

高等学校教材

分析化学实验

第三版

四川大学化工学院
浙江大学化学系 编

高等教育出版社

郑 重 声 明

高等教育出版社依法对本书享有专有出版权。任何未经许可的复制、销售行为均违反《中华人民共和国著作权法》。行为人将承担相应的民事责任和行政责任,构成犯罪的,将被依法追究刑事责任。社会各界人士如发现上述侵权行为,希望及时举报,本社将奖励举报有功人员。

现公布举报电话及通讯地址:

电 话:(010) 84043279 13801081108

传 真:(010) 64033424

E - mail:dd@hep.com.cn

地 址:北京市东城区沙滩后街 55 号

邮 编:100009

责任编辑	杨树东
封面设计	刘晓翔
责任绘图	朱 静
版式设计	王艳红
责任校对	尤 静
责任印制	

内 容 简 介

本书是原成都科技大学和浙江大学合编的教材《分析化学实验(第二版)》(高等教育出版社出版)的修订本。

本书主要内容包括分析化学实验的一般知识、操作技术的介绍,滴定分析及重量分析实验典型示例,多个包含试样处理、杂质分离和测试的综合实验。电位分析法(直接电位法及电位滴定法)、原子吸收及发射光谱法、紫外-可见吸收光谱法、薄层及气相色谱法、高效液相色谱法等主要仪器分析方法都有代表性实验供读者选用。最后还安排有几个自拟方案开始的设计性实验,以培养学生的独立工作及创新能力。

本书系高等学校工科类分析化学实验教材,可与高等教育出版社出版的、由华东理工大学和四川大学合编的“十五”重点教材《分析化学》(第五版)配套使用,也可供各类大专院校及有关人员作为教材或参考书使用。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验 四川大学化工学院,浙江大学化学系编.
—3 版.北京:高等教育出版社,2003. 6

ISBN 7 - 04 - 011898 - X

I .分... II .①四...②浙... III.分析化学 - 化学
实验 - 高等学校 - 教材 IV.0652 1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2003)第 009878 号

出版发行	高等教育出版社	购书热线	010 - 64054588
社 址	北京市东城区沙滩后街 55 号免费咨询		800 - 810 - 0598
邮政编码	100009	网 址	http: www.hep.edu.cn
传 真	010 - 64014048		http: www.hep.com.cn

经 销 新华书店北京发行所
排 版 高等教育出版社照排中心
印 刷

		版 次	1982 年 4 月第 1 版
开 本	850×1168 1 32		年 月第 版
印 张	7. 75	印 次	年 月第 次印刷
字 数	190 000	定 价	8. 60 元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

第三版修订说明

本书第三版是在第二版的基础上,吸收了近年来四川大学及浙江大学在实验教学及改革中开发的一些教学效果好的实验,征集和考虑了使用第二版教材的一些院校的具体意见,并根据分析化学发展需要以及国内各校的实验设备现状,对教材内容进行了调整、更新、修订而成。修订后的第三版教材有如下特点:

1. 实验内容的选择除保证必要的基本训练的实验外,着重考虑应用性和综合、设计性实验,注意选取一些与化工生产、健康及环境有关的实验项目。通过这些实验,使学生既能学到基本实验技能,又能体会到分析化学实验的应用性、趣味性及综合性等特点。

2. 增加仪器分析实验。在全部实验中,仪器分析方法所占比例接近 50%,比第二版(仪器分析方法占 39%)有所增加,且主要仪器分析方法都配有相应的实验。考虑到实验总学时不可能太多(一般为 60 学时),故安排实验总个数比第二版略有减少。

3. 为了培养学生的独立工作及创新能力,安排了一定量的设计性实验。书中对设计性实验只写了提示,由学生从查阅资料开始独立完成全部实验,使学生初步受到进行科学研究的方法训练。

4. 对第二版中有关分析化学的一般知识、操作技术作适当精简,删去陈旧的、目前较少使用的实验方法及仪器设备,增加较先进的、各校有条件使用的实验方法及实验仪器介绍。比如,对分析天平的介绍,简化电光天平,增加电子天平的相关内容;新增实验数据的处理方法;测定方法中新增了水中 COD 的测定、维生素 C 含量的测定、石墨炉原子吸收法测定生活饮用水中的镉、等离子体发射光谱法测定矿泉水中的微量元素、气相色谱法测定白酒中的

