

54.1524
248
C.3

冶金分析试剂的 提纯与配制

《冶金分析试剂的提纯与配制》编写组

冶金工业出版社

本书主要介绍高纯稀有金属和半导体材料研制和分析工作中常用试剂的提纯与配制方法。书中搜集了水、酸等 37 种常用无机试剂的提纯方法，34 种有机试剂的提纯方法，23 种容量分析用标准溶液的配制及标定方法，43 种光度分析、化学光谱分析、极谱分析用标准溶液的配制及校对方法，等等。

本书供工厂、研究机关和学校分析工作者参考。

冶金分析试剂的提纯与配制

《冶金分析试剂的提纯与配制》编写组

*

冶金工业出版社出版
新华书店北京发行所发行
北京印刷七厂印刷

*

开本小32 印张 11¹/₁₆。字数 236 千字
1973 年 6 月第一版 1973 年 6 月第一次印刷
印数 00,001~38,500 册

*

统一书号：15062·3047 定价（科四）0.93 元

前 言

解放以来，在伟大领袖毛主席无产阶级革命路线指引下，我国在原子能、半导体、电子技术和空间技术等现代科学技术领域中取得了很大成就。随着现代科学技术的发展，稀有金属和半导体材料的研制和分析工作也相应地发展起来，对试剂的纯度提出了更高的要求。在高纯稀有金属和半导体材料的研制和分析工作中，经常需要使用高纯试剂、特殊试剂和标准试剂。但是，由于高纯试剂的生产、包装、贮存和供应上的问题，往往不能及时得到符合要求的产品，因此，在稀有金属和半导体材料的研制和分析工作中，必须对所使用的试剂进行提纯。

为了适应稀有金属与半导体材料工业迅速发展的需要，我们将高纯稀有金属及半导体材料研制和分析工作中常用试剂的提纯与配制方法编成此书。本书是1963年由工业出版社再版的《常用试剂配制法》一书的修订本。修订时，根据第一版出版以来我们工作中积累的经验，在本书中增加了试剂提纯与标准溶液的校对方法，收集了水、酸等37种常用无机试剂的提纯方法，34种有机试剂的提纯方法，23种容量分析用标准溶液的配制及标定方法，43种光度分析、化学光谱分析、极谱分析用标准溶液的配制及校对方法，在篇幅上大约增加了两倍。书中介绍的方法，绝大部分是我们目前所采用的；另外有一小部分是尚未经我们实践的方法，我们认为有一定的参考价值，因而以小体字排印在各个章节之中。为了便于分析工作者参考，我们将文献、手册上见到的一些有关的内容和数据分别安排在各章节与附录中。同时，书中

30553

V

所用的换算系数、当量、分子量等等数据，都是由1962或1969年国际原子量（用 $C^{12}=12$ 作基准的国际原子量）导出的，请读者注意。

由于我们水平所限，调查研究不够，实践经验缺乏，书中可能有不少缺点和错误，请同志们批评指正。

编 者

一九七二年八月

目 录

第一部分 冶金分析中常用试剂的提纯

第一章 水的提纯	3
§ 1—1 原水的预处理	3
§ 1—2 蒸馏法制纯水	5
§ 1—3 离子交换法制纯水	6
§ 1—4 复塔法	8
§ 1—5 混合塔法	11
§ 1—6 离子交换法制取纯水的若干问题	14
§ 1—7 离子交换法制取纯水和高纯水的应用例	24
第二章 无机酸的提纯	30
§ 2—1 注意事项和蒸馏设备	30
§ 2—2 化学实验室中所用的容器材料及其主要特性	36
§ 2—3 设备、容器材料对高纯酸杂质含量的影响	38
§ 2—4 盐酸的提纯	41
§ 2—5 氢氟酸的提纯	46
§ 2—6 硝酸的提纯	52
§ 2—7 氢溴酸的提纯	54
§ 2—8 氢碘酸的提纯	57
§ 2—9 过氯酸的提纯	57
第三章 无机试剂的提纯与制备	59
§ 3—1 氨水的提纯	59
§ 3—2 汞的提纯	61
§ 3—3 溴的提纯	66
§ 3—4 硼酸的提纯	68
§ 3—5 氯化铵的提纯与制备	71

