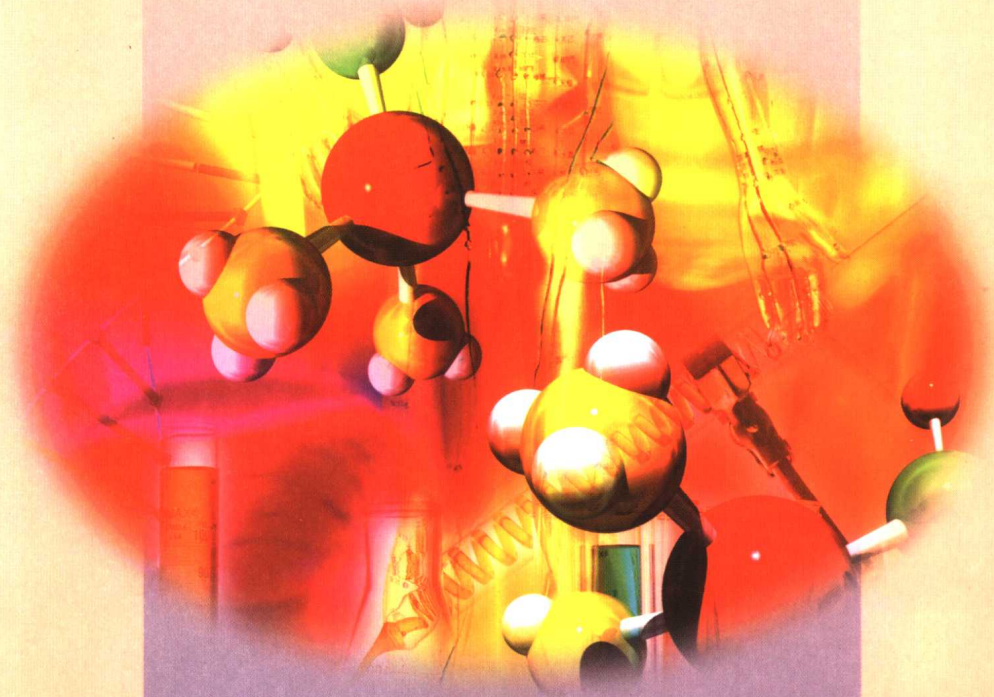


全国高等农业院校教材

全国高等农业院校教学指导委员会审定

半微量分析化学实验

王 芬 主编



5.1-33
7

中国农业出版社

0655.1-38
W227

全国高等农业院校教材
全国高等农业院校教学指导委员会审定

半微量分析化学实验

王 芬 主编



A1089072



中国农业出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

半微量分析化学实验/王芬主编. —北京: 中国农业出版社, 2002.12

全国高等农业院校教材

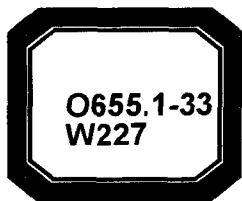
ISBN 7-109-07970-8

I. 半... II. 王... III. 半微量分析-化学实验-高等学校-教材 IV. 0655.1-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2002) 第 094965 号



A1089072



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 彭明喜

中国农业出版社印刷厂印刷 新华书店北京发行所发行

2003 年 1 月第 1 版 2003 年 1 月北京第 1 次印刷

开本: 787mm×960mm 1/16 印张: 12.25

字数: 216 千字

定价: 17.20 元

(凡本版图书出现印刷、装订错误, 请向出版社发行部调换)

前 言

教材建设是教学过程创新的基础,面向 21 世纪的教材应体现教学内容更新、拓宽和整合。为适应 21 世纪教学改革的需要,培养“基础扎实,知识面宽,能力强,素质高”的人才,我们编写了《半微量分析化学实验》这本教材。

本教材是根据教育部《面向 21 世纪高等农林院校本科生化学系列课程体系改革的研究与实践》项目制定的《化学系列课程基本要求》,结合多年的教学实践,在多次编写分析化学教材的基础上,配合分析化学实验教学改革的实际需要编写而成的。

本教材在内容选择上既充分考虑农林院校各专业的需要,又尽量突出分析化学应用性强、与农林各专业结合紧密的特点,注意对学生学习知识和运用知识、动手能力和解决实际问题能力的培养,以适应 21 世纪对农林各专业大学生科学素质培养的要求。

