 的计算式为

$$T_{A/B} = \frac{\frac{b}{a} c_A M_B}{1000} \quad (1-13)$$

在(1-10)~(1-13)式中, c 为物质的量浓度(单位为 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), V 为溶液的体积(单位为 L), M 为物质的摩尔质量(单位为 $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$), ω 为物质的质量分数, T 为滴定度(单位为 $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$), m_s 为试样的质量(单位为 g)。

(9)基本单元的表述及其计算式

根据 SI 计量单位的规定,在使用摩尔定义时有一条基本原则,即必须指明物质的基本单元。基本单元可以是原子、分子、离

子或它们的特定组合。例如, 1mol CaO , $1\text{mol } \frac{1}{2}\text{CaO}$, $1\text{mol H}_2\text{SO}_4$, $1\text{mol } \frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4$, c_{KMnO_4} , $c_{\frac{1}{5}\text{KMnO}_4}$, $c_{\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$, $M_{\text{H}_2\text{SO}_4}$, $M_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$, 等, 这里, $1\text{mol } \frac{1}{2}\text{CaO}$ 中, “ $\frac{1}{2}$ ”称为基本单元系数, 而“ $\frac{1}{2}\text{CaO}$ ”称为 CaO 的基本单元。其余依此类推。

同一物质在用不同基本单元表述时, 其摩尔质量 M 、物质的量 n , 物质的量浓度 c 有下面三个重要的计算式:

a. 摩尔质量的计算式为

$$Mb_A = bM_A \quad (1-14)$$

例如, Ca 的摩尔质量 $M_{\text{Ca}} = 40.08\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$, 若以“ $\frac{1}{2}\text{Ca}$ ”为基本单元, 则 $M_{\frac{1}{2}\text{Ca}} = \frac{1}{2} \times 40.08\text{g} \cdot \text{mol}^{-1} = 20.04\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ 。

b. 物质的量 n 的计算式为

$$nb_A = \frac{1}{b}n_A \quad (1-15)$$

例如, $n_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 1.5\text{mol}$ 时, 若以“ $\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4$ ”为基本单元, 则 $n_{\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{1}{\frac{1}{2}} \times 1.5\text{mol} = 3.0\text{mol}$ 。

c. 物质的量浓度 c 的计算式为

$$cb_A = \frac{1}{b}c_A \quad (1-16)$$

例如, 已知 $c_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} = 0.100\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 时, 若以“ $\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ”为基本单元, 则 $c_{\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} = \frac{1}{\frac{1}{2}} \times 0.100\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$, 它相当于以往教材中说的 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 的 0.200N 与 0.100M 的关系。同理, 以往教材中 $0.100\text{N}_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$, 可写为 $c_{\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = 0.100\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$; 0.100O