

化学分析手册

中南矿冶学院分析化学教研室等 编著

科学出版社

化 学 分 析 手 册

中南矿冶学院分析化学教研室等 编著

科 学 出 版 社

1 9 8 2

内 容 简 介

本书为一本实用的化学分析工具书,其内容主要侧重于无机化学分析。全书共分八章,包括化验常识、试样分解、试剂、无机物和有机试剂的物理性质、溶液、分离、光度分析和电化学分析及化学分析常用数据表等。附录介绍了分析化学中常用的单位、符号及文献。

本书可供化学、化工、冶金、地质、机械和环境保护等部门的分析化验人员,科学研究工作者及大专院校有关专业师生参考。

化 学 分 析 手 册

中南矿冶学院分析化学教研室等 编著

责任编辑 操时杰

科 学 出 版 社 出 版

北京朝阳门内大街 137 号

中国科学院印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

1982 年 1 月第 一 版 开本: 850×1168 1/32

1982 年 1 月第一次印刷 印张: 22 3/4 插页: 1

印数: 0001—30,700 字数: 601,000

统一书号: 13031·1793

本社书号: 2439·13—4

定价: 4.50 元

前 言

本书系适应新形势发展的需要,为化学、化工、冶金、地质、机械、环保等部门从事分析化验和科学研究工作的同志编写的实用化学分析工具书,也可作为大专院校有关专业师生教学参考。

全书共分八章,主要内容侧重于无机化学分析,其中包括:化验常识、试样分解、试剂、无机物和有机试剂的物理性质、溶液、分离、光度分析和电化学分析以及化学分析常用数据表等。附录介绍了分析化学常用的单位符号及文献。本书采用中国国际单位制推行委员会颁发的《中华人民共和国计量单位名称与符号方案(试行)》。书中所用名词、术语以中国科学院自然科学名词编订室编订的《英汉化学化工词汇》及补编等有关专业词汇为主要依据。在编写过程中,参考了许多有关的文献资料,但限于篇幅,不能在书中一一注明,只在各章之末,列出主要参考资料。

本书最初由中南矿冶学院和湖南水口山矿务局合编。段群章、徐民良、范健、凌一、阳世奇等同志以及部分毕业生参加了初稿的编写工作。在广泛征求意见的基础上,由中南矿冶学院化学系分析化学教研室赖勋显、徐民良、范健、郑沛霖同志改写和定稿,并由徐民良同志负责总审校。

在编写过程中,北京、长春、天津、上海、广东、湖北、湖南等省市的许多科学研究单位、高等院校和厂矿、给予我们热情鼓励和帮助,对书稿提出了很多宝贵的意见,在此,表示最深切的感谢。

限于我们的水平,书中可能存在不少缺点和错误,敬希读者批评指正。

目 录

第一章 化验常识	1
一、离子的基本性质	1
(一)元素在水溶液中的离子状态	1
(二)常用试剂与离子的反应	4
(三)离子的点滴试验	11
二、化验室常用仪器及设备	21
(一)分析仪器	21
(二)加热、制冷设备及器具	41
(三)电子计算器的使用	47
三、常用器皿	61
(一)玻璃器皿	61
(二)瓷、石英、玛瑙器皿	64
(三)镍、铁器皿	65
(四)铂器皿	66
(五)金、银、锆器皿	68
(六)刚玉、石墨器皿	68
(七)塑料器皿	69
四、滤纸及试纸	70
(一)滤纸	70
(二)试纸	72
五、纯水的制取	74
(一)蒸馏法制纯水	74
(二)离子交换法制纯水	75
(三)水质的检验	78
六、误差及有效数字	79
(一)误差	79
(二)有效数字	85

