

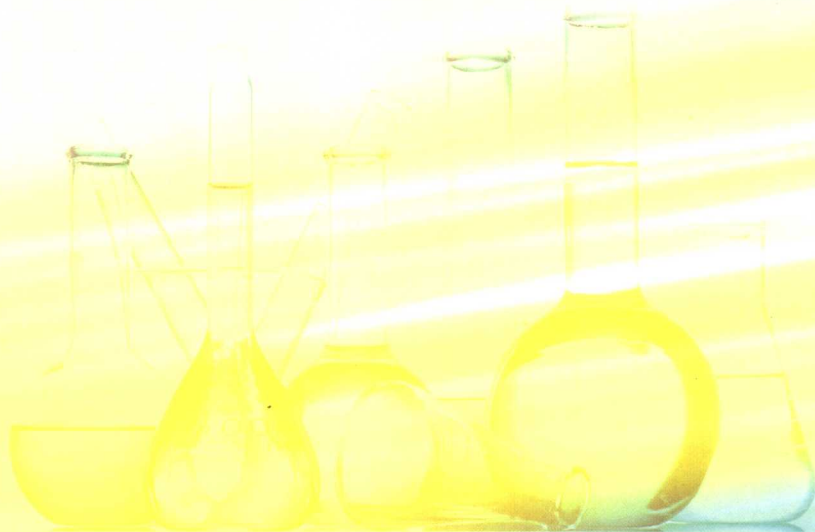


全国高等农林院校“十一五”规划教材

分析化学实验

陈 浩 主编

应用化学专业用



 中国农业出版社

全国高等农林院校“十一五”规划教材

分析化学实验

陈 浩 主编

应用化学专业用

中 国 农 业 出 版 社

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验 / 陈浩主编. —北京: 中国农业出版社,
2006. 8

全国高等农林院校“十一五”规划教材

ISBN 7-109-09821-4

I. 分... II. 陈... III. 分析化学—化学实验—高等
学校—教材 IV. 0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 093996 号

中国农业出版社出版

(北京市朝阳区农展馆北路 2 号)

(邮政编码 100026)

出版人: 傅玉祥

责任编辑 曾丹霞

中国农业出版社印刷厂印刷 新华书店北京发行所发行

2006 年 8 月第 1 版 2006 年 8 月北京第 1 次印刷

开本: 720mm×960mm 1/16 印张: 12.75

字数: 221 千字

定价: 17.30 元

(凡本版图书出现印刷、装订错误, 请向出版社发行部调换)

内 容 简 介

本书是湖北省高等学校省级教学研究项目 (NO: 20040137) 的研究成果之一。

全书分为四部分: 第一部分为绪论, 主要介绍分析化学实验的基础知识、操作规范、基本技术和技能等; 第二部分为化学分析, 包括重量分析法和滴定分析法, 共精选 26 个实验, 实验层次包括基础—提高—综合和设计性实验; 第三部分为仪器分析, 内容涉及色谱分析 (HPLC、GC、IC、GC-MS)、光谱分析 (AAS、荧光、UV-Visible、IR)、电化学分析和计算机模拟实验等, 共有实验 27 个; 第四部分为附录, 包括分析化学的常用数据和实验考核评分细则。

本书特色是将微型实验、英文原版实验引入分析化学实验教学, 加大了综合和设计性实验比例, 并把编者近年来的一些教学及科研实践成果编入教材, 增加了实验操作考核, 注重培养学生的综合素质和创新能力。

本书可作为高等农林院校应用化学专业分析化学实验教材, 也可作为其他专业和相关科研人员的参考书。

主 编 陈 浩

副主编 康勤书 李胜清

参 编 (按姓氏笔画为序)

李 庆 李家良 李雪刚

吴 婧 张新萍 陆冬莲

岳霞丽 胡先文 薛爱芳

审 稿 吴谋成 陈长水

前 言

分析化学实验是化学分析和仪器分析课程的重要组成部分,通过本课程的学习,可以加深对化学分析和仪器分析基础理论、基本知识的理解,正确和熟练地掌握分析化学实验技能和仪器基本操作,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,为后继课程的学习及科研工作打下良好的基础。

