

定量化学分析实验

周俊英 金 谷 张贤萱 尹香莲 邝平先 编

中国科学技术大学出版社

定量化学分析实验

周俊英 金 谷
张贤萱 尹香莲 编
邝平先

中国科学技术大学出版社
1995·合肥

(皖)新登字 08 号

定量化学分析实验

周俊英 金 谷 张贤萱
尹香莲 邝平先 编

*

中国科学技术大学出版社出版

(安徽省合肥市金寨路 96 号, 邮编: 230026)

中国科学技术大学印刷厂印刷

安徽省新华书店发行

*

开本: 850×1168/32 印张: 5.875 字数: 150 千

1995 年 3 月第 1 版 1995 年 3 月第 1 次印刷

印数: 1—4000 册

ISBN7-312-00662-0/O·157 定价: 5.00 元

内 容 简 介

本书系统地介绍了化学实验室的安全操作,意外事故的急救处理,剧毒和强腐蚀物品等一系列有关化学分析实验室的基本知识。详细地介绍了分析天平及称量,滴定分析和重量分析的基本操作技术及基本知识。气体、液体、固体试样的采样、试样制备和分解。试剂及溶液配制。常用坩埚的使用和维护,并包括 28 个相关的实验。

基本操作规范,实验包括面广。其中,有的实验内容比较新颖,降低了成本,保证了分析结果的准确度,消除了对环境的污染。

本书可供理、工、农、医、师范等各类有关大学生、大专生及厂矿从事分析工作的技术人员使用。

前 言

本书是编者受教研室的委托,由教研室组织编写而成的。本书包括三方面的内容:有关定量化学分析实验的理论知识、基本操作及实验内容。在编写此书的过程中,编者也参考了一些书籍、文献及兄弟院校的一些宝贵经验,并将其列入书末。

本书编者大多从事分析化学教学和科研已有几十年,积累了丰富的经验,编写此书也都投入了大量的精力,对一些新实验和引进的实验都做了认真的探索和改进。本书除了保留一些具有代表性的实验外,还增加了一些实用性较强的实验并将一些科研成果引入到实验中来,这不仅有利于拓宽学生们的知识面,增强学生们对学习的兴趣和动手能力,在基础课学习期间,打下坚实的基础,更重要的是使学生们把所学的知识与实际工作有机地结合起来,以便将来能较快地适应工作的需要。

本书完稿之后,承我校化学物理系张懋森教授审阅,并给于详尽的指导,提出了宝贵意见。在编写本书过程中,教研室的全体教师都给予热情的支持和帮助,在此,我们一并表示衷心的感谢。

由于我们水平有限,书中难免有不妥之处,敬请读者指正。

编 者

1994年6月

目 次

前言	(I)
----------	-------

第一章 分析化学实验室基本知识

1.1 实验室规则	(1)
1.2 化学实验室的安全操作	(1)
1.3 实验室中意外事故的急救处理	(3)
1.4 实验室中一些剧毒,强腐蚀物品知识	(4)
1.5 灭火常识	(6)

第二章 一般化学实验基本操作

2.1 常用玻璃器皿的洗涤和干燥	(8)
2.1.1 定量分析实验常用器皿介绍	(8)
2.1.2 容器的洗涤	(16)
2.1.3 容器的干燥	(18)
2.2 试剂及其取用方法	(18)
2.2.1 试剂的分类	(18)
2.2.2 试剂的包装	(19)
2.2.3 试剂的取用	(19)
2.2.4 取用试剂规则	(19)
2.3 加热方法	(20)
2.3.1 加热用的仪器	(20)
2.3.2 液体的加热	(22)
2.3.3 液体的蒸发和浓缩	(23)
2.4 台秤的使用	(23)

2.5 实验报告	(24)
----------------	------

第三章 分析天平和称量

3.1 天平室规则	(25)
3.2 天平使用规则	(26)
3.3 分析天平的构造	(27)
3.3.1 空气阻尼天平的构造	(27)
3.3.2 电光天平	(29)
3.3.3 单盘电光天平	(30)
3.4 天平的灵敏度	(31)
3.4.1 天平灵敏度的表示方法	(31)
3.4.2 天平灵敏度的测定	(33)
3.5 天平的安装和检查	(34)
3.5.1 天平的安装	(34)
3.5.2 天平质量的检验	(35)
3.6 称量方法	(37)
3.6.1 指定重量称量法(固定重量称量法)	(37)
3.6.2 递减(差减)称量法	(38)
3.6.3 直接称量法(加法称量)	(39)
3.6.4 阻尼天平的称量	(39)
3.7 天平常见故障的排除	(40)
3.7.1 吊耳脱落或偏侧	(40)
3.7.2 盘托高低不适当	(40)
3.7.3 指针跳动	(40)
3.7.4 游码标尺的调节	(40)
3.7.5 天平摆动受阻	(40)
3.7.6 指数盘失灵	(41)
3.7.7 电光天平光学系统的调节	(41)

