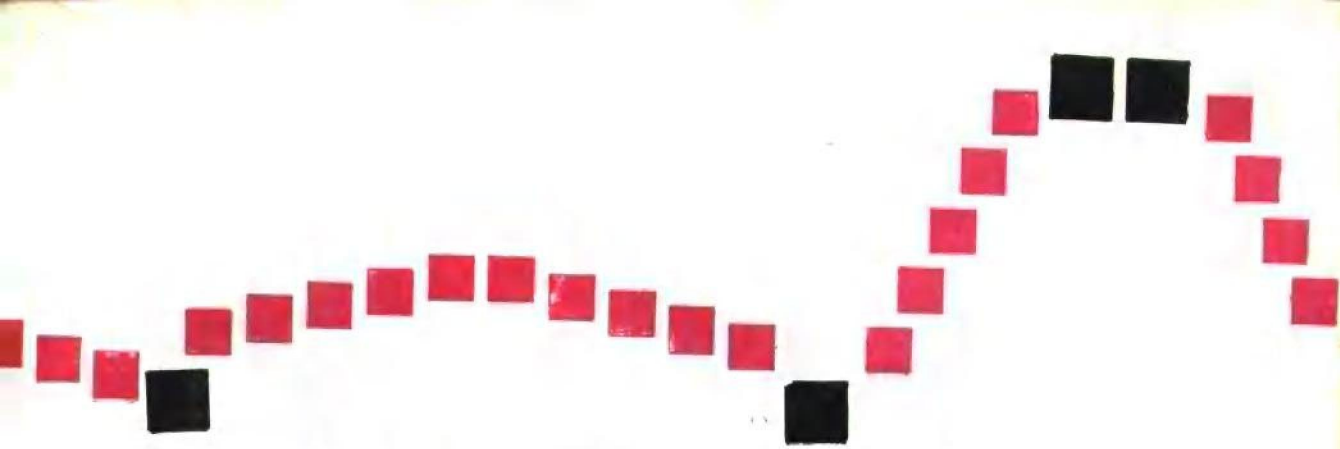
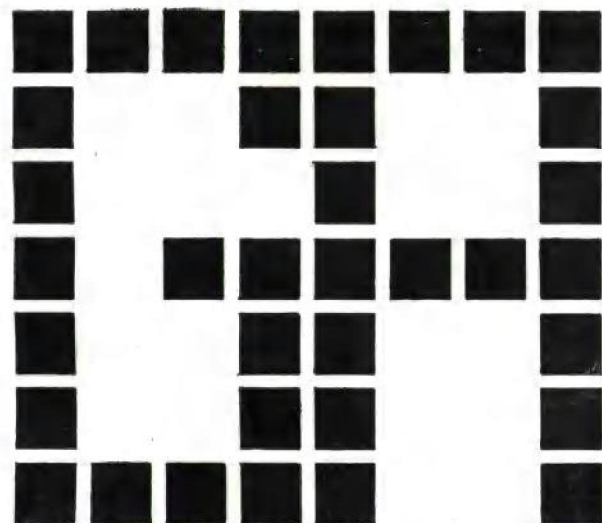


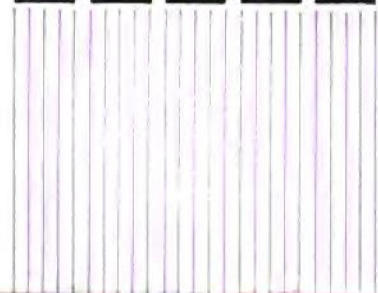


分析化验工

刘世纯 主编



工人岗位技术培训读本



化学工业出版社

工人岗位技术培训读本

分 析 化 验 工

刘世纯 主编

化学工业出版社

(京)新登字 039 号

内 容 提 要

本书根据工人岗位培训的特点,注重实际操作技能,并且通俗易懂。

主要内容包括分析化验岗位常用的玻璃器皿和化验室常用仪器及设备;化学试剂、药品及化验室用水和溶液的配制;化验室安全知识及有毒物测定;化工试样采取方法和数据处理;物理常数测定和化学分析、仪器分析的分析方法及应用等。

