

分析化学基础实验

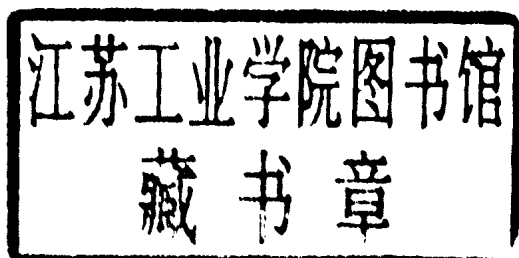
欧阳耀国 郭祥群 蔡维平 编著

FENXI
HUAXUE
JICHUSHIYAN

厦门大学出版社

分析化学基础实验

欧阳耀国 郭祥群 蔡维平 编著



厦门大学出版社

分析化学基础实验

欧阳耀国 郭祥群 蔡维平 编著

*

厦门大学出版社出版发行

(地址:厦门大学 邮编:361005)

三明日报社印刷厂印刷

(地址:三明市新市南路 166 号 邮编:365001)

*

开本 850×1168 1/32 8.125 印张 203 千字
1998 年 10 月第 1 版 1998 年 10 月第 1 次印刷
印数:1—1500 册

ISBN 7-5615-1399-2/O · 87

定价:12.00 元

本书如有印装质量问题请直接寄承印厂调换

内 容 简 介

本书共分六章:第一章介绍化学分析实验的基本知识;第二章是定量化学分析的基本操作;第三章为基本实验,包括定量化学分析基本操作练习、酸碱滴定法、络合滴定法、氧化还原滴定法、沉淀滴定和重量分析法、吸光光度法与常见分离方法等 24 个实验;第四章为自拟与综合设计实验,编有 10 个实验;第五章选编了 3 个分析化学数据处理的计算机方法实验;第六章选编了 4 个外文文献实验。

本书适用于化学、化工、生物化学、海洋化学和环境化学等学科或专业学生的实验教学,也可供从事分析工作的技术人员参考。

前 言

分析化学基础实验是分析化学课程的重要组成部分,它独立设课旨在对学生进行分析化学实验技能的严格训练,并密切配合分析化学课堂教学,帮助学生加深对分析化学基本原理的理解。自1991年厦门大学化学系被国家教委确定为第一批“人才培养基地”以来,对于基地班的教学,我们不仅加强了教学人员的配备,而且在教学内容的改革方面也作了努力。1995年,我们在基地班教学实践的基础上,总结编写了《定量化学分析实验》讲义作为本校分析化学基础实验教学的教材。本书则是在《定量化学分析实验》的基础上,经过再次精选实验内容,并补充了近两年来开设的新实验,结合精选的文献实验编写而成。

本书分为定量化学分析实验的基本知识,定量化学分析的基本操作,基本实验,自拟与综合设计实验,分析化学数据处理,计算机方法实验,及文献实验等六章。定量化学分析实验的基本知识,向学生介绍分析化学实验室中诸如实验室用水的规格、制备与检验,玻璃器皿的洗涤,化学试剂规格,标准溶液及其配制方法,及实验室安全等基本常识。定量化学分析的基本操作,旨在规范学生的基本实验操作。基本实验则是在进一步强化基本实验技能训练的同时,通过完成实际样品的分析,加深学生对分析化学基本理论的理解,加强学生对“量”的概念的认识,培养学生求实的科学作风、严谨的科学态度与良好的实

验习惯。自拟与综合设计实验,旨在使学生通过理解课题,查阅文献,拟定与实施实验方案,完成分析报告等环节,进一步培养学生独立思考和分析、解决问题的能力。分析化学数据处理计算机方法实验,旨在使学生掌握常规实验数据处理和作图的计算机方法,以便在后续的各科实验课程中,学生可以运用所学的计算机方法处理实验的数据,使实验数据的处理与报告更具科学性。文献实验,旨在为学生开一扇“窗口”,通过这一“窗口”,使学生能够了解到国外分析化学教学研究与发展现状,开阔视野,进一步拓宽知识面,同时也是为了给学有余力的学生提供能够结合所学的分析化学基础理论与实验技能,解决复杂的实验问题的课题,有助于提高学生分析和解决问题的综合能力。此外,这些文献实验集知识性与趣味性于一体,也有利于提高学生学习专业外语的兴趣。

