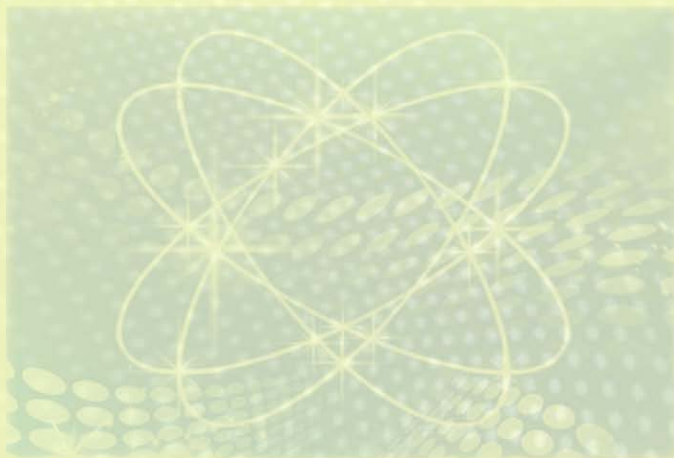


基础化学实验 I



序

陈育宁

教材建设是高等学校教学基本建设的重要组成部分，选用和编写高质量的教材，是高校不断提高教学水平、保障教学质量的基础。

为了落实教育部《关于进一步加强高等学校本科教学工作的若干意见》和宁夏大学“十一五”教学工作规划及教材建设的主要任务，更新课程体系，提高教学质量，以适应现代化建设和市场经济的需要，适应培养面向21世纪新型高素质人才的需要，启动宁夏大学“十一五”教材建设工程，编写、出版“宁夏大学‘十一五’教材建设”丛书，是必要和及时的。

这套丛书的编写和出版，必须坚持为我校的教育教学工作服务，要根据我校专业建设、课程建设、生源状况、教学水平及师资力量等实际情况，充分发挥我校学科优势和专业特长，努力使教材建设不断深化，整体水平不断提高；要逐步建立以国家规划教材的使用为重点，特色鲜明的自编教材为补充的学校教材建设与管理体制；要不断扩大教材种类，提高教材质量，探索教材建设与供应新途径，建立教材编写与选用新机制，开拓教材使用与管理新局面。





近年来, 我校的教育教学工作随着学校规模的不断扩大和办学实力的增强, 有了新的发展和提高。2005年, 教育部与宁夏回族自治区政府签署协议, 共建宁夏大学, 为我校加快发展提供了新的机遇。实现学校的发展目标, 培养高素质的建设人才, 主动服务于国家和地方经济社会发展, 是我校面临的重要战略任务。而高层次、高质量的人才培养, 必须要求有高水平、高质量的教材建设。为此, 本科教育的学科、专业及课程设置, 都要作相应的调整。“宁夏大学‘十一五’教材建设”丛书的编写和出版, 要适应这一调整, 紧紧把握中国高等教育改革与发展的脉搏, 与时俱进, 面向未来, 服务社会; 要结合21世纪社会、经济、科技、文化、教育发展的新特点, 吸收新成果, 解决新问题; 要根据素质教育和学分制教学管理的需要, 突出适用性和针对性; 要在加强基础课、实验课教材编写与出版的同时, 不断深化基础理论研究, 拓宽教材知识面, 努力实现整套教材科学性、系统性、开放性、前瞻性和实践性的有机结合, 充分体现起点高、水平高, 结构严密、体系科学, 观点正确、应用性强的特点。

我们相信, 在我校广大教师和科研骨干的努力下, 在出版界同仁的支持下, “宁夏大学‘十一五’教材建设”丛书的编写出版, 必将提高质量, 多出精品, 形成特色; 必将面向市场, 走向社会, 服务教学, 为宣传宁夏大学, 树立宁夏大学学术形象, 推动宁夏大学本科教学水平不断提高发挥积极作用。

2005年8月于银川

第一部分 分析化学实验基本知识

一、分析化学实验的基本目的和要求	(3)
二、分析化学实验室用水的规格、制备及检验方法	(4)
三、分析化学实验中的化学试剂	(6)
四、玻璃仪器的洗涤和干燥	(11)
五、化学实验室的安全知识	(12)
六、三废处理	(18)

