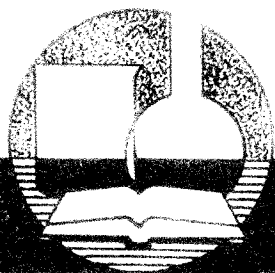


中等专业学校教材

化工分析实验

湖南化工学校等 合编 柳明现 主编



HUAGONG

014-33

化学工业出版社

朱永泰，兰州化校毕务贤，常州化校沈吕星。他们对初稿提出了许多宝贵的意见，最后由柳明现统一修改定稿。

由于编者水平所限，书中定有不妥和错误之处，恳切欢迎批评指正。

编者

1988.3

前 言

本书系根据1987年3月化工部基础化学教材编审委员会审订的《化工分析教学大纲》编写的，与《化工分析》一书配套使用，作为中等专业学校化工类专业的化工分析实验教材。

为了加强实践性教学环节，使学生掌握好分析实验的基本操作，书中对各个实验项目的目的、基本原理、操作步骤，都作了较详细的叙述。并对常用分析仪器的性能、使用及操作要领等作了适当的说明。

为了培养学生理论联系实际，分析问题和解决问题的能力，对于实验中，用常规方法能够计算的一些试剂用量和分析结果的计算公式，书中没有给出，留给学生预习中解决。

考虑到化工类各专业的差异性和各校的特点，书中所编写的实验项目，比大纲规定的稍多。所增加的实验项目用“*”号表示，供各校选用。

本书采用国际单位制，用《物质的量》代替《当量》。有关计算公式与《化工分析》教材一致。

此外，考虑到实验教学的准备和实验室管理的需要，本书编写了《分析实验室的基本知识》一章，作为学生进实验室前的必读材料。

本书第一、四、五、六章由湖南化校柳明现执笔，第二、三章由北京化校王芝执笔。全书由吉林化校张振宇主审。参加审稿会的还有常州化校黄一石，河北化校靳东来、

目 录

前 言

第一章 分析实验室的基本知识	1
第一节 化工分析实验的任务和要求	1
第二节 分析实验室规则及安全注意事项	2
第三节 分析用水及化学试剂	3
第二章 分析天平与称量	7
第一节 分析天平	7
第二节 称样方法	14
第三节 称量实验	15
实验一 分析天平的称量练习	15
第三章 滴定分析法	17
第一节 滴定分析仪器	17
第二节 滴定分析实验	24
实验二 滴定分析仪器使用练习	24
实验三 0.1mol/L NaOH标准溶液的配制与标定	26
实验四 0.1mol/L HCl标准溶液的配制与标定	27
实验五 烧碱液分析	29
实验六 纯碱含量的测定	30
实验七 醋酸含量的测定	32
*实验八 工业硫酸含量的测定	33
实验九 铵盐纯度的测定	34
实验十 工业甲醛含量的测定	35
实验十一 工业用水中氯含量的测定	36
实验十二 EDTA标准溶液的配制与标定	38

实验十三	工业用水总硬度测定	40
实验十四	铝盐中铝含量的测定	41
•实验十五	石灰石中钙镁含量的测定	43
实验十六	0.02mol/L KMnO_4 标准溶液的配制与标定	44
实验十七	硫酸亚铁含量的测定	46
实验十八	双氧水含量的测定	47
实验十九	0.1mol/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制与标定	48
实验二十	醋酸铜氨液中总铜含量的测定	49
实验二十一	工业苯酚含量的测定	51
第四章	气体分析	53
第一节	常用气体分析仪器	53
第二节	气体试样的采集	57
第三节	气体分析实验	59
实验二十二	半水煤气的全分析	59
第五章	吸收光度分析法	65
第一节	72型分光光度计	65
第二节	721、751型分光光度计	69
第三节	分光光度分析实验	74
实验二十三	用邻二氮菲光度法测定纯碱中微量铁	74
实验二十四	水中微量酚的测定	77
•实验二十五	紫外分光光度法测定萘含量	79
第六章	气相色谱分析法	82
第一节	102-G型气相色谱仪	82
第二节	具有两根色谱柱的气相色谱仪	90
第三节	气相色谱分析实验	96
实验二十六	半水煤气全分析	96
实验二十七	苯、甲苯、邻二甲苯混合物的分析	98
•实验二十八	苯、甲苯、二甲苯异构体混合物的分析	99

