



21世纪 高职高专通用教材

分析化学实验

● 蔡彭骥 主编
● 严静山 主审

上海交通大学出版社

21 世纪高职高专通用教材

分析化学实验

主 编 蔡彭骥

副主编 许广胜 戴小波 王建梅

主 审 严静山

上海交通大学出版社

内 容 提 要

本书包括分析化学实验的一般知识、分析天平和称量、滴定分析的仪器及基本操作、重量分析的仪器及基本操作、化学分析实验、仪器分析实验、综合实验、分析方案设计、分析化学实验技能考核指标、附录等部分,共选编 35 个实验。各有关专业可按相关内容选取实验。每个实验列有目的、原理、试剂和仪器、步骤、附注、思考题等内容。

本书在内容编写上力求结合生产实际,按化学分析及仪器分析安排无机定量分析实验和有机定量分析实验。

本书可用作高职、高专各有关专业分析化学课程的实验教材,也可供分析工作者参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/蔡彭骧主编. —上海:上海交通大学出版社,2001

ISBN 7-313-02586-6

I. 分… II. 蔡… III. 分析化学-化学实验-高等学校:技术学校-教材 IV. 0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2000)第 59487 号

分析化学实验

蔡彭骧 主编

上海交通大学出版社出版发行

(上海市番禺路 877 号 邮政编码 200030)

电话: 64071208 出版人: 张天蔚

立信会计常熟市印刷联营厂印刷 全国新华书店经销

开本: 890mm×1240mm 1/32 印张: 7 字数: 199 千字

2001 年 1 月第 1 版 2001 年 1 月第 1 次印刷

印数: 1~6050

ISBN 7-313-02586-6/O · 130 定价: 12.00 元

版权所有 侵权必究

21 世纪高职高专通用教材编纂委员会

(以姓氏笔划为序)

编纂委员会顾问

白同朔 王成福 詹平华

编纂委员会名誉主任

王式正 叶春生

编纂委员会主任

闵光太 潘立本

编纂委员会副主任

王永祥	王 乔	王俊堂	王继东	牛宝林	方沛伦
东鲁红	冯伟国	朱家建	朱懿心	吴惠荣	吴仁秀
房世荣	郑桂富	赵祥大	秦士嘉	黄 斌	常立学

编纂委员会委员(委员 99 名):

王平嶂	王永祥	王式正	王成福	王 乔	王俊堂
王继东	尤孺英	孔庆鸿	牛宝林	方沛伦	东鲁红
叶春生	白同朔	伍建国	史旦旦	冯伟国	匡奕珍
华玉弟	华正荣	华雅言	毕明生	朱大刚	朱家建
朱熙然	朱懿心	刘大茂	刘风菊	刘志远	刘伯生
刘 敏	刘德发	江谷传	江林升	李卫芬	李巨光
李立玲	李杰菊	李跃中	杨宏林	杨国诗	陈立德
陈志伟	陈良政	张 劲	张祖芳	肖 军	肖华星
余彤仑	汪祥云	何树民	闵光太	吴仁秀	吴惠荣
林木顺	金 升	周文锦	周奇迹	罗钟鸣	房世荣
房培玉	郑桂富	洪本健	赵祥大	胡大超	胡 刚
姚国强	姚家伦	夏仕平	秦士嘉	硕仲圻	顾志伟
顾国建	陶宝元	陶铁生	徐升华	徐余法	唐育正
曹林根	曹茂华	盛立刚	黄建平	黄 晖	黄 斌
常立学	屠群锋	韩培江	焦庆堂	程宜康	曾文斗
董惠良	虞孟博	詹平华	翟向阳	蒋瑞松	潘立本
潘家俊	薛新华	戴正华			

序

发展高等职业技术教育,是实施科教兴国战略、贯彻《高等教育法》与《职业教育法》、实现《中国教育改革与发展纲要》及其《实施意见》所确定的目标和任务的重要环节;也是建立健全职业教育体系、调整高等教育结构的重要举措。

近年来,年青的高等职业教育以自己鲜明的特色,独树一帜,打破了高等教育界传统大学一统天下的局面,在适应现代社会人才的多样化需求、实施高等教育大众化等方面,做出了重大贡献。从而在世界范围内日益受到重视,得到迅速发展。

