

中等职业学校规划教材

分析化学实验

第三版

▶ 李楚芝 王桂芝 主编



化学工业出版社

中等职业学校规划教材

分析化学实验

第三版

李楚芝 王桂芝 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

为适应当前中等职业学校分析化学实验教学需要,本次修订中,努力贯彻最新国家标准;注意与《分析化学》配合,力求保持内容上的完整性;选择可靠成熟的分析方法,加强定性和定量分析基本操作训练。

全书分十三章,共六十个实验。内容包括分析化学实验室基础知识、定性分析、分析天平的使用、滴定分析仪器的使用、酸碱滴定法、配位滴定法、沉淀滴定法、氧化还原滴定法、称量分析法、分析化学中常用的分离方法、电位分析法、紫外-可见分光光度法、气相色谱法等。书末附有常用数据表。

本书为中职化工技术类、工业分析与检验专业和相关专业(如环境监测与治理技术专业)教材,也可作为从事分析检验技术工作人员以及中、高级分析检验技能培训的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/李楚芝,王桂芝主编. —3版. —北京:化学工业出版社,2012.4
ISBN 978-7-122-13477-6

I. 分… II. ①李…②王… III. 分析化学-化学实验-教材 IV. 0652.1

中国版本图书馆CIP数据核字(2012)第025124号

责任编辑:陈有华
责任校对:边涛

文字编辑:刘志茹
装帧设计:韩飞

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
印刷:北京市振南印刷有限责任公司
装订:三河市宇新装订厂
850mm×1168mm 1/32 印张12½ 字数329千字
2012年5月北京第3版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:22.00元

版权所有 违者必究

前 言

《分析化学实验》为中等职业学校工业分析与检验专业以及化工类相关专业教材。自出版以来，以其简明、实用而得到职业院校师生和企业分析检验工作技术人员的认可与欢迎。

本次修订在继续保持第二版编写特色的基础上，主要从以下几方面进行了修改和充实。

1. 根据实际、实践、实用的原则，对各章节的内容结构进行了优化。

2. 补充了目前在仪器分析中常用的三类分析方法的实验：电位分析法实验、紫外-可见分光光度法实验、气相色谱法实验。目的是与《分析化学》第三版完美衔接，为学生安插“化学分析”和“仪器分析”的“双翼”，有利于学生参与“全国化工技能大赛”及“化学检验工”的考核，使其内容更符合职教教学的实际和学生就业的需要。

3. 修改了定性分析实验报告范例，增加了定量分析实验报告范例，引导学生正确、规范、创造性地完成好实验报告。

本次教材的修订由李楚芝、王桂芝负责。王桂芝编写了第一至第十章、第十二、十三章，白立军编写了第十一章，全书由王桂芝统稿。

姜洪文老师对本教材的修订提出了宝贵意见和建议。同时本教材的出版得到了化学工业出版社和吉林工业职业技术学院工业分析与检验专业同仁的大力支持，在此一并表示衷心感谢！书中可能存在的不妥之处，欢迎广大师生和读者给予批评和指正。

编 者

2012 年 1 月

第一版前言

分析化学实验是化工中等专业学校工业分析专业的专业技术基础课。它既是一门独立的课程，又是分析化学课的重要组成部分，既要与《分析化学》教材配套使用，同时还要兼顾教学实习的需要，故本书具有以下特点。

1. 编写中一方面注意到与分析化学的相互配合，另一方面又力求保持分析化学实验的完整性和独立性。

2. 为加强基本训练，提高实验教学质量，本书所提供的实验大都是经过多年实践、比较成熟的分析方法及 GB（国家标准）规定的定量方法。注意了新试剂和新分析方法的应用。全书采用法定计量单位，并以“等物质的量规则”作为滴定分析计算的依据。

3. 本书中增加了分析化学实验室基础知识、定性分析实验要求、标准溶液制备、定量分析方法应用示例等，既有利于学生理论联系实际，又能培养他们熟练掌握分析化学实验的基本操作技能。

