

中 等 职 业 学 校 教 材

分析化学实验

第二版

► 李楚芝 王桂芝 编



化学工业出版社

教 材 出 版 中 心

中等职业学校教材

分析化学实验

第二版

李楚芝 王桂芝 编



化学工业出版社
教材出版中心

· 北京 ·

本书为《分析化学实验》第二版。为适应新时期中等职业技术教育和教学的需要,对第一版进行了修订。全书共十二章,包括五十一个实验。内容包括分析化学实验室基础知识、半微量定性分析基本操作、阳离子的分析、阴离子的分析、分析天平、滴定分析仪器和基本操作、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。书末附有化学分析常用的数据表。

本次修订保留了第一版的很多特点,如紧密联系教学工作实际,突出典型性和实用性;既注意与《分析化学》配合,又力求保持内容上的完整性与独立性,自成体系;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等。突出基本原理,强化习题训练。在修订中,努力贯彻最新国家标准。

本书是中等职业学校工业分析专业教材,也可作为有关专业分析人员及从事分析检验工作的技术人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/李楚芝,王桂芝编. —2版. —北京:
化学工业出版社, 2006.6
中等职业学校教材
ISBN 7-5025-8803-5

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

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 055040 号

中等职业学校教材

分析化学实验

第二版

李楚芝 王桂芝 编

责任编辑:陈有华

文字编辑:李姿娇

责任校对:于志岩

封面设计:于兵

*

化学工业出版社

教材出版中心 出版发行

(北京市朝阳区惠新里3号 邮政编码 100029)

购书咨询:(010)64982530

(010)64918013

购书传真:(010)64982630

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

大厂聚鑫印刷有限责任公司印刷

三河市延风装订厂装订

开本 850mm×1168mm 1/32 印张 10 $\frac{3}{4}$ 字数 289 千字

2006年7月第2版 2006年7月北京第10次印刷

ISBN 7-5025-8803-5

定价:18.00元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者,本社发行部负责退换

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 analysis”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

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，书中错误和不妥之处，恳请读者批评指正。

编 者

1994 年 1 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 半微量定性分析基本操作	28
第一节 半微量定性分析常用仪器及设备	28

第二节 半微量定性分析基本操作技术	33
第三节 定性分析实验报告	41
实验一 准备工作和基本操作练习	42
实验二 灵敏度的测定和反应条件实验	45
第三章 阳离子的分析	48
实验三 第一组阳离子的分析	49
实验四 第二组阳离子的分析	53
实验五 第三组阳离子的分析	60
实验六 第四组阳离子的分析	67
实验七 第五组阳离子的分析	71
实验八 第一至五组阳离子混合物的分析	74
第四章 阴离子的分析	77
实验九 阴离子分组和初步试验	77
实验十 阴离子的分析	81
第五章 分析天平	91
第一节 分析天平的种类和构造原理	91
一、分析天平的种类和分级	91
二、杠杆式机械天平的构造原理	93
第二节 常用几种分析天平的构造	93
一、双盘部分机械加码电光分析天平（半自动电光分析天平）	93
二、单盘电光天平	98
三、电子天平	99
第三节 分析天平的计量性能与质量检验	100
一、天平的灵敏性	100
二、天平的稳定性	102
三、天平的示值变动性	103
四、天平的正确性	103
第四节 称量方法	104
一、天平使用规则	104
二、砝码使用规则	105
三、称量的一般程序	105
四、基本称量方法及操作	110
第五节 分析天平的安装调试	115

一、天平的安装与调试	115
二、天平简单故障的排除	117
第六节 天平称量实验	120
实验十一 分析天平主要性能的检定	120
实验十二 分析天平称量练习	123
实验十三 试样称量及分析天平性能的检定 (考核实验)	126
第六章 滴定分析仪器和基本操作	128
第一节 滴定分析常用仪器及洗涤	128
第二节 滴定分析仪器基本操作	128
一、滴定管	129
二、容量瓶	138
三、移液管和吸量管	140
第三节 滴定分析仪器的校准	144
一、玻璃量器的允差	144
二、容量仪器的校准	145
三、校准注意事项	150
四、溶液体积的校准	150
第四节 滴定分析仪器基本操作实验	153
实验十四 滴定分析仪器基本操作	153
实验十五 滴定分析仪器的校准	156
实验十六 滴定终点练习	159
实验十七 滴定分析基本操作 (考核实验)	163
第七章 酸碱滴定法	168
第一节 酸碱标准溶液的制备	168
一、酸标准溶液的制备	168
二、碱标准溶液的制备	170
三、酸碱标准溶液浓度的调整	172
第二节 酸碱滴定法的应用	173
一、工业硫酸纯度的测定	173
二、混合碱的分析	174
三、氨水中氮含量的测定	176
四、铵盐中氮含量的测定	176
五、醋酸含量的测定	177

