

高职高专
教材

分析化学实验

◎ 苗凤琴 于世林 编



化学工业出版社
教材出版中心

(京)新登字 039 号

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/苗凤琴,于世林编. —北京:化学工业出版社,2000

高职高专教材

ISBN 7-5025-3068-1

I. 分… II. ①苗…②于世… 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 79770 号

高职高专教材

分析化学实验

苗凤琴 于世林 编

责任编辑:梁虹

封面设计:田彦文

*

化学工业出版社 出版发行
教材出版中心

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

发行电话:(010)64982530

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

北京永鑫印刷有限责任公司印刷

三河市前程装订厂装订

开本 850mm×1168mm 1/32 印张 7½ 字数 204 千字

2001 年 1 月第 1 版 2005 年 6 月北京第 6 次印刷

ISBN 7-5025-3068-1/G·791

定 价: 14.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者,本社发行部负责退换

前 言

分析化学教学正面临知识体系的更新和课程设置的改革。分析化学实验作为一门独立课程开设,是教学改革成果,反映了本课程在培养化学工艺类专门人才方面的作用。

本书内容包括五部分:分析化学实验课前教育;分析仪器与基本操作;分析化学实验室基本知识;分析化学实验和附录。

本书特点是将教学与实验融合起来,力图符合大专院校工艺类专业设课要求,引导学生掌握正确操作方法,培养学生科学态度,做到实验测量数据可靠,通过综合性实验培养学生分析问题,解决问题的能力。在内容选材上拓宽基础知识的应用,重视常量分析和微量分析的基本训练。

使用本书时,建议在实验安排上分为四个阶段进行。第一阶段为化学分析基本操作训练;第二阶段为标准溶液浓度标定训练;第三阶段为基本操作考核与综合性实验考核,并评定实验成绩;第四阶段为仪器分析法学习。对上述实验阶段安排建议,是基于在课程改革中把基点放在让学生掌握基本操作,培养学生科学实验态度查阅资料能力及独立连续进行实验能力。这是我们多年教学实践的体会,仅供各校参考。对于仪器分析法实验安排受各校仪器设备限制,不做统一规定和考核。总之我们认为,在分析化学实验教学改革目标一致的前提下,内容选取、教学安排可以有一定灵活性,为此本书提供的实验项目远远多于给定的实验学时,以方便各校结合专业特点去取舍。

全书分为八章,化学分析法由苗凤琴编写,仪器分析法由于世林编写,部分章节及实验由杜洪光编写。其中化学分析法的应用实验十六至二十四,在参照环境、食品、盐化工、试剂、工业循环冷却水等标准及专著经学生综合实验实践后改编而成;仪器分析法实验摘自轻化工类高等学校仪器分析实验系列教材;化学分析法图表主要摘自北

京大学分析教研室编写的《基础分析化学实验》。上述被引入本教材的各方法原著均一一列入参考书目。并在此对原著作者致谢，全书由北京大学常文保教授审阅并提出了宝贵意见，编者深表感谢。由于编者水平有限，错误不足在所难免，恳请读者批评、指正。

编 者

1998. 1

内 容 提 要

本书与《分析化学》(高职高专学校教材)配套使用,实验内容由基本操作训练、化学分析法、综合实验、仪器分析法组成;实验项目包括无机物分析、有机物分析,涉及化工环境、食品、药物、试剂、土壤、冶金分析。全书分为八章,实验课前教育、分析仪器与基本操作、分析化学实验室基本知识、化学分析法基本操作训练、标准溶液浓度标定训练、化学分析法实验考核、综合性实验、仪器分析法实验。

本书系高职高专学校教材,可作为高等工科院校、综合性大学、师范院校等非分析专业实验参考教材,也可供在职分析人员再学习参考。

目 录

第一章 定量分析实验课前教育	1
一、开设目的	1
二、实验成绩评定	1
三、各项考核具体要求	1
四、怎样做好分析化学实验	2
五、实验室规则	2
第二章 分析化学仪器与基本操作	4
§ 2-1 分析天平	4
一、国产天平型号、规格、分类	4
二、双盘半机械加码电光分析天平	6
三、单盘天平	12
四、天平使用规则	15
五、试样的称量方法	16
六、称量误差分析	17
§ 2-2 定量分析用玻璃仪器与洗涤技术	19
一、定量分析常用玻璃仪器	19
二、定量分析常用玻璃仪器洗涤技术	23
§ 2-3 滴定分析常用仪器与滴定分析基本操作	26
一、移液管、吸量管洗涤方法和使用	26
二、容量瓶	28
三、滴定管	29
§ 2-4 容量仪器的校正	33
一、绝对校正	34
二、相对校正	35
三、温度改变时溶液体积的校正	35
§ 2-5 称量分析基本操作	35
一、样品的溶解	36

