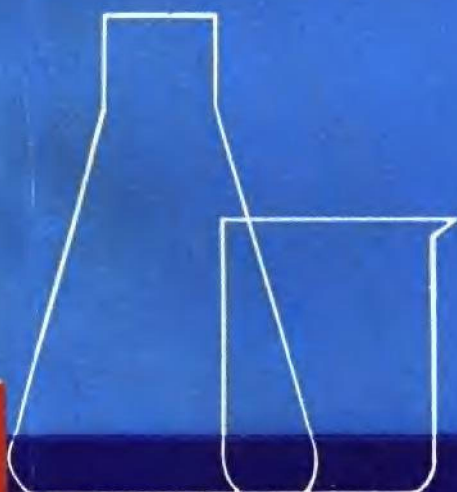


高等学校教材

分析化学实验

FENXI HUAXUE SHIYAN

王中柱 崔仙舟 编
陈淑珠 杨淑海



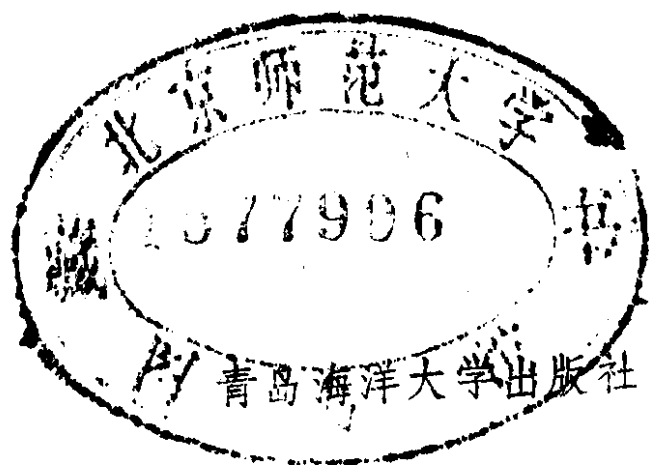
青岛海洋大学出版社

高等学校教材

分析化学实验

王中柱 崔仙舟 编
陈淑珠 杨淑海

JY1147/21



1990年

分 析 化 学 实 验

王中柱 崔仙舟 编
陈淑珠 杨淑海

*

青岛海洋大学出版社出版

(青岛市鱼山路5号)

新华书店发行

青岛市海鸥印刷厂印刷

*

1990年8月第1版 1990年8月第1次印刷

32开(850×1168毫米) 7.25印张 180千字

印数 1—5000

ISBN 7—81026—038—3/O·6

定价：1.80元

前 言

分析化学是一门实践性很强的学科，而分析化学实验课是分析化学课程的重要组成部分，多年来它不仅在教学上，而且在科学研究、生产实践中也很受重视。

通过分析化学实验课的教学，既要培养学生严谨的科学态度和实事求是的作风，又要使学生加深对分析化学基本理论的理解，熟练地掌握分析化学的实验方法和基本操作技能，为学生学习后续课程和将来从事生产实践和科研工作打下良好的基础。

本书是在多年教学试用的基础上，总结了指导实验中不断积累的经验，并吸收各有关院校实验教材的长处，对原编实验教材进行了全面的修改、补充、整理和增订后写成的，以满足教学的需要。

本书对各实验的目的，基本原理，实验的操作步骤，所用试剂的配制，进行了详尽的叙述，并对实验操作中应注意事项加以说明。各实验后均有本实验记录格式及思考题。

全书选编的实验内容，一部分是学生必做的，另有一部分，可由各院校根据所给定的学时，视具体情况自行选用。

本书采用国家法定计量单位，用“物质的量”及其单位摩尔来处理化学反应中物质间量的关系。

此书除可作为学生教学实验课本外，还可供教师及实验室管理人员进行实验准备，和对科研单位，工厂实验室的技术人员参考。

限于编者的水平，书中难免有缺点及不足之处，敬请读者指正。

编 者

1990年6月于青岛

目 录

前言	(1)
一、实验课的目的和要求	(1)
二、实验规则	(2)
三、分析化学实验中的一般知识	(4)
(一) 实验室最基本的安全常识	(4)
(二) 分析实验用的纯水	(4)
(三) 化学试剂的一般知识	(7)
(四) 定量分析的常用仪器	(9)
(五) 实验报告规格	(12)
第一章 分析天平和称量	(13)
§ 1—1 分析天平	(13)
一、分析天平的种类	(13)
二、分析天平的构造	(14)
三、分析天平的性能	(20)
四、分析天平的安装	(23)
五、分析天平主要性能的检查	(25)
六、分析天平的使用规则	(26)
§ 1—2 分析天平实验	(27)
实验一 分析天平称量练习	(27)
实验二 分析天平砝码的校准	(31)
第二章 滴定分析仪器和基本操作	(37)
§ 2—1 仪器的准备	(37)
一、容量仪器和规格	(37)
二、量器的洗涤	(37)