附 录

表一	常用酸碱试剂的浓度及相对密度.....	102
表二	常用指示剂表.....	102
(一)	酸碱指示剂.....	102
(二)	氧化还原指示剂.....	104
(三)	金属指示剂.....	105
表三	络合滴定常用的缓冲溶液.....	105
表四	原子量表 (1979年)	106

第一章 分析实验室的基本知识

第一节 化工分析实验的任务和要求

一、实验任务

化工分析实验是化工分析课程的重要组成部分，在学习了化工分析基本理论之后，通过实验，使学生理论联系实际，建立起准确的量的概念。使学生正确、熟练地掌握分析过程的基本操作技能，初步学会处理实验数据及正确表达分析结果的方法。锻炼学生分析和解决问题的能力。同时培养学生实事求是的科学态度，认真、细致和严谨的工作作风。

二、实验要求

1. 每次实验前，认真阅读实验教材，并复习与实验有关的基本理论。做到对整个实验心中有数，避免实验过程中出现忙乱、脱节和盲目操作的现象。

2. 实验时，掌握正确的操作方法，详细记录实验中所观察到的现象和所测得的原始数据。

3. 根据实验所观察到的现象和原始记录数据认真地写出实验报告。在实验中，发现的问题，误差分析，经验教训，心得体会等，可以写在讨论一栏中。

实验报告通常包括以下内容

(1) 日期 年 月 日

(2) 实验内容

(3) 实验原理

(4) 操作步骤

(5) 计算

(6) 讨论

第二节 分析实验室规则及安全注意事项

一、实验室规则

1. 遵守实验室各项制度, 认真操作, 保持肃静, 尊重教师的指导及实验室人员的职权和劳动。

2. 根据仪器清单, 领取所需之仪器, 清点清楚。实验过程中如有损坏, 应及时填写报损单并补领。实验课程结束时要按清单交还仪器。

3. 贵重公用仪器(如天平), 使用前要认真检查, 如发现部件短缺或性能不正常, 应停止使用, 及时报告教师。

4. 爱护仪器, 节约试剂、水和电。

5. 废纸、废液应倒入废液缸中, 严禁倒入水槽, 以防止堵塞下水道, 污染环境。要随时保持操作台面整齐清洁。实验后要按规定搞好实验室的卫生。

二、实验室安全

1. 易燃、易爆物质必须根据需要领取, 使用时要远离火源, 并严格按操作规程操作。

2. 凡涉及有毒、有刺激性气体的操作, 一定要在通风厨中进行。取用剧毒物质时, 必须有严格审批手续, 按量领取, 剩余废液或反应产物都必须统一回收, 统一处理, 决不允许倒入下水道。

