

工厂实用 化学分析手册

鄢国强 编



机械工业出版社

工厂实用化学分析手册

鄢国强 编



机械工业出版社

(京)新登字054号

本书内容包括：化验室的建设与管理、化学试剂及溶液的配制、分析数据的处理、化验室的安全知识、化学分析法的基本原理、钢铁及铁合金的化学分析方法、非铁金属及其合金的化学分析方法，以及脱脂液、酸洗液、镀液、氧化液和碱化液的化学分析方法。书末列出了一些实用资料及数据。

本书着重于实际操作，所介绍的分析方法成熟可靠，具有先进性和代表性。对分析方法的原理仅作扼要说明，而对分析操作步骤、注意事项和操作经验尽可能予以详尽叙述。

本书主要供机械、冶金等企业，特别是中小型企业化学分析工作者使用，也可供科研及大专院校分析化学专业师生参考。

图书在版编目(CIP)数据

工厂实用化学分析手册/郦国强编. —北京：机械工业出版社，1995.5

ISBN 7-111-04488-6

I. 工… I. 郦… II. 工厂-化学分析-手册 IV. TB497-62

中国版本图书馆CIP数据核字 (94) 第12593号

出版人：马九荣（北京市百万庄南街1号 邮政编码100037）

责任编辑：崔世荣 版式设计：王颖 责任校对：姚培新

封面设计：郭景云 责任印制：王国光

机械工业出版社京丰印刷厂印刷·新华书店北京发行所发行

1995年5月第1版·1995年5月第1次印刷

787mm×1092mm^{1/32}·17.25印张·3插页·380千字

0 001-3 800册

定价：18.00元

前 言

随着改革开放的不断深化，企业要生存、发展，产品的质量是关键。保证产品质量的重要环节是对原材料及成品的材质检验，对此化学分析起着十分重要的作用，被誉为工业生产及科研工作的眼睛。

近几年来，我时常收到各地来函或接待各地来访者，要求推荐实用化学分析资料、培训化学分析人员或询问如何建立化验室，特别是近年异军兴起的乡镇企业对此要求更加迫切。为此，我汲取了分析同行们的宝贵经验，结合自己多年的工作实践，并参考国内外最新文献资料及标准方法，编写成《工厂实用化学分析手册》一书，以满足工厂尤其是中小型工厂化学分析工作者的迫切需要。

本书以化验室的建设与管理开篇，针对我国中小型工厂的实际功能及特点，从实际需要出发，选取成熟可靠、具有先进性和代表性的方法，加以深入浅出地介绍，着重于实际操作，对分析方法的原理仅作扼要说明，而对分析操作步骤、注意事项及操作经验等尽可能予以详尽地叙述，以供读者实际应用时参考。本书的附录则列出了一些实用资料和数据。

本书第一章至第四章及附录部分，由上海师范大学陆定安教授审稿；第五章至第八章，由上海材料研究所吴诚教授审稿。

在编写过程中，得到了上海材料研究所吴继祖教授、林建基高级工程师、唐舜民高级工程师、熊辛梅工程师、戴心

Ⅶ

娣工程师、马冲先工程师；上海汽车工业总公司质量监督检测所唐诗雄高级工程师；上海柴油机厂王智汉高级工程师；核工业部三十一信箱徐盘明高级工程师；山东冶金研究所周宗学高级工程师、曹文立主任工程师、刘长德工程师；无锡高速分析仪器厂沈乐安厂长、张兴宝副厂长等的大力支持，谨此一并表示衷心感谢。

