

石油化工中等职业教育教材

化学分析实验

温铁坚 编

中国石化出版社

前 言

本书是在原上海石化技校使用多年的基础上,并根据原中国石化总公司制定的《分析化学教学大纲》的要求而编写的。它与石油化工中等职业教育教材《化学分析》一书配套使用。

根据石油化工中等职业教育中实验教学比重大的特点,我们从石油化工生产实际出发,精选了 29 个实验,其中定量分析约占 80%,多数是目前工厂生产中典型的分析项目,它具有一定的代表性和普遍性。通过这些实验教学,使学生加深对化学分析基本理论的理解,正确掌握化学分析的基本操作技能,培养学生实事求是的科学态度,为将来搞好化学分析工作打下良好的基础。

本书在定性分析中着重介绍了石油化工生产中常见阳离子、阴离子的一般反应、鉴定反应和基本操作。在定量分析实验中详细地介绍了滴定分析法、重量分析法和气体分析法的测定原理、操作步骤、结果计算及注意事项等。在每个实验中还安排了突出重点的思考题,以巩固和加深学生对实验内容的理解。此外,书中还集中地介绍了分析实验须知、常用试剂的配制方法、常用分析仪器的用途及使用注意

事项等。因此,本书是一本步入分析工种人员的基础读物。

本书由刘友卿同志主审。参加审稿的还有姜荣森、杜世芳、孟万良、吴维瑜、周庆孝、孔祥生等同志,他们对书稿都提出了宝贵意见。原上海石化总厂各单位为本书的编写提供了大量的技术资料,在此一并致谢。

限于编者水平,对书中的缺点、错误,欢迎同志们批评指正。

编 者

目 录

第一章 化学分析实验须知	(1)
第一节 实验的目的与要求.....	(1)
第二节 实验室规则与安全知识.....	(3)
第三节 化学试剂.....	(6)
第四节 分析用的纯水.....	(9)
第五节 玻璃仪器的洗涤.....	(13)
第二章 定性分析	(16)
第一节 定性分析仪器和操作.....	(16)
第二节 定性分析实验.....	(23)
实验 1 仪器的准备和分组试验	(23)
实验 2 常见阳离子的分别鉴定	(27)
实验 3 常见阳离子混合液分析	(33)
实验 4 常见阴离子的初步试验	(35)
实验 5 常见阴离子的分别鉴定	(38)
实验 6 易溶固体未知物的分析	(41)
第三章 滴定分析	(42)
第一节 分析天平.....	(42)
第二节 滴定分析仪器和操作.....	(54)
第三节 滴定分析实验.....	(64)
实验 7 滴定分析仪器的准备与操作	(64)
实验 8 分析天平的称量练习	(65)
实验 9 容量仪器的校准	(67)

实验 10	酸碱标准溶液的配制、浓度的比较 和标定	(70)
实验 11	醋酸含量的测定	(76)
实验 12	氨水中氨含量的测定	(77)
实验 13	混合碱的测定(双指示剂法)	(79)
实验 14	EDTA 标准溶液的配制与标定	(81)
实验 15	水硬度的测定	(84)
实验 16	水中硫酸根含量的测定	(87)
实验 17	高锰酸钾标准溶液的配制与标定	(89)
实验 18	过氧化氢含量的测定	(91)
实验 19	化学耗氧量(COD)的测定 ($K_2Cr_2O_7$ 法)	(93)
实验 20	硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定 ..	(96)
实验 21	溶解氧(DO)的测定	(99)
实验 22	硫酸铜中铜含量的测定	(102)
实验 23	工业苯酚纯度的测定	(105)
实验 24	工业用水中氯离子含量的 测定(莫尔法)	(108)
实验 25	可溶性氯化物中氯含量的 测定(佛尔哈德法)	(110)
实验 26	氯化物中氯含量的测定(法扬司法) ..	(112)
第四章	重量分析	(115)
第一节	重量分析的基本操作	(115)
第二节	重量分析实验	(122)
实验 27	$BaCl_2 \cdot 2H_2O$ 中结晶水的测定 (气化法)	(122)
实验 28	氯化钡中钡的测定	(124)