3. 加热或浓缩液体, 一般都应在通风厨内的电热板上进行。在电炉上加热时, 可垫上石棉铁丝网, 以防过热或爆沸, 造成不必要的损失。

4. 绝对禁止在实验室饮食、抽烟。不准穿背心、拖鞋进入实验室，以防意外事故。

5. 每次实验后，应关好水、电，处理好废物，方可离开实验室。

三、事故的紧急处理

1. 烫伤。切勿用水冲洗。应在伤处抹上苦味酸溶液、烫伤膏、万花油等，较严重者应送医院处理。

2. 酸或碱溅入眼内。应立即用大量水冲洗，然后分别用饱和碳酸氢钠、硼酸溶液冲洗，最后再用水冲洗。

3. 化学灼伤。立即用大量水冲洗，除去残留在伤处的化学物质（起的水泡千万不能挑破），再用1:1,000新洁而灭消毒，用消毒纱布包扎好，送医院治疗。

4. 玻璃割伤。伤口内若有碎玻璃屑，应先排除，再撒上消炎粉，涂上红药水并包扎。

5. 触电。应立即切断电源，必要时进行人工呼吸。

6. 起火。应立即采取措施防止火势蔓延（如切断电源、移走易燃药品等），并根据起因选用正确方法灭火。

7. 毒物进入口内。可把5~10ml稀硫酸铜溶液加入一杯温水中，口服后，用手指伸入咽喉部，促成呕吐，然后送医院。

第三节 分析用水及化学试剂

一、分析用水

分析用的纯水，是分析化学实验室最常用的溶剂和洗涤剂。因此，使用的水，必须经过制备达到分析用水的技术要求。制备纯水的方法通常有蒸馏法和离子交换法。

1. 蒸馏法。将普通水在蒸馏器中加热成蒸汽，除去非

挥发性杂质，再将水蒸汽冷凝成水，称为蒸馏水。

2. 离子交换法。普通水经过离子交换树脂时，水中所含杂质离子（阴离子和阳离子）与离子交换树脂上的 OH^- 和 H^+ 分别交换，交换到水中的 OH^- 和 H^+ 结合成水，得到的纯水称“去离子水”。

3. 水质的要求。纯水中不得含有 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等；纯水的pH值应为6~7；25℃时，纯水的电阻率为 $(1.0\sim 10) \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 。

二、化学试剂

1. 试剂的规格。市售化学试剂的规格，以其所含杂质量的不同，一般分为三级，见表1-1。

表 1-1 试剂规格和适用范围

等 级	名 称	适用范围	标签颜色
一级品	保证试剂 (GR)	高纯度，作精密分析和科研及基准物质用	绿色
二级品	分析纯试剂 (AR)	作大多数分析和科研之用	红色
三级品	化学纯试剂 (CR)	作一般厂矿、学校日常分析用	蓝色

此外，还有基准试剂，光谱纯试剂，色谱纯试剂，统称为特种试剂。

基准试剂的纯度相当于或高于保证试剂，在容量分析中用来标定标准溶液。

光谱纯试剂 (SP)，其杂质含量用光谱分析法测不出或

杂质含量低于某一限度。主要用于光谱分析中作基准物。

在分析工作中，选用试剂的等级除与所采用的方法相适应外，还要与实验用水，操作仪器的精密度相适应，才能达到分析结果的准确度。如选用GR级试剂，就应该用经过两次蒸馏制得的重蒸馏水。