由于编者水平有限，经验不足，加之成稿时间仓促，书中错误之处难免，我诚挚地敬请广大读者批评、指正。

鄢国强

1994年5月22日于上海

目 录

前 言

第一章 化验室的建设与管理	1
第一节 化验室的筹建	1
一、化验室的位置选择及设备布置	1
二、化验室的基本设备	2
三、试样取制设备及制备规则	5
四、常用的加热设备及制冷设备	8
五、化验室的常用工具	15
六、化验室的工作要求	17
第二节 化验室用纯水的制备	21
一、蒸馏法制备纯水	21
二、离子交换法制备纯水	22
三、特殊用水的制备	25
四、化验室用纯水的质量检验	26
第三节 常用玻璃仪器的选用	27
一、玻璃的特性	27
二、常用的玻璃仪器	28
三、玻璃仪器的洗涤	38
第四节 分析天平的使用	41
一、天平的称量原理、种类和构造	41
二、天平的安装及检定	47
三、砝码的等级、校正及保养	49
四、天平的使用	51
第五节 化验室常用分析仪器的管理与使用	55

一、分析仪器的管理	55
二、常用分析仪器的使用	56
第二章 化学试剂及溶液的配制	79
第一节 化学试剂的一般知识	79
一、化学试剂的分类和规格	79
二、化学试剂的包装和选用	81
三、化学试剂的使用	83
四、化学试剂的保管	84
五、滤纸规格及滤纸浆的制备	85
第二节 溶剂和熔剂的性质及应用	86
一、常用溶剂的性质及应用	87
二、常用熔剂的性质及应用	90
第三节 溶液浓度的表示方法	92
一、比例浓度	92
二、百分浓度	92
三、物质的量浓度(c_B)	93
四、滴定度(T)	94
五、质量体积浓度(m/V)	95
第四节 溶液的配制及计算	95
一、体积比浓度溶液的配制及计算	96
二、质量体积百分浓度溶液的配制及计算	96
三、物质的量浓度溶液的配制及计算	97
四、滴定度溶液的配制及计算	102
五、物质的量浓度与滴定度的相互换算	105
第五节 标准溶液的配制及应用	106
一、配制标准溶液的一般方法及规定	106
二、标准溶液的有效期	111
三、常用标准溶液的配制与标定方法	111
第六节 缓冲溶液的配制及应用	126
一、缓冲溶液及其应用	126

二、缓冲溶液pH值的计算	128
三、常用缓冲溶液的配制	128
四、pH标准溶液	130
第三章 分析数据的处理	132
第一节 误差的基本知识	132
一、误差的定义及来源	132
二、准确度和精密度	133
第二节 化学分析允许差的应用	135
一、允许差的概念	135
二、允许差的应用	136
第三节 有效数字及运算法则的应用	137
一、有效数字的概念	137
二、数字修约规则	137
三、有效数字运算法则	137
四、有效数字法则在化学分析中的应用	138
第四章 化验室的安全知识	140
第一节 化验室的安全操作常识	140
一、化验室的一般安全技术规程	140
二、化验室的安全操作技术规程	143
第二节 贵重器皿的安全使用规则	147
一、铂器皿的性能及使用规则	147
二、银器皿的性能及使用规则	149
三、镍坩埚的性能及使用规则	149
四、石英器皿的性能及使用规则	149
五、聚四氟乙烯器皿的性能及使用规则	150
六、玛瑙研钵的性能及使用规则	150
第五章 化学分析法的基本原理	151
第一节 重量分析法	151
一、重量分析法及其特点	151

二、重量分析法的操作过程	153
三、进行沉淀的主要条件	153
第二节 滴定分析法	156
一、概述	156
二、酸碱滴定法	158
三、氧化还原滴定法	160
四、络合滴定法	164
五、沉淀滴定法	170
第三节 吸光光度法	172
一、概述	172
二、吸光光度分析的基本原理及摩尔吸光系数	174
三、显色反应的确定和测量条件的选择	179
第六章 钢铁及铁合金的化学分析方法	183
第一节 冶金产品化学分析方法的一般规定	183
第二节 钢铁的化学分析方法	185
一、碳的测定	185
二、硫的测定	196
三、磷的测定	205
四 硅的测定	213
五、锰的测定	221
六、铬的测定	229
七、钒的测定	238
八、镍的测定	250
九、钛的测定	261
十、铜的测定	267
十一、钼的测定	275
十二、钨的测定	284
十三、钴的测定	291
十四、铝的测定	299
十五、稀土总量的测定	309