本教材内容涵盖了定量化学分析与仪器分析。其内容包括:分析化学实验基础知识、化学定量分析法、仪器分析、附录。全书精选了53个实验,包括基本操作练习、基础实验、提高性实验及综合和设计性实验等。测试对象包括化学试剂、土壤、药物、食品和生物样品等。

本书的特色是将微型实验、英文原版实验等引入了分析化学实验教学,加大了综合、设计性实验比例。注重学生创新能力的培养,加强对学生实验操作的考核。本书是湖北省高等学校省级教学研究项目(NO:20040137)的研究成果之一。

本书由陈浩主编,康勤书、李胜清副主编。参加编写人员有(按姓氏笔画为序):李庆、李家良、李雪刚、吴婧、张新萍、陆冬莲、岳霞丽、胡先文、薛爱芳等。贺小敏、王金玲、刘昱、游子涵、冯睿参加了部分编辑工作。

本书在编写过程中，得到了华中农业大学教务处、理学院领导和化学系老师的大力支持与帮助，在此一并表示衷心感谢。

限于编者的水平，书中缺点和失误在所难免，恳请广大读者批评指正。

编 者

2006年5月

目 录

前言

第一部分 绪 论

1 分析化学实验基础知识	1
1.1 分析化学实验课的任务和要求	1
1.1.1 分析化学实验课的任务	1
1.1.2 分析化学实验操作技能培养目标	1
1.1.3 分析化学实验的学习方法	3
1.1.4 分析化学实验课结业考核办法	4
1.1.5 化学实验文献资料	4
1.2 定量分析的过程及分析结果的表示方法	5
1.2.1 定量分析的过程	5
1.2.2 分析结果的表示方法	6
1.2.3 复杂物质分析结果可靠程度的判断	6
1.3 样品的前处理	7
1.3.1 溶解法	8
1.3.2 熔融法	9
1.3.3 半熔法(烧结法)	10
1.4 分析结果的数据处理	10
1.4.1 数据处理	10
1.4.2 数据的列表处理	11
1.4.3 数据的作图处理	11
1.5 化学试剂的一般知识	12
1.5.1 化学试剂的规格	12
1.5.2 化学试剂的贮存	13
1.5.3 化学试剂的取用办法	13
1.6 玻璃器皿的洗涤	14

1.6.1	玻璃器皿洗涤和干燥	14
1.6.2	常用洗涤液的配制	14
1.7	综合、设计性实验	15
1.7.1	综合、设计性实验的目的与意义	15
1.7.2	综合、设计性实验的实施	16
1.7.3	物质分析方案的综合设计	16
1.8	实验室安全知识与守则	18
1.8.1	实验室安全知识	18
1.8.2	实验室守则	20

第二部分 化学分析

2	化学定量分析法	21
2.1	重量分析法	21
2.1.1	概述	21
2.1.2	分析天平及基本操作	21
2.1.3	称量方法	23
2.1.4	重量分析法的基本操作技术	24
2.2	滴定分析法	30
2.2.1	概述	30
2.2.2	滴定分析基本仪器	30
2.2.3	常用玻璃量器及其使用	32
2.3	基本实验	40
实验一	氯化钡中钡含量的测定(重量法)	40
实验二	土壤中可溶性 SO_4^{2-} 的测定(重量法)	42
实验三	酸碱标准溶液的配制及浓度比较滴定	43
实验四	盐酸标准溶液的标定(常量、微量滴定)	46
实验五	氢氧化钠标准溶液的标定(中、英文实验)	48
实验六	食醋中总酸量的测定(常量、微量滴定)	51
实验七	铵盐中含氮量的测定(甲醛法)(常量、微量滴定)	52
实验八	氯化钠中氯的测定(Mohr法)	54
实验九	水的总硬度测定(常量、微量滴定)	56
实验十	铝合金中铝含量的测定	59
实验十一	高锰酸钾标准溶液的配制与标定(常量、微量滴定) ...	60