第四章 滴定分析基本操作

4.1	移液管和吸量管	(42)
4.2	容量瓶	(44)
4.3	滴定管	(47)
4.3.1	酸式滴定管(酸管)的准备	(47)
4.3.2	碱式滴定管(碱管)的准备	(49)
4.3.3	操作溶液的装入	(49)
4.3.4	滴定管的读数	(50)
4.3.5	滴定管的操作方法	(51)
4.3.6	滴定操作	(52)

第五章 重量分析基本操作

5.1	样品的溶解	(55)
5.2	沉淀	(56)
5.2.1	晶形沉淀	(56)
5.2.2	非晶形沉淀	(56)
5.3	过滤和洗涤	(56)
5.3.1	用滤纸过滤	(56)
5.3.2	用微孔玻璃坩埚(玻璃砂芯坩埚)过滤	(60)
5.4	干燥和灼烧	(61)
5.4.1	干燥器的准备和使用	(61)
5.4.2	坩埚的准备	(62)
5.4.3	沉淀和滤纸的烘干	(62)
5.4.4	滤纸的炭化和灰化	(63)
5.4.5	沉淀的灼烧	(64)

第六章 试样的采集、制备及分解

6.1	试样的采集和制备	(66)
6.1.1	土壤样品的采集与制备	(66)

6.1.2	生物样品的采集与制备	(67)
6.1.3	其他固体试样的采集与制备	(68)
6.1.4	水样的采集与制备	(69)
6.1.5	气体试样的采集	(69)
6.2	试样的分解	(71)
6.2.1	酸分解法	(71)
6.2.2	熔融分解法	(74)
6.2.3	溶解和分解过程中的误差来源	(76)
6.3	各种容器材料的使用和维护	(77)
6.3.1	玻璃	(77)
6.3.2	瓷	(78)
6.3.3	熔凝石英	(78)
6.3.4	金属	(78)
6.3.5	石墨	(79)
6.3.6	塑料	(79)

第七章 滴定分析法概论

7.1	滴定分析的基本概念与特点	(80)
7.1.1	定义	(80)
7.1.2	特点	(80)
7.1.3	术语	(80)
7.2	滴定分析对化学反应的要求	(81)
7.3	几种滴定分析方式	(82)
7.4	标准溶液和基准物质	(84)
7.4.1	容量的单位	(84)
7.4.2	浓度的表示法	(84)
7.4.3	标准溶液浓度大小的选择	(87)
7.4.4	基准物质	(87)
7.4.5	标准溶液的配制	(90)
7.4.6	标定方式	(90)

7.4.7	标准溶液的保存	(93)
7.5	几种常用标准溶液的配制与标定	(94)
7.5.1	酸碱滴定用标准溶液	(94)
7.5.2	配位滴定用标准溶液	(97)
7.5.3	氧化还原用标准溶液	(98)
7.5.4	沉淀滴定用标准溶液	(102)

第八章 定量化学分析实验

8.1	基本操作练习	(105)
实验一	天平称量练习	(105)
实验二	容量分析操作练习(一)	(107)
实验三	容量分析操作练习(二)	(108)
8.2	酸碱滴定法	(110)
实验一	中和法测定 HCl 和 NaOH 的浓度	(110)
实验二	有机酸摩尔质量的测定	(111)
实验三	工业醋酸中醋酸含量的测定	(112)
实验四	铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	(113)
8.3	配位滴定法	(115)
实验一	配位滴定法测定钙、镁	(115)
实验二	铋、铅混合液中 Bi^{3+} 、 Pb^{2+} 的连续滴定	(117)
实验三	返滴定法测定铝	(119)
实验四	铜合金中铜的配位置换滴定法	(120)
实验五	XO—CTMAB 用作指示剂测定试样中的钙、镁	(121)
实验六	Zn^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 的连续滴定	(123)
实验七	配位滴定法测定试样中的镍	(125)
8.4	氧化还原滴定法	(126)
实验一	无汞盐法测定铁矿石中的全铁	(126)
实验二	碘量法测定铜	(128)
实验三	白云石中钙的测定(高锰酸钾法)	(132)
实验四	耗氧量的测定(COD)	(134)