全书共包括七大块内容:分析化学实验基本仪器、分析天平、分析化学实验基本操作技术、分析化学实验基本知识、化学分析实验、仪器分析实验及分析化学实验考核。其中,化学实验由常规分析改为半微量分析,在试样的称取量,指示剂、缓冲溶液、介质等浓度和用量方面做了重大的改变。半微量分析法具有以下特点:

1. 仪器容积小,价格低廉,可以降低玻璃仪器的购置成本,减少化学药品的支出费用,节省实验经费。
2. 试剂用量少,废物排放少,可以降低对环境的污染,有利于提高学生们的环境保护意识。
3. 分析速度快,节省实验所用时间,可以在规定的学

时内增加新的实验内容,有利于培养学生们的综合素质。

4. 与农林各专业结合紧密。半微量分析所用试剂大大少于常量分析,测定的精密度有所降低,但可以满足对农林样品分析结果准确度的要求,值得推广应用。

应用性实验和设计性实验在农业院校是个薄弱环节,增加这部分内容,让学生自己查阅文献资料,自己设计实验方案,独立开展实验,这对于培养学生学习的积极性和主动性、训练学生综合应用的能力、探索未知的能力具有重要意义。

参加本教材编写工作的有沈阳农业大学王芬、王艳芳;吉林农业大学赵成爱、于晓斌;东北农业大学李颖娇,东北林业大学刘毓琪。全书由王芬统稿,东北林业大学宋冶主审。

本教材在编写过程中,参阅了一些兄弟院校的教材,并吸收了一些内容,在此表示谢意。

由于编者水平所限,难免有疏漏欠妥之处,恳请同行专家和使用本书的同学批评指正。

编 者

2002年8月

主 编	王 芬		
副主编	王艳芳	赵成爱	
参 编	于晓斌	李颖娇	刘毓琪
主 审	宋 冶		

目 录

前言

第一章 分析化学实验基本仪器 1

第一节 分析化学实验一般仪器和设备 1

第二节 紫外和可见分光光度计 8

第三节 电势分析仪 11

第二章 分析天平 15

第一节 天平的称量原理 15

第二节 分析天平的种类和构造 16

第三节 分析天平的性能 21

第四节 分析天平的检查与调整 24

第五节 天平的安装和常见故障的排除 25

第六节 分析天平的称量方法 27

第七节 单盘分析天平 29

第八节 电子天平 30

第九节 天平室规则及分析天平使用规则 34

第三章 分析化学实验基本操作技术 36

第一节 纯水的制备和检验 36

第二节 重量分析的基本操作技术 42

第三节 滴定分析基本操作技术 49

第四节 几种分光光度计的使用 64

第五节 几种电势分析仪的使用 68

第六节 定量分析中的分离操作技术 79

第四章 分析化学实验基本知识 85

第一节 分析化学实验目的和要求 85

第二节	实验数据的记录、处理和实验报告	86
第三节	化学试剂	89
第四节	分析化学实验室安全知识	91
第五章	化学分析实验	93
实验一	分析天平的称量练习	93
实验二	氯化钡中结晶水含量的测定	95
实验三	酸、碱标准溶液的配制和比较滴定	97
实验四	HCl 标准溶液的标定	99
实验五	NaOH 标准溶液的标定	101
实验六	铵盐中氮含量的测定 (甲醛法)	103
实验七	果蔬中总酸度的测定	105
实验八	蛋壳中碳酸钙含量的测定	107
实验九	食醋中总酸度的测定	109
实验十	食碱中 Na_2CO_3 、 NaHCO_3 及总碱度的测定	110
实验十一	尿素中 NaCl 含量的测定 (莫尔法)	112
实验十二	EDTA 标准溶液的配制和标定	114
实验十三	水的总硬度及钙、镁含量的测定	116
实验十四	铁、铝混合液中铁、铝含量的连续测定	119
实验十五	高锰酸钾标准溶液的配制和标定	123
实验十六	过氧化氢含量的测定	125
实验十七	饲料中钙含量的测定	127
实验十八	亚铁盐中铁含量的测定	130
实验十九	腐植酸类肥料的测定	132
实验二十	硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	135
实验二十一	维生素 C 含量的测定	138
实验二十二	胆矾中铜含量的测定	140
实验二十三	漂白粉中有效氯的测定	141
第六章	仪器分析实验	144
实验一	分光光度法的基本条件试验	144
实验二	磺基水杨酸法测铁	147

