

棉 纺 织 厂 化学检验手册

上海市紡織工业局生产技术处 編

中国財政經濟出版社

棉紡織厂化学檢驗手冊
上海市紡織工業局生产技术处 編

中国財政經濟出版社出版
(北京永安路18号)

北京市書刊出版業營業許可証出字第 111 号

北京市印刷一厂印刷
新华書店北京發行所發行
各地新华書店經售

*
787×1092 毫米 1/32 • 7 $\frac{16}{32}$ 印張 • 1 插頁 • 157 千字

1962 年 1 月第 1 版

1962 年 1 月北京第 1 次印刷

印数: 1~1000 定价: (9)0.75 元

統一書号: 15166 • 060

棉紡織厂化学檢驗手冊

上海市紡織工業局生产技術处 編

中国財政經濟出版社

1961年·北京

目 录

一、实验工作中的注意事项及

几种常用器皿的准备与使用说明..... (7)

(一) 一般分析手续..... (7)

(二) 几种常用器皿的准备与使用注意事项..... (12)

二、标准溶液与试剂..... (18)

(一) 标准溶液的制备与标定..... (18)

1. $N/1$ 鹽酸溶液..... (18) 2. $N/2$ 鹽酸溶液..... (19)

3. $N/10$ 鹽酸溶液..... (20) 4. $N/50$ 鹽酸溶液..... (20)

5. $N/10$ 硫酸溶液..... (20) 6. $N/50$ 硫酸溶液..... (21)

7. $N/10$ 硝酸溶液..... (21) 8. $N/1$ 氫氧化鈉溶液..... (21)

9. $N/10$ 氫氧化鈉溶液..... (22) 10. $N/50$ 氫氧化鈉溶液..... (23)

11. $N/2$ 氫氧化鉀溶液..... (23) 12. $N/2$ 氫氧化鉀乙醇溶液..... (23)

13. $N/20$ 氫氧化鉀

乙醇溶液..... (24) 14. $N/10$ 棕櫚酸鉀溶液..... (24)

15. $N/100$ 氯化鋇溶液..... (25) 16. $N/10$ 硝酸銀溶液..... (25)

17. $N/10$ 氯化鈉溶液..... (26) 18. $N/10$ 高錳酸鉀溶液..... (27)

19. $N/10$ 硫氰酸鉍溶液..... (27) 20. $N/10$ 草酸溶液..... (27)

21. $N/10$ 重鉻酸鉀溶液..... (27) 22. $N/10$ 硫代硫酸鈉溶液..... (28)

23. 氯化鈣标准溶液..... (29) 24. 肥皂标准溶液..... (29)

25. 鉄質标准溶液..... (30) 26. 氯化鈉标准溶液..... (30)

27. 硝酸銀标准溶液..... (31) 28. 鉛質标准溶液..... (31)

29. $N/10$ 碘溶液..... (32) 30. 氯化氨—

氫氧化氨缓冲溶液..... (32)

31. 鉻黑指示剂溶液..... (32) 32. $N/10$ 氯化鈣溶液..... (32)

33. $N/10$ 硫酸鎂溶液..... (33) 34. $N/100$ 鈣鹽及

鎂鹽的混合溶液..... (33)

35. $N/20$ 乙二胺四醋酸二鈉标准溶液..... (33)

(二) 指示剂..... (34)

- | | |
|-----------------------|--------------------|
| 1. 甲基橙..... (34) | 2. 酚酞..... (34) |
| 3. 溴化麝香草酚蓝..... (34) | 4. 甲基红..... (34) |
| 5. 硫酸铁铵指示液..... (35) | 6. 淀粉指示液..... (35) |
| 7. 碱性蓝6B指示液..... (35) | 8. 广泛指示剂..... (35) |

(三) 试液..... (36)