第二部分 分析化学实验基本操作

一、分析天平和称量	(21)
二、滴定分析量器及其基本操作	(28)
三、重量分析基本操作	(35)

第三部分 定量分析化学实验

酸碱滴定实验

实验一 酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	(45)
实验二 有机酸摩尔质量的测定	(47)
实验三 食醋总酸量的测定	(49)
实验四 硫酸铵肥料中含氮量的测定(甲醛法)	(51)
实验五 工业纯碱中总碱度的测定	(54)
实验六 阿司匹林片剂中有效成分含量的测定	(57)

目 录 Contents

实验七 苯甲酸钠药物有效含量的测定 (59)

实验八 蛋壳中 CaCO_3 含量的测定 (61)

实验九 酸碱滴定方案设计实验 (63)

络合滴定实验

实验十 EDTA 的配制与标定 (65)

实验十一 自来水总硬度的测定 (69)

实验十二 混合溶液中铅、铋含量的连续测定 (71)

实验十三 铝合金中铝含量的测定 (73)

实验十四 络合滴定方案设计实验 (75)

氧化还原滴定实验

实验十五 过氧化氢含量的测定 (77)

实验十六 重铬酸钾法测定铁矿石中铁的含量 (80)

实验十七 铜合金(铜盐)中铜含量的测定 (83)

实验十八 司可巴比妥钠含量的测定 (86)

实验十九 维生素 C 药物含量的分析 (88)

实验二十 溴酸钾法测定苯酚 (90)

实验二十一 氧化还原滴定设计实验 (92)

沉淀滴定与重量分析实验

实验二十二 氯化物中氯含量的测定 (94)

莫尔法(Mohr) (94)

佛尔哈德法(Volhard) (96)

实验二十三	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)	(98)
-------	---------------------------------------	------

实验二十四	煤的水分(内水、外水)测定	(101)
-------	---------------------	-------

实验二十五	煤中全硫的测定	(104)
-------	---------------	-------

实验二十六	方案设计实验	(106)
-------	--------------	-------

分光光度法分析实验

实验二十七	邻二氮菲分光光度法测定铁 (条件实验和试样中铁含量的测定) ...	(107)
-------	--------------------------------------	-------

分离及综合分析实验

实验二十八	纸色谱法分离、分析氨基酸	(112)
-------	--------------------	-------

实验二十九	硅酸盐水泥中有关含量的测定	(115)
-------	---------------------	-------

实验三十	铅精矿中铅的分离与含量的测定	(123)
------	----------------------	-------

实验三十一	植物色素的提取和薄层色谱分离 ...	(126)
-------	--------------------	-------

实验三十二	槐米中芦丁的提取与分离	(129)
-------	-------------------	-------

实验三十三	芦丁的水解及其水解产物的分离与鉴定	(135)
-------	----------------------------	-------

附录

一、酸碱指示剂	(138)
---------------	-------

二、酸碱混合指示剂	(139)
-----------------	-------

三、氧化还原指示剂	(139)
-----------------	-------

目 录 Contents

四、金属离子指示剂	(140)
五、常用缓冲溶液的配制	(141)
六、常用浓酸、浓碱的密度和浓度	(142)
七、常用基准物质及其干燥条件	(143)
八、相对原子质量表	(144)
九、常用化合物的相对分子质量表	(146)
参考文献	(149)
后记	(151)



第一部分

分析化学实验 基本 知 识



一、分析化学实验的基本目的和要求

(一) 定量化学分析实验的目的

分析化学是一门实践性很强的学科,因此定量化学分析实验独立设课。学生通过实验应达到下述目的:

1. 正确、熟练地掌握定量化学分析实验的基本操作技术,充实实验基本知识,学习并掌握典型的分析方法。
2. 充分运用所学的分析化学理论知识指导实验,提高实验技术、动手能力和统筹能力。
3. 确立“量”的概念、“误差”(尤其是相对误差)的概念和“有效数字”的概念,了解并掌握影响分析结果的关键环节,学会正确、合理地选择实验条件和实验仪器,以保证实验结果的可靠性。正确掌握实验数据的处理方法。
4. 通过自拟方案实验(设计实验)和综合实验,训练和考查理论联系实际、独立分析和解决实际问题的能力。
5. 培养严谨的科学态度和实事求是、一丝不苟的科学作风。
6. 整个实验课的过程中,都着重于培养科学工作者应有的基本素质。

