

常用试剂配制法

冶金工业部有色金属研究院分析室编

中国工业出版社

常用试剂配制法

——无机试剂常用试剂配制法——



中国工业出版社

常用試劑配制法

冶金工业部有色金属研究院分析室编

中国工业出版社

本书是冶金部有色金属研究院分析室根据实际工作经验编写而成。内容包括：氧化还原用、沉淀滴定用、中和用等标准溶液的配制和标定，比色溶液的配制，一些试剂的提纯和回收，指示剂的配制和缓冲溶液的配制。

本书是分析工作者的一本实用参考书。

常用试剂配制法

冶金工业部有色金属研究院分析室编

(根据冶金工业出版社原稿重印)

*

冶金工业部科学技术情报产品标准研究所书刊编辑室编辑 (北京灯市口71号)

中国工业出版社出版 (北京佟麟阁路丙10号)

北京市书刊出版业营业许可出字第110号

中国工业出版社第三印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 $787 \times 1092 \frac{1}{32}$ · 印张 $2 \frac{1}{4}$ · 字数 55,000

1959年10月北京第一版

1963年6月北京新一版 · 1965年10月北京第三次印刷

印数 7,421—16,320 定价 (科四) 0.30 元

*

统一书号：15165 · 2561 (冶金-440)

序

分析是冶金工业及化学工业中不可缺少的重要部門，試剂配制又是分析必不可少的部份。而目前在國內关于試剂配制方法的书籍較缺，因此特編此书，以供有关人員及分析工作者参考。

本书內容是根据两年来在实际工作中所应用的标准溶液配制及标定、部份試剂的提純回收等方法編写而成，缺乏理論部份，难免不能很好滿足讀者要求。且因水平所限，謬誤之处在所难免，尚請讀者予以指正。

本书指示剂部份，系参看“化学工作者計算手册”，目的是为了讀者方便。

編 者

1959年6月

目 录

I. 蒸馏水的一般检查	1
II. 一般试剂浓度的表示法	3
III. 玻璃容器的校正	4
1. 一般原理	4
2. 滴定管的校正	6
3. 吸移管或移液管的检校	7
4. 容量瓶的检校	8
5. 玻璃容器的允许误差表	8
6. 温度在 15~30°C 时水的密度	9
IV. 标准溶液配制及标定	10
1. 氧化还原用标准试剂	10
一、硫代硫酸钠溶液的标定及配制	10
二、用重铬酸钾标定硫代硫酸钠	11
三、高锰酸钾溶液的标定和配制	12
四、碘液的标定和配制	13
五、重铬酸钾标准溶液的标定和配制	15
六、硫酸高铁铵溶液的标定和配制	16
七、硫酸亚铁铵的标定和配制	17
八、溴酸钾溶液的标定和配制	18
九、铁氰化钾溶液的标定和配制	20
十、亚硝酸钠-亚砷酸溶液的标定和配制	21
十一、钒酸铵溶液的标定和配制	22
十二、溴酸钾-溴化钾溶液的标定和配制	23

十三、乙二胺四醋酸二鈉 (EDTA) 溶液的

标定和配制.....24

2. 沉淀滴定用标准試剂.....27

十四、硫氰化鉀溶液的标定和配制.....27

十五、硝酸銀溶液的标定和配制.....28

十六、硝酸汞溶液的标定和配制.....29

十七、亚鉄氰化鉀溶液的标定 (外指示剂)30

十八、亚鉄氰化鉀溶液的标定 (內指示剂)31

十九、鎳試剂标准溶液的标定和配制.....32

3. 中和用試剂.....33

二十、硫酸溶液的标定和配制.....33

二十一、盐酸溶液的标定和配制.....34

二十二、硝酸溶液的标定和配制.....35

二十三、氢氧化鈉溶液的标定和配制.....36

V. 比色溶液配制.....38

1. 鈉标准溶液.....38

2. 鉄标准液.....38

3. 銅标准液.....38

4. 銀标准液.....39

5. 鉛标准液.....39

6. 汞标准液.....39

7. 砷标准液.....40

8. 鋁标准液.....40

9. 銻标准液.....40

10. 鍍标准液.....41

11. 鋅标准液.....41

12.	氮标准液	41
13.	鋁标准液	42
14.	鎂标准液	42
15.	錳标准液	42
16.	鎳标准液	42
17.	氯标准液	43
18.	鈉标准液	43
19.	鋇标准液	43
20.	鈦标准液	44
21.	鈦标准液	44
22.	鈦(鈦)标准液	44
23.	鈦标准液	45
24.	鎢标准液	45
25.	銻标准液	46
26.	鉈标准液	46
27.	鍺标准液	46
28.	硒(碲)标准液	47
29.	磷标准液	47
30.	鋰标准液	47
31.	鉀标准液	47
32.	鋅标准液	47
33.	金标准液	48
34.	鈷标准液	48
35.	鈹标准液	48
36.	鈣标准液	48
37.	鉻标准液	49
38.	氟标准液	49
39.	硅标准液	49