实验十八 盐酸标准溶液的配制与标定	178
实验十九 氢氧化钠标准溶液的配制与标定	180
实验二十 工业硫酸纯度的测定	183
实验二十一 烧碱中 NaOH、Na ₂ CO ₃ 含量的测定 (双指示剂法)	185
实验二十二 氨水中氨含量的测定	187
实验二十三 食醋中总酸量的测定 (设计实验)	190
第八章 配位滴定法	192
第一节 EDTA 标准溶液的制备	192
一、EDTA 标准溶液的配制	192
二、标定 EDTA 溶液的基准试剂	192
三、EDTA 溶液的标定	194
第二节 配位滴定法的应用	195
一、直接滴定法	195
二、返滴定法	197
三、置换滴定法	197
四、连续滴定	198
五、间接滴定法	199
实验二十四 EDTA 标准溶液的配制与标定	199
实验二十五 自来水硬度的测定	203
实验二十六 铝盐中铝含量的测定 (置换滴定法)	206
实验二十七 铅、铋混合液中铅和铋含量的连续测定	208
第九章 沉淀滴定法	211
第一节 标准溶液的制备	211
一、AgNO ₃ 标准溶液	211
二、NH ₄ SCN 标准溶液	212
第二节 沉淀滴定法的应用	213
一、莫尔法的应用	213
二、佛尔哈德法的应用	214
三、法扬司法的应用	215
实验二十八 AgNO ₃ 标准溶液的配制与标定	216
实验二十九 水中氯离子含量的测定 (莫尔法)	218
实验三十 酱油中 NaCl 含量的测定 (佛尔哈德法)	219

实验三十一 碘化钠含量的测定 (法扬司法)	223
实验三十二 石灰石中钙含量的测定 (设计实验)	224
第十章 氧化还原滴定法	225
第一节 高锰酸钾法	225
一、标准溶液的制备	226
二、高锰酸钾法的应用	228
实验三十三 KMnO_4 标准溶液的配制与标定	229
实验三十四 过氧化氢含量的测定	231
实验三十五 软锰矿中二氧化锰含量的测定	233
实验三十六 氯化钙中钙含量的测定	235
实验三十七 钢中铬含量的测定	237
第二节 重铬酸钾法	241
一、标准溶液的制备	242
二、重铬酸钾法的应用	242
实验三十八 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液的配制与标定	244
实验三十九 铁矿石中全铁量的测定 ($\text{SnCl}_2\text{-HgCl}_2\text{-K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 法)	246
实验四十 铁矿石中全铁量的测定 (无汞法)	248
第三节 碘量法	251
一、标准溶液的制备	252
二、碘量法的应用	254
实验四十一 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	258
实验四十二 碘标准溶液的配制与标定	260
实验四十三 维生素 C 含量的测定	262
实验四十四 胆矾中 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 含量的测定	264
实验四十五 食盐中含碘量的测定	266
实验四十六 过氧乙酸的分析	269
第四节 溴量法	271
一、标准溶液的制备	271
二、溴量法的应用	272
实验四十七 苯酚含量的测定	273
实验四十八 自拟方案实验	276
第十一章 称量分析法	278

第一节 沉淀称量法分析仪器	278
一、沉淀称量法基本步骤	278
二、沉淀称量法分析仪器	278
第二节 沉淀称量法分析基本操作	285
一、试样溶解	286
二、沉淀	286
三、过滤和洗涤	287
四、烘干和灼烧	294
五、冷却和称量	295
第三节 称量分析法的应用	295
实验四十九 氯化钡含量的测定	295
实验五十 硫酸镍中镍含量的测定	301
第十二章 分析化学中常用的分离方法	305
一、离子交换分离法的柱上操作	305
二、离子交换分离法在分离和测定中的应用	307
实验五十一 离子交换树脂交换容量的测定	309
附录	314
附录一 定性分析试液的配制	314
附录二 定性分析试剂的配制	315
附录三 溶解度表	321
附录四 常用指示剂	323
附录五 常用酸碱的相对密度和浓度	326
附录六 常用基准物质的干燥条件和应用	327
附录七 常用缓冲溶液的配制	328
附录八 常见化合物的摩尔质量	328
参考文献	332