第五章 气体分析(容量法)	(127)
第一节 气体分析仪的使用方法.....	(127)
第二节 气体分析实验.....	(132)
实验 29 烟道气的分析	(132)
附录	(136)
一、定性分析实验仪器	(136)
二、离子鉴定反应的灵敏度	(136)
三、定性分析试液的配制	(138)
四、定性分析试剂的配制	(140)
五、分析实验室常用的仪器	(144)
六、常用指示剂	(167)
七、几种常用的缓冲溶液	(171)
八、常用基准物质的干燥条件及标定对象	(172)
九、常用干燥剂及干燥对象	(173)
十、国产定量滤纸规格	(173)
十一、本书中常用单位中外文对照表	(174)
主要参考书	(174)

第一章 化学分析实验须知

第一节 实验的目的与要求

化学分析是一门实践性很强的学科。通过实验教学，使学生对化学分析的基本理论得到进一步理解，学会化学分析实验的方法和基本操作技能；培养学生独立观察、分析和判断问题的能力；养成严格、认真和实事求是的科学态度，为当好一名合格的分析工作者打下扎实的基础。

为了达到上述的目的，在进行化学分析实验时要求做好以下几项工作。

一、实验前

成功的实验，始于实验前的准备。没有充分准备的实验，就得不到好的效果。所以，实验前应做好以下准备工作：

1. 做好实验预习

根据教科书和实验教材，了解实验的原理方法和内容步骤、注意事项，做到目的明确、条理清楚，防止看一句做一句的“照方抓药”的被动局面。

2. 写好实验提纲

在做好实验预习的同时，用简练的语言将实验内容、步骤扼要地写在实验记录本上，并留出填写实验现象、数据和分析结果的位置，以便在实验过程中随时记录。

在实验步骤和记录中，为简便起见，有些常用术语可用

符号表示，如表 1-1 所示。

表 1-1 常用术语与符号对应表

术语	加热	搅拌	离心	蒸发	沉淀	气体	滴	溶液	滴定	过滤
符号							d			

3. 洗净、摆好仪器

实验前应将所用的玻璃仪器洗净，以防杂质、污物对实验的干扰，影响分析结果的准确性。洗净的仪器应摆整齐后再进行实验。

二、实验中

实验的成败与快慢，同实验者的科学态度和操作技术有密切的关系。初学者应自觉养成良好的实验习惯，努力掌握实验技术，使理论与实践紧密结合，达到预期的实验效果。为此，在实验过程中应做到：

1. 思路清楚，有条不紊

无论是定性分析，还是定量分析，对实验步骤、试剂加入的顺序都应十分清楚，这常是实验成败的关键。尤其是在定性分析中，组分的分离和离子的鉴定都在交错地进行，有哪些溶液(或沉淀)，它们是什么？放在哪一离心管中，进行到哪一步骤，都应做到思路清楚，有条不紊。取用各种试剂时应精神贯注，不许加错，更不准张冠李戴将试剂瓶上的滴管乱放，遇此情况，应及时报告指导老师，给予重新调换，以免实验失败。

2. 认真观察、勤于思考

只有认真观察实验中所发生的现象，才能发现问题，分

析原因，作出判断。但是，有时会出现实验现象与书上所记载的不同，这时就应深入思考，检查各分析步骤中的程序是否正确，干扰离子是否除去，反应条件是否适宜等等。而不能简单地照书抄写以代替实验中的真实现象。应该指出，每通过一次思考，解决一个问题，就会使自己在实验中得到一次提高。

3. 实事求是，及时记录

实事求是，及时地做好实验记录，这是分析工作者应具备的工作态度。但对初学者，往往不重视实验现象和数据的及时记录，或凭记忆或记录在一张纸片上或手上，这些都是不允许的，而应如实写在记录本上，并不得随意涂改，记错了应划掉重写。

