

化验员

手册

化学工业出版社

化 验 员 手 册

张铁垣 程泉寿 张仕斌

*

水利电力出版社出版、发行

(北京三里河路6号)

各地新华书店经售

北京印刷二厂印刷

*

850×1168毫米 32开本 16印张 420千字 1插页

1988年8月第一版 1988年8月北京第一次印刷

印数00001—29110册 平装定价4.85元

ISBN7-120-00353-4/TB·4

前 言

随着我国社会主义现代化建设事业的蓬勃发展,对企业管理和产品质量检验的要求越来越高,同时有大批的青年同志参加到化验工作的行列。针对这种情况,我们编写了这本《化验员手册》,希望它能有利于青年化验工作者尽快掌握化验分析工作的基础知识,熟悉和胜任本职工作,逐步提高化验工作的水平。

本书共分十章。编写中本着内容实用、水平适中、使用方便的原则,首先介绍化验室的管理知识,常用仪器、器材的性能和使用方法(第一、二章);其次以图表的方式介绍化验分析的基本操作技术、方法和配制溶液等基本知识(第三、四章);然后,重点地以表格的方式介绍常见无机、有机化学物质的各种常用的定性、定量分析方法,每类方法都扼要地说明原理、应用范围及应用实例(第五、六、七、八、九章);最后介绍有关的数据处理知识和化验工作涉及的其它知识(第十章及附录)。本书适于具有中学以上文化水平、从事化验工作的同志使用,对于新建中小企业、初建化验室的化验工作人员尤为适用;也可供大专院校学生、实验人员及其他化学工作者参考。

根据国务院1984年2月发布的《关于在我国统一实行法定计量单位的命令》,本书全部采用了法定计量单位,取消了现行化学书刊中常用的克分子量、克当量等物理量及当量定律。但为了便于读者阅读现有书刊,在第八章中专列一节(8-3),介绍了当量、当量浓度、当量定律及它们与法定计量单位中采用的物理量单位的关系。

本书各章分别由张铁垣(第一、三、五、七、八、十章)、程泉寿(第二、四章)、张仕斌(第六、九章)编写,张铁垣同志为主编。编写过程中得到张文朴同志的大力支持,并通读了全

稿，最后由刘珍副教授审阅定稿。在此对他们给予的帮助和支持，表示衷心的感谢。

由于我们水平有限，书中谬误之处在所难免，诚恳希望读者批评指正。

编 者

一九八五年十二月

目 录

前 言

| | |
|--------------------------|----|
| 第一章 化验室 | 1 |
| § 1-1 对化验室的基本要求 | 1 |
| 一、建筑位置、结构 | 1 |
| 二、水、电、照明、通风 | 2 |
| § 1-2 常用仪器、器具和器材 | 3 |
| 一、常用玻璃仪器 | 3 |
| 二、常用化学瓷器 | 17 |
| 三、常用器具、器材 | 20 |
| 四、玻璃仪器的洗涤与干燥 | 25 |
| 五、玻璃仪器的管理 | 28 |
| § 1-3 化学试剂 | 29 |
| 一、化学试剂的规格 | 30 |
| 二、化学试剂的选用 | 31 |
| 三、常用化学试剂 | 31 |
| 四、试剂的管理 | 40 |
| § 1-4 常用加热、制冷设备 | 42 |
| 一、加热灯具 | 42 |
| 二、电热设备 | 44 |
| 三、制冷设备 | 48 |
| § 1-5 化验室工作要求和安全常识 | 49 |
| 一、化验室工作要求 | 50 |
| 二、化验室安全守则 | 50 |
| 三、防火常识 | 51 |
| 四、防爆常识 | 53 |
| 五、防毒常识 | 54 |
| 六、急救常识 | 58 |