三. 量器的使用.....	(39)
§ 2—2. 滴定分析基本操作实验.....	(51)
实验三 滴定分析基本操作练习——酸、碱标准 溶液的配制和比较.....	(51)
实验四 容量仪器的校准.....	(56)
第三章 酸碱滴定法.....	(61)
实验五 酸碱溶液浓度的标定.....	(61)
实验六 工业纯碱中总碱度的测定.....	(66)
实验七 混合碱的分析(双指示剂法和混合指示 剂法).....	(69)
实验八 铵盐中含氮量的测定——甲醛法.....	(72)
实验九 有机酸含量的测定.....	(75)
第四章 络合滴定法(配位滴定法).....	(78)
实验十 EDTA标准溶液的配制和标定.....	(78)
实验十一 水总硬度的测定.....	(83)
实验十二 石灰石中钙、镁含量的测定.....	(87)
实验十三 铅铋混合液中铅、铋含量的测定.....	(91)
第五章 沉淀滴定法.....	(96)
实验十四 硝酸银和硫氰化铵标准溶液的配制和 浓度的标定.....	(96)
实验十五 氯化物(海水)中氯含量的测定(莫 尔法).....	(100)
实验十六 氯化物中氯含量的测定(佛尔哈德法).....	(105)
实验十七 氯化物中氯含量的测定(法扬司法).....	(109)
第六章 氧化还原滴定法.....	(112)
实验十八 高锰酸钾溶液的配制和浓度标定.....	(112)
实验十九 过氧化氢含量的测定.....	(115)
实验二十 石灰石中钙的测定.....	(117)

实验二十一	铁矿石中铁含量的测定	(121)
实验二十二	化学需氧量的测定 (COD _{Cr})	(124)
实验二十三	硫代硫酸钠溶液的配制和标定	(128)
实验二十四	硫酸铜中铜含量的测定	(131)
实验二十五	海水中溶解氧的测定	(134)
第七章	重量分析	(141)
§ 7—1	重量分析基本操作	(141)
§ 7—2	重量分析实验	(151)
实验二十六	氯化钡中结晶水的测定	(151)
实验二十七	氯化钡中钡含量的测定	(154)
实验二十八	合金中镍含量的测定	(158)
第八章	吸光光度法	(162)
§ 8—1	吸光光度法常用仪器及其使用方法	(162)
§ 8—2	吸光光度法实验	(167)
实验二十九	邻二氮杂菲吸光光度法测定铁的条 件试验	(167)
实验三十	邻二氮杂菲吸光光度法测定铁	(173)
实验三十一	海水中可溶性磷的测定 (磷钼蓝法)	(175)
附:		
实验三十二	溶液pH值的测定 (pHS—2型酸 度计的使用方法)	(180)
第九章	定量分析中常用的分离方法	(186)
实验三十三	共沉淀分离法测定纯铜中的铋	(186)
实验三十四	萃取光度法测定天然水中挥发性酚	(189)
实验三十五	离子交换分离法测定硝酸钾试剂中 的硝酸钾含量	(192)
实验三十六	纸上层析分离法测定铜、铁、钴、镍	(196)
附录		(200)

一. 常用酸碱的相对密度和浓度	(200)
二. 化学试剂等级对照表	(200)
三. 常用缓冲溶液的配制	(201)
四. 标准 pH溶液的配制	(202)
五. 常用基准物质的干燥条件和应用	(203)
六. 实验用水中杂质的含量及电阻率	(204)
七. 常用洗涤剂	(205)
八. 滤器及其使用	(206)
九. 常用熔剂和坩埚	(208)
十. 常用指示剂	(210)
十一. 国际原子量表 (1985年)	(216)
十二. 化合物式量表	(217)
十三. 定量分析仪器	(222)
参考资料	(224)

