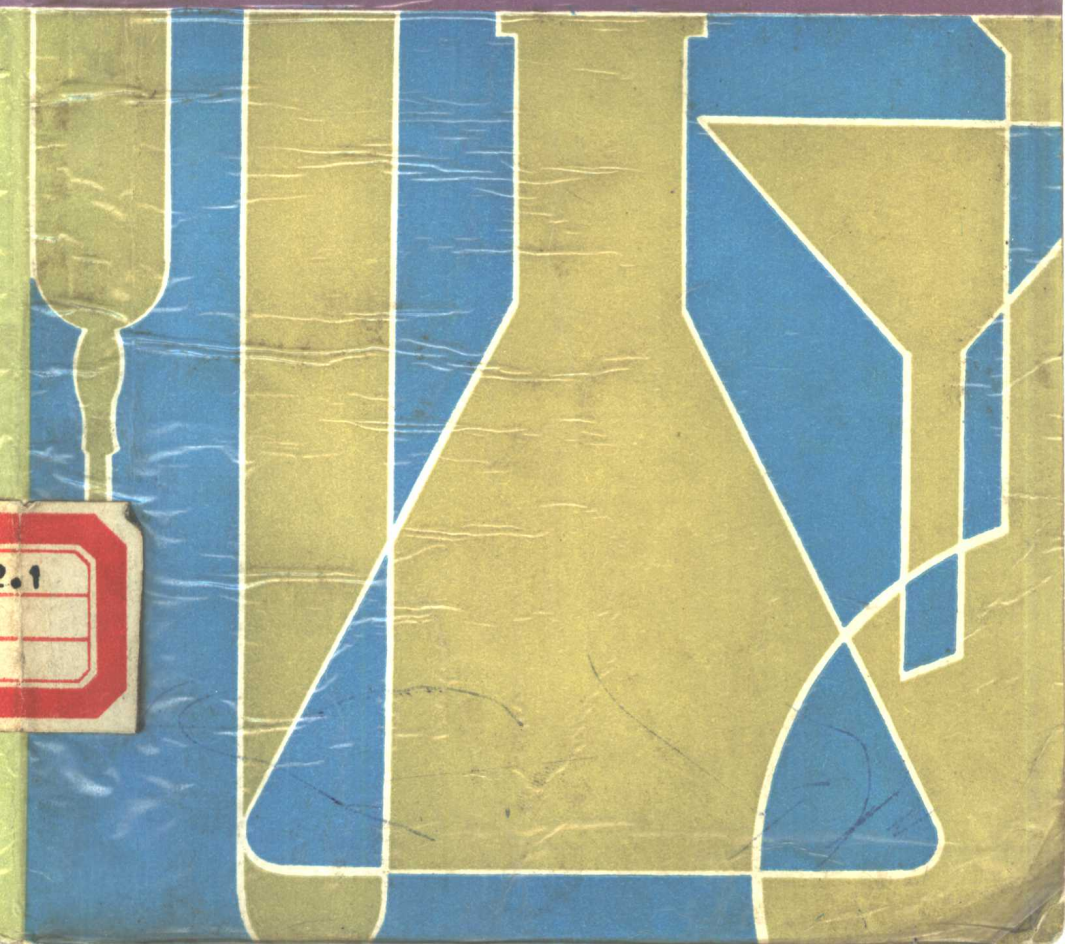


高等学校教材

(第二版)

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



高等学校教材

分析化学实验

(第二版)

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

高等学校教材
分析化学实验
(第二版)

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
上海市中华印刷厂印装

开本 850×1168 1/32 印张 13.5 字数 301,000

1982年4月第1版

1989年9月第2版 1989年9月第2次印刷

印数 0001—16,140

ISBN 7-04-002446-2/O·827

定价 2.30 元

第二版修订说明

本书第二版是根据 1987 年国家教育委员会颁布的“高等工业学校分析化学课程教学基本要求”精神和本书第一版出版以来历年各校使用的实际情况及意见,并根据分析化学发展及国内各学校的实际进行修订的。对修订特点作如下说明:

1. “分析化学课程教学基本要求”是各校教学应达到的最低要求。为了提高教学质量,在实验方面应予加强。因此第二版的实验内容比以前颁布的教学大纲所列实验要多一些。有些相近内容的方法并列几个,便于各校选择必作实验以外,还可增加选作实验。对不同实际情况下,如何恰当安排执行实验,编者根据历年执行的经验提出了一个安排建议,以供参考。

2. 对第一版中分析化学实验课的任务和要求以及一般知识和操作技术,在叙述方面作了适当的精简,但仍保留了必要的基本内容。考虑到初学者对实验结果处理和图示法常有困难,因此增加了图示法。