二、沉淀	36
三、过滤和洗涤	36
四、沉淀的干燥和灼烧	40
§ 2-6 实验数据记录、报告范例	42
第三章 分析化学实验室基本知识	46
§ 3-1 分析化学实验室质量控制、质量保证	46
§ 3-2 分析化学实验用水	50
一、源水、纯水、高纯水概念	51
二、纯水、高纯水制备工艺简介 (图 3-1)	52
三、纯水与高纯水水质标准	52
四、蒸馏法制纯水与离子交换法制纯水的比较	53
§ 3-3 化学试剂	55
一、试剂种类	56
二、试剂的选用	56
§ 3-4 标准物质、标准溶液	57
一、标准物质	57
二、标准溶液	57
§ 3-5 分析人员的环境意识	57
一、了解化学物质毒性、正确使用和贮存	58
二、了解有毒化学品新的名单及危害分级	58
三、对实验室三废进行简单的无害化处理	60
第四章 化学分析法基本操作训练	62
实验一 定量分析仪器清点、验收、洗涤	62
实验二 天平称量练习 (一)	62
实验三 天平称量练习 (二)	64
实验四 容量仪器的洗涤和移液管、容量瓶的相对校正	64
实验五 滴定管的绝对校正	66
实验六 酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	67
实验七 称量分析法基本操作练习 (一) (选做)	
——天然水矿化度测定	69
实验七 称量分析法基本操作练习 (二) (选做)	
——废水悬浮物测定	70
实验七 称量分析法基本操作练习 (三) (选做)	

——食品中水分、灰分测定	71
实验八 氯化钡中钡含量的测定 (选做)	73
第五章 滴定分析用标准溶液浓度标定训练	77
实验九 盐酸标准溶液浓度的标定	77
实验十 氢氧化钠标准溶液浓度的标定	78
实验十一 EDTA 标准溶液的配制和标定	79
实验十二 高锰酸钾标准溶液的配制和标定	81
实验十三 硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	82
实验十四 碘标准溶液的配制和标定 (选做)	84
实验十五 硝酸银标准溶液配制和标定 (选做)	86
第六章 化学分析法实验考核	88
一、定量分析基本操作考试	88
二、综合性实验考试	91
第七章 化学分析法在常量分析中应用 (本章内容供综合性实验选用)	95
实验十六 应用酸标准溶液测碱度 (一)	
——混合碱中 Na_2CO_3 、 NaHCO_3 含量测定	95
实验十六 应用酸标准溶液测碱度 (二)	
——饼干 Na_2CO_3 及 NaHCO_3 测定	96
实验十七 应用碱标准溶液测酸度 (一)	
——食醋质量检验	96
实验十七 应用碱标准溶液测酸度 (二)	
——食用植物油酸价测定	97
实验十八 化学分析法测氮、蛋白质、氨基酸含量 (一)	
—— NH_4HCO_3 中含 N 量 (直接滴定法)	98
实验十八 化学分析法测氮、蛋白质、氨基酸含量 (二)	
——黄酱、食醋中氨基氮含量测定 (甲醛法)	98
实验十八 化学分析法测氮、蛋白质、氨基酸含量 (三)	
——酱油中铵盐含量 (蒸馏法)	99
实验十九 EDTA 滴定法应用 (一)	
——钙镁含量测定	100
实验十九 EDTA 滴定法应用 (二)	
——铅铋合金中 Bi、Pb 连续测定	103
实验十九 EDTA 滴定法应用 (三)	

——工业固体废物浸出液、废气烟尘中 Pb 含量测定	104
实验二十 KMnO_4 滴定法应用 (一)	
——水中化学需氧量 COD 测定	105
实验二十 KMnO_4 滴定法应用 (二)	
——药品 FeSO_4 、 H_2O_2 含量测定	106
实验二十 KMnO_4 滴定法应用 (三)	
——植物油氧化值测定	107
实验二十一 碘量法应用	108
一、维生素 C 的含量测定	108
二、铜合金中 Cu 的测定	108
三、漂白粉有效氯测定	110
四、废水中硫化物测定	110
实验二十二 溴量法应用 (一)	
——溴量法测废水中苯酚含量	111
实验二十二 溴量法应用 (二)	
——霍夫曼法测定化妆品用油脂碘值	113
实验二十三 银量法应用 (一)	
——摩尔法测氯化物含量	114
实验二十三 银量法应用 (二)	
——佛尔哈德法测酱油中 NaCl 含量	116
实验二十四 样品全分析 (一)	
——化工产品 KCl 分析 K、Mg、Cl、 SO_4^{2-} 、含量测定	116
实验二十四 样品全分析 (二)	
——工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中铁、铝、钙、镁、锌、铜, 含量 EDTA 滴定法测定	120
第八章 仪器分析法	125
实验二十五 分光光度法: 721 型分光光度计仪器调校	125
实验二十六 分光光度法: 吸收曲线、工作曲线绘制及水中微量铁测定	129
实验二十七 紫外吸收光谱法: 共轭结构化合物发色基团的鉴别	132
实验二十八 紫外吸收光谱法: 苯的 B 吸收带精细结构及正己烷中微量苯 的测定	134
实验二十九 紫外吸收光谱法: 双组分表面活性剂混合物的定量分析 ...	136