三、实验后

做完实验后，应搞好以下工作：

1. 及时写好实验报告

这是科学训练的重要内容之一。实验报告要求字迹清晰、内容扼要、层次分明。通过写实验报告，使知识得到复习、巩固和提高。因此，实验报告要认真地写，并及时交给老师批改。

2. 将用过的仪器洗净、放好、打扫室内卫生

离开实验室前，应检查安全，把水、电、气、门窗关好。

第二节 实验室规则与安全知识

一、实验室规则

(1) 应在指定位置进行实验。实验时保持实验室的安

静，不得高声谈话、严禁喧哗、嬉笑、唱歌和吃东西。

(2) 实验时要按照实验操作规程进行实验，不得自行其事。如要更改实验内容和操作方法，应得到指导老师的同意。

(3) 在实验时应爱护仪器设备，按使用规定进行操作，如有损坏仪器，应主动报告指导老师，填好仪器报损单，注明原因，经老师签字后，方可更换，并按规章制度处理。

(4) 实验时应注意节约试剂、物品、水和电。试剂滴管和瓶盖不得乱放，以免玷污试剂，影响实验效果，违者应及时报告实验指导老师，予以重新更换。

(5) 实验时，必须保持实验室及实验台的整齐、清洁，废物、废液不可倒入水槽，以免堵塞和污染水域，而应倒入指定回收容器或污水缸桶中。

(6) 实验完毕，应将记录本交指导老师签阅，经同意后，方可离开实验室。

二、实验室安全知识

化学实验室是较易发生易燃、易爆、中毒、触电的场所。因此，应加强管理，了解其一般安全知识是必要的。

1. 防火与灭火

(1) 加热易燃物时，应在水浴或沙浴中进行，严禁明火直接加热。

(2) 易燃品(如苯、乙醚、汽油等)要远离火源(如电炉、煤气灯、酒精灯等)。

(3) 实验操作中起火时，应先关闭火源、电源。然后，根据不同的燃烧物质，采用不同的灭火方法。表 1-2 列出了常用灭火器及其适用范围。

表 1-2 常用灭火器及其适用范围

灭火器类型	主要成分	适用范围
二氧化碳	液体 CO_2	适用于电气失火
干粉灭火	NaHCO_3 等盐类	扑灭油类、可燃气体、电器设备、精密仪器,遇水燃烧等物品的初起火灾
四氯化碳	液体 CCl_4	适用于电器失火
1211	二氟一氯一溴 甲烷 CF_2ClBr	适用于易燃气、液体、精密仪器和电气设备失火