实验五 葡萄糖含量的测定(碘量法)	(136)
8.5 沉淀滴定法	(138)
实验一 氯化物中氯的测定(莫尔法)	(138)
实验二 酱油中的氯化钠测定	(140)
8.6 重量法	(141)
实验一 钢铁中镍的测定(丁二酮肟镍重量法)	(141)
实验二 氯化钡中钡的测定(硫酸钡重量法)	(144)
8.7 光度法	(146)
实验一 5-Br-PADAP 分光光度法测定微量钴	(146)
实验二 邻菲罗啉光度法测定铁(基本条件试验 和配位组成的测定)	(148)
8.8 其他实验	(152)
实验一 容量器皿的校准	(152)
实验二 HCl 和 HAc 混合液的电位滴定	(154)
实验三 微量镍的萃取分离与测定	(157)
实验四 设计实验	(159)
附录	(160)
一、洗涤液的配制及使用	(160)
二、市售酸碱试剂的浓度及比重	(160)
三、标准溶液的配制	(161)
四、玻璃过滤器的规格及使用	(162)
五、定量滤纸规格	(163)
六、常用指示剂	(164)
七、不同温度下,稀溶液体积对温度的补正值	(169)
八、元素的相对原子质量表(1989)	(169)
九、化合物的相对分子质量表(1989)	(171)
主要参考文献	(176)

第一章 分析化学实验室基本知识

1.1 实验室规则

(i) 课前应认真预习,明确实验目的和要求,了解实验的内容、方法和基本原理。

(ii) 实验时应遵守操作规则。注意安全,爱护仪器,节约试剂。

(iii) 遵守纪律,不迟到,不早退,保持室内安静,不要大声谈笑。

(iv) 实验中要认真操作,仔细观察各种现象,将实验中的现象和数据如实记在报告本上。根据原始记录,认真地分析问题、处理数据,写出实验报告。

(v) 实验过程中,随时注意保持工作地区的整洁。火柴、纸张和废品只能丢入废物缸内,不能丢入水槽,以免水槽堵塞。

(vi) 实验完毕后,将玻璃容器洗净,公用设备放回原处,把实验台和药品架整理干净,清扫实验室。最后检查门、窗、水、电、煤气是否关好。

1.2 化学实验室的安全操作

在进行化学实验时,经常使用水、电、煤气并常碰到一些有毒的、有腐蚀性的或者易燃、易爆的物质。由于不正确和不经心的操作,以及忽视操作中必须注意的事项都能够造成着火,爆炸和其他不幸事故的发生。因此重视安全操作,熟悉一般的安全知识是非常

必要的。而且注意安全是集体的事情,发生事故不仅损害个人健康,还会危害到周围同志,使国家财产受到损失,影响工作的正常进行。所以我们必须从思想上重视安全,决不要麻痹大意,但也不能盲目害怕而缩手缩脚不敢做实验。

安全措施是为了保护实验的顺利进行,而决不是实验的障碍。为此必须熟悉和注意以下几点:

(i)必须熟悉实验室及其周围环境和水闸、电闸、灭火器的位置。

(ii)使用电器时,要谨防触电,不要用湿的手、物去接触电插销。实验完毕后及时拔下插销切断电源。

(iii)一切有毒和有恶臭气体的实验,都应在通风橱内进行。

(iv)为了防止试剂腐蚀皮肤或进入体内,不能用手直接拿取试剂,要用药勺或指定的容器取用。取用一些强腐蚀性的试剂如氢氟酸、溴水等,必须戴上橡皮手套。决不允许用舌头尝试药品的味道。实验完毕后须将手洗净,严禁将食品及餐具等带入实验室中。

(v)不允许将各种化学药品任意混和,以免引起意外事故,自行设计的实验必须和教师讨论,征得同意后方可进行。

(vi)易燃物(如酒精、丙酮、乙醚等)、易爆物(如氯酸钾),使用时要远离火源,用完后应及时加盖存放在阴凉处。

(vii)酸、碱是实验室常用试剂,浓酸碱具有强烈腐蚀性,应小心使用,不要把它洒在衣服或皮肤上。所用玻璃器皿不要甩干。在倾注或加热时,不要俯视容器,以防溅在脸上或皮肤上。实验用过的废酸应倒入指定的废酸缸中。