我国改革开放不久,从1980年开始,在一些经济发展较快的中心城市就先后开办了一批职业大学。1985年,中共中央、国务院在关于教育体制改革的决定中提出,要建立从初级到高级的职业教育体系,并与普通教育相沟通。1996年《中华人民共和国职业教育法》的颁布,从法律上规定了高等职业教育的地位和作用。目前,我国高等职业教育的发展与改革正面临着很好的形势和机遇:职业大学、高等专科学校和成人高校正在积极发展专科层次的高等职业教育;部分民办高校也在试办高等职业教育;一些本科院校也建立了高等职业技术学院,为发展本科层次的高等职业教育进行探索。国家学位委员会1997年会议决定,设立工程硕士、医疗专业硕士、教育专业硕士等学位,并指出,上述学位与工程学硕士、医学科学硕士、教育学硕士等学位是不同类型的同一层次。这就为培养更高层次的一线岗位人才开了先河。

高等职业教育本身具有鲜明的职业特征,这就要求我们在改革课程体系的基础上,认真研究和改革课程教学内容及教学方法,努力加强教材建设。但迄今为止,符合职业特点和要求的教材却似凤毛麟角。由泰州职业技术学院、上海第二工业大学、金陵职业大学、扬州职业大学、彭城职业大学、沙州职业工学院、上海交通高等职业技术学校、上海

交大技术学院、上海汽车工业总公司职工大学、江阴职工大学、江南学院、常州职业技术师范学院、苏州职业大学、锡山市职业教育中心、上海商业职业技术学院、福州大学职业技术学院、芜湖职业技术学院、青岛职业技术学院、宁波高等专科学校、上海工程技术大学等 70 余所院校长期从事高等职业教育、有丰富教学经验的资深教师共同编写的《21 世纪高职高专通用教材》，将由上海交通大学出版社陆续向读者朋友推出，这是一件值得庆贺的大好事，在此，我们表示衷心的祝贺。并向参加编写的全体教师表示敬意。

高职教育的教材面广量大，花色品种甚多，是一项浩繁而艰巨的工程，除了高职院校和出版社的继续努力外，还要靠国家教育部和省（市）教委加强领导，并设立高等职业教育教材基金，以资助教材编写工作，促进高职教育的发展和改革。高职教育以培养一线人才岗位与岗位群能力为中心，理论教学与实践训练并重，二者密切结合。我们在这方面的改革实践还不充分。在肯定现已编写的高职教材所取得的成绩的同时，有关学校和教师要结合各校的实际情况和实训计划，加以灵活运用，并随着教学改革的深入，进行必要的充实、修改，使之日臻完善。

阳春三月，莺歌燕舞，百花齐放，愿我国高等职业教育及其教材建设如春天里的花园，群芳争妍，为我国的经济建设和社会发展作出应有的贡献！

叶春生

2000 年 4 月 5 日

前 言

分析化学是一门实践性很强的学科,是高职、高专有关专业的基础课。分析化学实验是分析化学课程的重要组成部分,不仅使学生加深对分析化学基本理论的理解,正确掌握分析化学的实验方法及基本操作技能,而且培养学生严谨的工作作风和实事求是的科学态度,建立起严格的“量”的概念,为应用型高级工程技术人才的培养打下良好的基础。

本书编写原则是:紧密配合分析化学的理论教学,但又保持它的完整性和实用性。全书内容包括分析化学实验基本知识和基本操作,化学分析实验、仪器分析实验。根据教学基本要求,本课程实验时数约 60 学时。本书考虑到各专业所要求的实验内容不同,各学校实验室设备不同,相近内容的实验并列几个,以便选用。为克服新内容增多而学时相对减少的矛盾及便于安排教学,本教材把“NaOH 溶液浓度的标定”和“食醋中总酸度的测定”、“HCl 溶液浓度的标定”和“工业纯碱中碱的总浓度的测定”、“EDTA 标准溶液的配制及标定”和“水的总硬度测定”等分别安排为一个实验完成。为了培养学生分析问题和解决问题的能力,本书还编写了“分析方案设计”一章,列出的实验题目,可让学生根据自己的实际情况,选 1~2 个样品设计分析方法。

本书还单独写了“分析化学实验技能考核指标”一章,列出了具体考核内容和基本操作技能指标,以便学生明确要求,也便于进行考核。

参加本书编写的有泰州职业技术学院蔡彭骥(第 1,4,8,9 章和第 5 章中实验 8,实验 14 至 20,第 6 章中实验 26)、戴小波(第 2,3,7 章和第 5 章中实验 1 至 7,实验 9 至 13);淮南联合大学许广胜(第 6 章中实验 25、27 至 30)、董海丽(第 5 章中实验 21 至 24);南京化工学校王建梅(第 6 章中实验 31、32);上海应用技术学院蔡藩(第 6 章中实验 33、34);镇江高等专科学校陆道明(第 6 章中实验 27)。全书由蔡彭骥统

