



中等专业学校教材

工业分析专业 教学实习与综合实验

● 顾明华 李学美 陈沛宏 编

45

化学工业出版社

中等专业学校教材

工业分析专业 教学实习与综合实验

顾明华 李学美 陈沛宏 编

化学工业出版社

·北京·

(京)新登字 039 号

图书在版编目(CIP)数据

工业分析专业教学实习与综合实验/顾明华等编. —北京: 化学工业出版社, 1998.8 (2000.6 重印)
中等专业学校教材
ISBN 7-5025-1898-3

I. 工… I. 顾… II. ①工业分析-专业学校-教育实习
②工业分析-实验-专业学校-教学参考资料 N.TQ014

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (98) 第 19399 号

中等专业学校教材
工业分析专业教学实习与综合实验
顾明华 李学美 陈沛宏 编
责任编辑: 梁 虹 陈有华
责任校对: 陈 静
封面设计: 田彦文

化学工业出版社出版发行
(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)
<http://www.cip.com.cn>

新华书店北京发行所经销
北京市燕山印刷厂印刷
北京市燕山印刷厂装订

开本 850×1168 毫米 1/32 印张 8 $\frac{5}{8}$ 字数 239 千字
1998 年 9 月第 1 版 2000 年 6 月北京第 2 次印刷
印 数: 6001—8000

ISBN 7-5025-1898-3/G · 504

定 价: 15.00 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

本书是根据 1996 年 5 月全国化工中等专业学校教学指导委员会审定的工业分析专业《无机化学教学实习》、《分析化学教学实习》、《有机化学教学实习》和《分析化学综合实验》教学大纲编写的。

《无机化学教学实习》和《有机化学教学实习》分别是工业分析专业的学生在学完无机化学和有机化学课程之后所进行的实践性教学环节；《分析化学教学实习》是在学习分析化学课程之前开设、《分析化学综合实验》是在学习分析化学课程之后所进行的实践性教学环节。教学实习时间均为 2 周，分析化学综合实验时间为 3 周，这四门实践性教学课程总共为 9 周，计 270 学时。

本教材的内容强化了有关课程中的基本操作，通过实验内容的训练，最终要求学生的基本操作规范、熟练，培养学生运用基本知识和操作技能解决实际问题的能力。选编的实验内容供选用，书中加有“*”号的实验为选做实验。对学生的基本操作要求进行严格的量化考核，操作技能要求达到化学分析中级工水平。书中提出的一些基本操作考核内容及评分细则，供各校参考。

本教材是改革教学内容和课程体系的尝试，在编写过程中，许多学校的老师提出了宝贵的意见，并提供了有关资料，初稿完成后，又经审稿会讨论修改再定稿。全书共分四篇：第一篇由扬州化工学校李学美编写，天津化工学校贾定本主审；第二篇和第四篇由徐州化工学校顾明华编写，常州化工学校黄一石主审；第三篇由扬州化工学校陈沛宏编写，泸州化工学校谢惠波主审。全书由顾明华统稿。本书的编写和出版得到了化学工业出版社的支持。在此一并致以衷心的感谢！

限于编者水平，编写时间较紧，疏漏和不当之处，敬请读者批评指正。

编 者

1998 年 5 月

内 容 提 要

本书是根据 1996 年 5 月全国化工中等专业学校教学指导委员会审定的工业分析专业教学实习和综合实验大纲编写的。包括无机化学、有机化学、分析化学教学实习和分析化学综合实验 4 部分。全书采用了现行国家标准规定的术语和法定计量单位。

本书是改革教学内容和课程体系的新教材,注重基本操作规范化的训练,实践性强。制定了量化考核基本操作的评分细则,便于学生获得化学分析操作工等级证书,符合中专教育的特点。全书共安排了 36 个无机制备、有机制备和定性、定量分析等内容的实验,并附有思考题,有利于培养学生解决实际问题的能力。

