



高职高专
化工类课程规划教材

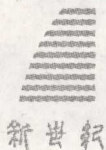
工业分析

(实训篇)

新世纪高职高专教材编审委员会组编
主审 姜洪文 主编 王英健 张 舵



大连理工大学出版社



高职高专化工类课程规划教材

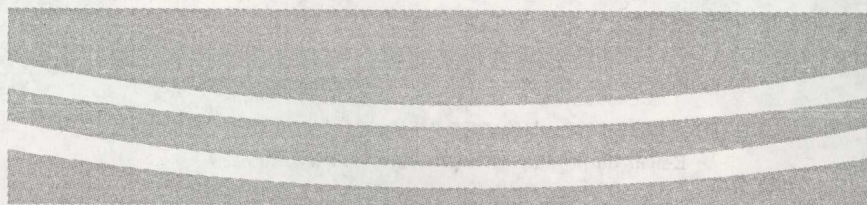
工业分析

(实训篇)

新世纪高职高专教材编审委员会组编

主 审 姜洪文

主 编 王英健 张 舵 副主编 王爱军 倪 超 邸万山



GONGYE FENXI

大连理工大学出版社

DALIAN UNIVERSITY OF TECHNOLOGY PRESS

图书在版编目(CIP)数据

工业分析. 实训篇/王英健,张舵主编. —大连:大连
理工大学出版社,2007.7
高职高专化工类课程规划教材
ISBN 978-7-5611-3616-4

I. 工… II. ①王…②张… III. 工业分析—高等学校:
技术学校—教材 IV. TB4

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 105764 号

大连理工大学出版社出版

地址:大连市软件园路 80 号 邮政编码:116023

发行:0411-84708842 邮购:0411-84703636 传真:0411-84701466

E-mail:dutp@dutp.cn URL:<http://www.dutp.cn>

大连理工印刷有限公司印刷 大连理工大学出版社发行

幅面尺寸:185mm×260mm 印张:10.5 字数:231 千字
印数:1~4000

2007 年 7 月第 1 版 2007 年 7 月第 1 次印刷

责任编辑:雷春雨 李作鹏 责任校对:孙晓静
封面设计:季 强

ISBN 978-7-5611-3616-4

定 价:16.00 元

总 序

我们已经进入了一个新的充满机遇与挑战的时代,我们已经跨入了 21 世纪的门槛。

20 世纪与 21 世纪之交的中国,高等教育体制正经历着一场缓慢而深刻的革命,我们正在对传统的普通高等教育的培养目标与社会发展的现实需要不相适应的现状作历史性的反思与变革的尝试。

20 世纪最后的几年里,高等职业教育的迅速崛起,是影响高等教育体制变革的一件大事。在短短的几年时间里,普通中专教育、普通高专教育全面转轨,以高等职业教育为主导的各种形式的培养应用型人才的教育发展到与普通高等教育等量齐观的地步,其来势之迅猛,发人深思。

无论是正在缓慢变革着的普通高等教育,还是迅速推进着的培养应用型人才的高职教育,都向我们提出了一个同样的严肃问题:中国的高等教育为谁服务,是为教育发展自身,还是为包括教育在内的大千社会?答案肯定而且惟一,那就是教育也置身其中的现实社会。

由此又引出高等教育的目的问题。既然教育必须服务于社会,它就必须按照不同领域的社会需要来完成自己的教育过程。换言之,教育资源必须按照社会划分的各个专业(行业)领域(岗位群)的需要实施配置,这就是我们长期以来明乎其理而疏于力行的学以致用问题,这就是我们长期以来未能给予足够关注的教育目的问题。

如所周知,整个社会由其发展所需要的不同部门构成,包括公共管理部门如国家机构、基础建设部门如教育研究机构和各种实业部门如工业部门、商业部门,等等。每一个部门又可作更为具体的划分,直至同它所需要的各种专门人才相对应。教育如果不能按照实际需要完成各种专门人才培养的目标,就不能很好地完成社会分工所赋予它的使命,而教育作为社会分工的一种独立存在就应受到质疑(在市场经济条件下尤其如此)。可以断言,按照社会的各种不同需要培养各种直接有用人才,是教育体制变革的终极目的。

随着教育体制变革的进一步深入,高等院校的设置是否会同社会对人才类型的不同需要一一对应,我们姑且不论。但高等教育走应用型人才培养的道路和走研究型(也是一种特殊应用)人才培养的道路,学生们根据自己的偏好各取所需,始终是一个理性运行的社会状态下高等教育正常发展的途径。

