



普通高等教育“十一·五”精品课程建设教材

分析化学实验

Fen Xi Hua Xue Shi Yan

● 孙 英 主编



中国农业大学出版社

ZHONGGUONONGYEDAXUE CHUBANSHE

普通高等教育“十一五”精品课程建设教材

分析化学实验

孙 英 主编

中国农业大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/孙英主编. —北京:中国农业大学出版社,2009.3

ISBN 978-7-81117-666-7

(普通高等教育“十一五”精品课程建设教材)

I. 分… II. 孙… III. 分析化学-化学实验 IV. O65-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 004678 号

书 名 分析化学实验

作 者 孙 英 主 编

策划编辑 魏秀云 董夫才

封面设计 郑 川

出版发行 中国农业大学出版社

社 址 北京市海淀区圆明园西路 2 号

电 话 发行部 010-62731190,2620

编辑部 010-62732617,2618

网 址 <http://www.cau.edu.cn/caup>

经 销 新华书店

印 刷 北京时代华都印刷有限公司

版 次 2009 年 3 月第 1 版 2009 年 3 月第 1 次印刷

规 格 787×980 16 开本 11 印张 199 千字

定 价 17.00 元

责任编辑 王艳欣

责任校对 陈 莹 王晓凤

邮政编码 100193

读者服务部 010-62732336

出 版 部 010-62733440

e-mail cbsszs @ cau.edu.cn

图书如有质量问题本社发行部负责调换

编写人员

主 编 孙 英

副主编 周文峰 荣 群

编 者 (按姓氏笔画排序)

王红梅	王金利	毛朝姝	孙 英	杜光明
张 莉	张春荣	张佩丽	周文峰	段云青
荣 群	饶震红	彭庆蓉	鲁润华	景伟文
熊艳梅				

内 容 简 介

本书精选和修改了基础化学分析的内容,删除了与基础分析化学教学联系不大的内容,增加和加强了具有设计性、研究性的现代分析化学的内容。本书共安排 37 个实验,既有基础性实验,又有拓展性实验和研究型实验,同时增加 2 个英文实验报告,以训练学生英语阅读与写作水平。

本书可作为高等农业院校及林业院校化学类专业以及其他各专业的实验教材,同时可供理、工、农、医类的不同专业、不同层次的教学要求进行选择。也可供从事化学实验的工作人员学习、参考。

前 言

分析化学是一门经典而又蓬勃发展的学科,是高等农林院校许多专业必修的一门基础课。而现有的分析化学实验中有相当一部分内容较为简单,大多数是常量、常规实验,其中主要还是一些性质验证实验,与农业、生物等各专业联系不够密切,难以适应我国社会经济和科技发展的需要,更谈不上满足学生个性发展的需要。其次,由于实验经费短缺,实验教学手段大多还是六七十年代的“老一套”,即“两根滴定管,一台天平练半年”。综合训练的内容少,操作大型精密仪器的内容几乎没有。同时在实验的教学方法上基本上仍以“注入式”教学为主,学生实验“照方抓药”,学习处于被动状态,很不利于培养学生的思维能力和创新能力。随着我国国民经济的迅猛发展,现代分析中仪器已成为农业化学、生物化学、食品化学、环境保护、作物营养诊断、农副产品检验以及生命科学等各个学科中不可缺少的重要手段,新的研究对象乃至细胞、生物分子、各种活性物质的分离、提纯、分析测试都离不开现代仪器分析的原理,不会使用现代仪器,是不可思议的,也无法满足专业的需求。

在十几年的教学实践中,我们认为实验课教学应以学生为中心,原来单一的计划教学实验体系随着社会经济的发展和高等教育改革的深入,已经逐步转变为计划教学实验与开放教学实验相结合的复合型教学实验新体系。2008年6月,教育部高等农林院校理科基础课程教学指导分委员会化学教学指导组在北京召开的会议上重新讨论了综合性大学与高等农林院校分析化学实验的课程内容与教学基本要求,提出了“强化基础、改革创新、示范教材”的建设思路,据此,确定了本书的编写宗旨是:以基础实验—综合实验—设计实验这一新的实验模式重新组织实验教学;改革单向系统传授实验知识和技术的实验教学体系,建立系统传授与探索研究相结合的实验教学体系;增加开放式、研究型实验,激发学生对科学实验的兴趣,培养学生的创新能力;同时结合农林院校的特色,更加突出化学实验与农业生产的紧密联系。