本书是中等专业学校工业分析专业的规划教材,可作为有关厂矿企业职业培训用书,也可供从事化学化工专业的技术人员参考。

目 录

第一篇 无机化学教学实习

第一章 概 述	1
第一节 无机化学教学实习的目的要求与内容	1
第二节 操作技能考核和成绩评定	2
第二章 无机化学实验	6
第一节 玻璃管的加工	6
实验 1-2-1 滴管及洗瓶的制作	13
第二节 难溶无机化合物的溶解方法	14
实验 1-2-2 难溶无机化合物的溶解	16
第三节 无机制备实验 (任选一个)	18
实验 1-2-3 硫酸亚铁铵的制备	18
实验 1-2-4 七水硫酸锌的制备	21
实验 1-2-5 硫化钠的提纯和硫代硫酸钠的制备	23
实验 1-2-6 锌钡白的制备	26
第四节 设计实验 (任选一个)	28
实验 1-2-7 由海盐制取试剂氯化钠	29
实验 1-2-8 由废铁制备三氯化铁	29
第三章 定性分析	31
第一节 定性分析基本知识	31
第二节 半微量定性分析基本操作	32
第三节 阳离子分析	36
实验 1-3-1 部分常见阳离子分析	38
实验 1-3-2 未知阳离子分析	43
第四节 阴离子分析	44
实验 1-3-3 常见阴离子分析	47
第五节 单盐分析	51

实验 1-3-4 未知盐分析	52
第四章 无机化学实验基本操作及常见错误图示	55

第二篇 分析化学教学实习

第一章 概 述	74
第一节 分析化学教学实习的目的要求与内容	74
第二节 操作技能考核和成绩评定	75
第二章 分析天平与称量	78
第一节 天平的分类和称量原理	78
第二节 分析天平的构造	79
第三节 分析天平的计量性能	86
* 第四节 分析天平的安装与调整	89
第五节 称量方法	92
* 实验 2-2-1 分析天平主要计量性能的检定	99
实验 2-2-2 分析天平的称量练习	101
实验 2-2-3 分析天平操作考核	103
第三章 滴定分析基本操作	105
第一节 滴定分析仪器的洗涤	106
第二节 滴定分析仪器的使用	107
实验 2-3-1 滴定分析基本操作	119
实验 2-3-2 滴定终点的判断练习	121
实验 2-3-3 醋酸含量的测定	124
实验 2-3-4 滴定分析基本操作考核	126
第四章 重量分析基本操作	127
第一节 重量分析基本操作	127
第二节 重量分析基本操作练习	143
实验 2-4-1 硫酸镁含量的测定	143
实验 2-4-2 磷酸氢二钠含量的测定	145

第三篇 有机化学教学实习

第一章 概 述	148
第一节 有机化学教学实习的目的要求与内容	148
第二节 操作技能考核和成绩评定	149

第二章 有机化学教学实习实验内容	153
实验 3-2-1 溴乙烷的制备	153
实验 3-2-2 乙苯的制备	157
实验 3-2-3 苯甲酸的制备	161
实验 3-2-4 苯甲酸的重结晶	163
实验 3-2-5 苯甲酸熔点的测定	166
实验 3-2-6 苯甲酸乙酯的制备	168
* 实验 3-2-7 阿斯匹林(乙酰水杨酸)的制备	171
* 实验 3-2-8 甲基橙的制备	174
* 实验 3-2-9 阴离子表面活性剂——太古油的制备	177

第四篇 分析化学综合实验

第一章 概 述	180
第一节 分析化学综合实验的目的要求与内容	180
第二节 操作技能考核和成绩评定	181
第三节 产品标准的基础知识	184
第二章 工业产品的分析	190
实验 4-2-1 滴定分析仪器的校准	191
实验 4-2-2 水泥的化学分析——硅酸盐水泥中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 的测定	193
实验 4-2-3 烧碱的全分析	203
实验 4-2-4 氯化铵的分析	213
第三章 分析方法的选择与比较	221
实验 4-3-1 氧化钙含量的测定	221
实验 4-3-2 铁矿石中全铁量的测定	226
附录	231
一、无机化学教学实习基本操作考核评分细则	231
二、分析化学教学实习基本操作考核评分细则	236
三、有机化学教学实习基本操作考核评分细则	237
四、分析化学综合实验基本操作考核评分细则	244
五、分析工的必备知识和技能要求	248
六、定性分析试液的配制	252
七、定性分析试剂的配制	252

八、滴定分析用标准溶液的配制	256
主要参考书目	265

第一篇 无机化学教学实习

第一章 概 述

第一节 无机化学教学实习的目的要求与内容

一、目的要求

无机化学教学实习是工业分析专业的一门实践性教学课程，是在学完无机化学及无机化学实验后，集中安排的实践性教学环节，目的是巩固和加深无机化学基础知识，强化无机化学实验技能，使学生初步具备独立从事无机物的制备、提纯及常见离子的分离、鉴定的基本能力，为学习专业课程奠定良好的基础。