3. 按“分析化学课程教学基本要求”在滴定分析学完后,应安排一次学生自定方案实验,在教学后期,应安排一次综合性训练。因此在不少实验后的思考题中提出了拟定方案时需要考虑的一些问题,教学中可根据实际情况执行。最后增加了“综合实验”,以培养学生独立工作能力。对综合训练的目的、要求以及如何进行方法的选择、怎样开展实验工作和完成工作总结,作了必要的指导。除此而外,还增加了扩大知识面并富有启发性的实验思考题。

4. 全书物理量单位一律采用国家法定计量单位。在滴定分析部分,用化学计量关系进行计算。

5. 增加了“水中微量硫化物的测定”、“混合染料的薄层色谱分离和鉴别”及流动注射分析法用分光光度测定磷等几个实验,以期略为体现与分析化学学科发展相适应的科学水平,并供不同需要者选用。

6. 在第一版中分光光度法仅有一个测定铁的实验,修订时对此实验内容作了适当精简,并增加了两个实验。

7. 在电位滴定法中,除用于确定滴定终点及测定离解常数和条件电极电位的实验外,增加了松下宽法——同时测定 V_0 及形成常数的线性滴定法的实验。这样,既不增加实验负担,又可使学生认识到分析化学不仅可用于成分测定,而且还是研究化学平衡及测定常数的有力工具。

8. 增加了“高锰酸钾法测定 H_2O_2 含量”的实验。此法较“石灰石中钙的测定”节省时间,可供选用。

此外,还修改了第一版中某些不够准确的操作步骤、称样和试剂加入量以及不恰当的解释。由于实验增多,实验编号与第一版不同。

对实验建议作如下安排:

基本实验(必须保证完成的):实验一、三、四、五(或六、七)、九、十、十三、十七、十九、二十一、二十三、二十四、二十九、三十二、三十三(或三十四)、三十六(或三十七)、四十一、四十二,共 18—20 个实验,约计 60 学时。

其余实验根据各校具体情况选作,约 10 学时。

若能保证基本要求规定实验不少于 70 学时,则学生可受到较全面的训练。除基本操作技术外,还包括混合物利用双指示剂连续滴定测定分别组分、典型沉淀分离、空白试验的应用、离子选择性电极、气相色谱、薄层色谱、原子吸收、流动注射等较新实验技术。同时对测定组分含量和有关常数以及作图和数据处理等都能

得到全面训练。

有些实验在实验过程中需要放置或等候,为节省时间,可与其它实验穿插进行。

至于综合实验可视各校时间及具体条件以及学生程度适当处理。

第二版中“分析化学实验课的任务和要求”、“分析化学实验的一般知识、操作技术及实验结果的表达”、实验一至实验十六、实验二十七至实验三十一,由浙江大学分析化学教研组柯桂华执笔修订。实验十七至实验二十六、实验三十二至实验四十六,由成都科学技术大学分析化学教研组皮以璠、郭铭素、张义方执笔修订。“综合实验”由高华寿撰写。本书由高华寿主编。

第二版修订稿除承第一版时各兄弟院校继续提供宝贵意见外,并承大连理工大学赵国良副教授初审、天津大学甘渭斌副教授复审,谨此致谢。

由于编者水平有限,其中错误在所难免,敬希读者提出宝贵意见。

编 者

1988年11月

第一版前言

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、操作技术及实验结果的表达	3
1. 分析化学实验的一般知识	3
1.1 实验室注意事项	3
1.2 分析用纯水	4
1.3 试剂的一般知识	5
1.4 定量分析中的常用仪器	8
1.5 玻璃器皿的洗涤	8
2. 分析天平和称量	11
2.1 天平的种类	11
2.2 等臂双盘天平的构造	11
2.3 单盘天平	12
2.4 电子天平	13
2.5 天平的性能	14
2.6 砝码	18
2.7 称量的一般程序和方法	20
2.8 称样的方法	22
3. 玻璃量器及其使用	26
3.1 滴定管及其使用	27
3.2 吸管及其使用	35
3.3 容量瓶及其使用	36
3.4 量器的校准	37
4. 重量分析基本操作	39
4.1 溶液的蒸发	39
4.2 沉淀	40
4.3 过滤	40

4.4 沉淀的洗涤	43
4.5 沉淀的烘干和灼烧	44
4.6 灼烧后沉淀的称量	47
5. 实验数据和分析结果的表达	47
5.1 列表法	47
5.2 图解法	48
参考资料	50
实验一 分析天平的称量练习	51
实验二 滴定管、容量瓶和移液管的使用和校准练习	54
实验三 酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	58
实验四 酸碱溶液浓度的标定	64
实验五 碱灰中总碱度的测定(酸碱滴定法)	68
实验六 碱液中 NaOH 及 Na ₂ CO ₃ 含量的测定 (双指示剂法)	70
实验七 铵盐中氨的测定(甲醛-酸碱滴定法)	73
实验八 强酸、弱酸(碱)混合液中各组分的测定 (自选分析方案)	76
实验九 EDTA 标准溶液的配制和标定	78
实验十 水的硬度测定(络合滴定法)	83
实验十一 石灰石或白云石中钙、镁含量的测定 (络合滴定法)	87
实验十二 铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定 (络合滴定法)	90
实验十三 多种金属离子溶液中 Cu ²⁺ 离子含量 的测定(络合掩蔽法)	93
实验十四 氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	97
实验十五 氯化物中氯含量的测定(佛尔哈德法)	100

