

国家机械工业委员会统编

分析化学

(初级工业化学分析工适用)

机械工人技术理论培训教材

JIXIE GONGREN JISHULILUN PEIXUN JIAOCAI



机械工业出版社

机械工人技术理论培训教材

分 析 化 学

(初级工业化学分析工适用)

国家机械工业委员会统编



机械工业出版社

本书论述了分析化学的重量分析法、滴定分析法、气体容量法、光度分析法、光谱分析法的基本理论及分析数据计算处理的基本知识，并附有应用实例（元素分析）。同时系统介绍了分析工作中常用的取样设备、取样方法、玻璃器皿、天平、贵重器皿、电热设备、简单的分析仪器、试剂等的种类、规格、简单结构、使用和维护保养方法，以及溶液浓度和配制方法、化验室安全技术规程等，以帮助初学者掌握基础知识。

本书由国家机械工业委员会上海材料研究所胡曼罗、周敏、鄢国强、沈虹、吴毅以及上海柴油机厂王智汉、上海市拖拉机汽车公司中心试验室唐诗雄编写，由上海材料研究所吴诚审稿。

分 析 化 学

（初级工业化学分析工适用）

国家机械工业委员会统编

责任编辑：王明贤

版式设计：张世琴

封面设计：林胜利 方 芬 责任校对：熊天荣

机械工业出版社出版（北京阜成门外百万庄南里一号）

（北京市书刊出版业营业许可证出字第 117 号）

机械工业出版社印刷厂印刷

机械工业出版社发行·新华书店经销

开本 $787 \times 1092^{1/32}$ · 印张 $8^{1/8}$ · 字数 178 千字

1988年12月北京第一版 · 1988年12月北京第一次印刷

印数 00,001—16,100 · 定价：3.20元

ISBN 7-111-01186-4/O · 31

前 言

1981年，原第一机械工业部为贯彻、落实《中共中央、国务院关于加强职工教育工作的决定》，确定对机械工业系统的技术工人按照初、中、高三个阶段进行技术培训。为此，组织制定了30个通用技术工种的《工人初、中级技术理论教学计划、教学大纲（试行）》，编写了相应的教材，有力地推动了“六五”期间机械行业的工人培训工作，初步改变了十年动乱造成的工人队伍文化技术水平低下的状况，取得了比较显著的成绩。

鉴于原机械工业部1985年对《工人技术等级标准（通用部分）》进行了全面修订，原教学计划、教学大纲已不适应新《标准》的要求，而且缺少高级部分；编写的教材，由于时间仓促、经验不足，在内容上存在着偏深、偏多、偏难等脱离实际的问题。为此，原机械工业部根据新《标准》，重新制定了33个通用技术工种的《机械工人技术理论培训计划、培训大纲》（初、中、高级），于1987年3月由国家机械工业委员会颁发，并根据培训计划、大纲的要求，编写了配套教材148种。

这套新教材的编写，体现了《国家教育委员会关于改革和发展成人教育的决定》中对“技术工人要按岗位要求开展技术等级培训”的有关精神，坚持了文化课为技术基础课服务，技术基础课为专业课服务，专业课为提高操作技能和解决生产实际问题的能力服务的原则。在内容上，力求以

IV

基本概念和原理为主，突出针对性和实用性，着重讲授基本知识，注重能力的培养，并从当前机械行业工人队伍素质的实际情况出发，努力做到理论联系实际，通俗易懂，具有工人培训教材的特色，同时注意了初、中、高三级之间合理的衔接，便于在职技术工人学习运用。

这套教材是国家机械工业委员会委托上海、江苏、四川、沈阳等地机械工业管理部门和上海材料研究所、湘潭电机厂，长春第一汽车制造厂、济南第二机床厂等单位，组织了200多个企业、院校和科研单位的近千名从事职工教育的同志、工程技术人员、教师、科技工作者及富有生产经验的老工人，在调查研究和认真汲取“六五”期间工人教材建设工作经验教训的基础上编写的。在新教材行将出版之际，谨向为此付出艰辛劳动的全体编、审人员，各地的组织领导者，以及积极支持教材编审出版并予以通力合作的各有关单位和机械工业出版社致以深切的谢意！