目 录

实验十二 硫酸亚铁含量的测定 (高锰酸钾法)	
(常量、微量滴定)	63
实验十三 硫酸亚铁含量的测定 (重铬酸钾法)	
(常量、微量滴定)	65
实验十四 硫代硫酸钠标准溶液的标定	66
实验十五 水中溶解氧的测定	67
实验十六 过氧化氢含量的测定	69
2.4 综合、设计性实验	71
实验十七 蒸馏氧化法测定魔芋精粉中二氧化硫的含量	
(综合、微量实验)	71
实验十八 硫酸亚铁铵的制备及纯度分析 (综合实验)	73
实验十九 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的制备与提纯 (综合实验)	76
实验二十 三草酸合铁 (Ⅲ) 酸钾的制备及组成成分分析	
(综合、设计性实验)	78
实验二十一 高锰酸钾法测钙 (综合、考核实验)	80
实验二十二 重铬酸钾法测定铁矿石中铁的含量 (综合实验)	81
实验二十三 $\text{NH}_3 - \text{NH}_4\text{Cl}$ 混合液中各组分含量的测定	
(设计性实验)	83
实验二十四 混合碱的测定 (设计性实验)	84
实验二十五 混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的连续滴定 (设计性实验)	85
实验二十六 碘量法测定维生素 C 的含量 (设计性实验)	86

第三部分 仪器分析

3 色谱分析	88
3.1 HPLC	88
3.1.1 概述	88
3.1.2 高效液相色谱仪	89
3.1.3 Agilent 1100 高效液相色谱仪使用方法及注意事项	90
实验二十七 HPLC 测定维生素 B_{12}	93
实验二十八 Analysis of Vitamin C by High-Pressure Liquid Chromatography	94
实验二十九 烟叶中烟碱含量的高效液相色谱分析	
(设计性实验)	97

3.2	GC	97
3.2.1	概述	97
3.2.2	气相色谱仪	99
3.2.3	气相色谱仪使用规则	100
	实验三十 气相色谱法分析白酒的成分	101
	实验三十一 菜籽油中脂肪酸组分的分析 (设计性实验)	102
3.3	IC	103
3.3.1	概述	103
3.3.2	IC-1000 离子色谱仪及使用	103
	实验三十二 离子色谱法测定常见阴离子的含量	105
	实验三十三 高效毛细管区带电泳 (HPCZE) 分离硝基苯酚 异构体 (示教实验)	106
3.4	GC-MS	110
3.4.1	概述	110
3.4.2	Varian 气相色谱-质谱联用仪的使用方法与维护	112
	实验三十四 气相色谱-质谱法测定农药残留 (示教实验)	113
4	光谱分析	114
4.1	AAS	114
4.1.1	概述	114
4.1.2	原子吸收分光光度计	115
4.1.3	仪器的使用方法和维护	116
	实验三十五 火焰原子吸收光谱法测定水中的钙——标准加入法 ...	117
	实验三十六 原子吸收测定魔芋中 Cr、Cd、Pb、Cu、Zn 的含量 (综合实验)	119
4.2	荧光分析	120
4.2.1	概述	120
4.2.2	测量荧光的仪器	121
4.2.3	960 MC 荧光光度计的使用方法及部分操作流程	122
	实验三十七 维生素 B ₂ 的提取及分子荧光测定 (综合实验)	123
	实验三十八 水中痕量铝荧光强度测定影响因素的研究 (设计性实验)	124
4.3	UV-Visible	125
4.3.1	概述	125