40. 鈾标准液	49
41. 鎘标准液	50
42. 硼标准液	50
43. 鉍标准液	50
44. 錫标准液	50
VI. 各种試剂的提純和回收	51
一、硝酸的提純	51
二、盐酸的提純	51
三、氨水的提純	53
四、四氯化碳的提純	53
五、三氯甲烷的提純	55
六、三氯甲烷及四氯化碳废液的回收	55
七、乙醚的提純	55
八、異戊醇的提純	56
九、乙醚的回收	56
十、甲苯的回收	56
十一、汞的回收	57
VII. 指示剂的配制	60
VIII. 緩冲溶液的配制	74
1. 标准pH緩冲溶液 (pH=4)	74
2. 标准pH緩冲溶液 (pH=8.4)	74
3. 标准pH緩冲溶液 (pH=9.2)	74
4. 氯化銨-氢氧化銨緩冲溶液 (pH=10.1)	75
5. 醋酸-醋酸銨緩冲溶液	75
6. 一氯乙酸-氢氧化銨緩冲溶液 (pH=2.9~3.1)	75
7. 測定用标准緩冲溶液配制方法	75
IX. 附表——当量溶液的当量重量表	79

I. 蒸餾水的一般檢查

蒸餾水在化學分析上應用最廣，在沖洗儀器，配制試劑以及操作過程中都需要大量蒸餾水，所以蒸餾水純潔與否對分析結果有很大的關係。

一般蒸餾水中由於蒸餾用水的水源和裝置關係，可能含有鉀、鈉、鈣、鎂、銅、鐵、氯化物，碳酸鹽及硅酸鹽，硫酸鹽等雜質，所以在應用前必須進行檢查。一般簡易檢查方法如下：

1. **氯根** 取 50 毫升水，加硝酸一滴使呈酸性，然後加入幾滴 0.1N 硝酸銀，觀察有無混濁現象發生。假若有白色混濁，即表明有氯根存在。

2. **硫酸根** 取 50 毫升水，加鹽酸 2~3 滴使呈酸性，然後加 1 滴 10% 氯化鋇，放置數小時後，假若有混濁，即表明有硫酸根存在。

3. **鈣鎂測定** 取 50 毫升水，加氫氧化銨及氯化銨的混合溶液（配制方法見後）數滴，加 1~2 滴愛羅黑 T 指示劑（配制方法見後）。如有紫紅色出現，證明其中含有鈣、鎂等雜質。如要測定含量的多少，可用已知濃度的乙二胺四醋酸二鈉溶液滴定至紫色轉變成天藍色為終點。假若加入指示劑後溶液呈現藍色，則證明水中無鈣、鎂等雜質。

4. **硅的檢查** 取 50 毫升蒸餾水於 50 毫升比色管中，加 1.6 毫升 1:1 鹽酸（鹽酸濃度為 0.2N），然後加入 5 毫升 10% 鉬酸銨溶液，混勻，靜置 10~15 分鐘，視其有無黃

色，若呈現有黃色，則表明蒸餾水中含有硅。

5. 其它鉀、鈉等雜質 用一般簡易方法不能檢出。若進行高純度物質分析時，才進一步做檢查，而一般分析可不必作檢查。

II. 一般試劑濃度的表示法

一般試劑的配制方法，依所需試劑濃度表示的方法而定。

1. **容量比例表示法** ($V:V$) 液体試劑互相混合或用水稀釋時，常用此法表示。例如：1:1 的硫酸溶液，是由 1 體積的硫酸與 1 體積的水混合而成。

2. **重量比例表示法** ($W:W$) 固体試劑互相混合時，常用此法表示。例如：苛性鈉及苛性鉀的混合熔劑，是由 6 克苛性鈉及 4 克苛性鉀混合而成。

3. **容量對重量百分率表示法** ($\frac{W}{V}\%$) 固体試劑用水稀釋時，常用此法表示。例如：將 10 克氯化銨加水 100 毫升溶解，即得 10% 的氯化銨溶液。