编好、出好这套教材不容易；教好、学好这些课程更需要广大职教工作者和技术工人的奋发努力。新教材仍难免存在某些缺点和错误，我们恳切地希望同志们在教和学的过程中发现问题，及时提出批评和指正，以便再版时修订，使其更完善，更好地发挥为振兴机械工业服务的作用。

国家机械工业委员会
技工培训教材编审组

1987年11月

目 录

前言

第一章 仪器及试剂	1
第一节 取样用的机械设备	1
第二节 玻璃器皿的种类和规格	4
第三节 贵重器皿的种类和使用规则	21
第四节 天平的种类、构造及使用规则	26
第五节 电热设备及其使用方法	35
第六节 试剂的质量、规格及有关知识	39
复习题	41
第二章 分析试样的制备与分解	43
第一节 取样方法	43
第二节 试样的分解	56
复习题	79
第三章 溶液的浓度及配制	80
第一节 溶液浓度的表示方法	80
第二节 溶液浓度的计算及配制方法	88
复习题	94
第四章 重量分析法	95
第一节 重量分析法的基本原理	95
第二节 沉淀重量法的基本操作	96
第三节 电解分析仪器的简单结构	107
第四节 重量分析法的计算	108
第五节 应用实例	111

VI

复习题	116
第五章 滴定分析法	118
第一节 滴定分析法概述	118
第二节 酸碱滴定法	120
第三节 氧化还原滴定法	128
第四节 络合滴定法	142
复习题	148
第六章 气体容量法	150
第一节 气体状态方程式	150
第二节 钢铁中碳的测定	151
第三节 钢铁中测定碳的仪器及应用	154
复习题	160
第七章 光度分析法	161
第一节 光度分析法的基本原理	162
第二节 比色计和分光光度计	172
第三节 应用实例	183
复习题	192
第八章 看谱分析法	193
第一节 看谱分析法的基本原理	193
第二节 看谱分析法的实际应用	214
附录 钢铁材料看谱分析谱线图及分光标志	220
复习题	229
第九章 分析数据处理的基本方法	230
第一节 分析数据处理的规则	230
第二节 分析报告的数据处理	237
复习题	238
第十章 化学分析室安全技术知识	240
第一节 安全技术知识 (电气设备、气瓶、化学试剂)	240
第二节 工业卫生知识 (三废处理、防火知识)	248
复习题	253

第一章 仪器及试剂

第一节 取样用的机械设备

机械工厂试验室中取样用的机械设备主要有以下几种：
①破碎机；②球磨机；③钻床、车床、刨床和铣床；④砂轮机；⑤研细设备；⑥筛分设备。此外，还有一些辅助工具，如锉刀、钳子、刮刀、锤子等等。现将其中主要机械设备的简单性能及用途略述如下：

一、破碎机

破碎机主要用于矿石、铁合金及炉渣等较硬试样的破碎，其目的在于将大批试样缩分至较少量的试样且更有代表性，便于进一步细磨成分析试样。

破碎机可分为颚式破碎机、滚式破碎机和圆盘粉碎机，一般大块的物料通过颚式破碎机破碎缩分成小块以后，再用滚式破碎机或圆盘粉碎机磨碎至1mm左右。

二、球磨机

经过破碎机磨碎至直径1mm左右的试样经缩分后，取少量试样继续在球磨机上进一步粉碎，使之能通过120筛孔进行筛分。

三、钻床

制取钢铁试样，通常都用钻床钻取，制成钢屑或粉末状态。工厂试验室中经常采用立式钻床或台钻床两种。前者受力大，进刀量多，钻孔可达25mm；后者受力小，主轴回转快，钻样迅速，钻孔可达12mm，但由于其回转速度快，发

热量大，钻出的钢屑或粉末易被氧化，会影响分析结果，特别对碳、硫的分析结果影响更为显著。因此，在使用时应经常将钻头淬火。根据试样的品种和性质不同，采用的钻头也不同。钻头有两种：一为高速钢制成的麻花钻头，多用于钻取一般钢材的试样；二为硬质合金刀片（碳化钨）镶制的合金钻头，多用于钻取较硬的钢材，如锰钢、硬质合金钢及合金铸铁等试样。