4.3.2	722s 型分光光度计使用方法	126
4.3.3	Nicolet Evolution 300 紫外-可见分光光度计的 使用与维护	128
实验三十九	邻菲咯啉分光光度法测铁	129
实验四十	土壤速效磷的测定	131
实验四十一	鉴定和识别有机化合物中的电子跃迁类型	133
实验四十二	邻二氮菲-亚铁络合物稳定性试验及络合比的 分光光度法测定 (综合实验)	135
实验四十三	水中微量 Cr (VI) 和 Mn (VII) 的同时测定	137
实验四十四	紫外分光光度法测定水中酚的总量	138
4.4	IR	140
4.4.1	概述	140
4.4.2	红外光谱仪	140
4.4.3	红外光谱法基本实验技术	141
实验四十五	苯甲酸的红外光谱测定	142
实验四十六	从肉桂皮中提取肉桂油及其主要成分的鉴定 (综合实验)	144
实验四十七	Infrared Analysis of Benzene in Cyclohexane	147
5	电化学分析	148
5.1	电位分析法	148
5.1.1	概述	148
5.1.2	pHs-3C 型精密 pH 计的使用及维护	148
实验四十八	电导滴定法测定醋酸的解离常数 K_a	150
实验四十九	pH Titration of H_3PO_4 Mixtures, Calculation of K_1 , K_2 and K_3	152
5.2	循环伏安和计时电流分析法	157
5.2.1	概述	157
5.2.2	CHI660A 型电化学系统的使用及维护	158
实验五十	循环伏安法研究铁氰化钾的氧化还原特性	159
实验五十一	计时电流法测定铜高碘酸盐配合物的扩散系数	161
实验五十二	池塘水质分析 (综合、设计性实验)	162
6	计算机模拟实验	164
实验五十三	原子吸收分析计算机模拟实验	164

第四部分 附录

7 附录	168
7.1 国际相对原子质量表 (1999)	168
7.2 常用酸、碱浓度表	172
7.3 常用试剂的配制	172
7.4 常用指示剂	174
7.4.1 酸碱指示剂 (18~25 °C)	174
7.4.2 混合酸碱指示剂	176
7.4.3 金属离子指示剂	176
7.4.4 氧化还原指示剂	177
7.4.5 沉淀滴定吸附指示剂	178
7.5 常用缓冲溶液的配制	178
7.6 常用基准物质及其应用	179
7.7 常用分析化学实验术语汉英对照	180
7.8 滴定分析实验操作考核评分细则	187
7.8.1 氢氧化钠标准溶液浓度的标定	187
7.8.2 高锰酸钾法测定试样中钙的含量	189
主要参考文献	191

第一部分 绪 论

1 分析化学实验基础知识

1.1 分析化学实验课的任务和要求

1.1.1 分析化学实验课的任务

分析化学实验(包括定量化学分析与仪器分析)是应用化学专业学生必修的重要基础课,它与分析化学理论课教学紧密结合,同时又是单独开设的课程。

分析化学实验系统地介绍了定量分析化学实验、仪器分析实验的基本操作技能、实验原理、仪器和实验方法及实验手段。通过本课程的学习,可以加深学生对分析化学基础理论的理解,正确和熟练掌握分析化学实验基本操作,学习分析化学实验的基本知识,开发学生智能,培养学生严谨的科学态度和良好的实验素养,提高学生的动手能力和分析、解决实际问题的能力。

1.1.2 分析化学实验操作技能培养目标

通过分析化学实验,要求学生对于分析化学实验的基本操作技能达到如下要求:

(1) 溶液的配制 能根据所配溶液的性质和浓度要求,选择正确的配制方法和仪器;配制溶液的浓度应与理论值基本接近,能选择正确的容器存放,并能正确使用标签;配制过程中操作熟练,结果准确。

(2) 分析天平的操作 明确什么情况下需使用分析天平;能根据所称试剂或样品的性质和质量选择合理的称量方法;熟悉分析天平的工作状态和常见故障;熟练掌握分析天平的操作规程并严格操作,称量误差应在允许范围之内,称量速度应随实验教学的推进而逐渐提高;整个实验教学结束时,在保证准确度的前提下,学生使用分析天平进行称量的速度应达到每分钟称取一份符合质量要求的样品。