通过本课程的教学，要求达到下列要求：

(1) 理论联系实际，将无机化学的基本知识应用于无机物的制备、提纯及产品检验中。

(2) 进一步规范、熟悉常用化学实验仪器的使用，初步掌握简单玻璃细工的操作技术。

(3) 学习常见离子鉴定的基本知识，初步掌握常见离子半微量的分离鉴定技术。

(4) 培养实事求是的科学态度，严肃认真的工作作风和良好的实验室工作习惯。

二、教学实习的内容

本篇教材的实验内容分为两个部分。第一部分属原无机化学部分，主要包括实验室的一般基本操作、玻璃细工、无机物的制备和提纯。第二部分是定性分析实验的基本知识和技能，以及常见阴、阳离子的分离及鉴定。根据新的教学计划，定性分析教学内容已从分析化学课程

中分离出来,并不再另设课程。因而,在本篇教材中,简要编写了完成定性分析所必要的理论知识和操作技术。

教学实习的实验内容如下:

- (1) 玻璃管的加工。
- (2) 难溶化合物的溶解。
- (3) 无机物的制备和提纯。
- (4) 常见离子的分离鉴定及单盐分析。

第二节 操作技能考核和成绩评定

构筑职业技能考核体系,是中等专业学校教学改革的重要任务。学生掌握职业技能的水平应是衡量教学质量的主要指标之一。本课程是工业分析专业的一门实践性教学课程。无机化学(包括定性分析)操作技能是学好后续各课程操作技能的基础,因而对考核工作应有足够的重视,严格执行。要求学生在实习中要认真地进行实验,规范、熟练地掌握各项操作技能。

教学质量检查,应突出操作技能的考核,要对每一个学生掌握的各项基本操作的规范、熟练程度逐项考核,定量评分。考核的方法,可把在教学实习过程中,对学生的随机检查或考核与实习结束时对各项或其中若干项操作技能的集中考核有机地结合起来。

一、成绩的评定及报告的书写

成绩的评定可分为优秀、良好、及格、不及格4等。考核成绩中,操作技能占70%,实验态度、组织纪律占10%,预习报告、实验原始记录、实验报告及总结占20%。

1. 成绩评定标准

成绩评定可参考下列标准。

(1) 优秀 能认真、正确地完成各项实验。能独立思考,解决实验中的问题。有良好的工作作风和实验习惯。实验报告内容全面、正确、格式规范、清晰明了、书写整齐。能规范、熟练地掌握各项操作,技能考核分数在90分以上。

(2) 良好 能认真完成各项实验。在教师的指导下,能解决实验

中的问题。工作作风和实验习惯较好。独立完成实验报告,内容正确,格式符合要求。能基本掌握各项基本操作,技能考核成绩在75分以上。

(3) 及格 能在教师的指导下,认真进行实验,基本上完成各项实验任务。注意克服实验中的不良作风和习惯,有明显的进步。能认真训练,并掌握大部分的操作技能,技能考核成绩在60分以上。

(4) 不及格 有下列一项者不及格。

- a. 不认真完成实验项目及实验报告有严重错误。
- b. 不认真训练基本操作,技能考核成绩在60分以下。
- c. 严重违反实验室规章制度,又不听从规劝。

2. 实验报告的书写

完成每一个实验应包括以下4个环节。

(1) 预习 一次成功的实验,开始于实验前的充分准备,预习应包括:

- a. 认真预习实验教材,复习教课书中的相关知识和实验技术;
- b. 明确实验目的、原理、实验主要步骤及操作进程中应该注意的问题;

- c. 初步分析解答思考题;
- d. 拟好实验提纲(预习报告)。

(2) 实验 按预习报告进行实验操作,并做到:

- a. 认真听指导老师讲解,仔细观察实验操作示范;
- b. 按规范的要求进行有关仪器的操作;
- c. 细致的观察实验现象,并如实、详细地记录;
- d. 实验中遇到疑难问题,要深入思考,实事求是的去解决;
- e. 有清洁整齐、有条不紊的工作秩序,并做好结束时的清理工作。