七、化验室安全技术常识	87
(一)化验室安全守则	87
(二)防火防爆常识	88
(三)防毒常识	89
第二章 试样	97
一、试样的分解	97
(一)常用溶剂的性质及应用	97
(二)常用熔剂的性质及应用	99
(三)试样的分解溶(熔)剂举例	101
二、标准试样	126
(一)国内标准试样举例	126
(二)国外标准试样简介	126
第三章 试剂	130
一、试剂的规格	130
(一)优级纯	130
(二)分析纯	130
(三)化学纯	130
二、指示剂	131
(一)酸碱指示剂	131
(二)氧化还原指示剂	156
(三)金属指示剂	163
(四)吸附指示剂	204
三、掩蔽剂	208
(一)阳离子、阴离子和中性分子的掩蔽剂和解蔽剂	208
(二)络合滴定中的掩蔽剂	215
四、冷却剂	224
(一)一种盐和水(或冰)组成的冷却剂	224
(二)两种盐和水组成的冷却剂	225
(三)两种盐和冰组成的冷却剂	225
五、干燥剂及常用物质的干燥条件	225
(一)各种物质干燥能力的比较	225
(二)气体用干燥剂	226

(三)液体有机化合物用干燥剂	226
(四)基准物质的干燥	227
(五)常用物质的干燥条件	227
六、气体吸收剂	230
七、常用试剂的提纯	232
第四章 无机物和有机试剂的物理性质	245
一、无机物的物理性质	245
二、有机试剂的物理性质	292
第五章 溶液	345
一、溶液浓度的表示方法及其换算	345
二、常用标准溶液	347
(一)容量分析用标准溶液的配制及标定	348
(二)光度分析和电化学分析用标准溶液的配制	357
(三)标准溶液浓度的一升量值温度补正值	364
三、常用酸碱溶液的百分含量、当量浓度和比重	366
四、pH 缓冲溶液	380
(一)缓冲溶液的 pH 范围	380
(二)几种缓冲溶液的配制和 pH 值(25°C)	381
(三)络合滴定中常用的缓冲溶液	384
(四)pH 标准溶液	385
第六章 分离	387
一、液-液萃取分离	387
(一)常用萃取剂	389
(二)元素的萃取分离	420
二、色谱分离	436
(一)离子交换色谱	436
(二)高效液相色谱	443
(三)纸色谱	447
(四)气相色谱	453
三、沉淀分离	456
(一)金属氢氧化物沉淀的近似 pH 值	457

(二)硫化物沉淀	458
(三)常用的有机沉淀剂	458
四、挥发和蒸馏分离	460
五、电解分离	461
(一)汞阴极电解分离	462
(二)各种金属恒电位电解分离的电解液组成及析出电位	463
第七章 光度分析和电化学分析	466
一、分光光度分析	466
(一)电磁波谱的分布	468
(二)可见光区电磁辐射的颜色和互补色	469
(三)常见元素的分光光度分析	469
(四)透光率与吸光度的换算	504
二、原子吸收分光光度分析	509
(一)原子吸收分光光度法的灵敏度和检出限(火焰原子化法)	510
(二)石墨炉原子化原子吸收分光光度法的绝对灵敏度	521
(三)原子荧光分光光度法的检出限	523
(四)各种火焰的特性	524
三、极谱分析	524
(一)极谱分析法的最低可测浓度、分辨率及分辨比	524
(二)无机物的半波电位	525
四、电位分析	547
(一)离子选择性电极	547
(二)电位滴定	550
五、库仑分析	559
(一)控制电位库仑分析	560
(二)库仑滴定	562
第八章 化学分析常用数据表	565
一、酸碱的离解常数	565
(一)无机酸在水中的离解常数(25°C)	566
(二)有机酸在水中的离解常数(25°C)	567
(三)碱在水中的离解常数(25°C)	570
二、溶度积常数(18—25°C)	571

三、标准电极电位·····	590
四、络合物的稳定常数·····	610
(一)金属-无机配位体络合物·····	613
(二)金属-有机配位体络合物·····	631
五、离子的活度系数·····	664
(一)水中单个离子的活度系数(25°C)·····	665
(二)水溶液中有效离子半径的近似值(25°C)·····	666
(三)德拜-休克尔公式的常数值(0—100°C)·····	667
六、离子活度标准参比值(25°C)·····	668
七、 $RT\ln 10/F$ 值(0—100°C)·····	668
八、水的蒸气压、密度和 K_w 值·····	669
九、容量分析常用物质的当量·····	669
(一)酸碱滴定法·····	669
(二)氧化还原滴定法·····	671
十、换算因数·····	674
十一、常用正交表·····	685
十二、基本常数表·····	696
附录·····	698
附录一 常用单位和符号·····	698
(一)国际单位制(SI)单位·····	698
(二)中华人民共和国计量单位名称与符号方案(试行)(附表)·····	702
(三)分析化学中常用的符号·····	707
附录二 分析化学的期刊和工具书·····	709
附录三 元素周期表	

