

分析化学实验

黄典文 余 倩 编

华南理工大学出版社

分 析 化 学 实 验

黄典文 余 倩 罗宗铭 编

江苏工业学院图书馆
藏书章

华南理工大学出版社

·广州·

内 容 简 介

本书在介绍分析化学实验的基本知识和基本操作技术的基础上,介绍了化学分析和仪器分析实验共35个,实验内容既考虑各个专业的共同性,也照顾其专业性,并编入了分析方案的设计实验内容。

本书总结了近几年分析化学实验的教学经验,为提高学生预习和实验效率,每个实验均有实验指导部分,使学生在预习和实验中做到心中有数,也开拓了学生的思路。

本书既可作为大中专学生的教学实验课本,也可供科研单位、工厂化验室的技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/黄典文等编. —广州:华南理工大学出版社,2000.2
ISBN 7-5623-1513-2

I.分…

II.黄…

III.分析化学—实验

IV.O6①

华南理工大学出版社出版发行

(广州五山 邮编 510640)

责任编辑 孙 莉

各地新华书店经销

华南理工大学印刷厂印装

*

2000年2月第1版 2000年2月第1次印刷

开本: 787×1092 1/16 印张: 10 字数: 220千

印数: 1—3000册

定价: 15.00元

前 言

分析化学是一门实践性很强的学科,分析化学实验是分析化学课的重要组成部分。通过分析化学实验课的教学,培养学生严谨的科学态度和实事求是的作风,使学生加深对分析化学基本理论的理解,熟练地掌握分析化学的实验方法和基本操作技能,为学习后续课程和将来参加生产和科学研究工作打下一定的基础。

本书是在多年使用的讲义基础上,作了修改、补充和整理,并吸收有关教材的长处而编写的,我们编写此书时注意到以下几个方面:

1. 既考虑各个专业的共同性,又照顾其专业性。除保持原来比较成熟的、基本技能训练效果比较好的实验外,也编了一些与各个专业有关的实验供选用,以增加学生对本课程的学习兴趣。

2. 为了培养学生的独立工作能力和解决实际问题的能力,增加了分析方案设计实验内容。为防止学生无从下手或漫无止境的设计方案,我们在教材中作了引导,先给出分析方案设计实验示例,然后列出题目,要求学生自己独立完成。

3. 为了提高学生预习和实验效率,增加了实验指导部分。教材中对每一实验的预习和实验操作都作了要求,指出实验中的注意事项,使学生在预习和实验中做到心中有数。并从开拓学生的思路出发,实验指导中对某些问题作了讨论。

4. 本书既可作为学生教学实验课本,也可供科研单位、工厂化验室的技术人员参考。

参加本书编写的还有余煜棉、彭兰乔和谢亚斐老师。本书完稿之后,承周宗候副教授审阅,并给予详尽的指导,在编写本书过程中,余琳、尚红霞和黄宝华等老师都给予了热情的支持和帮助。在此,我们一并表示衷心的感谢。

由于水平有限,书中难免有不妥之处,敬请读者指正。

编 者

2000 年 1 月

目 录

分析化学实验须知	1
第一章 分析化学实验的基本知识	3
§ 1-1 化学试剂	3
一、试剂规格	3
二、试剂的取用与保管	3
§ 1-2 坩埚及塑料器皿的选用	4
一、坩埚的性能与适用场合	4
二、塑料器皿的性能与使用场合	7
§ 1-3 玻璃器皿的洗涤及铬酸洗液的配制	7
一、玻璃器皿的洗涤	7
二、铬酸洗液的配制	8
第二章 定量分析的基本操作	9
§ 2-1 分析天平的使用	9
一、半自动电光天平的构造	9
二、电光天平的使用	9
三、试样的称量方法	10
四、天平室工作要求及天平使用规则	12
§ 2-2 滴定分析基本操作	13
一、滴定管及其使用	13
二、移液管和吸量管的使用	17
三、容量瓶的使用	18
§ 2-3 沉淀、过滤及灼烧沉淀的操作	19
一、沉淀操作	19
二、沉淀的过滤与洗涤操作	20
三、灼烧沉淀的操作	23
四、沉淀的干燥	24
§ 2-4 分光光度计的使用	24
一、721 型分光光度计的构造	24
二、721 型分光光度计的操作	25
三、维护及注意事项	26
第三章 定量分析实验	27
实验一 分析天平称量练习	27
实验二 容量器皿的校正	30
实验三 酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	35
实验四 酸碱标准溶液浓度的标定	39
实验五 工业纯碱中总碱度的测定	43