本书共选入37个实验,分为基本操作实验、定量分析基础实验、综合实验和设计实验四部分,内容安排力求做到循序渐进,以利于对学生分阶段有层次地进行培养和训练。同时注意实验的主要内容配合理论课,注意理论与实际相联系,使理论课中重要理论和知识通过实验能进一步巩固、扩大和深化。同时增加2个英文实

验报告,训练学生英语阅读与写作水平,使学生能使用英文描述与表达实验仪器、实验现象、实验过程、实验结果等,为学生今后的深造、掌握国外化学研究的新动态打下基础。

参加本书编写工作的有:中国农业大学的王红梅、王金利、毛朝姝、孙英、张莉、张春荣、张佩丽、周文峰、饶震红、彭庆蓉、鲁润华、熊艳梅,新疆农业大学的荣群、杜光明、景伟文以及山西农业大学的段云青,全书由主编、副主编修改、统稿完成。中国农业大学出版社和编辑对本书的顺利出版给予了大力的支持,在此表示衷心的感谢!

由于编者的水平所限,书中难免会有疏漏之处,还请同行专家和使用此书的同学不吝赐教,以待改进,编者万分感激。

本书在编写过程中参考了许多相关参考书。在此对这些参考书的作者表示感谢。

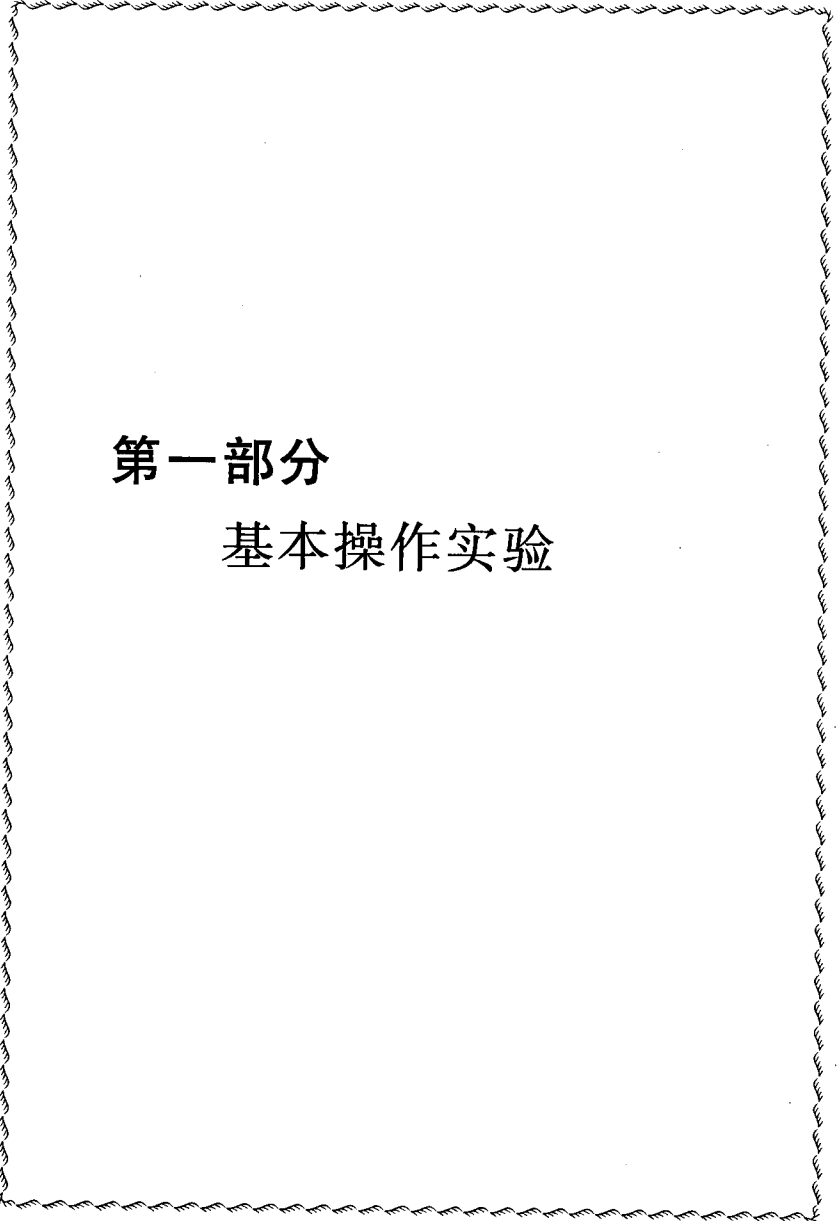
编 者

2008 年 12 月于北京

目 录

第一部分	基本操作实验	(1)
实验一	天平称量练习.....	(3)
实验二	滴定分析基本操作练习.....	(7)
实验三	重量法操作练习	(16)
实验四	容量器皿的校准	(28)
实验五	NaOH 溶液和 HCl 溶液的配制与标定	(36)
实验六	KMnO ₄ 溶液的配制与标定	(39)
第二部分	定量分析基础实验	(43)
实验一	BaSO ₄ 重量法	(45)
实验二	食醋总酸量测定	(48)
实验三	氨水浓度测定	(50)
实验四	纯碱中总碱量测定	(52)
实验五	阿司匹林含量的测定	(54)
实验六	水的总硬度测定	(57)
实验七	溶液中铅、铋含量的连续滴定.....	(59)
实验八	氯化物中氯的测定	(61)
实验九	KMnO ₄ 法测定 H ₂ O ₂ 的含量.....	(64)
实验十	K ₂ Cr ₂ O ₇ 法测定铁矿石中铁的含量	(66)
实验十一	分光光度法测定铁	(69)
实验十二	分光光度法测定磷	(75)
实验十三	电位滴定法测定醋酸含量及其解离常数	(78)
实验十四	氯离子选择电极测定自来水中的氯离子含量	(81)
第三部分	综合实验	(83)
实验一	农药波尔多液中铜含量的测定	(85)
实验二	三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备及其组成的确定	(88)
实验三	大豆中钙、镁、铁含量的测定	(92)
实验四	离子交换层析法分离铁和钒	(96)
