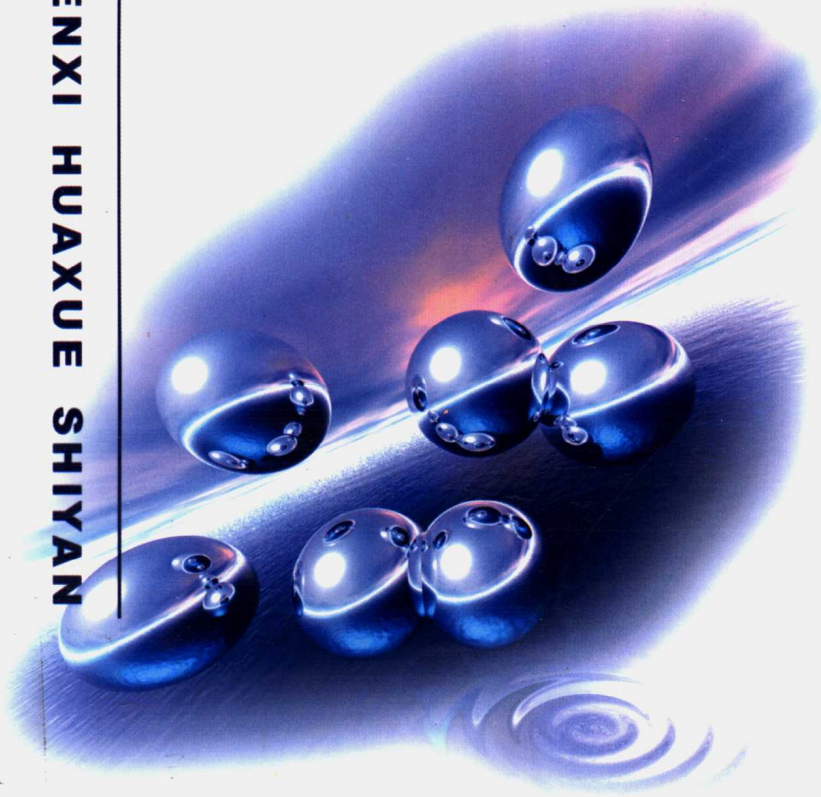


中等专业学校教材

分析化学实验

王芳权 主编

FENXI HUAXUE SHIYAN



中国轻工业出版社

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/王芳权主编. —北京:中国轻工业出版社, 1999.10 (重印)

中等专业学校教材

ISBN 7-5019-2273-X

I.分… II.王… III.分析(化学)—化学实验—专业学校—教材 IV.0652.1

中国版本图书馆CIP数据核字(98)第22149号

责任编辑: 劳国强 责任终审: 滕炎福 封面设计: 赵小云
版式设计: 丁 夕 责任校对: 郎静瀛 责任监印: 徐肇华

*

出版发行: 中国轻工业出版社(北京东长安街6号, 邮编: 100740)

印 刷: 中国人民警官大学印刷厂

经 销: 各地新华书店

版 次: 1998年12月第1版 1999年10月第2次印刷

开 本: 850×1168 1/32 印张: 6.125

字 数: 159千字 印数: 6001-9000

书 号: ISBN7-5019-2273-X/TQ·153 定价: 10.00元

• 如发现图书残缺请直接与我社发行部联系调换 •

前 言

本书主要是根据全国轻工中专轻工分析专业教材建设与专业指导委员会1997年修订的《分析化学实验》教学大纲而编写的,与郭若鹭主编的《分析化学》理论教材相配套。本书除用于指导学生实验外,也兼顾分析化学实验基础知识,适合于相近专业及有关工厂化验室应用。

本书共分六章三十四个实验内容。第一章分析化学实验基础知识,第四章滴定分析的实验二十九至三十一,第五章重量分析及第六章化学分离由浙江轻工业学校王芳权编写;第二章定性分析由河北轻工业学校王跃东编写;第三章分析天平,第四章滴定分析及实验十至十七由武汉第一轻工业学校叶雄桥编写;第四章滴定分析的实验十八至二十八由内蒙古轻工业学校薛富编写。