实验三十	红外吸收光谱法: 聚乙烯塑料材质分析	144
实验三十一	红外吸收光谱法: 正己胺的分析	146
实验三十二	原子发射光谱法: 摄谱试样预处理、感光板的暗室处理和摄谱技术	148
实验三十三	原子发射光谱法: 乳剂特性曲线的绘制	155
实验三十四	原子发射光谱法: 特种钢中杂质元素的定性分析	158
实验三十五	原子发射光谱法: 高纯石墨电极中痕量杂质元素的定性分析	159
实验三十六	原子发射光谱法: 黄酒中钙、镁、铜、铁和锰的测定 (ICP)	161
实验三十七	原子吸收光谱法: 原子吸收光谱仪最佳操作条件选择	163
实验三十八	原子吸收光谱法: 人发中锌元素含量的测定	166
实验三十九	原子吸收光谱法: 石墨炉原子吸收光谱仪最佳操作条件选择	168
实验四十	原子吸收光谱法: 汽油中微量铅的测定 (石墨炉)	172
实验四十一	电位分析法: 测定工业废水的 pH 值	174
实验四十二	电位分析法: 氯离子选择性电极性能测试	175
实验四十三	电位分析法: 饮用水中氟含量测定——工作曲线法	177
实验四十四	电位分析法: PVC 钙液膜电极的工作曲线法及电位滴定法测定钙含量	180
实验四十五	库仑分析法: 测定石油产品中微量水	183
实验四十六	库仑分析法: 库仑滴定法测定痕量砷	187
实验四十七	极谱分析法: 阳极溶出伏安法测铜	189
实验四十八	气相色谱分析法: 保留指数定性	191
实验四十九	气相色谱分析法: 峰面积及校正因子的测量	193
实验五十	气相色谱分析法: 气-液填充色谱柱的制备及评价	194
实验五十一	气相色谱分析法: 煤气中氧、氮、一氧化碳、甲烷的分离测定	198
实验五十二	气相色谱分析法: 毛细管柱安装及基本性能评价指标的测定与计算	201
实验五十三	气相色谱分析法: 毛细管气相色谱法直接进样分离白酒中微量香味化合物	203
实验五十四	高效液相色谱分析法: 柱填充技术和柱性能考察	206

实验五十五	高效液相色谱分析法：反相离子对色谱中 t_M 的测定	209
实验五十六	高效液相色谱分析法：二元梯度洗脱与恒定洗脱对比	211
实验五十七	高效液相色谱分析法：反相离子对色谱分离水溶性维生素	213
附录		215
附表 1	常用酸碱指示剂	215
附表 2	泛用酸碱指示剂	216
附表 3	常用的缓冲溶液	216
附表 4	几种常用缓冲剂的 pK_a 值	217
附表 5	非水滴定常用酸碱指示剂	218
附表 6	无机分析常用基准物	218
附表 7	有机分析常用基准物	219
附表 8	无机分析中常用标准溶液	220
附表 9	有机分析中常用标准溶液	221
附表 10	pH 标准试剂	222
附表 11	pH 标准缓冲溶液	222
附表 12	常用干燥剂	223
附表 13	市售酸碱试剂的含量及密度	223
附表 14	常用冷却剂	223
参考书目		224

第一章 定量分析实验课前教育

经过课程改革,分析化学实验作为一门独立课程开设,实行考试制度。

一、开设目的

1. 正确使用化学分析仪器,掌握基本操作
2. 经过实验学习,达到测定数据准确可靠
3. 培养实事求是科学态度、良好的实验习惯,独立进行实验的能力。

二、实验成绩评定

学生成绩由以下实验成绩累积。

基本操作占 40%~60%;

综合实验占 60%~40%;