实验五	荧光分析法测定苯酚.....	(102)

实验六	原子吸收光度法测定奶粉中微量元素 Zn 和 Cu	(108)
实验七	分光光度法测定天然水及污水中阴离子表面活性剂的浓度	(111)
实验八	新鲜蔬菜中 β -胡萝卜素的分离和含量测定	(114)
实验九	染料组分的分离与测定	(117)
第四部分	设计实验	(121)
实验一	硫磷混酸的测定	(123)
实验二	水的化学耗氧量的测定	(124)
实验三	GC-MS 联用法监测自然水样中痕量有机污染物	(125)
实验四	室内空气中甲醛含量的测定	(127)
实验五	土壤中重金属铅含量的测定	(129)
实验六	维生素 C 的测定	(130)
实验七	肥料中总氮量的测定	(132)
实验八	植物中色素的提取与分离鉴定	(134)
第五部分	英文实验	(135)
	Titration of the Weak Acid Potassium Hydrogen Phthalate (KHP) ...	(137)
	Spectrophotometric Determination of Iron	(142)
附录		(147)
I.	相对原子质量(1985 年)	(149)
II.	常见化合物的摩尔质量	(150)
III.	常用酸碱溶液的相对密度和浓度	(152)
IV.	常用弱酸弱碱的解离常数表(18~25℃)	(153)
V.	难溶化合物的溶度积常数表(18~25℃)	(156)
VI.	一些配合物的形成常数表(18~25℃)	(158)
VII.	氨羧配位剂类配合物的形成常数表(18~25℃)	(159)
VIII.	标准电极电势表(25℃)	(161)
IX.	部分氧化还原电对的条件电极电势表	(163)
参考文献		(165)



第一部分

基本操作实验

实验一 天平称量练习

一、实验目的

- (1)学习电子天平的基本操作和常用的称量方法。
- (2)通过称量练习进一步掌握电子天平的正确使用方法。
- (3)培养准确、整齐、简明地记录实验数据的习惯。

二、实验原理

电子天平是最新一类的天平,是利用电子装置完成电磁力补偿的调节,使物体在重力场中实现力矩的平衡。

按电子天平的精确度可分为百分之一(精确到 0.01 g)电子天平、千分之一(精确到 0.001 g)电子天平 and 万分之一(精确到 0.000 1 g)电子天平等。

三、实验技术

(一)几种常见的称量方法

1. 直接称量法。此法用于称量一物体的质量。例如:称量小表面皿、坩埚等。这种称量方法适用于称量洁净干燥的不易潮解或升华的固体试样。具体操作方法是,先将称量纸或容器置于天平上,称出称量纸或容器的质量、记录,然后用药勺将固体试剂添加到称量纸或容器,称出质量。