甲醇、稠环芳烃的高效液相色谱法分析等十四个新实验。

5. 本教材可与华东理工大学和四川大学合编的“十五”重点教材《分析化学》(第五版)配套使用,也可供设有分析化学实验课的学校选用。

本教材由四川大学化工学院及浙江大学化学系共同修订,由高华寿(四川大学)任主编、陈恒武(浙江大学)和罗崇建(四川大学)任副主编。参加本书修订工作的还有四川大学的闫书成、谭光群、刘立、张筑凤和浙江大学的郭伟强、雷群芳、李秀玲。四川大学黄文辉阅读了该书实验内容,提出了具体的修改意见并撰写了修订说明。本书还得到四川大学及浙江大学从事实验教学与改革的老师们的大力支持和帮助。

本书承蒙华东理工大学张济新教授进行审阅,在编写过程中得到高等教育出版社化学室朱仁和刘啸天同志的关心和大力支持,对上述诸同志谨致以衷心的感谢。

由于编者水平有限,书中难免有错误和不当之处,敬请读者批评指正。

编 者

2002 年 10 月

目 录

分析化学实验课的任务和要求	(1)
分析化学实验的一般知识、操作技术和实验结果的表达	(3)
1. 分析化学实验的一般知识	(3)
1.1 实验室注意事项	(3)
1.2 分析用纯水	(4)
1.3 试剂的一般知识	(6)
1.4 定量分析中常用的玻璃仪器	(9)
1.5 玻璃器皿的洗涤与干燥	(11)
2. 分析天平和称量	(12)
2.1 分析天平的种类	(12)
2.2 半自动电光天平	(13)
2.3 电子天平	(17)
2.4 称量的一般程序和方法	(19)
3. 玻璃量器及其使用	(25)
3.1 滴定管及其使用	(25)
3.2 移液管及其使用	(33)
3.3 容量瓶及其使用	(35)
3.4 量器的校准	(36)
4. 重量分析基本操作	(36)
4.1 溶液的蒸发	(36)
4.2 沉淀	(37)
4.3 沉淀的过滤	(37)
4.4 沉淀的洗涤	(40)
4.5 沉淀的烘干和灼烧	(41)
4.6 灼烧后沉淀的称量	(43)
5. 分析仪器简介	(44)

5.1 酸度计及其使用方法	(44)
5.2 分光光度计及其使用方法	(48)
5.3 原子吸收分光光度计及其使用方法	(50)
5.4 色谱仪及其使用方法	(53)
6. 实验数据的处理和分析结果的表达	(59)
6.1 实验数据记录	(60)
6.2 实验数据处理的基本方法	(60)
6.3 实验结果表达的注意事项	(63)
6.4 实验报告的书写格式	(64)
参考文献	(64)

实验 1 分析天平的称量练习	(66)
实验 2 滴定管、容量瓶和移液管的使用和校准练习	(69)
实验 3 酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	(74)
实验 4 酸碱标准溶液浓度的标定	(80)
实验 5 碱灰中总碱度的测定(酸碱滴定法)	(84)
实验 6 碱液中 NaOH 及 Na_2CO_3 含量的测定(双指示 剂法)	(86)
实验 7 铵盐中铵态氮的测定(甲醛 - 酸碱滴定法)	(89)
实验 8 EDTA 标准溶液的配制和标定	(93)
实验 9 水的硬度测定(配位滴定法)	(98)
实验 10 铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定(配位滴 定法)	(101)
实验 11 氯化物中氯含量的测定(银量法)	(104)
实验 12 过氧化氢含量的测定(高锰酸钾法)	(109)
实验 13 铁矿中铁含量的测定	(112)
实验 14 硫酸铜中铜含量的测定	(115)
实验 15 工业苯酚纯度的测定	(119)
实验 16 水中 COD 的测定(重铬酸钾法)	(122)
实验 17 维生素 C 片剂中维生素 C 含量的测定(碘量法)	(126)