- | | |
|------------------------|------------------------|
| 1. 3N鹽酸..... (36) | 2. 6N鹽酸..... (36) |
| 3. 3N硝酸..... (36) | 4. 6N硫酸..... (36) |
| 5. 18N硫酸..... (36) | 6. 2N稀醋酸..... (37) |
| 7. 稀鹽酸試液..... (37) | 8. 稀硫酸試液..... (37) |
| 9. 稀醋酸試液..... (37) | 10. 氫氧化鉍試液..... (37) |
| 11. 10%碳酸鈉溶液..... (37) | 12. 硫酸亞鐵飽和溶液..... (37) |
| 13. 硝酸銀試液..... (37) | 14. 氯化鉍試液..... (37) |
| 15. 硫化氫試液..... (38) | 16. 三氯化鐵試液..... (38) |
| 17. 8%硫氰酸鉍試液..... (38) | 18. 10%鉻酸鉀試液..... (38) |

三、水的檢驗法..... (38)

(一) 取样的方法..... (38)

(二) 分析項目及方法..... (39)

- | | |
|---------------------|----------------------------------|
| 1. 总固体的測定..... (39) | 2. 总碱度的測定..... (40) |
| 3. 总硬度的測定..... (41) | 4. 游离碳酸氫鈉的測定..... (42) |
| 5. 氯化物的測定..... (42) | 6. 硫酸鹽的測定..... (43) |
| 7. 总鉄量的測定..... (44) | 8. 棕櫚酸鉀法測定水的
硬度及硫酸鹽..... (44) |

9. 乙炔二胺四醋酸二鈉
法測定水的硬度..... (47)

(三) 鍋爐水的分析法及其控制試驗..... (49)

- | | |
|----------------------|------------------------|
| 1. 鍋爐進水的分析..... (49) | 2. 鍋爐水的分析及規格..... (49) |
| 3. 控制試驗..... (50) | |

四、鍋爐用水處理法..... (51)

(一) 磷酸三鈉爐內處理法..... (51)

(二) 鍋爐用水礦化煤爐外處理法	(60)
五、煤的檢驗法	(72)
(一) 取樣的方法	(73)
1. 總試樣	(73)
2. 檢驗用試樣	(73)
(二) 檢驗項目及方法	(74)
1. 水分的測定	(74)
2. 灰分的測定	(75)
3. 揮發物測定	(76)
4. 固定碳的計算	(77)
5. 發熱量的計算	(77)
6. 煤灰或煤渣的分析	(78)
(三) 煤之近似分析記錄與燃燒之關係	(79)
1. 水分	(79)
2. 揮發物	(80)
3. 固定碳	(80)
4. 灰分	(80)
5. 發熱量	(80)
(四) 煤之近似分析、化學元素分析	(80)
(五) 各種煤之成分參考表	(82)
六、鍋爐煙道氣的檢驗法	(84)
(一) 煙道氣的取樣	(84)
(二) 分析項目及方法	(86)
(三) 煙道氣測定記錄與燃燒之關係	(89)
(四) 煙道氣中燃燒熱量損失之估計	(90)
(五) 過量空氣與燃燒損失對照表	(91)
七、潤滑油的檢驗法	(91)
(一) 取樣方法	(92)
(二) 分析項目及方法	(93)
1. 粘度	(93)
2. 閃點及燃點	(100)
3. 礦物潤滑油酸值 測定	(104)
4. 腐蝕試驗	(105)
5. 凝固點試驗	(106)
6. 抗乳化度測定	(106)
7. 灰份測定	(107)
8. 蒸發試驗	(109)
9. 水溶性酸鹼測定	(109)

(三) 一般潤滑油的規格	(110)
(四) 潤滑油的混合	(111)
(五) 油酸之測定	(112)
(六) 粗紗錠子潤滑用乳化油製造法	(113)

八、漿料檢驗

(一) 二萘酚	(116)
(二) 氫氧化鈉及碳酸鈉	(119)
(三) 水玻璃	(121)
(四) 漿紗油脂	(126)
(五) 滑石粉	(132)
(六) 面粉	(136)
(七) 米粉	(145)
(八) 膨潤土	(147)
(九) 氯化鋅	(149)
(十) 漂白粉	(153)
(十一) 氯胺 T	(154)
(十二) 硫酸	(156)
(十三) 石灰	(156)
(十四) 氯化鈣	(157)
(十五) 氯化鎂	(157)
(十六) 硬脂酸	(157)
(十七) 水楊酸	(158)
(十八) 石碳酸	(158)
(十九) 肥皂	(160)
(二十) 土耳其紅油	(162)

