

有机元素定量分析

余仲建編著



高等教育出版社

54.63
287
6.3

有机元素定量分析

余仲建編著

高等教育出版社

本书内容包括碳、氢、活泼氢、氮、磷、卤素、金属、砷、硅、镁、硼和铁等有机元素的分析方法及其理论。用发展的观点来叙述各种有机元素的测定方法，介绍经典的和一般通用的典型常量分析法、近代的半微量法和最新的微量法等，因此工作者可以按照具体的情况和设备进行最适当的工作。

本书除适于作为高等学校教学参考书外，也可供科学研究机关工作者、企业和工厂的分析部门中分析工作者参考。

有机元素定量分析

余 仲 建 编 著

高等教育出版社出版 北京宣武门内大街恩泰里7号

(北京市书刊出版业营业登记证出字第051号)

中央民族印刷厂印装 新华书店发行

统一书号 13010·610 开本 787×1092 1/16 印张 22 2/3 总页 3

字数 473,000 印数 00001—11,000 定价 (6) 2.00

1959年8月第1版 1959年8月北京第1次印刷

序

有机元素定量分析是研究有机化合物的最基本和最重要的步骤之一。早在十九世纪人们就已经通过元素的测定来研究有机化合物的结构，直到现在它在有机化学的领域中仍然占有重要的地位，并且成为组成有机分析这门科学的一员。随着科学日新月异的进展，测定元素的方法当然也追随客观形势的发展，不断地出现新的方法；另一方面，有机元素定量分析也被应用到生产实践中去解决各种问题。总括起来，有机元素定量分析目前有以下几方面的重要应用：

1. 在科学研究中合成新的有机化合物后，通过测定这个化合物中的某些元素的含量，判断它是否与所预料的符合。
2. 在一定的条件下进行新的有机化合物的合成，产生了非预期的反应时，研究这反应的过程。
3. 从天然物中分离出新的有机化合物时，测定它的组成。
4. 确定工农业产品的规格，例如测定氮、硫和磷等元素的含量以判断肥料的肥效；通过测定氮的含量，检验食品中蛋白质的含量；测定卤素的含量；检验某些农药的规格等。
5. 分析医药，例如砷的制剂。
6. 测定混合物中某一个组分的含量，在这种混合物中只有这一个组分中含有某种元素。

目前我国正在进行大规模的经济建设，以上所列的各种问题经常遇到，都需要解决。为此，编著一本讨论关于有机元素定量分析方面的书是很必要的。考虑到实际应用的情况，决定原则上采用历史发展的观点组成本书各章节的内容，尽可能地从经典的方法开始，从而进到近代的半微量和微量的方法，再进而引入最新的快速分析方法等（本书将快速分析法列在微量法中）。所谓经典方法是指那些目前还很有用的常量法，并不是那些只在化学史中才有意义的古代原始方法，因为讨论它们已经没有什么实际的意义了。常量法所以仍有价值是因为不需要很多专用的设备，有一般的实验室设备，和具有普通的化学知识和实验技术的同志，稍加学习后就可以进行，这对于某些还不够十分发达的地区是很适合的。另外，常量法虽然有消耗较多的试剂和操作比较麻烦的缺点，但是作为发展的基础来看还是很好的，工作的同志在掌握了常量法以后再进一步应用较新的方法可以免去发生许多困难，从而向近代的方法过渡。

半微量或微量法无论在物质使用上和分析所用的时间上都比常量法要节省很多，但是需要有一定的专用设备和纯度很高的试剂，尤其是微量法的要求更为严格，因此适于有基础的部门采用。全面掌握最新的快速分析方法当然需要丰富的知识和熟练的技术，这种方法的优点很多，目前在水平较高的地区除了已经是需要推行的先进方法以外，并且也是从事这

方面科学研究的方向之一，各国化学家现正在进行这方面的工作，我们当然也不例外。

虽然本书是按照以上所说的从有机元素定量分析发展的各个阶段进行编著的，但是每一阶段发表在文献中的方法是相当多的。为此，本书中只讨论有实用价值的或能作为典型的方法，其他的只能考虑其中有意义的一部分，结合编著者的经验在各节的讨论中加以叙述。某些半微量法和微量法虽然目前都很通行，但是它们在本质上是大同小异，为了免去重复，一般只叙述一种方法，或是列在半微量法中，或是列在微量法中，学者在运用半微量法或微量法时应该互相参考。另外，书中所说的甲法、乙法或丙法等并不一定全是按照方法新旧的次序编排的，只是为了某些地方连系上的方便而如此；另一方面，某些通行的方法是在旧法的基础上经过改进而成的，因此它们的界限也不能十分划分清楚。这里需要特别地指出这点。