书中对基础理论只作简单介绍,重点讨论分析化验方法和实际操作技能。

本书可作为化工分析岗位和各种化验室的实际操作技能的培训教材,也可供其他相关行业的化验、分析人员参考。

工人岗位技术培训读本

分 析 化 验 工

刘世纯 主编

责任编辑:陈 丽

封面设计:郑小红

*

化学工业出版社出版
(北京市朝阳区惠新里3号)
通县京华印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行

*

开本 787×1092 1/16 印张 20 1/4 字数 485 千字
1993年12月 第1版 1993年12月北京第1次印刷
印 数 1—5000

ISBN 7-5025-1266-7/G·331

定 价 15.00 元

前 言

本教材是配合劳动部关于“工人岗位规范”中对专业实际知识和实际操作技能的要求而编写的。

为了突出对专业实际知识和实际操作技能的要求,本教材对专业理论知识只作简单介绍,读者如需要可参看其他理论培训教材。着重讨论各种分析方法和操作技能,包括化验室常用玻璃器皿和设备仪器;原料及产品试样的采取和分析数据的处理;化验室安全知识及毒物测定和三废处理。介绍了化学分析的分析方法和主要的仪器分析方法。

本教材文字力求通俗易懂,采用法定计量单位和各种标准中的测定方法。要求通过本教材的学习和培训,使分析化验工人能掌握化验室和本岗位的玻璃器皿、设备仪器的规格、性能和使用方法;熟悉化验室常用化学试剂、药品的性质、使用和保管;掌握必备的安全知识,能测定有毒物和处理废液废物;掌握主要的化学分析和仪器分析的方法,能按要求进行本岗位的化验和测定;掌握各种产品试样的采取方法、数据处理等。

全书由吉林化学工业公司组织编写,刘世纯主编。参加编写人员如下:刘世纯(第13、14章)、张鑫塘(第1、2、3、5、15章)、吕宝仙(第8、10章,第9章的第1、2、4节)、阎秀文(第9章的第3、5节,第2章的第4节)、载文凤(第11、12章)、方孟惠(第7章,第9章的第6节)、李文辉(第4、6章)。由于编审者水平所限,加之时间仓促,难免有疏漏和不当之处,敬请专家、读者批评指正。

编 者

一九九二年十二月二十五日

目 录

第一章 玻璃仪器及其他器皿和用品	1
第一节 常用玻璃仪器	1
一、常用玻璃仪器	1
二、玻璃仪器的洗涤	5
第二节 常用量器	7
一、常用滴定管	7
二、移液管	8
三、量瓶	8
四、量筒和量杯	8
第三节 其它器皿和用品	8
一、玛瑙研钵	9
二、瓷制器皿	9
三、石英玻璃制品	9
四、金属器皿	9
五、塑料制品	11
六、其它用品	12
第二章 天平	14
第一节 天平称量原理	14
第二节 常用天平的种类	14
一、托盘天平	14
二、工业天平	15
三、光电分析天平	15
四、单盘天平	15
五、电子天平	15
第三节 分析天平	15
一、分析天平的结构	15
二、天平的计量性能	17
三、分析天平的使用	18
第四节 分析数据的处理	20
一、有效数字	20
二、有效数字的修约	21
三、有效数字的运算	21
四、检验结果的判定	23
第三章 实验室常用电器设备	25
第一节 电热设备	25
一、电炉	25