高等职业教育的崛起,既是高等教育体制变革的结果,也是高等教育体制变革的一个阶段性表征。它的进一步发展,必将极大地推进中国教育体制变革的进程。作为一种应用型人才培养的教育,它从专科层次起步,进而应用本科教育、应用硕士教育、应用博士教育……当应用型人才培养的渠道贯通之时,也许就是我们迎接中国教育体制变革的成功之日。从这一意义上说,高等职业教育的崛起,正是在为必然会取得最后成功的教育体制变革奠基。

高等职业教育还刚刚开始自己发展道路的探索过程,它要全面达到应用型人才培养的正常理性发展状态,直至可以和现存的(同时也正处在变革分化过程中的)研究型人才培养的教育并驾齐驱,还需要假以时日;还需要政府教育主管部门的大力推进,需要人才需求市场的进一步完善发育,尤其需要高职教学单位及其直接相关部门肯于做长期的坚忍不拔的努力。新世纪高职高专教材编审委员会就是由全国 100 余所高职高专院校和出版单位组成的旨在以推动高职高专教材建设来推进高等职业教育这一变革过程的联盟共同体。

在宏观层面上,这个联盟始终会以推动高职高专教材的特色建设为己任,始终会从高职高专教学单位实际教学需要出发,以其对高职教育发展的前瞻性的总体把握,以其纵览全国高职高专教材市场需求的广阔视野,以其创新的理念与创新的运作模式,通过不断深化的教材建设过程,总结高职高专教学成果,探索高职高专教材建设规律。

在微观层面上,我们将充分依托众多高职高专院校联盟的互补优势和丰裕的人才资源优势,从每一个专业领域、每一种教材入手,突破传统的片面追求理论体系严整性的意识限制,努力凸现高职教育职业能力培养的本质特征,在不断构建特色教材建设体系的过程中,逐步形成自己的品牌优势。

新世纪高职高专教材编审委员会在推进高职高专教材建设事业的过程中,始终得到了各级教育主管部门以及各相关院校相关部门的热忱支持和积极参与,对此我们谨致深深谢意,也希望一切关注、参与高职教育发展的同道朋友,在共同推动高职教育发展、进而推动高等教育体制变革的进程中,和我们携手并肩,共同担负起这一具有开拓性挑战意义的历史重任。

新世纪高职高专教材编审委员会

2001 年 8 月 18 日

《工业分析(实训篇)》是新世纪高职高专教材编审委员会组编的化工类课程规划教材之一,也是《工业分析(基础篇)》的配套教材。

本教材是按照高职高专教育工业分析技术专业的培养目标组织编写的,体现“实际、实践、实用”的原则。本教材注重内容的科学性、先进性、实用性、应用性和综合性,突出培养工业分析技术应用型人才。

本教材介绍了原料、中间产品、产品质量、生产过程控制、产品研发等所涉及的分析方法,选择典型、成熟、有代表性的实验,参考新的国标和行业标准,结合我国工业分析领域现有仪器、设备、技术水平及实验室条件,适当介绍新方法、新仪器。本教材中讲述的测定手段包括重量法、滴定法、分光光度法、原子吸收光谱法、电化学分析法和色谱分析法等,涉及石油、化工、冶金、轻工、建材、医药、食品、环保等行业。

本教材共分13章,包括工业分析实验基础知识,试样的采取、制备和分解,煤质分析,硅酸盐分析,食品分析,日用化学品分析,钢铁分析,水质分析,气体分析,化学肥料分析,农药分析,石油产品分析和化工产品分析。主要介绍测定方法、测定原理、测定步骤、测定结果、注意事项等。所述原理浅显易懂,测定步骤简练易做,问题阐述明了,符合高职高专学生的认知水平和工业分析岗位对高职高专学生知识、能力和素质的要求。



本教材由辽宁石化职业技术学院王英健、齐齐哈尔大学应用技术学院张舵担任主编,石家庄职业技术学院王爱军、南京化工职业技术学院倪超、辽宁石化职业技术学院邸万山担任副主编。另外,齐齐哈尔大学应用技术学院王恺也参加了本教材的编写。具体编写分工如下:王英健编写第1章、第2章、第6章、第8章,张舵编写第3章、第4章、第5章,王恺编写第7章、第12章,邸万山编写第9章、第10章,王爱军编写第11章,倪超编写第13章,全书由王英健统稿。

本教材由吉林工业职业技术学院姜洪文老师主审,并邀请企事业部门的部分专家对书稿进行了审阅,他们对本教材的编写工作提出了许多宝贵建议,在此一并表示感谢!