本书中所用的名词除沿用众所周知的通行名称以外，其他都按照“化学物质命名原则”命名。度量衡基本上采用公制，各插图中所标明的长度数字，都是指“公厘”。在计量液体体积方面，凡是可以用量筒量取或是可以估计的，一律标以“cc.”字样，那些必须用容量仪器精确量取的则以“ml.”字样表示。各种试剂不特别标明纯度的规格，使用时应该注意选用符合要求的规格品，例如微量法中一般要用专供微量分析用的分析试剂。分析所用的水通常都应该用蒸馏水，因此也不特别标出。

分析天平是从事定量分析工作不可缺少的工具之一，常量法用的分析天平在各种定量分析书中都已有叙述，本书不再重复；关于新式的半微量和微量分析天平各书中还少记载，因此在第一章中讨论它们的构造、安装、维护和使用等。

由于编著者的才识还不丰富，书中可能出现错误的地方，希望专家和读者指出，以便在修订时改正。另外，本书在出版过程中，得到各方面的支持和大力协助，特此志谢。

编著者

目 录

序

第一章 半微量和微量分析天平	1
购买天平时应该如何选择	4
天平的安装	4
天平的维护	7
砝码的校正	7
称物法	11
(1)平重物 (2)镊子 (3)叉子 (4)支架 (5)用在天平盘上的支架 (6)小锤 (7)刷子 (8)干燥器	
第二章 碳和氢的测定	16
燃烧分析	16
I. 常量法	16
A. 仪器装置	16
(1)氧气和空气的供应 (2)计速管 (3)提纯氧气的装置 (4)燃烧管 (5)吸收装置	
(6)防护管 (7)氯化亚铂溶液管 (8)接头 (9)燃烧炉	
B. 试剂和物料	27
(1)氧气 (2)浓硫酸 (3)氧化铜 (4)二氧化铂 (5)高氯酸镁 (6)氯化钙 (7)氢氧化钠	
石棉 (8)苏打石灰 (9)氢氧化钾溶液 (10)氯化亚铂溶液 (11)氧化铜栓 (12)铜网卷	
(13)还原铜栓 (14)铬酸铅栓 (15)银网栓 (16)浮石	
C. 分析步法	29
(1)空白试验 (2)吸收装置的称定 (3)样品的称定 (4)样品的分析	
D. 分析结果的计算	32
E. 误差率或偏差率的限度	33
F. 分析时应该注意的地方	34
(1)装置 (2)空白试验 (3)样品的分析 (4)称定吸收装置和样品	
G. 含氮的样品中的碳和氢的测定	35
H. 含卤素或硫的样品中碳和氢的测定	35
I. 含碱金属或碱土金属的样品中的碳和氢的测定	35
J. 气体样品的分析	35
II. 半微量法	36
甲法	36
A. 仪器装置	36
(1)氧气的供应和提纯 (2)微动螺旋铰 (3)流速计 (4)吸收管 (5)自动控制样品燃烧的	
装置 (6)燃烧管 (7)加热装置 (8)吸收装置 (9)防护管 (10)吸气装置	
B. 试剂和物料	42
(1)无水高氯酸镁 (2)石棉 (3)铂石棉 (4)二氧化铂 (5)氧化铜 (6)铬酸铅 (7)二氧	
化铅 (8)银丝 (9)氢氧化钠石棉 (10)活栓胶合剂 (11)法兰绒和羚羊皮 (12)橡皮管	
C. 分析步法	45
(1)吸收装置的阻力试验 (2)气密试验 (3)吸收装置的称定 (4)新充填的燃烧管的灼烧	
(5)空白试验 (6)样品的称定 (7)已知物的分析 (8)样品的分析	
D. 分析结果的计算	51
讨论	51
乙法	52

A. 仪器装置	53
B. 分析步法	53
C. 分析结果的计算	55
II. 微量法	55
甲法	55
A. 仪器装置	56
(1)氧气的供应和提纯 (2)微动螺旋铰 (3)计速管和吸收管 (4)燃烧炉 (5)燃烧管	
(6)恒温装置 (7)吸收装置 (8)防护管 (9)吸气装置	
B. 试剂和物料	59
(1)无水高氯酸镁 (2)石棉 (3)铂石棉 (4)50% 氢氧化钾溶液 (5)氧化铜和铬酸铅 (6)二	
氧化铅 (7)氢氧化钠石棉 (8)活栓胶合剂 (9)十氢萘 (10)法兰絨和羚羊皮 (11)橡皮管	
C. 分析步法	61
(1)吸收装置的阻力试验 (2)气密试验 (3)吸收装置的称定 (4)新充填的燃烧管的灼烧	
(5)空白试验 (6)样品的称定 (7)已知物的分析 (8)样品的分析	
D. 分析结果的计算	62
E. 分析时应该注意的地方	62
F. 含砷、磷、锑、锡或铋的样品中的碳和氢的测定	63
G. 含碱金属或碱土金属的样品中碳和氢的测定	63
H. 气体样品的分析	63
乙法	63
A. 仪器装置	63
B. 分析步法	65
(1)只含碳、氢和氧的样品 (2)含硫样品的分析 (3)含卤素的样品中的碳和氢的测定	
(4)含氮的样品中的碳和氢的测定 (5)含汞的样品中的碳和氢的测定	
讨论	66
用重铬酸钾或高锰酸钾测定碳	68
A. 仪器装置	68
B. 分析步法	69
C. 分析结果的计算	69
讨论	69
第三章 活泼氢的测定	70
格林纳试剂法	70
反应	70
试剂	71
溶剂	71
反应的时间和温度	73
活泼氢的测定	73
I. 常量法	73
甲法	73
A. 仪器装置	73
B. 试剂和物料	74
(1)无水乙醚 (2)金属镁 (3)碘代甲烷 (4)碘片 (5)酒精和水的混合液	
C. 格林纳试剂的制备	75
D. 气密试验	75
E. 分析步法	76
乙法	77
A. 仪器装置	77
B. 试剂和物料	77
(1)氮气 (2)正丁醚 (3)碘代甲烷 (4)金属镁 (5)碘片	