二、高温电炉	25
三、电热干燥箱	26
四、电热恒温水溶锅	26
第二节 其它电器设备	27
一、电冰箱	27
二、真空泵	27
三、空气压缩机	28
四、电磁搅拌器	28
第四章 实验室用水	29
第一节 水及实验室用水规格	29
一、水	29
二、实验室用水的等级	29
第二节 实验室用水的制备	30
一、蒸馏法制纯水	30
二、离子交换法制纯水	30
三、电渗析法制纯水	31
第三节 实验室用水的检验	32
一、取样	32
二、检验	32
三、水样的贮存	33
第五章 溶液的配制	34
第一节 化学试剂	34
一、化学试剂的分类和规格	34
二、引起试剂变质的因素	34
三、化学药品和试剂的贮存与管理	35
第二节 一般溶液的配制	36
一、比例浓度溶液	36
二、质量百分浓度($m/m\%$)溶液	37
三、体积百分浓度溶液	41
四、物质的量浓度溶液	44
五、质量体积浓度溶液(m/v)	45
第三节 标准溶液的配制和标定	45
一、标准溶液的配制方法	47
二、几种常用标准溶液的配制和标定	47
三、标准溶液浓度调整的计算	53
四、标准溶液的平行测定误差和有效期	54
第四节 常用指示剂溶液的配制	55
一、常用酸碱指示液和混合酸碱指示液	55
二、氧化还原滴定指示液	56
三、金属指示剂溶液	56

四、沉淀滴定法指示液	56
第五节 试纸	57
一、pH 试纸	57
二、试剂试纸	57
第六章 化工产品采样方法	58
第一节 化工产品采样总则	58
一、采样目的和基本原则	58
二、采样方案和采样记录	58
三、采样技术	59
第二节 固体化工产品的采样	60
一、概述	60
二、采样方法	61
三、样品制备	61
第三节 液体化工产品的采样	62
一、概述	62
二、样品类型	62
三、采样方法	63
第四节 气体化工产品的采样	64
一、概述	64
二、采样设备	65
三、采样技术	66
第七章 物理常数的测定	67
第一节 密度的测定	67
一、概述	67
二、固体样品密度的测定	67
三、液体样品密度的测定	70
第二节 熔点的测定	72
一、概述	72
二、熔点的测定方法	72
三、毛细管——目测法的操作步骤	73
四、毛细管——目测法操作讨论	74
第三节 结晶点和凝固点的测定	76
一、概述	76
二、结晶点和凝固点的测定	76
第四节 沸点和沸程、馏程的测定	80
一、概述	80
二、沸点的测定	81
三、沸程和馏程的测定	84
第五节 闪点的测定	88
一、概述	88

二、开口杯法	88
三、闭口杯法	90
第六节 粘度的测定	91
一、概述	91
二、运动粘度的测定和动力粘度的计算	92
三、恩氏粘度的测定	95
第七节 折光率的测定	97
一、概述	97
二、折光率的测定	98
第八章 称量分析法	100
第一节 基本概念	100
一、称量分析法的分类和特点	100
二、称量分析对沉淀的要求	100
三、沉淀剂的选择	101
四、沉淀的形状	101
第二节 称量分析的基本操作	101
一、试样的称取和溶解	101
二、沉淀	102
三、沉淀的过滤和洗涤	102
四、沉淀的包裹、烘干和灼烧	106
第三节 称量分析结果计算	108
第四节 应用实例	109
一、煤(焦)的工业分析	109
二、煤中全硫的测定	111
三、盐中硫酸根含量的测定	113
第九章 滴定分析法	115
第一节 滴定分析的基本操作	115
一、滴定管的准备和使用	116
二、容量瓶的准备和使用	119
三、移液管和吸量管的洗涤和使用	120
第二节 酸碱滴定法	121
一、概述	121
二、盐酸、硫酸、硝酸的测定	124
三、氨水中氨含量的分析	126
四、食醋中总酸量的测定	127
五、混合碱的分析	128
六、肥料中氨态氮含量的测定	133
第三节 氧化还原滴定法	135
一、高锰酸钾法	135
二、重铬酸钾法	143