实验室备用的灭火器应按时检查其喷嘴是否畅通,如有堵塞,应用铁丝疏通后才可使用。

2. 防爆

(1) 严禁氧化剂与可燃物一起研磨。如高氯酸钾与硫磺。

(2) 爆炸类物品(如高氯酸及其盐、过氧化氢等)及高压气体应放在低温处保存,也不得与易燃物放在一起,移动或使用不得激烈振动。

(3) 操作易爆物时,不得对着脸进行。必要时,应戴面罩或使用防护挡板。对可能发生爆破的玻璃仪器,在使用时应用湿的厚毛巾包裹起来。

3. 防毒

(1) 进行有毒、有害气体实验时,应在通风橱内进行。若无通风设备,可在通风的地方进行。必要时应带防毒口罩或面具。

(2) 有毒废液不得随意倒入水槽或地上,应收集一起,统一处理。

(3) 严禁化学药品入口,不得将食具与实验器具互相代替,离开实验室前要养成洗手习惯。

4. 化学灼烧、烫伤、腐蚀的预防

(1) 用试管加热时，不可将管口对着自己或他人。

(2) 处理具有腐蚀、刺激性药品(如强酸、强碱、氢氟酸、溴水等)时，尽可能戴上橡皮手套或防护眼镜。用移液管吸取腐蚀性、刺激性液体时，应用洗耳球操作。

(3) 稀释浓酸(尤其是硫酸)时，应在搅拌情况下，将浓酸慢慢注入耐热的容器(如烧杯)中，切勿将水倒入浓硫酸中。

5. 实验室中意外事故的处理常识

意外事故发生后，送医院治疗前，应作临时急救。

(1) 玻璃割伤 伤口用 3% 医用双氧水(H_2O_2)擦洗，用纱布包扎，不要用水洗涤伤口。

(2) 化学烧伤

① 酸类烧伤 皮肤被强酸(如盐酸、硫酸、硝酸等)烧伤时，应立即用大量水冲洗后，再用饱和碳酸氢钠溶液冲洗。

② 碱类烧伤 强碱(如 KOH、NaOH)灼烧皮肤时，应立即用大量水冲洗后，再用 2% 醋酸溶液冲洗。

③ 眼睛受化学灼伤 酸、碱溶液进入眼内，立即用流水冲洗后，若是碱灼伤再用 20% 硼酸溶液淋洗；若是酸灼伤再用 3% 碳酸氢钠溶液淋洗。

(3) 触电 先切断电源，使受害者与电源分开。在电源未切断前，绝不可与触电者直接接触。

第三节 化学试剂

在分析工作中，离不开化学试剂。因此对化学试剂的等

级、使用、贮存和保管知识应有所了解。

一、化学试剂的等级

化验室常见化学试剂的等级见表 1-3。

表 1-3 我国化学试剂的等级标志和符号

级 别	一级品	二级品	三级品	四级品
纯度分类	保证试剂 (优级纯)	分析试剂 (分析纯)	化学纯	实验试剂
符号	G.R	A.R	C.P	L.R
标志颜色	绿 色	红 色	蓝 色	棕 色
用 途	精密的科学 研究和测定中 作标准物	一般的科 学研究和定 量分析	工厂、教学 实验中作辅 助试剂用	普 通 的 实验
备 注	纯度高, 杂 质含量低	质量略低 于一等品, 杂 质含量略高	质量较分 析纯差, 但高 于实验试剂	杂质含量 多, 但比工 业品纯度高

除上述四级外, 还有光谱纯、色谱纯等化学试剂。光谱纯或色谱纯的试剂是指其杂质含量用光谱或色谱分析已测不出或低于某一限度, 它们主要用于光谱分析或色谱分析中。本书各分析项目中所用的试剂一般为分析纯试剂。

试剂的等级不同, 价格相差很大。因此, 应根据需要选用试剂。不能认为使用的试剂越纯越好, 以免造成不必要的损失和浪费。例如, 配制铬酸洗液, 就不必使用高纯度的重铬酸钾和硫酸, 而应用价格低廉的工业品即可。

二、化学试剂的使用

为了保持试剂的纯度, 确保分析人员的安全, 了解和掌握化学试剂的性质和使用方法是很有必要的。但由于试剂种

类很多，要全部了解它是有困难的。因此，在使用一些不熟悉的化学试剂时，应先查阅有关试剂手册或分析化学手册，了解其性质、注意事项后，才可进行使用，同时在使用过程中要注意试剂瓶的标签(它标明试剂的名称、分子式、分子量、规格、重量、所含的杂质等)不受损坏。为此，可在标签上涂层石蜡加以保护。在倒液体试剂时，标签应朝手心，以防液体腐蚀标签。在分装或配制溶液后应立即贴上标签，并写明试剂名称、浓度、配制日期。对无标签的试剂，应作慎重处理，不可乱倒。

为保持试剂的纯度，在拿取试剂时，应用清洁的牛角勺或塑料角勺从试剂瓶中取出，遇到结块试剂可用洁净的玻璃棒或瓷药铲将其捣碎后取出。试剂一经取出，不可倒回原瓶，以免带进杂质污染原瓶试剂。对易挥发的试剂，在夏季使用时应先在冷水中浸泡一段时间，以防打开瓶塞时试剂冲出气液伤害自己。对有毒、有味的试剂取完后要塞紧或盖紧盖子，必要时用蜡封口。

如果要闻试剂的气味，可将瓶口离开鼻子，用手在试剂瓶口煽动，使空气流吹向自己而闻其味，绝不可用鼻子直接对着瓶口，更不可用舌头品尝试剂。化学试剂只供化验室进行分析和化学反应使用，未经药理检验，不得口服或作医药使用。

三、化学试剂的贮存与管理

化学试剂可按危险性与非危险性加以分类。但这分类又不是绝对的。在一般情况下不是危险的物质，但由于保管不善，在另一条件下也可能成为危险品。可见化学试剂的贮存与管理不应忽视。

化学试剂应贮存在药品室，室内应阴凉、通风、干

燥、室温应保持在 $15 \sim 25^{\circ}\text{C}$ 。对易燃液体如石油醚、氯乙烷、溴乙烷、乙醚、二硫化碳等，理想的存放温度为 $-4 \sim 4^{\circ}\text{C}$ 。对剧毒品如氰化物、三氧化二砷、二氯化汞等应分门别类存放，并应专柜加锁，两人保管，登记使用。对易燃易爆品，如钾、钠、黄磷、赤磷、硝基化合物、镁粉、锌粉、铝粉应隔离存放在砖和水泥制成的料架上或将试剂置于砂中，以防事故发生。对于强腐蚀性危险品，如发烟硫酸、硫酸、发烟硝酸、盐酸、氢氟酸、溴、氢氧化钠等应选用耐腐蚀的料架来放置。对强氧化剂如氯酸钾、高氯酸钾、重铬酸盐、高锰酸盐、过氧化物等应与酸类和其他可燃性物隔离贮存，并注意散热。对一般无机化合物，可按元素周期表中的类、族、或无机物分类(氧化物、酸、碱、盐)排列存放。