本书由浙江轻工业学校王芳权修改定稿,由集美轻工业学校汪佑喆主审。

由于编者水平有限,编写时间较仓促,书中难免有缺点和错误,敬请读者批评指正。

编 者

1998年7月

目 录

第一章 分析化学实验基础知识	(1)
第一节 实验室工作要求和安全知识.....	(1)
第二节 纯水的制备与检验.....	(4)
第三节 玻璃器皿的洗涤和常用洗液.....	(8)
第四节 化学试剂.....	(11)
第五节 实验数据的记录和实验报告.....	(12)
第二章 定性分析	(14)
第一节 定性分析实验注意事项.....	(14)
第二节 半微量定性分析中常用仪器及基本操作.....	(19)
第三节 定性分析试剂的配制方法.....	(31)
实验一 仪器的准备和基本操作练习.....	(39)
实验二 第一组阳离子的分析.....	(43)
实验三 第二组阳离子的分析.....	(47)
实验四 第三组阳离子的分析.....	(53)
实验五 第四组阳离子的分析.....	(59)
实验六 第五组阳离子的分析.....	(63)
实验七 部分阳离子混合物的分析.....	(66)
实验八 阴离子分析.....	(67)
实验九 未知易溶盐定性分析.....	(73)
第三章 分析天平	(76)
第一节 分析天平的种类.....	(76)
第二节 半自动电光天平的称量原理及天平构造.....	(77)
第三节 分析天平的性能.....	(81)
第四节 称样方法.....	(84)

第五节	分析天平的使用规则	(86)
第六节	分析天平常见故障和排除	(87)
实验十	分析天平灵敏度及变动性测定	
	天平测量练习	(89)
第四章	滴定分析	(92)
第一节	滴定分析常用仪器	(92)
第二节	滴定分析仪器及其基本操作	(92)
第三节	滴定分析仪器的校准	(101)
实验十一	滴定分析仪器基本操作及滴定终点练习	(105)
实验十二	滴定分析仪器的校准	(107)
实验十三	酸碱标准溶液的配制与标定	(109)
实验十四	工业硫酸的测定	(114)
实验十五	食用醋酸中HAc含量的测定	(115)
实验十六	混合碱分析	(116)
实验十七	铵盐含量测定	(119)
实验十八	EDTA标准溶液的配制与标定	(121)
实验十九	水中硬度的测定	(124)
实验二十	镍盐含量的测定	(127)
实验二十一	铅铋混合液中铅、铋含量的连续测定	(129)
实验二十二	KMnO ₄ 标准溶液的配制与标定	(132)
实验二十三	绿矾的测定	(134)
实验二十四	软锰矿中MnO ₂ 含量的测定	(136)
实验二十五	K ₂ Cr ₂ O ₇ 标准溶液的配制及K ₂ Cr ₂ O ₇ 无汞 测铁法	(138)
实验二十六	Na ₂ S ₂ O ₃ 及I ₂ 标准溶液的配制与标定	(141)
实验二十七	胆矾中CuSO ₄ 含量的测定	(145)
实验二十八	溴量法溶液的配制及苯酚含量的测定	(147)
实验二十九	AgNO ₃ 标准溶液和NH ₄ SCN标准溶液的 配制与标定	(150)

实验三十 氯化物中氯含量的测定——摩尔法	(152)
实验三十一 氯化物中氯含量的测定——佛尔哈特法	(154)
第五章 重量分析	(157)
第一节 重量分析仪器	(157)
第二节 重量分析基本操作	(159)
实验三十二 氯化钡中结晶水的测定	(167)
实验三十三 氯化钡中钡含量的测定	(168)
第六章 分离方法	(172)
实验三十四 阳离子交换树脂工作交换容量的测定	(172)
附录	(176)
一、常用指示剂	(176)
二、常用缓冲溶液的配制	(180)
三、常用浓酸浓碱的密度和浓度	(181)
四、常用基准物质的干燥条件和应用	(181)
五、国际相对分子质量表(Mr)	(182)
六、国际相对原子质量表(Ar, 1989年)	(185)
参考文献	(186)

