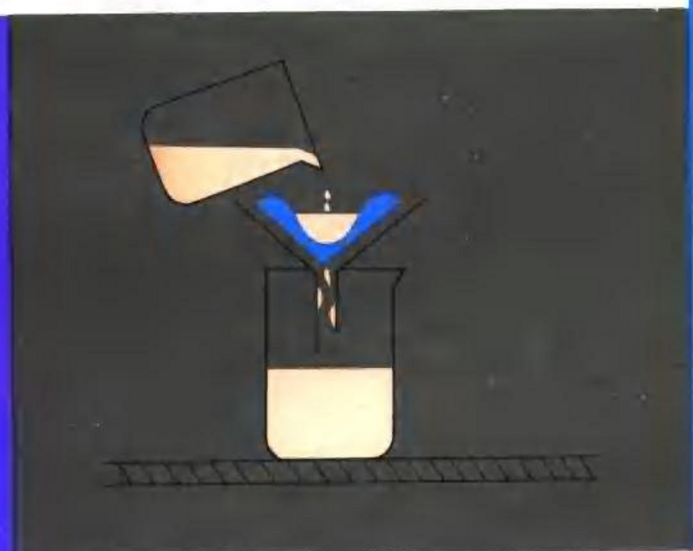


刘宏毅 编

分析化学实验

(中等专业学校适用教材)



中国纺织出版社

分析化学实验

(中等专业学校适用教材)

刘宏毅 编



中国纺织出版社

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/刘宏毅编. —北京: 中国纺织出版社,
1997. 5

ISBN 7-5064-1300-0/O · 0008

I. 分… II. 刘… III. 分析(化学)-化学实验 IV. 0652
. 1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(97)第 01522 号

中国纺织出版社出版发行

北京东直门南大街 4 号

邮政编码: 100027 电话: 010-64168226

纺织经济研究部常州印刷厂印刷 各地新华书店经销

1997 年 5 月第一版 1997 年 5 月第一次印刷

开本: 787×1092 1/32 印张: 3.75

字数: 84 千字 印数: 1-7500

定价: 6.50 元

前 言

本书是根据 1996 年 1 年轻纺中专学校教材编写会议制订的四年制近化工专业《分析化学教学大纲》编写而成,是分析化学教材的配套实验教材。

本书在编写中,遵循淡化理论、加强应用、增强综合能力的宗旨,同时注意到知识的先进性、实用性。全书安排了 30 个实验,尽量选择有代表性的分析样品,与分析化学教材内容紧密配合,以培养学生理论联系实际,掌握基本实验技能和独立工作的能力。每个实验还安排了思考题,以巩固所学实验的理论知识。

本书由湖北省荆州市纺织工业学校刘宏毅编写,并根据审稿意见最后定稿。江苏省常州化工学校黄一石高级讲师担任本书主审,提出指导性的审稿意见。广东纺织工业学校陈勇麟、福建省侨兴轻工业学校王苏健、新疆纺织工业学校王翔参加审稿,对本书提出宝贵意见,在此一并表示衷心感谢。

由于编者水平有限,书中错误和缺点在所难免,敬请各校老师和读者批评指正。

编 者

1996 年 8 月

内 容 提 要

本书是中等专业学校近化工专业分析化学教材的配套实验教材。

全书包括两大部分。第一部分共五章,详尽地介绍分析化学实验的一般知识,分析化学实验的基本操作,常用仪器的构造及使用;第二部分安排了 30 个有代表性的分析化学实验,标准溶液的配制和标定等内容。