| | |
|---------------------|-----|
| 第二章 常用分析仪器 | 59 |
| § 2-1 天平 | 59 |
| 一、天平的分类和型号 | 59 |
| 二、台天平的使用 | 60 |
| 三、分析天平的使用 | 62 |
| § 2-2 酸度计 | 70 |
| 一、酸度计的测量原理 | 70 |
| 二、PHS-2型酸度计的使用 | 71 |
| 三、PHS-29A型酸度计的使用 | 76 |
| 四、酸度计的使用规则及维护 | 79 |
| 五、酸度计的常见故障及排除 | 80 |
| § 2-3 电导仪 | 81 |
| 一、基本原理和仪器构造 | 82 |
| 二、使用操作方法及注意事项 | 84 |
| 第三章 化验分析基本操作 | 86 |
| § 3-1 试样的采取与制备 | 86 |
| 一、采样的原则 | 86 |
| 二、水样的采取与保存 | 90 |
| 三、分析试样的制备 | 93 |
| 四、固体试样的分解 | 95 |
| § 3-2 重量分析基本操作 | 100 |
| 一、样品的溶解 | 101 |
| 二、沉淀 | 101 |
| 三、过滤和洗涤 | 102 |
| 四、烘干和灼烧 | 108 |
| § 3-3 滴定分析基本操作 | 111 |
| 一、滴定管 | 111 |
| 二、量瓶 | 118 |
| 三、吸管 | 120 |
| 四、使用玻璃量器时应注意的几个问题 | 121 |
| 第四章 溶液的配制 | 125 |
| § 4-1 分析用纯水 | 125 |

| | |
|---------------------------|------------|
| 一、分析用水的质量要求 | 125 |
| 二、纯水的制备 | 126 |
| 三、水的质量检验 | 126 |
| § 4-2 溶液的浓度 | 128 |
| 一、溶液浓度表示法 | 128 |
| 二、浓度的换算 | 129 |
| 三、相对密度和波美度 | 133 |
| § 4-3 溶液的配制 | 134 |
| 一、常用试剂溶液的配制 | 134 |
| 二、常用标准溶液的配制 | 142 |
| 三、缓冲溶液的配制 | 154 |
| 四、指示剂溶液的配制 | 159 |
| § 4-4 常用试纸的制备 | 163 |
| 一、pH试纸 | 163 |
| 二、指示剂试纸和试剂试纸 | 164 |
| 第五章 无机物的定性分析 | 166 |
| § 5-1 一般无机物的定性分析步骤 | 166 |
| 一、初步观察 | 166 |
| 二、预测试验 | 168 |
| § 5-2 阳离子的分析 | 173 |
| 一、阳离子分析试液的制备 | 173 |
| 二、普通阳离子与常用试剂的反应 | 173 |
| 三、阳离子的初步试验 | 177 |
| 四、常见阳离子的鉴定 | 180 |
| § 5-3 阴离子的分析 | 186 |
| 一、阴离子的分析特性 | 186 |
| 二、阴离子分析试液的制备 | 188 |
| 三、阴离子的初步试验 | 188 |
| 四、常见阴离子的鉴定 | 192 |
| § 5-4 定性分析结果的判断 | 195 |
| 一、检查结论的正确性 | 195 |
| 二、检查鉴定反应的灵敏度和反应条件 | 196 |

| | |
|---------------------------|------------|
| 三、检查试剂的纯度 | 196 |
| 第六章 有机物的定性分析 | 197 |
| § 6-1 物理常数的测定 | 197 |
| 一、熔点的测定 | 197 |
| 二、沸点的测定 | 202 |
| 三、密度的测定 | 204 |
| 四、折光率的测定 | 206 |
| 五、比旋光度的测定 | 209 |
| § 6-2 分离与纯化 | 212 |
| 一、重结晶 | 213 |
| 二、蒸馏 | 217 |
| 三、萃取 | 226 |
| 四、升华 | 229 |
| 五、柱层析 | 231 |
| § 6-3 有机元素定性分析 | 238 |
| § 6-4 有机化合物官能团分析 | 242 |
| 一、含碳氢的有机化合物 | 244 |
| 二、含碳氢氧的有机化合物 | 247 |
| 三、含碳氢氮的有机化合物 | 256 |
| 四、含碳氢硫的有机化合物 | 259 |
| 五、含碳氢卤素的有机化合物 | 261 |
| 第七章 重量分析 | 264 |
| § 7-1 沉淀重量法的原理 | 264 |
| 一、对沉淀式、称量式的要求 | 264 |
| 二、沉淀剂的选择 | 265 |
| 三、沉淀条件的选择 | 267 |
| § 7-2 重量分析的计算 | 272 |
| § 7-3 元素和离子的重量测定方法 | 273 |
| 第八章 滴定分析 | 285 |
| § 8-1 滴定分析的原理 | 285 |
| 一、理论终点和滴定终点 | 285 |
| 二、滴定曲线和指示剂的选择 | 286 |