由于编者水平有限,书中难免出现疏漏和错误,敬请读者批评指正。

所有意见和建议请发往:gzjckfb@163.com

联系电话:0411-84707492 0411-84706104

编 者

2007年7月



第 1 章 工业分析实验基础知识	1
1.1 概述	1
1.2 溶液的配制	4
第 2 章 试样的采取、制备和分解	9
实验一 固体试样的采取制备和分解	9
实验二 液体试样的采取和制备	13
实验三 气体试样的采取和制备	16
第 3 章 煤质分析	20
实验四 煤中水分的测定	20
实验五 煤中灰分的测定	21
实验六 煤中挥发分的测定	22
实验七 煤中全硫的测定	24
实验八 煤的发热量的测定	26
第 4 章 硅酸盐分析	31
实验九 硅酸盐中二氧化硅含量的测定	31
实验十 硅酸盐中三氧化二铁含量的测定	33
实验十一 硅酸盐中三氧化二铝含量的测定	35
实验十二 硅酸盐中二氧化钛含量的测定	37
实验十三 硅酸盐中氧化镁含量的测定	38
第 5 章 食品分析	41
实验十四 果汁饮料总酸度及有效酸度的测定	41
实验十五 午餐肉中脂肪含量的测定	43
实验十六 酱油中氨基酸态氮的测定	44
实验十七 食品中苯甲酸含量的测定	46
实验十八 午餐肉中亚硝酸盐含量的测定	48
第 6 章 日用化学品分析	50
实验十九 阴离子表面活性剂的测定	50
实验二十 洗涤剂中总活性物含量的测定	52
实验二十一 洗涤剂去污力的测定	54
实验二十二 洗涤剂中各种磷酸盐的分离测定	57
实验二十三 化妆品中砷的测定	60
实验二十四 化妆品中铅的测定	62
第 7 章 钢铁分析	65
实验二十五 钢铁中总碳的测定	65

实验二十六 钢铁中硫的测定	68
实验二十七 钢铁中硅的测定	71
实验二十八 钢铁中锰的测定	74
第 8 章 水质分析	77
实验二十九 工业用水中溶解氧的测定	77
实验三十 污水中六价铬的测定	81
实验三十一 化学耗氧量的测定	84
实验三十二 挥发酚的测定	87
实验三十三 污水中氨氮的测定	89
实验三十四 原子吸收法测定污水中的铜、锌、铅、镉	93
第 9 章 气体分析	97
实验三十五 半水煤气的测定(化学分析法)	97
实验三十六 半水煤气的测定(气相色谱法)	101
实验三十七 大气中二氧化硫的测定	103
实验三十八 大气中二氧化氮的测定	106
第 10 章 化学肥料分析	109
实验三十九 碳酸氢铵中氨态氮的测定	109
实验四十 尿素中总氮含量的测定	110
实验四十一 磷肥中有效磷的测定	112
实验四十二 钾肥中钾含量的测定	114
第 11 章 农药分析	117
实验四十三 久效磷的测定	117
实验四十四 绿麦隆的测定	119
实验四十五 代森锰锌的测定	122
实验四十六 多效唑的测定	124
第 12 章 石油产品分析	127
实验四十七 石油产品馏程的测定	127
实验四十八 石油和液体石油产品的密度测定	131
实验四十九 石油产品运动黏度的测定	133
实验五十 石油产品闪点的测定	136
实验五十一 汽油、煤油、柴油酸度的测定	138
第 13 章 化工产品分析	141
实验五十二 硫酸矿石中总硫含量的测定	141
实验五十三 硫酸产品中硫酸含量的测定	143
实验五十四 发烟硫酸中游离三氧化硫含量的测定	144
实验五十五 氢氧化钠产品中铁含量的测定	145
实验五十六 乙酸乙酯含量的测定	147
附 录	150
参考文献	160

第 1 章

工业分析实验基础知识

1.1 概 述

1.1.1 工业分析实验的任务和内容

1. 工业分析实验的任务

工业分析是应用化学分析方法和仪器分析方法解决工业生产中的实际问题的学科,主要研究工业生产中的原料、中间产品、辅助材料、生产过程控制、产品及生产中产生的各种废物的组成的分析检验方法,是生产工艺改进、新产品研发的重要手段。