制取渗碳、渗氮试样，应根据渗层厚度在车床上精确车取，根据试样的形状和要求，也可在刨床或铣床上制取。

四、砂轮机

无论用钻、车或刨采取钢铁碎屑试样时，在试样表面均不允许有铁渣、氧化皮、砂粒或油漆等污物存在。为此，在选取试样之前，必须用粗粒或细粒的砂轮将其表面污物磨去。只有经过这样处理后，按规定部位所钻（或车、刨）出的试样细屑才能供分析之用。应该指出：某些附在试样表面的油漆或其它有机污物等，单独用砂轮是不能完全磨去的，必须用有机溶剂（乙醚、酒精等）清除洗去。

砂轮片有粗粒或细粒两种，在使用时应根据要磨的材质和磨光面的不同加以适当的选择。砂轮片常用的有氧化铝和碳化硅两种。前者性质坚韧，适用于磨耐火材料、钢，同时也适合切断和磨平面等；后者较前者硬而脆且锋利，适用于磨硬质合金、青铜、铸铁等。

操作者在使用砂轮时，必须严格遵守技术安全条例进行工作。

五、研细设备

研细设备有冲击钵和玛瑙研钵二种。可采用人工或机械进行。研细是完成调制化学分析试样的最后一道程序。将选

出的试样经过破碎至一定粒度后，必须在研钵中研细至一定粒度（一般必须研细至能通过120筛孔或者更细）。非金属试样必须研细至用手指摩擦时不感到有粒状为止。为了在研钵中研得又快又好，每次只能取少量试样来研磨。研细的程度对分析非常重要，研得愈细，溶解（或熔融）就愈快，且无残渣。

用于分析的非金属试样（20~25 g）一般必须研细至通过120筛网的细粉。留在筛上的应再进行研磨，直到全部通过为止。只有用这种方法才能得到完全均匀和有代表性的试样。

六、筛分设备

在试验室中调制试样所用的筛子有人力振荡筛和机械振荡筛两种。根据对各种试样粒度大小的要求选择适当的筛网。矿石、熔剂、炉渣一般为120筛孔，耐火材料为180筛孔。分析用分样筛号及孔径见表1-1。

表1-1 分析用分样筛号及孔径

筛 号	孔 径		筛 号	孔 径	
	(in)①	(mm)		(in)①	(mm)
8	0.0937	2.38	60	0.0098	0.250
12	0.0661	1.68	80	0.0070	0.177
18	0.0394	1.10	100	0.0059	0.149
25	0.0280	0.71	120	0.0049	0.125
30	0.0232	0.59	140	0.0041	0.105
40	0.0165	0.42	170	0.0035	0.088
50	0.0117	0.30	200	0.0029	0.074

① 1 in = 0.0254 m

第二节 玻璃器皿的种类和规格

一、玻璃器皿的性能

玻璃器皿大多数是用软质玻璃和硬质玻璃制成的。

软质玻璃(又称普通玻璃)是由二氧化硅(SiO_2)、氧化钙(CaO)、氧化钾(K_2O)、三氧化二铝(Al_2O_3)、三氧化二硼(B_2O_3)、氧化钠(Na_2O)等原料制成,有一定的化学稳定性、热稳定性和机械强度,透明性好,易于灯焰加工焊接,但热膨胀系数较大,易炸裂破碎,因此多制成不需加热的仪器,如试剂瓶、漏斗、干燥器、量筒、玻璃管等等。

硬质玻璃(即硬料)的主要原料是二氧化硅(SiO_2)、碳酸钾(K_2CO_3)、碳酸钠(Na_2CO_3)、碳酸镁(MgCO_3)、硼砂($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)、氧化锌(ZnO)、三氧化二铝(Al_2O_3)等,也称硼硅玻璃。如九五料、G.G-17耐高温玻璃等。硬质玻璃的耐温、耐腐蚀、耐电压及抗击性能好,热膨胀系数较小,可耐较大的温差(一般在 300°C 左右)。可制作加热的玻璃仪器。如烧杯、各种烧瓶、试管、蒸馏器、冷凝器等。

