

分析 化学 实验

大连理工大学出版社

分析化学实验

大连理工大学《分析化学实验》编写组编

大连理工大学出版社

内 容 提 要

本书为适用于高等工业学校的分析化学实验教材。全书分为两部分：第一部分介绍分析化学实验中的基本知识，定量分析中常用仪器和基本操作，实验数据的微机处理等；第二部分列出了42个实验，内容包括酸碱滴定，沉淀滴定，配位滴定，氧化还原滴定，重量法，分光光度法，原子吸收分光光度法，火焰光度法，电位法，伏安法，色谱法和定量分析中的分离方法等各方面。本书也可供从事分析工作的有关技术人员参考。

分 析 化 学 实 验

Fenxi Huaxue Shiyān

大连理工大学《分析化学实验》编写组

大连理工大学出版社出版 辽宁省新华书店 印
(大连市凌水河) 新金县福利印刷厂印刷

开本· 787×1092 1/32 印张· 8¹⁶ 字数 174千
1989年 8月第1版 1989年 8月第1次印刷
印数：0001—3000册

责任编辑：钱京姬

封面设计：高长斌

责任校对：寸 士

ISBN 7-5611-0147-3/O·23 定 价：1.46元

前 言

本书是根据《高等工业学校分析化学课程教学基本要求》，在我校历届自编的《分析化学实验讲义》的基础上经补充修订编成的。在实验安排中，力求循序渐进地通过实验训练，培养学生良好的科学作风，使学生加深对基本分析方法和原理的理解，逐渐掌握分析化学的基本操作技能，为今后的学习和工作打下必要的基础。

书中列出的实验，打*号的为必做实验，其余为选做实验。

从分析化学的发展看，仪器分析占有越来越重要的地位，所以在本次修订中，适当增加了仪器分析的内容，以供有关专业的学生选做。然而，从对学生进行分析化学基本训练的角度看，仍应以化学分析为重点。

为了培养学生运用分析化学知识分析问题和解决问题的能力，在实验的最后补充了一个综合设计实验，时间可占2~3个单元。在这个实验中，只写了一些原则性的指导意见，并列出一一些可供选择的内容和有关参考资料。具体的做法由指导教师根据自己的经验加以处理。

参加本书修订编写工作的有：邹运香（实验1~8），张惠馥（实验9、38~40），万世珍（实验10~14、21），杨紫华（实验15~20），许锦裳（实验22~26及1.7），宫为民（实验28~32及1.8、1.9），张述忠（实验33~37及1.10），赵国良（其余部分及全书的统一工作）。

由于水平所限，本书错漏之处在所难免，希读者指正。

编 者

目 录

第一部分

- 1.1 绪言..... (1)
- 1.2 分析化学实验室规则..... (3)
- 1.3 实验中的有关基本知识..... (4)
- 1.4 分析天平和称量方法..... (7)
- 1.5 滴定分析仪器和基本操作..... (21)
- 1.6 重量分析基本操作..... (32)
- 1.7 分光光度法测定用仪器与操作..... (44)
- 1.8 原子吸收分光光度法测定时仪器工作条件的选择..... (54)
- 1.9 电位分析用仪器及操作..... (58)
- 1.10 气相色谱分析用仪器及操作..... (66)
- 1.11 实验数据的微机处理..... (70)

第二部分

- *实验 1 分析天平的称量练习..... (80)
- *实验 2 容量器皿的校准..... (83)
- *实验 3 酸碱标准溶液的配制和浓度比值的测定..... (87)
- *实验 4 盐酸标准溶液的标定..... (93)
- 实验 5 氢氧化钠标准溶液的标定..... (97)
- *实验 6 碱灰中总碱度的测定..... (98)
- 实验 7 碱液中氢氧化钠及碳酸钠含量的测定