工业分析实验课的根本任务是使学生加深对工业分析基本理论的理解,掌握工业分析实验的基本操作,掌握分析方法在岗位分析中的运用,训练学生灵巧的双手和科学的思维方式,使学生学会工业分析实验的预习方法,正确地处理实验数据和书写实验报告,具有一定的实验室管理知识和能力。培养学生养成良好的实验室习惯和实事求是、严谨求实的工作态度,提高学生分析问题、解决问题的实际动手能力,同时培养学生独立工作能力和相互合作精神。全面培养学生作为工业分析人员的素质,与职业资格鉴定和就业接轨。

2. 工业分析实验的内容

通过实验操作学习试样的采取、制备和分解;学习煤质分析、硅酸盐分析、食品分析、日用化学品分析、钢铁分析、水质分析、气体分析、化学肥料分析、农药分析、石油产品分析、化工产品分析等岗位分析内容,解决生产生活中的实际分析问题,提高知识的运用能力,使所学工业分析理论、技能得到进一步的巩固和强化。学生可在石油、化工、轻工、建材、建筑、食品、药品、农业、林业、环保、钢铁等部门从事分析检验工作。

1.1.2 工业分析的过程

工业分析的特点是由工业生产和工业物料的性质决定的,工业分析提供的信息必须快速、准确。但工业物料不是纯净的,其数量往往是成千上万吨,而且组成不均匀,溶解性能差,不同的分析对象要求的分析结果准确度不同,因此工业分析过程应包括试样的采取、试样的分解、试样的预处理、试样的测定、分析结果及评价等,特殊情况要具体问题具体分析。

1. 试样的采取

固体、液体和气体试样或样品是指在工业分析中被采取且用来进行分析的物质。工

业分析要求被分析试样在组成和含量上能代表被分析的物料总体,否则会给生产和科研带来错误的结论,造成不必要的损失。试样的采取应严格遵守国家标准或行业标准的有关规定。

2. 试样的分解

工业分析方法通常是在水溶液中进行的,即将干燥好的试样分解后转入溶液中进行测定,仅有少量可采用特殊分析方法而不需要分解试样。试样的分解方法主要有溶解法和熔融法,根据试样的性质和工业分析任务的要求选用适当的方法。

3. 试样的预处理

试样中常含有各种组分,在测定其中某一种组分时,其他共存组分往往干扰测定。预处理就是去除被测组分中复杂的共存干扰成分,将含量低、形态各异的组分处理到适合分析的含量及形态。一般采用加入掩蔽剂掩蔽,或采用沉淀、萃取、离子交换、色谱等分离方法将被测组分与干扰组分进行分离后再进行测定。

4. 试样的测定

每一种分析方法的灵敏度、选择性和适用范围不同,常根据被测组分的性质、含量、准确度和分析速度的要求选择合适的分析方法。一般常量组分选择化学分析法,微量组分选择仪器分析法。

5. 分析结果及评价

试样的测定都是按一定的计量关系来进行的,根据分析测定的数据计算出有关组分的含量。应用所学有关误差、统计学知识对测定结果进行判断和评价,确定分析结果的可靠性和准确度。

1.1.3 工业分析的质量保证

工业分析的结果是否准确受各种因素的影响,因此在建立工业分析实验室进行分析的同时,还要建立分析质量保证体系,建立获取可靠分析结果的全部过程就是分析质量的控制和保证,将整个分析过程的误差降到最低。

1. 工业分析实验室的质量控制

工业分析所得数据质量的要求限度与分析成本、分析的安全、环保、分析的速度等因素有关。通常这个限度就是在一定置信概率下所得到的数据能达到的准确度与精密度,为达到所要求的限度、获得准确的测定结果所采取的全部活动就是工业分析实验室的质量控制。

2. 工业分析实验室的质量保证

工业分析实验室的质量保证的任务就是把系统误差、偶然误差、过失误差等所有误差降低到预期水平之内。质量保证的核心就是减少误差和保证分析结果准确可靠,即一方面,对从试样的采取到获得分析结果的分析全过程采取各种降低误差的措施,进行质量控制;另一方面,采用切实有效的方法评价分析结果的质量,及时发现分析中存在的问题,保证分析结果的准确可靠。

分析实验室为了提高工作的科学化和管理水平,都编制了大量的质量保证文件和章程,建立了一整套规范可行的质量保证体系。

3. 分析结果准确可靠的保障措施

为使分析结果准确可靠,其实质就是提高分析结果的准确度,常采用如下方法:

(1)选择合适的分析方法以满足工业分析对准确度和灵敏度的要求。

(2)减小分析误差。

(3)增加平行测定次数,使平均值趋近真实值,从而减小偶然误差。

(4)消除分析过程中的系统误差。

①用已知准确结果的标准试样与被测试样一起进行对照实验,或用其他可靠的分析方法进行对照实验。

②在不加试样的情况下,按照试样分析同样的操作步骤和条件进行测试,获得空白值的空白实验。

③为防止由于分析仪器不准确引起的系统误差,需在精确分析中校准仪器。

④对分析过程中的系统误差可采用适当的方法进行分析结果的校正。

1.1.4 工业分析实验的基本要求

工业分析是化学分析方法和仪器分析方法在岗位分析中的实际运用和应用,工业分析实验是学生岗前模拟训练,每项实验都具有一定的代表性,能较好地体现出工业分析在其行业中的特点。学生每完成一项分析实验,在知识和技能上都会有所提高和突破。实验过程是学生手脑并用的实践过程,为充分利用工业分析课堂的有效时间,提高课堂的学习效率和效果,要求学生在实验预习、实验操作和实验报告书写等方面加强训练。

1. 实验预习

根据实验内容、工业分析理论知识和实验预习指导做好实验预习。工业分析实验的应知、应会内容直接与岗位分析和职业技能鉴定接轨,知识技能的应用性很强,因此实验预习很关键,是理解、巩固、运用知识的过程,是思维能力、创新能力、分析问题和解决问题能力培养的最佳时机。明确实验目的和原理,熟悉实验内容、实验所用仪器设备的特性和使用方法、化学试剂的配制、实验中所需注意的问题及安全环保知识,在此基础上写出预习报告,用最简洁的文字来表达整个分析、操作过程。

2. 实验操作

实验操作是工业分析实验不可或缺的重要环节,在实验过程中,应手脑并用,认真执行操作步骤,规范操作,训练分析操作技巧,积极思考每一步骤的实验操作目的、现象所反映的内涵,善于抓住实验中的操作要领。要知其然,也要知其所以然,保证实验的科学性、合理性和实用性。

在实验过程中,要按照教师的要求,正确处理实验中出现的各种问题,分析问题并解决问题,及时寻求同学或教师的帮助,逐步培养独立操作的能力。

严格遵守操作程序,不清楚的问题不随意动手,注意节约,避免损坏仪器设备,注意安全用水、用电、用气和安全环保,实验产生的废液处理后要排放。实验结束后要及时拆卸、清洗并整理仪器,关好水、电、气的开关,并做好实验室卫生清扫工作。

3. 实验报告书写

实验报告书写是学习提升的过程,实验后应独立完成,正确分析、处理实验结果和数。实验数据有效数字的取舍要依据仪器或器具的精度以及分析方法的要求确定,选用

正确的公式进行计算,用平行实验的平均值表示结果。要求原理清晰、简洁,步骤精炼符合规程,对实验进行设计,以及对分析中出现的问题、现象进行讨论,对分析中得出的结果进行正确的判断并给出结论。学生应在规定的时间内完成报告并交给任课教师。

1.2 溶液的配制

1.2.1 溶液的配制

1. 一般溶液的配制

将待溶固体称量后置于小烧杯中,加水或溶剂使固体溶解,将溶液定量转入容量瓶中。加水至容量瓶容积的 $3/4$ 左右时,将容量瓶拿起,摇动使溶液初步混匀。继续加水至标度刻线约 1 cm 处后,静置 $1\sim 2\text{ min}$,用滴管加水至弯月面下缘与标度刻线相切。盖上瓶塞,将容量瓶倒转,使气泡上升到顶部,旋摇容量瓶混匀溶液。

2. 标准溶液的配制

标准溶液是滴定分析法中用于测定待测物质含量的溶液,浓度要求精确到四位有效数字。

(1)直接法。在分析天平上准确称取一定量的基准物质,溶解后转移到一定体积的容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀即可。根据称得的基准物质的质量和容量瓶体积计算标准溶液的准确浓度。基准物质在贮存过程中会吸潮、吸收二氧化碳,使用前必须经过烘干或灼烧处理。基准物质还可用于标定溶液的准确浓度。

(2)标定法。用优级纯或分析纯试剂配制成接近于所需浓度的溶液,再用基准物质测定其准确浓度,此测定过程称为标定。或者用另一种标准溶液来测定所配溶液的浓度,这一过程称为比较。