平时实验 交报告、给评语,不计入实验成绩。

三、各项考核具体要求

1. 基本操作 (见第六章)

2. 实验数据

本着循序渐近精神,在不同实验阶段按不同精密度准确度要求同学。学生每次实验结束填卡,将记录本交教师签字。

3. 实验习惯

除遵守实验室规则外,对实验记录及报告特做如下规定。

实验必须有专用记录本,每次实验要注明日期,数字记录用钢笔或圆珠笔,有效数字应符合要求,错误数字更改按要求划一单线,不得在原处涂抹。

实验报告需用学校报告纸。内容包括方法原理,仪器试剂〔名称、规格(浓度)数量(配制方法)〕,测定步骤,数据及处理,结论及误差分析五项,字迹要清楚,内容要齐全。

四、怎样做好分析化学实验

学好本课是同学们的共同要求，在了解了课程设置目的及考核内容之后，对怎样做好分析化学实验已心中有数。

首先是实验前预习。了解实验内容，复习有关理论，在理论指导下分析实验误差来源。在预习过程按要求计算称样范围，列出仪器清单，制订简单工作计划，对先做什么，后做什么，那些是关键要做准，那些是辅助环节要做的迅速等心中有数。这实际是独立实验能力的培养内容。

第二严格基本操作，培养良好的实验习惯是获取准确数据必要条件，因此必须从这两方面做起。

第三是实事求是的科学态度。实验能力是长时间实验室训练结果的综合表现，不能急于求成，学习中要经得住失败，因为学习者要承认差异是客观存在，重要的是善于总结实验中的成败不断进取，教师评定成绩也重在发展，重在实验结束时学生具有实际水平，因此实事求是的科学态度十分重要，要克服侥幸心理，主观误差甚至凑数，改数的错误做法。

五、实验室规则

1. 实验前清点仪器（见表 1-1），实验过程中，破损仪器填写破损登记单及时补领。未经老师同意不得动用他人的仪器。

2. 熟悉实验室的水、电、煤气开关，用毕关好阀门。实验操作中要注意安全，防止中毒、烧伤和着火。

3. 实验时保持安静，认真进行实验。

4. 保持实验台面及周围环境整洁，火柴头及碎纸屑扔入废物杯，有毒废液倒入回收瓶中。

5. 公用仪器，药品，工具用毕归还原处。

6. 使用精密仪器前先检查仪器是否完好，使用时必须严格按照操作规程进行操作。如发现仪器有故障，应立即停止使用，报告老师及时处理，不得私自拨弄。

7. 值日生职责 装满蒸馏水，清点公用仪器（滴定管、移液管、洗瓶、吸耳球）及试剂，倒废物杯，废液缸，擦净桌面，水池，水沟，拖

地。关闭窗户，检查水，电，煤气阀门是否关闭，最后经老师同意，离开实验室。

表 1-1 定量分析实验仪器参考清单

仪器名称	规格	数量	仪器名称	规格	数量
烧杯	600mL	1 个	量筒	100mL	1 个
	400mL	1 个		25mL	1 个
	250mL	2 个		10mL	1 个
	100mL	1 个	滴管		5 支
	50mL	1 个			3 支
锥形瓶	250mL	3 个	搅拌棒		
容量瓶	250mL	2 个			
干燥器		1 个	公用仪器		
称量瓶		2 个			
吸量管	10mL	1 支			
	5mL	1 支			
长径漏斗		2 个			
表皿	φ9cm	2 块		25mL	1 支
	φ6cm	2 块		50mL	酸 各 1 支 碱
	φ5cm	2 块			1 个
牛角勺		1 把			1 个
试剂瓶	1000mL	2 个			
	500mL (棕)	1 个	刷子		1 把
	500mL	1 个			
坩埚	18mL	2 个			

第二章 分析化学仪器与基本操作

§ 2-1 分析天平

分析天平是定量分析最重要的仪器之一，称量的准确度直接影响测定结果。因此了解分析天平的型号、结构，学习正确称量方法非常重要。

一、国产天平型号、规格、分类

表 2-1 国产天平型号规格一览表^①

类别	产品名称	型 号	规格和主要技术数据			主要用途	生产厂
			最大称量 g	分度值 mg			
双盘天平	微量天平	TG-332	20	0.01		微量分析, 检定较高精度砝码	上海天平仪器厂
	全机械加码分析天平	TG-328A	200	0.1		精密衡量, 分析测定	上海、宁波、温州天平仪器厂
	部分机械加码分析天平	TG-328B	200	0.1			湖南仪器仪表总厂
单盘天平	单盘微量天平	DWT-1	20	0.01		精密分析及有机物微量分析	上海天平仪器厂
		TD-15					湖南仪器仪表总厂
	单盘精密分析天平	TD-12	100.0	0.1		精密定量分析	湖南仪器仪表总厂
		DT-100	100	0.1			北京光学仪器厂
	单盘分析天平	TG-729C	100	1		精密称量	上海天平仪器厂
		DTQ-160	160	0.1			
		TD-18	160	0.1			湖南仪器仪表总厂