2. 试剂的保管

(1) 市售原装试剂。对原装试剂实验室应分类存放，以免造成药物变质失效，甚致引起安全事故。

无机物一般按周期表分类存放。

盐类：钠盐、钾盐、铵盐、镁盐……。

碱类：氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化铵……。

酸类：硫酸、盐酸、硝酸……。

氧化物：氧化钙、氧化铜……。

有机物一般按官能团分类

烃类、醇类、醛类、酚类、酮类、羧酸类、胺类……。

(2) 特殊试剂的保存。

①见光易分解的试剂，应贮存于棕色瓶内，置于阴暗处。

②吸水性强的试剂，应该用腊封好。

③易于相互作用的试剂，如氧化剂与还原剂，易挥发的酸与氨应分开存放。

④易燃、易爆的试剂应与其它试剂分开，贮存于通风阴凉、不受阳光直射的地方。

⑤剧毒试剂，如氰化物、氢氟酸、二氯化汞、三氧化二砷（砒霜）等，应有专人保管，严格领用手续，以免发生事故。

⑥易腐蚀玻璃的试剂，如氟盐、苛性碱等应放在带有胶

塞的试剂瓶中。

⑦易分解的试液，应在使用前配制。

(3) 试剂的取用

①取用试剂时，瓶塞应翻转倒置于洁净之处，取后立即盖好。

②取固体试剂时，应用干净滤纸擦净药勺。取强碱性试剂后的药勺应立即洗净，以免腐蚀。

③用精密量具取试液时，一定要用少量被取试液洗涤量具2~3次。

④试剂瓶必须贴上标签，写明试剂名称、规格、并涂腊。避免试液混乱不清。倒取试液应注意保护标签。

⑤试剂的浓度和用量应按要求取用。过浓、过多，不仅造成浪费，而且影响实验结果。

第二章 分析天平与称量

第一节 分析天平

分析天平是定量分析中最重要的仪器之一，正确地使用分析天平进行称量是做好定量分析的基本保证。因此在进行分析之前，必须了解分析天平的结构和使用方法。

常用的分析天平有阻尼天平、半自动电光天平、全自动电光天平、单盘电光天平和微量天平等。这些天平的构造和使用方法虽有不同，但原理是相同的。这里主要介绍应用较广泛的半自动电光天平的结构和使用方法。