①用基准物质标定。称取一定量的基准物质,溶解后用被标定的溶液滴定,根据称取基准物质的质量、滴定所用被标定的溶液的体积、滴定时反应中的计量关系计算标准溶液的准确浓度。用基准物质标定的方法准确度较比较高。

②用已知浓度的标准溶液标定(比较法)。用移液管准确吸取一定量的已知浓度为 c_B 的标准溶液 B,用被标定的溶液 A 进行滴定,根据所取溶液 B 的体积及其浓度 c_B 和滴定消耗溶液 A 的体积,即可计算被标定溶液 A 的准确浓度 c_A 。也可用已知浓度的标准溶液 B 滴定被标定的溶液 A。

1.2.2 常用标准溶液的配制

1. 0.1 mol/L 盐酸标准滴定溶液的配制

通过计算求出配制 $500\text{ mL } 0.1\text{ mol/L HCl}$ 溶液所需浓盐酸(相对密度 1.19 ,约 12 mol/L)的体积。然后用小量筒量取此量的浓盐酸,倾入预先盛有一定体积蒸馏水的试剂瓶中,加水稀释至 500 mL ,盖好瓶塞,摇匀并贴上标签,待标定。配制时所取 HCl 的量需比计算的量适当多些。

(1)用甲基橙指示液指示终点

准确称取已烘干的基准物质无水碳酸钠 $0.15\sim 0.28\text{ g}$,放入 250 mL 锥形瓶中。加

入 25 mL 蒸馏水使其溶解,加 1 滴甲基橙指示液,用欲标定的 HCl 溶液滴定至溶液由黄色变为橙色即为终点。记下消耗的 HCl 标准滴定溶液的体积。

(2) 用溴甲酚绿-甲基红混合指示液指示终点

准确称取已烘干的基准物质无水碳酸钠 0.15~0.2 g,放入 250 mL 锥形瓶中。加入 50 mL 蒸馏水使其溶解,加 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液,用欲标定的 HCl 溶液滴定至溶液由绿色变成暗红色,煮沸 2 min,溶液由暗红色变为绿色,冷却后继续滴定至溶液呈暗红色,记下消耗的 HCl 标准滴定溶液的体积。

2. 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液的配制

在托盘天平上用表面皿迅速称取 2.2~2.5 g NaOH 固体于小烧杯中,以少量蒸馏水洗去表面可能含有的 Na_2CO_3 。用一定量的蒸馏水溶解,倾入 500 mL 试剂瓶中,加水稀释到 500 mL,用胶塞盖紧,摇匀(或加入 0.1 g BaCl_2 或 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 以除去溶液中可能含有的 Na_2CO_3),贴上标签,待测定。

准确称取已在 105~110 °C 下干燥至恒重的基准物质邻苯二甲酸氢钾 0.4~0.6 g 于 250 mL 锥形瓶中,加煮沸后刚刚冷却的 25 mL 水使之溶解(可稍微加热)。滴加 2 滴酚酞指示液,用欲标定的氢氧化钠溶液滴定至溶液由无色变为微红色且微红色在 30 s 内不消失即为终点。记下消耗的氢氧化钠溶液的体积。

3. 0.02 mol/L EDTA 标准滴定溶液的配制

称取分析纯 $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 3.7 g,溶于 300 mL 水中,加热溶解,冷却后转移至试剂瓶中,稀释至 500 mL,充分摇匀,待标定。

(1) 以金属锌或 ZnO 为基准物质标定 EDTA

① Zn^{2+} 标准溶液的配制 $c(\text{Zn}^{2+}) = 0.02 \text{ mol/L}$

Zn^{2+} 标准溶液可用金属锌、氧化锌等基准物质直接配制。

• 金属锌配制 Zn^{2+} 标准溶液

准确称取基准物质金属锌 0.33 g,置于小烧杯中,加入约 5~6 mL HCl(1+2),待金属锌完全溶解后,以少量蒸馏水冲洗杯壁,定量转入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

• ZnO 配制 Zn^{2+} 标准溶液

准确称取基准物质 ZnO 0.4 g 溶于 2 mL 浓 HCl 和 25 mL 水中,必要时加热促其溶解,定量转入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