	(双指示剂法)	(101)
实验 8	铵盐中氮含量的测定 (甲醛法)	(104)
实验 9	氯化物中氯含量的测定 (银量法) ...	(106)
*实验 10	EDTA 标准溶液的配制和标定	(110)
实验 11	水的总硬度的测定 (配位滴定法) ...	(114)
*实验 12	钙、镁混合液中钙、镁含量的测定 (配位滴定法)	(116)
实验 13	铁、铝混合液中铁、铝含量的连续测定 (配位滴定法)	(118)
实验 14	铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定 (配位滴定法)	(123)
*实验 15	高锰酸钾标准溶液的配制及标定	(125)
*实验 16	钙盐中钙的测定 (氧化还原法)	(128)
*实验 17	重铬酸钾法测定铁	(131)
*实验 18	硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定 ...	(135)
*实验 19	间接碘法测定铜盐中的铜含量	(139)
实验 20	工业苯酚纯度的测定 (氧化还原法)	(141)
实验 21	水泥熟料中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定	(143)
实验 22	氯化钡中结晶水的测定 (重量法) ...	(151)
实验 23	重量法测定 SO_4^{2-}	(153)
*实验 24	分光光度法测定铁	(156)
实验 25	分光光度法测定铬和锰	(162)
实验 26	紫外分光光度法测定苯酚	(166)
实验 27	火焰光度法测定水中的钠	(168)

实验28	原子吸收分光光度法测定自来水中的钙和镁·····	(170)
*实验29	溶液中 I^- 和 Cl^- 的连续测定(电位滴定法)·····	(175)
*实验30	离子选择电极法测定水中氟的含量·····	(180)
实验31	铜离子选择电极性能的测试·····	(187)
实验32	阳极溶出伏安法测定水中微量铅·····	(191)
*实验33	空气中氧、氮的定性定量分析(气相色谱法)·····	(195)
实验34	载气最佳流速和色谱柱最小理论塔板高度的测定·····	(201)
*实验35	醇系物的分析(气相色谱法)·····	(205)
实验36	二甲苯异构体的分析(气相色谱法)·····	(211)
实验37	多核芳烃的分离(高效液相色谱法)·····	(218)
实验38	铁、钴、镍的纸上层析分离·····	(223)
实验39	镍和钴的离子交换分离和分光光度测定·····	(226)
实验40	Mn^{2+} 、 Co^{2+} 、 Fe^{3+} 离子交换层析分离与测定·····	(233)
实验41	合金钢中微量铜的萃取光度测定·····	(236)
实验42	分析方案设计·····	(238)
附表1	国际原子量表·····	(242)
附表2	常用化合物的摩尔质量(g/mol)·····	(243)

附表3	常用酸碱试剂浓度及相对密度	(245)
附表4	常用指示剂	(246)
附表5	常用缓冲溶液	(248)
附表6	常用基准物及其干燥条件	(249)
主要参考书目	(250)

第一部分

1.1 绪 言

分析化学是一门实践性很强的课程，实验课在其中占有特别重要的地位。

分析化学实验的主要任务是结合实验室实践，使学生加深对基本分析方法和原理的理解，掌握分析化学的基本操作和技能，以及分析结果的处理方法，为学习后继课程和今后解决生产与科学研究中的有关分析问题打下基础。定量分析着重使学生建立准确的“量”的概念，实验的要求是严格的，通过这种严格的科学实验训练，旨在培养学生良好的实验习惯和严谨细致、实事求是的科学作风，并逐渐使其具备科技人员应有的素质。诺贝尔奖金获得者穆立根（Muliken）说过：

“我想，正是在定量化学分析课程中，才真正使我开始重视科学方法及其严格性……清晰的思维，细致的技术和高度的耐心是没有其他捷径可以超越的。后来我发现，在通常称作‘研究’的活动中，总是需要这类不同寻常的方法。”因此，每个学习本课程的学生，不管他们将来是否直接从事分析工作，定量分析实验的严格训练对于他们来说都是有重要意义的。

为了更好地达到预期的目的，我们对学生提出以下要求：

1. 实验前做好预习。不但要认真预习实验部分的具体内容，还应复习与实验有关的理论，阅读本书第一部分有关仪器与操作的论述。预习是做好实验的基础，通过预习要了解实验的目的、原理、步骤、计算方法和注意事项，并在此基础上拟出实验程序，这样实验时才能主动。没有预习的学生不得进行实验，因为那样不会收到实验预期的效果。