第一章 分析化学实验基础知识

分析化学实验是分析化学课程的重要组成部分,是分析专业学生的必修课。通过实验教学,可以巩固和深化分析化学的基础理论知识,训练基本操作技能,提高分析问题和解决问题的能力,培养理论联系实际、实事求是的科学态度和良好的工作作风,为今后的学习和工作奠定基础。

为保证实验的顺利进行和获得准确的分析结果,必须了解和掌握有关的分析化学实验基础知识。

第一节 实验室工作要求和安全知识

一、实验室工作要求

分析工作者应该有严肃认真的工作态度,培养精密细致地操作、观察实验现象和准确、及时、如实地记录实验数据的科学作风,养成整齐、清洁的良好实验习惯。

(1) 工作要有计划。实验前要作好充分的准备,使工作能有条不紊地顺利进行。

(2) 要注意培养良好的实验工作习惯,养成严谨细致的科学作风。实验中所用的仪器、药品放置要合理、有序,实验台面要清洁、整齐。实验告一段落后要及时整理。实验完毕后一切仪器、药品、用具等都要放回原处。

(3) 实验记录应记在专用的记录本上。记录要及时、真实、齐全、清楚、整洁、规格化。应该用钢笔或圆珠笔记录,如有记错应划掉重写,不得涂改、刀刮或补贴。

(4) 注意卫生。实验前后都应洗手。实验前如手不干净,就可

能沾污仪器、试剂和样品,从而引入实验误差。实验后如不认真洗手,就可能将有毒物质带出,甚至误入口中而引起中毒。

(5) 保持实验室整洁。火柴梗、碎玻璃、废纸等废弃物不得随地乱扔或丢入下水道中,应投入专设的废物箱内。实验结束后要清扫实验室,保持清洁。

二、实验室安全知识

在分析化学实验中,经常使用水、电、煤气和各种化学试剂、仪器等。如不遵守操作规程或粗心大意,就可能造成中毒、着火、烫伤及仪器设备的损坏等各种事故,给国家财产造成损失和危及人身安全。因此,必须高度重视实验室的安全工作,严格遵守操作规程,杜绝事故发生。万一发生事故,要沉着、冷静,积极采取措施,避免事故扩大。

为保证实验人员的人身安全和实验工作的正常进行,必须遵守以下实验室安全守则。

(1) 实验室内严禁饮食、吸烟。严禁试剂入口及用实验器皿作餐具。实验完毕后必须认真洗手。

(2) 一切试剂、样品均应有标签,绝不可在容器内装与标签不相符的物质。

(3) 浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性,使用时切勿溅在皮肤和衣服上。稀释浓硫酸时,必须在烧杯等耐热容器中进行,且只能将浓硫酸在不断搅拌下缓缓注入水中,温度过高时应冷却降温后再继续加入。配制氢氧化钠等浓溶液时,也必须在耐热容器中溶解。如需将浓酸或浓碱中和,则必须先行稀释。

(4) 在开启易挥发的试剂(如浓 HCl 、 HNO_3 、 HClO_4 、 $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ 等)时,均应在通风橱内进行,开启时瓶口不要对准人。在夏天取用浓 $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ 时,应先将试剂瓶放在自来水中冷却数分钟后再行开启。

(5) 配制药品或实验中能产生有毒或有腐蚀性气体(如 HCN 、

NO_2 、 H_2S 、 SO_3 、 NH_3 、 Br_2 、 HF 、 CO 等)时,均应在通风橱内进行。

(6) 使用汞盐、砷化物、氰化物等剧毒药品时,要特别小心,并采取必要的防护措施。氰化物不能接触酸,否则产生剧毒的HCN气体。实验残余的毒物应采取适当的方法加以处理,切勿随意丢弃或倒入水槽。