本书在实验内容的精选与安排上具有以下几个特点:一是加强了基本实验的内容,将常见的分离方法另辟一节,并对每一节的分析方法做了简要的理论叙述。在实验内容上,不但注意到实验的典型性、系统性,还注意到实用性与先进性。同时也注意到无机分析、有机分析、环境分析、药物分析等多方面的结合。

二是选编了较多的自拟与综合设计实验。对于自拟与综合设计实验,不是简单地提出任务,而是通过“实验原理”和“思考题”,启发学生的思路,帮助学生在理解实验原理的基础上,结合所学的分析化学基本原理和所掌握的分析化学实验技能,自拟出合理的实验方案。

三是选编了3个使用商品化数据表软件包处理常规分析化学数据的实验。Excel数据表软件包是一个在国内外都使用

很广泛的商品化软件,具有较强的数据处理与作图功能。随着计算机的普及,高校计算机的网络化,学生可方便地从网上调用数据表软件包。开设这样的实验,不仅可以使学生掌握一般分析化学数据处理的计算机方法,同时也为培养学生的科学处理实验数据的能力和意识打下基础。

本书的出版得到厦门大学南强丛书(教材系列)评审出版领导小组和厦门大学出版社的大力支持与帮助。在此,谨向他们及所有关心、帮助这本书出版的人表示衷心的感谢。

本书由欧阳耀国(第一、二章)、蔡维平(第三章)、郭祥群(第四、五、六章)三位教师编写,由欧阳耀国教授通读整理。由于编者水平有限,书中错误与不妥之处,恳望读者不吝指正。

编 者

1998 年春

目 录

分析化学基础实验的基本要求	(1)
第一章 化学分析实验的基本知识	(2)
§ 1-1 实验室用水的规格、制备与检验	(2)
§ 1-2 玻璃器皿的洗涤	(4)
§ 1-3 化学试剂规格	(5)
§ 1-4 标准溶液及其配制方法	(6)
§ 1-5 实验室安全常识	(8)
第二章 定量化学分析的基本操作	(10)
§ 2-1 分析天平	(10)
§ 2-2 滴定分析的常用量器及其使用	(24)
§ 2-3 重量分析的一般操作	(41)
§ 2-4 常用的分光光度计及其操作	(52)
第三章 基本实验	(58)
§ 3-1 定量化学分析基本操作练习	(58)
实验一 分析天平的称量练习	(58)
实验二 滴定分析基本操作练习	(62)
实验三 容量仪器的校准	(65)
§ 3-2 酸碱滴定法	(71)
实验四 工业碱的测定	(72)
实验五 氮肥中含氮量的测定	(78)
实验六 片剂中乙酰水杨酸含量的测定	(81)
§ 3-3 络合滴定法	(83)

实验七 天然水硬度的测定	(84)
实验八 铅铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 含量的测定	(88)
实验九 铝合金中铝含量的测定	(90)
§ 3-4 氧化还原滴定法	(93)
实验十 水中化学需氧量(COD)的测定	(94)
实验十一 软锰矿中 MnO_2 含量的测定	(97)
实验十二 重铬酸钾法测定铁矿石中铁的含量 (无汞测铁法)	(99)
实验十三 铜合金中铜含量的测定	(104)
实验十四 药片中维生素 C 含量的测定	(108)
实验十五 苯酚的测定(溴酸钾法)	(110)
§ 3-5 沉淀滴定和重量分析法	(113)
实验十六 海水中卤素离子总量的测定	(114)
实验十七 可溶性钡盐中钡含量的测定($BaSO_4$ 沉淀 重量法)	(122)
实验十八 钢铁中镍含量的测定(丁二酮肟镍沉淀 重量法)	(125)
§ 3-6 吸光光度分析法	(129)
实验十九 邻二氮菲吸光光度法测定铁——测定条件的 试验及碳酸岩矿中铁的测定	(130)
实验二十 水样中六价铬的测定	(134)
实验二十一 $Al-CAS$ 二元络合物与 $Al-CAS-CPC$ 三元 络合物光吸收性质的比较	(137)
§ 3-7 常用的分离方法	(141)
实验二十二 天然水盐类总量的测定(离子交换酸碱 滴定法)	(141)