本书可作为中等专业学校染整、化纤、环保、塑料、橡胶、造纸、制糖、食品等近化工专业的分析化学实验教材,亦可供技工学校和职业学校的相关专业使用。

目 录

第一章 实验室工作的要求	(1)
第一节 实验室规则.....	(1)
第二节 实验室安全常识.....	(2)
第三节 化学试剂.....	(4)
第四节 分析用纯水.....	(5)
第二章 分析天平	(7)
第一节 分析天平的类型.....	(7)
第二节 分析天平的构造.....	(9)
第三节 分析天平的性能	(16)
第四节 称量方法和分析天平的使用规则	(19)
第三章 滴定分析常用仪器及使用	(23)
第一节 滴定分析常用仪器	(23)
第二节 常用仪器的基本操作	(25)
第四章 称量分析基本操作	(35)
第一节 称样和溶解	(35)
第二节 沉淀和陈化	(36)
第三节 过滤和洗涤	(37)
第四节 干燥和灼烧	(42)
第五章 仪器分析	(46)
第一节 酸度计的结构及使用	(46)
第二节 分光光度法常用仪器和操作	(50)
实验内容	(54)
实验一 天平性能的鉴定及称量练习	(54)
实验二 容量器皿的基本操作	(56)

实验三	酸碱标准溶液的配制和滴定终点练习	(58)
实验四	盐酸标准溶液浓度的标定	(63)
实验五	NaOH 标准溶液浓度的标定	(64)
实验六	醋酸含量的测定	(66)
实验七	混合碱含量的测定	(67)
实验八	铵盐纯度的测定(甲醛法)	(69)
实验九	EDTA 标准溶液的配制和标定	(71)
实验十	水中钙镁离子总量的测定	(74)
实验十一	铝盐中铝含量的测定	(75)
实验十二	KMnO ₄ 标准溶液的配制和标定	(77)
实验十三	绿矾含量的测定	(78)
实验十四	H ₂ O ₂ 含量的测定	(79)
实验十五	水中耗氧量的测定	(80)
实验十六	Na ₂ S ₂ O ₃ 及 I ₂ 标准溶液的配制和标定 ...	(82)
实验十七	漂白粉中有效氯的测定	(84)
实验十八	NaClO ₂ 中有效氯的测定	(86)
实验十九	CuSO ₄ 中铜的测定	(87)
实验二十	海波含量的测定	(88)
实验二十一	K ₂ Cr ₂ O ₇ 标准溶液的配制及 FeSO ₄ 中 铁含量的测定	(88)
实验二十二	AgNO ₃ 标准溶液的配制和标定	(90)
实验二十三	水样中氯含量的测定(莫尔法)	(91)
实验二十四	NH ₄ CNS 标准溶液的配制和标定	(91)
实验二十五	烧碱中 NaCl 含量的测定 (佛尔哈德法)	(92)
实验二十六	氯化物中氯含量的测定(法扬司法) ...	(94)
实验二十七	氯化钡中结晶水的测定	(95)

实验二十八 氯化钡中钡含量的测定	(97)
实验二十九 电位法测定水的酸碱度	(98)
实验三十 邻二氮菲分光光度法测定铁.....	(100)
附录.....	(104)
一、相对分子质量表	(104)
二、相对原子质量表	(109)
三、常用酸碱溶液的配制	(110)
四、常用的掩蔽剂	(111)
五、常用洗涤剂	(112)
六、常用缓冲溶液的配制	(113)

第一章 实验室工作的要求

第一节 实验室规则

分析化学是一门实践性很强的学科,分析化学的实验室工作是本课程的重要组成部分。通过实验课的学习,可以使学生对分析化学基本理论的理解,掌握分析化学实验的基本操作技能,养成严格、认真和实事求是的科学态度,提高观察、分析和解决问题的能力,为将来从事实际工作打下必要的良好基础。为了顺利进行实验课教学,在实验室中必须遵守下列规则:

1. 遵守实验室的各项制度,听从教师指导。
2. 实验前必须做好预习工作,了解每次实验的目的、有关原理、进行的步骤及每加一种试剂的目的和实验应注意的事项,同时写好实验报告中的部分内容,以便实验时及时、准确地进行记录。
3. 在进行实验时,必须抱着严肃、认真、细心、实事求是的科学态度,随时把必要的数据和现象清楚地、正确地记录下来。每次实验结束时,应将所得数据交老师审阅,然后进行计算,绝对不允许私自凑数据。
4. 实验时应严格遵守操作程序及应注意之处,执行一切必要的安全措施,保证实验安全进行。
5. 在整个实验过程中,实验台桌面应保持清洁,仪器应排列整齐,废纸屑应投入废纸箱内,废酸、碱应倒入指定的废液

