

食品加工用書

分析化學

下冊

林耕年・蔡瑾瑜 編著

食品加工用書

分析化學

下冊

林耕年・蔡瑾瑜 編著

復文書局

分析化學 下冊

版權所有



翻印必究

中華民國七十年元月修訂再版

中華民國七十二年元月修訂三版

中華民國七十四年元月修訂四版

特價 98 元

著 作 者： 林耕年 • 蔡瑾瑜

發 行 者： 吳 主 和

發 行 所： 復 文 書 局

地址：臺南市東門路421巷28號

門市：台南市林森路二段63號

電話：(06)2370003-2386937

郵政劃撥帳戶 0032104-6 號

No.28. LANE421 DONG-MEN
ROAD TAINAN TAIWAN REPUBLIC
OF CHINA

TEL:(06)2370003-2386937

本書局經行政院新聞局核准登記發給
出版事業登記證局版台業字第0370號

編輯大意

- (一) 本書是根據高農食品加工科分析化學課程標準編輯，可供食品加工科二年級第一學期及第二學期每週授課七小時（講授一小時）實習六小時）之用。
- (二) 本書分上下二冊；上冊專論定性分析化學，下冊專論定量分析化學。
- (三) 本書圖表豐富，內容充實有序，著重於分析實習之操作，每章節之後並附練習，對教學之功能尤大。
- (四) 雖然目前儀器分析已經取代了大部份的分析技術，然定性分析的基本理論仍是化學、化工、食品、藥學的主修科目，而且在工廠實用上，許多化驗工作或製造程序，仍與分析化學習習相關的。
- (五) 本書付印倉促，疏漏欠妥之處在所難免，竭誠歡迎專家學者惠予指正是幸！

編著者： 蔡 瑾 瑜
林 耕 年

分析化學（下冊）／目 錄

第一篇 概 論

第一章 分析化學	1
1-1 定量分析之分類	1
1-2 學習定量分析化學之目的	2
習題一	2
第二章 定量分析實驗的一般藥品及用具	3
2-1 一般常用儀器	3
2-2 重量分析常用儀器	4
2-3 容量分析常用儀器	7
2-4 試藥	9
第三章 分析天秤	10
3-1 天秤的原理	10
3-2 等臂天秤的構造	11
3-3 天秤的操作	12
3-4 物體的稱重	13
3-5 物重的計算	15
3-6 稱量誤差的校正	16
習題三	21
第四章 定量分析的基本操作	24
4-1 試料的製取	24

4 - 2	合金的取樣	25
4 - 3	試料的稱取	25
4 - 4	試料的溶解	26
4 - 5	溶液的濃縮	26
4 - 6	沉澱的生成	26
4 - 7	濾紙的折摺法	26
4 - 8	沉澱的過濾	27
4 - 9	沉澱的洗滌	28
4 - 10	沉澱的再溶解	29
4 - 11	沉澱的灼熱	29
4 - 12	試藥的取用	29
	習題四	30

第五章 分析數據的誤差及處理..... 31

5 - 1	實驗誤差	31
5 - 2	平均值、真值	32
5 - 3	分析結果的精確度	33
5 - 4	分析結果的準確度	34
5 - 5	實驗次數	35
5 - 6	有效數字	36
	習題五	39

第二篇 容量分析

第六章 容量分析的基本原理與操作..... 40

6-1	概論	40
6-2	容量分析法的分類	40
6-3	規定濃度	41
6-4	標準溶液	44
6-5	洗液的配製	44
6-6	滴定管的使用	45
6-7	量管及移液管的使用	47
6-8	量瓶的使用	47
6-9	容量儀器的校正	47
	習題六	50

第七章 中和滴定曲線..... 51

7-1	酸鹼之定義	51
7-2	酸度、pH值	51
7-3	指示劑	52
7-4	滴定時氫離子的濃度變化	55
	習題七	67

第八章 酸鹼中和法..... 68

8-1	標準溶液	68
8-2	中和時的規定濃度	68
8-3	標準溶液的配製	69
8-4	酸鹼濃度比值的測定	71
8-5	酸鹼的標定	72
8-6	NaOH 溶液的標定	72
8-7	HCl 溶液的標定	75

8-8	鹼灰中總鹼度的定量	77
8-9	有機酸總酸度的定量	79
8-10	間接滴定	81
8-11	雙指示劑滴定法	82
8-12	硅酸鹽混合物的滴定	86
	習題八	87

第九章 氧化還原法及其滴定 90

9-1	電流與氧化還原法	90
9-2	標準電極電位	91
9-3	電位符號的規定	92
9-4	氧化還原反應	92
9-5	電極電位與濃度的關係	94
9-6	由電極電位計算反應之平衡常數	96
9-7	氧化還原法滴定的標準液	97
9-8	氧化劑與還原劑的相當量	98
	習題九	100