一、实验课的目的和要求

分析化学实验课的目的和要求是：

1、通过学习实验的内容，巩固和扩大课堂学习中所获得的理论知识。

2、通过熟悉实验的操作，掌握分析化学实验的基本技术和基本知识。

3、通过观察实验中的现象，培养学生独立思考和分析问题的能力。

4、通过对实验结果的严格要求，培养学生认真，实事求是的科学态度。

5、通过实验的全过程，培养学生爱科学、爱公物、守纪律的优良品德。

二、实验规则

1、实验前做好预习工作，具体要求是，必须结合实验内容，复习课堂的理论，预习实验教材，明确实验的目的，了解实验的内容和操作方法。

2、仪器每人一套或每大组一套分组公用，因此，在开始实验前要清点仪器，并在仪器使用登记表上签名，仪器如有短缺或破损，应向指导教师报告，并补领。

3、遵守实验教师所规定手续进行实验，接受教师的指导，并回答教师所提出的问题。

4、在实验过程中，独立、细心、准确地进行操作，研究实验中所有的细节，发挥自身的主动性和自己的想象力、观察力和判断力。

5、随时把观察到的实验现象、所得的数据以及计算和结论等正确而简明地记录在记录本上。计算必须准确、清楚和容易看懂。

6、记录本的篇页都要自己编号，不准随意撕毁，不准用小纸片记录实验结果。记录或计算若有错误应划去重写，不能涂改。每次实验后，应将记录数据交教师审阅后，才进行计算，绝对不允许自凑数据。

7、公用药品和仪器，用毕后随时放回原处，以免妨碍他人使用。

8、爱护仪器，不浪费药品，节省水、电、煤气。

9、遵守实验室安全规则，若出现某种应急事故，应立即向指导教师报告。

10、保持实验室的安静和整洁。实验结束应把所用仪器洗净

后，整齐放回原处，将实验台面清理整洁，仪器如有破损或缺，必须立即向教师请示补齐。

11、实验结束后，检查是否已切断电源、水阀和气路，一切均已妥当后，向指导教师请示经同意后，才能离开实验室。

12、实验课后，对实验所得的结果和数据，及时进行整理、计算和分析。认真写好实验报告，按时交给指导教师。

三、分析化学实验中的一般知识

(一) 实验室最基本的安全常识

1、一切产生有毒或恶臭气体的实验，均应在通风橱内或室外进行。

2、谨慎使用易燃和有毒物质，易燃物的实验如乙醚、苯、丙酮、四氯化碳、三氯甲烷等，应远离明火处进行。

3、实验中应注意避免浓酸、浓碱等腐蚀性试剂溅在皮肤或衣物等上，如已溅泼上，必须立即用水冲洗。如人体被酸灼烧伤时，水冲洗后，用饱和 NaHCO_3 溶液或稀氨水肥皂水处理。碱灼烧伤时，用2% HAC 溶液处理，最后用水把稀酸或稀碱洗净。

4、稀释浓酸（特别是 H_2SO_4 时），应将酸注入水中，切勿将水注入酸中。

5、汞盐、氰化物、 As_2O_3 、钡盐。重铬酸盐等试剂有剧毒，使用时要特别小心。因为氰化物与酸作用，产生 HCN 剧毒易挥发气体，故应严禁在酸性介质中加入氰化物。

6、保持水槽的干净，不能将固体物品或废纸屑等倒入水槽；应投入废箱内。废酸或废碱等要倒废液缸内，不能倒入水槽，以免腐蚀下水管道。

7、实验室内的电闸、水阀和煤气阀，在实验完毕，离开实验室前，必须关闭。

(二) 分析实验用的纯水

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。对水的纯度要求也不相同。在一般的分析工作中，使用普通的蒸馏水或去离子水已能满足要求，对于微量

分析或痕量分析。以及在制备超纯物质时，则需要纯度很高的纯水，有时还需要通过专门处理，去掉水中的某一种或几种痕量物质。对于超纯水和具有特殊要求的纯水的制备和检验，最好结合有关实验进行，以资印证。

纯水的制备方法有：

1. 蒸馏法：

蒸馏法制备纯水是基于水与杂质有不同的挥发性。

实验室中制取一般蒸馏水时，多用内电阻加热蒸馏设备或硬质玻璃蒸馏器；制取高纯水时用银蒸器、金蒸馏器、石英蒸馏器和聚四氟乙烯蒸馏器。为了提高蒸馏水的纯度，可将最初蒸馏出的约200毫升弃去。当蒸馏水只剩原体积的 $\frac{1}{4}$ 时即停止蒸馏。只收集中间馏出部分的这种纯水，即是一次蒸馏水，可用来洗涤要求不十分严格的仪器和配制一般实验用的溶液。对于要求较高的实验来说，应进行第二或第三次蒸馏，即为二次蒸馏水或三次蒸馏水。