(二) 定量化学分析实验的要求

为达到上述教学目的,提出以下要求:

1. 课前必须进行预习,理解实验原理,熟悉实验步骤,明确实验顺序,做好必要的预习记录。未预习者不得进行实验。
2. 保持室内安静,以利于集中精力做好实验。保持实验台清洁,仪器摆放整齐。爱护仪器,了解实验室安全常识,按照操作规程和教师的指导认真进行操作。
3. 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。
4. 常量分析的基本实验,平行实验数据之间的相对极差和实验结果的相对误差,一般要求不超过 0.2%。自拟方案实验(设计实验)、综合实验以及复杂物质和微量组分分析则适当放宽要求。
5. 实验课开始时应认真阅读“实验室使用规则”和“天平室使用规则”,熟悉并严格遵守实验室安全常识和规则,遵守实验室的其他各项制度。要注意节约试剂、



滤纸、纯水及自来水等实验用品。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。实验过程中还要树立环保意识,在能保证实验准确度的要求下,尽量降低化学物质(特别是有害试剂及洗涤剂)的消耗。

6. 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去“实验准备室”登记领取,按有关规定进行赔偿。

7. 实验完毕后,将玻璃容器洗净,公用设备放回原处,把实验台和药品架整理干净,清扫实验室。最后检查门、窗、水、电、煤气是否关好。

二、分析化学实验室用水的规格、制备及检验方法

(一)规格及技术指标

分析化学实验对水的质量要求较高,即不能直接使用自来水或其他天然水,也不应一律使用高纯水,而应根据实验对水质的要求合理地选用适当规格的纯水。

我国已颁布了“分析实验用水规格和实验方法”的国家标准(GB6682-92),该标准参照了国际标准(ISO3696-1987)。国家标准中规定了分析实验用水的级别、技术指标、制备方法及检验方法。

表 1-1 分析实验室用水的级别及主要技术指标(引自 GB6682-92)*

指 标 名 称	一 级	二 级	三 级
pH 范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)/ $\text{mS}\cdot\text{m}^{-1}$	≤ 0.01	≤ 0.10	≤ 0.50
可氧化物质(以 O 计)/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	—	< 0.08	< 0.4
蒸发残渣(105±2℃)/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	—	≤ 1.0	≤ 2.0
吸光度(254nm,1cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	
可溶性硅(以 SiO_2 计)/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	< 0.01	< 0.02	

*① 前一版国家标准中,电导率的单位用的是 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$,人们也习惯这种单位,其换算关系为: $1\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1} = 1\text{mS}\cdot\text{m}^{-1} \times 1000/100$ 。

② 由于在一级水、二级水的纯度下,难以测定其真实的 pH 值,因此,对其 pH 值范围不作规定。

③ 由于在一级水的纯度下,难以测定其可氧化物质和蒸发残渣,因此,对其限量不做规定。可用其他条件和制备方法来保证一级水的质量。



表 1-1 中所列的技术指标可满足通常的各种分析实验的要求。实际工作中,若有的实验对水还有特殊要求,则还要检验有关项目。

电导率是纯水质量的综合指标。一级和二级水的电导率必须“在线”(即将测量电极安装在制水设备的出水管内)测量。纯水在贮存和与空气接触过程中,由于容器材料中可溶解成分的引入和吸收空气中的 CO_2 等杂质,都会引起电导率的改变。水越纯,其影响越显著,一级水必须临用前制备,不宜存放。在实践中人们往往习惯于以电阻率衡量水的纯度,若以电阻率来表示,则上述一、二、三级水的电阻率应分别等于或大于 $10\text{M}\Omega\cdot\text{cm}^{-1}$ 、 $1\text{M}\Omega\cdot\text{cm}^{-1}$ 、 $0.2\text{M}\Omega\cdot\text{cm}^{-1}$ 。