② 标定 EDTA

• 铬黑 T 作指示剂

用移液管移取 25.00 mL Zn^{2+} 标准溶液于 250 mL 锥形瓶中,加 20 mL 水,滴加氨水(1+1)至刚出现浑浊,此时 pH 值约为 8,然后加入 10 mL $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液,加入 4 滴铬黑 T 指示液,用待标定的 EDTA 溶液滴定,当溶液由红色变为纯蓝色即为终点,记下消耗的 EDTA 溶液的体积。

• 二甲酚橙作指示剂

用移液管移取 25.00 mL Zn^{2+} 标准溶液于 250 mL 锥形瓶中,加 20 mL 水、二甲酚橙指示剂溶液 2~3 滴,加六亚甲基四胺至溶液呈稳定的紫红色(30 s 内不褪色),用待标定

的 EDTA 溶液滴定,当溶液恰好从紫红色转变为亮黄色即为终点,记下消耗的 EDTA 溶液的体积。

(2)以 CaCO_3 为基准物质标定 EDTA

① Ca^{2+} 标准溶液的配制 $c(\text{Ca}^{2+})=0.02 \text{ mol/L}$

准确称取基准物质 CaCO_3 0.5 g 于 150 mL 烧杯中,加入少量水润湿,盖上表面皿,然后滴加 $\text{HCl}(1+2)$ (应控制速度以防飞溅)使 CaCO_3 全部溶解。以少量水冲洗表面皿,定量转入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

② 标定 EDTA

用移液管移取 25.00 mL Ca^{2+} 标准溶液于 250 mL 锥形瓶中,约加 20 mL 蒸馏水,加入少量钙指示剂,滴加 KOH 溶液(约 20 滴)至溶液呈现稳定的紫红色,然后用待标定的 EDTA 溶液滴定,当溶液由紫红色变成蓝色即为终点,记下消耗的 EDTA 溶液的体积。

4.0.1 mol/L $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)$ 标准滴定溶液的配制

配制 $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 的 KMnO_4 溶液 500 mL。称取 1.6 g KMnO_4 固体于 500 mL 烧杯中,加入 520 mL H_2O 使之溶解。盖上表面皿,在电炉上加热至沸腾,缓缓煮沸 15 min,冷却后置于暗处静置数天(至少 2~3 天)后,用 G4 玻璃砂芯漏斗(用同样浓度 KMnO_4 溶液缓缓煮沸 5 min)或玻璃纤维过滤,除去 MnO_2 等杂质,滤液贮存于干燥具玻璃塞的棕色试剂瓶中(用 KMnO_4 溶液洗涤 2~3 次),待标定。或溶解 KMnO_4 后,保持微沸状态 1 h,冷却后过滤,滤液贮存于干燥棕色试剂瓶中,待标定。

准确称取 0.15~0.20 g 基准物质 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (准确至 0.000 1 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加 30 mL 蒸馏水溶解,再加入 10 mL 3 mol/L 的 H_2SO_4 溶液,加热至 75~85 $^{\circ}\text{C}$ (开始冒蒸汽),趁热用待标定的 KMnO_4 溶液滴定。加入一滴 KMnO_4 溶液褪色后,再加下一滴。滴定至溶液呈粉红色且在 30 s 内不褪色即为终点。记录消耗的 KMnO_4 标准滴定溶液的体积。若用浓度较稀的 KMnO_4 溶液,应在使用时用蒸馏水临时稀释并立即标定使用,不宜长期贮存。

5.0.1 mol/L $c(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ 标准滴定溶液的配制

(1)直接法配制

准确称取基准物质 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 1.2~1.4 g,放于小烧杯中,加入少量水,加热溶解,定量转入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,计算其准确浓度。

(2)间接法配制

称取 2.5 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 于烧杯中,加 200 mL 水溶解,转入 500 mL 试剂瓶中。用少量水冲洗烧杯多次,转入试剂瓶,稀释至 500 mL。

用移液管准确量取 30.00~35.00 mL $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液于碘量瓶中,加 2 g KI 及 20 mL H_2SO_4 溶液,立即盖好瓶塞,摇匀,用水封好瓶口,于暗处放置 10 min。打开瓶塞,冲洗瓶塞及瓶颈,加 150 mL 水,用 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定至浅黄色,加 3 mL 淀粉指示液,继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。记录消耗的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准滴定溶液的体积。

6.0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液的配制

称取硫代硫酸钠 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 13 g(或 8 g 无水硫代硫酸钠 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), 溶于 500 mL 水中, 缓缓煮沸 10 min, 冷却。放置两周后过滤、标定。