稿。

本书由上海应用技术学院尹静山审稿,在审稿中提出了宝贵意见,谨致谢意。

由于编者水平有限,时间仓促,错误和不妥之处在所难免,敬请使用本教材的教师和读者批评指正。

编 者

2000年10月

目 录

1 分析化学实验的一般知识	(1)
1.1 定量分析实验的目的与要求	(1)
1.2 实验室注意事项	(2)
1.3 分析用纯水	(3)
1.4 化学试剂	(7)
1.5 玻璃器皿的洗涤	(9)
1.6 滤器及其使用	(10)
1.7 坩埚和研钵的使用	(13)
1.8 气体钢瓶及使用注意事项	(18)
2 分析天平和称量	(20)
2.1 分析天平	(20)
2.2 砝码	(31)
2.3 称量方法	(33)
2.4 分析天平常见故障的排除	(36)
3 滴定分析仪器及基本操作	(39)
3.1 容量仪器的有关规定	(39)
3.2 滴定管及其使用	(44)
3.3 容量瓶及其使用	(50)
3.4 吸管及其使用	(54)

4 重量分析仪器及基本操作	(57)
4.1 重量分析的常用仪器.....	(57)
4.2 重量分析基本操作.....	(61)
5 化学分析实验	(71)
实验 1 分析天平的称量练习	(71)
实验 2 滴定分析基本操作练习	(74)
实验 3 NaOH 标准溶液浓度的标定和食醋中总酸度的测定	(79)
实验 4 HCl 标准溶液浓度的标定和工业纯碱中碱的总浓度测定	(82)
实验 5 硫酸铵中含氮量的测定(甲醛法)	(85)
实验 6 混合碱($\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{CO}_3$ 或 $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{NaHCO}_3$)的分析(双指示剂或混合指示剂法)	(87)
实验 7 水泥熟料中二氧化硅的测定(氟硅酸钾法)	(90)
实验 8 醋酸钠含量的测定(非水滴定法)	(93)
实验 9 α -氨基酸含量的测定(非水滴定法)	(95)
实验 10 EDTA 标准溶液的配制、标定和水的总硬度的测定(配位滴定法)	(97)
实验 11 石灰石或白云石中钙镁含量的测定(配位滴定法)	(102)
实验 12 胃舒平药片中铝和镁的测定	(105)
实验 13 铅、铋合金中铋和铅含量的连续测定	(107)
实验 14 高锰酸钾标准溶液的配制、标定和过氧化氢含量的测定	(109)
实验 15 石灰石中钙的测定(氧化还原滴定法)	(112)
实验 16 硫酸亚铁试剂中铁含量的测定	(115)
实验 17 铁矿石中铁的测定(无汞定铁法)	(117)
实验 18 硫代硫酸钠标准溶液的配制、标定和铜盐溶液中铜	

含量的测定	(120)
实验 19 碘标准溶液的配制、标定和维生素 C 片含量的测定	(123)
实验 20 KBrO_3 — KBr 标准溶液的配制及工业苯酚纯度的测定(溴酸盐—碘法)	(126)
实验 21 氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	(129)
实验 22 氯化物中氯含量的测定(佛尔哈德法)	(131)
实验 23 可溶性硫酸盐中硫的测定	(133)
实验 24 硅酸盐中二氧化硅的测定(动物胶重量法)	(135)
6 仪器分析实验	(138)
实验 25 邻二氮菲分光光度法测定微量铁	(138)
实验 26 工业废水中微量酚的测定	(140)
实验 27 钼蓝分光光度法测定污水中可溶性磷酸盐	(144)
附 721 型分光光度计的结构及使用方法	(146)
实验 28 水溶液 pH 值的测定	(148)
实验 29 水中微量氟的测定	(150)
实验 30 电位滴定法测定醋酸	(153)
附 酸度计的使用	(155)
实验 31 苯系混合物的气相色谱分析	(158)
实验 32 乙醇中少量水分的测定	(160)
附 1 102G 型气相色谱仪	(162)
附 2 1890 型气相色谱仪	(166)
附 3 色谱数据处理机的使用	(170)
实验 33 原子吸收分光光度法测定矿石中镁含量	(173)
实验 34 原子吸收分光光度法测定废水中微量铜	(176)
附 原子吸收分光光度计的主要结构和使用方法	(178)
7 综合实验	(184)
实验 35 水泥中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、	