(二) 制备方法

一级水:可用二级水经过石英设备蒸馏或离子交换混合床处理后,再经微孔滤膜过滤来制取。一级水主要用于有严格要求的分析实验,包括对微粒有要求的实验,如高效液相色谱(HPLC)分析用水。

二级水:可用离子交换或多次蒸馏等方法制取。二级水主要用于无机痕量分析实验,如原子吸收光谱分析、电化学分析实验等。

三级水:可用蒸馏、去离子(离子交换及电渗析法)或反渗透等方法制取。三级水用于一般化学分析实验。

制备分析实验室用水的原水应当是饮用水或其他适当纯度的水。

三级水是最普遍使用的纯水,一是直接用于某些实验,二是用于制备二级水乃至一级水。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。

蒸馏法设备成本低、操作简单,但能耗高、产率低,且只能除掉水中非挥发性杂质。离子交换法去离子效果好(亦称去离子水),但不能除掉水中非离子型杂质,去离子水中常含有微量的有机物。

电渗析法是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除去离子型杂质。与离子交换法相似,电渗析法也不能除掉非离子型杂质,但电渗析器的使用周期比离子交换柱长,再生处理比离子交换柱简单。好的电渗析器所制备的纯水其电阻率可达 $0.20\sim 0.30\text{M}\Omega\cdot\text{cm}^{-1}$,相当于三级水的质量水平。



(三) 检验

如果制备各级纯水所使用的原水质量好,则生产出的纯水,可以其电导率作为主要质量指标,一般的分析实验都可参考这项指标选择适用的纯水。特殊情况以及生物化学、医药化学等方面的某些实验用水往往还需要对其他有关项目进行检验。在此,只介绍电导率的测定。

测量电导率时应选用适于测定高纯水的电导率仪,其最小量程为 $0.02\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 。测量一、二级水时,电导池常数为 $0.01\sim 0.1$,进行在线测量;测量三级水时,电导池常数为 $0.1\sim 1$,用烧杯接取约 400mL 水样,立即进行测定。如果电导率仪无温度补偿功能,则应在测定电导率的同时测定水温,再根据下式换算成 25°C 时的电导率,因为表 1-1 中的技术指标都规定为 25°C

$$K_{25} = \alpha_t (K_t - K_{p,t}) + 0.00548$$

式中: K_{25} —— 25°C 时各级水的电导率 / $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$;

K_t —— $t^\circ\text{C}$ 时各级水的电导率 / $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$;

$K_{p,t}$ —— $t^\circ\text{C}$ 时理论纯水的电导率 / $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$;

α_t —— $t^\circ\text{C}$ 时的换算系数;

0.00548 —— 25°C 时理论纯水的电导率 / $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 。

式中 α_t 值和 $K_{p,t}$ 值可从有关常数表中查得。

(四) 纯水的合理选用

分析实验中所用的纯水来之不易,也较难以存放,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,注意节约用水。

在定量化学分析实验中,主要使用三级水,有时需要将三级水加热煮沸后使用,特殊情况下也使用二级水。仪器分析中主要使用二级水,有的实验还需使用一级水。

本实验教材所使用的纯水主要是以自来水为原水的蒸馏水,质量相当于三级水。

三、分析化学实验中的化学试剂

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或其他标准(行业标准、学会标准等)。国际标准化组织(ISO)近年来已陆续颁布了很多化学试剂的国际标准。国际纯粹化学与应用化学联



合会(IUPAC)对化学标准物质的分级也有规定,见表 1-2。表中 C 级和 D 级为滴定分析标准试剂,E 级为一般试剂。

表 1-2 IUPAC 对化学物质的分级

A 级	原子量标准
B 级	和 A 级量最接近的基准物质
C 级	含量为 $100 \pm 0.02\%$ 的标准试剂
D 级	含量为 $100 \pm 0.05\%$ 的标准试剂
E 级	以 C 级或 D 级试剂为标准进行的对比测定所得的纯度或相当于这种纯度的试剂,比 D 级的纯度低