准确称取约 0.12 g 基准物质 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (称准至 0.000 1 g) [或移取 $c(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.1 \text{ mol/L}$ 的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液 25.00 mL], 放于 250 mL 碘量瓶中, 加入 25 mL 煮沸并冷却后的蒸馏水溶解, 加入 2 g 固体 KI 及 20 mL 20% H_2SO_4 溶液, 立即盖上碘量瓶瓶塞, 摇匀, 瓶口加少许蒸馏水密封, 以防止 I_2 的挥发。在暗处放置 5 min, 打开瓶塞, 用蒸馏水冲洗磨口塞和瓶颈内壁, 加 150 mL 煮沸并冷却后的蒸馏水稀释, 用待标定的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准滴定溶液滴定, 至溶液出现淡黄绿色时, 加 3 mL 5 g/L 的淀粉溶液, 继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色即为终点。记录消耗的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准滴定溶液的体积。

7.0.1 mol/L $c(\frac{1}{2}\text{I}_2)$ 标准滴定溶液的配制

配制碘溶液 500 mL。称取 6.5 g I_2 放于小烧杯中, 再称取 17 g KI, 准备蒸馏水 500 mL, 将 KI 分 4~5 次放入装有 I_2 的小烧杯中, 每次加水 5~10 mL, 用玻璃棒轻轻研磨, 使碘逐渐溶解, 溶解部分转入棕色试剂瓶中, 如此反复直至碘全部溶解为止。用水多次清洗烧杯并转入试剂瓶中, 剩余的水全部加入试剂瓶中稀释, 盖好瓶塞, 摇匀, 待标定。

(1) 用 As_2O_3 标定

准确称取约 0.15 g 基准物质 As_2O_3 (称准至 0.000 1 g) 放于 250 mL 碘量瓶中, 加入 4 mL NaOH 溶液溶解, 加 50 mL 水、2 滴酚酞指示液, 用硫酸溶液中和至恰好无色。加 3 g NaHCO_3 及 3 mL 淀粉指示液。用配好的碘溶液滴定至溶液呈蓝色。记录消耗的 I_2 溶液的体积, 同时做空白实验。

(2) 用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液标定

用移液管移取已知浓度的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液 30~35 mL 于碘量瓶中, 加水 150 mL, 加 3 mL 5 g/L 淀粉溶液, 以待标定的碘溶液滴定至溶液呈蓝色。记录消耗的 I_2 标准滴定溶液的体积。

8.0.1 mol/L $c(\frac{1}{6}\text{KBrO}_3)$ 标准滴定溶液的配制

配制 KBrO_3 -KBr 溶液 500 mL。称取 1.4~1.5 g(称准至 0.1 g) KBrO_3 和 6 g KBr 放于烧杯中, 每次加入少量水溶解 KBrO_3 和 KBr, 溶液转入试剂瓶中, 至全部溶解。用少量水冲洗烧杯, 洗涤液一并转入试剂瓶中, 最后稀释至 500 mL, 摇匀, 备用。

用移液管准确加入 $c(\frac{1}{6}\text{KBrO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 的 KBrO_3 -KBr 溶液 30.00~35.00 mL 于 250 mL 碘量瓶中, 加入浓盐酸 5 mL, 立即盖紧碘量瓶瓶塞, 摇匀, 用水封好瓶口, 于暗处放置 5~10 min, 打开瓶塞, 冲洗瓶塞、瓶颈及瓶内壁, 加入 10% 的 KI 溶液 10 mL, 立即用 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准滴定溶液滴定, 至溶液呈浅黄色时加淀粉指示液 5 mL, 继续滴定至蓝色恰好消失即为终点。记录消耗的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准滴定溶液的体积。

9.0.1 mol/L AgNO_3 标准滴定溶液的配制

称取 8.5 g AgNO_3 , 溶于 500 mL 不含 Cl^- 的蒸馏水中, 贮存于带玻璃塞的棕色试剂

8 / 工业分析(实训篇) □

瓶中,摇匀,置于暗处,待标定。

准确称取基准物质 NaCl $0.12\sim 0.15\text{ g}$,放入锥形瓶中,加 50 mL 不含 Cl^- 的蒸馏水溶解,加 1 mL $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_4$ 指示剂,在充分摇动下,用待标定的 AgNO_3 溶液滴定至溶液呈微红色即为终点。记录消耗的 AgNO_3 标准滴定溶液的体积。

工业分析实验常用溶液的配制和基本量见附录。