九、漿液檢驗

(一) 漿液濃度及溫度檢查	(165)
(二) 漿液的酸鹼度檢查	(170)

(三) 漿液总固体检查	(175)
(四) 漿液粘滯度检查	(176)
(五) 漿液分解度检查	(178)
(六) 漿紗坯布游离酸碱度的检查	(178)
(七) 漿液中淀粉可溶性成分的检查	(179)
(八) 剩漿中还原性醣类的检查	(182)
(九) 漿紗酸碱强度检查	(183)
(十) 棉布含漿率的試驗	(184)
(十一) 落漿分析	(190)
十、有毒气体及蒸汽的最高允許濃度	(195)
十一、某些液体浴的加热溫度限度($^{\circ}\text{C}$)	(196)
十二、干燥物質	(196)

附录:

I、某些無机化合物的物理常数	(197)
II、某些物質在标准大气压力时的閃点($^{\circ}\text{C}$)	(206)
III、换算系数表	(207)
IV、酸类水溶液的比重	(209)
V、碱类水溶液的比重	(217)
VI、濃酸和氨水的比重与克分子濃度、 克分子当量濃度的关系	(222)
VII、一般指示剂的制备及变色情况	(223)
VIII、一般試紙的制备及用途	(224)
IX、波美、吐氏比重对照表	(225)
X、常用元素原子量表	(229)

一、实验工作中的注意事项及几种 常用器皿的准备与使用说明

化学分析工作中要尽力注意避免物质的损失及外物混入，因此化验台及所有仪器，无论何时均应保持干净及整齐有序。玻璃器皿在每次使用前，均应洗净。滤过物及溶液均应盖好，以免灰尘混入，因一滴溶液或一粒沉淀，对于分析结果均有密切关系。

任何分析，至少应作二次试验，并应得到符合的结果。如用容量分析法测定一种物质中各组份相对含量的比例及溶液之校准，二次试验结果的差异应在千分之二以内。

试剂瓶塞不应任意放置桌上，瓶口及瓶颈务须保持清洁，瓶塞彼此不应错乱。在量取一种液体试剂时，如倾出过多，最好不要将此剩余量倒回原瓶内。

(一) 一般分析手續

取样 如待分析的物料很多而无法混合时，则可自整个物料中取出能代表全部平均成分的一部分。为此，可先自整个物料中按一定程序取出数小份，而每小份中粗粒与细粒须有适当含量。物料中的大块应先研碎，并混合均匀。破碎时应避免混入其他物质，以致影响分析结果；然后再用“四分之一”采样法将已均匀混合的物料堆成一圆锥形，并将其四分之一，将对角之两份棄去，取其另两份，再如前法继续处理，每次再将粗粒研成细粒。处理时如用带盖的大口瓶强烈摇动，则效果更好。

金屬（如鋼、鐵或合金等）常取其鑽屑或鋸屑作為試樣。樣品如為液體，應先搖動，再行採樣。

干燥 試樣經研細後，須先在 $100\sim 110^{\circ}\text{C}$ 下干燥，以除去其表面水分。干燥後的物質須仔細保存於密閉容器中，即做為用來分析的材料。

樣品的溶解 定量分析時，常用溶劑為水與三酸。樣品難以溶解時，可置於燒杯或燒瓶內，置水浴中或電熱板上，在沸點下加熱。如用燒杯，須用表面玻璃蓋好，以免不必要的蒸發。

液體的蒸發 進行定量分析時，溶液不能用煮沸法蒸發，應將盛溶液的燒杯置水浴中或電熱板上進行，使溶液約達 95°C 。為避免灰塵進入溶液中，可用玻璃棒做成三角（不能用金屬做的），置於燒杯上，再用表面玻璃復蓋，則蒸汽可由其下逸出。如必須煮沸，則須注意避免溶液飛濺。溶液內如有沉淀或其他懸浮物時，須要注意，因固體存在極易引起撞碰。煮時將溶液轉動，可以緩和撞碰。此外，放置沸石數粒或與溶液不起作用之多孔物質於溶液中，亦可起同樣效果。