实验 18	可溶性硫酸盐中硫的测定(重量法)	(129)
实验 19	硼镁矿中硼含量的测定(离子交换分离 - 酸碱 滴定法)(综合实验)	(133)
实验 20	水泥熟料中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定(综合实验)	(137)
实验 21	铅精矿中铅的测定(沉淀分离 - 配位滴定法) (综合实验)	(148)
实验 22	邻二氮杂菲分光光度法测定铁	(152)
实验 23	吸光度的加和性试验及水中微量 Cr(VI) 和 Mn(VII) 的同时测定	(158)
实验 24	双波长紫外分光光度法测定复方磺胺甲噁唑 片剂的有效成分	(163)
实验 25	萃取光度法测定水中的表面活性剂	(168)
实验 26	磷酸(或顺丁烯二酸)的电位滴定	(172)
实验 27	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 电位滴定硫酸亚铁铵溶液	(176)
实验 28	牙膏中微量氟的测定(离子选择性电极法)	(179)
实验 29	非水电位滴定法测定药物中有机碱的含量	(183)
实验 30	苯系物的分析(气相色谱法)	(187)
实验 31	白酒中甲醇的测定(气相色谱法)	(192)
实验 32	醇系物的分离(程序升温气相色谱法)	(195)
实验 33	稠环芳烃的高效液相色谱法分析	(199)
实验 34	火焰原子吸收法测定自来水中镁	(202)
实验 35	石墨炉原子吸收法测定生活饮用水中痕量镉	(206)
实验 36	等离子体原子发射光谱法测定矿泉水中微量 元素	(210)
实验 37	植物色素的提取和薄层色谱分析	(213)
实验 38	铝合金的综合分析(综合实验)	(217)
实验 39	设计性实验	(223)
实验 39 - 1	强酸、弱酸混合液中各组分的测定	(224)

实验 39 - 2 石灰石中钙含量的测定 (224)

实验 39 - 3 漂白精中有效氯和总钙量的测定 (224)

实验 39 - 4 水中酚类的气相色谱法测定 (225)

实验 39 - 5 黄连素片中盐酸小檗碱的测定(氧化还原滴定法) ... (225)

实验 39 - 6 微波熔样火焰原子吸收光谱法测定矿样中的
 铈和铈 (226)

实验 39 - 7 中药材黄连中生物碱的测定(紫外吸收光谱法) (226)

实验 39 - 8 皮革脱毛废水中蛋白质的快速消解及测定 (226)

附录 (227)

表 1 相对原子质量表 (227)

表 2 常用化合物的相对分子质量表 (228)

表 3 常用酸碱溶液的配制 (230)

表 4 常用指示剂 (231)

表 5 常用缓冲溶液 (233)

表 6 常用基准物及其干燥条件 (234)

表 7 常用洗涤剂 (235)

表 8 常用熔剂和坩埚 (236)

分析化学实验课的任务和要求

在人类社会进入 21 世纪的今天,分析化学已渗透到科研、生产和社会活动的各方面,成为提供有关物质组成和结构信息的必不可少的工具。因此,分析化学课程已成为高等学校中理、工、农、医等许多专业的一门必修课。分析化学是一门与实验紧密相关的学科。分析化学实验课作为分析化学教学的重要组成部分,它所承担的教学任务为:

1. 培养学生严谨的科学态度,实事求是、一丝不苟的科学作风。

2. 通过一般性实验、综合性实验和设计性实验的系统训练,培养学生观察与动手的能力、分析问题与解决问题的能力、创新思维和创新实践的能力。

3. 使学生深化对分析化学基本理论的理解,掌握定量化学分析实验的基本操作技能,学会实验数据的处理方法,正确掌握误差、有效数字等重要概念。

为完成上述教学任务,对学生提出以下要求:

1. 认真做好实验课前的预习。认真阅读有关教材和参考资料,理解实验原理,熟悉实验步骤,明确注意事项。在实验记录本上做好必要的预习笔记。

2. 在实验过程中既要动手,更要动脑,认真操作,仔细观察,积极思考,并如实记录实验现象和实验数据。原始实验数据必须记录在专用的实验记录本上。

3. 严格遵守操作规程。在使用不熟悉的仪器和试剂以前,应查阅有关书籍或请教实验指导教师,以免发生意外事故。

4. 自觉遵守实验室规则,保持实验室内安静、整洁,实验台上

清洁、有序。要树立环保意识,注意节约实验资源(如试剂、滤纸、纯净水等),废液要按规定处理或排放。

5. 实验结束后应仔细清理和洗涤所用的实验仪器和器皿,关闭电、水、气闸(阀)。及时整理、计算和分析实验数据和实验现象,认真书写实验报告。

分析化学实验的一般知识、 操作技术和实验结果的表达

1. 分析化学实验的一般知识

1.1 实验室注意事项

(1) 遵守实验室的各项规章制度。

(2) 经常保持实验室的整洁和安静,注意维持桌面和仪器的整洁。

(3) 保持水槽的清洁和通畅,切勿将固体物品投入水槽中。废纸和废屑应投入废纸箱内,废液应小心倒入废液缸中集中收集和处理,切勿随意倒入水槽中,以免腐蚀下水道及污染环境。