实验三	钼锑抗法测磷	150
实验四	植物组织中氮的微量测定	152
实验五	合金钢中微量铜的萃取分析测定	155
实验六	铜、铁、钴、镍的纸上色谱分离	158
实验七	直接电势法测定土壤酸度	160
实验八	离子选择性电极法测定水中氟含量	162
实验九	HCl 和 HAc 混合液的电势滴定	165
实验十	电势滴定法连续测定氯、碘混合物中 氯和碘的含量	168
第七章 分析化学实验考核		171
第一节	滴定分析基本操作考核要求细则	171
第二节	设计分析方案实验目的和要求	172
第三节	分析方案设计举例	174
第四节	分析方案设计参考题目	176
附 录		177
附录一	常用酸碱的密度和浓度	177
附录二	六种 pH 标准溶液在 0~90℃ 下的 pH	177
附录三	常用缓冲溶液的配制	178
附录四	常用基准物质的干燥条件和应用	179
附录五	常用洗涤剂	180
附录六	常用熔剂和坩埚	180
附录七	国产滤纸规格	181
附录八	一些推荐的离子强度调节剂	182
附录九	元素的相对原子质量表 (1985 年国际 原子量)	183
附录十	常见化合物的相对分子质量表	184

第一章

分析化学实验基本仪器

第一节 分析化学实验一般仪器和设备

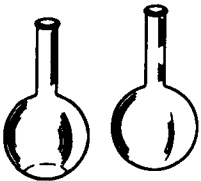
一、分析化学实验常用一般仪器

分析化学实验使用的一般仪器见表 1-1。

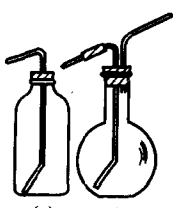
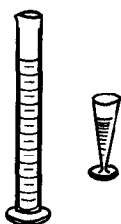
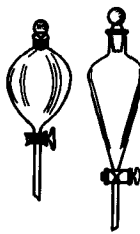
表 1-1 分析化学实验使用的一般仪器

名 称	规 格	一般用途	注意事项
 离 心 管	有刻度和无刻度两种， 容积 (V/mL): 5、10、 15	定性分析检验离子 和在离心机中借离心 作用分离溶液和沉淀	只能水浴加热
 滴 瓶	有无色、棕色之分， 容积 (V/mL): 30、60、 125 等	装滴加的试剂	①见光易分解的 试剂要盛放在棕色 瓶中 ②碱性试剂要盛 放在橡皮塞的滴瓶中 ③酸或其他腐蚀 胶帽的试剂，不宜 长期盛放
 烧 杯	容 积 (V/mL): 10、 15、25、50、100、250、 400、1000、2 000 等	①配制溶液、溶解 样品、溶液加热或蒸 发 ②用于较大量试剂 的反应	加热时放在石棉 网上，一般不直接 加热。直接加热时 外部要擦干，不要 有水珠，以防炸裂

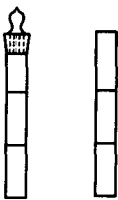
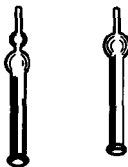
(续)

名 称	规 格	一般用途	注意事项
 三角烧瓶(锥形瓶)	容 积 (V/mL): 50、100、250、500 等	①反应容器 ②滴定分析时盛被滴定溶液	加热时放在石棉网上, 一般不直接加热。直接加热时外部要擦干, 不要有水珠, 以防炸裂
 碘 量 瓶	容 积 (V/mL): 50、100、250、500 等	碘量法或其他生成挥发性物质的定量分析	加热时放在石棉网上, 一般不直接加热。直接加热时外部要擦干, 不要有水珠, 以防炸裂
 烧 瓶	有圆底、平底之分, 容 积 (V/mL): 250、500、1000 等	①反应容器 ②加热及蒸馏液体 ③平底的可自制洗瓶	加热时放在石棉网上, 一般不直接加热。直接加热时外部要擦干, 不要有水珠, 以防炸裂
 凯氏烧瓶	容 积 (V/mL): 50、100、250、500 等	消解有机物质	置石棉网上加热, 瓶口一般放只小漏斗

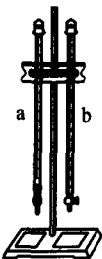
(续)