2. 固定质量称量法。又称增量法。此法用于称量某一固定质量的试剂(如基准物质)或试样。适于称量不易吸潮、在空气中能稳定存在的粉末状或小颗粒试样。具体操作方法是,先将称量纸或容器置于天平上,称出称量纸或容器的质量、记录,再添加试剂,在接近所需质量时,右手拇指和中指拿药勺,食指轻弹药勺柄,将药勺里的试剂非常缓慢地抖入称量纸或容器,直至达到所需质量。

注意:在称量过程中,不能将试剂散落在表面皿等容器以外的地方,称好的试剂必须“定量转移”。

3. 差减称量法。此法用于称量一定质量范围的试样或试剂。具体操作方法是,先用纸条套住称量瓶(图 1)置于天平上,称出装有待称试样的称量瓶的质量、

记录质量为 m_1 ，取下称量瓶，用小纸片夹住称量瓶盖柄，置于容器上方，打开瓶盖，用称量瓶盖轻敲瓶口至称量瓶倾斜，使试样慢慢落入容器中(图 2)。当倾出的试样接近所需质量时，继续用瓶盖轻敲瓶口至称量瓶竖直，使黏附在瓶口上的试样落下，然后盖好瓶盖，再放回天平上称量，记录质量为 m_2 ，两者之差 $m_1 - m_2$ 即为所称取的试样质量。

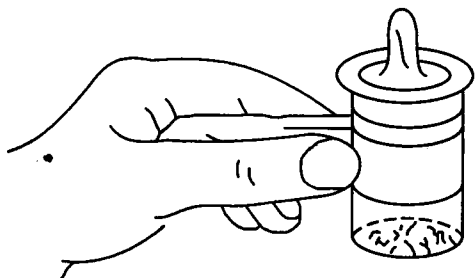


图 1 称量瓶拿法



图 2 从称量瓶中敲出试样

(二)电子天平的使用方法

(1)拿下天平罩，叠平后放在天平箱上方，检查秤盘是否洁净。

(2)水平调节：观察水平仪。如果水平仪水泡偏移，需调节水平调节脚，使水泡位于水平仪中心。

(3)开启显示器：轻按 ON 键，显示器全亮，然后显示称量模式 0.000 0 g。若显示的数据不为零，应进行调零。

(4)称量：置被称物于秤盘上，等数字稳定后，该数字即为所称物质的质量值。

去皮称量：调零后，置容器于秤盘上，天平显示容器质量，再按下调零键，显示零，即去皮。再置被称物于容器中，或将待称物逐渐加入容器中直至加物达到所需质量，等数字稳定后，这时显示的数字是所称物质的净质量。

(5)称量结束后，按 OFF 键，关闭显示器。若当天不再使用天平，应拔下电源插头。盖上天平罩，并在天平使用登记本上登记。

(三) 注意事项

(1) 用天平称量之前要检查仪器是否水平。

(2) 开关天平侧门, 放取被称物等, 动作要轻、慢、稳, 切不可用力过猛、过快, 以免损坏天平。

(3) 称量时要把天平的门关好, 待稳定后再读数。称量读数要立即记录在实验报告本中。

(4) 称量物不得超过天平的量程。

(5) 不能用天平直接称量腐蚀性物质。

(6) 称量时应将被称物置于天平正中央。

四、仪器及药品

电子天平、称量瓶、试样(沙子)。

五、实验内容

利用差减称量法称取约 0.5 g 沙子。

六、数据处理(以差减称量法为例)

分析天平称量练习

项 目	编 号		
	I	II	III
称量瓶+试样质量 m_1/g			
倾出部分试样后称量瓶+试样质量 m_2/g			
倾出试样质量 m_s/g			
坩埚+试样质量 m_1'/g			
空坩埚质量 m_2'/g			
坩埚中的试样质量 m_s'/g			
操作结果检验 $m_s - m_s'/\text{g}$			

思考题

1. 称量方法有哪几种？固定质量称量法和差减称量法各有何优缺点？各在什么情况下选用？
2. 使用称量瓶时，如何操作才能保证试样不致损失？
3. 电子天平的灵敏度越高，是否称量的准确度越高？