一、称量原理

天平是根据杠杆原理制成的，如图2-1所示。设杠杆 ABC ， B 为支点， A 、 C 两端所受的力分别为 P 和 Q ，当平衡时，支点两边的力矩相等，即

$$P \times AB = Q \times BC$$

如果 B 是 AC 的中点，则 $AB = BC$ ，两臂长度相等。

此时若 Q 代表物体的质量， P 代表砝码的质量，达到平衡状态时，物体的质量就等于砝码的质量，即 $Q = P$ 。

二、双盘电光天平的构造

半自动（部分机械加码）电光天平构造如图2-2所示。

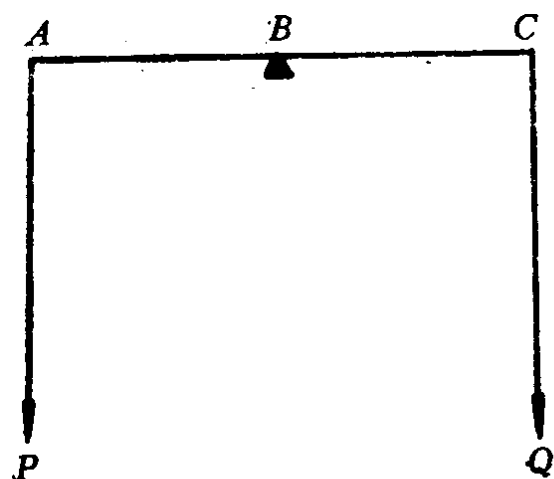


图 2-1 杠杆作用原理

天平的结构分为外框部分、立柱部分、横梁部分、悬挂系统、制动系统、光学读数系统和机械加码装置七个部分。

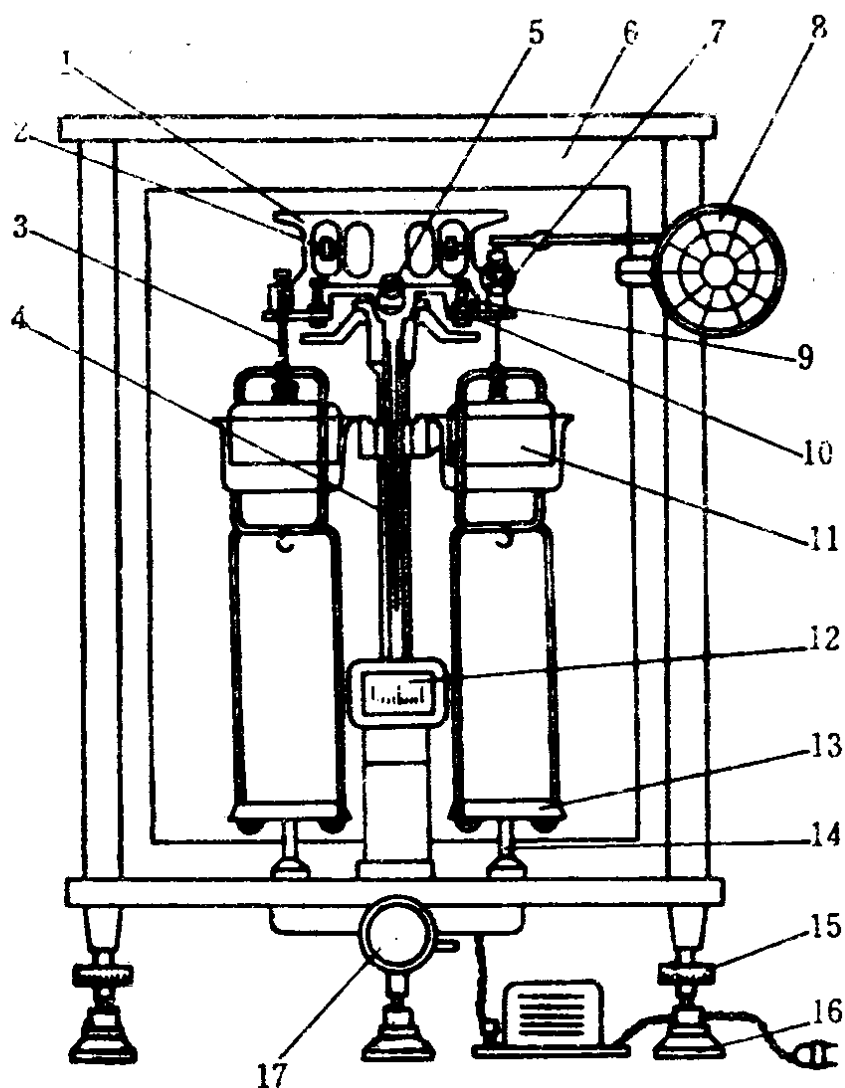


图 2-2 TG328 B型半自动电光天平

1—横梁；2—平衡螺丝；3—吊耳；4—指针；5—支点刀；6—框罩；
7—环码；8—指数盘；9—支柱；10—托叶；11—阻尼筒；12—投影屏；13—秤盘；
14—盘托；15—螺旋脚；16—垫脚；17—旋钮

1. 外框部分

外框的作用是保护天平，使其不受灰尘、热源、水蒸汽、气流等外界因素影响。外框为木制框架，镶有玻璃。下面是大

理石或者玻璃的底板，用于固定立柱。底板下面有三个脚，前面两个可用来调节天平的水平，水平泡安在立柱上端的后面。底板下面还有控制天平开关的制动器座架。天平的前门可以向上开启，它仅供天平安装和清洁时使用，称量过程中不允许开前门。天平两边有侧门，供称量时取放物品和砝码时使用。

2. 立柱部分

立柱是空心柱体，垂直固定于底板上，制动器的升降拉杆穿过立柱的空心孔，带动大小托翼，可以上下运动。立柱上端中央有中刀垫。

3. 横梁部分

横梁部分由横梁、刀子、重心铊、平衡螺丝、指针组成。

横梁上装有三个玛瑙刀，中间为支点刀（中刀），刀刃向下。两边为承重刀（边刀），刀刃向上，刀刃要求锋利，无崩缺。要特别注意保护天平刀刃，使其不受外力冲击和减少磨损。

横梁下部中央有指针，可用来观察天平的倾斜情况，指针的下端装有微分标牌，经光学读数系统放大后，可成象于投影屏上。

横梁上还有重心铊，可以上下移动，用于调节天平的灵敏度。横梁左右对称的孔内装有平衡调节螺丝，用以调节天平零点。

4. 悬挂系统

悬挂系统由吊耳、阻尼器、称盘组成。吊耳下面挂着阻尼器内筒，它与固定在立柱上的外筒之间保持均匀的间隙，当天平摆动时，空气运动的摩擦阻力能使天平迅速静止下来，便于读数。称盘挂于吊钩上，盘下装有盘托，不称量时称盘

