



高职高专教材

分析化学实验

第二版

► 苗凤琴 于世林 编



化学工业出版社

教材出版中心

高 职 高 专 教 材

分析化学实验

第二版

苗凤琴 于世林 编



化 学 工 业 出 版 社
教 材 出 版 中 心

· 北 京 ·

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验/苗凤琴,于世林编. —2版. —北京:
化学工业出版社, 2006.1

高职高专教材

ISBN 7-5025-8081-6

I. 分… II. ①苗…②于… III. 分析化学-化学实
验-高等学校:技术学院-教材 IV. 0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 000304 号

**高职高专教材
分析化学实验
第二版**

苗凤琴 于世林 编

责任编辑:陈有华

文字编辑:晁景岩

责任校对:陶燕华

封面设计:郑小红

*

化学工业出版社
教材出版中心

出版发行

(北京市朝阳区惠新里3号 邮政编码 100029)

购书咨询:(010) 64982530

(010) 64918013

购书传真:(010) 64982630

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销
北京市昌平振南印刷厂印刷

三河市宇新装订厂装订

开本 850mm×1168mm 1/32 印张 8½ 字数 213 千字

2006年3月第2版 2006年3月北京第7次印刷

ISBN 7-5025-8081-6

定 价: 15.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者,本社发行部负责退换

前 言

本书为高职高专《分析化学》的配套教材。

分析化学实验内容包括五个部分：分析化学实验课前教育；分析化学仪器与基本操作；分析化学实验室基本知识；化学分析法基本操作训练及在常量分析中的应用；仪器分析法的应用。最后配有附录。

本书力求将教学与实验相融合，引导学生掌握正确的操作方法，培养科学态度，做到实验测量数据可靠，通过综合性实验培养学生分析问题、解决问题的能力。在内容选材上拓宽基础知识的应用，重视常量分析和微量分析的基本训练。

使用本书时，建议在实验安排上分为四个阶段进行。

- ① 化学分析基本操作训练；
- ② 容量分析标准溶液浓度标定训练；
- ③ 化学分析法基本操作考核与综合性实验考核；
- ④ 仪器分析法（根据具备的仪器条件选择不同的方法）。

上述四个阶段安排，基点放在让学生掌握基本操作，培养学生科学的实验态度，提高查阅资料的能力及独立连续进行实验的能力。本书提供的实验项目较多，教学安排可有一定的灵活性，以方便各校结合专业特点自由取舍。

本次修订删除了双盘天平，增加了电子天平的内容。

由于作者水平有限，恳请读者批评、指正。

编者

2005 年 9 月

第一版前言

分析化学教学正面临知识体系的更新和课程设置的改革。分析化学实验作为一门独立课程开设，是教学改革成果，反映了本课程在培养化学工艺类专门人才方面的作用。

本书内容包括五部分：分析化学实验课前教育；分析仪器与基本操作；分析化学实验室基本知识；分析化学实验和附录。

本书特点是将教学与实验融合起来，力图符合大专院校工艺类专业设课要求，引导学生掌握正确操作方法，培养学生科学态度，做到实验测量数据可靠，通过综合性实验培养学生分析问题、解决问题的能力。在内容选材上拓宽基础知识的应用，重视常量分析和微量分析的基本训练。

使用本书时，建议在实验安排上分为四个阶段进行。第一阶段为化学分析基本操作训练；第二阶段为标准溶液浓度标定训练；第三阶段为基本操作考核与综合性实验考核，并评定实验成绩；第四阶段为仪器分析法学习。对上述实验阶段安排建议，是基于在课程改革中把基点放在让学生掌握基本操作，培养学生科学的实验态度、查阅资料的能力及独立连续进行实验的能力。这是我们多年教学实践的体会，仅供各校参考。对于仪器分析法实验安排受各校仪器设备限制，不做统一规定和考核。总之我们认为，在分析化学实验教学改革目标一致的前提下，内容选取、教学安排可以有一定灵活性，为此本书提供的实验项目远远多于给定的实验学时，以方便各校结合专业特点去取舍。

全书分为八章，化学分析法由苗凤琴编写，仪器分析法由于世

林编写，部分章节及实验由杜洪光编写。其中化学分析法的应用实验十六至二十四，参照环境、食品、盐化工、试剂、工业循环冷却水等标准及专著，经学生综合实验实践后改编而成；仪器分析法实验摘自轻化工类高等学校仪器分析实验系列教材；化学分析法图表主要摘自北京大学分析教研室编写的《基础分析化学实验》。上述被引入本教材的各方法原著均一一列入参考书目，并在此对原著作者致谢。全书由北京大学常文保教授审阅并提出了宝贵意见，编者深表感谢。由于编者水平有限，错误、不足之处在所难免，恳请读者批评、指正。