实验二十三	纸层析法分离铀和钍混合物	(145)
实验二十四	薄层层析法分离氨基酸	(148)
第四章	自拟与综合设计实验	(152)
实验二十五	食醋中总酸度的测定	(153)
实验二十六	HCl 与 H_3BO_3 混合液中各组分含量的测定	(154)
实验二十七	$\text{NH}_3 - \text{H}_3\text{BO}_3$ 混合液中两物质浓度的测定	(155)
实验二十八	明矾中铝的含量的测定	(157)
实验二十九	钙(II)与 EDTA 混合液中各组分浓度的测定	(158)
实验三十	$\text{HCl}-\text{FeCl}_3$ 混合液中各组分浓度的测定	(160)
实验三十一	H_2SO_4 与 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 混合液中各组分浓度的测定	(164)
实验三十二	L- 胱氨酸试剂纯度的测定	(165)
实验三十三	分光光度法测定酸碱指示剂离解常数、滴定指数及酸度分布系数	(167)
实验三十四	石灰石中 Ca 与 Fe 的测定	(170)
第五章	分析化学数据处理的计算机方法实验	(172)
实验三十五	大宗分析测量数据的统计处理	(173)
实验三十六	线性回归分析	(176)
实验三十七	线性滴定微机处理作图法测定硼酸的含量	(180)
第六章	文献实验	(187)
实验三十八	pH 值法测定一元酸的离解常数	(187)
实验三十九	从滴定数据到缓冲容量	(195)

实验四十 非理想状态 PbI_2 热力学溶度积常数的测定	··· (213)
实验四十一 薄层色谱与嗅觉趣味实验	····· (227)
附录	····· (236)
附录 I 常用指示剂	····· (236)
附录 II 常用缓冲溶液的配制	····· (240)
附录 III 常用浓酸浓碱的密度和浓度	····· (241)
附录 IV 国际相对分子质量表(Mr)	····· (241)
附录 V 国际相对原子质量表(Ar 1989 年)	····· (245)
参考文献	····· (247)

分析化学基础实验的基本要求

分析化学是化学系的主干基础课程之一,又是实践性很强的一门学科。分析化学基础实验独立设课,学生通过本课程的学习,可加深对分析化学基础理论的理解;正确、熟练地掌握分析化学实验的基本操作;树立“量”的概念,并通过自拟与设计方案实验,提高分析和解决问题的能力,培养实事求是、一丝不苟的科学态度与认真细致、严谨的工作作风。为达到上述的教学目的,要求学生做到:

(1) 实验前应认真预习,理解实验原理,熟悉实验步骤,做到心中有数。实验前还应做好必要的预习记录,列好表格。未预习者不得进行实验。

(2) 保持实验室的安静并保持实验台面的清洁,仪器摆放整齐、有序。爱护仪器,遵守实验室各项制度并注意节约药品与纯水。

(3) 实验时严格按照规范操作进行,仔细观察实验现象。要善于思考,运用所学理论解释实验现象,研究实验中的问题。

(4) 所有的实验数据,尤其是各种测量的原始数据必须随时记录在原始记录纸上或专用的记录本上,不得记在其他任何地方,更不得涂改原始记录的数据。

(5) 要认真写好实验报告。实验报告一般应包括:实验项目、日期、原理、原始记录(表格形式)、结果计算和讨论。以清楚、简练、整齐为原则。对于自拟与设计实验,实验报告应写得较全面些,要善于总结与归纳。

学生实验成绩的评定是依据以下五项内容进行全面考核的:(1)实验报告(包括预习记录);(2)实验整洁;(3)实验操作技能;(4)实验态度;(5)实验结果的精密度与准确度。