第一章 化 验 常 识

一、离子的基本性质

(一) 元素在水溶液中的离子状态

表 1-1

元素	氧化数	酸 溶 液 中		碱 溶 液 中	
锂	+1	Li^+	无 色	Li^+	无 色
钠	+1	Na^+	无 色	Na^+	无 色
钾	+1	K^+	无 色	K^+	无 色
铷	+1	Rb^+	无 色	Rb^+	无 色
铯	+1	Cs^+	无 色	Cs^+	无 色
铜	+2	Cu^{2+}	淡蓝色	$\text{Cu}(\text{OH})_2\downarrow$ 蓝色, 在热浓碱液中 部分呈 CuO_2^{2-} 蓝色	
银	+1	Ag^+	无 色	Ag_2O	暗褐色
金	+3	AuCl_4^- (在 HCl 中)	黄 色	AuO_2^-	黄 色
铍	+2	Be^{2+}	无 色	BeO_2^{2-}	无 色
镁	+2	Mg^{2+}	无 色	$\text{Mg}(\text{OH})_2\downarrow$	白 色
钙	+2	Ca^{2+}	无 色	$\text{Ca}(\text{OH})_2\downarrow$ (浓溶液中)	白 色
锶	+2	Sr^{2+}	无 色	Sr^{2+}	无 色
钡	+2	Ba^{2+}	无 色	Ba^{2+}	无 色
锌	+2	Zn^{2+}	无 色	ZnO_2^{2-}	无 色
镉	+2	Cd^{2+}	无 色	$\text{Cd}(\text{OH})_2\downarrow$	白 色
汞	+1	Hg_2^{2+}	无 色	$\text{Hg}_2\text{O}\downarrow$	黑 色
	+2	Hg^{2+}	无 色	$\text{HgO}\downarrow$	黄 色
硼	+3	H_3BO_3	无 色	BO_2^-	无 色
铝	+3	Al^{3+}	无 色	AlO_2^-	无 色
镓	+3	Ga^{3+}	无 色	GaO_2^-	无 色
铟	+3	In^{3+}	无 色	$\text{In}(\text{OH})_3\downarrow$ 白色 $\rightarrow \text{H}_2\text{InO}_3^-$	
铊	+1	Tl^+	无 色	Tl^+	无 色
	+3	$\text{Tl}^{3+}, \text{TlOH}^{2+}, \text{TlO}^+$	无 色	$\text{Tl}(\text{OH})_3\downarrow$	红棕色
钪	+3	Sc^{3+}	无 色	$\text{Sc}(\text{OH})_3\downarrow$ 白色, 浓碱中部分呈 ScO_2^-	