液體的移置 將液體移入另一容器或過濾時，須用攪棒逼近容器邊口進行。攪棒不應提起過高，致使溶液流集於容器邊口之下部。

每次分析中，液體由一容器移至另一容器之次數愈少愈好，以免損失。由一容器傾出後，務須將容器沖洗干淨，以使溶液內任何物置都能移置干淨。每次最好用少量（ $5\sim 10$ 毫升）之水沖洗。

所用攪棒兩端，均須在火焰內燒軟使成圓頭，否則會將

燒杯內壁划坏，加热时易于破碎。取出一部分溶液进行分析时，可用一量瓶及一吸管进行。將溶液移置于一适当容量之量瓶中，然后加水，使液体所成之弯月面恰与瓶頸刻度相齐时为止。

小部分溶液可用一适当容量之干净移液管吸取，至液体弯月面与移液管刻度相齐为止。然后将移液管垂直移于空接受器（燒杯或燒瓶）上，使溶液流出，移液管滤滴 30 秒鐘后，再将管尖微触接受器內液面以上的容器壁，不可將管端遗留的液体用口吹出。

• **漏斗与溶器** 过滤为进行化学分析时的一项重要手續，过滤所用的漏斗，交角为 $60 \pm 1^\circ$ 。 60° 交角者与滤紙与象限交折者相适合。如漏斗交角不是 60° ，則滤紙折法亦要改变。滤液在漏斗管頸中流下时，应成連續之液柱，不能夾有气泡。为此，管頸的直徑須在 3~5 毫米之間，管頸長約 6 吋。

滤紙的折法有多种。如圖 1 所示，將滤紙一部分撕去，可使其与漏斗密接而不走漏空气。滤紙的大小应与漏斗适合，滤紙上边緣应低于漏斗之上边緣 0.5~1.5 厘米。沉淀在漏斗中的溶积不能超过漏斗計高度的 $\frac{1}{2}$ ，而其形狀应如圖 1。

过滤用坩堝 过滤一般多用古氏坩堝。古氏坩堝系瓷質，具有多孔的底，用石棉过滤，坩堝置于古氏漏斗中，漏斗上端与坩堝間襯以古氏橡皮管，而成一密不透氣之軟垫（圖 2）。漏斗插入一滤瓶塞中，再将滤瓶接于吸气唧筒。

古氏坩堝滤器所用石棉为 0.5 厘米長之切断石棉纖維。取少量加水混匀后，加以振蕩即成稀薄悬浮物，裝入瓶內

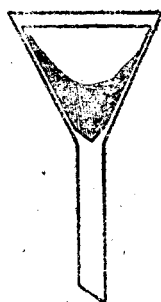
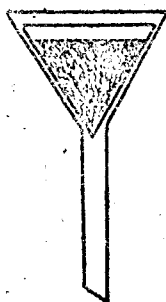
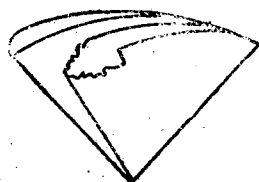


图 1



图 2

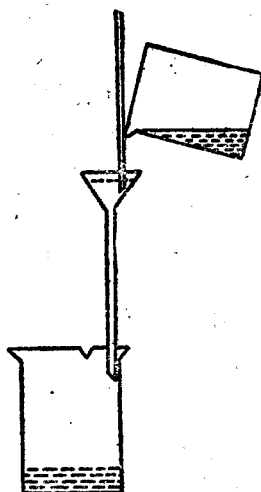


图 3

备用。

准备过滤时，將上述稀薄悬浮物傾入，制成厚不过 $\frac{1}{32}$ 之平石棉層，然后将坩堝取下，在亮光下照之，以不見坩堝底之小孔为度。但石棉層亦不应太厚，致使滤过太慢。然后用热水將坩堝内部充分洗滌，微加抽吸，即放置于干燥烘箱內，在 105°C 下烘干，至其重量不变为止，坩堝即可应用。