CaO 和 MgO 的测定	(184)
8 分析方案设计	(191)
9 分析化学实验技能考核指标	(195)
10 附录	(198)
附录 1 相对原子质量表(1993 年)	(198)
附录 2 相对分子质量表(1993 年)	(199)
附录 3 常用酸碱的相对密度和浓度	(201)
附录 4 常用基准物质的干燥处理和使用	(202)
附录 5 难溶化合物的溶度积(18~25℃)	(203)
附录 6 常用指示剂	(205)
附录 7 常用缓冲溶液及其配制方法	(208)
附录 8 标准缓冲溶液的 pH 值及其配制方法	(209)
附录 9 分析化学实验学生常用仪器清单	(209)
参考文献	(211)

1 分析化学实验的一般知识

1.1 定量分析实验的目的与要求

分析化学实验是一门基础课,它与分析化学课的理论教学紧密结合,但又是一门独立开设的课程。通过严格的实验训练,使学生加深对分析化学基本理论的理解;正确而较熟练地掌握分析化学实验的基本操作技能;学会正确地记录和处理实验数据;培养严谨和实事求是的科学态度,提高观察、分析和解决问题的能力,为学习后续课程和将来从事生产和科学研究打下良好的基础。

为了学好本课程,提出下列要求:

1. 做好预习工作

实验前要认真阅读实验教材,复习与实验有关的理论,明确本实验的目的和要求,了解实验内容、原理、步骤及注意事项,认真思考实验中的思考题并写出预习报告,不预习者不得做实验。

2. 在实验中

(1) 在进行每一步操作时,都要考虑这一步操作的目的、作用,可能和应该出现的现象,认真细致地做实验。

(2) 严格地遵守操作程序和注意事项,正确地选择和使用仪器,掌握正确的操作方法。

(3) 原始实验数据和现象应及时、准确地记录在专用实验记录本上,不要到实验结束后才补记。更不要随意在纸片上记录实验数据和现象,应以实事求是的科学态度对待实验结果,不应凭主观意愿删去或涂改数据。记录和计算若有错误,应划掉重写。如实验结果达不到要

求,应认真检查原因(注意有无过失误差),必要时应重做。每次实验结束时,应将所得数据交老师审阅。在记录和处理分析数据时,一切数字的准确度都应做到与所用仪器的精确度及分析的准确度要求相适应。

(4) 自觉遵守实验室规则,保持实验室安静和整洁,注意节约,注意安全。

3. 实验结束后

对实验所得结果和数据,及时进行处理、计算和分析,认真写出实验报告。及时洗涤、整理好仪器。关闭(或切断)水阀、电闸和煤气阀。

实验报告一般应包括下列内容:

- (1) 实验名称、日期。
- (2) 实验目的、简要原理及实验主要步骤的简述。
- (3) 实验数据及其处理,包括记录的原始实验数据(尽量用表格形式记录),实验结果的计算方法,对分析结果的精密度和准确度的估计。
- (4) 思考题解答。
- (5) 问题和讨论,包括实验的心得体会、存在问题、讨论产生误差的原因等。

1.2 实验室注意事项

1.2.1 实验守则

- (1) 遵守实验室各项制度。
- (2) 实验时不得大声喧哗,禁止在实验室内饮食和吸烟。
- (3) 自瓶中取用试剂后,应立即盖好试剂瓶盖。公用仪器和试剂用完后必须立即放回原处。实验过程中,始终注意仪器和桌面的整洁。
- (4) 浓酸和浓碱腐蚀性强,使用时切勿溅到皮肤和衣服上。取浓 NH_3 、 H_2O 、浓 HCl 、浓 HNO_3 、浓 HClO_4 、浓 H_2SO_4 等易挥发的试剂时,应在通风橱内操作。
- (5) 使用 CCl_4 、乙醚、乙醇、苯、丙酮、三氯甲烷等有毒或易燃的有

机溶剂时要远离火种和热源,用过的试剂倒入回收瓶中,不要倒入水槽中。

(6) 汞盐、氰化物、 As_2O_3 、钡盐、重铬酸盐等试剂有毒,使用时应特别小心。氰化物不能接触酸,否则产生剧毒的 HCN ! 实验后要洗手。

(7) 制备或反应产生具有刺激性、恶臭的或有毒的气体(如 H_2S 、 NO_2 、 Cl_2 、 CO 、 SO_2 、 Br_2 、 HF 等),加热或蒸发 HCl 、 HNO_3 、 H_2SO_4 或 H_3PO_4 等溶液,溶解或消化试样等应在通风橱内进行。

(8) 切不可用湿的手去开启电闸和电器开关。

(9) 节约水电,用毕随手关闭电闸、水龙头和蒸馏水止水夹。

(10) 值日生应认真打扫实验室,检查和整理公用仪器、门窗、水电后,方可离开实验室。

1.2.2 常见意外事故的应急处理

(1) 如果不小心将酸溅到皮肤或眼内,应立即用水冲洗,然后用 5% 碳酸氢钠溶液或 5% 硼酸溶液(碱腐蚀时采用)冲洗,最后再用水冲洗干净,情况严重者应立即送医院治疗。