第一章 化学分析实验的基本知识

§ 1-1 实验室用水的规格、制备与检验

分析化学实验对水的质量要求较高,既不能直接使用自来水,也不应一概使用蒸馏水,而应根据所做实验对水质量的要求合理选用不同规格的纯水。

我国已建立了实验室用水规格的国家标准(GB 6682-86),“标准”中规定了实验室用水的技术指标、制造方法及检验方法。其主要指标如表 1-1 所示:

表 1-1 实验室用水的级别及主要指标

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
吸光度(254 nm, 1 cm) $\leq$	0.001	0.01	—
二氧化硅, $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1} \leq$	0.02	0.05	—

“标准”只规定了一般的技术指标,在实际工作中,有些实验对水还有特殊的要求,还要检验有关的项目,例如铁、钙、氯等离子及细菌等。

电导率是纯水质量的综合指标。一级和二级水的电导率必须“在线”测定(即将电极装入制水设备的出水管道中)。纯水与空气

接触或贮存过程中,由于容器材料可溶解成分的引入或吸收空气中的 CO_2 等气体及其他杂质,都会引起电导率的改变,水越纯,影响越显著。在实践中人们往往习惯于用电阻率衡量水的纯度,若以电阻率表示,则表 1-1 中的一、二、三级水的电阻率应分别等于或大于 $10 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 、 $1 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 、 $0.2 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 。

纯水的制备方法:目前制备纯水的方法有蒸馏法、离子交换法和电渗析法。

一级水:基本上不含有溶解或胶态离子杂质及有机物,可用二级水经进一步处理制得。例如可将二级水用石英蒸馏器进一步蒸馏、通过离子交换混合床或 $0.2 \mu\text{m}$ 的过滤膜的方法制备。

二级水:可含有微量的无机、有机或胶态杂质。可采用蒸馏、反渗透或去离子后再经蒸馏等方法制备。

三级水:适用于一般实验室工作(包括化学分析)。可采用蒸馏、反渗透、去离子(离子交换及电渗析法)等方法制备。

三级水是最普遍使用的纯水,过去多采用蒸馏(用铜质或玻璃蒸馏装置)的方法制备,故通常称为蒸馏水。目前多改用离子交换法、电渗析法或反渗透法制备。

蒸馏法设备成本低,操作简单,但能量消耗大,只能除去水中非挥发性杂质,不能完全除去水中溶解的气体杂质。

离子交换法去离子效果好(亦称去离子水),但不能除去水中非离子型杂质,使去离子水中常含有微量的有机物。

电渗析法是在直流电场作用下,利用阴、阳离子交换膜对原水中的阴、阳离子选择性渗透的性质而除去离子型杂质。同离子交换法相似,电渗析法也不能除去非离子型杂质。

纯水的检验:

纯水质量的主要指标是电导率(或换算成电阻率),一般的分析化学实验可参考这项指标选择适用的纯水。测定电导率应选用适于测定高纯水的电导率仪(最小量程为 $0.02 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$),测定

一、二级水时,电导池常数为 $0.01 \sim 0.1$, 进行“在线”测定。测定三级水时,电导池常数为 $0.1 \sim 1$, 用烧杯接取约 300 mL 水样,立即测定。如电导率仪无温度补偿功能,则应在测定电导率的同时测定水温,再换算成 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时的电导率。

除此,一种简易检查金属离子的化学方法是:取纯水 25 mL,加 0.2% 铬黑 T 指示剂 1 滴, $\text{pH} = 10.0$ 的氨缓冲液 5 mL,如水呈蓝色,说明 Fe^{3+} 、 Zn^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等阳离子含量甚微,水质合格。如呈紫红色,说明水不合格。

§ 1-2 玻璃器皿的洗涤

分析化学实验中所用的器皿应洁净,其内外壁应能被水均匀润湿,且不挂水珠。

实验中常用的烧杯、锥形瓶、量筒、量杯等一般的玻璃器皿,可用毛刷蘸去污粉或合成洗涤剂刷洗后,再用自来水冲洗干净,然后用纯水(如去离子水)润洗三次。

滴定管、移液管、吸量管、容量瓶等具有精确刻度的仪器,可采用合成洗涤剂(常配成 $0.1\% \sim 0.5\%$ 浓度)洗涤或采用铬酸洗液浸泡内壁后再依次用自来水和纯水洗净,其外壁可用合成洗涤剂刷洗。

