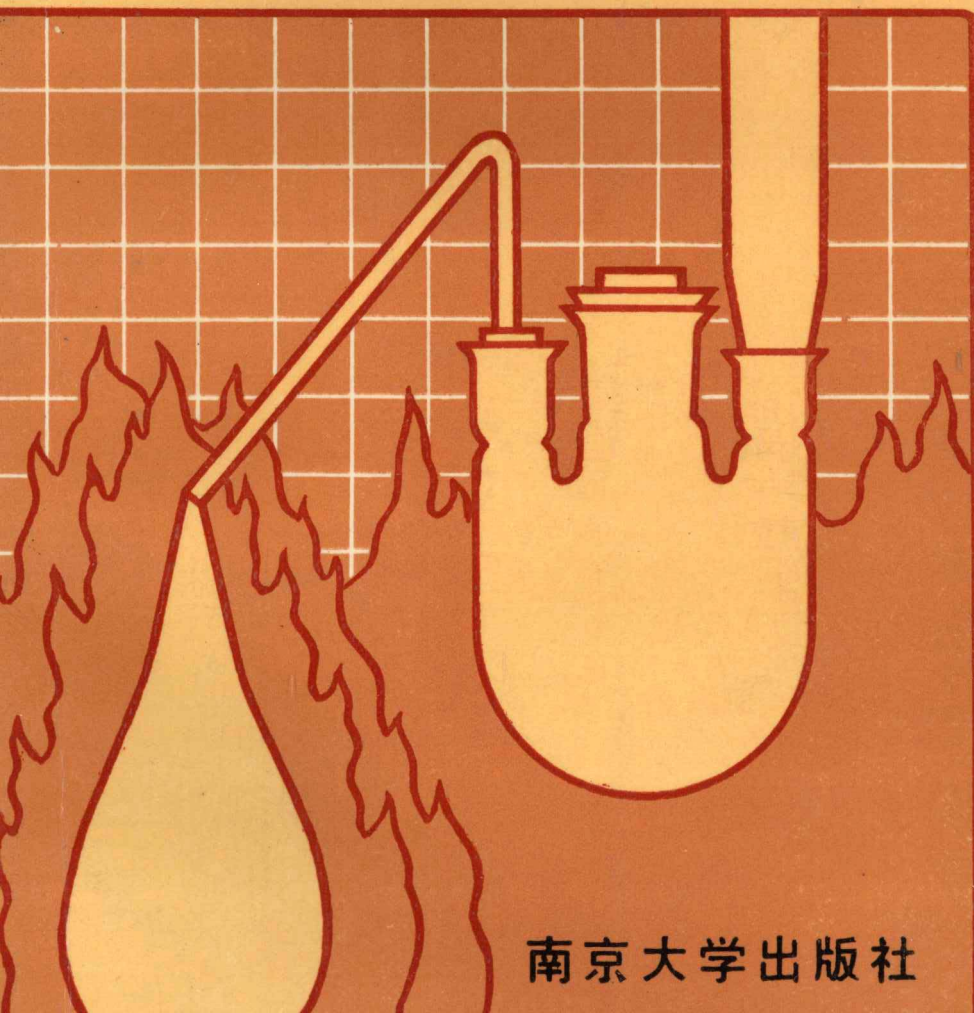


# 化学分析 与仪器分析实验

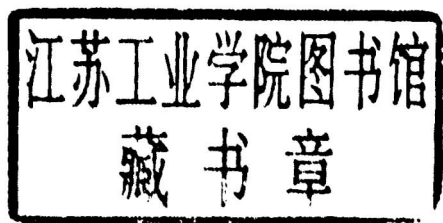
戚 苓 陈佩琴 史 坚 编  
翁 筠蓉 方惠群



南京大学出版社

# 化学分析与仪器分析实验

戚 苓 陈佩琴 翁筠蓉 方惠群 史 坚 编



南京大学出版社

1992·南京

(苏)新登字第 011 号

## 化学分析与仪器分析实验

戚 苓 陈佩琴 翁筠蓉 方惠群 史 坚 编

\*

南京大学出版社出版

(南京大学校内)