(viii)用完煤气后,或遇临时煤气中断供应时,应把煤气龙头关好,如遇漏气时,应停止实验,进行检查。

(ix)启开易挥发的试剂瓶时,尤其在夏季,不可使瓶口对着自己或他人脸部,以防万一有大量气液冲出时,造成严重烧伤。

(x)实验完毕后,值日生和最后离开实验室的人员应负责检查

门、窗、水、煤气是否关好,电闸是否断开。

1.3 实验室中意外事故的急救处理

实验室内备有小药箱,以备发生事故时临时处理之用。

(i)割伤(玻璃或铁器刺伤等):先把碎玻璃从伤处挑出,如轻伤可用生理盐水或硼酸溶液擦洗伤处,涂上紫药水(或红汞水),必要时撒些消炎粉,用绷带包扎。伤势较重时,则先用酒精在伤口周围擦洗消毒,再用纱布按住伤口压迫止血,立即送医院缝合。

(ii)烫伤:可用 10%高锰酸钾溶液擦灼伤处,若伤势较重,撒上消炎粉或烫伤药膏,用油纱绷带包扎。

(iii)受强酸腐伤:先用大量水冲洗,然后擦上碳酸氢钠油膏。如受氢氟酸腐伤,应迅速用水冲洗,再用 5%苏打溶液冲洗,然后浸泡在冰冷的饱和硫酸镁溶液中半小时,最后敷以硫酸镁 26%、氧化镁 6%、甘油 18%、水和盐酸普鲁卡因 1.2%配成的药膏(或甘油和氧化镁 2:1 悬浮剂涂抹,用消毒纱布包扎),伤势严重时,应立即送医院急救。

当酸溅入眼内时,首先用大量水冲眼,然后用 3%的碳酸氢钠溶液冲洗,最后用清水洗眼。

(iv)受强碱腐伤:立即用大量水冲洗,然后用 1%柠檬酸或硼酸溶液洗。

当碱溅入眼内时,除用大量水冲洗外,再用饱和硼酸溶液冲洗,最后滴入蓖麻油。

(v)磷烧伤:用 1%硫酸铜,1%硝酸银或浓高锰酸钾溶液处理伤口后,送医院治疗。

(vi)吸入溴、氯等有毒气体时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气以解毒,同时应到室外呼吸新鲜空气。

(vii)触电事故:应立即拉开电闸,截断电源,尽快地利用绝缘

物(干木棒,竹杆)将触电者与电源隔离。

以上事故如果严重,应立即送医院医治。

1.4 实验室中的一些剧毒,强腐蚀物品知识

(i)氰化物和氢氰酸:如氰化钾、氰化钠、丙烯腈等,系烈性毒品,进入人体 50mg 即可致死。甚至与皮肤接触经伤口进入人体,即可引起严重中毒。这些氰化物遇酸产生氢氰酸气体,易被吸入人体而中毒。

在使用氰化物时严禁用手直接接触,大量使用这类药品时,应戴上口罩和橡皮手套。含有氰化物的废液,严禁倒入酸缸。应先加入硫酸亚铁使之转变为毒性较小的亚铁氰化物,然后倒入水槽,再用大量水冲洗原贮放的器皿和水槽。

(ii)汞和汞的化合物:汞的可溶性化合物如氯化高汞,硝酸汞都是剧毒物品,实验中应特别注意金属汞(如使用温度计,压力计,汞电极等)。因金属汞易蒸发,蒸气有剧毒,又无气味,吸入人体具有积累性,容易引起慢性中毒,所以切不可麻痹大意。

汞的密度很大(约为水的 13.6 倍),作压力计时,应该用厚玻璃管,贮汞容器必须坚固,且应用厚壁的,并且只应存放少量汞而不能盛满,以防容器破裂,或因脱底而流失。在装置汞的容器下面应放一搪瓷盘,以免不慎洒在地上。为减少室内的汞蒸气,贮汞容器应是紧闭密封,汞表面应加入水覆盖,以防蒸气逸出。