| | |
|--------------------------|------------|
| 三、滴定反应和滴定方式 | 289 |
| § 8-2 滴定分析中的计算 | 292 |
| 一、滴定分析计算中常用的物理量和单位 | 292 |
| 二、质量、摩尔质量、物质的量的关系 | 294 |
| 三、等物质的量规则 | 295 |
| 四、滴定分析计算实例 | 297 |
| § 8-3 当量、当量定律简介 | 302 |
| 一、当量与当量浓度 | 302 |
| 二、当量定律 | 306 |
| § 8-4 酸碱滴定 | 307 |
| 一、完成酸碱滴定的关键 | 307 |
| 二、酸碱滴定的pH突跃范围 | 308 |
| 三、酸碱指示剂 | 313 |
| 四、酸碱滴定的应用 | 314 |
| 五、酸碱滴定实例 | 319 |
| § 8-5 氧化还原滴定 | 323 |
| 一、氧化还原滴定的特点 | 324 |
| 二、待测组分的预处理 | 324 |
| 三、高锰酸钾法 | 328 |
| 四、碘量法 | 337 |
| 五、其它 | 350 |
| § 8-6 络合滴定 | 361 |
| 一、EDTA的分析特性 | 361 |
| 二、EDTA滴定中的重要环节 | 364 |
| 三、EDTA滴定的应用 | 371 |
| 四、其它络合剂的应用 | 389 |
| § 8-7 沉淀滴定 | 392 |
| 一、沉淀滴定的原理 | 392 |
| 二、沉淀滴定的应用 | 394 |
| 第九章 分光光度分析 | 397 |
| § 9-1 基本原理 | 397 |
| 一、溶液的颜色 | 397 |

| | |
|---|------------|
| 二、光吸收的定量定律 | 398 |
| § 9-2 分光光度分析仪器 | 400 |
| 一、仪器的种类及型号 | 400 |
| 二、光电比色计 | 401 |
| 三、分光光度计 | 404 |
| 四、仪器的日常检验和维护 | 408 |
| § 9-3 分光光度测定方法 | 409 |
| 一、标准曲线法 | 410 |
| 二、对比法 | 410 |
| 三、目视比色法 | 410 |
| § 9-4 常用显色剂及测定实例 | 411 |
| 第十章 分析数据的处理 | 434 |
| § 10-1 误差 | 434 |
| 一、误差产生的原因 | 434 |
| 二、误差的表示方法 | 435 |
| 三、公差 | 437 |
| § 10-2 有效数字的运用 | 438 |
| 一、有效数字 | 438 |
| 二、有效数字的修约 | 440 |
| 三、有效数字计算法则 | 441 |
| 四、化验分析工作中正确运用有效数字及其计算法则 | 442 |
| § 10-3 分析数据的处理和分析结果的报告 | 445 |
| 一、可疑值的舍弃 | 445 |
| 二、分析结果的报告 | 447 |
| 附录 | 452 |
| 附表一 常用物理量的法定计量单位与符号及应淘汰的 计量单位与符号 | 452 |
| 附表二 用于构成十进倍数和分数单位的词头 | 454 |
| 附表三 某些无机化合物的相对分子质量 | 455 |
| 附表四 某些无机化合物在水中的溶解度 | 461 |
| 附表五 气体在水中的溶解度 | 465 |

| | | |
|-------|--------------------------------|-----|
| 附表六 | 某些无机物在部分有机溶剂中的溶解度..... | 466 |
| 附表七 | 某些常见有机化合物的物理常数..... | 469 |
| 附表八 | 常见化合物的俗名或别名..... | 478 |
| 附表九 | 常用酸、碱的密度和含量..... | 482 |
| 附表十 | 实验室常用的酸、碱浓度..... | 485 |
| 附表十一 | 常用冷却剂及其冷却温度..... | 486 |
| 附表十二 | 常用干燥剂及其干燥效率..... | 487 |
| 附表十三 | 室内空气有害气体、蒸气及粉尘的最高容 许浓度..... | 489 |
| 附表十四 | 工业“废水”中有害物质的最高容许排放浓 度..... | 490 |
| 附表十五 | 常用的离子交换剂..... | 491 |
| 附表十六 | 我国高压气体钢瓶的标记..... | 492 |
| 附表十七 | 标准筛的规格..... | 492 |
| 附表十八 | 常用常数表..... | 493 |
| 附表十九 | 希腊字母表..... | 494 |
| 附表二十 | 四位对数表..... | 495 |
| 参考文献 | | 498 |
| 附表二十一 | 元素周期表 | |