光度分析用的吸收池,容易被有色溶液或有机试剂染色,通常用盐酸-乙醇洗涤液浸泡后再用水洗净。

洗涤过程中,纯水应在最后使用,即仅用它洗掉残留的自来水。洗涤过程中,自来水及纯水都应按少量多次的原则,不应灌满容器或用很多的水,这样既浪费水又浪费时间,每次用水一般为总容量的 $5\% \sim 20\%$ 。

分析化学实验室常用的铬酸洗液,其配制方法是:称取 10 g 工业用的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 固体于烧杯中,加入 20 mL 水,加热溶解后,冷

却,在搅拌下慢慢加入 200 mL 粗浓硫酸,溶液呈暗红色,贮存于玻璃瓶中备用。由于铬酸洗液是一种酸性很强的强氧化剂,腐蚀性强,易烫伤皮肤,烧坏衣物,且铬有毒,所以使用时要注意安全。

此外,常用的洗涤剂还有稀 HCl、NaOH-KMnO₄ 溶液、乙醇及其与其它试剂混合液等。

§ 1-3 化学试剂规格

化学试剂的规格是以其中所含杂质的多少来划分,一般分为四个等级。表 1-2 是我国化学试剂等级标志对照表。

表 1-2 化学试剂等级对照表

质量顺序	1	2	3	4
级别	一级品	二级品	三级品	
中文标志	保证试剂	分析试剂	化学纯	生物试剂
	优级纯	分析纯	纯	
符号	G. R	A. R	C. P	B. R, C. R
瓶签颜色	绿	红	蓝	黄色等
美、英、德通用符号	G. R	A. R	C. P	

此外,还有一些特殊用途的所谓高纯试剂。例如,基准试剂、光谱纯试剂、色谱纯试剂等。基准试剂的纯度相当于(或高于)一级品,常用于作滴定分析的基准物,也可直接用于配制标准溶液。使用浅绿色瓶签。光谱纯试剂(符号 S. P)的杂质含量用光谱分析法已测不出或者杂质含量低于某一限度。这种试剂主要用作光谱分析中的标准物质,但不应把这类试剂当作化学分析的基准试剂来使用。

化学试剂中,指示剂纯度往往不太明确。除少数标明“分析纯”“试剂四级”外,经常遇到只写明“化学试剂”“企业标准”“部颁暂行标准”“生物色素”等等。常用的有机溶剂、掩蔽剂也经常见到级别不明的情况,平常只可作为“化学纯”试剂使用,必要时需进行提纯。

生物化学中使用的特殊试剂,纯度表示和化学中一般试剂表示也不相同,例如,蛋白质类试剂,经常以含量表示,或以某种方法(如电泳法)测定杂质含量来表示;酶是以每单位时间能酶解多少物质来表示其纯度,即以其活力来表示的。

在一般分析工作中,通常要求使用 A.R 级的分析纯试剂。分析工作者必须对化学试剂标准有一明确的认识,做到合理使用化学试剂,既不超规格造成浪费,又不随意降低规格而影响分析结果的准确度。取用试剂时应注意保持清洁,防止试剂被沾污或变质。盛放试剂的瓶上都应贴有标签,写明试剂名称、规格。

§ 1-4 标准溶液及其配制方法

滴定分析标准溶液是用来滴定的具有准确浓度的溶液,其浓度值的不确定度一般在 0.2% 左右。在滴定分析中,标准溶液的浓度常用物质的量浓度 $c(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$ 表示,其意义是物质的量除以溶液的体积,即 $c = n/v$ 。吸光光度分析中的标准溶液常用 $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 或 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 表示。

标准溶液通常有两种配制方法:

一、直接法

用分析天平准确称取一定量的基准物质,溶解后定量地转入容量瓶中,用纯水稀释至刻度。根据称取物质的质量与容量瓶的体积,计算出该标准溶液的准确浓度。