江苏省新华书店发行 丹阳新华印刷厂印刷

\*

开本：850×1168 1/32 印张：13.625 字数：354 千

1992 年 5 月第 1 版 1992 年 5 月第 1 次印刷

印数：1—3000

ISBN 7-305-01338-2/O·71

定价：4.40 元

# 前 言

化学是一门实验科学，化学实验在整个化学教学中占有很大的比重。化学分析和仪器分析实验是培养化学工作者必不可少的教学环节。它不仅训练学生正确掌握分析化学实验的基本知识、基本操作和基本技能，树立严格“量”的概念，而且培养学生实事求是的科学作风，严谨的科学态度，整齐清洁、仔细耐心和有条不紊的科学素养。

分析化学包括化学分析和仪器分析。为了学科的完整性，本实验教材包括上述两部分内容。经过化学分析和仪器分析实验的基本训练后，还安排了文献实验和设计实验。文献实验是训练学生阅读和应用文献进行实验的能力。设计实验，尤其是复杂样品分析，是在学生完成化学分析和仪器分析实验的基础上，在教师指导下，通过查阅文献资料，对所学的各类分析方法加以灵活应用，独立地拟定样品的分析方法和实验步骤，自己准备所需试剂，完成实验并写出报告。这对培养学生分析问题和解决问题的能力是十分有益的。

本教材在每一章先扼要地介绍本章分析方法的原理。每个实验前还介绍了该实验的基本原理。化学分析部分先介绍化学分析仪器、基本操作及基本实验，目的是要求学生对这些基本操作熟练掌握，然后再安排各类分析方法中有代表性的实验。仪器分析部分，每章均简要地介绍有关仪器及其使用方法。这是因为仪器分析实验采用大循环方式安排，可能在讲课之前进行实验。实验之前，学生必须认真地预习该实验的基本原理和有关仪器的介

绍，才能在教师指导下顺利地进行实验。

参加本教材编写的有戚苓(第一、九、十、十二章)，陈佩琴(第二至七章)，翁筠蓉(第八、九章)，方惠群(第十三至十五章)，史坚(第十六、十七章)，第十八、十九两章共同完成，最后由戚苓通读定稿。

黄印平、叶蕾、梁同明、卞宁生等参加了部分实验工作。本教材在编写过程中曾借鉴了周以泉、陈佩琴编写的《定量分析化学实验》讲义和分析化学教研室编写的《仪器分析实验》讲义。分析教研室许多教师曾先后参加过本实验课程的教学，对本教材建设作出了许多贡献。张树成、李师鹊副教授仔细审阅了部分章节并提出宝贵意见。余治骏为教材的插图付出了辛勤劳动。谨向他们致以衷心的感谢。

本教材适用于化学、生物化学、环境化学等专业学生的基础实验教学。

由于编者水平有限，书中缺点错误难免，恳请读者批评指正。

**编 者**

1991.9 于南京

# 目 录

第一章 实验室一般知识	1
1.1 分析实验室规则	1
1.2 实验室安全规则	2
1.3 分析实验室用的纯水	4
1.3.1 水纯度的检查	4
1.3.2 水纯度分析结果的表示	6
1.3.3 各种纯水的制备	6
1.4 常用玻璃器皿的洗涤	7
1.4.1 洗涤方法	7
1.4.2 常用洗液的配制	9
1.5 化学试剂	10
1.5.1 化学试剂的级别	10
1.5.2 试剂的保管和使用	11
1.6 常用的基准物质	12
1.7 分析试样的准备和分解	13
1.7.1 分析试样的准备	13
1.7.2 试样分解	16
1.8 特殊器皿的使用	26
1.8.1 铂质器皿	26
1.8.2 银质器皿	28
1.8.3 铁质器皿	28
1.8.4 镍质器皿	29
1.8.5 石英器皿	29
1.8.6 玛瑙器皿	30
1.8.7 钢玉器皿	30
1.8.8 瓷质器皿	30
1.8.9 聚四氟乙烯器皿	31