续表 1-1

元素	氧化数	酸 溶 液 中		碱 溶 液 中	
钇	+3	Y^{3+}	无 色	$Y(OH)_3\downarrow$	白 色
镧	+3	La^{3+}	无 色	$La(OH)_3\downarrow$	白 色
铈	+3	Ce^{3+}	无 色	$Ce(OH)_3\downarrow$ 白色 $\rightarrow$ $Ce(OH)_4\downarrow$ 黄色	
	+4	$Ce(SO_4)_3^-$ (在 H_2SO_4 中)	黄 色	$Ce(OH)_4\downarrow$	黄 色
碳	+4	CO_2, H_2CO_3	无 色	CO_3^{2-}	无 色
硅	+4	$SiO_2 \cdot xH_2O\downarrow$	白 色	SiO_3^{2-}	无 色
锗	+4	$GeCl_3^-$ (在 HCl 中)	无 色	GeO_3^{2-}	无 色
锡	+2	Sn^{2+}	无 色	SnO_2^{2-}	无 色
	+4	$SnCl_3^-$ (在 HCl 中)	无 色	SnO_3^{2-}	无 色
铅	+2	Pb^{2+}	无 色	PbO_2^{2-}	无 色
钛	+4	TiO^{2+}	无 色	$TiO(OH)_2\downarrow$	白 色
锆	+4	ZrO^{2+}	无 色	$Zr(OH)_4\downarrow$	白 色
铪	+4	HfO^{2+}	无 色	$Hf(OH)_4\downarrow$	白 色
钍	+4	$Th(NO_3)_3^-$ (在 HNO_3 中)	无 色	$Th(OH)_4\downarrow$	白 色
氮	+5	NO_3^-	无 色	NO_3^-	无 色
磷	+5	$H_2PO_4^-$	无 色	PO_4^{3-}, HPO_4^{2-}	无 色
砷	+3	$AsO_3^+, HAsO_2$	无 色	AsO_2^-	无 色
	+5	H_3AsO_4	无 色	AsO_4^{3-}	无 色
锑	+3	$SbCl_3^-$ (在 HCl 中)	无 色	SbO_2^-	无 色
	+5	$SbCl_5^-$ (在 HCl 中)	无 色	$Sb(OH)_6^-$	无 色
铋	+3	Bi^{3+} (在 HNO_3 中)	无 色	$Bi(OH)_3\downarrow, BiO(OH)\downarrow$	白 色
钒	+5	VO_2^+, VO^{3+}	浅黄色	VO_4^{3-}	无 色
铌	+5	$Nb_2O_5 \cdot xH_2O\downarrow$	白 色	$Nb_2O_5 \cdot xH_2O\downarrow$	白 色
钽	+5	$Ta_2O_5 \cdot xH_2O\downarrow$	白 色	$Ta_2O_5 \cdot xH_2O\downarrow$	白 色
硫	+6	SO_4^{2-}, HSO_4^-	无 色	SO_4^{2-}	无 色
硒	+4	H_2SeO_3	无 色	SeO_3^{2-}	无 色

续表 1-1

元素	氧化数	酸 溶 液 中		碱 溶 液 中	
碲	+4	$\text{H}_2\text{TeO}_3, \text{TeO}(\text{OH})^+$	无 色	TeO_3^{2-}	无 色
铬	+3	$\text{Cr}^{3+}, \text{Cr}(\text{OH})^{2+}$	紫 色	CrO_2^-	绿 色
	+6	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	橙 色	CrO_4^{2-}	黄 色
钼	+6	MoO_4^{2+}	无 色	MoO_4^{2-}	无 色
钨	+6	$\text{H}_2\text{WO}_4\downarrow$	黄(或白)色	WO_4^{2-}	无 色
铀	+6	UO_2^{2+}	黄色发绿色萤光	$\text{Na}_2\text{U}_2\text{O}_7\downarrow$	黄 色
氟	-1	HF	无 色	F^-	无 色
氯	-1	Cl^-	无 色	Cl^-	无 色
溴	-1	Br^-	无 色	Br^-	无 色
碘	-1	I^-	无 色	I^-	无 色
锰	+2	Mn^{2+}	淡粉红色	$\text{Mn}(\text{OH})_2\downarrow$ 肉色 $\longrightarrow$ $\text{MnO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}\downarrow$	褐 色
铼	+7	ReO_4^-	无 色	ReO_4^-	无 色
铁	+2	Fe^{2+}	淡绿色	$\text{Fe}(\text{OH})_2\downarrow$ 白-绿色 $\longrightarrow$ $\text{Fe}(\text{OH})_3\downarrow$	棕 色
	+3	FeCl_4^+ (在 HCl 中)	黄 色	$\text{Fe}(\text{OH})_3\downarrow$	棕 色
钴	+2	Co^{2+}	粉红色	$\text{Co}(\text{OH})_2\downarrow$	粉红色
镍	+2	Ni^{2+}	绿 色	$\text{Ni}(\text{OH})_2\downarrow$	绿 色
钌*	+3	$[\text{RuCl}_5(\text{H}_2\text{O})]^{2-}$ (在 HCl 中) 红色		$\text{Ru}(\text{OH})_3\downarrow$	暗褐色
铑	+3	RhCl_3^- $[\text{RhCl}_5(\text{H}_2\text{O})]^{2-}$ (在 HCl 中) 红色		$\text{Rh}(\text{OH})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}\downarrow$ 黄色 $\longrightarrow$ $\text{Rh}(\text{OH})_3\downarrow$	暗褐色
钯	+2	$\text{Pd}^{2+}, \text{PdCl}_2^-$ (在 HCl 中)	红棕色	$\text{Pd}(\text{OH})_2\downarrow$	红棕色
锇	+4	OsCl_3^- (在 HCl 中)	红 色	$\text{Os}(\text{OH})_4\downarrow$	红棕色
铱	+3	IrCl_3^- (在 HCl 中)	棕绿色	$\text{Ir}(\text{OH})_3\downarrow$	黑 色
	+4	IrCl_3^- (在 HCl 中)	红棕色	$\text{Ir}(\text{OH})_4\downarrow$	暗蓝色
铂	+4	PtCl_3^- (在 HCl 中)	橙 色	$\text{Pt}(\text{OH})_3^-$	浅 黄