缸内,水槽内应始终保持干净。

6. 实验时公用的仪器和试剂,用后应立刻归还原处,切不可随意乱放,要注意节约试剂,切不可浪费。

7. 在使用不熟悉性能的仪器和药品时,应查阅有关书籍或请教指导老师,不要随意进行实验,以免损坏仪器,更重要的是预防发生意外事故。

8. 实验室内应始终保持安静,严禁大声喧哗。实验完毕,整理好仪器和药品,清理实验环境,关好水、电、煤气开关,并按原始记录忠实地整理数据,写成报告,按时交给指导老师。

第二节 实验室安全常识

在进行化学实验时,经常要与某些有毒的、易燃的、有腐蚀性的、甚至有爆炸性的化学药品相接触,同时还会使用各种玻璃器皿、热电设备、高压、真空等器具。如果不按使用规则进行操作,就可能造成中毒、火灾、爆炸、触电等事故。不仅造成国家财产的损失,同时也会造成人身的伤亡,因此必须加以重视。只要在思想上重视,行动上遵守操作规程,事故是完全可以避免的。下面简单介绍一些安全常识:

1. 任何时候都要集中注意力,要明确你在干什么。

2. 使用具有强腐蚀性的试剂时,必须小心,不要洒在衣服上和皮肤上,取用时最好穿戴必要的防护用具,如工作服、橡皮手套、防护眼镜等。稀释浓硫酸时,应把浓硫酸慢慢注入水中,切不可把水注入浓酸中,而且应在耐热容器(如烧杯)中进行。

3. 产生有毒性气体的实验,应在通风橱内进行。

4. 进行灼烧、蒸发等工作时,不能擅自离开实验室。烘箱

不能作蒸发之用。能产生腐蚀性气体的物质或易燃烧的物质均不得放入烘箱内。加热易挥发或易燃烧的有机溶剂时,应在水浴锅或密封的电热板上缓慢进行,严禁用明火直接加热。

5. 普通玻璃瓶如容量仪器均不可任意加热,亦不可用于溶解或进行其他反应,以免过热破裂或使量度不准确。密闭的玻璃仪器,不可任意加热,以免引起爆裂伤人。

6. 灼热的仪器不可直接与冷物接触,以免破裂;不可和人体直接接触,以免烫伤;不可立即放入橱内或桌上,以免引起燃烧和灼焦的危险。最好要放在隔热材料上。

7. 任何时候不得将瓶口、试管口、坩锅口等对着人的脸部,防止气体、液体等冲击造成严重伤害事故。在室内温度较高的情况下,打开密封的、装有易挥发性试剂的瓶子时,最好先把试剂瓶在冷水里浸一段时间再开启。

8. 玻璃管、温度计或漏斗等在插入或拔出瓶塞时,要涂水或凡士林等润滑剂,并用布垫手,以防玻璃管破碎时割伤手部。把玻璃管插入塞内时,必须握住塞子的侧面。

9. 一切试剂、药品瓶,要有标签,剧毒药品必须制定保管和使用制度,并严格遵守。倾倒试剂时,手掌要遮住标签,以保管好标签的完整。试剂瓶中的试剂一经倒出,严禁倒回。使用剧毒物时,应在通风橱内进行,防止将毒物吸入体内;同时,还要注意遵守个人卫生和个人防护规程,用后及时洗手。对装过毒物的容器和实验后的毒物废液,切不可随意丢弃,应采用妥善的方法处理。

10. 电器设备不用时,应及时切断电源。如发现麻手等漏电情况,应立即报告指导老师,进行检查。在实验室工作的每位人员应该知道实验室内煤气、水阀和电闸的位置,以便必要时可以控制。

11. 一切固体不溶物、浓酸和浓碱废液, 严禁倒入水槽, 以防堵塞和腐蚀水道。残余毒物更应妥善处理, 切勿任意丢弃或倒入水槽中。

12. 点燃煤气灯时, 必须先关闭风量调节, 然后点火, 再开煤气, 最后调节风量。停用时, 要先关掉风量, 最后关闭煤气, 检查是否完全熄火。不按照这样的次序, 就有发生内燃、爆炸或火灾的危险。