我国化学试剂的产品标准有国家标准(GB)、化工部标准(HG)及企业标准(QB)三级。目前部级标准已归纳为专业(行业)标准(ZB)。近年来,陆续有一些化学试剂的国家标准在建立或修定过程中不同程度地(即等同、等效或参照)采用了国际标准或国外的先进标准。

(一)化学试剂的分类、分级和用途

化学试剂产品已有上万种,按其组成和结构可分为无机试剂和有机试剂两大类。按其用途可分为标准试剂、一般(通用)试剂、特效试剂、指示剂、溶剂、仪器分析专用试剂、高纯试剂、有机合成基础试剂、生化试剂、临床试剂、电子工业专用试剂、教学用实验试剂等若干门类。随着科学技术和生产的发展,新的试剂种类还在产生,目前还没有统一的分类标准。本教材只对标准试剂、一般试剂(包括指示剂)、高纯试剂和专用试剂作简单介绍。

1. 标准试剂

标准试剂是用于衡量其他(欲测)物质化学量的标准物质。我国习惯于将滴定分析用的标准试剂和相当于 IUPAC 的 C 级、D 级的 pH 标准试剂称为基准试剂和 pH 基准试剂,主要的国产标准试剂的种类及用途列于表 1-3 中。标准试剂的特点是主体含量高而且准确可靠,其产品一般由大型试剂厂生产,并严格按国家标准进行检验。目前我国已颁布了三十余种标准试剂的国家标准。



表 1-3 主要的国产标准试剂的等级及用途

类别(级别)	相当于 IUPAC 的级	主要用途
容量工作第一基准	C	容量分析工作基准试剂的定值
容量分析工作基准	D	容量分析标准溶液的定值
容量分析标准	E	容量分析法测定物质的含量
一级 pH 基准试剂	C	pH 基准试剂的定值和高精密度 pH 计的校准
pH 基准试剂	D	pH 计的校准(定位)
气相色谱分析标准		气相色谱法进行定性和定量分析的标准
农药分析标准		农药分析
临床分析标准溶液		临床化验
热值分析标准		热值分析仪的标定
有机元素分析标准	E	有机物的元素分析

2. 一般试剂

一般试剂是实验室最普遍使用的试剂,包括通用的一、二、三级(四级试剂已很少见)试剂及生化试剂。一般试剂的分级、标志、标签颜色及主要用途列于表 1-4。表中所列标签颜色为国家标准《化学试剂包装及标志》(GB 15346-94)中所规定,该标准还规定基准试剂的标签使用浅绿色,其他类别的试剂均不得使用上述五种颜色。

表 1-4 一般试剂的等级及用途

级别	中文名称	英文符号	标签颜色	主要用途
一级	优级纯	GR	深绿	精密分析实验
二级	分析纯	AR	金光红	一般分析实验
三级	化学纯	CP	中蓝	一般分析实验
生化试剂	生化试剂, 生物染色剂	BP	咖啡色,玫红色	生物化学实验

指示剂也属于一般试剂。

按规定,试剂瓶的标签上应标示出试剂的名称、化学式、摩尔质量、级别、技术

规格(主体含量及杂质含量)、净重或体积、产品标号、生产许可证号(常用试剂)、生产批号、厂名等,危险品和毒品还应印有相应的标记(亦有国家标准)。除生产批号可采用标打方式外,其余内容不得采用标打或书写方式。

3. 高纯试剂

高纯试剂的特点是杂质含量很低(比优级纯或基准试剂都低),其主体含量一般与优级纯试剂相当,而且规定检测的杂质项目比同种优级纯试剂或基准试剂多一至二倍,表 1-5 列出了优级纯和高纯盐酸的主要技术指标,从该表中的数据可明显地看出上述特点。