三、碘量法	146
第四节 配位滴定法	155
一、概述	155
二、水的硬度的测定	156
三、铋、铅混合液中铋和铅的连续测定	160
四、水泥熟料中 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定	161
第五节 沉淀滴定法	164
一、概述	164
二、应用实例	165
第六节 重氮化滴定法	170
一、概述	170
二、亚硝酸钠标准滴定液的配制和标定	171
三、应用实例	171
第十章 气体分析	176
第一节 概述	176
一、常见的几种工业气体	176
二、气体分析的作用和特点	176
三、气体分析方法与分类	177
第二节 气体的化学分析方法	177
一、吸收容量法	177
二、吸收容量滴定法	178
三、吸收称量法	180
四、燃烧法	180
第三节 气体分析仪器及基本操作	185
一、常用的气体分析仪	185
二、气体分析仪的构造及主要部件的作用	186
三、气体分析用吸收剂的配制	187
四、气体分析前准备工作	188
五、气体分析仪的操作步骤	188
六、气体分析仪使用注意事项	189
第四节 煤气全分析	190
一、方法原理	191
二、试剂和仪器	191
三、测定步骤	191
四、分析结果的计算	192
五、气体分析误差的来源	193
第十一章 吸光光度分析法	194
第一节 基本原理	194
一、物质颜色与光的关系	194
二、光吸收定律	194

三、显色反应及影响因素	196
四、共存离子的影响及消除	197
五、操作条件的选择	197
六、分光光度分析的定量方法	198
第二节 分光光度计的构造	199
一、光源	200
二、单色器	200
三、吸收池	201
四、接受器	201
五、信号显示及记录	202
第三节 常用的分光光度计	202
一、721 型分光光度计	203
二、723 型分光光度计	205
三、751G 型分光光度计	207
四、其它型号的分光光度计	208
第四节 目视比色和光电比色法	209
一、目视比色法——液体色度的测定	209
二、光电比色法	210
第五节 应用实例	210
一、邻菲罗啉法测定水中微量铁	210
二、8-羟基喹啉法测定水中铝	212
三、磷钼蓝法测定水中磷酸盐	214
四、变色酸法测定乙醇中的甲醇	215
五、水中挥发性酚的测定	216
第十二章 电化学分析法	219
第一节 电位分析法	219
一、概述	219
二、电极电位和能斯特方程	219
三、指示电极与参比电极	220
四、直接电位法——溶液 pH 值的测定	221
五、电位滴定法——辛醇中羰基含量的测定	223
第二节 库仑分析法	224
一、概述	224
二、法拉第电解定律	225
三、微库仑滴定原理	225
四、微库仑仪的构造	226
五、应用实例	227
第十三章 气相色谱分析法	231
第一节 气相色谱法和气相色谱仪的基本结构	231
一、气相色谱理论简介	231

二、气相色谱仪的基本结构	232
三、主要国产气相色谱仪	233
第二节 气路系统	236
一、高压钢瓶气源	236
二、载气及净化器	236
三、气相色谱仪气路系统	237
第三节 色谱柱	241
一、固体吸附剂和载体	241
二、固定液的选择	247
三、色谱柱的制备	256
四、色谱柱老化和复活	252
第四节 气相色谱仪操作	253
一、操作条件的选择	253
二、热导气相色谱仪的操作	255
三、氢焰气相色谱仪的操作	256
第五节 气相色谱定量方法	257
一、色谱峰面积测量和校正因子的测定	257
二、色谱定量方法	259
三、色谱数据处理机在定量分析中的应用	261
第六节 应用实例	263
一、对硝基甲苯的气相色谱分析	263
二、毛细色谱法测定苯乙烯纯度	267
三、工业碳四组成的气相色谱分析	268
四、气相色谱法测定微量水	270
第十四章 其它仪器分析简介	273
第一节 液相色谱分析法	273
一、高效液相色谱法基本原理	273
二、液相色谱的分离系统	275
三、高效液相色谱仪及其操作	277
四、定量方法和应用实例	280
第二节 红外光谱分析法	281
一、概述	281
二、红外光谱仪	282
三、定性和定量分析	284
第三节 原子吸收光谱法	285
一、基本原理	285
二、原子吸收分光光度计	286
三、测量条件的选择	287
四、定量分析方法	288
五、测定步骤和应用实例	289