2. 实验时必须严格遵守有关操作规程，注意掌握正确的操作方法；实验进行要井井有条、认真细致，要保持桌面整洁，注意培养良好的实验习惯；对每一实验步骤都应积极思考其目的和作用，细心观察实验现象，注意理论联系实际，培养分析问题和解决问题的能力。

3. 科学实验的原始记录是非常宝贵的资料，所以要注意学习做好实验记录。实验记录应包括实验项目、实验日期、实验的主要步骤和条件、实验结果等项，一定要实事求是地当时记录清楚。记录不但要自己看懂，也应让别人看懂。实验数据不得任意涂改。如果记错了，可以在原数字上划一直线，再将正确的数字清晰地写在其旁边。记录本和篇页都应编号，不得随意撕去。

4. 各实验对准确度或精密度都有一定的要求，如达不到，要自觉地重做实验。千万不要私自凑数据。应当知道，不实事求是为科学之大忌。

5. 要写好实验报告。实验报告应在原始记录的基础上写成。报告要求字迹工整，文字通顺，图表清楚。最后根据自己的体会进行讨论或写出结论。

1.2 分析化学实验室规则

分析化学实验室是进行科学实验及对学生进行科学训练的场所，进入实验室做实验的学生都应遵守以下规则：

1. 除实验用物品（如实验讲义、记录本等）外，其他一律不准带入实验室。

2. 室内要保持安静、整洁，不要大声喧哗。

3. 实验前应查对仪器数量、质量和药品种类。发现问题及时报告指导教师。实验完毕必须清洗所用器皿，整理药品，洗瓶灌满纯水。

4. 实验要在指定的桌面上进行，不得乱窜位置。注意保持桌面整洁和节约煤气、水、电、药品等。实验过程中未经教师许可，不得随意离开实验室。

5. 任何固体物、有腐蚀性的物质（如无机酸等）、严重污染环境的物质或可能引起其他危险的废弃物不得随意倒入水槽中。

6. 公共药品和仪器用后随时放回原处。不得擅自挪用邻桌的仪器和药品，以免影响他人正常实验。

7. 爱护仪器和药品。如损坏仪器应及时登记，注明原因，交指导教师签字后补领，并根据实验室有关规定按破损原因酌情赔偿。

8. 室内的仪器药品均不得随便拿出实验室。

9. 实验完后，值日生要认真清扫地面，检查每个桌面是否整洁，并把公共用品复原。最后严格检查水、电、煤气、窗户等是否关好。

1.3 实验中的有关基本知识

1.3.1 实验室安全常识

为了确保操作者、仪器设备及实验室的安全，每个进入实验室进行实验的学生，都应遵守有关规章制度，并对一般的安全常识有所了解。

1. 避免浓酸浓碱等腐蚀性试剂溅在皮肤、衣服或鞋袜上。如遇酸、碱等溅入眼睛，应立即用大量水冲洗，然后视受伤害情况作进一步处理。

2. 试验中使用性质不明的物料时，要先用极小的量预试，不得直接去嗅，以免发生意外危险。

3. 产生有毒气体、腐蚀性气体的实验(包括用 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等溶样)，均应在通风橱中进行。操作时头部应在通风橱外面，以免中毒。

4. 使用有毒试剂时应当小心，应事先熟悉操作中的有关注意事项。氰化物、 As_2O_3 等剧毒试剂及汞盐都应特殊保管，不得随意放置。使用剧毒试剂的实验完毕后，应当及时妥善处理，避免自己或他人中毒。