编者

1998年1月

内 容 提 要

本书是《分析化学》的配套教材，在内容选取上拓宽了基础知识的应用，重视常量分析和微量分析的基本训练，有利于引导学生掌握正确的操作方法，培养学生分析问题、解决问题的能力。

本版在第一版的基础上进一步精选原有实验内容，增强实用性，注重技能训练。在分析化学仪器与基本操作部分，删除了双盘天平，增加了电子天平的内容；在化学分析法基本操作训练和浓度标定训练部分，增强了化学分析在常量分析中典型、实用价值高的测定内容；在仪器分析实验中更新了部分内容，适应当前仪器分析应用日益广泛的总趋势。

本书适合作为高职高专化学、化工和分析化学专业的教材。

目 录

第一章 分析化学实验课前教育	1
一、开设目的	1
二、实验成绩评定	1
三、各项考核具体要求	1
四、怎样做好分析化学实验	2
五、实验室规则	2
第二章 分析化学仪器与基本操作	4
第一节 分析天平	4
一、国产天平型号、规格、分类	4
二、单盘天平（以 DT-100 为例）	6
三、电子天平	10
四、天平使用规则	13
五、试样的称量方法	14
六、称量误差分析	15
第二节 定量分析用玻璃仪器与洗涤技术	17
一、定量分析常用玻璃仪器	17
二、定量分析常用玻璃仪器洗涤技术	21
第三节 滴定分析常用仪器与滴定分析基本操作	25
一、移液管、吸量管洗涤方法与使用	25
二、容量瓶	28
三、滴定管	29
第四节 容量仪器的校正	33

一、绝对校正	34
二、相对校正	35
三、温度改变时溶液体积的校正	35
第五节 称量分析基本操作	36
一、样品的溶解	36
二、沉淀	36
三、过滤和洗涤	37
四、沉淀的干燥和灼烧	41
第六节 实验数据记录、报告范例	43
一、实验记录范例	43
二、实验报告范例	45

第三章 分析化学实验室基本知识

第一节 分析化学实验室质量控制、质量保证	47
第二节 分析化学实验用水	52
一、源水、纯水、高纯水的概念	52
二、纯水、高纯水制备工艺简介	53
三、纯水与高纯水水质标准	53
四、蒸馏法制纯水与离子交换法制纯水的比较	54
第三节 化学试剂	57
一、试剂种类	57
二、试剂的选用	58
第四节 标准物质、标准溶液	58
一、标准物质	58
二、标准溶液	58
第五节 分析人员的环境意识	59
一、了解化学物质毒性，正确使用和贮存	59
二、了解有毒化学品新的名单及危害分级	60
三、对实验室三废进行简单的无害化处理	62

第四章 化学分析法基本操作训练	64
实验一 定量分析仪器清点、验收、洗涤	64
实验二 天平称量练习 (一)	64
实验三 天平称量练习 (二)	66
实验四 容量仪器的洗涤和移液管、容量瓶的相对校正	67
实验五 滴定管的绝对校正	68
实验六 酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	69
实验七 称量分析法基本操作练习 (一) (选做)	
——天然水矿化度测定	72
实验七 称量分析法基本操作练习 (二) (选做)	
——废水悬浮物测定	73
实验七 称量分析法基本操作练习 (三) (选做)	
——食品中水分、灰分测定	74
实验八 氯化钡中钡含量的测定 (选做)	77
第五章 滴定分析用标准溶液浓度标定训练	80
实验九 盐酸标准溶液浓度的标定	80
实验十 氢氧化钠标准溶液浓度的标定	81
实验十一 EDTA 标准溶液的配制和标定	82
实验十二 高锰酸钾标准溶液的配制和标定	84
实验十三 硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	85
实验十四 碘标准溶液的配制和标定 (选做)	88
实验十五 硝酸银标准溶液的配制和标定 (选做)	89
第六章 化学分析法实验考核	92
一、定量分析基本操作考试	92
二、综合性实验考试	95

第七章 化学分析法在常量分析中的应用

(综合性实验)	99
实验十六 混合碱含量的测定	99
实验十七 食用醋质量和植物油酸值测定	101
实验十八 中和法测定铵盐、氨基酸中的氮含量	103
实验十九 EDTA 滴定法应用 (一)	
——钙镁含量测定	105
实验十九 EDTA 滴定法应用 (二)	
——铅铋合金中 Bi、Pb 连续滴定	109
实验十九 EDTA 滴定法应用 (三)	
——工业固体废物浸出液、废气烟尘中 Pb 含量测定	111
实验二十 KMnO_4 滴定法应用 (一)	
——水中化学需氧量 (COD) 测定	112
实验二十 KMnO_4 滴定法应用 (二)	
——药品 FeSO_4 、 H_2O_2 含量测定	113
实验二十 KMnO_4 滴定法应用 (三)	
——植物油氧化值测定	114
实验二十一 碘量法应用 (一)	
——维生素 C 的含量测定	115
实验二十一 碘量法应用 (二)	
——铜合金中铜含量的测定	116
实验二十一 碘量法应用 (三)	
——漂白粉有效氯的测定	118
实验二十一 碘量法应用 (四)	
——废水中硫化物的测定	119
实验二十二 溴量法应用 (一)	
——溴量法测废水中苯酚含量	121
实验二十二 溴量法应用 (二)	