名 称	规 格	一般用途	注意事项
 (a) (b) 洗 瓶	材料: (a) 塑料、(b) 玻璃, 容积 (V/mL): 250、500 等	装纯水洗涤仪器或装洗涤液洗涤沉淀	玻璃的可置石棉网上加热
 (a) (b) 量筒和量杯	(a) 量筒: 容积 (V/mL): 5、10、25、50、100、500 等 (b) 量杯: 容积 (V/mL): 10、20、50、100、500、1000 等	用于量取一定体积的液体	不能直接加热
 漏 斗	长颈漏斗, 口径 (d/cm): 4、5、9、12 等	①用于过滤 ②用于将溶液转移到口径较小的容器中	不能直接加热
 分液漏斗	有球形、梨形等, 容积 (V/mL): 50、100、250、500 等	分开两种互不相溶的液体, 用于萃取和富集	磨口活塞必须原配, 漏水的不能用, 盖和活塞必须用橡皮圈套住, 防止滑出打碎

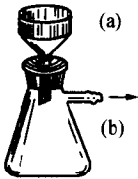
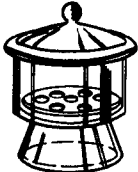
(续)

名 称	规 格	一般用途	注意事项
 比 色 管	容 积 (V/mL): 10、25、50、100 等, 有带刻度、不带刻度, 具塞、不具塞之分	比色分析	不可直接加热, 管塞必须原配, 管壁必须清洁透明
 干 燥 管		盛装干燥剂	干燥剂置球形部分, 不宜过多, 小管与球形交界处放棉花少许填充之
 吸 收 管	波氏, 全长 (L/mm): 173、233 等	吸收气体样品中的被测物质	通过气体的流量要适当, 两只串联使用, 不可直接加热
 移液管和吸量管	移液管容积 (量出式) (V/mL): 1、2、5、10、15、20、25、50、100; 一等、二等吸量管容积 (量出式) (V/mL): 1、2、5、10, 微量 0.1、0.2、0.5, 有吹、不吹之分	准确量取一定体积的液体	保护好尖端不可磕破

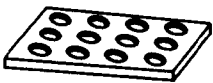
(续)

名 称	规 格	一般用途	注意事项
 滴定管	容积 (V/mL) (量出式): 25、50、100, 一等, 二等, (a) 碱式管、(b) 酸式管; 微量 (V/mL): 1、2、3、4、5、10	用于滴定操作	①碱式盛碱性溶液, 但不能长久存放 ②酸式盛酸性溶液、氧化性溶液和与橡皮作用的溶液 ③活塞要原配, 不可漏液
 自动滴定管	自动滴定管容积 (V/mL) 为 25; 储液瓶容积 (V/mL) 1000	用于滴定剂需隔绝空气的滴定操作	①碱式盛碱性溶液, 但不能长久存放 ②酸式盛酸性溶液、氧化性溶液和与橡皮作用的溶液 ③活塞要原配, 不可漏液
 容量瓶	容积 (量入式) (V/mL): 25、50、100、250、500、1 000, 有无色、棕色之分	配制准确体积的标准溶液或被测溶液	①不能受热 ②不能在其中溶解固体 ③瓶塞必须原配不能漏水 ④定容时溶液温度应与室温一致
 (a) (b) 称量瓶	以外径 $d/\text{mm} \times$ 高 h/mm 表示: (a) 低型 40×30 ; (b) 高型 25×40	①准确称取一定质量的固体药品时用 (差减法) ②低型的可测定样品中水分 (挥发法)	不能直接加热

(续)

名 称	规 格	一般用途	注意事项
 布氏漏斗和吸滤瓶	(a) 布氏漏斗瓷质, 以直径 (d/cm) 表示, 6、8; (b) 吸滤瓶的容积 (V/mL) 为 250、500	利用吸气泵或真空泵降低抽滤瓶内压力, 以加速过滤速度, 适用于大量固体过滤	不能直接加热
 干燥器	以直径 (d/cm) 表示	①定量分析时, 将灼烧过的坩埚或烘干的称瓶等置于其中冷却 ②存放物品, 以免吸收水分	①灼烧过的物体放入干燥器时温度不能过高 ②干燥器中干燥剂要定期更换 ③磨口处要涂凡士林
 坩 埚	有瓷、铁、银、镍、铂等, 容积 (V/mL): 25、30	①熔融样品 ②高温灼烧固体	①不同性质的样品选用不同材料的坩埚 ②放在泥三角上直接用火烧 ③取高温坩埚时, 坩埚钳要预热, 坩埚放在石棉网上, 不可骤冷
 烧结玻璃坩埚	以坩埚的滤板孔径 ($d/\mu\text{m}$) 分为六种: 1 (20~30); 2 (10~15); 3 (4.9~9); 4 (3~4); 5 (1.5~2.5); 6 (1.5以下)	用于过滤定量分析中只需低温干燥的沉淀	①应选择合适孔径的坩埚 ②不宜用于过滤胶状或碱性沉淀 ③干燥或烘烤沉淀时只适用于 150°C 下烘干的沉淀
 研 钵	有瓷、铁、玻璃、玛瑙等, 以钵口径 (d/cm) 表示	研磨固体物质用, 按固体的性质、硬度和测定的要求选用不同材料的研钵	①只能研磨, 不能敲击 (铁研钵除外) ②不能用火直接加热 ③不能作反应容器用