第十章 高錳酸鉀法 102

10-1	高錳酸鉀的一般用法	102
10-2	標準溶液的配製	103
10-3	濃度比值	104
10-4	高錳酸鉀溶液的標定	105
10-5	褐鐵礦裏含鐵量的測定	109
10-6	其他直接的高錳酸鉀滴定	112
	習題十	113

第十一章 重鉻酸鉀滴定法..... 115

11-1 概論.....	115
11-2 氧化還原指示劑.....	115
11-3 外指示劑.....	115
11-4 重鉻酸鉀法.....	116
11-5 標準溶液之配製.....	116
11-6 重鉻酸鉀溶液與亞鐵溶液的濃度比值.....	117
11-7 重鉻酸鉀溶液的標定.....	117
11-8 褐鐵礦中鐵的定量.....	118
11-9 鉻鐵礦中鉻的定量.....	119
習題十一.....	121

第十二章 碘滴定法及其相關方法..... 122

12-1 概論.....	122
12-2 0.1N I_2 及 $0.1\text{N Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的配製.....	123
12-3 澱粉的配製.....	124
12-4 碘溶液及硫代硫酸鈉溶液濃度的比值.....	124
12-5 硫代硫酸鈉溶液的標定.....	125
12-6 碘溶液的標定.....	127
12-7 化學計算.....	127
12-8 輝銻礦中銻的定量.....	129
12-9 氧化銅中銅的定量.....	131
12-10 硫酸銅溶液中銅的定量.....	131
12-11 銅礦中銅含量的分析.....	132
12-12 碘滴定法的其他用途.....	134

習題十二	135
------------	-----

第十三章 錯塩滴定法..... 136

13 - 1 概論	136
13 - 2 以Liebig 法做氰化物的定量	136
13 - 3 氰化物與鹵化物之混合物的定量	137
13 - 4 鎳的定量	138
13 - 5 EDTA 滴定法	139
13 - 6 化學計算	140
習題十三	141

第十四章 沈澱法..... 143

14 - 1 概論	143
14 - 2 沉澱法之指示劑	143
14 - 3 澄清液的滴定	143
14 - 4 Volhard 法	144
14 - 5 Mohr 法	145
14 - 6 吸附指示劑	146
14 - 7 溶液的配製	146
14 - 8 硝酸銀溶液對硫氰化鉀溶液濃度的比值	147
14 - 9 AgNO_3 溶液及 KCNS 溶液的標定	147
14 - 10 可溶性氯化物氯含量的分析	148
習題十四	150

第三篇 重量分析

第十五章 重量分析的原理..... 152

- 15 - 1 概論 152
- 15 - 2 分離 152
- 15 - 3 金屬化合物稱重法 155
- 15 - 4 有機試劑 156
- 15 - 5 沉澱的形狀 158
- 15 - 6 共沉澱 158
- 15 - 7 減少沉澱之方法 158
- 15 - 8 化學計算 159
- 習題十五 160

第十六章 水份之測定 161

- 16 - 1 坩堝的恒量測定 161
- 16 - 2 固體試料吸附之水份 161
- 16 - 3 固體試料水份的測定 162
- 習題十六 162

第十七章 金屬之定量 164

- 17 - 1 鐵的定量 164
- 17 - 2 鈣的定量 167
- 17 - 3 鎂的定量 170
- 習題十七 172

第十八章 陰離子之定量 173

- 18 - 1 可溶性氯鹽中氯的定量 173
- 18 - 2 磷酸根的定量 176
- 習題十八 177

附 錄 179 ~ 200

第一篇 概 論

第一章 分析化學

測定物質組成的科學稱為分析化學。分析化學分為二大類：定性分析及定量分析。前者是測定物質由何種成分組成及其大概的份量，後者是測定該物質某成份之量。

因為各存在成分之性質對定量分析的準確性影響很大，因此欲測定成份未知之物，須先作一初步的定性分析。通常，定量分析之前必須作一有系統的沉澱及分離以除去干擾物質，就如定性分析時所作的一樣；但前者條件控制必須更小心，分離必須更完全，二者之基本原理及操作方法是相同的。

定性分析已在上冊詳論，因此下冊不再重複。

1-1 定量分析之分類

定量分析法依其所用方法可分為：

A. 重量法 (Gravimetric methods) :

- (1) 化學沉澱法 (Chemical precipitation methods) 。
- (2) 電解法 (Electrolytic deposition methods) 。

