

化学分析手册

交通部天津机车车辆机械工厂

毛主席语录

路线是个纲，纲举目张。

在生产斗争和科学实验范围内，人类总是不断发展的，自然界也总是不断发展的，永远不会停止在一个水平上。因此，人类总得不断地总结经验，有所发现，有所发明，有所创造，有所前进。

人们为着要在自然界里得到自由，就要用自然科学来了解自然，克服自然和改造自然，从自然里得到自由。

读书是学习，使用也是学习，而且是更重要的学习。从战争学习战争——这是我们的主要方法。

中国人民有志气，有能力，一定要在不远的将来，赶上和超过世界先进水平。

备战、备荒、为人民。

前 言

伟大领袖毛主席教导我们：“在生产斗争和科学实验范围内，人类总是不断发展的，自然界也总是不断发展的，永远不会停止在一个水平上”。

随着无产阶级文化大革命斗、批、改群众运动的深入发展，全国亿万军民，在毛主席关于“路线是个纲，纲举目张”的教导下，通过批修整风，路线觉悟普遍提高，狠抓革命，猛促生产，一个伟大的社会主义革命和社会主义建设的新高潮正在兴起，技术革新和技术革命也正在蓬勃发展。

为了适应工业跃进的新形势，确保产品质量的不断提高，切实搞好生产服务工作，我厂试验人员，遵照毛主席“要认真总结经验”的伟大教导，在工厂党委的正确领导下，针对我厂当前生产需要，根据我室历来积累的资料，并参考和吸取了各兄弟单位的先进经验，对我厂原有“化学分析操作规程”，进行了修订和补充，并将黑色金属分析、有色金属分析、非金属材料分析和化学分析手册分为四辑出版。

在编辑本书过程中，我厂试验人员虽做了最大的努力，但由于认真学习毛主席著作不够，加之水平有限，缺点必然不少，希望同志们批评指正。

1972年10月

目 录

化学分析的一般操作技术	1
一、分析试样的制取	1
(一) 生铁试样	1
(二) 钢试样	1
(三) 铁合金试样	2
(四) 有色金属试样	2
(五) 矿石试样	2
二、定量分析的基本操作	3
(一) 称量	3
(二) 重量分析的基本操作	3
(三) 容量分析的基本操作	5
定量分析中操作溶液的配制及标定	8
一、操作溶液的配制及标定须知	8
二、常用操作溶液的配制与标定	9
(一) 0.1N 酸溶液的配制与标定	9
(二) 0.1N 碱溶液的配制与标定	11
(三) 0.1N 重铬酸钾溶液的配制和标定	12
(四) 0.1N 高锰酸钾溶液的配制和标定	13
(五) 0.1N 硫酸亚铁铵溶液及 0.1N 硫酸亚铁溶液的配 制和标定	13
(六) 0.1N 溴酸钾-溴化钾溶液的配制与标定	14

(七) 0.1N 碘酸钾溶液的配制和标定	15
(八) 0.1N 碘溶液的配制与标定	15
(九) 0.1N 硫代硫酸钠溶液的配制与标定	16
(十) 0.1N 硝酸银溶液的配制与标定	17
(十一) 0.1N 硫酸高铁铵溶液的配制与标定	18
(十二) 0.1N 亚砷酸钠溶液的配制和标定	19
(十三) 0.05 N 亚砷酸钠-亚硝酸钠溶液的配制与标定	19
(十四) 0.05 N 亚铁氰化钾溶液的配制和标定	20
(十五) 0.02 N 和 0.05 N 硝酸钍溶液的配制与标定	21
(十六) 0.05 MEDTA 溶液的配制与标定	21
三、配制不同浓度之操作溶液的用量	23
1. 酸操作溶液	24
2. 硷操作溶液	24
3. 盐操作溶液	24
四、基准物质	26
五、化学试剂纯度的表示法	27
化学分析的计算	28
一、注意事项	28
二、重量分析的计算	28
1. 换算因数的计算	28
2. 分析结果的计算	29
3. 重量分析中沉淀剂用量的计算	29
4. 重量分析中称取量的计算	29
三、容量分析的计算	29
1. 操作溶液浓度表示法	29