总之,玻璃的化学性质稳定,有良好的抗腐蚀能力,容易洗涤,所以化学分析实验室中最基本的仪器都用玻璃制作的。

二、玻璃器皿的分类与使用

化学分析实验室中常见的玻璃仪器通常可分为:烧杯类、量器类、瓶类、管类、其它玻璃仪器。

1. 烧杯类

(1) 烧杯 用硬质玻璃制成,分为普通烧杯、高型烧杯和锥形烧杯,有的还带有容积刻度。烧杯通常用于溶解试

样和配制试剂。常用的烧杯规格有50、100、150、200、250、300、400、500、600、800、1000、2000ml等。

(2) 锥形瓶 又称三角烧瓶,用硬质玻璃制成。因其便于振摇,故大多用于滴定操作。用以溶解试样或加热液体时可避免迅速挥发。其规格一般与烧杯相同。

为防止液体蒸发和固体升华的损失(如碘量法测定操作),常采用磨口塞的锥形瓶或碘瓶。具塞锥形瓶加热时需将瓶塞打开,以免瓶中气体膨胀冲开塞子溅出所装物质。具塞锥形瓶的规格通常有50、100、150、250、500、1000ml等。

(3) 烧瓶 用硬质玻璃制成。常用的烧瓶有圆底烧瓶、平底烧瓶和凯氏烧瓶。圆底烧瓶又分为长颈(薄口)和短颈两种。烧瓶多用于制备反应,蒸馏中用作加热容器。常用规格从50ml到1000ml,制备蒸馏水时也用2000ml烧瓶。

2. 量器类

(1) 量筒和量杯 用于量取要求不太精确的液体体积,例如配制百分浓度,体积比浓度等的溶液。量筒类的容量允许误差大致相当于它的最小分度值。量筒的规格分为5、10、20、25、50、100、250、500、1000ml等。量筒虽比量杯准确一些,但量杯使用比较方便。

应当注意,不要使用大量筒或量杯量取小体积的溶液,也不能将热溶液倒入量筒或量杯内,不要在量筒或量杯中配制溶液。

(2) 定量加液器 适用于快速分析常用的定量加液器有自动加液管(见图1-1a)和自动加液瓶(见图1-1b)两种。将自动加液管的下管插入塑料储液瓶,使用时捏塑料瓶,当液面上升到一定容量时,多余液体能自动回到塑料瓶内,起到自动定量作用,加液迅速方便,使用自动加液瓶

时，用橡皮管将支管与储液瓶连接，只要将加液瓶上下移动，即可达到自动定量。

(3) 滴定管 滴定管是滴定时用来准确测量流出的操作溶液体积的量器。常量分析最常用的是容积为25ml和50ml的滴定管，其最小刻度是0.1ml，最小刻度间可估计读到0.01ml。因此读数可达小数后第二位，一般读数误差为 $\pm 0.02\text{ml}$ 。

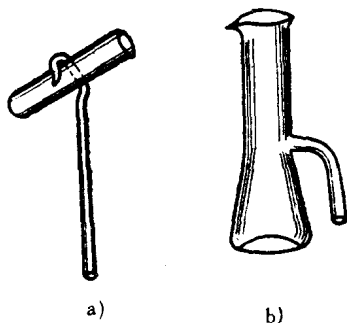


图1-1 定量加液器

a) 自动加液管 b) 自动加液瓶

另外，还有容积为1ml、2ml、5ml和10ml的微量滴定管，滴定管一般分为两种：一种是具塞滴定管，常称酸式滴定管；另一种是无塞滴定管，常称碱式滴定管。具塞滴定管用于装酸性及氧化性溶液，但不适于装碱性溶液，因为碱性溶液能腐蚀玻璃，时间较长，旋塞便不能转动。碱式滴定管的下端连接一橡皮管，管内装有一个比橡皮管内径稍大的玻璃珠，以控制溶液的流出（此玻璃珠的大小要适中，过大，滴定时溶液的流出比较困难，过小，溶液要漏出），橡皮管下面接一尖嘴玻璃管。碱式滴定管用于装碱性及无氧化性溶液，凡能与橡皮管起反应的溶液，如高锰酸钾、碘和硝酸银等溶液，都不能装入碱式滴定管。滴定管除无色的外，还有棕色的，用以装见光易分解的溶液，如硝酸银、高锰酸钾等。带有一条蓝带的滴定管，称为蓝线滴定管，使用时读数方便。