B. 容量法 (Volumetric methods) :

- (1) 化學指示劑法 (Chemical indicator methods) 。
- (2) 電化學法 (Electrometric methods) 。

- C. 比色法 (Colorimetric methods)。
- D. 其他物理化學法 (Other physicochemical methods)。
- E. 氣體容量法 (Gas-volumetric methods)。

1-2 學習定量分析化學之目的

定量分析不僅對於工廠原料控制及產品品質管制非常重要，在化學研究上更是不可或缺的工具。

學習定量分析不僅要熟習操作方法，還要了解無機及有機化學各種反應及定性定量分析的各種原理，更要清楚現有各種分析方法之限制及誤差的來源，以便能改良現有分析方法使工作更趨完善。

因此，學習分析化學應注意以下各點：

- (一) 熟習一般分析方法，並理解其理論根據。
- (二) 了解每一分析方法之限制（適用對象），及其誤差之大小。
- (三) 在不影響分析的準確度下，正確地使用儀器並提高分析速度。
- (四) 養成清晰而有系統地記錄所有數據的習慣（能使別人對其數據一目了然）。
- (五) 養成整潔、有條理的習慣。
- (六) 能迅速而正確的由數據計算出結果。

(習題一)

- 1 試簡述學習分析化學之目的。

第二章 定量分析實驗的一般藥品及用具

2-1 一般常用儀器

A. 天秤 (Balance) :

將於第三章詳細地介紹。

B. 燒杯與燒瓶 (Beaker & Flask) :

燒杯和燒瓶不論是重量分析或容量分析都是常用的器具，普通容量為 100 ml，150 ml，250 ml，500 ml，1,000 ml 等。燒瓶通常有二種形式，一為圓錐形 (Erlenmeyer flask)，又稱三角瓶，另一為平底 (或圓底) 燒瓶 (Florence flask)。二者功用不同，錐形瓶不易翻倒，又易洗滌，所以容量分析滴定时多採用它。加熱時，或溶液有氣體發生時，液體較易濺出，故使用燒瓶較燒杯好。圓形燒瓶 (Florence Flask) 可於蒸餾時使用。

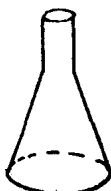
實驗室中大都使用 Pyrex 玻璃器具，因其溫度膨脹係數較小，能耐驟冷驟熱而不易破裂。但其含硼，故不適用於硼的定量。一般玻璃含多量的 SiO_2 ，能為沸水溶出，形狀類似 $\text{Al}(\text{OH})_3$ ，常易引起錯誤判斷。



平底燒瓶



圓底燒瓶



錐形瓶

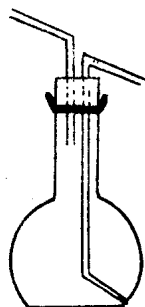


燒杯

C. 洗瓶 (Wash bottle) :

洗瓶用以移動沉澱或洗滌沉澱。

除了瓶口用橡皮塞及吹口用小段橡膠管外，其餘為玻璃製成，右管必須延伸到燒瓶底部稍上端，洗瓶僅用以裝蒸餾水。使用熱蒸餾水時，可於燒瓶外加一石棉套。



D. 蒸發皿 (Evaporating dish) :

蒸發皿用於蒸發及霧化 (fuming) 之用。大致有三種：最常用為瓷製的。鉑蒸發皿，價格很高，但因鉑化學性質穩定，可供特殊用途使用。石英蒸發皿能於紅熱時放入水中不致破裂，對藥品的抵抗力亦較一般玻璃大。

2-2 重量分析常用儀器

A. 稱量瓶 (Weighing bottle) :

分為二部分：玻璃圓柱容器及玻璃蓋。

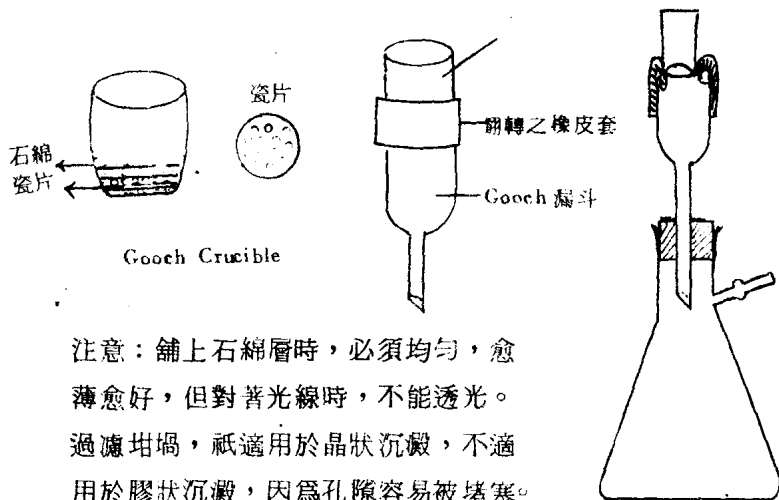
一般試料含有水分或易吸收二氧化碳或易潮解的試料都須放入稱量瓶中，把瓶蓋緊閉，以稱取重量。測定水分含量時，亦使用稱量瓶烘乾（打開瓶蓋）。