C. 格林納試剂的制备	79
D. 分析步法	79
(1)空白值的測定和格林納試剂的濃度的标定 (2)活潑氫和能与格林納試剂起加成作用或縮合作用的官能团的測定	
討論	80
I. 半微量法	80
A. 仪器装置	80
B. 試剂和物料	82
(1)氮气 (2)异戊醚 (3)碘代甲烷 (4)金属鎂 (5)碘片	
C. 貯存格林納試剂的装置	82
D. 格林納試剂的制备	82
E. 分析步法	83
(1)空白值的測定和格林納試剂的濃度的标定 (2)活潑氫和能与格林納試剂起加成作用或縮合作用的官能团的測定	
II. 微量法	84
甲法	84
A. 仪器装置	84
B. 試剂和物料	85
(1)氮气 (2)异戊醚 (3)苯甲醚 (4)吡啶 (5)碘代甲烷 (6)金属鎂 (7)碘片	
C. 格林納試剂的制备	85
D. 分析步法	86
(1)样品的称定 (2)活潑氫的測定	
E. 分析結果的計算	87
乙法	88
A. 仪器装置	88
B. 試剂和物料	89
(1)氮气 (2)异戊醚 (3)溶剂 (4)碘代甲烷 (5)金属鎂 (6)碘片	
C. 格林納試剂的制备	89
D. 在分析装置中充入格林納試剂	90
E. 分析步法	90
(1)空白值的測定和格林納試剂的濃度的标定 (2)活潑氫和能与格林納試剂起加成作用或縮合作用的官能团的測定	
F. 分析結果的計算	91
丙法	91
A. 仪器装置	91
B. 格林納試剂的制备	92
C. 分析方法	93
氫化鋁鋰試剂法	93
反应	93
溶剂	95
分析	95
甲法	95
A. 仪器装置	95
B. 試剂和物料	96
(1)无水乙醚 (2)正丁醚 (3)氮气 (4)升华的氯化鋁 (5)1,4-二氧陆圀 (6)氫化鋰	
C. 氫化鋁鋰試剂的制备	97
(1)氫化鋁鋰的制备 (2)氫化鋁鋰試剂的制备	
D. 分析方法	97
E. 分析結果的計算	98

乙法	98
A. 仪器装置	98
B. 试剂和物料	99
(1)四氫呋喃 (2)氫化鋁鋰試劑 (3)正丙醇(或乙醇)的苯溶液	
C. 分析步法	99
D. 分析結果的計算	99
第四章 氮的測定	101
杜馬法	101
I. 常量法	101
A. 仪器装置	101
(1)二氧化碳气的供应 (2)压力計、活栓和U管等 (3)燃燒炉 (4)燃燒管 (5)氮素計	
B. 试剂和物料	108
(1)硫酸 (2)碳酸鉀溶液或碳酸氫鈉 (3)氧化銅栓 (4)銅网栓 (5)还原銅栓 (6)氧化銅	
(7)氫氧化鉀溶液 (8)汞	
C. 分析步法	110
(1)样品的称定 (2)空白試驗 (3)样品的分析	
D. 分析結果的計算	114
E. 誤差率或偏差率的限度	114
討論	115
II. 半微量法	116
甲法	116
A. 仪器装置	116
(1)二氧化碳气的供应 (2)計速管 (3)燃燒管 (4)氮素計 (5)充填燃燒管用漏斗 (6)活栓	
B. 试剂和物料	119
(1)二氧化碳气 (2)石棉 (3)氧化銅 (4)还原銅栓 (5)氫氧化鉀溶液 (6)純汞	
C. 分析步法	120
(1)样品的称定 (2)燃燒管中每次需要換新的充填物的充填 (3)样品的分析 (4)空白分析	
D. 分析結果的計算	123
乙法	123
A. 仪器装置	123
B. 试剂和物料	123
C. 分析步法	123
(1)样品的称定 (2)燃燒管中每次需要換新的充填物的充填 (3)样品的分析	
D. 分析結果的計算	124
丙法	125
A. 分析步法	125
(1)样品的称定 (2)样品的分析 (3)空白分析	
B. 分析結果的計算	126
III. 微量法	126
甲法	126
A. 仪器装置	126
(1)二氧化碳气的供应 (2)量气管 (3)燃燒管 (4)氮素計	
B. 试剂和物料	127
(1)氧化銅 (2)还原銅屑 (3)石棉 (4)氫氧化鉀溶液 (5)純汞 (6)大理石 (7)濃盐酸	
C. 分析步法	128
(1)样品的称定 (2)燃燒管中每次需要換新的充填物的充填 (3)样品的分析 (4)空白分析	
D. 分析結果的計算	131
討論	131
乙法	133