2. 容量分析结果的计算	30
3. 容量分析中称取量的计算	31
四、其他的一些计算	31
1. 百分浓度的确定	32
2. 配制药品的计算公式	33
①用固体试剂配制	33
②用已知比重的浓酸配制	33
③稀释公式	33
3. 标定计算公式	33
①用已知浓度的溶液标定	33
②用基准物质(固体)标定	34
4. 气体容量法测定碳之气压-温度修正系数公式	34
化学分析结果的准确性	35
一、误差的分类及其来源	35
二、准确度及精密度	35
三、有效数字的确定	36
pH 指示剂与试纸	38
一、pH 的概念	38
二、指示剂	38
(一) 指示剂的概念	38
(二) 指示剂的分类	38
1. 中和指示剂(酸碱指示剂)	39
2. 氧化还原指示剂	41
3. 吸附指示剂	43
4. 荧光指示剂	43

5. 混合指示剂·····	45
三、试纸的制备·····	47
四、常用缓冲溶液的配制·····	51
1. 第一配法·····	51
2. 第二配法·····	53
①邻苯二甲酸盐溶液·····	53
②柠檬酸盐溶液·····	54
③磷酸盐溶液·····	54
④硼酸盐溶液·····	55
化学分析常用的仪器设备·····	57
一、分析天平·····	57
1. 分析天平的种类·····	57
2. 感量与偏差的测定·····	59
3. 砝码的校正·····	60
4. 分析天平的简单调正和修理·····	61
5. 分析天平的使用与维护保养·····	64
二、其他仪器设备的使用与维护保养·····	65
1. 浦氏光度计的安装、使用与维护保养·····	65
2. 72型光电分光光度计的使用与维护保养·····	66
3. 581-G型光电比色计的使用与维护保养·····	68
4. 电介分析器的使用与维护保养·····	68
5. SC-5 (KO-14) 型箱式高温电炉的使用与维护 保养·····	68
6. 铂器皿的使用与维护保养·····	69
7. 镍坩埚的使用与维护保养·····	70
8. 银坩埚的使用与维护保养·····	71

9. 石英坩埚的使用与维护保养	71
10. 铁坩埚的使用与维护保养	71
11. 玛瑙乳钵的使用与维护保养	72
12. 铂、铂铑热电偶的使用与维护保养	72
13. 水银汽压计的使用与维护保养	72
14. 比重计的使用与维护保养	73
15. 真空泵的使用与维护保养	74
16. 电烘箱的使用与维护保养	74
17. 交流 (01) 式酸硷浓度测定仪的使用与维护 保养	74
18. 恩格勒粘度计的使用与维护保养	76
19. 开口式闪点测定器的使用与维护保养	76
20. 离子交换法制取纯水	76
比色分析	81
一、比色分析的原理	81
1. 朗伯尔特定律	81
2. 比尔定律	81
3. 朗伯尔特——比尔定律	82
4. 透光度与消光度的关系	82
二、比色分析的计算	82
1. 计算法 (系数法)	82
2. 曲线法	83
三、常用比色计的构造及主要原件	83
四、光电比色计的维护和常见故障的排除	84
五、比色分析及其他应用的一些标准溶液的配制	85