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. 实验室里不得大声喧哗，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（如

乙酸乙酯、石油醚、煤油、渗透剂 OT 以及水、稀盐酸) 使内外层相互脱离。严禁用重物敲击, 以免破损。

13. 实验室应有急救药品、防护用品和灭火器材。

二、实验室一般事故的紧急处理

1. 安全用电防护

(1) 操作电器时, 手必须干燥。如遇有人触电, 应立即断开电源, 再进行抢救, 必要时进行人工呼吸或送医院抢救。

(2) 由电火花引起火灾, 在报火警的同时, 先立即切断电源, 再进行灭火, 若无法切断电源, 应使用实验室配备的干粉灭火器灭火。

2. 化学药品灼伤处理

腐蚀性化学试剂包括: 强酸类, 特别是氢氟酸及其盐; 强碱类, 如碱金属的氢氧化物、浓氨水等; 氧化剂, 如浓的过氧化氢、过硫酸盐等; 某些单质, 如溴、钾、钠等。使用这些腐蚀性化学药品应戴防护眼镜和橡皮手套, 以防药品溅入眼内或触及皮肤造成灼伤。如不慎灼伤, 立即用大量水冲洗, 再作以下处理。

酸灼伤, 用弱碱性稀溶液如 2% 的 NaHCO_3 溶液或稀氨水冲洗; 碱灼伤, 用弱酸稀溶液如 1% 硼酸或柠檬酸溶液冲洗; 溴液灼伤, 用石油醚洗后再用 2% 硫代硫酸钠溶液洗。最后都应使用大量水冲洗。

3. 烫伤和冻伤的处理

高温烫伤或低温冻伤时, 先用稀高锰酸钾或苦味酸溶液冲洗, 再在伤口处抹上黄色的苦味酸溶液、烫伤膏或万花油, 切勿用水冲洗。

4. 吸入刺激性、有毒气体的处理

如不慎吸入氯气、溴蒸气或氯化氢, 可用碳酸氢钠溶液漱口, 然后吸入少量酒精蒸气使溶解, 立即到室外空气流通处呼吸新鲜空气。

5. 预防汞中毒

汞熔点约为 -39°C , 极易挥发, 其蒸气极毒, 在人体内有累积

性，经常接触少量汞蒸气会引起慢性中毒，严重危害人体健康。

洒落在实验台面、地面上的汞应及时、彻底清理。颗粒直径大于 1mm 的汞可用普通滴管吸取收集在容器中，该容器中和洒落汞的地面处撒上多硫化钙、硫黄、漂白粉等任一物质的粉末，使汞转化为不挥发的毒性小的难溶盐。

第二节 分析化学实验用水的 制备方法和质量检验

分析化学实验需用大量的水，如洗涤仪器、溶解样品、配制溶液等都离不开水。自来水中常含有多种杂质如 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Na^{+} 、 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Cl^{-} 、 SO_4^{2-} 、 HCO_3^{-} 等，如作为分析用水会影响分析结果的准确度。因此，自来水只能在仪器的初步洗涤或降温冷却时使用。分析用水为纯水，必须先经一定的方法净化达到国家规定。根据分析任务和要求的不同，采用不同规格实验室用水。

我国国家标准 GB/T 6682—1992《实验室用水规格》中规定了实验室用水规格、等级、技术指标、制备方法及检验方法。这一标准的制定，对规范我国分析实验室的分析用水，提高分析方法的准确度起到了重要的作用。

一、分析用纯水的级别、用途及主要指标

国家标准规定实验室用水分为以下三级。

(1) 一级水 基本上不含有溶解或胶态离子杂质及有机物。用于有严格要求的分析实验，包括对颗粒有要求的实验，如高效液相色谱分析用水。

(2) 二级水 可含有微量的无机、有机或胶态杂质。用于无机痕量分析等实验，如原子吸收光谱分析用水。

(3) 三级水 是最普遍使用的纯水，适用于一般实验室实验工作，过去多采用蒸馏方法制备，故通常称为蒸馏水。

表 1-1 列出了实验室用一、二、三级水的主要指标。