(3) 定量分析玻璃仪器的洗涤 能根据玻璃仪器特点和分析项目的要求选择合适的洗涤方法和工具,洗后的玻璃仪器符合定量分析的基本要求,洗涤过程中不损坏玻璃仪器。

(4) 滴定操作 能根据滴定剂的性质和分析项目准确度的要求正确地洗涤滴定管;按照操作规程正确地选择滴定管;滴定过程中能熟练地摇动锥形瓶,不溅失溶液;能灵活地控制滴定速度及半滴操作;能按操作规程进行读数,读数准确到 0.01 mL (微型滴定管到 0.001 mL);能准确判定甲基橙、酚酞、铬黑 T、高锰酸钾、淀粉等多种指示剂的终点颜色。滴定过程中不出任何差错。随着实验教学进程的推进,完成一次滴定所需的时间逐渐缩短,整个实验教学结束时,学生对于所做过的实验项目,应能在保证滴定准确度和精密度的前提下,平均每 10 min 完成一次滴定操作。

(5) 定容操作 能按照操作规程将溶液定量转入容量瓶中,并能采用合适的方式将溶液稀释至刻度,摇匀的动作要规范。

(6) 移液管或吸量管的操作 能按要求选择合适的移液管或吸量管,洗涤或操作移液管的方法正确,移取溶液时动作规范。实验教学结束时,学生使用移液管或吸量管应达到一定的熟练程度,即按操作规范,平均每 3 min 移取一份溶液。

(7) 定量过滤 能按分析要求和过滤样品的性质正确地选择漏斗和滤纸,熟练掌握滤纸的折叠方法;过滤时,倾出溶液以及沉淀的方法合理且符合定量分析的要求,洗涤沉淀或烧杯的操作要规范。

(8) 721 型或 722s 型分光光度计的使用 熟悉 721 型或 722 型、722s 型可见分光光度计的性能以及各个控制旋钮的用途,使用比色皿时动作规范,读取吸光度数据时能估计到小数点后第三位。熟悉 721 型或 722 型及 722s 型分光光度计的操作规范以及维护的基本方法。

(9) pHs-3 型 pH 计的使用 熟悉 pHs-3 型 pH 计的性能以及各控制旋钮或按键的用途,能正确地将电极与仪器进行连接,熟悉保护仪器和电极的方法,能根据需要正确地选择正、负毫伏挡,掌握测定 pH 或电池电动势时的调零、校正、定位等操作,读数误差符合要求。

(10) 其他仪器的使用与维护 熟悉 AAS、荧光分光光度计、GC 和 UV 可见分光光度计等仪器的结构和用途,会操作仪器;了解仪器的维护和操作注意事项;对某些分析项目会选择合适、正确的仪器分析方法。

(11) 实验记录 能正确记录实验过程,记录清晰、整洁,无任何涂改,记录内容完整且符合实际;记录能保留较长时间。

(12) 综合能力 能根据分析要求选择合适的分析方法并设计实验方案;能根据分析方法准备仪器、试剂并能合理安排实验进程;熟练运用各种操作技能去完成实验内容,实验过程中实验台面清洁,仪器布局合理,记录干净清晰和完整,操作认真仔细、有条不紊,分析结果具有一定的精密度和准确度。

1.1.3 分析化学实验的学习方法

分析化学实验的学习方法包括预习、实验、实验报告等三个方面。

(1) 预习 为了使实验能够获得良好的效果,实验前必须进行充分预习,特别是综合、设计性实验。预习的内容包括:

- ①阅读实验教材和教科书中的相关内容,必要时参阅有关资料。
- ②明确实验的目的和要求,透彻理解实验的基本原理。
- ③明确实验的内容及步骤、操作过程和实验时应当注意的事项。
- ④认真思考实验前应准备的问题,并能从理论上加以解决。
- ⑤查阅有关教材、参考书、手册,获得该实验所需的有关化学反应方程式、常数等。