4. 为培养学生分析问题与解决问题的能力，适当增加了实际试样分析和自行设计分析方法等实验内容，各个实验还附有思考题。

本书包括定性分析、定量分析、化学分离法三部分共九章、六十一个实验。其中分析天平、滴定分析仪器及基本操作、称量分析仪器及基本操作等可作为教学实习内容。

本书第一章至第四章由河北化工学校辛述元编写，第五章至第九章由吉林化工学校李楚芝编写。由工业分析专业教材编审委员会组织集体审稿，参加审稿的有天津化工学校贾定本、上海市化工学校李品芳、山东化工学校何云华、陕西化工学校刘阜英、扬州化工学校张文英。他们对初稿提出了宝贵意见，特此一并致谢。

本书由李楚芝统一修改定稿，贾定本主审。

由于编者水平有限，书中不妥之处，恳请读者批评指正。

编 者

1994 年 1 月

第二版前言

本书是全国化工中等职业学校工业分析专业的统编教材，也可作为其他相关行业从事分析工作技术人员的参考书。第一版于1995年出版后，得到了广大教师和学生的认可和好评。随着职业教育的深入发展以及分析领域知识的不断更新与发展，同时为适应新时期的中职分析化学教学，我们对第一版《分析化学实验》进行了修订。本次改版在保留第一版大部分特色的基础上，在形式和内容上都作了更新，主要变动如下。

1. 对实验章节的总体编排作了适当调整，由第一版中的九章调整为十二章。考虑到第一版中第七章“滴定分析法”内容较多，篇幅较大，故将常用的四种滴定分析法各自列为一章，以便在形式上与其他章节相协调。

2. 本书第二版更加重视国家法定计量单位的相关规定。

3. 全书努力贯彻最新国家标准中提出的方法。在概念、原理、结果表示等方面尽量采用国家标准中提出的表示方法。

4. 加强基本操作及其规范性训练，在“分析天平”和“滴定分析仪器基本操作”两章各增加了一个考核实验，细化考核标准，使学生明确标准并能自我对照和检查。

5. 实验内容选择具有典型性、实践性和应用性，并增加了一些与生产、生活联系紧密的新的实验题目，如“食盐中含碘量的测定”、“过氧乙酸的分析”等。

6. 减少或删去在生产实际中应用较少的内容和方法。如定性分析中减少了未知离子混合物分析，定量分析中删去了非水滴定法理论知识及相关实验，化学分离中删除了纸上层析法。

7. 将定量分析各实验基本原理分别放在每个实验中，使实验项目更齐全，原理更直观。在每个实验中，增加了“注意事项”，

以利于学生更好地掌握实验。

8. 在习题方面有所加强,使学生的选择空间大,促进其积极思考,提高学生分析问题和解决问题的能力。

9. 增加了“实验室一般事故的紧急处理”,增强学生应对实验紧急事故的能力;增加了“分析化学实验要求”,希望对学生有一定的指导作用。

10. 在“分析天平”一章中,增加了在工厂、企业使用较多的电子天平的介绍篇幅,使学生对其性能、特点、使用方法有更好的了解和掌握。

第二版修订工作由李楚芝、王桂芝负责。在修订过程中,得到了化学工业出版社和吉林工业职业技术学院领导及同行们的大力支持和帮助,在此,特表示诚挚的谢意。

由于编者水平有限,书中难免存在疏漏,恳请读者批评指正。

编 者

2006 年 3 月

目 录

第一章 分析化学实验室基础知识	1
第一节 实验室安全知识	1
一、实验室安全守则	1
二、实验室一般事故的紧急处理	3
第二节 分析化学实验用水的制备方法和质量检验	4
一、分析用纯水的级别、用途及主要指标	4
二、一般纯水的制备	5
三、特殊纯水的制备	6
四、纯水的质量检验	7
五、分析用纯水的贮存	8
第三节 化学试剂	8
一、化学试剂的分级和规格	9
二、化学试剂的选用与使用注意事项	11
三、化学试剂的保存和管理	12
第四节 常用器皿	13
一、玻璃仪器	14
二、其他非金属器皿	18
三、金属器皿	20
第五节 常用洗涤剂	23
一、常用洗涤剂的种类、选用及配制方法	23
二、玻璃仪器的洗涤方法	25
第六节 分析化学实验要求	26
一、实验预习方法和要求	26
二、正确规范地进行实验操作	27
三、书写实验报告	27
第二章 定性分析	35
第一节 半微量定性分析基本操作技术	35