现将滴定管的使用方法介绍如下：

1) 滴定前的准备

① 洗涤 按本章第三节所述方法洗净滴定管。如滴定管不净，溶液会沾在壁上，影响容积测量的准确性。淌洗时不要用手指堵住管口，以免把手上的油脂带入滴定管中。

② 旋塞涂凡士林 用洁净滤纸把玻璃旋塞槽和旋塞擦干。在旋塞的大端涂上一些凡士林，在旋塞的小端的旋塞槽内壁也涂上极薄的一层凡士林，然后把旋塞小心地插入旋塞槽内，旋转几下即可。凡士林不可涂得太多，否则容易把孔堵塞；涂得过少，则润滑不够，甚至会漏水。涂得好的旋塞应呈透明，无气泡，旋转灵活。最后用纯水检验是否堵塞或漏水。为了防止在滴定过程中旋塞脱出，可从橡皮管上剪一圈橡皮，套住旋塞末端。

如果酸式滴定管活塞孔或出口管孔被凡士林堵住，则必须消除。如果是活塞孔堵住，可以取下活塞，用细铜丝通出。如果是出口管孔堵塞，则将水充满全管，将出口管浸在热水中，温热片刻后打开活塞，使管内水突然冲下，即把熔化的油带出。如果这样仍然不能除去堵塞物，可以用四氯化碳等有机溶剂浸溶。一切方法都失败时，则取下活塞，用一根约250mm长的24号铜丝或铝丝由出口管自下向上穿入出口管。穿时动作要轻，遇有堵塞物时不要勉强用力，以免损坏管口。当铜丝上端已进入活塞槽时，将滴定管平放桌上，用一根玻璃棒从活塞槽的小口伸入，把铜丝顶出活塞槽大口（见图1-2 a）。然后取一细玻璃棒（直径约3mm）放在伸出的铜丝旁边，把铜丝绕在玻璃棒上使之成螺旋形（见图1-2 b），取去玻璃棒后，由下面抽出铜丝。铜丝经出口管时，螺旋变直并把堵塞物带出（见图1-2 c）。用此方法清除堵塞物时，注意所用铜丝不能太粗太硬，绕螺旋用的玻璃棒也不能太粗。

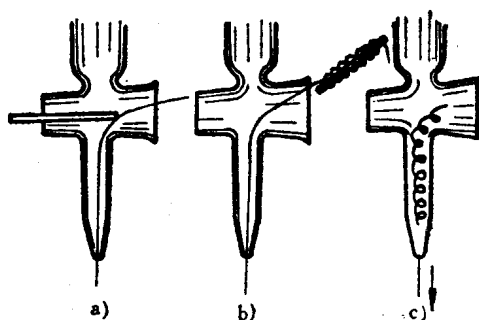


图1-2 排除滴定管管口堵物

对碱式滴定管，使用前要检查橡皮管控制溶液流出的情况，如是否漏水等。

③ 用操作溶液润洗滴定管，以免操作溶液被稀释。为此，注入操作溶液约10ml，然后两手平端滴定管，慢慢转动，使溶液流遍全管，再把滴定管竖起，打开滴定管的旋塞，使溶液从出口管的下端流出。如此润洗2~3次，即可装入操作溶液。注意应将待装溶液直接从贮瓶倒进滴定管，而不要依靠其它仪器（如漏斗、烧杯等）。

④ 排去滴定管下端的空气。对酸式滴定管，可转动其旋塞，使液体急速流出，以排除空气泡；对碱式滴定管，先使它倾斜，并使管嘴向上，然后捏挤玻璃珠附近的橡皮管，使溶液喷出，气泡即随之排出。橡皮管中气泡是否排出，可把橡皮管对光照着检查。