(续)

名 称	规 格	一般用途	注意事项
 点 滴 板	材料：瓷；分白色、黑色；有十二凹穴、九凹穴、六凹穴等之分	用于点滴反应，一般不需分离的沉淀反应，尤其是显色反应	白色沉淀用黑色板；有色沉淀用白色板

二、分析化学实验常用设备

分析化学实验常用设备见图 1-1 至图 1-6。

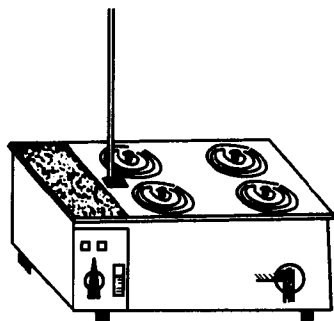


图 1-1 恒温水浴锅

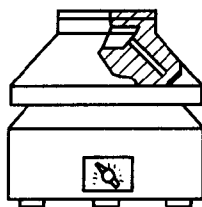


图 1-2 电动离心机

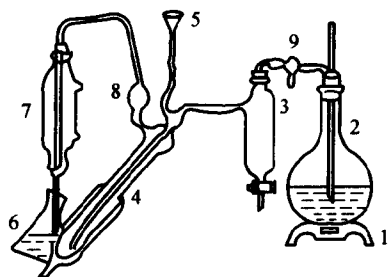


图 1-3 凯氏定氮代蒸馏装置

1. 电炉 2. 蒸汽发生器 3. 贮液管
4. 反应室 5. 小漏斗 6. 接受瓶
7. 冷凝器 8. 安全管 9. 三通活塞



图 1-4 索氏萃取器

1. 烧瓶 2. 萃取室 3. 冷凝管
4. 虹吸管 5. 支管

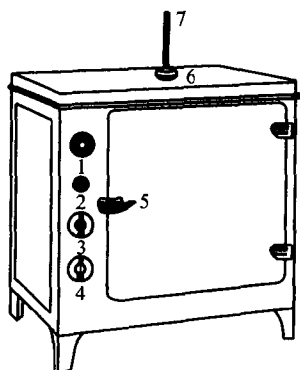


图 1-5 烘箱

1. 温度控制器旋钮 2. 指示灯 3. 开关
4. 鼓风旋钮 5. 拉手 6. 排气阀 7. 温度计

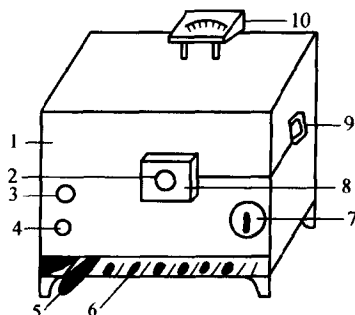


图 1-6 马福炉

1. 炉体 2. 炉门上的观察孔 3. 电源指示灯
4. 自控指示灯 5. 变阻器滑动把柄
6. 变阻器接触点 7. 自控调节钮 8. 绝热门
9. 门的开关把手 10. 热电偶毫伏表 (温度计)

第二节 紫外和可见分光光度计

紫外和可见分光光度法,按光的“单色程度”可分为“比色法”和“分光光度法”。相应的仪器有光电比色计和分光光度计。

一、光电比色计

光电比色法所用的仪器称为光电比色计,它是利用滤光片获得单色光(波长范围 10~50 nm)。

光电比色计的型号很多,一般分单光电池型和双光电池型两种。单光电池型光电比色计应用最多,它的特点是只用一个光电池作信号检测器。这种类型的典型代表是国产 581—G 型光电比色计。只要熟悉了它的基本构造原理和使用方法,对任何一种单光电池型比色计(如 JGB—1A 型、GXG—915 型、GDB—J 型等),只要参看它们的说明书是不难掌握的。

光电比色计虽然只能用于可见光区域,准确度比分光光度计差,但由于它具有仪器设备简单、价格便宜、操作方便等优点,所以对分析结果的准确度要求不很高的情况下,仍是一种常用的分析仪器。