络合滴定	92
一、络合滴定的条件	92
二、络合滴定的优越性	92
三、络合滴定的缺点	93
四、氨羧络合剂	93
五、络合滴定的各种滴定法	94
1. 直接滴定	94
2. 反滴定	94
3. 取代滴定	94
4. 间接滴定	95
六、络合滴定用的金属指示剂	95
(一) 金属指示剂的条件	95
(二) 金属指示剂的颜色变化和选择	96
(三) 金属指示剂的分类	96
(四) 常用金属指示剂的配制	98
(五) 常用金属指示剂能滴定的金属	102
七、络合滴定中的掩蔽剂	122
(一) 对于掩蔽剂的要求	122
(二) 络合滴定中的常用掩蔽剂	122
八、络合滴定的基本技术操作	127
(一) EDTA 标准溶液的配制	127
(二) EDTA 标准溶液的标定	127
(三) 金属离子标准溶液的配制和标定	128
(四) pH 的调整及缓冲溶液的配制	130
(五) 金属——EDTA 络合物的配制	131
(六) 络合滴定中一般应注意的问题	134

九、各种阳离子的 EDTA 当量	135
化学分析中一些常用物及试剂的制备	136
一、过滤用的石棉层的制备	136
二、碱石棉的制备	136
三、碱石灰的制备	136
四、气体分析用的催化剂的制备	136
五、一些粘结剂的配制	137
六、玻璃塞用之润滑膏	139
七、塞子的处理	139
八、沉垢的去除	140
九、一些特殊试剂的配制	140
十、一些贵重试剂的回收	142
十一、常用洗涤液的配制	143
十二、过滤用纸浆的制备	144
十三、定量分析中常用的沉淀洗涤液的配制	144
干燥剂、冷却剂、热源及水	146
一、干燥剂	146
1. 常用干燥剂	146
2. 关于干燥某几类有机化合物所应用的固体脱水 剂	147
3. 实验室操作中最常见的气体及其干燥剂	148
二、常用的冷却剂	148
1. 盐和水	148
2. 盐和雪	149
3. 两种盐和雪的混合物	149

三、实验室常用的热源	150
1.各种热源的火焰温度	150
2.根据灼烧颜色之估计温度	150
3.实验室电炉加热之最高温度	150
4.浴的加热温度	151
5.一些液体浴之某物质的极限加热温度	151
四、水	151
1.水的硬度表示法	151
2.水的密度 (1 ~ 45℃, 相对重量)	152
3.不同温度下空气中水蒸汽的压力 (毫米汞柱)	153
化验室的安全技术	154
一、电气设备	154
二、化学药品	154
1.内服有毒药品	154
2.接触性有毒药品	154
3.呼吸性有毒药品	155
4.易燃类药品	155
5.爆炸类药品	155
6.腐蚀类药品	155
7.一些易爆的混合物	155
三、一般操作应注意事项	156
四、事故发生时的措施	159
1.当火灾发生时	159
2.灼烧的急救	159
3.中毒时的急救	160
4.灭火剂	160

化学分析用的一些常用表	162
一、常用酸碱的比重、含量及当量表 (20℃)	162
二、常用酸在20℃时的浓度和比重	162
三、常用碱在20℃时的浓度和比重	168
四、常用有机溶液的物理常数	170
五、易燃液体和气体的性质	172
六、常用熔剂 (混合剂)	175
七、一些金属和溶解它们之适宜溶剂	178
八、重量分析的换算因数	179
九、容量分析的换算因数	182
十、沉淀灼烧所要求之温度和时间	184
十一、水溶液中离子的颜色	186
十二、合金及其成份	186
十三、易熔合金的组成及其熔点	188
十四、国际原子量表 (按原子序数排列)	189

化学分析的一般操作技术

一、分析试样的制取

(一)生铁试样：(包括炼钢生铁，铸造生铁，及特殊铸造用生铁等)。

1. 应从铁样上三个不同位置钻取，一个垂直于铁样平面上的中心部位，其他两个在中心钻孔对称的两边。钻孔应平行于断面，但钻孔边缘和铁样边缘间之距离不应小于5毫米。钻取后将三个钻孔所钻下的铁屑试样放研钵内，仔细研匀，并通过40号孔筛。