§ 3—6	钼酸铵的提纯	72
§ 3—7	钒酸铵的提纯	73
§ 3—8	氯化钠的提纯	74
§ 3—9	氯化钾的提纯	76
§ 3—10	碳酸钠的提纯	76
§ 3—11	硫酸钾的提纯	77
§ 3—12	焦硫酸钾的制备	78
§ 3—13	重铬酸钾的提纯	79
§ 3—14	氟化钠的提纯与制备	79
§ 3—15	氟化锂的制备	80
§ 3—16	氟化铝的制备	81
§ 3—17	碳酸锂的制备	82
§ 3—18	碳酸钡的制备	83
§ 3—19	氯化银的制备	84
§ 3—20	氧化钡的制备	85
§ 3—21	氧化镓的制备	86
§ 3—22	氧化锆的制备	87
§ 3—23	五氧化二钽的制备	88
§ 3—24	氧化锌的制备	91
§ 3—25	氧化铜的制备	93
§ 3—26	氧化铈的制备	95
§ 3—27	氧化锡的制备	97
§ 3—28	氧化镉的制备	98
§ 3—29	结晶焦磷酸钠的提纯	99
§ 3—30	无水焦磷酸钠的提纯	100
第四章	有机试剂的提纯与合成	101
§ 4—1	关于提纯与合成有机试剂的简述	101
§ 4—2	甲醇的提纯	106
§ 4—3	乙醇的提纯	107
§ 4—4	丙三醇(甘油)的提纯	109

§ 4—5	正丁醇和异戊醇的提纯	111
§ 4—6	甲酸 (蚁酸) 的提纯	113
§ 4—7	乙酸 (醋酸) 的提纯	113
§ 4—8	乙醚的提纯	115
§ 4—9	异丙醚的合成与纯化	118
§ 4—10	丙酮的提纯	122
§ 4—11	甲异丁酮和环己酮的提纯	123
§ 4—12	乙酸乙酯的提纯	124
§ 4—13	醋酸正丁酯的提纯	124
§ 4—14	磷酸三丁酯的提纯	126
§ 4—15	三氯甲烷 (氯仿) 的提纯	127
§ 4—16	四氯化碳的提纯	129
§ 4—17	二氯乙烷的提纯	130
§ 4—18	乙腈的提纯	131
§ 4—19	石油醚的提纯	132
§ 4—20	液体石蜡的提纯	132
§ 4—21	苯的提纯	132
§ 4—22	甲苯的提纯	134
§ 4—23	二硫化碳的提纯	134
§ 4—24	正己烷的提取	135
§ 4—25	8-羟基喹啉的提纯	137
§ 4—26	二苯基硫卡巴腓 (二硫腓) 的提纯与合成	139
§ 4—27	铜试剂的提纯	140
§ 4—28	铜铁试剂的提纯	141
§ 4—29	柠檬酸的提纯	142
§ 4—30	酒石酸的提纯	143
§ 4—31	草酸的提纯	144
§ 4—32	草酸铵的合成	145
§ 4—33	乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 的提纯	145