十六、铌的测定	317
十七、硼的测定	323
十八、砷的测定	335
十九、镁的测定	340
二十、氮的测定	343
二十一、铁的测定	348
二十二、系统快速分析方法	352
第三节 铁合金的化学分析方法	359
一、硅铁合金中硅、磷的测定	359
二、钛铁合金中钛、铝的测定	362
三、锰铁合金中锰、磷的测定	367
四、铬铁合金中铬、磷的测定	369
五、钼铁合金中钼、锰的测定	374
六、钨铁合金中钨、磷的测定	376
七、硅钙钡合金(孕育剂)中钙、钡、硅的测定	379
第七章 非铁金属及其合金的化学分析方法	384
第一节 铜及铜合金的化学分析方法	384
一、铜的测定	385
二、锌的测定	391
三、铅的测定	394
四、锡的测定	397
五、铁的测定	403
六、镍的测定	406
七、磷的测定(磷砷联测)	412
八、锰的测定	417
九、铝的测定	421
十、硅的测定	426
第二节 铝及铝合金的化学分析方法	429
一、硅的测定	430
二、铜的测定	435

三、铁的测定	438
四、锰的测定	439
五、镁的测定	443
六、镍的测定	447
七、钛的测定	448
八、锌的测定	452
第三节 锌及锌合金的化学分析方法	454
一、铝的测定	454
二、铜的测定	458
三、镁的测定	460
四、铁的测定	463
第四节 锡、铅及其合金的化学分析方法	465
一、锡的测定	465
二、铅的测定	469
三、锑的测定	470
四、铜的测定	472
五、砷的测定	475
六、铝的测定	477
第八章 表面处理溶液的化学分析方法	479
第一节 预处理溶液的化学分析方法	479
一、脱脂溶液中氢氧化钠、碳酸钠、磷酸钠的测定	480
二、脱脂溶液中硅酸钠的测定	482
三、酸洗溶液中硫酸或盐酸的测定	482
四、酸洗溶液中氯化物的测定	483
第二节 镀液的化学分析方法	484
一、化学镀镍溶液中次磷酸钠的测定	484
二、化学镀镍溶液中亚磷酸钠的测定	486
三、化学镀镍溶液中硫酸镍的测定	488
四、酸性镀铜溶液中铜和硫酸的测定	489
五、酸性镀铜溶液中铁的测定	490

六、酸性镀铜溶液中氯离子的测定	490
七、酸性镀锌溶液中锌的测定	491
八、酸性镀锌溶液中硫酸根的测定	492
九、酸性镀锌溶液中氯化物的测定	493
十、镀铬溶液中六价铬及三价铬的测定	493
十一、镀铬溶液中硫酸的测定	495
第三节 钢铁氧化液及磷化液的化学分析方法	496
一、氧化液中氢氧化钠和碳酸钠的测定	496
二、氧化液中亚硝酸钠的测定	497
三、磷化液中游离酸度和总酸度的测定	498
四、磷化液中磷的测定	500
五、磷化液中亚铁离子的测定	500
六、磷化液中锰的测定	501
七、磷化液中锌的测定	502
附录A 化学分析中常用的量和单位	503
附录B 化学分析测定结果的计算公式	504
附录C 难溶有机盐的溶度积及沉淀条件	507
附录D 常见元素的共沉淀剂	512
附录E 常用掩蔽剂及解蔽剂	513
附录F 常用化学试剂缩写符号与中文名称对照	518
附录G 标准物质	521
附录H 玻璃量器的校正	523
附录I 化验室常用仪器设备的型号、规格及生产厂家	528
附录J 钢铁化学分析允许差	533
附录K 元素周期表	插页
主要参考文献	538

第一章 化验室的建设与管理

工厂企业的分析工作，在工业生产的全过程（从原材料进厂、冶炼和加工到产品出厂）以及产品开发、质量控制、工艺改进的研究过程中起着十分重要的作用，被誉为工业生产与科研的眼睛。同时，分析工作又是一种比较精细、要求严格的工作。工厂企业应尽量创造条件，使分析工作有一个比较合理的、适宜的工作的环境，以保证分析工作的正常进行。