具有多孔底的熔融玻璃坩堝之过滤效果亦很好，唯不应热至 500°C 以上。

沉淀的过滤及洗滌 如圖 3 所示，当用燒杯接取滤液时，須將漏斗与杯壁接触，以免溶液下滴时溅失。

用澄清法洗滌沉淀，可节省很多时间。澄清法即在原溶液器中加入多量洗液，待其澄清后，不必攪动沉淀，而將上部的清液，傾入滤紙上，然后再加第二次洗液处理。此种方法对易堵塞滤紙細孔之膠狀沉淀特別便利。

容量分析器誤差之限度

滴管与移液管

容 量 (毫升)	限 度
5	± 0.01
10	0.02
25	0.03
50	0.05
100	0.08

量 瓶

容 量 (毫升)	限 度
25	± 0.03
50	0.05
100	0.08
250	0.11
500	0.15
1000	0.30

試藥溶液及試藥瓶 在實驗室中，常將最常用的酸类等試藥，制成适当濃度的溶液，儲存于瓶中，置于架上以便随时取用。在一實驗室中，常有習慣上的調制方法及排列方法。濃度表示方法亦不同，有用%的，也有用M或N的。百分率表示 100 毫升溶液中溶有該試藥若干克。

瓶签应以炭質墨書写清楚，鋼筆用墨水易消退，不能用。瓶签貼于瓶上，待其干燥后，再塗以石蜡加以保护。

(二) 几种常用器皿的准备与使用注意事項

1. 干燥器 由于任何物品必須在 达到室溫以后方可在天秤上称量，同时因为空气里常含有一定量的水蒸汽，所以燒灼过的坩堝 和沉淀 及其他 烘干的器皿，若放在空气中冷却，会重新吸收相当量的水分，而影响分析結果的正确性。为了避免吸收水分，應該把烘干的器皿等放在干燥器內冷却至室溫。干燥器的下部通常放置若干塊烘焙过的氯化鈣或注入濃硫酸。若使用濃硫酸，应在酸內加放一些短玻璃管，以免硫酸因振盪而上濺。这些物品只要盛滿底部的一半即可，不要过滿。由于氯化鈣或濃硫酸吸收水分，使干燥器內部的空

气变得干燥，这样可以使放在干燥器内的瓷板上冷却的器皿，在冷却时不会吸收水分。使用时应注意下列几点：

(1) 干燥器盖头的内磨砂边上均匀地涂上一层薄凡士林或油脂，然后再盖紧，这样可避免外气的透入。

(2) 打开干燥器时应该将它的盖向旁边移动，而不应该向上举起，同样在盖干燥器时应该将它的盖从侧面移过来盖上。

(3) 放入烘焙的器皿时，不可过热，过热可以使瓷板或放入器皿破损，同时亦会使空气受热膨胀，把盖子顶起来甚至落下打破，而冷却后盖子又常不易打开。

(4) 最好将烘焙过的器皿放入盖紧后用手抓住盖子不时的过几秒钟向边上推动，让膨胀的空气放出来。过了一个短时间以后可以觉得由于空气开始冷却所形成的低压会把盖子吸住，这时移动盖子稍微困难，这样盖子即不会打落，但搬动时最好置于盘中，或用手指按住盖子，以防其落下打碎。

2. 坩埚 使用坩埚烧灼沉淀时，必须先知道空坩埚的重量，并保证其在以后烧灼时重量不改变。但一般新坩埚在初几次烧灼时重量时有变动，所以应该预先将坩埚烧灼到固定重量。其方法为将干净的坩埚置于泥三角上，泥三角放在三脚架的铁环上，用煤气灯或酒精喷灯烧灼，先以小火焰缓缓加热，火焰逐渐加大，最后以大火焰烧灼，灼烧时要用氧化焰。因锥体要比坩埚底低数毫米，烧灼15~20分钟（新坩埚第一次可烧30分钟以上），然后熄去火焰。稍冷却至200℃（可用手放在坩埚附近试验估计），用清洁的坩埚钳将其移入干燥器中，冷却至室温（约30分钟）然后称其重量。如此重复烧灼至二次，所称的重量，相差不大于0.0002