1.9 气体钢瓶的使用及注意事项 .....	32
1.9.1 常用气体钢瓶的国家标准规定 .....	32
1.9.2 使用钢瓶时注意事项 .....	34

## 第一篇 化学分析法

<b>第二章 化学分析仪器及基本操作</b> .....	<b>39</b>
2.1 分析天平、砝码和称量 .....	39
2.1.1 分析天平 .....	39
2.1.2 砝码 .....	54
2.1.3 称样方法 .....	56
2.2 滴定分析仪器及基本操作 .....	59
2.2.1 基本概念 .....	59
2.2.2 滴定管 .....	61
2.2.3 容量瓶 .....	67
2.2.4 吸管 .....	69
2.2.5 玻璃量器的校正 .....	72
2.3 重量分析仪器及基本操作 .....	76
2.3.1 重量分析仪器 .....	76
2.3.2 重量分析的一般操作 .....	82
<b>第三章 化学分析基本操作实验</b> .....	<b>91</b>
实验一 TG-328B 型电光分析天平的检定和称量 .....	91
实验二 容量仪器的校正 .....	98
<b>第四章 酸碱滴定法</b> .....	<b>101</b>
实验三 盐酸和氢氧化钠标准溶液的配制和标定 .....	102
实验四 混合碱的组成及其含量的测定 .....	107
实验五 铵盐中氮的测定 .....	111
实验六 尿素的测定 .....	112
实验七 硼酸含量的测定 .....	114
<b>第五章 配位滴定法</b> .....	<b>116</b>
实验八 EDTA 标准溶液的配制与标定 .....	117
实验九 井水硬度的测定 .....	119
实验十 锡青铜中锌的测定 .....	123
实验十一 焊锡中铅、锡的测定 .....	125

实验十二	水泥中铁、铝、钙和镁的测定	128
<b>第六章</b>	<b>氧化还原滴定法</b>	<b>133</b>
实验十三	铁矿石中铁的测定	134
实验十四	硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	137
实验十五	铜合金中铜的测定	140
实验十六	苯酚的测定	141
实验十七	高锰酸钾标准溶液的配制和标定	143
实验十八	石灰石或碳酸钙中氧化钙的测定	145
<b>第七章</b>	<b>重量分析法</b>	<b>148</b>
实验十九	氯化钡中结晶水的测定	149
实验二十	可溶性钡盐中钡的测定	151
实验二十一	钢中镍的测定	153

## 第二篇 仪器分析法

<b>第八章</b>	<b>紫外-可见分光光度法</b>	<b>159</b>
8.1	基本原理	159
8.1.1	光的吸收定律	159
8.1.2	吸收光谱的产生	160
8.1.3	紫外吸收光谱与分子结构的关系	161
8.2	分光光度计	162
8.2.1	分光光度计组成	162
8.2.2	几种类型的分光光度计	167
实验二十二	光化学还原——分光光度法连续测定Fe(II)和Fe(III)	176
实验二十三	光度法测定有色混合物	181
实验二十四	高吸光度示差分析法	184
实验二十五	分光光度法测定酸碱指示剂的 $pK_a$ 值	187
实验二十六	有机化合物的紫外吸收光谱及溶剂影响	190
实验二十七	有机分子的电子跃迁	193
实验二十八	紫外光谱法测定蒽醌含量	195
<b>第九章</b>	<b>原子发射光谱法</b>	<b>198</b>
9.1	基本原理	198
9.2	发射光谱分析仪器	199



9.2.1	光源	199
9.2.2	光谱仪	200
9.2.3	光谱投影仪	205
9.2.4	测微光度计	208
9.3	光谱底板的选择和暗室处理	212
9.3.1	光谱底板的选择	212
9.3.2	暗室处理	213
实验二十九	发射光谱定性分析	214
实验三十	发射光谱半定量分析	223
实验三十一	青铜中镍、铁、硅、镁的光谱定量分析	226
实验三十二	乳剂特性曲线的绘制	230
第十章	原子吸收光谱法	233
10.1	基本原理	233
10.2	原子吸收分光光度计	234
10.2.1	光源	235
10.2.2	原子化装置	236
10.2.3	光学系统	238
10.2.4	检测系统	238
10.2.5	WTX-110型原子吸收分光光度计	239
实验三十三	原子吸收测定最佳实验条件的选择	240
实验三十四	原子吸收测定的干扰及其消除	244
实验三十五	自来水中钙和镁的测定	246
实验三十六	豆乳粉中铁、铜、钙的测定	248
第十一章	红外光谱法	251
11.1	基本原理	251
11.1.1	分子振动的类型	251
11.1.2	基团频率	252
11.2	红外分光光度计	256
11.2.1	红外分光光度计的组成	256
11.2.2	IR-408型红外分光光度计	258
11.3	红外光谱试样的制备	260
11.3.1	气体样品	260
11.3.2	液体样品	260
11.3.3	固体样品	260