(4) 爱护仪器,节约试剂和水电等。

(5) 每个实验人员都必须知道实验室内电闸、水阀和煤气阀的位置,实验完毕离开实验室时应将这些阀、闸关闭。

(6) 实验室内禁止饮食、吸烟,切勿以实验器皿代替水杯、餐具等使用,防止化学试剂入口。实验结束后要洗手,如曾使用过有毒药品,还应漱口。

(7) 使用浓酸、浓碱等强腐蚀性试剂时要注意,以免溅在皮肤、衣服和鞋袜上,一旦溅上应立即用水冲洗而后擦净。使用 HF 、 HCl 、 HNO_3 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等试剂溶解样品时,应在通风橱中进行操作。

(8) 使用汞盐、氰化物、砷盐等有毒试剂时应特别小心,用过的废物不可乱扔、乱倒,应及时回收或进行特殊处理。严禁在酸性

介质中加入氰化物。少量洒到实验台上的汞应及时用硫磺粉覆盖,收集后集中处理。

(9) 使用 CCl₄、乙醚、苯等有毒或易燃有机溶剂时要远离火源和热源,敞口操作应在通风橱中进行。试剂用后及时加盖,置于阴凉处存放。低沸点、低闪点的有机溶剂不得在明火或电炉上加热,应在水浴、油浴或可调压电热套中加热。用过的溶剂不可倒入水槽中排放,应倒入回收瓶中集中处理。

(10) 使用高压气体钢瓶时要严格按操作规程进行操作。高压钢瓶的种类可根据其颜色加以辨认,见表 1.1.1。

表 1.1.1 不同高压钢瓶的辨认

气体名称	瓶体颜色	字样	字样颜色	横条颜色
氧气	天蓝	氧	黑	棕
氢气	深绿	氢	红	
氮气	黑	氮	黄	
二氧化碳	黑	二氧化碳	黄	
压缩空气	黑	压缩空气	白	红 黄
硫化氢	白	硫化氢	红	
二氧化硫	黑	二氧化硫	白	
石油气	灰	石油气体	红	
氯气	灰	纯氯	绿	

(11) 如果在实验过程中发生着火,应尽快切断电源和燃气源,并选择合适的灭火器材扑灭之。如果着火面积较大,在尽力扑救的同时应及时报警。

1.2 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用水,根据分析任务和要求的不同,对水的要求也有所不同。一般的实验可用蒸馏水或去离子水,离子选择性电极法、配位滴定法和银量法用水的纯度要求较高。

纯水通常用以下几种方法制备得到:

(1) 蒸馏法 蒸馏法能除去水中的非挥发性杂质,但不能除去易溶于水的气体,也会残留少量的 Na^+ 、 SiO_3^{2-} 等离子。该法制得水的纯度因所选蒸馏器的材质不同而不同。通常使用玻璃、铜和石英等材料制成的蒸馏器。

经一次蒸馏的蒸馏水往往不能满足一些特殊实验的较高要求,需要采用“重蒸水”。有专门的装置来制备重蒸水。

(2) 离子交换法 这是应用离子交换树脂除去水中杂质离子的方法。用此法制得的水又称“去离子水”。此法的优点是容易以较低成本制得大量纯度高的水。其缺点是制备的水可能含有微生物和少量有机物,以及一些非离子型杂质。

(3) 电渗析法 这是一种在外加电场的作用下,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从水中分离出来的方法。

另外,二级反渗透装置制备的纯水已经能满足大多数实验的要求。对一些特殊要求的实验,可在二级反渗透装置后再接一级离子交换装置。

对于所制备水的质量可通过检验而确定。

(1) 电阻率 25°C 时电阻率为 $(1.0 \sim 10) \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水为纯水, $> 10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水为超纯水。

(2) 酸碱度 要求 pH 为 6~7。取 2 支试管,各加被检查的水 10 mL,一管加甲基红指示剂 2 滴,不得显红色,另一管加 0.1% 溴麝香草酚蓝(溴百里酚蓝)指示剂 5 滴,不得显蓝色。