第十五章 安全分析及实验室安全知识	291
第一节 安全分析	291
一、概述	291
二、动火分析	292
三、氧含量的测定	294
四、有毒气体分析	296
第二节 化验室安全常识	303
一、概述	303
二、化验室安全守则及三废处理	305
三、危险品的性质与分类	305
四、常见的化学毒物及中毒预防和急救	306
五、安全用电常识	309

第一章 玻璃仪器及其它器皿和用品

玻璃仪器是分析化学实验室中最常用的仪器,它透明度好,化学稳定性和热稳定性高,有一定的机械强度和良好的绝缘性能。

玻璃的化学成分主要是 SiO_2 、 CaO 、 Na_2O 、 K_2O ,引入 B_2O_3 、 Al_2O_3 、 ZnO 、 BaO 等成分可以改变玻璃的性质,如特硬玻璃和硬质玻璃含有较高的 SiO_2 和 B_2O_3 ,属于高硼硅酸盐玻璃。这种玻璃具有较高的热稳定性,耐酸、耐水性能好,适合于生产直接加热的玻璃仪器。含 SiO_2 和 B_2O_3 较低并含有一定量 ZnO 的玻璃为软质玻璃。这种玻璃透明性好,适合于制成量筒、量杯、滴定管等玻璃仪器,但不能直接加热。

玻璃受侵蚀时,其表面会吸附溶液中的待测离子,在微量分析中必须注意。氢氟酸强烈地腐蚀玻璃,故不能用玻璃仪器进行含有氢氟酸的实验。碱液,特别是浓的或热的碱液,明显地侵蚀玻璃,贮存碱液的玻璃瓶如果是磨口的,瓶塞与瓶口会粘在一起,无法打开。因此,玻璃容器不能长时间存放碱液。

第一节 常用玻璃仪器

一、常用玻璃仪器

分析化学实验室所用到的玻璃仪器种类繁多,这里仅介绍一些通用和常见的玻璃仪器。详见表 1—1 和图 1—1。

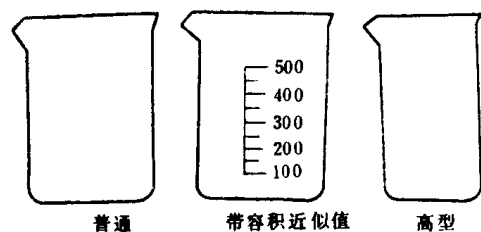
表 1—1 常用玻璃仪器名称、用途一览表

名 称	规 格	主要用途	使用注意事项
1. 烧杯	25、50、100、400、500、800、1000ml	配制溶液,溶解处理样品	用火焰加热时必须置于棉网上,使其受热均匀,不可烧干
2. 三角瓶及碘量瓶	50、100、250、300、500ml	容量滴定分析,加热处理样品;碘量法及其它生成易挥发性物质的定量分析	磨口三角瓶加热时,必须打开瓶塞;非标准磨口瓶塞要保持原配
3. 烧瓶	平底、圆底—单口、双口及三口等容积: 250、500、1000、2500ml	加热及蒸馏液体,反应容器;平底烧瓶可自制洗瓶	不许用火焰直接加热,用球形电炉、加热套或各种热浴加热平底烧瓶不能加热
4. 凯氏烧瓶	50、100、250、300、500ml	消解有机试样	加热时瓶口切勿对向自己和他人
5. 试剂瓶,细口、广口、下口瓶	30、60、125、250、500、1000、10000ml,无色、棕色	细口瓶用于贮存液体试剂,广口瓶存放固体试剂,棕色瓶用于存放见光易分解的试剂、样品。	不能加热,不许在瓶内配制在操作过程中放出大量热的溶液;磨口瓶中不得存放碱溶液及浓盐类试剂;磨口塞要保持原配
6. 滴瓶	30、60、125、250ml,无色、棕色	装指示剂溶液及各种需要滴加的试剂	不能加热,不许在瓶内配制在操作过程中放出大量热的溶液;磨口瓶中不得存放碱溶液及浓盐类试剂;磨口塞要保持原配