一、半微量定性分析常用仪器及设备	35
二、半微量定性分析基本操作技术	40
实验一 准备工作和基本操作练习	48
实验二 灵敏度的测定和反应条件实验	50
第二节 阳离子的分析	53
实验三 第一组阳离子的分析	54
实验四 第二组阳离子的分析	58
实验五 第三组阳离子的分析	65
实验六 第四组阳离子的分析	72
实验七 第五组阳离子的分析	76
实验八 第一至五组阳离子混合物的分析	79
第三节 阴离子的分析	81
实验九 阴离子分组和初步试验	82
实验十 阴离子的分析	86
第三章 分析天平的使用	95
第一节 分析天平的种类和构造原理	95
一、分析天平的种类和分级	95
二、杠杆式机械天平的构造原理	97
第二节 常用几种分析天平的构造	97
一、双盘部分机械加码电光分析天平（半自动电光分析天平）	97
二、单盘电光天平	102
三、电子天平	103
第三节 分析天平的计量性能与质量检验	104
一、天平的灵敏性	104
二、天平的稳定性	106
三、天平的示值变动性	107
四、天平的正确性	107
第四节 称量方法	108
一、天平使用规则	108
二、砝码使用规则	109
三、称量的一般程序	109
四、基本称量方法及操作	114
第五节 分析天平的安装与调试	119

一、天平的安装与调试	119
二、天平简单故障的排除	121
第六节 天平称量实验	124
实验十一 分析天平主要性能的检定	124
实验十二 分析天平称量练习	127
实验十三 试样称量及分析天平性能的检定（考核实验）	130
第四章 滴定分析仪器的使用	132
第一节 滴定分析常用仪器及洗涤	132
第二节 滴定分析仪器基本操作	132
一、滴定管	133
二、容量瓶	142
三、移液管和吸量管	144
第三节 滴定分析仪器的校准	148
一、玻璃量器的允差	148
二、容量仪器的校准	150
三、校准注意事项	154
四、不同温度下溶液体积的校准	157
第四节 滴定分析仪器基本操作实验	157
实验十四 滴定分析仪器基本操作	157
实验十五 滴定分析仪器的校准	160
实验十六 滴定终点练习	163
实验十七 滴定分析基本操作（考核实验）	167
第五章 酸碱滴定法	172
第一节 酸碱标准溶液的制备	172
一、酸标准溶液的制备	172
二、碱标准溶液的制备	174
三、酸碱标准溶液浓度的调整	176
第二节 酸碱滴定法的应用	177
一、工业硫酸纯度的测定	177
二、混合碱的分析	178
三、氨水中氨含量的测定	180
四、铵盐中铵态氮含量的测定	180
五、醋酸含量的测定	181

实验十八 盐酸标准溶液的配制与标定	182
实验十九 氢氧化钠标准溶液的配制与标定	184
实验二十 工业硫酸纯度的测定	187
实验二十一 烧碱中 NaOH、 Na_2CO_3 含量的测定 (双指示剂法)	189
实验二十二 氨水中氨含量的测定	191
实验二十三 铵盐中铵态氮含量的测定 (甲醛法)	194
实验二十四 食醋中总酸量的测定 (设计实验)	196
第六章 配位滴定法	198
第一节 EDTA 标准溶液的制备	198
一、EDTA 标准溶液的配制	198
二、标定 EDTA 溶液的基准试剂	198
三、EDTA 溶液的标定	200
第二节 配位滴定法的应用	201
一、直接滴定法	201
二、返滴定法	203
三、置换滴定法	203
四、连续滴定法	204
五、间接滴定法	205
实验二十五 EDTA 标准溶液的配制与标定	205
实验二十六 自来水硬度的测定	209
实验二十七 镍盐中镍含量的测定	212
实验二十八 铝盐中铝含量的测定 (置换滴定法)	214
实验二十九 铅、铋混合液中铅和铋含量的连续测定	216
第七章 沉淀滴定法	219
第一节 标准溶液的制备	219
一、 AgNO_3 标准溶液	219
二、 NH_4SCN 标准溶液	220
第二节 沉淀滴定法的应用	221
一、莫尔法的应用	221
二、佛尔哈德法的应用	222
三、法扬司法的应用	223
实验三十 AgNO_3 标准溶液的配制与标定	224
实验三十一 水中氯离子含量的测定 (莫尔法)	226