实验三十七	红外光谱测定有机化合物结构 .....	262
实验三十八	醛和酮的红外光谱 .....	265
实验三十九	红外光谱的校正——薄膜法聚苯乙烯红外光谱 的测定 .....	267
实验四十	红外光谱法定量测定苯酚类羟基 .....	268
<b>第十二章</b>	<b>核磁共振波谱法 .....</b>	<b>271</b>
12.1	基本原理 .....	271
12.2	核磁共振波谱仪 .....	275
12.2.1	核磁共振波谱仪的结构 .....	275
12.2.2	PMX-60SI 高分辨核磁共振波谱仪 .....	276
实验四十一	核磁共振波谱法测定化合物的结构 .....	278
<b>第十三章</b>	<b>库仑分析法 .....</b>	<b>281</b>
13.1	基本原理 .....	281
13.2	库仑滴定指示终点的方法 .....	282
实验四十二	库仑滴定测定硫代硫酸钠的浓度 .....	283
实验四十三	库仑滴定法测定 8-羟基喹啉 .....	285
<b>第十四章</b>	<b>电位分析法 .....</b>	<b>287</b>
14.1	基本原理 .....	287
14.1.1	参比电极 .....	288
14.1.2	指示电极 .....	289
14.1.3	直接电位法 .....	291
14.1.4	电位滴定法 .....	293
14.2	离子计和自动电位滴定计 .....	296
14.2.1	PXD-12 型数字式离子计 .....	296
14.2.2	ZD-2 型自动电位滴定计 .....	297
实验四十四	氟离子选择电极测定氟 .....	298
实验四十五	电位滴定法测定弱酸离解常数 .....	303
<b>第十五章</b>	<b>极谱分析法 .....</b>	<b>306</b>
15.1	基本原理 .....	306
15.1.1	直流极谱法 .....	306
15.1.2	单扫描极谱法 .....	310
15.1.3	循环伏安法 .....	311
15.1.4	脉冲极谱法 .....	312

15.1.5	阳极溶出伏安法 .....	312
15.1.6	示波滴定法 .....	313
15.2	极谱仪 .....	313
15.2.1	JP-2 型示波极谱仪 .....	313
15.2.2	XJP-821 型新极谱仪 .....	314
实验四十六	极谱分析的基本原理 .....	315
实验四十七	单扫描极谱法测定铜 .....	318
实验四十八	阳极溶出伏安法测定镉 .....	320
实验四十九	示波滴定法连续测定锌和镉 .....	323
实验五十	循环伏安法的基本原理 .....	325
<b>第十六章</b>	<b>气相色谱法 .....</b>	<b>329</b>
16.1	基本原理 .....	329
16.2	气相色谱仪 .....	330
16.2.1	载气及进样系统 .....	330
16.2.2	色谱柱 .....	330
16.2.3	检测器 .....	331
16.2.4	记录器 .....	332
16.3	气相色谱仪面板主要旋钮的功能 .....	333
16.3.1	流量控制系统 .....	335
16.3.2	温度控制系统 .....	335
16.3.3	信号控制及调节系统 .....	335
实验五十一	气液色谱柱的制备 .....	336
实验五十二	流动相速度对柱效的影响 .....	338
实验五十三	固定液极性与柱温对保留行为的影响 .....	341
实验五十四	氢火焰离子化检测器性能的测试 .....	344
实验五十五	内标法分析低度大曲酒中的杂质 .....	346
实验五十六	混二甲苯分析 .....	348
<b>第十七章</b>	<b>高效液相色谱法 .....</b>	<b>350</b>
17.1	基本原理 .....	350
17.2	高效液相色谱仪 .....	351
实验五十七	流动相速度对柱效的影响 .....	352
实验五十八	萘、联苯、菲的高效液相色谱分析 .....	354
实验五十九	高效液相色谱法测定咖啡和茶叶中的咖啡因 .....	356