第二部分 冶金分析中常用试剂的配制及标定

一般试剂浓度的表示法	150
第五章 玻璃容器的校正	150
§ 5—1 一般原理	150
§ 5—2 滴定管的校正	151
§ 5—3 移液管的校正	153
§ 5—4 容量瓶的校正	154
§ 5—5 玻璃容器的允许误差表	154
第六章 容量分析标准溶液的配制及标定	156
氧化还原用标准试剂	156
§ 6—1 硫代硫酸钠溶液的配制及标定	156
§ 6—2 用重铬酸钾标定硫代硫酸钠	157
§ 6—3 高锰酸钾溶液的配制及标定	158
§ 6—4 碘液的配制及标定	159
§ 6—5 重铬酸钾标准溶液的配制及标定	160
§ 6—6 硫酸高铁铵溶液的配制及标定	162
§ 6—7 硫酸亚铁铵溶液的配制及标定	163
§ 6—8 溴酸钾溶液的配制及标定	164
§ 6—9 铁氰化钾溶液的配制及标定	165
§ 6—10 亚硝酸钠—亚砷酸溶液的配制及标定	166
§ 6—11 钒酸铵溶液的配制及标定	167
§ 6—12 溴酸钾—溴化钾溶液的配制及标定	168
络合滴定用标准试剂	169
§ 6—13 乙二胺四乙酸二钠盐 (EDTA) 溶液的配制及标定	169
沉淀滴定用标准试剂	172
§ 6—14 硫氰化钾溶液的配制及标定	172
§ 6—15 硝酸银溶液的配制及标定	173
§ 6—16 硝酸汞溶液的配制及标定	174

§ 6—17 亚铁氰化钾溶液的配制及标定 (外指示剂)	175
§ 6—18 亚铁氰化钾溶液的配制及标定 (内指示剂)	176
§ 6—19 镍试剂标准溶液的配制及标定	177
中和滴定用标准试剂	178
§ 6—20 硫酸溶液的配制及标定	178
§ 6—21 盐酸溶液的配制及标定	179
§ 6—22 硝酸溶液的配制及标定	180
§ 6—23 氢氧化钠溶液的配制及标定	181
第七章 光度分析、化学光谱分析和极谱分析用标准	
溶液的配制及校对	183
§ 7—1 钠标准溶液的配制及校对	183
§ 7—2 钾标准溶液的配制及校对	184
§ 7—3 铜标准溶液的配制及校对	184
§ 7—4 银标准溶液的配制及校对	186
§ 7—5 铍标准溶液的配制及校对	187
§ 7—6 镁标准溶液的配制及校对	188
§ 7—7 钙标准溶液的配制及校对	189
§ 7—8 钡标准溶液的配制及校对	191
§ 7—9 锌标准溶液的配制及校对	192
§ 7—10 镉标准溶液的配制及校对	193
§ 7—11 汞标准溶液的配制及校对	194
§ 7—12 硼标准溶液的配制及校对	195
§ 7—13 铝标准溶液的配制及校对	196
§ 7—14 镓标准溶液的配制及校对	197
§ 7—15 铟标准溶液的配制及校对	198
§ 7—16 铊标准溶液的配制及校对	199
§ 7—17 硅标准溶液的配制及校对	200
§ 7—18 锗标准溶液的配制及校对	202
§ 7—19 锡标准溶液的配制及校对	204
§ 7—20 铅标准溶液的配制及校对	205

§ 7—21 钛标准溶液的配制及校对	206
§ 7—22 锆标准溶液的配制及校对	207
§ 7—23 氮标准溶液的配制及校对	208
§ 7—24 磷标准溶液的配制及校对	209
§ 7—25 砷标准溶液的配制及校对	210
§ 7—26 锑标准溶液的配制及校对	211
§ 7—27 铋标准溶液的配制及校对	212
§ 7—28 钒标准溶液的配制及校对	213
§ 7—29 铌标准溶液的配制及校对	214
§ 7—30 钽标准溶液的配制及校对	215
§ 7—31 硫标准溶液的配制及校对	215
§ 7—32 硒标准溶液的配制及校对	216
§ 7—33 碲标准溶液的配制及校对	217
§ 7—34 铬标准溶液的配制及校对	218
§ 7—35 钼标准溶液的配制及校对	219
§ 7—36 钨标准溶液的配制及校对	220
§ 7—37 氟标准溶液的配制及校对	221
§ 7—38 氯标准溶液的配制及校对	222
§ 7—39 锰标准溶液的配制及校对	223
§ 7—40 铈标准溶液的配制及校对	224
§ 7—41 铁标准溶液的配制及校对	226
§ 7—42 钴标准溶液的配制及校对	227
§ 7—43 镍标准溶液的配制及校对	228