13. 实验室内严禁抽烟或进食。离开实验室时, 要仔细洗手; 如曾使用过毒物, 还应漱口。

第三节 化学试剂

一、常用试剂的规格

化学试剂的规格是以其中所含杂质多少来划分的, 一般可分为下列几个等级。

1. 基准试剂 它是用来衡量一个化学量的标准物质, 既可用于滴定分析的基准物, 也可用来直接配制标准溶液, 而不需标定。

2. 分析试剂 纯度仅次于基准试剂, 适用于多数分析工作和科学研究工作。

3. 普通试剂 纯度次于分析试剂, 适用于一般分析工作和化学试验。

此外, 还有光谱纯试剂、色谱纯试剂等。

光谱纯试剂杂质的含量用光谱分析法已测不出或者低于某一限度, 这种试剂主要用作光谱分析的标准物质。

在分析工作中, 选用试剂的纯度要与所用方法相当, 实验用水、操作器皿等要与试剂的等级相适应, 盲目地追求纯度高

的试剂,会造成不必要的浪费。有时,市售试剂的纯度不能满足要求时,分析者就有必要自己动手精制。

二、取用试剂应注意的事项

1. 所有盛装试剂的瓶上都应贴有明显的标签,写明试剂的名称、规格及配制日期。绝对不能在试剂瓶中装入不是标签所写的试剂,没有标签的试剂在未查明前不能使用。

2. 取用试剂时,应注意保持清洁,瓶塞不许任意放置,取用后应立即盖好密封,严防被其他物质沾污和变质。

3. 固体试剂应用洁净干燥的小勺取用。取用强碱性试剂后的小勺应立即洗净,以免腐蚀。

4. 决不能用未经洗净的同一吸管插入不同的试剂瓶中吸取试剂,或未经洗净的同一小匙来取用不同的试剂和药物。

5. 取用有毒试剂时,需站在上风处,必要时应采用防毒措施。

第四节 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。根据分析任务和要求的不同,对水的纯度要求也有所不同。一般的分析工作采用三级纯水即可。

三级纯水可以采用蒸馏、反渗透或离子交换等方法制备。

1. 蒸馏法 将天然水用蒸馏器蒸馏就可得到蒸馏水。由于绝大多数无机盐类不挥发,因此,蒸馏水较纯净,适用于一般化验工作。蒸馏器通常采用硬质玻璃或铜、石英等材料制成。

2. 离子交换法 应用离子交换树脂将水中杂质离子分离出来的方法。用此法制得的水通常称为“去离子水”。用此法

制取的纯水产量大,成本低,很适合于各种规模的化验室采用。

3. 电渗析法 电渗析是一种固膜分离技术。它是利用离子交换膜的选择性、透过性制取的,即阳离子交换膜仅允许阳离子透过,阴离子交换膜仅允许阴离子透过,在外加直流电场的作用下,使一部分水中的离子透过离子交换膜迁移到另一部分水中,形成一部分水淡化,另一部分水浓化。收集淡水即为所需的纯化水。

纯水并不是绝对不含杂质,只是杂质含量极少而已。随着制备方法和使用仪器材料的不同,其杂质含量和种类也有所不同。纯水的质量可以通过检验来了解。一般分析实验室要求的主要检验项目如下:

(1)电阻率:25℃时电阻率为 $(1.0\sim 10)\times 10^4\ \Omega\cdot m$ 的水为纯水,大于 $10\times 10^4\ \Omega\cdot m$ 的水为超级纯水。

(2)阳离子的检验:取 10 mL 被检查水样,加入氨水—氯化铵缓冲溶液($pH=10$),调节溶液 pH 值至 10 左右,加入铬黑 T 指示剂 1 滴,如水呈现蓝色,表明无金属阳离子;含有阳离子的水呈现紫红色。