⑥在记录本上简要地写好实验预习报告。实验步骤部分尽可能用方框图、箭头等符号简明表示。

(2) 实验 根据实验教材上所规定的方法、步骤、试剂用量和实验操作规程来进行操作,实验中应该做到下列几点:

①认真操作,细心观察。对每一步操作的目的、作用以及可能出现的问题进行认真的探究,并把观察到的现象,如实详细地记录下来。实验数据应及时真实地记录在实验记录本上,不得涂改,也不得记录在纸片上。若因记错数据而需改正时,可划掉错误数字,在旁边重新写上正确的数据。

②深入思考。如果发现观察到的实验现象和理论不符合,先要尊重实验事实,然后加以分析,认真检查其原因,并细心地重做实验解决。必要时可做对照实验、空白实验或自行设计的实验来核对,从而得出正确的结论。

③实验中遇到疑难问题和异常现象自己难以解释时,及时请实验指导教师解答。

④实验过程中要勤于思考,注意培养自己严谨的科学态度和实事求是的科学作风,不能弄虚作假,随意修改数据。若定量实验失败或产生的误差较大,应善于寻找原因,并经指导教师同意,重做实验。

⑤在实验过程中应该保持严肃的态度,严格遵守实验室工作规则。实验后做好结束工作,包括清洗、整理好仪器和药品,清理实验台面,清扫实验室,检查电源开关,关好门窗。

(3) 实验报告 做完实验后,应解释实验现象并做出结论,或根据实验数据进行计算,完成实验报告并当堂交给指导老师审阅。实验报告是实验的总结,应该写得简明扼要,结论明确,字迹端正。

实验报告一般应包括下列几个部分:

①实验名称、实验日期。若有的实验是几人合作完成,应注明合作者。需

各自写出实验报告。

②实验目的和实验原理。

③实验步骤。尽量用简图、表格、化学式、符号等表示。

④实验现象或数据记录(实验现象要表达正确,数据记录要完整,绝不允许主观臆造,弄虚作假)。

⑤实验解释、实验结论或实验数据的处理和计算。根据实验的现象进行分析、解释,得出正确的结论,写出反应方程式;或根据记录的数据进行计算,并将计算结果与理论值比较,分析产生误差的原因。

⑥实验讨论。对自己在实验中出现的问题进行认真讨论,提出自己的见解或体会;定量实验应分析实验误差原因;也可对实验方法、教学方法、实验内容等提出自己的意见;还可对书中列出的思考题给予解答等。

1.1.4 分析化学实验课结业考核办法

(1) 学生实验成绩评定的主要依据 学生实验成绩评定的主要依据如下:

①对实验原理、基本知识和仪器结构的理解与掌握。

②对基本操作、基本技能的掌握,对实验方法的掌握。

③实验结果(合理的产量、纯度;准确度、精密度等)。

④原始数据的记录(及时、正确,包括表格的设计),数据处理的正确性,有效数字、作图技术的掌握,实验报告的书写与完整性。

⑤实验过程中的综合能力、协作精神、科学品德和科学精神。

(2) 具体考核办法

①定量化学分析实验成绩由平时实验操作(50%)、设计性实验(30%)和实验操作考核(20%)组成。

②仪器分析实验成绩由平时实验操作(80%)和综合性实验设计方案考核(20%)组成。

1.1.5 化学实验文献资料

化学实验中常用的文献资料见表1-1。

表1-1 化学实验中常用的文献资料

书 名	简 介
英汉化学化工词汇	科学出版社, 4th. (2000)。收录专业词汇 12 万条
化工辞典	化学工业出版社, 4th. (2000)。收录专业名词 9 500 条和摘要
化学化工药理学大辞典	黄天守, 大学图书公司 (1982)。收录化合物万余种和摘要
分析化学手册	化学工业出版社, 2th. (1997)。较全面收集了分析化学常用数据, 详尽介绍了各种实验方法