A. 仪器装置	133
(1)二氧化碳气的供应 (2)流速計 (3)燃燒管 (4)加热装置 (5)氮素計	
B. 試剂和物料	134
(1)二氧化碳气 (2)石棉 (3)氧化銅 (4)还原銅屑 (5)氫氧化鉀溶液 (6)純汞	
C. 分析步法	134
(1)样品的称定 (2)新充填好的燃燒管的灼燒 (3)空白值的測定 (4)对照分析 (5)样品的分析	
D. 分析結果的計算	136
丙法	136
A. 仪器装置	137
(1)燃燒管 (2)燃燒炉 (3)二氧化碳气发生器 (4)氮素計	
B. 試剂和物料	137
(1)氧化鋁 (2)霍布加来特触媒 (3)50% 氫氧化鉀溶液 (4)純汞 (5)石英棉	
C. 分析步法	138
(1)新充填的燃燒管的灼燒 (2)空白值的測定 (3)样品的分析	
D. 分析結果的計算	139
克达尔法	139
I. 常量法	140
甲法	140
A. 仪器装置	140
B. 試剂和物料	141
(1)濃硫酸 (2)硫酸鉀或硫酸鈉 (3)无水硫酸鈉 (4)金屬汞、氧化汞或硫酸汞 (5)酒石	
(6)經体石墨 (7)4% 硼酸溶液 (8)飽和硫酸鎂溶液 (9)1N 硫化鈉溶液或1N 硫代硫酸	
鈉溶液 (10)0.1N 标准盐酸溶液 (11)0.1N 标准氫氧化鈉溶液 (12)甲基紅指示剂	
(13)10N 氫氧化鈉溶液	
C. 分析步法	142
討論	143
D. 分析結果的計算	144
乙法	144
A. 硝基物和亚硝基物等	144
(1)硫代水楊酸法 (2)氯化亚鉄法 (3)水楊酸—苯粉法	
B. 肼和脲等	145
II. 半微量法	145
A. 仪器装置	145
B. 試剂和物料	146
(1)濃硫酸 (2)氫碘酸 (3)紅磷 (4)氫氧化鈉—硫化鈉溶液 (5)硫酸鉀和触媒	
(6)4% 硼酸溶液或飽和硼酸溶液 (7)0.025N 标准盐酸溶液 (8)甲基紅—美藍指示剂	
C. 分析步法	146
D. 空白分析	147
E. 分析結果的計算	147
討論	147
III. 微量法	149
甲法	149
A. 仪器装置	149
B. 試剂和物料	150
(1)濃硫酸 (2)氫碘酸 (3)紅磷 (4)酞酸汞 (5)硫酸鉀 (6)18N 硫酸 (7)氫氧化鉀—	
硫代硫酸鈉溶液 (8)飽和硼酸溶液 (9)0.01N 标准盐酸溶液 (10)甲基紅—四溴苯酚藍	
指示剂	
C. 分析步法	151
(1)样品的称定 (2)样品的还原 (3)蒸煮 (4)蒸餾 (5)滴定 (6)空白分析	