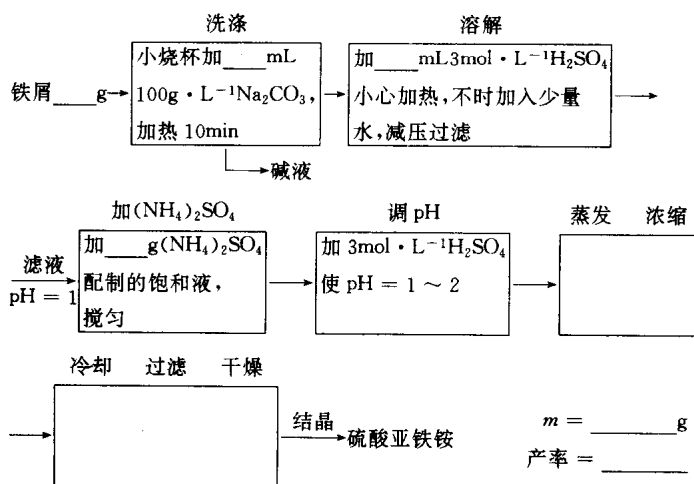
(3) 数据处理 做完实验,应根据实验数据进行处理和计算得出实验结果。

(4) 实验报告 写好实验报告是培养学生实验能力的重要内容,也是对有关内容的一次很好的复习、巩固和提高,一定要认真完成。实验报告应正确而清晰,简明而又深入,尽可能地采用图表式,图表的具体样式随实验内容不同而异。

表 1-1-1、表 1-1-2 分别为无机制备和定性分析（包括无机物性质）实验报告的格式，供参考。

表 1-1-1 硫酸亚铁铵的制备

- 一、实验目的
- 二、实验原理
- 三、实验步骤



四、产品检验

产品颜色: ____

检验项目	检验步骤	现象	方程式与结论
NH_4^+			
Fe^{2+}			
SO_4^{2-}			
Fe^{3+}			

五、讨论（根据产率、纯度和本人在操作中遇到的问题，简单谈谈实验后的体会）

表 1-1-2 定性分析实验报告

实验步骤	实验现象	方程式与结论
一、阳离子的鉴定		
1. Ag^+ 的鉴定 Ag^+ 试液 2 滴, 加 2mol/L HCl 2 滴, 离心分离 沉淀加 6mol/L 氨水 5 滴 加 6mol/L HNO_3 酸化	生成白色沉淀 白色沉淀溶解 又生成白色沉淀	$\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- = \text{AgCl} \downarrow$ $\text{AgCl} + 2\text{NH}_3 = \text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+ + \text{Cl}^-$ $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+ + 2\text{H}^+ + \text{Cl}^- = \text{AgCl} \downarrow + 2\text{NH}_4^+$
2. Pb^{2+} 的鉴定 Pb^{2+} 试液 2 滴, 加 2mol/L HAc 0.5mol/L K_2CrO_4 溶液各 1 滴, 离心分离 沉淀加 6mol/L NaOH 2 滴	生成黄色沉淀 黄色沉淀溶解	$\text{Pb}^{2+} + \text{CrO}_4^{2-} = \text{PbCrO}_4 \downarrow$ $\text{PbCrO}_4 + 4\text{NaOH} = \text{Pb}(\text{OH})_4^{2-} + 4\text{Na}^+ + \text{CrO}_4^{2-}$
二、系统分析 溶液 (1) K^+ 、 Mg^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 滴加 6mol/L 氨水至弱碱性 滴加 2mol/L 盐酸至弱酸性 加 1/6 总体积 2.0mol/L HCl 加热, 通 H_2S 气体离心分离得 沉淀 (2) 和溶液 (2)	深蓝色溶液 红棕色沉淀 天蓝色溶液 红棕色沉淀不变 沉淀溶解且澄清 黑色沉淀	$\text{Cu}^{2+} + 4\text{NH}_3 = \text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ $\text{Fe}^{3+} + 3\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} = \text{Fe}(\text{OH})_3 \downarrow + 3\text{NH}_4^+$ $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+} + 4\text{H}^+ = \text{Cu}^{2+} + 4\text{NH}_4^+$ $\text{Fe}(\text{OH})_3 + 3\text{H}^+ = \text{Fe}^{3+} + 3\text{H}_2\text{O}$ $\text{Cu}^{2+} + \text{S}^{2-} = \text{CuS} \downarrow$
⋮ 沉淀 (2) (CuS) 加 6mol/L HNO_3 4~6 滴, 加热 ⋮	⋮ 黑色沉淀溶解 有少量黄色沉淀 ⋮	⋮ $3\text{CuS} + 2\text{NO}_3^- + 8\text{H}^+ = 3\text{Cu}^{2+} + 3\text{S} \downarrow + 2\text{NO} \uparrow + 4\text{H}_2\text{O}$ ⋮