第一章 化 验 室

分析化验工作是现代工业生产及环境保护工作的重要环节。工厂化验人员不仅要按期对原料、产品进行分析，而且还要及时为工艺流程提供分析数据。因此，每个工厂都应根据本单位的生产性质、特点和分析任务，建立化验室，购置必要的仪器、设备及化学试剂，选拔培训合格的化验人员，实行严格的科学管理，使化验工作能井然有序地顺利进行。

§ 1-1 对化验室的基本要求

工厂化验室按其工作性质可分为中心化验室和中控分析室。它们既有分工，又有共同特点和要求。

一、建筑位置、结构

中心化验室应建在离生产车间、锅炉房、交通要道等稍远一些的位置，以减轻机器、车辆震动的影响，免除有害气体、灰尘的侵袭。中控分析室则宜建在车间附近，以便于及时取样和报送分析结果。

化验室的房屋结构应能防震、防尘、防火、防潮，隔热良好，光线充足。化验室应分别建立化学分析室、精密仪器室、天平室等几个房间，也可以建成套间，互相隔开。室内布局应以有利于提高工作效率、保证安全和方便为原则。图 1-1 为小型化验室的平面示意图。

在化学分析室中，实验台应置于可使光线从侧面射入的位置。台上可设试剂架，台下为仪器柜，台两端设水槽。台面可用木板耐酸漆，或贴环氧树脂面板，也可用水磨石台面，但最好铺一

层塑料垫。通风柜和加热台的台面以水磨石为好。通风柜内也应有水槽。

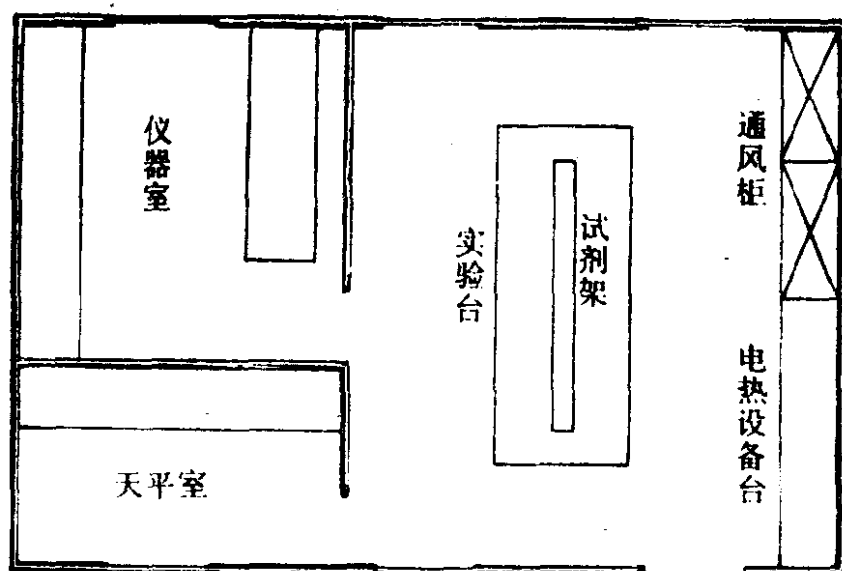


图 1-1 小型化验室平面示意图

仪器室和天平室的操作台可采用水磨石台面，上铺橡胶垫，这样既稳定，且震动小。如有条件，还可用专门设计的稳重的木制实验台，台上也铺橡胶垫，不仅稳定、减震，还便于根据需要调整位置。

化验室内最好铺水磨石地面，并且打蜡。天平室和仪器室应为双层窗户，有条件时可油漆墙面或用塑料贴面。

二、水、电、照明、通风

化验室的水源除用于洗涤外，还要用于抽滤、蒸馏冷却等，所以水槽上要多装几个水龙头，如普通水龙头、尖嘴龙头、高位龙头等。水槽的下水管一定要装水封管。下水管的水平段倾斜度要稍大些，以免管内积水；弯管处宜用三通，留出一端用堵头堵塞，便于疏通。化学分析室内应有地漏。

化验室内供电电源功率应根据用电总负荷设计。设计时要留有余地。进户线要用三相电源。整个实验室要有总闸，各间实验

室应有分闸，每个实验台都应有插座。凡是仪器用电，即便是单相，也应采用三头插座，零线和地线要分开，不要短接。精密仪器要单设地线，以保证仪器稳定运行。

照明用电要单独设闸。每个实验台上都应有灯。最好用日光灯照明，便于区别颜色的差异。化验室应配备工作灯。

化验室应能保证良好通风。通风柜应用塑料风机排风，排风口应高出屋顶2m以上。安装风机时应有减震措施，以减小噪音。化学分析室除利用自然通风外，也可利用通风柜内的风机换风。精密仪器室如有条件，可安装空调机，用以换风、调温，使仪器在最佳条件下工作。