D. 分析結果的計算	153
討論	153
乙法	156
A. 儀器裝置	156
B. 試劑和物料	156
(1)濃硫酸 (2)硫酸鉀—硫酸汞混合物 (3) 50% 氫氧化鈉溶液 (4)碳酸氫鈉 (5)溴化鉀	
(6) 0.02N 标准次氯酸鈉溶液 (7) 0.02N 标准亚砷酸鈉溶液 (8)胙黃指示劑	
C. 分析步法	157
D. 分析結果的計算	157
氫化法	157
甲法	157
A. 儀器裝置	157
B. 試劑和物料	158
(1)氫氣 (2)氧化鎳 (3)硝酸鈦 (4)苏打石灰 (5)石棉 (6) 0.02N 标准硫酸溶液	
(7) 0.02N 标准 氫氧化鈉溶液 (8)甲基紅指示劑 (9) 50%氫氧化鉀溶液 (10) 5%高錳酸鉀溶液	
C. 分析步法	158
(1)触媒的制备 (2)燃燒管的充填 (3)空白試驗 (4)样品的称定 (5)样品的分析	
D. 分析結果的計算	159
討論	159
乙法	160
A. 儀器裝置	160
B. 試劑和物料	160
(1)氫氣 (2)純汞 (3)鎳触媒 (4)无水碳酸鈉 (5) 0.02N 标准盐酸溶液 (6) 0.02N 标准氫氧化鈉溶液 (7)甲基紅指示劑	
C. 分析步法	161
D. 分析結果的計算	161
討論	161
第五章 氧的測定	162
氧化法	162
A. 儀器裝置	163
(1)氧氣的供应 (2)流速計 (3)循环氧氣的裝置 (4)燃燒管 (5)吸收裝置 (6)压力計	
(7)分析裝置的恒温裝置	
B. 試劑和物料	166
(1)氧氣 (2)附着在浮石上的五氧化磷 (3)氯化鈣 (4)石棉 (5)鉑石棉 (6)氫氧化鈉石棉	
(7)二氧化鉛 (8)十氫萘 (9)純汞 (10)邻-苯二甲酸正丁酯 (11)活栓胶合剂	
C. 分析步法	166
(1)分析裝置中的容积的測定 (2)空白分析 (3)样品的分析	
D. 分析結果的計算	171
討論	173
氫化法	173
I. 常量法	173
甲法	173
A. 儀器裝置	173
B. 試劑和物料	175
(1) 5% 氯化鉑溶液 (2)石棉 (3)鉑石棉 (4)氧化鎳 (5)高氯酸鎂 (6)酸性高錳酸鉀溶液	
(7)碱性高錳酸鉀溶液 (8)硫酸銀溶液 (9)氫氧化鈉石棉 (10)鋅粒 (11)稀硫酸	
C. 分析步法	176
(1)鎳触媒的制备 (2)空白試驗 (3)样品的分析	
D. 分析結果的計算	177

E. 分析时应该注意的事项	177
F. 含氮的样品的分析	177
G. 含硫的样品的分析	178
H. 含卤素的样品的分析	178
I. 兼含氮、硫或卤素的样品的分析	179
乙法	179
A. 仪器装置	180
B. 试剂和物料	180
(1) 5% 氯化铂溶液 (2) 石棉 (3) 铂石棉, (4) 硝酸镍 (5) 硝酸钪 (6) 高氯酸镁 (7) 氢氧化钠石棉 (8) 酸性高锰酸钾溶液 (9) 碱性高锰酸钾溶液 (10) 硫酸银溶液 (11) 氩气 (12) 铂石英 (13) 多孔的铂片	180
C. 分析步法	181
(1) 镍触媒的制备 (2) 燃烧管的充填 (3) 空白值的测定 (4) 样品的分析	181
D. 分析结果的计算	182
E. 含氮的样品的分析	182
F. 含硫的样品的分析	182
II. 半微量法	182
A. 仪器装置	183
(1) 氩气的供应 (2) 燃烧管 (3) 燃烧炉 (4) 吸收装置 (5) 流速计	183
B. 试剂和物料	184
(1) 亚铂酸镍触媒 (2) 高氯酸镁 (3) 氢氧化钠石棉 (4) 银丝 (5) 硫酸银 (6) 石棉	184
C. 分析步法	185
(1) 新充填的燃烧管的灼烧 (2) 样品的分析	185
D. 分析结果的计算	185
讨论	185
碳化法	185
A. 仪器装置	190
(1) 供应氮气的装置 (2) 流速计 (3) 氮气提纯装置 (4) 燃烧管 (5) 吸收卤素或硫的吸收管 (6) 氧化管 (7) 吸收管	190
B. 试剂和物料	191
(1) 氮气 (2) 碳粒 (3) 还原铜 (4) 石棉 (5) 附着在浮石上的五氧化磷 (6) 氢氧化钠石棉 (7) 粒状的氢氧化钾 (8) 五氧化二碘 (9) 20% 氢氧化钠溶液 (10) 20% 醋酸钠溶液 (11) 10% 醋酸钾的冰醋酸溶液 (12) 10% 碘化钾溶液 (13) 溴 (14) 甲酸 (15) 2N 硫酸 (16) 0.02N 硫代硫酸钠溶液 (17) 淀粉指示剂 (18) 甘油 (19) 冰醋酸 (20) 活栓胶合剂 (21) 石英屑 (22) 石英丝 (23) 玻璃棉	191
C. 分析步法	193
(1) 新充填的燃烧管的灼烧 (2) 样品的称定 (3) 空白试验 (4) 样品的分析	193
D. 分析结果的计算	194
讨论	194
第六章 卤素和硫的测定	197
燃烧分析	197
I. 常量法	197
甲法	197
A. 仪器装置	197
B. 试剂和物料	198
(1) 空气 (2) 5% 过氧化氢溶液 (3) 10% 氢氧化钾溶液 (4) 0.2N 标准氢氧化钠溶液 (5) 甲基红—美蓝指示剂	198
C. 分析步法	198
讨论	200