	——霍夫曼法测定化妆品用油脂碘值	122
实验二十三	银量法应用 (一)	
	——摩尔法测氯化物含量	124
实验二十三	银量法应用 (二)	
	——佛尔哈德法测酱油中 NaCl 含量	126
实验二十四	样品全分析 (一)	
	——化工产品 KCl 中 K^+ 、 Mg^{2+} 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 含量测定	127
实验二十四	样品全分析 (二)	
	——工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中铁、铝、 钙、镁、锌、铜含量 EDTA 滴定法测定	131
第八章	仪器分析法的应用	137
实验二十五	分光光度法: 721 型分光光度计仪器调校	137
实验二十六	分光光度法: 吸收曲线、工作曲线绘制及水中微 量铁测定	141
实验二十七	紫外吸收光谱法: 共轭结构化合物发色基团 的鉴别	144
实验二十八	紫外吸收光谱法: 苯的 B 吸收带精细结构 及正己烷中微量苯的测定	147
实验二十九	紫外吸收光谱法: 维生素 C 和维生素 E 的 同时测定	149
实验三十	紫外吸收光谱法: 双组分表面活性剂混合物的 定量分析	151
附	计算程序及使用说明	157
实验三十一	红外吸收光谱法: 聚乙烯塑料材质分析	160
实验三十二	红外吸收光谱法: 正己胺的分析	162
实验三十三	原子发射光谱法: 摄谱试样预处理、感光板的 暗室处理和摄谱技术	164
实验三十四	原子发射光谱法: 乳剂特性曲线的绘制	172

实验三十五	原子发射光谱法：特种钢中杂质元素的定性分析	175
实验三十六	原子发射光谱法：高纯石墨电极中痕量杂质元素的定性分析	176
实验三十七	原子发射光谱法：黄酒中钙、镁、铜、铁和锰的测定 (ICP)	178
实验三十八	原子吸收光谱法：原子吸收光谱仪最佳操作条件选择	181
实验三十九	原子吸收光谱法：人发中锌元素含量的测定	184
实验四十	原子吸收光谱法：石墨炉原子吸收光谱仪最佳操作条件选择	186
实验四十一	原子吸收光谱法：饮用水中痕量铜和铬的测定 (石墨炉)	190
实验四十二	电位分析法：测定工业废水的 pH	193
实验四十三	电位分析法：氯离子选择性电极性能测试	194
实验四十四	电位分析法：饮用水中氟含量测定——工作曲线法	196
实验四十五	电位分析法：PVC 钙液膜电极的工作曲线法及电位滴定法测定钙含量	199
实验四十六	库仑分析法：测定石油产品中微量水	203
实验四十七	库仑分析法：库仑滴定法测定痕量砷	206
实验四十八	阳极溶出伏安法测铜	209
实验四十九	气相色谱分析法：保留指数定性	211
实验五十	气相色谱分析法：峰面积及校正因子的测量	213
实验五十一	气相色谱分析法：气-液填充色谱柱的制备及评价	215
实验五十二	气相色谱分析法：柱温、载气流速对气相色谱分离度的影响	219
实验五十三	气相色谱分析法：煤气中氧、氮、一氧化碳、甲烷的分离测定	222
实验五十四	气相色谱分析法：毛细管柱安装及基本性能	

	评价指标的测定与计算	224
实验五十五	气相色谱分析法：毛细管气相色谱法直接进样 分离白酒中微量香味化合物	227
实验五十六	高效液相色谱分析法：柱填充技术和柱性能考察 ..	230
实验五十七	高效液相色谱分析法：咖啡、茶叶中咖啡因 含量的分析	234
实验五十八	高效液相色谱分析法：反相离子对色谱中 t_M 的测定	236
实验五十九	高效液相色谱分析法：二元梯度洗脱与恒定 洗脱对比	238
实验六十	高效液相色谱分析法：反相离子对色谱分离水溶 性维生素	240
附录		243
附表 1	常用酸碱指示剂	243
附表 2	泛用酸碱指示剂	244
附表 3	常用的缓冲溶液	244
附表 4	几种常用缓冲剂的 pK_a 值	245
附表 5	非水滴定常用酸碱指示剂	246
附表 6	无机分析常用基准物	246
附表 7	有机分析常用基准物	247
附表 8	无机分析中常用标准溶液	248
附表 9	有机分析中常用标准溶液	249
附表 10	pH 标准试剂	250
附表 11	pH 标准缓冲溶液	250
附表 12	常用干燥剂	251
附表 13	市售酸碱试剂的含量及密度	251
附表 14	常用冷却剂	251
参考文献		253