(7) 使用易燃的有机试剂(如乙醇、乙醚、苯、丙酮等)时,一定要远离火源,使用完毕后及时将试剂瓶塞严。不能用明火加热易燃溶剂,而应采用水浴或沙浴加热。

(8) 装过有毒、强腐蚀性、易燃、易爆物质的器皿,应由操作者亲自洗净。

(9) 试剂瓶的磨口塞粘固打不开时,可将瓶塞在实验台边缘轻轻磕碰,使其松动;或用电吹风稍许加热瓶颈部分使其膨胀;或在粘固的缝隙间加入几滴渗透力强的液体(如乙酸乙酯、煤油、稀盐酸、水等);或将瓶口放入热水中浸泡。严禁用重物敲击,以防瓶体破裂。

(10) 将玻璃棒、玻璃管、温度计插入或拔出胶塞或胶管时,应垫有垫布,且不可强行插入或拔出。切割玻璃管、玻璃棒,装配或拆卸玻璃仪器装置时,要防止突然损坏而造成刺伤。

(11) 使用煤气灯时,应先将空气调小再点燃火柴,然后开启煤气阀点火并调节好火焰。禁止用火焰在煤气管道上查找漏气处,而应该用肥皂水检查。

(12) 使用分析天平、分光光度计、酸度计等精密仪器时,应严格遵守操作规程。仪器使用完毕后要切断电源,并将各旋钮恢复到原来位置。

(13) 使用电器设备时,要注意防止触电,不可用湿手或湿物接触电闸和电器开关。凡是漏电的仪器设备不要使用,以免触电。使用完毕后应及时切断电源。

(14) 实验室应备有急救药品、防护用品和灭火器材。

(15) 实验结束离开实验室时,应认真检查水、电、煤气、门、窗是否已关好。

第二节 纯水的制备与检验

分析化学实验离不开水,常用的有自来水、蒸馏水和去离子水。由于自来水含有许多杂质(如 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 K^+ 、 Na^+ 、 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 等),对分析实验会产生干扰,因而只能用于初步洗涤玻璃器皿、冷却和加热等。经过提纯的蒸馏水或去离子水则可用于溶液的配制和化学分析工作。

纯水是分析化学实验中使用最多的纯净溶剂和洗涤剂,应妥善贮存,防止受到污染。高纯水则应贮于聚乙烯、有机玻璃或石英玻璃容器中。

一、纯水的常用制备方法

1. 蒸馏法

将天然水用蒸馏器蒸馏就得到蒸馏水。蒸馏水能除去水中非挥发性的离子型和非离子型杂质,但不能除去某些易挥发性的低沸物。由于冷凝管的材料也会微量地带入蒸馏水中,故使用不同材料的蒸馏器所得到的纯水的纯度也不同。常用的蒸馏器有金属或玻璃制造的内电阻加热式蒸馏器。如要制取高纯蒸馏水时,则应使用石英玻璃蒸馏器,且必要时采取二次蒸馏。

2. 离子交换法

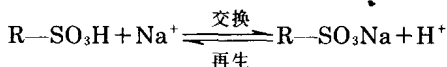
将天然水用离子交换树脂处理所制得的纯水就叫“去离子水”。与蒸馏法相比,离子交换法制取纯水具有设备简单、纯度高和成本低的优点。因此,目前一般实验室都较为广泛地采用离子交换法来制取纯水。

(1) 离子交换树脂

离子交换树脂是一种高分子化合物,在离子交换树脂网状结构的骨架上有许多可以与溶液中离子起交换作用的活性基团,根据活性基团的不同,可分为阳离子交换树脂和阴离子交换树脂。

① 阳离子交换树脂

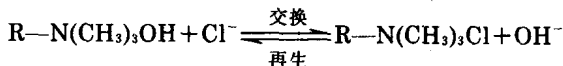
阳离子交换树脂含有酸性基团, 其中的阳离子可被溶液中的阳离子所交换。根据酸性基团的酸性强弱又可分为强酸性阳离子交换树脂(如 $R-SO_3H$, R 表示树脂的骨架)和弱酸性阳离子交换树脂(如 $R-COOH$)。制取纯水一般选用强酸性阳离子交换树脂。其交换反应(以 Na^+ 为例)为:



阳离子交换树脂使用之前要进行预处理。强酸性阳离子交换树脂用 $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HCl}$ 浸泡24h, 然后用蒸馏水洗至中性。

② 阴离子交换树脂

阴离子交换树脂则含有碱性基团, 其中的阴离子可被溶液中的阴离子所交换。根据碱性基团的碱性强弱又可分为强碱性阴离子交换树脂[如 $R-N(\text{CH}_3)_3\text{OH}$]和弱碱性阴离子交换树脂(如 $R-NH_2$)。制取纯水一般选用强碱性阴离子交换树脂。其交换反应(以 Cl^- 为例)为:



阴离子交换树脂使用前也要进行预处理, 强碱性阴离子交换树脂一般用 $2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NaOH}$ 浸泡24h, 再用蒸馏水洗至中性。

(2) 离子交换法制备纯水的原理

离子交换法制取纯水的原理是基于树脂能与天然水中各种离子间的可交换性。即水中的阴、阳离子分别与阴离子树脂上的 OH^- 和阳离子树脂上的 H^+ 发生交换, 水中的阴、阳离子交换到树脂上, 而树脂上的 OH^- 和 H^+ 进入水中结合成 H_2O , 于是除去了水中的杂离子而制得了纯水。

(3) 装柱与生产流程

① 装柱

离子交换树脂经处理后,浸泡在蒸馏水中备用。装柱方法如下:

将润湿的玻璃棉塞在交换柱(一般用有机玻璃等材料制成)的下端,以防树脂流出。然后在交换柱中充满水的情况下,将树脂加入到交换柱中。在装柱中要防止树脂层中夹有气泡。装柱完毕后在树脂层的上面盖一层玻璃棉,以防生产过程中水流掀动树脂层。

② 生产流程

根据树脂装入离子交换柱的方式不同,可将制水系统分为复床式、混床式和联合式三种。

复床式是由几个阳离子交换柱与几个阴离子交换柱互相串联而成,参见图1-1。

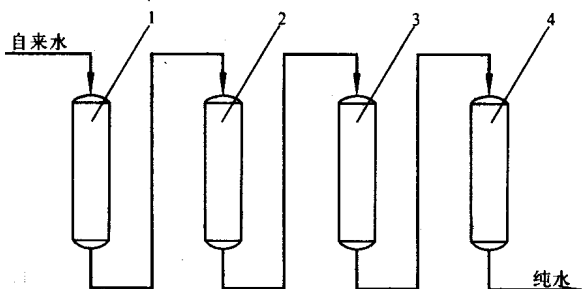


图 1-1 复床式流程示意图

1.3—阳柱 2.4—阴柱

复床式的缺点是柱上的交换产物多少会发生逆反应,所制得的纯水电导率为 $10^{-6}\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$,相当于一次蒸馏水的纯度,只能用于一般分析实验。

混床式是把阴离子树脂与阳离子树脂先混合在一起,然后装入同一个柱内。混床式所制得的纯水电导率可达 $10^{-8}\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$,可用于要求较高的分析实验。

联合式一般采用三个柱。参见图1-2。

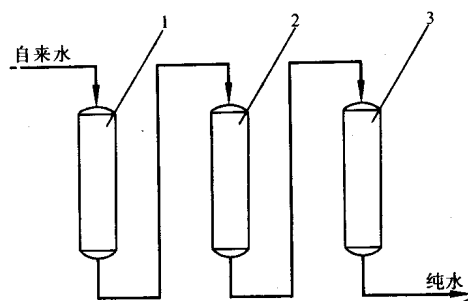


图 1-2 联合式流程示意图

1—阳柱 2—阴柱 3—混合柱

联合式所制的纯水质量更佳,柱的寿命更长,是目前广泛采用的生产流程方式。

(4) 离子交换树脂的再生处理

离子交换树脂具有一定的交换容量,在使用一定时间后将逐渐失效,应进行再生处理。再生方法与树脂的预处理方法基本相同。混合柱(床)的阴离子树脂和阳离子树脂应分开后再分别进行再生。分开阴、阳离子树脂的方法是先饱和NaCl(40%)溶液浸泡,然后加水浸泡并加以适当搅拌后静置,阴离子树脂质轻而上浮,阳离子树脂质重而下沉,待分层完全后即可将其分开。