名 称	规 格	主要用途	使用注意事项
7. 称量瓶	矮 型 容量 高 直径 (ml) mm mm 10 25 35 15 25 40 30 30 50 高 型 10 40 25 20 50 30	矮型用于测定水分,在烘箱中烘干样品;高型用于称量基准物、样品	烘烤时不许将磨口塞盖紧,磨口塞要保持原配
8. 漏斗	短 颈: 口 径 (mm): 50、60。颈长(mm): 90、120。 长 颈: 口 径 (mm): 50、60。 颈长(mm):150。锥 体均为 60°	短颈用于一般过滤,长颈用于定量分析过滤沉淀	不可直接火加热
9. 分液漏斗	50、125、250、500、 1000ml。球形、锥形、 筒形	在萃取分离和富集中,用于分开两种互不相溶的液体	磨口塞及活塞必须原配,不得漏水,不可加热。操作时及时倒置,从活塞处放气
10. 砂、芯玻璃漏斗 (耐酸漏斗)	容量(ml)40、60、 140。孔径(μ m)20~ 1.5。滤板代号 G ₁ ~ G ₆	减压过滤水不溶物、酸不溶物等	必须抽滤,不能骤冷、骤热;不许过滤含 HF 及碱的液体;用后立即洗净
11. 砂、芯玻璃坩埚	容 量: 10、15、 30ml,其它规格同上	称量分析中过滤需烘干的沉淀	抽滤用,不能骤冷骤热;不许过滤含 HF 及碱的液体;用后立即洗净
12. 抽气管(水流泵、 水抽)	伽氏:全长(mm) 229,上管外径12,下 管外径 8.5~9.5	上管接水龙头,侧管接抽滤瓶,用于减压过滤。真空度达 1~4kPa	用厚壁胶管接水龙头并用铁丝捆牢,停止抽气前,先断开抽滤瓶,放入空气,再停自来水
13. 抽滤瓶	250、500、1000ml	抽滤时接收滤液	能耐压,不许加热
14. 试管	试 管: 10、20ml; 离 心 试 管: 5、10、 15ml;带刻度和不带 刻度	定性分析中检验离子;离心试管在离心机中用作分离沉淀和溶液	试管可直接加热,不可骤冷;离心管只能用水浴加热
15. 比色管	10、25、50、100ml,带 刻度、不带刻度,具 塞、不具塞	目视比色分析用	不能直接火加热;非标准磨口,塞子必须原配;不许用硬物刷洗
16. 表面皿	直 径 (mm): 45、 60、75、90、100、120	盖烧杯及漏斗等	直径要略大于所盖容器;不能直接火加热
17. 研钵	直 径 (mm): 70、 90、105	研磨固体试剂及试样	不能研磨与玻璃作用及硬度大于玻璃的试样;防撞击,别烘烤
18. 干燥器	直 径 (mm): 150、 180、210、无色、棕色	保存冷却烘干过的称量瓶、试样、试剂、灼烧过的坩埚	底部放变色硅胶或其它干燥剂,磨口处涂适量凡士林油;不可将红热物体放入,放入热的物体后,时时推开盖放气,以免盖被鼓开
19. 酒精灯	容量(ml):100、150、 200	加热试管,熔封毛细管、安瓿球进样口等	瓶内酒精不得多于 4/5,熄灭时不许用嘴吹

续 表

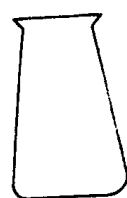
名 称	规 格	主要用途	使用注意事项
20. 温度计	标准温度计: 测温范围 $-32 \sim +302^{\circ}\text{C}$, 分度值 $0.05 \sim 0.1^{\circ}\text{C}$; 常用温度计: 测量范围 $-100 \sim +350^{\circ}\text{C}$, 分度值 $0.1 \sim 1.0^{\circ}\text{C}$	测量反应器中液、气相、烘箱、各种浴锅等的温度	不许骤热骤冷, 指示不许超过最大量程, 液泡完全浸入液体, 不应与器壁相碰
21. 相对密度计	一套 20 支, 相对密度在 $0.7 \sim 1.84$ 之间, 分度值为 0.001 。	测量各种液体的相对密度	相对密度计与容器壁不得接触, 读数时视线与液面保持水平