§ 1-2 常用仪器、器具和器材

在分析化验工作中，需要用到各种各样的玻璃仪器、化学瓷器，以及多种器具、器材。因此，对它们的规格、性质、用途，应有足够的了解。

一、常用玻璃仪器

玻璃仪器由于具有透明、耐热、耐腐蚀、易清洗等特点，是化验室中最常用的仪器。玻璃仪器种类很多，用途极广。现将化验室中常用的通用玻璃仪器列于表1-1。表中“规格”一栏除另有说明外，都是指容量。

表 1-1 常用玻璃仪器

| 类型 | 名称 | 规格 | 主要用途 | 注意事项 |
|-----|-------------------|--------------------------------------|---------------|--|
| 烧器类 | 烧杯 (见表图 1-1-1) | 容量(mL): | 配制溶液, 溶解样品 | ①加热时要垫石棉网,不能干烧; ②杯内的待加热液体,不要超过总容积的2/3; ③加热腐蚀性液体时,杯口要盖表面皿 |
| | (a)格利芬式低型 | 50、100、150、 200、500、1000、 2000 | | |
| | (b)印标 | 50、100、150、 250、500、1000、 2000 | | |
| | (c)微量 | 5、10、15、25 | | |

续表

| 类型 | 名称 | 规格 | 主要用途 | 注意事项 |
|--------|--|--|---|---|
| 烧 器 | 锥形瓶(三角瓶) (见表图1-1-2) (a)无塞 (b)具塞 | 容量(mL): 25、50、100、150、 250、500、1000 50、100、150、 250、500、1000 | 滴定分析, 加热处理样品 | ①加热时要垫石棉网; ②磨口具塞锥形瓶加热时要打开塞子; ③非标准磨口的塞子要保持原配 |
| | 碘(量)瓶 (见表图1-1-3) | 容量(mL): 50、100、250、500 | 碘量法或其他挥发性物质的滴定分析 | ①为防止内容物挥发,瓶塞口处用水密封; ②可垫石棉网加热 |
| | 烧瓶 (见表图1-1-4) (a)圆底烧瓶 (又分长颈、短颈、细口、广口等) (b)普通蒸馏烧瓶(支管在瓶颈的位置有上、中、下几种) (c)凯氏烧瓶(减压蒸馏烧瓶) (d)多口烧瓶(又分两口、三口、直口、斜口等) | 容量(mL): 50、100、250、 500、1000 50、100、250、 500、1000 50、100、250、 500 50、100、250、 500、1000 | 加热条件下 用作反应器或 蒸馏器 蒸馏 消化有机物 | ①不能直接加热,需垫石棉网或用油浴; ②内容物不得超过容积的2/3; ③如需安装冷凝器等,应选短颈厚口烧瓶。根据待蒸馏样品的沸点选用: 低沸点——支管在上部 一般沸点——支管在中部 高沸点——支管在下部 切勿直接加热,加热时瓶口不要对人 小瓶宜用斜口,以便安装温度计;大瓶宜用直口,便于安装搅拌器 |
| | 试管 (见表图1-1-5) (a)一般试管 (b)具支管试管 (c)刻度试管 (d)离心试管 | 管长(mm):70、 100、120、150 管长(mm): 100、160、200 容量(mL): 10、15、20、25 容量(mL): 5、10、15 | 一般化学反 应 小量蒸馏 可代替量筒 离心分离沉 淀(定性分析) | ①一般试管可干烧,但加热前要擦干外壁; ②加热液体时,内容物不得超过容积的2/3;加热要均匀,试管应倾斜约45°; ③加热固体时,应先小火预热;加热时管口稍向下; ④离心试管不能直接加热 |
| 类 | 蒸发皿 (见表图1-1-6) (a)圆底 (b)平底 | 上口直径(mm): 42、60、75、105、 120 上口直径(mm): 40、60、80、115、120 | 蒸发、浓缩 液体;干炒固 体 | 要垫石棉网 |