(2) 如发生烫伤、割伤,伤口切勿与化学试剂接触,可先用实验室的药箱药品包扎处理,严重者应立即送医院治疗。

(3) 万一发生着火、爆炸等事故时,要保持冷静,首先要切断电源、气源,小面积的火可用湿布扑灭。密度小的有机溶剂着火时可用砂子盖上扑灭。大面积着火时应用干冰或干粉灭火器扑灭并及时向指导教师和有关部门报告。

1.3 分析用纯水

纯水是分析化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤剂,分析要求不同,对水质纯度的要求也不同。一般的分析工作,采用一次蒸馏水即可,对于要求较高的实验,要使用二次蒸馏水或去离子水。

1.3.1 实验室用水规格

国家标准 GB6682-92 对分析实验室用水的级别和指标都作了规定,水的质量指标主要是电导率,分析实验室用水分为三级,见表 1.1。

表 1.1 实验室用水级别及主要指标

指 标 名 称	一 级	二 级	三 级
pH 值范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃, $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$) $\leq$	0.1	1.0	5.0
可氧化物质[以(O)计, $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$] $<$	—	0.08	0.4
吸光度(254nm, 1cm 光程) $\leq$	0.001	0.01	—
可溶性硅(以 SiO_2 计, $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$) $\leq$	0.01	0.02	—

由于难以测定高纯水的 pH 值,即使测得其 pH 值也往往失去真实性,因此,不规定一级水和二级水的 pH 值。另外,在一级水的纯度下,难以测定可氧化物质,故对其限量不作规定。

在测定一、二级水的电导率时,必须用新制备的水“在线”测定。即将电导电极插入出水管管路上,在出水过程中随时测定水的电导率。否则,水一经贮存,由于容器中可溶成分的溶解,或由于水吸收空气中 CO_2 、 NH_3 以及其他杂质而使电导率改变。

1.3.2 纯水的制备方法

1. 蒸馏法

利用水和杂质沸点的不同,自来水经过蒸馏器蒸馏,冷凝后就得到水质较纯净的蒸馏水。由于蒸馏器内的水成雾状飞出而变成蒸馏水;蒸馏器的材料可能或多或少地进入蒸馏水,这些装置的材料一般是不锈钢、纯铝或玻璃等,所以可能带入金属离子;某些低沸点物易挥发,如 CO_2 、 NH_3 等,随水蒸气带入水中,因此,一次蒸馏水仍含有一些杂质。做精密分析或测定高纯物质时必须用纯度较高的水。实验室中所用二级、一级水就是通过二次、三次蒸馏得到的。

2. 离子交换法

用离子交换法制得的纯水称为离子交换水或去离子水。制备时,常用的方法有“复床法”,即使原水(可以是自来水,也可以是一次蒸馏水)通过阳离子交换柱除去阳离子,再流经阴离子交换柱除去阴离子,出来的水即可使用。有时也用“混床法”,即使原水流经按一定比例混合的阳离子交换树脂与阴离子交换树脂的混合床装置来制备。如在复床法阴离子交换树脂后串联一个阴、阳离子交换树脂混合床,可以综合前两法的优点,既能制出高纯水,又可减少混床的再生频率。

用电导仪检查水质,当发现水质不合格,离子交换树脂的交换能力降低很多时,应分别将树脂取出后再生。再生完毕的树脂可循环使用。

3. 电渗析法

这是在离子交换技术基础上发展起来的一种方法。它是在外电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而使杂质离子自水中分离出来,由此可制得纯水,其纯度可接近蒸馏水。

在新的纯水制备方法中,有蒸馏—离子交换联合法、碳吸附法、电渗析法与离子交换法联用等,而制得纯度很高的纯水。

1.3.3 纯水的质量检验

纯水的质量可以通过检验来了解,检验的项目很多,对于一般分析化学实验室用水主要检查项目如下:

1. pH 值的测定

用酸度计测定,选用 pH 值接近欲测纯水 pH 值的标准缓冲溶液校正酸度计。用水洗净电极后进行测定。

采用简易化学方法检定时,取两支试管,各加 10ml 待测纯水,一管中加 2 滴 0.1% 的甲基红指示剂(变色范围 pH4.4~6.2),不得显红色。另一管中滴加 5 滴 0.1% 溴百里酚蓝(变色范围 pH6.2~7.6),不显蓝色,即为合格。