实验十 六	氯化物中氯含量的测定(法扬司法)	103
实验十 七	高锰酸钾标准溶液的配制和标定	105
实验十 八	过氧化氢含量的测定(高锰酸钾法)	108
实验十 九	石灰石中钙的测定	109
实验二 十	褐铁矿中铁含量的测定	114
实验二十一	碘和硫代硫酸钠标准溶液的配制和 标定	117
实验二十二	商品硫化钠总还原能力的测定	123
实验二十三	硫酸铜中铜含量的测定	125
实验二十四	工业苯酚纯度的测定	128
实验二十五	可溶性硫酸盐中硫的测定	132
实验二十六	硅酸盐中二氧化硅的测定(动物胶 重量法)	136
实验二十七	硼镁矿中硼含量的测定(离子交换 分离-酸碱滴定法)	139
实验二十八	水泥熟料中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定	143
实验二十九	邻二氮杂菲分光光度法测定铁	155
实验三 十	吸光度的加和性试验及水中微量 Cr(VI) 和 Mn(VII) 的同时测定	162
实验三十一	Al^{3+} -铬天青 S 二元络合物与 Al^{3+} - 铬天青 S-CTMAB 三元络合物的光 吸收性质的比较	167
附:	分光光度计和比色皿的使用方法	170
一、	72 型分光光度计	170
二、	721 型分光光度计	172
三、	比色皿	173

实验三十二	水的 pH 值测定(直接电位法)	175
实验三十三	醋酸(磷酸或顺丁烯二酸)的电位滴定	178
实验三十四	用重铬酸钾电位滴定硫酸亚铁铵溶液	182
实验三十五	氯化钠与碘化钠混合物的电位连续 滴定	185
实验三十六	水中微量氟的测定(离子选择电极法)	188
实验三十七	水中微量硫化物的测定(离子选择 电极法)	194
实验三十八	硼酸的电位滴定(线性滴定法)	197
	附: 酸度计的结构和使用方法	201
实验三十九	C_1-C_3 的混合气的分析	205
实验四十	苯系物的分析(附: 保留值、分离度、 校正因子的测定)	208
实验四十一	醇系物的分析	214
	附: 气相色谱仪的使用方法	216
实验四十二	自来水中镁的测定	220
实验四十三	排放水中铜、铬、锌及镍的测定	224
	附: 原子吸收分光光度计的使用方法及注意事项	227
实验四十四	混合染料的薄层色谱分离和鉴别	229
实验四十五	自来水中磷含量的测定(FIA-分光 光度法)	234
实验四十六	综合实验	238
附录		242
表 1	相对原子质量表	242
表 2	常用化合物的相对分子质量表	243
表 3	常用酸碱溶液的配制	245
表 4	常用指示剂	246

表 5 常用缓冲溶液.....	248
表 6 常用基准物及其干燥条件.....	249
表 7 常用洗涤剂.....	250
表 8 常用熔剂和坩埚.....	251
表 9 滤器及其使用.....	252
表 10 学生常用分析化学实验仪器表	253
参考资料	255

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,掌握分析化学实验的基本操作技能,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,为学习后继课程和将来从事实际工作打下必要的基础。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、有关原理、操作的主要步骤及注意事项,做到心中有数。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,可能出现什么现象等等,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及注意应注意之处。在使用不熟悉其性能的仪器和试剂之前,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. 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。及时洗涤、清理仪器,切断(或关闭)电源、水阀和气路。

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,实验主要步骤的简要描述(可用箭头流程图表示),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。

其中前五项及记录表格应在实验预习时写好,其余内容则应在实验过程中以及实验结束时填写。

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。报告示例见后。

(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) 记录本的篇页都应编号,不要随便撕去。严禁在小片纸上记录实验数据和现象。

(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。

分析化学实验的一般知识、操作技术 及实验结果的表达

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。
- (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) 保持水槽清洁, 切勿把固体物品投入水槽中。废纸和废屑应投入废纸箱内, 废酸和废碱应小心倒入废液缸内, 切勿倒入水槽, 以免腐蚀下水道。
- (4) 爱护仪器, 节约试剂、水和电等。
- (5) 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。
- (6) 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。
- (7) 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。
- (8) 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。
- (9) 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。