2. 白口铁试样应将其折断成两半，从每块断口中心部份和边缘，用锤打下小的铁块，用研钵内研碎至通过80—100号孔筛。

(二)钢试样：

1. 轧制的成品钢材试样，可按下法之一进行：

①在试样之横断面上，普遍刨取或刨取一部份，但不可少于试样厚度之 $\frac{1}{2}$ 或 $\frac{1}{3}$ 。

②在试样之轧制横断面上选取均匀分配的位置，以相等深度钻取。

③垂直于试样纵轴中线钻取，其深度应达钢材的轴心处。

2. 钢板试样：

①沿钢板宽度取三点，以钻透孔的方法钻取，第一点在距板边10~15毫米处钻取；第二点在板宽度之中间钻取；第三点在上两点之间钻取，最后将所钻取之试样混匀。

②薄钢板不好钻取时，可沿钢板全长切成宽约5毫米的窄条，每条表面应磨光，然后把窄条重迭一起，进行钻取，混匀。

3.角铁等试样：可在中心和边缘之中部整个钻孔钻取。

4.钢坯和初轧钢坯试样：用钻取三点的方法进行，第一点在钢坯及初轧坯端面之中央钻取，第二点在端面靠边缘的地方钻取，（板坯在窄的一面上），第三点在上两点之间钻取。

5.钢丝试验：直径小的细钢丝，可用剪刀剪取，粗的钢丝可先在钻砧上打成薄片后，再用剪刀剪取。

（三）、铁合金试样：低碳铬铁或其他能被钻取的铁合金试样，可用直径8~10毫米之钻头，在深4~5毫米的折断面，尽可能多钻取的地方钻取，钻屑用磁铁除去其中之杂质。不能钻取的铁合金试样，可用乳钵粉碎过筛。

（四）、有色金属试样：

1.易熔的有色金属或其合金试样（如巴氏合金），应先将其折断后，用小直径的钻头钻取，钻孔应经过横断面的几处地方或在同样多的地方从两边钻取。

2.一般有色金属试样，可用直径10~20毫米的钻头在试样上，沿对角线钻取三点，一点在中心，其他两点各距顶角的全长1/4处，初钻屑不要，将三点钻取之钻屑混匀，用磁铁除去带入之铁质。

（五）矿石试样：

1.用缩分法进行选取，可按下列公式进行

$$Q \geq \alpha^n K D^2$$

式中：Q——原始试样的重量（公斤）

α ——缩分常数

n——缩分次数

K——矿石的系数，（根据矿石中之有效成份含量，

黑色金属矿物为0.1，地质勘察样为0.2）。

D——粒度最大直径（筛孔直径毫米）。

2. 缩分后之试样，用磁铁吸去混入试样中之铁屑，再用玛瑙乳钵研细。

二、定量分析的基本操作

（一）称量：

1. 固定称量法：根据要求的精确重量，从分析天平上用表面皿或其他容器直接称出。此法的优点是能取得所要求的精确重量，可减少计算中的一些麻烦，但对于一些颗粒很大，易吸潮以及有损天平之物质和液体不适用。

2. 递减称量法：是用两次称量之差来确定被称物质的重量，因而只能称出一定范围内之物质的精确重量。主要用称量瓶来称取。

（二）重量分析的基本操作：

1. 沉淀：所得之沉淀应满足以下条件：

①沉淀的溶解度应该极小。

②沉淀容易过滤和洗涤。

③沉淀容易得到纯净之状态，并在干燥和灼烧后具有一定的化学组成。

沉淀操作时应掌握以下几点：

①晶形沉淀应在稀薄溶液中进行，可减少沉淀之被沾污及局部之过饱和程度，同时杂质的浓度也因而降低。

②沉淀应在热溶液中进行，容易生成较大之颗粒。

③加入沉淀剂的速度应慢，最好在不断地搅拌下逐滴加入。

④最好静放3~12小时后再行过滤，可获得大的结晶。

⑤如物质易为沉淀吸附过多时,应在沉淀前先行分离。

2. 过沪:

①沪纸的选择: 沪纸按密度可分为三种: 孔隙最大的, 是快速沪纸, 用于过沪无定形之沉淀用。孔隙中等的是中速沪纸, 用于过沪大多数的晶形沉淀。孔隙最小的是慢速沪纸, 用于过沪微细的晶形沉淀。

②沪纸的摺叠: 过沪后需要洗涤之沉淀用四折法。只过沪分离而不需洗涤之沉淀用多折法。

③过沪的方法:

倾斜法: 常用的方法。

吸沪法: 常用古氏坩埚进行。

3. 洗涤:

①晶形沉淀应用冷溶液洗涤, 以防沉淀的溶解度增大, 无定形沉淀用热溶液洗涤, 因热溶液的过沪速度快, 且吸附作用也随温度的升高而降低, 同时还可防止胶体之生成。

②洗涤无定形沉淀在未除去杂质前, 不可使其干燥, 以防止沉淀干燥后缩裂使洗液流下而失去洗涤的作用。

③洗液不宜加入太多, 一般不应超过沪纸之容积的 $\frac{1}{2}$ 处。第一次洗液流尽后再加入第二次的洗液。

④应根据洗液之目的选用适当的试剂, 检验杂质是否完全洗净。

4. 干燥与灼烧:

①坩埚的准备: 将坩埚洗净烘干, 在和灼烧沉淀的相同温度下进行灼烧至恒重。

②沪纸的折叠: 将沪纸打开成半圆形, 使沉淀位于沪纸的右半部, 沿着垂直于直径并与右端相距约为半径的 $\frac{1}{3}$ 处把沪纸自右向左折起, 再沿着与直径平行之直线把沪纸上边向下

折，再自右向左将整个沪纸卷成小卷，然后放入已称量之坩埚中，使沪纸层数较多的一端向上，以便碳化和灰化。

③沉淀的干燥：盖好坩埚盖，在烘箱内或用酒精灯进行干燥，干燥时间和沉淀量及沉淀之状态有关，大量的或胶状之沉淀的干燥时间要长，少量的或晶状之沉淀的干燥时间较短。

④沪纸的碳化和灰化：沪纸及沉淀经干燥后，应加高温度使其碳化及灰化，但不能使沪纸着火燃烧，而造成飞散损失。

⑤沉淀的灼烧：沪纸灰化后不应呈黑色，应立即进行灼烧，可在所需温度下灼烧20~30分钟后，再重复灼燃15分钟。

⑥沉淀的冷却和称量：灼烧后，取出坩埚先在空气中冷至红热消退，移于干燥器中，一般冷却30~60分钟，使其与分析天平之温度相等后，称量。再灼烧15分钟，再冷却，再称量，直至恒重为止。要注意每次的冷却条件和时间应一样。

(三)容量分析的基本操作：

1. 滴定管：

①洗涤：用肥皂水刷洗，必要时可用铬酸洗液洗涤，然后用自来水冲洗后，再用蒸馏水洗几次，一直洗涤至装满水后，再放出时，内壁为一层薄的水膜湿润，而不挂水珠为止。酸式滴定管的活塞应涂油以防漏水。

②溶液的装入：先用操作溶液洗涤三次，（用量为10、5及5 ml），注意要使操作溶液洗遍全管，而使溶液接触1~2分钟后再放出。每次放完后，再装入溶液。然后装入操作溶液至滴定管的“0”刻度处，1~2分钟后，检查液面位置有无改变，如无改变记录读数。滴定最好在“0”或接近“0”的任一刻度开始，不可从滴定管的中间开始，因滴定管刻度并不十分准确，每次从上端开始，可以消除上下刻度不匀所造成之误差。读数时应注意：装满溶液或放出溶液后，应待1~2分钟，