第三部分 附 录

附录 I 国际原子量 (1962年, 1969年) 表	233
附录 II 金属在酸、碱中的溶解性质表	234
附录 III 由一个浓度换算为其它浓度的换算式	238
附录 IV 一些市售试剂的浓度和密度	240

附录 V	重要的酸、碱指示剂表	241
附录 VI	一些混合酸、碱指示剂	267
附录 VII	氧化-还原指示剂	270
附录 VIII	重要的络合滴定指示剂	279
附录 IX	缓冲溶液的制备	294
附录 X	容量分析结果的计算 (各种分析物质的当量表)	306
附录 XI	换算因数“ <i>F</i> ”表	316

第一 部 分

冶金分析中常用試劑的提純



第一章 水的提純

§ 1—1 原水的预处理

用于制取纯水的水源，不外乎如下几种：

1. 江河水

江河水硬度较小，碳酸少，含氧量大，悬浮物多，有机物多。水质随季节变化大，使用之前需要沉淀、过滤等预处理。

2. 湖沼水

湖沼水与江河水相似，因移动性小，外观较清。但是，因藻类、菌类的生长使有机物含量增高。使用之前需要过滤、通氣等方法除去或破坏有机物。

3. 地下水（井水）

地下水清而无悬浮物，通常硬度较大（其中主要是碳酸盐）。地下水的硬度随地区变化很大，应当尽量选用硬度较小的地下水。地下水是较理想的水源，可不经预处理。

4. 自来水

由于自来水经过处理，硬度适中，清而无有机物，是最理想的水源。一般来说，用于制造纯水的水源（特别是用离子交换法提纯水时）应当具有如下要求：

1. 无悬浮物和胶体物质，外观清、无色无气味；
2. 无藻类、菌类、水生植物，有机物含量应尽量少；
3. 含盐量、溶解气体应尽量少；
4. 水质稳定，随季节变化小。

如果由于条件的限制，当地没有理想的水源，就必须对选用的水源作适当的预处理。原水预处理的方法如下所述。

I 沉 淀

当含有不溶悬浮物的水静置时，水中不溶物受重力作用而沉降。

悬浮物颗粒愈大，沉降速度愈快。工业上用的水沉降池便属此类。为了加速沉降，采用急速沉降法，此法是使水中悬浮物在重力和离心力的双重作用下加速沉降，所谓“急速沉降装置”便是这种方法的具体应用。在使用急速沉降装置时，经常加入药剂，以便加速悬浮物沉降，降低水中盐类含量。例如，某厂的急速沉降装置，是使河水从装置底部沿切线方向导入该装置，同时在水中加入凝聚剂 FeCl_2 （或 FeSO_4 ）和降低水中含盐量的电石渣 $(\text{Ca}(\text{OH})_2)$ 。加有药剂的水在上大下小的圆锥柱形的装置中旋转上升，水的旋转速度逐渐减慢，水中的悬浮物逐渐受重力和离心力作用而沉降。为了加速沉降，在装置内部沿同心圆方向和射线方向设置若干隔板，用以延长水流的途径，达到加速沉降的目的。清水从设备上部导出，泥浆从设备下部的锥形底放掉。

II 过 滤

含有悬浮物的水，经过沉降池之后，仍含有颗粒较小的不溶物。过滤可进一步除去这些悬浮物。工业上时常采用砂滤池和塔式过滤器。过滤介质多采用砾石、经过筛选为一定粒度的砂、无烟煤或活性炭等等。

III 加 药 剂

在水中加入一种或几种能使水中杂质（包括溶解和不溶解的）氧化还原、络合、沉淀、凝聚的化学药品，用以降低水中杂质含量，改变水的pH值，破坏或改变水中杂质的组合，从而达到纯化水的目的。例如，用加入石灰或电石渣的方法降低水中的硬度；用加入液氯或氯气的方法破坏有机物和杀死菌类；加入甘露醇以防止硼的蒸出，加入高锰酸钾防止低价易挥发杂质的蒸出；用加入凝聚剂（如明矾、有机凝聚剂）加速澄清作用。