普通

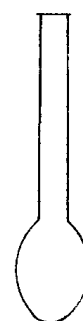
带容积近似值

高型

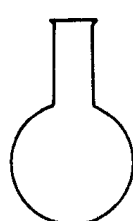


锥形

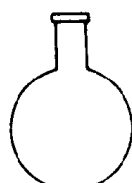
1. 烧杯



2. 凯氏烧瓶



长颈



短颈

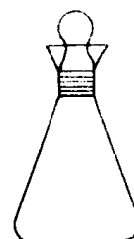


平底

3. 烧瓶



具塞



碘瓶

4. 三角瓶(锥形瓶)



细口瓶



广口瓶



下口瓶

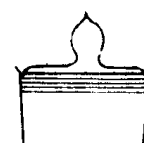
5. 试剂瓶



6. 滴瓶

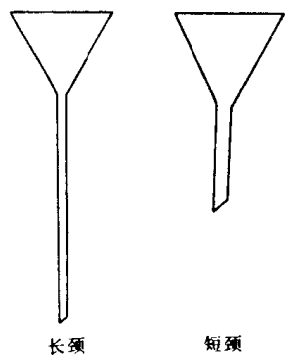


高形

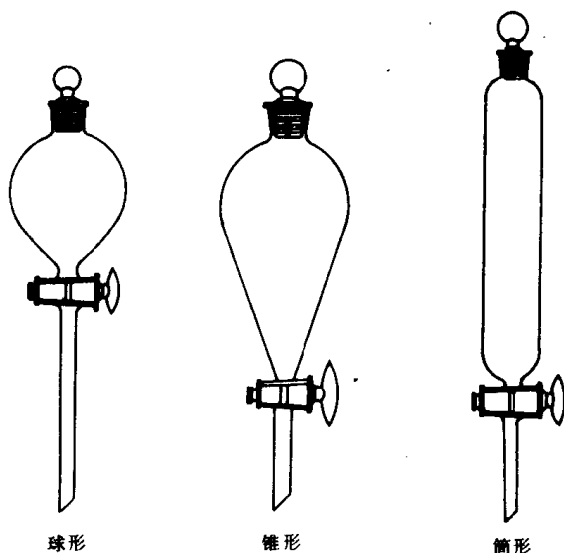


扁形

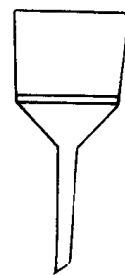
7. 称量瓶



8. 漏斗



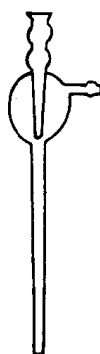
9. 分液漏斗



10. 砂芯玻璃漏斗



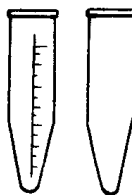
11. 砂芯玻璃坩埚



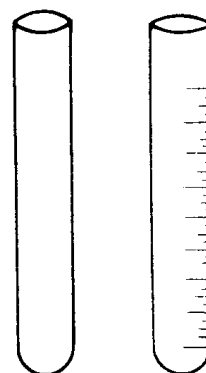
12. 抽气管



13. 抽滤瓶



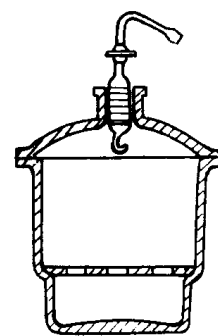
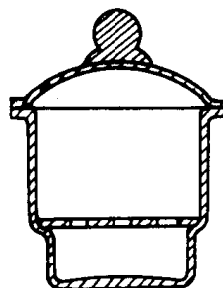
14. 试管