乙法	201
A. 仪器装置	201
B. 试剂和物料	202
(1)空气 (2)氢氧化钡溶液 (3)氧化铁 (4)5%亚硫酸钠溶液 (5)6N硝酸 (6)0.1N标准硝酸银溶液 (7)0.1N标准硫酸钾溶液 (8)铁矾指示剂	
C. 分析步法	202
D. 分析结果的计算	202
I. 半微量法	203
甲法	203
乙法	203
A. 仪器装置	203
(1)氧气的供应 (2)微动螺旋铰 (3)流速计 (4)燃烧管 (5)铂触媒 (6)玻璃栓 (7)过滤装置	
B. 试剂和物料	208
测定氯或溴所用的:	
(1)氧气 (2)水 (3)浓硝酸 (4)碳酸钠溶液 (5)亚硫酸钠溶液 (6)30%过氧化氢溶液 (7)5%硝酸银溶液 (8)95%酒精 (9)0.1N硝酸	
测定硫所用的:	
(1)氧气 (2)水 (3)5%过氧化氢溶液 (4)2N盐酸 (5)6N氢氧化钡溶液 (6)0.025N标准氯化钡溶液 (7)0.025N标准氢氧化钠溶液 (8)饱和重铬酸钾溶液 (9)0.025N标准硫酸亚铁铵溶液 (10)二苯胺磺酸钡指示剂	
C. 分析步法	209
讨论	211
D. 分析结果的计算	211
(1)测定氯或溴的含量 (2)测定硫的含量	
E. 碘的测定	212
丙法	213
丁法	214
A. 仪器装置	214
B. 试剂和物料	214
(1)氧气 (2)铂石棉 (3)1N氢氧化钠溶液 (4)铂黑 (5)碱性高锰酸钾溶液 (6)2N硫酸 (7)0.05N标准碘溶液 (8)0.05N标准硫代硫酸钠溶液 (9)淀粉液指示剂	
C. 分析步法	215
D. 分析结果的计算	215
讨论	215
II. 微量法	217
甲法	217
乙法	217
丙法	217
A. 仪器装置	217
(1)氧气的供应 (2)流速管 (3)燃烧管 (4)燃烧炉 (5)吸收管	
B. 试剂和物料	219
(1)氧气 (2)过氧化氢溶液 (3)石英棉	
C. 分析步法	220
讨论	224
丁法	224
A. 仪器装置	225
B. 试剂和物料	225
(1)氧气 (2)4N氢氧化钾溶液 (3)10%硫酸锌溶液 (4)10%醋酸钠溶液 (5)3N盐酸 (6)10%碘化钾溶液 (7)冰醋酸 (8)碘化钾 (9)乙醚 (10)0.02N标准碘溶液	

(11) 0.02N 标准硫代硫酸钠溶液 (12) 淀粉液指示剂	
C. 分析步法	227
D. 分析结果的计算	227
讨论	228
卡里乌斯法	228
I. 常量法	229
A. 仪器装置	229
(1) 分解管 (2) 样品管 (3) 电炉	
B. 试剂和物料	231
(1) 发烟硝酸 (2) 氯化银—氯化钡溶液 (3) 饱和苦味酸溶液 (4) 浓盐酸 (5) 硝酸银	
(6) 氯化钡 (7) 溴化钾	
C. 分析步法	231
D. 分析结果的计算	233
讨论	234
II. 半微量法	234
A. 仪器装置	234
B. 试剂和物料	235
(1) 发烟硝酸 (2) 5% 氯化银溶液 (3) 饱和苦味酸溶液 (4) 浓盐酸 (5) 硝酸银	
(6) 溴化钾	
C. 分析步法	236
D. 分析结果的计算	236
III. 微量法	236
熔化法	237
I. 常量法	237
A. 仪器装置	237
B. 试剂和物料	239
(1) 蔗糖 (2) 过氧化钠 (3) 高氯酸钾 (4) 硝酸钾 (5) 40% 硫酸肼溶液 (6) 5% 亚硫酸氢	
钠溶液 (7) 3% 过氧化氢溶液 (8) 5% 氯化银溶液 (9) 饱和苦味酸溶液 (10) 浓盐酸	
(11) 6N 硝酸 (12) 0.1N 标准硝酸银溶液 (13) 0.1N 标准硫氰酸钾溶液 (14) 铁矾指示剂	
C. 分析步法	239
讨论	241
II. 微量法	241
A. 仪器装置	241
(1) 金属钠 (2) 过氧化钠分解棒 (3) 过滤装置	
B. 试剂和物料	242
(1) 过氧化钠 (2) 硝酸钾—蔗糖混合物 (3) 铂氯酸溶液	
C. 分析步法	242
讨论	247
金属钠还原法	247
I. 常量法	247
甲法	247
A. 试剂和物料	247
(1) 金属钠 (2) 无水酒精 (3) 6N 硝酸 (4) 0.1N 标准硝酸银溶液 (5) 0.2N 标准硫氰	
酸钾溶液 (6) 铁矾指示剂	
B. 分析步法	248
C. 分析结果的计算	248
讨论	248
乙法	248
A. 试剂和物料	248
(1) 金属钠 (2) 液氮 (3) 无水乙醚 (4) 三正丁胺 (5) 硝酸铵 (6) 3N 硫酸 (7) 0.1N 标	