实验三十二	酱油中 NaCl 含量的测定 (佛尔哈德法)	227
实验三十三	碘化钠含量的测定 (法扬司法)	230
实验三十四	石灰石中钙含量的测定 (设计实验)	231
第八章	氧化还原滴定法	233
第一节	高锰酸钾法	233
一、	标准溶液的制备	234
二、	高锰酸钾法的应用	236
实验三十五	KMnO ₄ 标准溶液的配制与标定	237
实验三十六	过氧化氢含量的测定	239
实验三十七	软锰矿中二氧化锰含量的测定	241
实验三十八	氯化钙中钙含量的测定	243
实验三十九	钢中铬含量的测定	245
第二节	重铬酸钾法	249
一、	标准溶液的制备	250
二、	重铬酸钾法的应用	250
实验四十	K ₂ Cr ₂ O ₇ 标准溶液的配制与标定	252
实验四十一	铁矿石中全铁量的测定 (SnCl ₂ -HgCl ₂ -K ₂ Cr ₂ O ₇ 法)	254
实验四十二	铁矿石中全铁量的测定 (无汞法)	256
第三节	碘量法	259
一、	标准溶液的制备	260
二、	碘量法的应用	262
实验四十三	硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	266
实验四十四	碘标准溶液的配制与标定	268
实验四十五	维生素 C 含量的测定	270
实验四十六	硫化钠总还原能力的测定	272
实验四十七	胆矾中 CuSO ₄ · 5H ₂ O 含量的测定	273
实验四十八	食盐中含碘量的测定	276
实验四十九	过氧乙酸的分析	278
第四节	溴量法	281
一、	标准溶液的制备	281
二、	溴量法的应用	282
实验五十	苯酚含量的测定	283
实验五十一	自拟方案实验	286

第九章 称量分析法	288
第一节 沉淀称量法分析仪器	288
一、沉淀称量法基本步骤	288
二、沉淀称量法分析仪器	288
第二节 沉淀称量法分析基本操作	295
一、试样的称量和溶解	296
二、沉淀	296
三、过滤和洗涤	297
四、烘干和灼烧	304
五、冷却和称量	305
第三节 称量分析法的应用	305
实验五十二 氯化钡含量的测定	305
实验五十三 硫酸镍中镍含量的测定	311
第十章 分析化学中常用的分离方法	315
一、离子交换分离法的柱上操作	315
二、离子交换分离法在分离和测定中的应用	317
实验五十四 离子交换树脂交换容量的测定	319
实验五十五 硝酸钠纯度的测定	323
第十一章 电位分析法	326
第一节 电位分析法的基本原理	326
一、电极电位与能斯特方程	326
二、参比电极和指示电极	327
第二节 电位分析法的应用	327
一、直接电位法测 pH	327
二、电位滴定法	329
实验五十六 直接电位法测定水溶液的 pH	332
实验五十七 自动电位滴定法测定 I^- 和 Cl^- 的含量	335
第十二章 紫外-可见分光光度法	339
第一节 紫外-可见分光光度法的基本原理	339
一、物质对光的选择性吸收	339
二、紫外-可见分光光度计	341
第二节 紫外-可见分光光度法的应用	344
实验五十八 邻二氮菲分光光度法测定水中微量铁	344

实验五十九 紫外分光光度法测定苯甲酸含量	348
第十三章 气相色谱法	353
第一节 气相色谱法的基本原理	353
第二节 气相色谱法的应用	355
实验六十 内标法测定乙醇中微量水	355
附录	361
附录一 定性分析试液的配制	361
附录二 定性分析试剂的配制	362
附录三 溶解度表	368
附录四 常用指示剂	370
附录五 常用酸碱的相对密度和浓度	373
附录六 常用基准物质的干燥条件和应用	374
附录七 常用缓冲溶液的配制	375
附录八 常见化合物的摩尔质量	375
参考文献	379