5. 使用 CS_2 、乙醚、苯等易燃物品时，附近不能有明火或热源。

6. 易燃或有毒的挥发性有机物用后都应收集于指定的密闭容器中。

7. 防止煤气、氢气等可燃气体泄漏在室内，以免发生煤气中毒或引起爆炸。

8. 特殊仪器及设备应在熟悉其性能及使用方法后方可

动用，并严格按照说明书操作。当情况不明时，不得随便接通仪器电源或扳动旋钮。

9. 普通的玻璃瓶和容量器皿均不可加热，也不可倒入热溶液以免引起破裂或使容量不准。

10. 灼热的器皿应放在石棉网或石棉板上，不可和冷物体接触，以免破裂；也不要用手接触，以免烫伤；更不要立即放入柜内或桌面上，以免引起燃烧或烙坏桌面。

11. 点燃煤气后不得长时间离去，以免引起火灾。

12. 电烘箱、高温炉、电炉等不用时应及时将电源断开。若因用电起火时，应立即切断电源再扑救。

1.3.2 试剂使用中的一般知识

实验室所用的试剂，常按其纯度分为若干等级（见表1.3-1）。在实验中应根据工作的具体要求，选择适当等级的试剂。对于大多数分析工作，宜选用分析纯试剂。

表1.3-1 试剂的规格和适用范围

等级	名称	英文名称	符号	适用范围	标签标志
一级品	优级纯 (保证试剂)	Guaranteed reagent	G.R.	纯度很高，适用于精密分析工作	绿色
二级品	分析纯 (分析试剂)	Analytical reagent	A.R.	纯度仅次于一级品，适用于多数分析工作	红色
三级品	化学纯	Chemically pure	C.P.	纯度次于二级品，适用于一般化学实验	蓝色
四级品	实验试剂 医 用	Laboratorial reagent	L.R.	纯度较低，适用于作实验辅助试剂	棕色 或其它 颜色

除表中所列的之外，通常还有：

基准试剂，主要用于直接配制或标定标准溶液。

光谱纯试剂，主要用作光谱分析中的标准物质。

色谱纯试剂，主要用作色谱分析中的标准物质。

提供确定纯度的试剂对分析工作的成功具有重要的意义。在试剂使用中应遵守一定规则，以免其被沾污。

1. 盛试剂的瓶上都应贴有明显的标签，写明试剂的名称与规格。名称和规格不明的试剂不得随便使用。

2. 不要把试剂装入标签上名称或规格不符的容器中。

3. 取用试剂时瓶塞不可乱放。取出试剂后应立即盖好密封。

4. 取用试剂的用具要清洁干燥，并避免不同试剂的交叉沾污。

5. 除特殊情况外，一般不可把用剩的试剂放回原瓶中去。

6. 要保持试剂架、桌面和天平的清洁，要立即清除洒出的化学物质。

分析工作中用水要与试剂纯度相适应。对于一般的分析测定，可用去离子水或蒸馏水。去离子水经过离子交换处理净化，蒸馏水经过蒸馏除去不挥发性杂质。这两种经过净化的水在本书中统称为纯水（特别指定除外）。对于某些精密度高的分析工作，除选用优级试剂外，与之相应，还要用重蒸馏水。

1.3.3 实验器皿的洗涤

分析工作中所用的各种器皿，使用前必须洗净，因为少量的油污即可使液滴附着在器壁上，影响测量的准确度。

如有其他杂质未洗净，还会导致错误的分析结果。玻璃器皿洗净的标志是内壁不挂水珠。

一般玻璃器皿首先用自来水冲洗，必要时可用刷子刷洗；如内壁沾有有机物质不能为水所洗净时，可用刷子蘸取去污粉、合成洗涤剂或肥皂液等刷洗，也可用洗液浸泡数分钟至数十分钟。浸泡前应将其内壁的水尽量空干。常用洗液有铬酸洗液和碱性酒精溶液。

用过的洗液倒回原瓶中可反复使用多次。当铬酸洗液颜色变绿，表示已经失效，必须重新配制。

玻璃器皿去污后先用自来水清洗，再用纯水润冲几次，以洗去器壁残存的自来水。用水冲洗时，应采用顺壁冲洗并加摇荡和每次用水量少而多洗几次的办法。

实验器皿使用后应立即洗净，不可久置，否则污垢粘紧不易洗去。

附注：

1. 铬酸洗液：取 $K_2Cr_2O_7$ (C. P.) 20g，加热水40mL溶解，冷却，缓缓加入320mL浓硫酸。

2. 碱性酒精溶液：30~40%NaOH酒精溶液。

1.4 分析天平和称量方法

分析天平是定量分析中重要而又常用的仪器之一。常用的分析天平载重量是200g，分度值（感量）是0.1mg。

分析天平的种类很多，但都是根据杠杆原理制成的。如图1.4-1所示，设有一杠杆为ABC，B为支点，A、C两端所受的力分别为Q、P。当杠杆达到平衡时，支点两边的力矩相等：