二、操作技能考核

为了突出职业技能教学, 加强对学生职业技能的培养, 对学生进行基本操作技能的考核应作为实践教学中进行的一个环节。无机化学教学实习基本操作考核评分细则见附录一, 供参考。

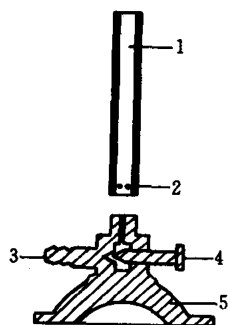
第二章 无机化学实验

第一节 玻璃管的加工

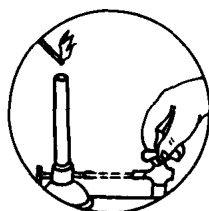
实验室加热玻璃最常用的是煤气灯和酒精喷灯。

一、煤气灯的使用

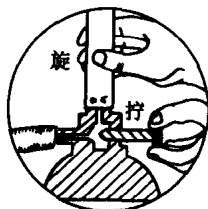
煤气灯又称本生灯，可以煤气为燃料，也可以用液化石油气为燃料。煤气灯由灯管和灯座组成，灯管的下部有螺旋与灯座相接，还有几个圆孔作为空气入口，通过旋转灯管，可以调节空气的进入量。使



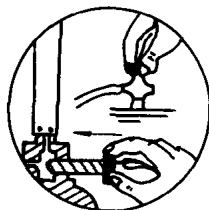
(a) 煤气灯构造



(b) 点燃
先划火，后开气



(c) 调节
上旋，灯管空气进入量增大
向里拧针阀，煤气进入量减少



(d) 关闭
向里拧针阀，
并关煤气开关

图 1-2-1 煤气灯的构造与使用

1—灯管；2—空气入口；3—煤气入口；4—针阀；5—灯座加热温度 1000°C 左右

用时，先关闭空气入口，将点燃的火柴梗放在灯管的上方，再打开煤气嘴上截门及针阀，将灯点燃，然后旋转灯管和针阀，调节空气和煤气进入量的比例，得到正常火焰。停止使用时，应先关闭煤气嘴上的截门及针阀，再关闭灯管上空气入口，如图 1-2-1 所示。

正常的火焰一般都分为 3 层，由焰心（内层）、还原焰（中层）、氧化焰（外层）组成（见图 1-2-2），氧化焰温度最高。玻璃管的加工必须在氧焰上进行。

煤气和空气进入量不合适，会产生不正常的火焰。当煤气和空气的进入量都很大时，火焰就临空燃烧，称为“临空火焰”，待引燃的火熄灭时它也立刻自行熄灭。当煤气进入量很小，而空气进入量很大时，煤气会在灯管内燃烧，而不是在灯管口燃烧，同时还能听到特殊的呼呼声和看到一根细长的火焰，这种火焰叫做“侵入火焰”。它将烧热灯管，注意谨防烫伤手指。遇到临空火焰或侵入火焰（见图 1-2-3），应关闭开关，重新调节和点燃。

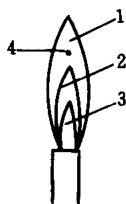


图 1-2-2 正常火焰

1—氧化焰；2—还原焰；3—焰心；

4—最高温度处



(a) 临空火焰
(煤气、空气量过大)



(b) 侵入火焰
(煤气量小，空气量大)

图 1-2-3 不正常火焰

二、酒精喷灯的使用

酒精喷灯有挂式和座式两种，如图 1-2-4 和图 1-2-5 所示。使用前，先往预热盘中注入酒精^[1]，然后点燃盘内的酒精 [图 1-2-6 (a)]，加热灯管^[2]，待盘内酒精将近燃完时，打开酒精蒸气调节器，从灯壶流进（或吸入）的酒精在灼热的灯管内气化，并与来自气孔的空气混合，用火柴在管口点燃，即可得到温度很高的火焰。调节蒸气调节开关螺丝