16. 表面器



17. 研体



18. 干燥器

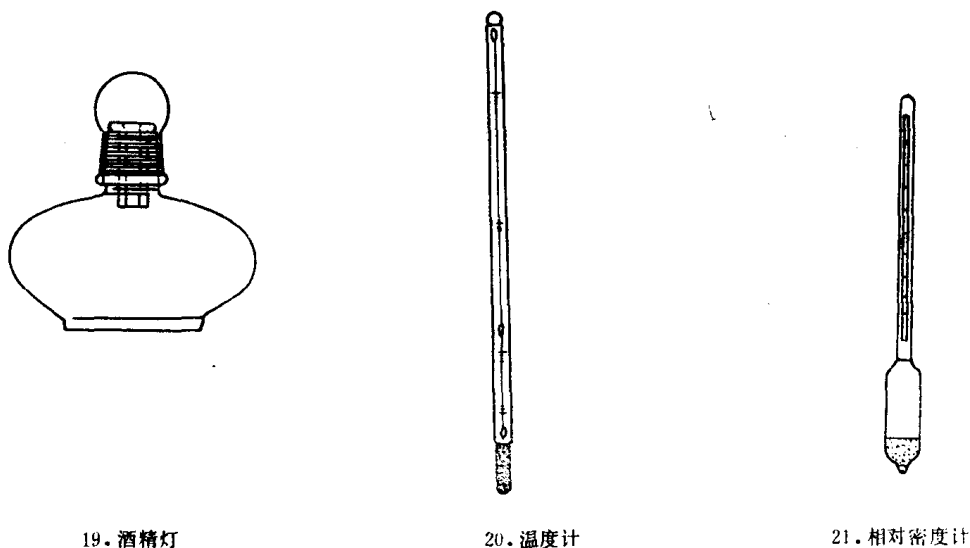


图 1-1 常用玻璃仪器

二、玻璃仪器的洗涤

玻璃仪器是否洁净,对实验结果的准确性和精密度有直接影响。因此,洗涤玻璃仪器,是实验工作中的一个重要环节。

(一)常用洗涤剂及使用范围

1. 肥皂、皂液、去污粉、洗衣粉,用于用毛刷直接刷洗的仪器,如烧杯、三角瓶、试剂瓶等。
2. 洗液(酸性或碱性),多用于不使用毛刷或不能用毛刷洗刷的仪器,如滴定管、移液管、容量瓶、比色管、比色皿等。
3. 有机溶剂,针对污物属于某种类型的油腻,选用不同的有机溶剂洗涤,如甲苯、二甲苯、氯仿、乙酸乙酯、汽油等。如果要除去洗净仪器上带的水分可以用乙醇、丙酮,最后再用乙醚。

(二)常用洗液的配制及使用注意事项

1. 铬酸洗液 由 $K_2Cr_2O_7$ 和浓 H_2SO_4 配制而成。配制方法如下:称取 20g 研细的工业品 $K_2Cr_2O_7$ 于烧杯中,加 20~30ml 水,加热至溶解,并浓缩至液面上有一薄层结晶时,取下冷至 60~70℃,沿烧杯壁徐徐加入浓 H_2SO_4 500ml(不允许将 $K_2Cr_2O_7$ 溶液加入浓 H_2SO_4 中!)边加边用玻璃棒搅拌。因化学反应大量放热,浓 H_2SO_4 不要加得太快,配制好冷却后,装入磨口试剂瓶中保存。

铬酸洗液对玻璃器皿侵蚀作用较小,但具有很强的氧化能力,洗涤效果较好。其缺点是 Cr^{6+} 有毒,污染水质,应尽量避免使用。

用铬酸洗液洗涤仪器时,应首先洗除沾污的大量有机物质,尽量把水空干后再用洗液浸泡。洗液可反复使用,久用后变为黑绿色(被有机物等还原剂还原)时,说明洗液已无氧化洗涤能力,方可弃去。

2. 碱性洗液 用于洗涤有油污,特别是被有机硅化合物污染的仪器。一般采用长时间(24小时以上)浸泡或浸煮的办法。常用碱洗液有 Na_2CO_3 、 Na_3PO_4 、 $NaOH$ 等溶液,浓度一般都在 5% 左右。

从碱洗液中捞出被洗器皿时,切勿用手直接拿取,要戴胶皮手套或用镊子拿取,以免烧伤。