⑤ 装满操作溶液至刻度零处，或在零线稍下，记录读数。然后将滴定管夹在架上。滴定管下端如有悬挂的液滴，也应除去。

2) 滴定

① 滴定的姿势如图1-3所示，以左手的大拇指、食指和中指控制旋塞，而无名指、小指抵住旋塞下部，右手持锥形瓶使瓶底向同一方向作圆周运动（或用玻璃棒搅拌烧杯中的溶液）。若使用碱式滴定管，则用左手的大拇指和食指捏挤玻璃珠外面的橡皮管（注意不要捏挤玻璃珠的下部，如捏在下部，则放手时橡皮管管尖会产生气泡，使之与玻璃珠之间形成一条可控制的缝隙，即可节制液体的流出。滴定和振摇溶液要同时进行，不要脱节。为了防止溶液滴在外面，滴定管下端应伸入锥形瓶口内或在烧杯口内。

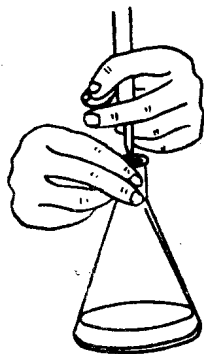


图1-3 滴定方式
示意图

② 溶液的流出不要太快（不快于 $3 \sim 4$ 滴/s），否则易超过终点。在快到终点时溶液应逐滴（甚至半滴）滴下。滴加半滴的方法是使液滴悬挂管尖而不让液滴自由滴下，再用锥形瓶内壁将液滴擦下，然后用洗瓶吹入少量水，将内壁附着的溶液洗下来，或用玻璃棒将液滴引入烧杯中。

③ 滴定时所用操作溶液的体积应不超过滴定管的容量，因为多装一次溶液就要多读两次读数，从而使误差增大。

④ 滴定过程中，尤其将近终点时，应用洗瓶将溅在内壁上的溶液吹洗下去。

⑤ 滴定管的读数正确与否，在容量分析工作中是很重要的，读数不正确是造成分析误差的重要原因之一。读数

时，应将滴定管垂直地夹在滴定管（蝶形）夹上，视线保持与液面水平，读取与弯月面下缘最低点处相切的刻度（读取其它玻璃仪器的刻度都应如此）。如果弯月面不清晰，可在滴定管后面放一张白纸或涂有黑色带的白纸，因为弯月面的清晰程度与光线有关，这样便于观察判断；如果溶液是深色的，下弯月面与刻度相切处看不清楚，可读取弯月上面两侧最高点；如果使用蓝线滴定管，则按蓝线的最尖部分与分度线上缘相重合的一点进行读数。以上几种读取数据的方法参见图 1-4。

3) 滴定管用后的处理 滴定管用毕后，把其中剩余溶液倒出，并用水洗净，然后用纯水充满滴定管，并用盖子盖住管口，或用水洗净后倒夹在滴定管架上。

(4) 吸管 吸管一般用于准确量取小体积的液体。吸管的种类较多。无分度吸管通称移液管，它的中腰膨大，上下两端细长，上端刻有环形标线，膨大部分标有它的容积和标定时的温度。将溶液吸入管内，使液面与标线相切，再放出，则放出的溶液体积就等于管上标示的容积。常用移液管的容积有 5、10、25 和 50ml 等多种。由于读数部分管径小，故准确性较高，其缺点是只能用于量取某一定量的溶液。

分度吸管又叫吸量管，可以准确量取所需要刻度范围内某一体积的溶液，但其准确度差一些。将溶液吸入，读取与液面相切的刻度（一般在零），然后将溶液放出至适当刻度，两刻度之差即为放出溶液的体积。

吸管在使用前按下法洗到内壁不挂水珠，将吸管插入洗液中，用洗耳球将洗液慢慢吸至管容积 $1/3$ 处，用食指按住管口，把管横过来淌洗，然后将洗液放回原瓶。如果内壁严重污染，则应把吸管放入盛有洗液的大量筒或高型玻璃缸中，