二、纯水的质量检验

表示水的质量的主要指标是水中各种阴、阳离子的含量。为了保证纯水的质量能符合分析工作的要求,对所制备的纯水必须进行质量检验。常用的质量检验方法为化学检验法和物理检验法。

1. 化学检验法

化学检验法主要是用化学方法来检验水质的pH值和杂离子含量。

(1) pH值的检验

要求pH值为6~7。取二支试管,各加入水样10ml。在一支试管中加入甲基红指示剂2滴,不得显红色;在另一支试管中加入溴百里酚蓝指示剂5滴,不得显蓝色。也可用精密pH试纸检验。

(2) Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Fe^{3+} 等阳离子的检验

取水样10ml于试管中,加入氨水-氯化铵缓冲液($\text{pH} \approx 10$) 2ml,再加入铬黑T指示剂2滴,应呈蓝色而不得显红色为合格。

(3) Cl^- 的检验

取水样10ml于试管中,加入数滴 HNO_3 酸化,再加入1% AgNO_3 溶液2滴,摇匀后不得有混浊现象为合格。

上述三个项目都检验合格的水才符合分析用纯水的要求。

2. 物理检验法

利用电导仪测定水的电导率,是最简便又实用的方法。水的电导率越低(即水的导电能力越弱),表示水中的阴、阳离子数目越少,水的纯度就越高。

一般分析用水的电导率应小于 $10^{-6} \text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$,对于要求较高的分析工作则纯水的电导率应小于 $10^{-7} \text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

第三节 玻璃器皿的洗涤和常用洗液

在分析工作中,洗净玻璃器皿不仅是实验前必须做好的一项准备工作,而且是一项很重要的操作。玻璃器皿洗得是否合格,会直接影响到分析结果的准确度。不同的分析工作对玻璃器皿的洁净度有不同的要求,但至少都应达到倾去水分后器壁上不挂水珠的程度。

一、玻璃器皿的洗涤

1. 一般器皿的洗涤

一般器皿如烧杯、锥形瓶、试剂瓶等,可选用合适的刷子蘸取

去污粉、洗衣粉、洗涤剂直接刷洗其内外表面，用自来水冲洗干净后再用少量纯水滴洗2~3次。

2. 容量器皿的洗涤

带刻度的容量器皿如吸量管、移液管、滴定管、容量瓶等，为防止容器内壁受机械磨损而影响其容积的准确性，不能用刷子刷洗，应选用适当的洗涤液洗涤，必要时加热洗液并浸泡一段时间，然后用自来水冲洗干净，再用少量纯水滴洗2~3次。

(1) 移液管和吸量管的洗涤

为了使量取的溶液体积准确，要求管内壁和管下部的外壁不挂水珠。先用自来水冲洗，用洗耳球吹出管内残留的水，然后将移液管尖插入洗液瓶内，用洗耳球将洗液缓缓吸入移液管内约1/4处，用右手食指压住移液管的上口，将移液管横置过来，左手托住没沾洗液的下端，右手食指松开，平转移液管使洗液润洗内壁。如移液管很脏，则在移液管上口接一小段橡胶管，用洗耳球吸取洗液充满移液管后用夹子夹紧橡胶管，让洗液在移液管内浸泡一段时间。再将洗液倒回原瓶，用自来水冲洗干净后再用少量纯水滴洗2~3次。

(2) 滴定管的洗涤

滴定管分酸式和碱式两种。先用自来水冲洗，然后加入15ml左右洗液(碱式滴定管应除去乳胶管，另用橡胶乳头堵住)，双手平托滴定管的两端，不断转动滴定管，此时管口应对准洗液瓶口，以防洗液外溢。如滴定管很脏，可将洗液灌满整个滴定管浸泡一段时间，此时应在滴定管的下方放置一个烧杯，以防洗液漏出。再将洗液倒回原瓶，用自来水冲洗干净后再用少量纯水滴洗2~3次。