制备 $\text{pH}=7$ 的高纯水时。第一次蒸馏时，可以加入少量氢氧化钠和高锰酸钾；第二次蒸馏可加入磷酸（除氨）；第三次用石英蒸馏器进行蒸馏（除去痕量的碱金属杂质）。在整个蒸馏过程中，要避免水与空气的直接接触。

在一般硬质玻璃蒸馏器中，可以制备不含金属离子的蒸馏水。即在1升蒸馏水中，加2毫升浓硫酸及几粒玻璃珠后进行蒸馏。这种重蒸水可用于测定金属离子的实验，但因其中仍含有硫酸，所以它只适用于有一定要求的实验。

不含二氧化碳的蒸馏水的制备，可将1.5升蒸馏水装于锥形瓶中，加几粒玻璃珠后，直接加热煮沸半小时后即得。此制备蒸馏水贮于装有钠石灰干燥管的瓶中（见实验三）。

制备不含有机的蒸馏水时，可在一次蒸馏水中加入少量碱性高锰酸钾，在硬质玻璃蒸馏器中重蒸即得。

采用加入活性炭的方法，可以制备不含酚的蒸馏水，方法是在1升一次蒸馏水中加入约20毫克的活性炭，振荡放置后，用三层定性滤纸过滤两次即可。其他方法详见实验三十四。

制备不含氧的蒸馏水，是将一次蒸馏水在硬质玻璃蒸馏器中先煮沸再进行蒸馏，收集中间馏出部分即可。

2、离子交换法：

用离子交换法制备的纯水通常称作“去离子水”，借以区别于“蒸馏水”。用这种方法所制备的去离子水，不能除去有机物。用离子交换树脂净化水的原理是：当含有 K^+ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等阳离子及 SO_4^{2-} 、 Cl^- 、 HCO_3^- 、 $HSiO_3^-$ 等阴离子的水，通过磺酸型阳离子交换树脂时，水中的阳离子为树脂所吸附，而树脂上可交换的阳离子 H^+ 则被置换到水中，和水中阴离子组成相应的无机酸，当含有无机酸的水再通过季胺型阴离子交换树脂时，水中的阴离子也为树脂所吸附，树脂上可交换的阴离子 OH^- 也被置换到水中，同时与水中的 H^+ 离子结合成水，这样用硬质玻璃或有机玻璃制成的两支离子交换柱，交换制得无离子水，经检验合格后便可使用。

除上述两种方法制备实验室用的纯水外，还有电渗析法，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的方法。

当然，纯水并不是绝对不含有杂质，只不过是其中杂质的含量极其微小，能满足某种分析方法的要求而已。

纯水的质量要通过检验分析来验证，要检验近12项之多，但对一般分析实验室，对市售或自制的纯水，作下述几项检验，就可以初步达到要求。

(1) 阳离子的检验(铬黑T试验)：在10毫升纯水中加入2~3滴氨水—氯化铵缓冲溶液，调节溶液的pH值至10左右，加入铬黑T指示2~3滴，摇匀，若此溶液呈天兰色，表明此纯

水中金属离子杂质的含量很低，符合使用要求。若出现红色或紫红色，则表明有阳离子存在，不符合使用要求。

(2) 氯离子的检验：在10毫升纯水中，加2~3滴硝酸酸化后，滴加2~3滴 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 或1%的硝酸银溶液，摇匀。若溶液清澈，表明氯化物的含量极低，符合使用要求。

(3) pH值的检验：纯水的pH值为7.0，pH值小于7.0时，表明水中溶解 CO_2 的含量较大，pH大于7.0时，一般是由于 HCO_3^- 离子含量较高。检验纯水pH值范围的方法如下：取水样10毫升，加甲基红指示剂2滴，不显红色；另取水样10毫升，加0.1%溴麝香草酚兰指示剂5滴，不显蓝色，即符合使用要求。

也可以用精密pH试纸，或使用pH计直接测定。

(4) 电阻率的测量：使用电导仪进行测量， 25°C 时电阻率为 $(1.0-10)\times 10^6$ 欧姆·厘米的水为纯水，大于 10×10^6 欧姆·厘米的水为超纯水。