### 第三篇 文献与设计实验

第十八章 文献实验 .....	361
实验六十 Titration of a Mixture of HCl and H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> with Standard NaOH Using Indicators .....	361
实验六十一 Determination of Aluminium: Back Titration Using Solochrome Black Indicator .....	362
实验六十二 Potassium Iodate As A Titrant and Assay for Vitamin C in Tablets .....	364
实验六十三 Ultraviolet Analysis of Benzene in Cyclohexane .....	367
实验六十四 Infrared Analysis of Benzene in Cyclohexane .....	369
实验六十五 Proton NMR Spectra; Chemical Shifts and Coupling Constants .....	371
实验六十六 pH Titration of H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> Mixtures, Calculation of K <sub>1</sub> , K <sub>2</sub> and K <sub>3</sub> .....	375
实验六十七 Differential Pulse Polarography .....	383
实验六十八 Gas Chromatographic Determination of Fatty Acid Compositions .....	390
实验六十九 Analysis of Vitamin C by High-Pressure Liquid Chromatography .....	394
第十九章 设计实验 .....	399
附录 .....	401
一、常用酸碱的相对密度和浓度 .....	401
二、常用指示剂 .....	401
三、滴定分析中常用标准溶液的配制和标定 .....	406
四、常用缓冲溶液的配制 .....	412
五、0~95℃ 时标准缓冲溶液的 pH 值 .....	414
六、化合物的相对分子质量 .....	415
七、元素的相对原子质量 .....	417
八、水的绝对密度 .....	418
九、常见发色团的紫外吸收光谱 .....	420

十、助色团在饱和化合物中的吸收峰 .....	420
十一、紫外测量中溶剂的使用波长 .....	421
十二、某些有机基团的近似力常数 .....	421
参考资料 .....	422

# 第一章 实验室一般知识

## 1.1 分析实验室规则

1. 实验前应准备一本预习报告本,认真进行预习,并写好预习报告。内容包括:实验目的要求、基本原理、简单的实验步骤、实验中注意事项,做好实验安排。对将要进行的实验做到心中有数。

2. 要爱护仪器设备,对不熟悉的仪器设备应先仔细阅读仪器的操作规程,听从教师指导。未经允许切不可随意动手,以防损坏。

3. 实验过程中要保持安静,正确操作,细致观察,认真记录,周密思考。要遵守实验室安全规则,保持室内整洁,特别是随时保持实验台面干净、整齐。火柴梗、废纸等杂物丢入废物缸内。要注意节约使用水、电、煤气等,不要浪费。

4. 实验记录应如实反映实验的情况。通常应按一定格式用钢笔或圆珠笔书写。所有的原始数据都应边实验边准确地记录在报告本上,而不要等到实验结束后才补记。更不要将原始数据记录在草稿本、小纸片或其他地方。记录本应预先编好页码,不应撕毁其中的任何一页。必须养成实事求是的科学态度,不凭主观意愿删去你不喜欢的数据,更不得随意涂改。若记错了,可将错的数据轻轻划一道杠,将正确的数据记在旁边,切不可乱涂乱改或用橡皮擦拭。任何随意拼凑、杜撰原始数据的作法都是不

允许的。

5. 实验报告一般应包括以下内容：

- (1) 姓名。
- (2) 实验项目、日期。
- (3) 实验目的要求，简要原理及主要实验步骤。
- (4) 实验数据原始记录。
- (5) 结果处理，包括图、表、计算公式及实验结果。
- (6) 正式分析结果报告。
- (7) 实验的心得体会、存在问题及失败原因的分析。

6. 实验结束后，应立即把玻璃器皿洗刷干净，仪器复原，填好使用登记卡，整理好实验台面，把当天的实验报告及时交给老师。

7. 值日生应认真打扫好实验室，关好水、电、煤气、窗、门，方可离开实验室。

## 1.2 实验室安全规则

1. 不得在实验室内吸烟、进食或喝饮料。

2. 浓酸和浓碱具有腐蚀性，配制溶液时，应将浓酸注入水中，而不得将水注入浓酸中。

3. 自瓶中取用试剂后，应立即盖好试剂瓶盖。决不可将取出的试剂或试液倒回原试剂或试液贮存瓶内。

4. 妥善处理无用的或沾污的试剂，固体弃于废物缸内，一般水溶性液体用大量水冲入下水道。

5. 汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品，使用时应特别小心。氰化物不能接触酸，否则产生 HCN，剧毒！氰化物废液应倒入碱性亚铁盐溶液中，使其转化为亚铁氰化铁盐，然后直接倒入下水道中。H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 能腐蚀皮肤。接触过化学药品应立即洗手。

