

常用试剂配制法

冶金工业部有色金属研究院分析室 編

冶金工业出版社

常用試劑配制法

冶金工業部有色金屬研究院分析室 編



冶金工業出版社

常用試驗配制法

冶金工业部有色金属研究院分析室 編

冶金工业出版社出版 (北京市灯市口甲45号)

北京市書刊出版業營業許可証出字第093号

冶金工业出版社印刷厂印 新华書店发行

——*——

1959年10月 第一版

1959年10月北京第一次印刷

印数 5,520 册

開本787×1092 1/32·55,000字·印張2 $\frac{24}{32}$

——*——

統一書号15062·1854 定价 0.33 元

內 容 簡 介

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。

序

在祖国建設事业大跃进的形势下，全国各地大办工业。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書籍較缺，因此特編此書，以供有关人員及分析工作者参考。

本書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，尙請讀者予以指正。

本書指示剂部份，系參看“化学工作者計算手冊”，目的是为了讀者方便。

編 者

1959年6月

目 录

I. 蒸餾水的一般检查	1
II. 一般試剂浓度的表示法	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. 玻璃容器的允許誤差表	8
6. 溫度在 15~30°C 时水的密度	9
IV. 标准溶液配制及标定	10
1. 氧化还原用标准試剂	10
一、硫代硫酸鈉溶液的标定及配制	10
二、用重鉻酸鉀标定硫代硫酸鈉	11
三、高錳酸鉀溶液的标定和配制	12
四、碘液的标定和配制	13
五、重鉻酸鉀标准溶液的标定和配制	15
六、硫酸高鉄鉍溶液的标定和配制	16
七、硫酸亚鉄鉍的标定和配制	17
八、溴酸鉀溶液的标定和配制	18
九、鉄氰化鉀溶液的标定和配制	20
十、亚硝酸鈉-亚砷酸溶液的标定和配制	21
十一、鈷酸鉍溶液的标定和配制	22
十二、溴酸鉀-溴化鉀溶液的标定和配制	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.....	35
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. 錫标准液.....	40
10. 鉍标准液.....	41
11. 鋅标准液.....	41

12.	氮标准液.....	41
13.	鋇标准液.....	42
14.	鎂标准液.....	42
15.	錳标准液.....	42
16.	鎳标准液.....	42
17.	氟标准液.....	43
18.	鈉标准液.....	43
19.	鋅标准液.....	43
20.	鈦标准液.....	44
21.	鈦标准液.....	44
22.	鉭（鈮）标准液.....	44
23.	鈦标准液.....	45
24.	錫标准液.....	45
25.	鍊标准液.....	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.	鎳标准液.....	47
33.	金标准液.....	48
34.	鈷标准液.....	48
35.	鉍标准液.....	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. 鎢标准液	50
42. 硼标准液	50
43. 鉬标准液	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、鐵的氯化物，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，觀察有無白色沉淀發生。

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. 一般試剂浓度的表示法

一般試剂的配制方法，依所需試剂浓度表示的方法而定。

1. **容量比例表示法 ($V:V$)** 液体試剂互相混合或用水稀释时，常用此法表示。例如：1:1 的硫酸溶液，是由 1 体积的硫酸与 1 体积的水混合而成。

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

3. **容量对重量百分率表示法 ($\frac{W}{V}\%$)** 固体試剂用水稀释时，常用此法表示。例如：将 10 克氯化銨加水 100 毫升溶解，即得 10% 的氯化銨溶液。

4. **容量对容量百分率表示法 ($\frac{V}{V}\%$)** 液体試剂用水稀释时，常用此法表示。例如，5% 盐酸是由 5 毫升的盐酸用水稀释到 100 毫升而得。

5. **重量百分率表示法 ($\frac{W}{W}\%$)** 固体試剂用水稀释时，常用此法表示。通常，这种表示法很少采用。

6. **当量表示法 (N)** 用 1 立升溶液中所含試剂的克当量数表示。

7. **克分子表示法 (M)** 用 1 立升溶液中所含試剂的克分子数表示。

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真实立升，則必須标明其容量等于 4°C 水一公斤在真空中所占的体积。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真实容积和必要的校正数。如欲在某一溫度下变换水的重量为真实容量，則必須考虑：（1）假設溫度不在 20°C 时，玻璃容器的立体膨胀。（2）在測定溫度时水的密

度。

玻璃容器的立体膨胀系数为 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 。

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

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：

$$W_0 = W + \left(\frac{W}{1.0} + \frac{W}{8.0} \right) \times 0.0012 = 1.001W \text{ (大数)}。$$

2. 滴定管的校正

取 50 毫升輕質平底长頸燒瓶，最好為帶塞錐形瓶（此瓶只需外面干燥潔淨），準確稱量至百分之一克。將與室溫相同的蒸餾水裝入滴定管至刻度零處，測定水溫并記錄。除去滴定管尖端的水珠。雖不必使水平面恰在 10 毫升刻度處，但也不可超過 ± 0.1 毫升。注意滴下的時間。在一分鐘后記錄滴定管內水平面的位置，稱量燒瓶與水的重量，準確至 $1/1000$ 克，記下重量。無須倒出瓶中的水，繼續由滴定管 5.0 毫升處再放水于燒瓶中至 10 毫升處，并再稱量。又于一分鐘后記錄滴定管水平面的位置。如此繼續放水，每次 5 毫升，至管內 50 毫升水放完為止。

在此次校正后，再將水裝滿滴定管，重新校正一次。各次讀取記錄的差，代表各次視容量。每次稱量的水的重量，被一毫升水在空氣中的重量除，其商代表水的真實容量。例如：某數量的水，在 15°C 時，其視容量為 10.05 毫升，而重量則為 10.01 毫升，故真實容積 $= \frac{10.01}{0.998} = 10.03$ 毫升（因一毫升水在 15°C 時，其重量為 0.998 克），而視容量為 10.05 毫升，其與真實容量 10.03 毫升之差為 0.02 毫升，故必須由滴定管 10 毫升處減去 0.02 毫升，以求得其真實容量。

每 5 毫升間，經兩次校正，其結果誤差須不超過 0.02 毫升。用此平均值，計算此 5 毫升中每毫升的校正數。然后将 5、10、15、20、25、30、35、40、45、50 毫升的總校正數列表。例如：設 0~5 毫升為 $+0.05$ 毫升，由 5~10 毫升間為 $+0.03$ 毫升，則 10 毫升的總校數，為 $+0.08$ 毫升。用容量對照毫升的校正曲線，可據以查出零點與任何一點間

的容量总校正数。

滴定管亦可用简便方法校正，即用5毫升检定量液管，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，应用此法較為簡便。

茲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
0.17	—	33.41 (空杯)	—	—	—	—
10.20	10.03	45.45	10.04	10.07	+0.04	+0.04
20.15	9.95	55.38	9.95	9.96	+0.01	+0.05
30.16	10.01	65.33	9.95	9.93	-0.03	+0.02
40.09	9.93	75.21	9.98	9.91	-0.02	0.00
49.97	9.88	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。将其垂直于烧杯上，然后减低手指压力，使液体滴在杯內，至溶液凹浅的最低点与刻綫相合为止。将管尖与杯壁微触，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內壁，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		