4. **容量對容量百分率表示法** ($\frac{V}{V}\%$) 液体試劑用水稀釋時，常用此法表示。例如，5% 鹽酸是由 5 毫升的鹽酸用水稀釋到 100 毫升而得。

5. **重量百分率表示法** ($\frac{W}{W}\%$) 固体試劑用水稀釋時，常用此法表示。通常，這種表示法很少採用。

6. **當量表示法** (N) 用 1 立升溶液中所含試劑的克當量數表示。

7. **克分子表示法** (M) 用 1 立升溶液中所含試劑的克分子數表示。

Ⅲ. 玻璃容器的校正

1. 一般原理

各种容量器，除有可靠証明者外，均須加以校正，但校正不受時間限制。校正的方法是，比較所盛水的实际重量与視容量。

一立升的容积，为一公斤水在最大密度（大約 4°C ）时所占的容积。一毫升为一立升之千分之一。一立方厘米的容积，略小于一毫升。实际上如采用溫度 4°C 显然太低，按一般規定，以 20°C 为正常溫度（亦有規定为 15°C 者）。

如一容器的容量为一眞实立升，則必須标明其容量等于 4°C 水一公斤在眞空中所占的体积。实际上所有化学玻璃器皿，現在均按此标准校正。此类容器，在应用时，如溫度不在 20°C ，为得到准确結果起見，必須加以校正。但不足100毫升的容量器，对于普通分析工作应用时，其溫度为 $20^{\circ}\text{C} \pm 4 \sim 5^{\circ}\text{C}$ ，則校正数并无多少影响，可以不計。最好在實驗室中維持一定的溫度。但在不正常情況下，应使用校正数而照溫度校正。

在工作溫度变化影响中，所有因素以溶液的体积变化影响最大，且視為需要校正的一个因素。而校正玻璃容量瓶的方法，是将水加至頸上刻度处，以定其重量，由重量及水的溫度算出眞实容积和必要的校正数。如欲在某一溫度下变換水的重量为眞实容量，則必須考虑：（1）假設溫度不在 20°C 时，玻璃容器的体积膨胀。（2）在測定溫度时水的密

度。

玻璃容器的体积膨胀系数为 0.000025，即在正常温度 20°C 时，100 毫升容器盛满 24°C 的水，其体积膨胀将为 $100 \times 0.000025 \times (24 - 20) = 0.1$ 毫升。若不加校正，其误差仅为万分之一（对 100 毫升原容量而言），对于分析结果无甚影响。

水的重量用密度除，其商即为水的体积。密度表中数字，常按其在真空中的重量计算。但实际称量时，多在空气中进行，故称定重量，必须考虑空气的浮力。用分析天平在空气中称量一物体，则此物体与砝码皆被空气浮起。若物体与砝码之密度相等，则两者体积也相等，即浮力相等，其他情形相同，即在空气中重量与真空中的重量相同。反之，若物体的体积大于砝码的体积，则在真空中的重量将大于在空气中的重量，等于物体与砝码二者体积相差的空气重量。

通常用下列公式计算 W_0 。

$$W_0 = W + \left(\frac{W}{d_1} - \frac{W}{d_2} \right) \times 0.0012$$

式中 W_0 = 物体在真空中的重量；

W = 物体在空气中的重量；

d_1 = 物体密度；

d_2 = 砝码密度；

0.0012 = 在普通温度时 1 毫升空气的重量。

若水（密度 = 1.0）用铜质砝码（密度为 8.0）衡量，则此公式变为：

$$W_0 = W + \left(\frac{W}{1.0} + \frac{W}{8.0} \right) \times 0.0012 = 1.0015W \text{ (大数)}。$$

2. 滴定管的校正

取50毫升三角烧瓶，最好为带塞锥形瓶（此瓶只需外面干燥洁净），准确称量至百分之一克。将与室温相同的蒸馏水装入滴定管至刻度零处，测定水温并记录。除去滴定管尖端的水珠。虽不必使水平面恰在0.0毫升刻度处，但也不可超过 ± 0.1 毫升。注意滴下的时间。在一分钟后记录滴定管内水平面的位置，称量烧瓶与水的重量，准确至1/1000克，记下重量。无须倒出瓶中的水，继续由滴定管5.0毫升处再放水于烧瓶中至10毫升处，并再称量。又于一分钟后记录滴定管水平面的位置。如此继续放水，每次5毫升，至管内50毫升水放完为止。