被微微托起。

5. 制动系统

制动系统的作用是保护天平刀刃，减少磨损。

为了保护玛瑙刀刃，不使用天平时，用旋钮（也称升降钮）控制升降拉杆带动托翼向上运动，将横梁和吊耳托起，使天平处于“休止”状态。称量时慢慢旋转升降钮，托翼下降，横梁落下，各刀刃分别与刀承接触，天平处于工作状态。

6. 光学读数系统

这部件的作用是对微分标尺上的读数进行光学放大，并显示于投影屏上，如图2-3所示。

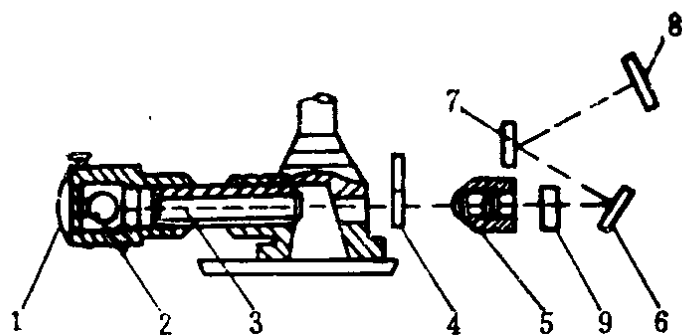


图 2-3 等臂电光天平光学系统示意图

1—光源灯座；2—6~8伏灯泡；3—聚光管；4—微分标牌；
5—放大镜；6—第一反射镜；7—第二反射镜；8—投影屏；9—平行平板玻璃

当天平处于工作状态时，电源接通，灯泡亮，光线经聚光管成平行光束，照到透明微分标牌上，经放大镜放大，再经一次反射，二次反射改变光的方向，最后成象于投影屏上。

微分标牌上有10个大格（双向刻度有20大格，由-10~+10），每一大格相当于1mg。每一大格又分为10个小格，每小格相当于0.1mg。投影屏上可直接读出10mg以下的质

量，读准至0.1mg。

7. 机械加码装置

半自动电光天平，1g以上的砝码用镊子夹取。1g以下砝码作成环状，悬挂在环码架上，转动指数盘可把所需的环码加到吊耳的承受片上。环码有500、200、200、100、50、20、20、10mg共8个，可以组成10~990mg的任意数值。

三、天平的灵敏度

天平的灵敏度通常是指在一个盘上增加1mg质量所引起指针偏斜的程度，偏斜的程度愈大，灵敏度愈高。

灵敏度(E)的单位为分度/毫克。实际工作中常用其倒数—感量(S)表示天平的灵敏度，即

$$S = \frac{1}{E} \quad (\text{毫克/分度})$$

要达到准确称量的目的，天平应有一定的灵敏度，如称量误差允许 $\pm 0.1\text{mg}$ ，则 $S = 0.1$ 毫克/分度才能满足要求。测定电光分析天平的灵敏度时，通常是在一盘上加10mg砝码，测出投影屏上偏斜的格数，应为 100 ± 2 。灵敏度也并非越高越好，过高时，天平达到平衡就较为困难，稳定性较差。

四、称量的程序

(1) 取下天平罩，叠好放在天平右后方台面上。

(2) 操作者面对天平端坐，记录本放胸前台面上，所称物品和接受称量物的容器放在天平左侧，砝码盒放在右侧(当机械加码装置安装在天平左边时，上述物品和砝码盒放置的左、右应反过来，以下操作中左右方向亦应调整)。

(3) 称量前的检查和调整。检查天平各部件是否齐全(如有差错，要停止使用)，天平是否水平，如不水平应调节至水平状态。检查底板、称盘是否清洁，有灰尘可用毛刷