(3) 容量瓶的洗涤

先用自来水冲洗几次，倒出水后再加入15ml左右洗液，适当转动容量瓶使洗液润洗其内壁，然后边转边将洗液倒回原瓶。如容量瓶很脏，则用洗液灌满整个容量瓶浸泡一段时间。将洗液倒回原瓶后，先用自来水冲洗干净，再用少量纯水滴洗2~3次。

3. 特殊要求的洗涤

某些分析工作对玻璃器皿的洗涤有特殊的要求,在用上述方法洗净后还需作特殊处理。如痕量分析所用的器皿,要求洗去极微量(10^{-6} 级)的杂离子,则洗净的器皿还要用优级纯的1:1HCl或HNO₃浸泡几十小时,然后再用去离子水洗干净。

二、常用洗液

1. 铬酸洗液(K₂Cr₂O₇的浓H₂SO₄溶液)

配制方法是称10g工业用K₂Cr₂O₇固体于烧杯中,加入30ml热水,溶解后冷却,在搅拌下慢慢加入170ml浓H₂SO₄,贮存于细口玻璃瓶中备用。

该洗液是一种强酸性的氧化性洗液,呈暗红色。可用于洗油脂及还原性污垢。洗液可反复使用,当洗液的颜色变为绿色时则失效,需重新配制。

2. NaOH-KMnO₄洗液

配制方法是称取4gKMnO₄固体溶于少量水中,在搅拌下慢慢加入100ml10%NaOH溶液。

该洗液用于洗涤油脂及其它有机物。玻璃器皿用该洗液洗涤后会残留下MnO₂沉淀,可用HCl洗去。

3. 还原性洗液

常用的有Na₂SO₃加稀H₂SO₄溶液、FeSO₄的酸性溶液、H₂C₂O₄加稀HCl的溶液(5~10gH₂C₂O₄溶于100ml水中,加数滴HCl)和NH₂OH·HCl溶液等。用于洗涤氧化性杂质。

4. 有机溶剂

如苯、乙醚、丙酮、酒精、二氯乙烷等。用于洗去油污或可溶于该溶剂的有机物。使用时应注意其毒性及可燃性,用过的废溶剂应回收处理。

第四节 化学试剂

化学试剂种类很多,规格不一,用途各异。化学试剂的纯度对分析结果准确度的影响很大,不同的分析工作对试剂纯度的要求也不同。因此,必须了解化学试剂的性质、类别、用途等方面的知识,以便合理选择,正确使用,妥善管理。

一、化学试剂的级别

化学试剂的级别是以其中所含杂质多少来划分的,一般可分为四个等级。其级别和适用范围见表1-1。

表 1-1 化学试剂的等级标志和适用范围

等 级	中文标志	符 号	标签颜色	适 用 范 围
一级品	优级纯 保证试剂	G.R.	绿 色	纯度很高,适用于精密的分析工作和科学研究工作
二级品	分析纯 分析试剂	A.R.	红 色	纯度较高,适用于一般分析工作和科学研究工作
三级品	化学纯	C.P.	蓝 色	纯度较差,适用于工业分析和化学试验
四级品	化学用 实验试剂	L.R.	棕 色	纯度较低,适用于作实验辅助试剂

此外,还有基准试剂、光谱纯试剂、色谱纯试剂等。基准试剂的纯度高于优级纯试剂,用作滴定分析中的基准物是相当方便的,也可用于直接配制标准溶液。光谱纯试剂的杂质低于光谱分析法的检测限,主要用于光谱分析中的标准物质。色谱纯试剂的杂质低于色谱分析法的检测限,主要用于色谱分析中的标准物质。

二、化学试剂的选用

化学试剂的纯度越高,价格越贵。应根据分析任务、分析方法