表 1-5 优级纯和高纯盐酸的技术指标

成分(%)		优级纯	高纯				
主体	HCl	36 ~ 38	35 ~ 38				
杂质最高含量	灼烧残渣 (以硫酸盐计)	0.0005	—	硅酸盐 (SiO ₂)	0.00005	镍(Ni)	0.000005
	游离氯(Cl ₂)	0.00005	0.0002	硼(B)	0.000001	锌(Zn)	0.000003
	硫酸盐(SO ₄ ²⁻)	0.0001	0.00005	镁(Mg)	0.000004	银(Ag)	0.000005
	亚硫酸盐(SO ₃ ²⁻)	0.0001	—	铝(Al)	0.000003	铋(Sb)	0.000005
	铁(Fe)	0.00001	0.000002	磷(P)	0.00001	铋(Bi)	0.0000005
	铜(Cu)	0.00001	0.0000005	钙(Ca)	0.000005		
	砷(As)	0.000003	0.00000075	钛(Ti)	0.0000005		
	锡(Sn)	0.0001	0.000005	铬(Cr)	0.0000005		
	铅(Pb)	0.00001	0.0000005	锰(Mn)	0.0000005		
	外观	合格	合格	钴(Co)	0.0000005		
标准号		GB622-89	企业 U · P0-002				

高纯试剂主要用于微量或痕量分析中试样的分解及试液的制备。例如,测定某试样中痕量的铅,其含量约为 0.0001%,若用 20mL 优级纯盐酸分解 2g 试样,则由盐酸试剂所引入的铅可能达到被测试样铅含量的 2 倍,在这样高的空白值下进行测定结果将很不可靠。如改用高纯盐酸分解试样,就可明显地降低试剂的空白值。

高纯试剂也属于通用试剂,例如 HCl、HClO₄、NH₃·H₂O、Na₂CO₃ 等。目前只有 8 种高纯试剂颁布了国家标准,其余的高纯试剂产品一般是执行企业标准。各厂家对





这类试剂的叫法也不一致,有的产品标签上写“特纯”或“超纯”试剂等。选用高纯试剂时应注意产品标签上标示的杂质含量是否符合实验要求。

4. 专用试剂

专用试剂是指具有专门用途的试剂。例如仪器分析专用试剂中有色谱分析标准试剂、气相色谱载体及固定液、液相色谱填料、薄层分析试剂、紫外及红外光谱纯试剂、核磁共振分析用试剂、光谱纯试剂等。与高纯试剂相似之处是,专用试剂不仅主体含量较高,而且杂质含量很低。它与高纯试剂的区别是,在特定的用途中(如发射光谱分析)有干扰的杂质成分只须控制在不至于产生明显干扰的限度以下。专用试剂的品种繁多,还有生产金属氧化物半导体电路用的“MOS”级试剂、生产半导体纤维用的光导纤维试剂等,后两类试剂的杂质含量更低,单项指标为 $10^{-5}\%$ ~ $10^{-7}\%$ 。

(二) 化学试剂的选用

要根据所做实验的具体情况,例如分析方法及其灵敏度与选择性、分析对象的含量及对分析结果准确度的要求等,合理地选用相应级别的试剂。高纯试剂和基准试剂的价格比一般试剂高数倍乃至数十倍,因此,在能满足实验要求的前提下,选用试剂的级别应就低而不就高。试剂的选用应考虑以下几点:

1. 滴定分析中常用的标准溶液,一般应先用分析纯试剂进行粗略配制,再用工作基准试剂进行标定。在某些情况下(例如对分析结果要求不很高的实验)也可用优级纯试剂代替工作基准试剂。如果实验所用标准溶液的量很少,也可用工作基准试剂直接配制标准溶液。滴定分析中所用的其他试剂一般为分析纯。

2. 仪器分析实验中一般使用优级纯、分析纯或专用试剂,测定痕量成分时应选用高纯试剂。

3. 很多种试剂就其主体含量而言,优级纯和分析纯相同或相近,只是杂质含量不同。如果实验对所用试剂的主体含量要求高,则应选用分析纯试剂(在常量化学分析中往往如此)。如果所做实验对试剂的杂质含量要求很严格,应选用优级纯试剂。

4. 如果现有试剂的纯度不能满足某种实验的要求时,或对试剂的质量有怀疑时,可对试剂进行适当的检验或进行一次乃至多次提纯后再使用。

5. 试剂在使用和存放过程中要保持清洁,防止污染或变质。用毕盖严,多取的试剂一般不允许倒回原试剂瓶。氧化剂、还原剂必须密封、避光保存,易挥发及低沸点试剂应低温存放,存放易燃、易爆试剂要有安全措施,剧毒试剂要专门保管,发现