续表

类别	产品名称	型 号	规格和主要技术数据			主要用途	生产厂
			最大称量 g	分度值 mg			
电子天平	电子分析天平	AEL-200	200	最小读取值 mg	内部分辨率 mg	精密定量分析 可打印输出	湖南仪器仪表总厂
				0.1	0.01		
	上皿电子天平	MD100-1	100	1		快速质量测定	上海天平仪器厂
		MD100-2	100	0.1			
		MD200-2	200	1			

①选自化验员读本。

(一) 规格

1. 最大称量 (最大载荷)

表示天平可称量的最大值 (质量 g)

2. 分度值 (s)

天平标尺一个分度对应的质量 (mg)。

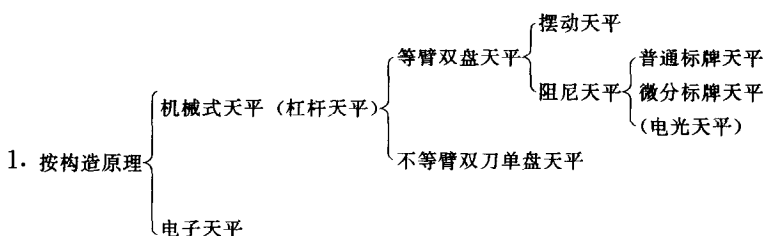
分度值测量方法: 在天平盘上增加平衡小砝码, 质量为 p , 读出天平指针沿标盘移动的分度 n 。

$$\text{分度值 } s = p/n \text{ (mg)}$$

高精密天平技术数据尚有检定标尺分度数, 指天平的最大称量与分度值之比, 其值达 5×10^4 以上, 其值愈大准确度级别愈高。

通常根据欲称样品最大质量及要求的精度, 选择上述不同规格天平。分析实验一般配备 DT-100 型单盘精密天平和 TG328-B 型半机械加码双盘电光天平。

(二) 天平分类



2. 按用途 { 标准天平 用于检定传递砝码质量值
工作天平 除标准天平外均称工作天平
3. 按分度值 { 常量分析天平 (0.1mg)
微量天平 (0.01mg)
超微量天平 (0.001mg)

电子天平是运用电磁学原理制造的, 没有刀口、刀承, 无机机械磨损, 具有数字显示, 自动调零, 自动校准, 输出打印等功能, 称量速度快, 操作简便, 属新一代天平。由于价格贵目前国内尚未普及。一般采用的是部分机械加码电光天平和不等臂单盘天平。

二、双盘半机械加码电光分析天平 (以 TG328B 为例)

(一) 双盘天平称量原理

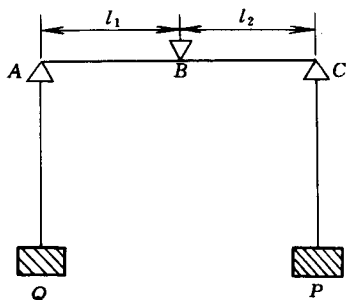


图 2-1 等臂天平原理

杠杆式双盘天平是依据杠杆原理设计的。图 2-1 为等臂天平示意图。设天平两臂长 $l_1 = l_2$, 质量为 m_p 的物体和质量为 m_q 的砝码分别放在天平左、右秤盘上, 当达到平衡时根据杠杆原理, 支点两边的力矩相等

$$Q \times l_1 = P \times l_2$$

Q 为 m_q 的重力, P 为 m_p 的重力。

因为 $Q = m_q g$, $P = m_p g$

式中 g 为重力加速度, 在同一地点 g 相同。

即 $m_q = m_p$ 砝码的质量等于被称物的质量。

分析天平的灵敏度是指天平指针偏移的分度数与添加的小砝码的质量之比, 以 E 表示。例如: 将 1mg 砝码加于天平的一盘中, 引起指针偏移 10 格, 其灵敏度即为 $E = 10$ 分度/1mg。用分度值同样可表示天平的灵敏度, 分度值是指天平平衡位置在标牌上产生 1 个分度变化所需的质量值。分度值为灵敏度的倒数, 上例中分度值 $S = \frac{1}{E} = 0.1$ 毫克。