工厂企业，尤其是近年来异军突起的乡镇企业，根据自身发展的需要和对分析要求的不同，可建成中心试验室、中间控制分析室（炉前分析室、车间分析室）等。不同的化验室既有共同点，又有各自的分工。

本章主要介绍一般的化验室的建设与管理的有关问题。

第一节 化验室的筹建

一、化验室的位置选择及设备布置

化验室最好选择和环境安静、清洁、噪声较小及自然通风条件较好的位置，不要建在马路、锅炉房、烟囱和排出有害气体的车间附近，以减少振动、飘尘、有害气体的侵袭。中间控制分析室可以设在车间旁边或附近，以便随时取样和报送分析结果。

化验室的房屋结构应能防震、防火、防尘、防潮。光线要充足，地面要干燥。最好划分为试样制取室、化学分析室、天平室、精密仪器室、试剂贮藏室等几个部分。条件不

允许时，至少应把化学处理用的通风橱分隔、试剂应在试剂柜内存放，而天平室及精密分析仪器室应隔成一个小室，以免分析天平及仪器受到腐蚀。

化验室可采用水泥、水磨石地面或浇涂地板漆，有条件的单位也可铺橡塑地板。化学分析室、试剂贮藏室要设计有地漏，以便于清洗冲刷地面，同时也可减小跑水事故的危害。

化验室内的设备布置，应有利于分析人员高效率地工作，有利于保护仪器设备及安全操作。在筹建化验室的过程中，可根据本单位的分析对象、场地条件等具体情况作出合理、实用的平面布置。图1-1为小型化验室设备平面布置示意图。

二、化验室的基本设备

化验室内的主要设备有：水电系统设备、实验台、试剂柜、通风橱及室内排气设备等。

（一）化验室的水电系统设备

化验室的供排水系统设备安排要合理，使用应方便，供水有保证，排水要畅通。可在实验台两头设水槽，以便于洗涤仪器。化验室的下水道应耐腐蚀（至少应有一根管道耐腐蚀），管径应粗大些，以防止堵塞。上水道应设有一般自来水阀门，还应配有高型弯管阀门，以便用于淋洗滴定管、移液管等较长的器皿。此外，还应设有带支管的抽滤用的水龙头，以供蒸馏、抽滤时应用。

化验室的电力总负荷，应根据用电设备的需要而设计。刀开关等配电用器材应采用封闭式。馈电导线应采用铜线，不宜采用铝线，以减少腐蚀。室内应安装可靠的保护接地线，以满足精密仪器接地的需要。

电力线引进室内后，要安装总的配电装置。室内布线要合理。不要随意拉线。单相三孔插座，要按规定接火、地、中

三线。地线不要虚设。电源线的连接不良、绝缘部分的绝缘不良、金属导线裸露在外等现象都是不允许的。使用电器时，切切注意安全。

(二) 实验台与试剂柜

在化学分析室中，实验台应置于可使光线从侧面射入的位置，并有荧光灯照明，以便于在光线昏暗时颜色的辨别及刻度的观察等。实验台中间可设试剂架（见图1-1），并有水龙头、煤气截门和电源插座。试剂架上存放常用试剂溶液。试剂架下可设计一个窄长方形水槽，与下水道相通，以便于清洁台面，也可直接排放稀的无易燃、易挥发及有毒物质的废液。实验台下为玻璃器皿柜。

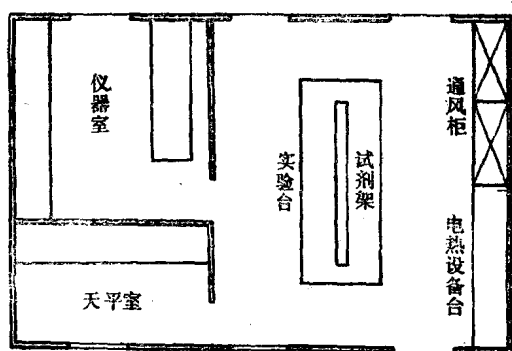


图1-1 小型化验室设备平面布置示意图

实验台可采用木材制作，并应刷涂油漆以提高其耐蚀性。实验台面上，应铺设瓷砖或耐酸性良好塑料板或橡胶板，以便于清洁台面。为防止油污、有机溶剂侵蚀及耐热需要，可在台面铺设较厚的石棉板。