IV 电 解 与 电 渗 析

当水流过电极板时，水中的悬浮物、胶体在电场的作用下而加速沉降，水中溶解的盐类电解析出，从而使水纯化。

当把离子交换膜置于电场中，水在膜间空隙流过时，由于交换膜

具有选择性地通过离子的能力，从而减少和除去水中的离子杂质。应用时，把若干片阳离子交换膜和阴离子交换膜相间地组成一个电渗析单元，使水通过它，即可达到纯化水的目的。电渗析法适用于处理含有离子杂质较多的水，例如海水淡化。北京化工厂成功地利用电渗析法作混合床离子交换法的预处理，代替了石灰预处理，降低了成本，提高了水质。采用多室串联离子交换膜电渗析直接制取纯水看来也是可行的。这时，对于处理离子杂质含量高的水源时，成本仍然是很低的，这是一般的离子交换法所力不能及的。

对于制取纯水来说，大都是应用上述方法进行预处理。经过预处理之后，用蒸馏法或离子交换法进一步提纯水。但是对于制取高纯水来说，有时需要交换、蒸馏二次或数次，或者蒸馏之后交换，或者交换之后蒸馏。因此，蒸馏或交换之后仍须进一步纯化时，它们也可以算作一种预处理手段。

§ 1—2 蒸馏法制纯水

蒸馏法制纯水是根据水与杂质的不同沸点来纯化水的。蒸馏水的蒸馏器是多种多样的。为了减少环境污染和热量损失，最近多采用蒸馏器内电阻加热，代替外部电炉、煤气、煤炉加热。采用不沸腾蒸发法，则可进一步确保蒸馏水的纯度。最近设计制造的双蒸器也能提取纯度较高的水。实验室用水蒸馏器，一般是用铜或玻璃制造的。硬质玻璃和石英蒸馏器、银蒸馏器、聚四氟乙烯和白金蒸馏器都是为制备某种用途的高纯水而设计制造的。高纯水应当贮存在有机玻璃、聚乙烯、聚氯乙烯或石英容器中。

为了提高蒸馏水的纯度，应当增加蒸馏次数，减小蒸馏速度，采用高纯材料（例如石英）蒸馏器，勤清洗蒸馏器。实验室中经常使用二次水、三次水、四次水，就是蒸馏（或离子交换）二次、三次、四次而得到的。但是无限制地增加

蒸馏次数并不能保证水纯度的进一步提高，因为空气及灰尘的污染，容器材料的污染限制了纯度的进一步提高。同样，用减小蒸馏速度的方法也受上述同样原因的限制。所以说，蒸馏次数和蒸馏速度的选择要从实际出发，既要保证一定的质量，又要考虑产量和成本。为了避免低沸点杂质随水蒸汽带出来，经常用加入试剂的方法抑制挥发杂质的挥发，例如，加入甘露醇抑制硼的挥发等。此外，应注意保持工作室尽可能高的卫生条件，以减小环境的污染。

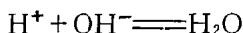
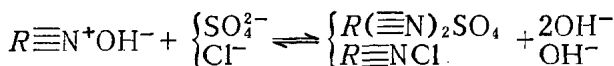
蒸馏法制取纯水的优点是操作简单，可以除去非离子杂质和离子杂质。但是，由于蒸馏水的成本高、产量小、比电阻较低，不适应近来飞速发展起来的半导体工业的需要，逐渐被发展起来的离子交换法所取代。

§ 1—3 离子交换法制纯水

当水流过装有离子交换树脂的交换器时，水中的杂质离子被离子交换树脂所截留。这是因为离子交换树脂交换基中的 H^+ （阳离子交换树脂表示为 $R-SO_3^-H^+$ ）或 OH^- （阴离子交换树脂表示为 $R\equiv N^+OH^-$ ）与水中的杂质离子，例如 Ca^{2+} 、 Na^+ 或 Cl^- 、 SO_4^{2-} 互换，从交换基换下来的 H^+ 与 OH^- 结合为 H_2O 。化学反应式为：



（式中 R 表示离子交换树脂母体）



上述离子互换反应是可逆的，所以当 H^+ 或 OH^- 浓度