克即可。若有电熔爐可使用电熔爐来燒灼坩堝至固定重量。

3. 容量瓶 它是用来配制較多量溶液或标准溶液的。在配制溶液时，当溶液已稀釋到容量瓶約 $\frac{3}{4}$ 处，应先搖动混合均匀，然后調节至室溫，再加以稀釋，当將要达到刻度时，盖紧瓶盖搖动均匀。搖动混合时应在瓶底襯以干淨白布，以免手热影响其体积，然后打开其瓶盖，使附于瓶盖处一些溶液流下，然后再加入蒸餾水或其他液体（用吸量管滴至液面弯月面下边与刻度正好相切为止），視察时容量瓶的刻度綫与工作者的眼睛应在同一水平綫上，然后盖紧搖匀即可。当液体由燒杯等器皿倒入容量瓶中时，可借一小漏斗，同时在容量瓶与漏斗間用一小紙条隔开，这样当液体流入时空气从空隙中逸出不至使漏斗中之液体溅出而損失。

4. 吸量管 吸量管是用来測量一定体积的液体的，并且可以把它从一个器皿中移到另一个里面，使用时应注意下面几点：

(1) 用吸量管吸取任何液体的时候，先要用少量的这种溶液冲洗二、三次，并將洗液棄去，以免留在管壁上的水分会把量出的溶液稀釋（例如 50 毫升的吸量管每次可吸取洗液 10 毫升左右，較小之吸量管可用較少的洗液）。

(2) 使用吸量管时应用拇指和中指拿住它的靠頂端部分，將下端徐徐的插入溶液中，慢慢吸入量管内（注意下端不可露出液面，否則溶液將要吸入口中）。当管内溶液上升到比刻度稍高时用食指迅速盖紧上孔，用干淨之擦布將吸量管下端擦干，再徐徐移动食指，使溶液逐漸流下至溶液的弯月面下边与刻度相切为止（观察时視綫应与刻度在同一水平面上），下端若留有小水滴，可取一小表面玻璃，將下端水滴

碰下。

(3) 然后将吸量管移入另一个器皿中，例如锥形烧瓶等，使其下端与瓶壁接触，然后启放食指，任溶液自行流出，在溶液流毕后等候约 15 秒钟即可取出（注意不可将残在吸量管中溶液吹出）。

5. 滴定管 滴定管是在滴定时用来测量所耗用的标准溶液的体积的，为了在分析中获得准确的结果，必须对流出的溶液做准确的测量，使用时应注意下列几点：

准备时应注意的几点：

(1) 使用滴定管时，应先将其玻璃活塞及活心子揩干，然后涂上一层薄凡士林（注意不可多用），然后放入，转动活塞使其成为一层均匀薄膜，涂得好的活塞是透明的而不是暗淡的，或有一丝丝的水痕的，活塞孔中不会有凡士林，因而是畅通的。

(2) 用少量的溶液冲洗滴定管 2~3 次，每次须将洗液弃去，这样可以除去时常会留在管壁和下端节门中的水分而不会将溶液冲淡（50 毫升滴定管每次约用洗液 10 毫升左右）。

(3) 冲洗后即可装满溶液，并转动活塞，使溶液急速从下端流出，以除去下端之气泡。

(4) 然后徐徐滴下，调节其弯月液面下边恰好与上端刻度相切，取一小表面玻璃碰去其下端附着的溶液水滴，即可开始滴定。在观察时为了使弯月面显得比较清楚，最好在滴定管背后放一遮光板。遮光板是用一小块厚纸制成（大约 5×5 厘米），遮光板的一半贴着白纸，另一半贴着黑纸，如果将这种遮光板置于滴定管背后，黑条向下，并使它比弯月面低一毫米，由于反射的缘故，弯月面成黑色，并且形状显