准确酸銀溶液 (8) 0.1N 标准硫氰酸鉀溶液 (9) 鉄矾指示剂	
B. 分析步法	249
C. 分析結果的計算	249
II. 半微量法	249
A. 試剂和物料	249
(1) 金属鈉 (2) 一乙醇胺 (3) 1,4-二氧陆圀	
B. 分析步法	250
C. 分析結果的計算	250
討論	250
III. 微量法	251
氧化法	251
I. 常量法	251
A. 仪器裝置	251
B. 試剂和物料	251
(1) 10% 过氧化鈉溶液 (2) 重鉻酸鉀粉末 (3) 濃硫酸 (4) 6N 硝酸 (5) 0.05N 标准硝 酸銀溶液 (6) 0.05N 标准硫氰酸鉀溶液 (7) 鉄矾指示剂	
C. 分析步法	251
討論	252
II. 微量法	253
A. 仪器裝置	253
B. 試剂和物料	254
(1) 过氧化氫溶液 (2) 硫酸銀溶液 (3) 重鉻酸鉀粉末 (4) 0.01N 标准氫氧化鈉溶液 (5) 0.01N 标准硫酸溶液 (6) 氫醌化汞溶液 (7) 0.01N 标准氯化鈉溶液 (8) 甲基紅— 美藍指示剂	
C. 分析步法	254
氮的測定	254
常量法	255
A. 試剂和物料	255
(1) 过氧化鈉 (2) 淀粉 (3) 3N 盐酸 (4) 2N 碳酸鈉溶液 (5) 20% 氯化鈣溶液 (6) 2N 醋酸 (7) 甲基紅指示剂	
B. 分析步法	255
C. 分析結果的計算	256
半微量法	256
A. 仪器裝置	256
B. 試剂和物料	256
(1) 粒狀的金属鈉 (2) 粒狀的金属鉀 (3) 无水酒精	
C. 分析步法	257
第七章 磷的測定	262
卡里烏斯法	262
A. 試剂和物料	262
(1) 发烟硝酸 (2) 鎂混液試剂 (3) 濃氫氧化銨溶液 (4) 6N 氫氧化銨溶液 (5) 2N 氫氧 化銨溶液	
B. 分析步法	262
C. 分析結果的計算	262
熔化法	263
I. 常量法	263
A. 試剂和物料	263
(1) 过氧化鈉 (2) 高氯酸鉀 (3) 蔗糖 (4) 硝酸銨 (5) 硝酸銨溶液 (6) 鉬酸銨試剂 (7) 飽和檸檬酸溶液 (8) 6N 硝酸 (9) 3N 氫氧化銨溶液 (10) 濃氫氧化銨溶液 (11) 6N	