第一章

分析化学实验课前教育

经过课程改革，分析化学实验作为一门独立的课程开设，实行考试制度。

一、开设目的

1. 正确使用化学分析仪器，掌握基本操作；
2. 经过实验学习，达到测定数据准确可靠；
3. 培养实事求是的科学态度、良好的实验习惯、独立进行实验的能力。

二、实验成绩评定

学生成绩由以下实验成绩累积。

基本操作占 40%~60%；

综合实验占 60%~40%；

平时实验 交报告、给评语，不计入实验成绩。

三、各项考核具体要求

1. 基本操作（见第六章）

2. 实验数据

本着循序渐进的精神，在不同实验阶段，按不同精密度、准确度要求同学。学生每次实验结束填卡，将记录本交教师签字。

3. 实验习惯

除遵守实验室规则外，对实验记录及报告特作如下规定。

实验必须有专用记录本，每次实验要注明日期，数字记录用钢

笔或圆珠笔，有效数字应符合要求，错误数字更改按要求划一单线，不得在原处涂抹。

实验报告需用学校报告纸。内容包括方法原理、仪器试剂〔名称、规格（浓度）、数量（配制方法）〕、测定步骤、数据及处理、结论及误差分析五项，字迹要清楚，内容要齐全。

四、怎样做好分析化学实验

学好本课是同学们的共同要求，在了解了课程设置目的及考核内容之后，对怎样做好分析化学实验要心中有数。

首先是实验前预习。了解实验内容，复习有关理论，在理论指导下分析实验误差来源。在预习过程中按要求计算称样范围，列出仪器清单，制定简单工作计划，明确先做什么、后做什么，哪些是关键操作要做准、哪些是辅助环节要做得迅速，以培养自己独立实验的能力。

第二，正确掌握基本操作、培养良好的实验习惯是获取准确数据的必要条件，因此必须以高标准严格要求自己。

第三，实事求是的科学态度。实验能力是长时间实验室训练结果的综合表现，不能急于求成，学习中要经得住失败。学习者要承认差异是客观存在的，重要的是善于总结实验中的成败，不断进取；教师评定成绩也重在发展，重在实验结束时学生具有的实际水平。实事求是的科学态度十分重要，要克服侥幸心理，主观误差，甚至凑数、改数的错误做法。

五、实验室规则

1. 实验前清点仪器（见表 1-1），实验过程中破损仪器要填写破损登记单以便及时补领。未经老师同意不得动用他人的仪器。

2. 熟悉实验室的水、电、煤气开关，用毕关好阀门。实验操作中要注意安全，防止中毒、烧伤和着火。

3. 实验时保持安静，认真进行实验。

4. 保持实验台面及周围环境整洁，火柴头及碎纸屑扔入废物杯，有毒废液倒入回收瓶中。

表 1-1 定量分析实验仪器参考清单

仪器名称	规格	数量	仪器名称	规格	数量
烧杯	600mL	1 个	试剂瓶	1000mL	2 个
	400mL	1 个		500mL(棕)	1 个
	250mL	2 个		500mL	1 个
	100mL	1 个	坩埚	18mL	2 个
	50mL	1 个		100mL	1 个
锥形瓶	250mL	3 个	量筒	25mL	1 个
容量瓶	250mL	2 个		10mL	1 个
干燥器		1 个	滴管		5 支
称量瓶		2 个	搅拌棒		3 支
吸量管	10mL	1 支	公用仪器		
	5mL	1 支	移液管	25mL	1 支
长径漏斗		2 个	滴定管	50mL	酸式、碱式各 1 支
表面皿	φ9cm	2 块	吸耳球		1 个
	φ6cm	2 块	洗瓶		1 个
	φ5cm	2 块	刷子		1 把
牛角勺		1 把			

5. 公用仪器、药品、工具用毕归还原处。

6. 使用精密仪器前先检查仪器是否完好，使用时必须严格按照操作规程进行操作。如发现仪器有故障，应立即停止使用，报告老师及时处理，不得私自拨弄。

7. 值日生职责：装满蒸馏水，清点公用仪器（滴定管、移液管、洗瓶、吸耳球等）及试剂，倒废物杯、废液缸，擦净桌面、水池、水沟，拖地，关闭窗户、检查水、电、煤气阀门是否关闭，最后经老师同意，离开实验室。