B. 坩堝 (Crucible) 及過濾坩堝 (Gooch crucible) :

坩堝的材料為瓷器、鉑、石英、鐵、鎳等。一般使用者為瓷坩堝。坩堝用於灼燒沉澱，或熔融試料。鉑坩堝常用於以 Na_2CO_3 、 KHSO_4 、 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ 為融劑時。 NaOH 等強鹼融劑可用鐵、鎳坩堝。

Gooch 坩堝通常為瓷製，底部有許多小孔，底內面鋪上薄薄的石棉層，加放上一有許多小孔的薄瓷片，再鋪上一層石棉，放

於 105° 之烘箱內加熱，至重量不再變化時，即可使用。可供過濾或加熱乾燥用。過濾用的石綿，須先經濃鹽酸及強鹼處理，經熱蒸餾水沖洗，至洗液不含 Cl^{-} 為止，再把此洗淨的石綿加水成浮懸狀裝於乾淨的容器中備用。



注意：鋪上石綿層時，必須均勻，愈薄愈好，但對著光線時，不能透光。過濾坩堝，祇適用於晶狀沉澱，不適用於膠狀沉澱，因為孔隙容易被堵塞。

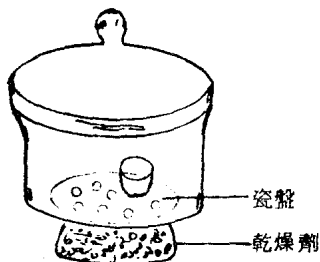
過濾沉澱時，須微加抽吸，然後才沿玻璃棒小心倒入坩堝，以免攪散石綿，注意過濾液是否澄清，否則坩堝須重新做。

另有一種玻璃濾器較為簡便，但不能使用於鹼性溶液之過濾。

Munroe 坩堝為鉑製，形式與瓷製者相同，僅以鉑綿代替石綿而已。

D. 乾燥器 (Desiccator) :

通常為一玻璃容器，加蓋以閉密（蓋與容器接觸處，通常塗上凡士林，以求緊密並便於滑開），中層有瓷製或玻璃



製的多孔圓盤，上面放稱量瓶或坩堝。下層爲乾燥劑，用以吸收水分。

灼熱後之坩堝放入乾燥器內時，須先留點空隙，以使熱氣溢出，然後移動器蓋緊閉之，或者放入熱坩堝後，蓋好，馬上再移開一次器蓋，然後緊閉之。否則冷卻後壓力減低，器蓋不易打開，並且器外空氣沖入器內易引起沉澱飛出。

如非必要應盡量少開器蓋，打開器蓋時因少量空氣進入器內，須一段時間才能達到水蒸氣平衡，故乾燥之物，至少須 30 分鐘後並完全冷卻才可稱量。

一般所用的乾燥劑有：氯化鈣 CaCl_2 （粒狀及熔融的），無水氯酸鋇 $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$ anhydrous，氧化鈣 CaO ，氫氧化鈉（熔融的），氫氧化鉀（棒狀），無水硫酸鈣 CaSO_4 anhydrous，氧化鋇 BaO ，氯酸鎂 $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$ ，五氧化二磷 P_2O_5 等。

以上這些物質是利用化學作用吸收水分形成水合物 (hydrates)，直到這些水合物的水蒸氣壓和週圍空氣中的水蒸氣壓相等爲止。某些乾燥劑則以物理作用吸收水分，如： Al_2O_3 ，木炭，silica gel 等。

乾燥劑如效力已減至不能再使用時，必須更換，或加熱後重新使用，如矽膠 (silica gel) 吸收水分後漸漸變爲粉紅，加熱乾燥成藍色後再使用。

氯化鈣、鹼石灰、矽膠、濃硫酸（常混以砂、沸石、玻璃珠以增加接觸面積並防止飛濺）爲較常使用之乾燥劑。

E. 濾紙：

定量分析時所用的濾紙已經鹽酸及氫氟酸處理過，故除纖維外幾無其他雜質。直徑 9 cm 與 11 cm 之濾紙，燃燒後之灰分少於 0.1 mg，除最精密的分析外，可以不計其重量。