如需要对纯水的其他项目如游离 CO_2 ；硅含量； HCO_3^- ； NH_4^+ ； Fe^{3+} ， Fe^{2+} ， NO_3^- ， NO_2^- ， SO_4^{2-} ， Ca^{2+} ， Mg^{2+} 等进行检验，可查阅有关化学实验手册。

分析用的纯水，必须严格保持纯净，防止污染，特别注意的是，不要在贮纯水瓶旁边放置容易挥发的试剂如浓盐酸、氨水等

(三) 化学试剂的一般知识

1、化学试剂的规格：

化学试剂的规格是以其中所含杂质的多少来划分，一般可分为四个等级，其规格和适用范围见附录二。

除这四个等级试剂外，还有基准试剂、光谱纯试剂、色谱纯试剂、放射化学纯试剂等。

基准试剂的纯度相当于或高于一级品。可用作滴定分析中的基准物，也可直接用于配制标准溶液。

光谱纯试剂(符号为S.P)所含杂质的含量,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。

在分析工作中,选择试剂的纯度除了要与所用方法相当外,其他如实验中用的纯水,使用的器皿也须与之相适应。若试剂选用G.R.级,就不宜使用普通的去离子水或普通蒸馏水,而应使用经两次蒸馏制得的重蒸馏水。对所用器皿的质地也有较高的要求,在使用过程中不应有物质溶解到溶液中,以免影响测定的准确度。

进行分析时,选择试剂必须对化学试剂的规格有一个正确的认识,做到合理地使用试剂,不可盲目追求高纯度而造成浪费,又不随意降低规格而影响分析结果的准确度。

2、取用试剂时应注意的事项:

(1)取用试剂时应保持清洁。取用的时候,取下的瓶塞应倒放在桌面上,不能任意放置,取用后立即用盖或塞好试剂,以保持密封,防止试剂被沾污或变质。

(2)固体试剂应用洁净,干燥的塑料制的小匙取用。取用强碱性试剂后的小匙应立即洗净,以免腐蚀。

(3)所有盛放试剂的瓶上都应贴有标签,写明试剂的名称、规格,没有标签标明的试剂绝不能随便使用。

(4)在分析工作中,试剂的浓度及用量应按规定使用,过浓或过多,不仅造成浪费,而且还可能产生付反应而得到不正确的结果。

3、试剂的贮存和保管

在实验室中如何保管试剂也是一项重要的工作。一般的化学试剂应该保存在通风良好,干净并干燥的室内,以防止水分、灰尘和其他物质沾污。同时,应根据试剂的性质不同而采用不同的

保管方法。

(1) 见光会逐渐分解的试剂，如过氧化氢、硝酸银、高锰酸钾、草酸等；与空气接触易逐步被氧化的试剂，如氯化亚锡、硫酸亚铁、亚硫酸钠等；以及易挥发的试剂，如氨水、乙醇、等都应放在阴暗处。

(2) 容易侵蚀玻璃而影响试剂纯度的试剂，如氢氟酸、含氟盐(KF , NaF , NH_4F)、苛性碱(NaOH , KOH)等应保存在塑料瓶内。

(3) 吸水性强的试剂如无水碳酸钠、苛性钠、过氧化钠等试剂的瓶口，应用蜡密封。

(4) 容易相互作用的试剂，如挥发性的酸与氨，氧化剂与还原剂，应分开存放。易燃的试剂如乙醇、乙醚、苯、丙酮，以及易爆炸的试剂如高氯酸、过氧化氢、硝基化合物等，应分开存放在阴凉通风，不受阳光直接照射的地方。

(5) 剧毒试剂如氰化钾、氰化钠、三氧化二砷(砒霜)等应特别注意有专人妥善保管，取用时应严格做好记录，经一定的手续批准后，方可取用，以免发生事故。

(四) 定量分析的常用仪器

定量分析常用仪器大部分属于玻璃制品。玻璃仪器按玻璃使用时的性能分为可加热的(如各类烧杯、烧瓶、试管等)和不能加热的(如试剂瓶、量筒、滴定管等)；按用途可分为容器类(如烧杯、试剂瓶等)，量器类(如吸管、容量瓶等)和专一用途类(如干燥器、漏斗等)。这些常用仪器如图1所示。