若不慎将汞洒在地上,它会散成许多小珠,钻入各处,成为表面积很大的蒸发面,此时应立即用滴管或毛笔尽可能将它拾起,然后用锌皮接触使成合金而消除之,最后撒上硫磺粉,使汞与硫反应生成不挥发的硫化汞。

废汞切不可倒入水槽冲入下水管。因为它会积聚在水管弯头处,长期蒸发、毒化空气,误洒入水槽的汞也应及时捡起。使用和

贮存汞的房间应经常通风。

(iii) 砷的化合物：砷和砷的化合物都有剧毒，常使用的是三氧化二砷(砒霜)和亚砷酸钠。这类物质中毒一般由于口服引起。当用盐酸和粗锌制备氢气时，也会产生一些剧毒的砷化氢气体，应加以注意。一般将产生的氢通过高锰酸钾溶液洗涤后再使用，砷的解毒剂是二巯基丙醇，肌肉注射即可解毒。

(iv) 硫化氢：是极毒的气体，有臭鸡蛋味，它能麻痹人的嗅觉，以至逐渐不闻其臭，所以特别危险。使用硫化氢和用酸分解硫化物时，应在通风橱中进行。

(v) 一氧化碳：煤气中含有一氧化碳，使用煤炉和煤气时一定要提高警惕，防止中毒。煤气中毒，轻者头痛、眼花、恶心，重者昏迷。对中毒的人应立即移出中毒房间，呼吸新鲜空气，进行人工呼吸，保暖，及时送医院治疗。

(vi) 很多有机化合物也是很毒的，它们又常用作溶剂，用量大，而且多数沸点又低，蒸气浓，容易引起中毒，特别是慢性中毒，使用时应特别注意和加强防护。常用的有毒的有机化合物有苯、二硫化碳、硝基苯、苯胺、甲醇等。

(vii) 溴：棕红色液体，易蒸发成红色蒸气，对眼睛有强烈的刺激催泪作用，能损伤眼睛、气管、肺部，触及皮肤，轻者剧烈灼痛，重者溃烂，长久不愈。使用时应带橡皮手套。

(viii) 氢氟酸：氢氟酸和氟化氢皆具剧毒，强腐蚀性。灼伤肌体，轻者剧痛难忍，重者使肌肉腐烂，渗入组织，如不及时抢救，就会造成死亡，因此在使用氢氟酸时应特别注意，操作必须在通风橱中进行，并带橡皮手套。

其他遇到的有毒、腐蚀性的无机物还很多，如磷、铍的化合物，铅盐，浓硝酸、碘蒸气等，使用时都应加以注意，这里不一一介绍。

1.5 灭火常识

(i)一般有机物,特别是有机溶剂,大都容易着火,它们的蒸气或其他可燃性气体、固体粉末等(如氢气、一氧化碳、苯、油蒸气、面粉)与空气按一定比例混合后,当有火花时(点火、电火花、撞击火花)就会引起燃烧或猛烈爆炸。

(ii)由于某些化学反应放热而引起燃烧,如金属钠,钾等遇水燃烧甚至爆炸。

(iii)有些物品易自燃(如白磷遇空气就自行燃烧),由于保管和使用不善而引起燃烧。

(iv)有些化学试剂相混在一起,在一定的条件下会引起燃烧和爆炸(如将红磷与氯酸钾混在一起,磷就会燃烧爆炸)。

万一发生着火,要沉着快速处理,首先要切断热源、电源,把附近的可燃物品移走,再针对燃烧物的性质采取适当的灭火措施。但不可将燃烧物抱着往外跑,因为跑时空气更流通,会烧得更猛。常用的灭火措施有以下几种,使用时要根据火灾的轻重,燃烧物的性质,周围环境和现有条件进行选择:

(i)石棉布:适用于小火。用石棉布盖上以隔绝空气,就能灭火。如果火很小,用湿抹布或石棉板盖上就行。

(ii)干沙土:一般装于砂箱或砂袋内,只要抛洒在着火物体上就可灭火。适用于不能用水扑救的燃烧,但对火势很猛,面积很大的火焰欠佳。砂土应该用干的。

(iii)水:是常用的救火物质。它能使燃烧物的温度下降,但一般有机物着火不适用,因溶剂与水不相溶,又比水轻,水浇上去后,溶剂还漂在水面上,扩散开来继续燃烧。但若燃烧物与水互溶时,或用水没有其他危险时可用水灭火。在溶剂着火时,先用泡沫灭火器把火扑灭,再用水降温是有效的救火方法。