氢氧化铵溶液 (12) 镁混液试剂	
B. 分析步法	263
C. 分析结果的计算	264
II. 半微量法	264
甲法	264
A. 仪器装置	264
B. 试剂和物料	264
(1) 过氧化钠 (2) 高氯酸钾 (3) 蔗糖 (4) 钼酸铵溶液 (5) 硝酸铵溶液 (6) 硝酸铵洗液	
(7) 5N 硝酸 (8) 5N 氢氧化铵溶液	
C. 分析步法	264
D. 分析结果的计算	265
讨论	266
乙法	266
A. 试剂和物料	266
(1) 硝酸钾—氢氧化钾混合物 (2) 钼酸铵溶液 (3) 硝酸铵溶液 (4) 硝酸铵洗液 (5) 5N 硝酸	
(6) 5N 氢氧化铵溶液	
B. 分析步法	266
C. 分析结果的计算	266
III. 微量法	266
A. 试剂和物料	266
(1) 过氧化钠 (2) 硝酸钾—蔗糖混合物 (3) 硫酸—硝酸混合液 (4) 硫酸铵—钼酸铵试剂	
(5) 硝酸铵溶液 (6) 无水酒精 (7) 无水乙醚	
B. 分析步法	267
C. 分析结果的计算	267
讨论	267
硝酸—硫酸法	267
I. 常量法	268
A. 试剂和物料	268
(1) 硝酸—硫酸混合液 (2) 50% 硝酸铵溶液 (3) 钼酸铵试剂 (4) 0.2N 标准氢氧化钠	
溶液 (5) 0.2N 标准硝酸溶液 (6) 酚酞指示剂	
B. 分析步法	268
C. 分析结果的计算	268
讨论	269
II. 半微量法	269
A. 试剂和物料	269
(1) 硝酸铵溶液 (2) 钼酸钠溶液 (3) 浓硫酸 (4) 浓硝酸 (5) 30% 过氧化氢溶液	
(6) 0.3N 硝酸 (7) 无水酒精 (8) 无水乙醚	
B. 分析步法	270
C. 分析结果的计算	270
III. 微量法	271
A. 试剂和物料	271
(1) 浓硫酸 (2) 浓硝酸 (3) 30% 过氧化氢溶液 (4) 硫酸铵—钼酸铵试剂 (5) 硝酸铵溶液	
(6) 硫酸—硝酸混合液 (7) 无水酒精 (8) 无水乙醚	
B. 分析步法	271
C. 分析结果的计算	271
燃烧法	271
微量法	271
A. 试剂和物料	271
(1) 碳酸钠—硝酸钠混合物 (2) 3N 硝酸 (3) 硫酸—硝酸混合液 (4) 硫酸铵—钼酸铵试剂	
(5) 硝酸铵溶液 (6) 无水酒精 (7) 无水乙醚	

B. 分析步法	272
鉻酸法	272
常量法	273
A. 試剂和物料	273
(1) 鉻酸 (2) 硝酸鉄 (3) 鉬酸鉍試剂 (4) 硝酸鉍溶液 (5) 24N 硫酸 (6) 1N 氫氧化鉍溶液	
(7) 飽和檸檬酸溶液 (8) 錳混液試剂 (9) 3N 氫氧化鉍溶液 (10) 6N 氫氧化鉍溶液	
(11) 濃氫氧化鉍溶液	
B. 分析步法	273
C. 分析結果的計算	273
高錳酸鉀法	273
常量法	274
A. 試剂和物料	274
(1) 高錳酸鉀 (2) 10% 亚硝酸鈉溶液 (3) 濃硝酸 (4) 50% 硝酸鉄溶液 (5) 鉬酸鉍試剂	
(6) 0.2N 标准氫氧化鈉溶液 (7) 0.2N 标准硝酸溶液 (8) 酚酞指示剂	
B. 分析步法	274
C. 分析結果的計算	274
第八章 砷的測定	275
硝酸—硫酸法	275
I. 常量法	275
A. 試剂和物料	275
(1) 发烟硝酸 (2) 濃硫酸 (3) 硫酸鉍 (4) 碳酸氫鈉 (5) 飽和碳酸氫鈉溶液 (6) 4N 碳酸	
氫鈉溶液 (7) 碘化鉀 (8) 0.05N 标准碘溶液 (9) 0.05N 标准硫代硫酸鈉溶液 (10) 1%	
淀粉液指示剂 (11) 硫酸肼 (12) 溴化鉀 (13) 0.1N 标准碘酸鉀溶液	
B. 分析步法	276
C. 分析結果的計算	276
II. 半微量法	276
A. 試剂和物料	276
(1) 濃硝酸 (2) 12N 硫酸 (3) 30% 过氧化氫溶液 (4) 濃盐酸 (5) 碳酸氫鈉 (6) 10%	
碘化鉀溶液 (7) 0.025N 标准硫代硫酸鈉溶液 (8) 淀粉液指示剂	
B. 分析步法	277
(1) 样品的分析 (2) 空白分析	
C. 分析結果的計算	277
討論	277
III. 微量法	278
A. 試剂和物料	278
(1) 12N 硫酸 (2) 濃硝酸 (3) 30% 过氧化氫溶液 (4) 濃盐酸 (5) 碘化鉀 (6) 0.02N 标	
准硫代硫酸鈉溶液 (7) 淀粉液指示剂	
B. 分析步法	278
(1) 样品的分析 (2) 空白分析	
C. 分析結果的計算	278
熔化法	278
微量法	279
A. 試剂和物料	279
(1) 过氧化鈉 (2) 蔗糖 (3) 碘化鉀 (4) 濃盐酸 (5) 0.02N 标准硫代硫酸鈉溶液 (6) 淀	
粉液指示剂	
B. 分析步法	279
C. 分析結果的計算	279
第九章 金屬的測定	280
灼燒法	281