除外，还应建立药品进出库登记制度。同时在室内、外应备有灭火器材，以便发生事故时使用。

第四节 分析用的纯水

一、纯水的制备

在分析工作中离不开纯水，纯水就是除去原水中杂质之后的水。纯水的制备常用蒸馏法和离子交换法。由蒸馏法制得的纯水称为蒸馏水；用离子交换法制得的纯水称为去离子水。在分析工作中常用的水，多数是指这两种水。

1. 蒸馏法制备纯水

蒸馏法制备纯水的原理是基于水与杂质的沸点不同而制得的。实验室中多采用内电阻加热的蒸馏器来制备蒸馏水。普通蒸馏水可用玻璃或铜等制成的蒸馏器来制备；对于特殊

用途的高纯水，应用石英、银、铂或聚四氟乙烯等材料制成的蒸馏器来制备。为提高蒸馏水的纯度，可以弃去最初馏出部分的水，而且当蒸馏器内的剩余水量为原始水体积的 $1/4$ 时，即停止蒸馏，也就是弃去头尾，只收集中间馏出部分的水，这称为一次蒸馏水。对于超纯物质分析所需的高纯水，除用石英、铂等高纯材料制成的蒸馏器外，还应减慢蒸馏速度，增加蒸馏次数的方法来制备。所谓二次水、三次水、重蒸馏水就是通过二次、三次重蒸馏而得到的水。在制备重蒸馏水时，常在蒸馏水中加入某种适当的试剂，以防止某些杂质的挥发。通常是加入碱性高锰酸钾溶液，以破坏水中的有机物。

蒸馏法制备纯水的优点是操作简单、分离效果好，但其最大的缺点是产量低、成本高。所以对用水量大的工厂化验室和分析实验教学中，则多采用离子交换法制备纯水。

2. 离子交换法制备纯水

此法制备纯水的原理是基于离子交换树脂中可解离的离子与水中同性离子之间进行交换作用，从而除去水中的杂质离子。此法详见《化学分析》第十一章中离子交换分离法及水的净化等内容。

离子交换法制备纯水的优点是操作方便、设备简单、离子交换树脂可反复使用、成本低、出水量大、适合于用水量多的场合，因此目前有代替蒸馏水的趋势。其缺点是只能除去水中的杂质离子，而不能除去水中的有机物或非电解质。所以为了制备既无电解质又无有机物或微生物等杂质的纯水，可将去离子水蒸馏一次。同时，为了提高离子交换树脂的使用寿命，也可用市售的普通蒸馏水代替原水进行离子交换处理。

二、纯水的检验

1. 物理检验法

此法是根据水的电导率大小来测定水质纯度的一种方法。水的电导率可用电导(率)仪来测定,当水中导电的杂质离子含量大时,水的导电性就增加,其电导率就增大;当水中导电的杂质离子含量小时,则其电导率就减小。因此,可根据水的电导率大小来确定水质的纯度。电导率的国际单位为西(门子)/厘米(S/cm)或微西/厘米($\mu\text{S/cm}$)。普通蒸馏水的电导率在20℃时约为 10^{-6}S/cm ,去离子水约为 10^{-7}S/cm 。

2. 化学分析法

(1) pH值的检验 取10mL水样,加甲基红指示剂2滴,不应显红色;另取水样10mL,加溴百里酚蓝指示剂5滴,不应显蓝色视为合格。也可用精密pH试纸检查,pH在6.5~7.5为合格。

(2) 阳离子的检验 取10mL水样,加3~5滴碱性缓冲溶液($\text{pH}=10$),再加入2~3滴铬黑T指示剂,混匀。若溶液显天蓝色,说明纯水中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 等金属阳离子不存在或其含量很少,水质合格;若显红色或紫红色,则有上述金属阳离子存在,水质不合格。

(3) 氯离子的检验 取10mL水样,加1:1硝酸溶液2~3滴及0.1mol/L硝酸银溶液2~3滴,混匀。若无白色混浊出现,则表示无氯离子或其含量很少,水质合格。

(4) 硅的检验 取10mL水样,加1%钼酸铵溶液15滴及8滴草酸-硫酸混合酸(4%草酸:4mol/L硫酸=1:3),混匀。放置10min或水浴加热1min,加5滴1%硫酸亚铁铵溶