放置精密仪器的工作台，要求稳固、水平，通常是采用

钢筋混凝土结构，上铺水磨石或瓷砖的台面。

实验室内用的试剂柜，用于存放固体试剂及各类指示剂滴瓶等。

(三) 化验室的通风设施

化验室的通风设施极为重要，在试样处理、分析操作过程中，经常会产生各种有毒、有害、有腐蚀性及刺激性的气体，这些气体必须及时采用通风设施排出室外。

1. 通风橱 通风橱是化验室内最常用且必须的通风设施。其大小可根据需要而定。通常做成长 $1.5\sim 1.8\text{m}$ ，深 0.8m ，空间高度 1.5m 左右。前门及侧壁安装玻璃。前门可以上下开启。框架可用木料制造，并刷涂耐腐漆。内壁及台面铺以瓷砖。橱内应设有照明、加热装置。最好在通风橱内设计一个水槽，以便于定期清洗冲刷，以确保安全操作。

通风橱应采用塑料风机排风。通风管道和风机，采用聚氯乙烯板焊接，排风口应高出屋顶 2m 以上。

图1-2为一种使用效果较好的狭缝式侧向通风橱的简图。抽气口开在侧面，而不是开在顶部。这样，既可以避免尘粒从抽气口落下，又有利于抽出比空气重或比空气轻的有毒有害气体。

2. 排风扇 排风扇是一种简易式排除室内气体的装置。通常将其安装在墙体的上

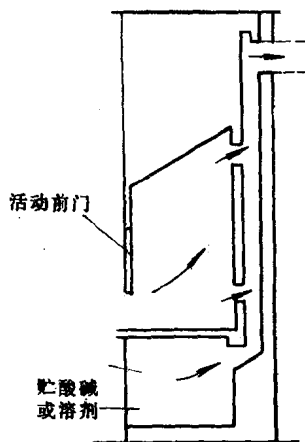


图1-2 狭缝式侧向通风橱示意图

部，可排出密度比空气小的有毒气体及蒸气。有些场合，排风扇则安装在墙体的底部，以排出密度比空气大的有毒气体或蒸气（如汞蒸气）。现在市场上有各种全塑换气扇可供选用。

三、试样取制设备及制备规则

如何采取与制备有代表性的试样，是保证分析质量的第一关。尽管试样的采取有时不是由化验室直接承担，而是由技术或质检部门按国家标准或规定进行。但是为了确保分析结果的可靠性，作为化验人员有必要熟悉和了解各类试样的取制设备、制备规则及注意事项。

（一）常用的试样取制设备

1. 破碎机 破碎机主要用于矿石、铁合金及炉渣等试样的破碎。其目的在于将采取的大块试样破碎，再经粉碎、细磨、缩分后选取少量分析试样，而这些试样则能代表整批原料或产品的平均成分含量。

破碎机分为颚式破碎机、滚式破碎机和圆盘粉碎机。一般的大块物料，可先通过颚式破碎机破碎、缩分成小块，再用滚式破碎机或圆盘粉碎机磨碎至大小为0.07mm左右的颗粒。

2. 钻床 钻床是取制钢铁、非铁金属及其合金试样的常用设备，化验室中通常采用的是立式钻床或台式钻床，前者切削力大，进给量大，钻孔直径可达25mm；后者切削力小，主轴回转快，钻孔迅速，钻孔直径可达12mm。但由于其回转速度快，发热量大，钻出的钢屑或金属粉末易被氧化，会影响分析结果，特别是对碳、硫等元素的分析结果影响更为显著。

钻头也有两种。一种为高速钢制成的麻花钻头，多用于一般试样的钻取；另一种为硬质合金刀片（碳化钨）镶制的