实验二 滴定分析基本操作练习

一、实验目的

- (1)掌握滴定管的洗涤和使用方法。
- (2)练习滴定分析的一些基本操作,学会正确判断滴定终点。

二、实验原理

酸碱滴定常用的滴定剂为强酸或强碱,强酸包括 HCl , H_2SO_4 , HNO_3 等,强碱有 NaOH , KOH , $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 等。 HCl 溶液无氧化性,不会破坏指示剂,且大多数氯化物易溶于水,因此常用盐酸配制酸标准溶液。 NaOH 为常用的碱标准溶液。

一定浓度的 HCl 溶液和 NaOH 溶液相互滴定时,由于 $c(\text{NaOH})/c(\text{HCl})$ 是一个确定的值,根据 $\Delta n(\text{NaOH}) = \Delta n(\text{HCl})$,所消耗的体积之比 $V(\text{HCl})/V(\text{NaOH})$ 应该是一定的。改变被滴定液的体积,终点时与所消耗滴定剂的体积比应该是一个恒定值。利用这个原理,可以检验滴定操作技术及判断终点的能力。

滴定终点的正确判断是保证滴定分析准确度的一个重要因素,因此必须学会正确判断终点以及检验终点。

以约 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 溶液滴定约 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液的突跃范围在 $9.7 \sim 4.3$,而甲基红的 pH 变色范围是 $4.4 \sim 6.2$,以甲基红为指示剂,可以保证指示剂颜色变化时的 pH 在突跃范围内,终点时,溶液颜色由黄色变为橙色。这种颜色的变化不容易掌握,对初学者来说,一定要多加练习,判断终点及终点的颜色变化。

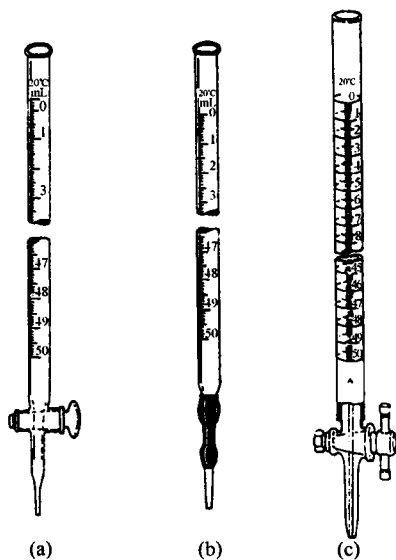
三、实验技术

滴定管是可以放出不定量液体的量出式玻璃仪器,主要用于滴定时准确测量标准溶液的体积。滴定管的主要部分是由内径均匀并具有精确刻度的玻璃管制成,下端连接控制液体流出速度的玻璃活塞或含有玻璃珠的乳胶管,底端再连接一个尖嘴玻璃管。

滴定管的容量精度分为 A 级和 B 级。

一个标准的滴定管,在滴定管零刻度上应标明“Ex”(量出式)、温度、级别及制

造商。常量分析的滴定管容积有 50, 25 mL 两种, 最小刻度为 0.1 mL, 读数时精确到 0.01 mL。此外, 还有 10, 5, 2, 1 mL 等半微量或微量滴定管。根据盛放溶液的性质不同, 滴定管可分为两种: 一种是下端带有玻璃活塞的酸式滴定管, 用于盛放酸性溶液和氧化性溶液, 因玻璃活塞会被碱性溶液腐蚀, 因此不能盛放碱性溶液, 见图 3(a); 另一种为碱式滴定管, 管的下端连接一段乳胶管, 乳胶管内放一个玻璃珠来控制溶液滴定的速度, 用于盛放碱性溶液, 但不能盛放与乳胶管发生反应的氧化性溶液, 如 KMnO_4 , I_2 等溶液, 见图 3(b)。另外, 可利用聚四氟乙烯材料做成滴定管下端的活塞和活塞套, 代替酸管的玻璃活塞或碱管的乳胶材料, 这种滴定管的优点是可以盛放各种溶液, 如酸、碱、氧化性、还原性溶液等, 前提是聚四氟乙烯材料的质量必须保证, 见图 3(c)。



(a) 酸式滴定管 (b) 碱式滴定管
(c) 具聚四氟乙烯活塞的滴定管

图 3 滴定管

(一) 滴定管的准备

1. 酸式滴定管的洗涤。先检查外观和密合性。将涂好油的活塞插入活塞套内呈关闭状态, 管内充水至最高标线, 垂直挂在滴定台上, 15 min 后漏水不应超过 1 个分度。然后进行清洗, 根据滴定管受沾污的程度, 可采用下列几种方法进行清洗。