在空气中放置较久的纯水,因溶解有 CO_2 , pH 可降至 5.6 左右。

(3) 钙镁离子 取 10 mL 被检查的水,加氨水 - 氯化铵缓冲溶液(pH ≈ 10),调节溶液 pH 至 10 左右,加入铬黑 T 指示剂 1 滴,不得显红色。

(4) 氯离子 取 10 mL 被检查的水,用 HNO_3 酸化,加 1% AgNO_3 溶液 2 滴,摇匀后不得有浑浊现象。

我国已颁布了“分析实验室用水规格和试验方法”的国家标准 [GB 6682—92], 该标准参照采用了国际标准 [ISO 3696—1987]。国家标准中规定了分析实验室用水的级别、技术指标、制备方法及检验方法。表 1.2.1 列出了相应级别水的技术指标, 可满足通常的各种分析实验的要求。

表 1.2.1 分析实验室用水的级别和主要技术指标(引自 GB 6682—92)

指标名称	一级	二级	三级
pH 范围(25 °C)	—	—	5.0~7.5
电导率(25 °C) (mS·m ⁻¹)	≤0.01	≤0.10	≤0.50
电阻率 (MΩ·cm)	10	1	0.2
可氧化物质(以 O 计) (mg·L ⁻¹)	—	<0.08	<0.4
蒸发残渣(105 °C±2 °C) (mg·L ⁻¹)	—	≤1.0	≤2.0
吸光度(254 nm, 1 cm 光程)	≤0.001	≤0.01	
可溶性硅(以 SiO ₂ 计) (mg·L ⁻¹)	<0.01	<0.02	

表中后 4 项指标的测试方法可直接参见该标准。

分析用的纯水必须严格保持纯净, 防止污染, 在储运过程中可选用聚乙烯容器。一级水一般应在使用时临时制取。

1.3 试剂的一般知识

1.3.1 常用试剂的规格

化学试剂的种类很多, 世界各国对化学试剂的分类和分级的标准不尽一致, 国际纯粹与应用化学联合会(IUPAC)将化学标准物质依次分为 A~E 的五级, 其中 C 级和 D 级为滴定分析标准试剂(含量分别为(100±0.02) % 和 (100±0.05) %), E 级为一般试剂。我国的化学试剂一般可分为四个等级, 其规格和适用范围见表 1.3.1。

此外, 还有一些特殊用途的高纯试剂, 如色谱纯试剂, 表示其在仪器最高灵敏度(10⁻¹⁰ g)条件下进样分析无杂质峰出现; 光谱纯试剂则以光谱分析时出现的干扰谱线的数目和强度大小来衡

量,要注意的是光谱纯的试剂不一定是化学分析的基准试剂,基准试剂的纯度要相当于或高于保证试剂,主要用作滴定分析的基准物或直接配制标准溶液。

表 1.3.1 试剂规格和适用范围

等级	中文名称	英文名称	英文缩写	适用范围	标签标志
一级品	优级纯 (保证试剂)	guarante reagent	G R	纯度很高,适用于精密 分析工作和科研工作	绿色
二级品	分析纯 (分析试剂)	analytical reagent	A R	纯度仅次于 G R 级,适用于 多数分析工作和科研工作	红色
三级品	化学纯	chemical pure	CP	适用于一般分析工作	蓝色
四级品	实验试剂	laboratory reagent	L R	纯度较低,使用 于实验辅助试剂	棕色或 其他色
	生物试剂	biological reagent	B R 或 C R		黄色或 其他色

在分析工作中所选试剂的级别并非越高越好,而是要和所用的方法、实验用水、操作器皿的等级相适应。在通常情况下,分析实验中所用的一般溶液可选用 A R 级试剂并用蒸馏水或去离子水配制。在某些要求较高的工作(如痕量分析)中,若试剂选用 G R 级,则不宜使用普通蒸馏水或去离子水,而应选用二次重蒸水,所用器皿在使用过程中也不应有物质溶出。在特殊情况下,当市售试剂纯度不能满足要求时,可考虑自己动手精制。

1.3.2 取用试剂应注意的事项

- (1) 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,以防试剂被其他物质沾污或变质。
- (2) 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。
- (3) 用吸管吸取试剂溶液时,决不能用未经洗净的同一吸管