续表

| 类型 | 名称 | 规格 | 主要用途 | 注意事项 |
|-----|---|--|-------------------------------|--|
| 量器类 | 量筒 (见表图1-1-7) (a)无塞 (b)具塞 | 容量(mL): 5、10、25、50、 100、250、500、1000 (无塞、具塞的 规格相同) | 粗略量取一 定体积的液体 | ①不能加热、烘烤,不能 盛热溶液; ②要认清分度值和起始分 度 |
| | 量杯 (见表图1-1-8) | 容量(mL): 50、100、250、 500、1000、2000 | 粗略量取液 体,精度比量 筒差 | ①不能加热; ②要认清分度 |
| | (容)量瓶 (见表图1-1-9) | 容量(mL): 10、25、50、100、 200、250、500、 1000、2000 | 9、10、11 为 专用于滴定分 析的精密量器 | 在第三章中详细介绍 |
| | 滴定管 (见表图 1-1- 10) (a)无阀(碱式) (b)具阀(酸式) (c)大肚型 (d)自动 (e)微量 | 容量(mL): 25、50、100 25、50、100 50 10、25、50 1、2、5 | | |
| | 吸(量)管 (见表图1-1-11) (a)无分度 (b)直管式 (c)上小直管式 | 容量(mL): 5、10、20、25、50 0.5、1、2、5、10 1、2、5、10 | | |
| 容器类 | 细口瓶(无色、 棕色) (见表图 1-1- 12) | 容量(mL): 30、60、125、250、 500、1000、2000 | 存放液体试 剂 | ①见光分解变质的试剂用 棕色瓶; ②存放碱液时另配胶塞; ③不要在瓶内直接配制溶 液 |
| | 广口瓶(见表图 1-1-13)(又分磨 口、具塞、无塞、 无色、棕色等) | 容量(mL): 30、60、125、250、 500、1000 | 存放固体或 糊状试剂 | ①见光分解的用棕色瓶; ②存放碱性物质时另配胶 塞 |

续表

| 类型 | 名称 | 规格 | 主要用途 | 注意事项 |
|---------------------------------|---|--|--------------------------|---|
| 容 器 类 | 滴瓶 (见表图 1-1-14) (无色、棕色) | 容量(mL): 30, 60, 125 | 盛装按滴消耗的溶液 | ①滴管要保持原配; ②滴管不要放在其它地方; ③不要将溶液吸入胶头 |
| | 称量瓶 (见表图 1-1-15) (a)高型 (b)低型 | 容量(mL): 10, 20, 25, 40, 60 5, 10, 15, 30, 45 | 称量或烘干样品、基准物质; 测定固体样品中的水分 | ①平时要洗净、烘干、存放于保干器中, 以备随时使用; ②称量时不要用手直接拿取, 应带指套或垫洁净纸条拿取 |
| | 水样瓶 (见表图 1-1-16) | 容量(mL): 250 | 采集水样或其它液体样品 | 不要盛取热溶液 |
| 加 液 器 和 过 滤 器 | 漏斗 (见表图 1-1-17) (a)短颈 (b)长颈 (c)波纹 | 上口直径 (mm): 45, 55, 60, 80, 100, 120 45, 55, 60, 80, 100, 120 45, 55, 60, 80, 100, 120 | 加液、过滤 过滤沉淀 过滤 | ①选择漏斗大小应以沉淀量为依据; ②滤纸铺好后应低于漏斗 5 mm; ③倾入的溶液应低于滤纸 3mm; ④可过滤热溶液, 但不能用火直接加热 |
| | 分液漏斗 (见表图 1-1-18) (a)球形—长颈 (b)锥形—短颈 (c)筒形—长、短颈 | 容量(mL): 50, 100, 250, 500 50, 100, 250, 500 50, 100, 250, 500 | 加液, 分开两种互不相溶的液体 | ①活塞上要涂凡士林, 使之转动灵活, 密合不漏; ②旋塞、阀塞必须保持原配; ③长期不用时, 凡磨口处均需垫一纸条 |
| | 古氏过滤坩埚 (微孔玻璃坩埚) (见表图 1-1-19) | 容量 (mL): 10, 20, 30 | 19, 20 要配套使用, 重量分析中过滤沉淀 | ①必须用抽滤; ②用毕随时清洗; ③砂芯滤板的孔径有不同的规格, 应根据沉淀性质选用 |
| | 古氏漏斗 (见表图 1-1-20) | 上口直径 (mm): 28, 36, 42 | | |
| | 滤板漏斗 (见表图 1-1-21) | 容量(mL): 10, 30, 60, 100, 250, 500 | | |