* 铂族元素的离子状态较复杂, 随条件不同而异, 颜色也有差别, 报道也不一致。

(二)常用试剂与离子的反应

表 1-2

试 剂	离 子						
	Cu ²⁺	Ag ⁺	Au ^{III}	Be ²⁺	Mg ²⁺	Ca ²⁺	Sr ²⁺
HCl		AgCl↓ 白	AuCl ₄ ⁻ 黄				
H ₂ SO ₄		Ag ₂ SO ₄ ↓ 白(浓溶液中)				CaSO ₄ ↓ 白	SrSO ₄ ↓ 白
NaOH	Cu(OH) ₂ ↓蓝→ 部分 CuO ₂ ²⁻	Ag ₂ O↓ 暗褐	Au(OH) ₃ ↓红棕 →AuO ₂ ⁻ 亮黄	BeO ₂ ²⁻	Mg(OH) ₂ ↓ 白	Ca(OH) ₂ ↓ 白(浓溶液中)	
NH ₃ +NH ₄ Cl	Cu(NH ₃) ₄ ²⁺ 深蓝	Ag(NH ₃) ₂ ⁺	[Au(NH) ₂ Cl + Au(NH) ₂ NH ₂]↓ 黄	Be(OH) ₂ ↓ 白			
H ₂ S	CuS↓ 黑	Ag ₂ S↓ 黑	Au ₂ S ₂ ↓黑 (Au ₂ S+Au ₂ S ₃)				
(NH ₄) ₂ S	CuS↓ 黑	Ag ₂ S↓ 黑	Au ₂ S ₂ ↓黑 (Au ₂ S+Au ₂ S ₃)	Be(OH) ₂ ↓ 白			
Na ₂ CO ₃	Cu ₂ (OH) ₂ CO ₃ ↓ 蓝绿	Ag ₂ CO ₃ ↓白 煮沸分解变黄	Au(OH) ₃ ↓ 红棕	碱式盐↓白 溶于过量试剂 Be(CO ₃) ₂ ²⁻	Mg ₂ (OH) ₂ CO ₃ ↓ 白	CaCO ₃ ↓ 白	SrCO ₃ ↓ 白

续表 1-2

试 剂	离 子				
	Ba ²⁺	Zn ²⁺	Cd ²⁺	Hg ₂ ²⁺	Hg ²⁺
HCl				Hg ₂ Cl ₂ ↓ 白	
H ₂ SO ₄	BaSO ₄ ↓ 白			Hg ₂ SO ₄ ↓ 白	
NaOH		Zn(OH) ₂ ↓ 白 → ZnO ₂ ²⁻	Cd(OH) ₂ ↓ 白	Hg ₂ O↓ 黑	HgO↓ 黄
NH ₃ +NH ₄ Cl		Zn(NH ₃) ₄ ²⁺	Cd(NH ₃) ₄ ²⁺	Hg(NH ₂)Cl↓ 白 +Hg↓ 黑	Hg(NH ₂)Cl↓ 白
H ₂ S		ZnS↓ 白 (pH≈2)	CdS↓ 黄	HgS↓+Hg↓ 黑	HgS↓ 黑
(NH ₄) ₂ S		ZnS↓ 白	CdS↓ 黄	HgS↓+Hg↓ 黑	HgS↓ 黑
Na ₂ CO ₃	BaCO ₃ ↓ 白	碱式盐↓ 白	碱式盐↓ 白	Hg ₂ CO ₃ ↓ 淡黄 分解变 HgO+Hg↓ 黑	碱式盐↓ 红褐
					Al(OH) ₃ ↓ 白