第一章 分析化学实验室基础知识

分析化学实验既是一门独立的课程，又是分析化学课程的重要组成部分。分析化学是以实验为基础，以分析化学理论和实践相结合而逐步发展的。

中等职业技术学校工业分析专业培养的是掌握一定的专业理论知识和熟练的实践技能，具有一定实验室管理知识的高技能应用型人才。因此分析化学实验知识和基本技能是中职分析专业及其他相关专业必备的知识和能力素质之一。

通过分析化学实验，使学生加深理解和掌握分析化学基础理论知识，正确、熟练掌握分析化学实验的基本操作技能，养成良好的实验习惯和理论联系实际、实事求是的科学态度，训练学生科学的思维方式，提高学生提出问题、分析问题和解决问题的能力。

第一节 实验室安全知识

一、实验室安全守则

分析化学实验需要接触各类化学试剂、玻璃仪器和水电设备，而很多试剂都具有腐蚀性或毒性，还有一些试剂易燃、易爆，为保证人身安全，实验人员应严格遵守以下规则。

(1) 实验室内禁止一切饮食，禁止吸烟，不能用实验器皿盛装或处理食物，离开实验室前应用肥皂洗手。

(2) 进入实验室应穿工作服，长发要扎起。

(3) 所有试剂、试样均应有标签，并保证标签与内容物相符。

(4) 实验室内不得大声喧哗，保持安静的实验环境。废纸、废屑和碎玻璃片、火柴杆等废弃物应投入垃圾箱内，废酸和废碱或其

他废液应小心倒入废液桶，以免腐蚀下水道。洒落在实验台上的试剂要随时清理干净。实验后将仪器洗净，实验台面布置好，将实验室清理干净，认真检查水、电、煤气及门、窗是否已关好。

(5) 操作挥发性浓酸、浓碱（如浓盐酸、浓硝酸、浓硫酸、浓高氯酸、氢氟酸、浓氨水等）和有毒、有害及有腐蚀性气体（如硫化氢、氯气、溴、二氧化氮、氯化氢、氟化氢、氰化氢、二氧化硫、氨）时，应在通风橱中进行。

(6) 对于使用挥发性和易燃物质的实验，应远离火源，并尽可能在通风橱中进行。易燃溶剂加热应采用水浴或砂浴，并避免用明火。灼热的物品不得直接放置在实验台上，各种电加热器及其他温度较高的加热器都应放在石棉板上。

(7) 在使用强酸、强碱、强氧化剂、溴、磷、钠、钾、冰醋酸等时应注意保护，防止腐蚀皮肤，尤其防止进入眼内。

(8) 稀释浓硫酸时，必须在烧杯等耐热容器中进行，且只能将浓硫酸在不断搅拌下缓缓注入水中，温度过高时应冷却降温后再继续加入。配制氢氧化钠、氢氧化钾等浓溶液时，也必须在耐热容器中溶解。如需将浓酸、浓碱中和，应各自先进行稀释再中和。

(9) 不许任意混合化学药品，以免发生事故。使用有毒试剂（如重铬酸钾、氰化物、砷化物、汞盐、镉盐和铅盐等）时，必须特别小心并采用适当的防护措施，其废液应采取适当的方法处理，不能随便排放到下水道中。装过有毒、强腐蚀性、易燃、易爆物质的器皿，应由操作者亲自洗净。

(10) 使用分析天平、分光光度计、酸度计等精密仪器，应严格遵守操作规程。

(11) 将玻璃棒、玻璃管、温度计插入或拔出胶塞、胶管时应垫有垫布，且不可强行插入或拔出。

(12) 试剂瓶的磨口塞粘固打不开时，可将瓶塞在实验台边缘轻轻磕碰，使其松动；或用电吹风稍许加热瓶颈部分使外层受热膨胀而与内层脱离；也可在粘固的缝隙间滴加几滴渗透力强的液体