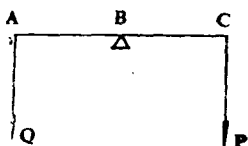


图1.4-1 杠杆作用原理

$$Q \times AB = P \times BC$$

如果天平两臂长度相等,即 $AB = BC$,则 $P = Q$ 。设 P 代表物体的重量, Q 代表砝码的重量,等臂天平到达平衡状态时,物体的质量就等于砝码的质量。若天平两臂的长度稍有差异,则在精确称量时须加以校正。

常用的分析天平有空气阻尼天平、半自动电光天平、单盘电光天平、微量天平等。下面介绍实验中常用的半自动电光天平的结构和使用方法。

1.4.1 半自动电光天平的结构

半自动电光天平是在阻尼天平的基础上发展而制成的,其结构如图1.4-2所示。

1. 天平横梁

它是天平的主要部件,由铜合金、铝合金制成,起平衡和承载物体的作用。横梁上装有三个三棱柱形的玛瑙刀。其中一个装在正中称为中刀或支点刀,刀口向下。另两个与中刀等距离地装在横梁两端,称为边刀或承重刀,刀口向上。三个玛瑙刀口的棱边完全平行,并位于同一水平面上。

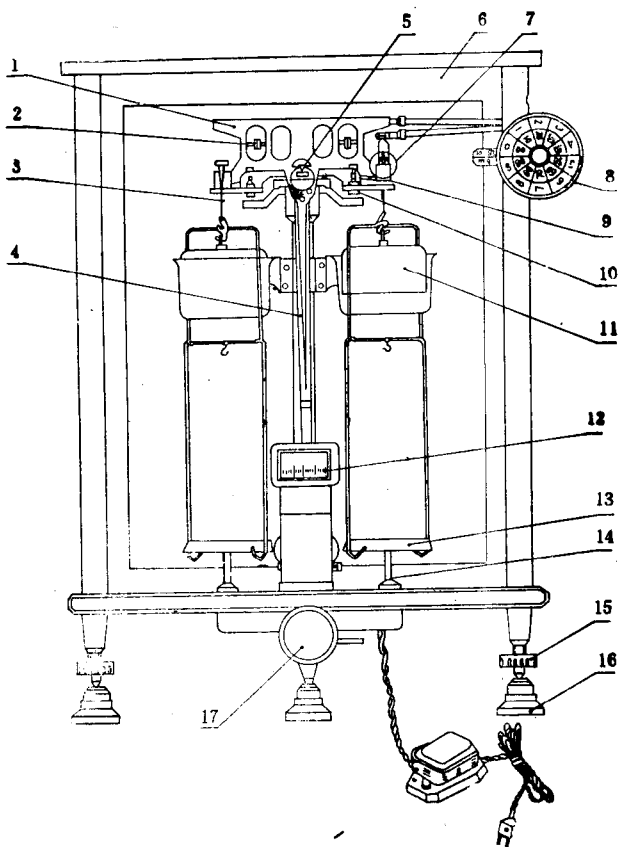


图1.4-2 半自动电光天平结构示意图

1.横梁; 2.平衡砵; 3.吊耳; 4.指针; 5.支点刀; 6.框罩;
7.环码; 8.指数盘; 9.支刀铰; 10.折叶; 11.内阻尼筒; 12.投影
屏; 13.秤盘; 14.托盘; 15.螺旋脚; 16.垫脚; 17.开关旋钮。

2. 指针

指针装在横梁的正中并与其垂直。借指针的摆动可观察