续表 1-2

试 剂	离 子					
	Ga ³⁺	In ³⁺	Tl ⁺	Tl ³⁺	Sc ³⁺	Y ³⁺
HCl			TlCl↓ 白 加热可溶	TlCl ₄ ⁻		
H ₂ SO ₄				Tl(SO ₄) ₂ ⁻ (不稳定)		
NaOH	GaO ₂ ⁻	In(OH) ₃ ↓ 白 → H ₂ InO ₃ ⁻		Tl(OH) ₃ ↓ 红棕	Sc(OH) ₃ ↓ 白 → ScO ₂ ⁻	Y(OH) ₃ ↓ 白
NH ₃ +NH ₄ Cl	Ga(OH) ₃ ↓ 白 → GaO ₂ ⁻	In(OH) ₃ ↓ 白		Tl(OH) ₃ ↓ 红棕	Sc(OH) ₃ ↓ 白 Sc(NH ₃) ₆ ³⁺	Y(OH) ₃ ↓ 白
H ₂ S		In ₂ S ₃ ↓ 橙黄 (pH3—4)		Tl ⁺ +S↓		
(NH ₄) ₂ S	Ga(OH) ₃ ↓ 白 → GaO ₂ ⁻	In(OH) ₃ ↓ 白	Tl ₂ S↓ 黑	Tl ₂ S↓ 黑	Sc(OH) ₃ ↓ 白	Y(OH) ₃ ↓ 白
Na ₂ CO ₃	Ga(OH) ₃ ↓ 白 → GaO ₂ ⁻	In ₂ (CO ₃) ₃ ↓ 白		碱式盐↓	碱式盐↓ 白 溶于过量试剂	碱式盐↓ 白 溶于过量试剂

续表 1-2

试 剂	离 子				
	La ³⁺	Ce ⁴⁺	Ge ^{IV}	Sn ²⁺	Sn ⁴⁺
HCl					Pb ²⁺ PbCl ₂ ↓白 溶于热水
H ₂ SO ₄					PbSO ₄ ↓ 白
NaOH	La(OH) ₃ ↓ 白	Ce(OH) ₄ ↓ 黄	GeO ₃ ⁻	SnO ₃ ⁻	PbO ₂ ⁻
NH ₃ +NH ₄ Cl	碱式盐↓ 白	Ce(OH) ₄ ↓ 黄	GeO ₃ ⁻	Sn(OH) ₂ ↓ 白	Pb(OH) ₂ ↓ 白
H ₂ S		Ce ³⁺	GeS ₂ ↓ 白	SnS↓ 棕	PbS↓ 黑
(NH ₄) ₂ S	碱式盐↓ 白	Ce(OH) ₄ ↓ 黄	(NH ₄) ₂ GeS ₃	SnS↓ 棕	PbS↓ 黑
Na ₂ CO ₃	碱式盐↓白 溶于过量试剂	Ce(OH) ₄ ↓ 浅黄		Sn(OH) ₂ ↓ 白	碱式盐↓ 白

续表 1-2

试 剂	离 子					
	Ti ^{IV}	Zr ^{IV}	Hf ^{IV}	Th ⁴⁺	Ag ^{III}	As ^V
HCl						
H ₂ SO ₄						
NaOH	TiO(OH) ₂ ↓ 白	ZrO(OH) ₂ ↓ 白	HfO(OH) ₂ ↓ 白	Th(OH) ₄ ↓ 白		
NH ₃ +NH ₄ Cl	TiO(OH) ₂ ↓ 白	ZrO(OH) ₂ ↓ 白	HfO(OH) ₂ ↓ 白	Th(OH) ₄ ↓		
H ₂ S					As ₂ S ₃ ↓ 黄	As ₂ S ₅ ↓ 黄
(NH ₄) ₂ S	TiO(OH) ₂ ↓ 白	ZrO(OH) ₂ ↓ 白	HfO(OH) ₂ ↓ 白	Th(OH) ₄ ↓ 白	AsS ₃ ³⁻	AsS ₄ ³⁻
Na ₂ CO ₃	TiO(OH) ₂ ↓ 白	ZrOCO ₃ ↓ 白	HfOCO ₃ ↓ 白	Th(CO ₃) ₂ ↓ 白 → Th(CO ₃) ₃ ³⁻		