在此次校正后，再将水装满滴定管，重新校正一次。各次读取记录的差，代表各次视容量。每次称量的水的重量，被一毫升水在空气中的重量除，其商代表水的真实容量。例如：某数量的水，在15℃时，其视容量为10.05毫升，而重量则为10.01克，故真实容积 $= \frac{10.01}{0.998} = 10.03$ 毫升（因一毫升水在15℃时，其重量为0.998克），而视容量为10.05毫升，其与真实容量10.03毫升之差为0.02毫升，故必须由滴定管10毫升处减去0.02毫升，以求得其真实容量。

每5毫升间，经两次校正，其结果误差须不超过0.02毫升。用此平均值；计算此5毫升中每毫升的校正数。然后将5、10、15、20、25、30、35、40、45、50毫升的总校正数列表。例如：设0~5毫升为+0.05毫升，由5~10毫升间为+0.03毫升，则10毫升的总校数，为+0.08毫升。用容量对照毫升的校正曲线，可据以查出零点与任何一点间

的容量总校正数。

滴定管亦可用简便方法校正，即用5毫升检定液管，連續由滴定管放出溶液，代替每次称量。沒有大量滴定管須要检校时，应用此法較為简便。

兹举一例說明滴定管校正表的制法。

表 1

滴定管校正数 (水温21°C, 1毫升=0.997克)

滴定管讀数	視 容 积	烧杯加水 重 量	水 重	真实容积	校 正 数	总 校 正
0.07	—	33.41 (空杯)	—	—	—	—
10.10	10.03	45.45	10.04	10.07	+0.04	+0.04
20.05	9.95	55.38	9.95	9.96	+0.01	+0.05
30.06	10.01	65.33	9.95	9.98	-0.03	+0.02
39.99	9.93	75.21	9.98	9.91	-0.02	0.00
49.87	9.83	85.04	9.83	9.86	-0.02	-0.02

3. 吸移管或移液管的检校

吸移管吸取溶液时，可用口在管端吸入，至刻度以上，然后迅速以手指对住管口，不使液体流下。然后减低手指压力，至溶液凹浅的最低点与刻綫相合为止。将管尖与杯外壁微触，除去过多液滴，然后将其移开，放入此欲盛装的容器內。

检查方法如下：将吸液管用洗液洗净，并干燥。吸取蒸馏水，持管直立，慢慢放出至刻度处，然后将水放入已称过的烧杯內。俟水放完后，将吸管尖端接触瓶的内壁，不必俟第二水珠形成，即可取出。称量烧瓶与水的重量，按照水的密度計算容量，其方法与校滴定管时相同。

4. 容量瓶的检校

洗净容量瓶内外壁，使其干燥，称量重量，盛装蒸馏水至刻度处。用滤纸吸去附着颈管内壁水珠，再称之。按照水中的密度求得容量。

备注：用一能称至 1/100 克的较粗天平检校容量器具已够正确，因为称量水重时，其准确度超过滴定管的记录位数。并无必要，而后者在准确上并不能超过 0.01 毫升，故称量水重，并无须正确到 0.01 克之必要。

有刻度的比色管的检校可仿此法进行。

5. 玻璃容器的允许误差表

表 2

滴定管及刻度移液管允许误差表

总 刻 度 部 份 容 量	全部或部分误差限度		总 刻 度 部 份 容 量	全部或部分误差限度	
	滴 管	刻度移液管		滴 管	刻度移液管
2 毫升及以下	—	0.01 毫升	30 毫升及以下	0.03 毫升	0.05 毫升
5 毫升及以下	0.01 毫升	0.02 毫升	50 毫升及以下	0.05 毫升	0.08 毫升
10 毫升及以下	0.02 毫升	0.03 毫升	100 毫升及以下	0.10 毫升	0.15 毫升

表 3

移液管允许误差

容 量	误差限度	容 量	误差限度
2 毫升及以下	0.006 毫升	50 毫升及以下	0.05 毫升
5 毫升及以下	0.01 毫升	100 毫升及以下	0.08 毫升
10 毫升及以下	0.02 毫升	200 毫升及以下	0.10 毫升
30 毫升及以下	0.03 毫升		