6. 将玻璃管、温度计或漏斗插入塞子前，用水或适当的润滑剂润湿，用毛巾包好再插，两手不要分得太开，以免折断划伤手。

7. 闻气味时应用手小心地把气体或烟雾扇向你的鼻子。取浓  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、浓  $\text{HCl}$ 、 $\text{HNO}_3$ 、 $\text{H}_2\text{SO}_4$ 、 $\text{HClO}_4$  等易挥发的试剂时，应在通风橱内操作。开启瓶盖时，绝不可将瓶口对着自己或他人的面部。夏季开启瓶盖时，最好先用冷水冷却。如不小心溅到皮肤和眼内，应立即用水冲洗，然后用 5% 碳酸氢钠溶液（酸腐蚀时采用）或 5% 硼酸溶液（碱腐蚀时采用）冲洗，最后用水冲洗。

8. 使用有机溶剂（乙醇、乙醚、苯、丙酮等）时，一定要远离火焰和热源。用后应将瓶塞盖紧，放在阴凉处保存。

9. 下列实验应在通风橱内进行：

(1) 制备或反应产生具有刺激性的、恶臭的或有毒的气体（如  $\text{H}_2\text{S}$ 、 $\text{NO}_2$ 、 $\text{Cl}_2$ 、 $\text{CO}$ 、 $\text{SO}_2$ 、 $\text{Br}_2$ 、 $\text{HF}$  等）时。

(2) 加热或蒸发  $\text{HCl}$ 、 $\text{HNO}_3$ 、 $\text{H}_2\text{SO}_4$  或  $\text{H}_3\text{PO}_4$  等溶液时。

(3) 溶解或消化试样时。

10. 如化学灼伤应立即用大量水冲洗皮肤，同时脱去污染的衣服；眼睛受化学灼伤或异物入眼，应立即将眼睛睁开，用大量水冲洗，至少持续冲洗 15 分钟；如烫伤，可在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤软膏。严重者应立即送医院治疗。

11. 加热或进行激烈反应时，人不得离开。

12. 使用电器设备时，应特别细心，切不可用湿的手去开启电闸和电器开关。凡是漏电的仪器不要使用，以免触电。

13. 使用精密仪器时，应严格遵守操作规程，仪器使用完毕后，将仪器各部分旋钮恢复到原来的位置，关闭电源，拔去插头。

14. 发生事故时，要保持冷静，采取应急措施，防止事故扩大，如切断电源、气源等并报告老师。



## 1.3 分析实验室用的纯水

分析实验室用于溶解、稀释和配制溶液的水，都必须先经过纯化。分析要求不同，对水质纯度的要求也不同。故应根据不同要求，采用不同纯化方法制得纯水。

一般实验室用的纯水有蒸馏水、二次蒸馏水、去离子水、无二氧化碳蒸馏水、无氨蒸馏水等。

### 1.3.1 水纯度的检查

1. 酸度 要求纯水的 pH 值在 6~7。检查方法是在两支试管中各加 10 mL 待测的水，一管中加 2 滴 0.1% 甲基红指示剂，不显红色。另一管加 5 滴 0.1% 溴百里酚蓝指示剂，不显蓝色，即为合格。

2. 硫酸根 取待测水 2~3 mL 放入试管中，加 2~3 滴 2 mol/L 盐酸酸化，再加 1 滴 0.1% 氯化钡溶液，放置 15 小时，不应有沉淀析出。

3. 氯离子 取 2~3 mL 待测水，加 1 滴 6 mol/L 硝酸酸化，再加 1 滴 0.1% 硝酸银溶液，不应产生混浊。

4. 钙离子 取 2~3 mL 待测水，加数滴 6 mol/L 氨水使呈碱性，再加饱和草酸铵溶液 2 滴，放置 12 小时后，无沉淀析出。

5. 镁离子 取 2~3 mL 待测水，加 1 滴 0.1% 鞣酐黄及数滴 6 mol/L 氢氧化钠溶液，如有淡红色出现，即有镁离子，如呈橙色则合格。

6. 铵离子 取 2~3 mL 待测水，加 1~2 滴内氏试剂，如呈黄色则有铵离子。

7. 游离二氧化碳 取 100 mL 待测水注入锥形瓶中，加 3~4 滴 0.1% 酚酞溶液，如呈淡红色，表示无游离二氧化碳，如为无