(3)氯离子的检验:取 10 mL 水样,用 HNO_3 酸化,加 1% $AgNO_3$ 溶液 2 滴,摇匀后不得有浑浊现象。

(4) pH 的检验:取 10 mL 水样,加甲基红指示剂 2 滴,不得显红色。另取水样 10 mL,加 0.1% 溴百里酚蓝指示剂 5 滴,不得显蓝色。

分析用的纯水,必须严格保持纯净,防止污染。聚乙烯容器是贮存纯水的理想容器之一。

第二章 分析天平

第一节 分析天平的类型

分析天平是定量分析中最重要的精密衡量仪器之一。了解分析天平的构造,正确进行称量,是完成定量分析工作的基本保证。随着科学技术的发展,天平的设计制造水平不断提高。目前最先进的分析天平为全电子式数字显示天平(电子天平)。在我国大多数学校、厂矿等单位仍广泛使用杠杆式等臂双盘天平 and 不等臂单盘天平。我国常见的分析天平型号和规格如表 2-1 所示。各种分析天平在构造和使用方法上虽然有些不同,但其构造的基本原理是相同的。

从天平的构造原理来分类,天平分为杠杆天平(机械式天平)和电子天平两大类。杠杆天平又可分为等臂双盘天平 and 不等臂双刀单盘天平。双盘天平还可分为摆动天平 and 阻尼天平,普通标牌天平 and 微分标牌天平(有光学读数装置,亦称为电光天平)。按加码器加码范围,可分为部分机械加码 and 全部机械加码天平。一般化验室较适用的是最大称量 100 g 或 200 g,分度值 0.1 mg 的部分机械加码电光天平。全机械加码电光天平的加码器较部分机械加码的易发生故障,使用者较少。双盘天平存在不等臂性误差、空载和实载灵敏度不同及操作较麻烦等固有的缺点,逐渐被后起之秀——不等臂单盘天平代替。不等臂单盘天平采用全量机械减码,克服了双盘天平的缺点,操作更简便快速,是目前我国化验室主要选用的天平。

表 2-1 国产天平型号规格一览表

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			
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 湖南仪器仪表总厂
	部分机械加码分析天平	TG-328B	200	0.1			
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 湖南仪器仪表总厂
		TD-15					
	单盘精密分析天平	TD-12	109.9	0.1		精密定量分析	湖南仪器仪表总厂 北京光学仪器厂
		DT-100	100	0.1			
电子天平	单盘分析天平	TG-729C	100	1		精密称量	上海天平仪器厂 湖南仪器仪表总厂
		DTQ-160	160	0.1			
		TD-18	160	0.1			
	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 MD100-2	100 100	0 0.1		快速质量测定	上海天平仪器厂

电子天平由于采用电磁力平衡的原理,没有刀口刀承,无机械磨损,采用全数字显示,称量快速,只需几秒钟就可显示称量结果。电子天平连接计算机和打印机后,可具有多种功能,是代表发展趋势的最先进天平,价格也较贵。

第二节 分析天平的构造

一、等臂双盘天平的构造

等臂双盘天平是依据杠杆原理设计的。其中以部分机械加码分析天平(又叫半自动电光天平)应用较多,其结构如图2-1所示,由外框部分、立柱部分、横梁部分、悬挂系统、制动系统、光学读数系统、机械加码装置7个部分组成。

1. 外框部分 外框用以保护天平,使之不受灰尘、热源、水蒸汽、气流等外界条件的影响。

2. 立柱部分 立柱是空心柱体,垂直固定在底板上,天平制动器的升降拉杆穿过立柱空心孔,带动大小托翼上下运动。立柱上端中央固定支点刀承。天平的水准器一般采用水平泡,安装于立柱后面。

3. 横梁部分 横梁部分由横梁、刀子、刀盒、平衡铊、感量铊和指针组成。横梁是天平的重要部件,横梁上装有三个玛瑙刀子,中间为支点刀,刀口向下,两边为承重刀,刀口向上。三个刀刃的安装必须平行,并垂直于刀刃中心的连线,且在一个水平面上。要求刀刃锋利、呈直线、无崩缺。为保持天平的灵敏度和稳定性,要特别注意保护天平的刀刃不受冲击和减小磨损。感量铊用于调整天平的灵敏度,平衡铊用于空载时调节天平的平衡位置(即零点)。

4. 悬挂系统 悬挂系统由吊耳、阻尼器和秤盘组成。