实验六	铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	46
实验七	甘油中脂肪酸及酯类的测定	49
实验八	EDTA 标准溶液的配制和标定	51
实验九	石灰石或白云石中 Ca、Mg 含量的测定	55
实验十	水的硬度的测定	58
实验十一	高锰酸钾标准溶液的配制和标定	61
实验十二	含铁试样中铁含量的测定	64
实验十三	碳酸钙中钙含量的测定	67
实验十四	污水中耗氧量的测定	70
实验十五	硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	73
实验十六	硫酸铜中铜的测定	77
实验十七	合成洗涤剂中有效氯的测定	80
实验十八	果蔬中维生素 C 的测定	82
实验十九	铁矿石中铁含量的测定	86
实验二十	氯化物中氯含量的测定(摩尔法)	89
实验二十一	氯化物中氯含量的测定(费尔哈德法)	92
实验二十二	氯化物中氯含量的测定(法扬司法)	95
实验二十三	氯化钡中钡的测定	97
实验二十四	水泥熟料中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定	101
实验二十五	邻二氮菲吸光光度法测定铁的条件试验	106
实验二十六	邻二氮菲铁(II)络合物的组成及铁的测定(吸光光度法)	109
实验二十七	钢中锰的测定(高锰酸光度法)	112
实验二十八	污水中总铬量的测定	114
实验二十九	白酒中甲醇的测定	116
实验三十	分离铁铝滴定法测定钙镁含量	120
实验三十一	微量镍的测定(丁二酮肟-Ni 螯合物萃取光度法)	122
实验三十二	用氟离子选择性电极测定水中微量氟	124
实验三十三	用归一化法测定苯、环己烷、正己烷	129
实验三十四	饮用水中钙的原子吸收分光光度法测定	132
实验三十五	计算机在分析化学中的应用(CPA 矩阵法同时测定水样中的铜、锌和铅)	135
第四章	分析方案的设计	139
附录		142
附录一	常用的酸、碱溶液的密度和浓度	142
附录二	常用缓冲溶液	143
附录三	常用指示剂	144
附录四	常用的基准物质	148
附录五	一些化合物的相对分子质量	148
附录六	国际相对原子质量表(1985 年)	151
参考文献		152

分析化学实验须知

一、实验前

1. 做好预习工作

学生在做实验之前,应认真阅读与本次实验有关的教材,联系学过的有关知识,预习本次实验的原理、内容及注意事项,从而做到心中有数。

2. 写好实验提纲

实验提纲是在自己阅读和理解实验教材的基础上写出来的,是实验内容的提炼、简化,可以用简化的箭头式流程图表示,使自己一目了然,并设计好分析结果表格式。

二、实验过程中

1. 自觉遵守实验室的有关规章、制度。

2. 虚心听取老师的教导,尊重老师的指导。

3. 进入实验室检查实验仪器是否齐全,缺少应补齐,实验过程中损坏仪器应及时报损、补充并履行赔偿制度。

4. 要有整洁卫生习惯,不但保持自己台面整洁,把没有用的固体物品、玻璃碎片、废纸片放入废物箱,而且要保持水槽干净,不能将毛刷、抹布扔在水槽中。实验后要轮值清洁实验室。

5. 严格遵守操作规程和实验时注意事项,以免出现意外事故。

6. 要有勤俭节约的好作风,爱护药品试剂和仪器设备。实验过程中不许随便浪费试剂和损坏仪器。

7. 实验时认真操作,仔细观察实验现象,积极思考,做到手脑并用。

8. 每个学生必须备有原始数据记录本、实验报告本,实验过程中的数据及时地记录下来,实验后把原始数据整理于实验报告本上,老师签名后才能离开实验室。实验数据绝对不能涂改。

三、实验后

1. 洗涤用过的仪器,检查是否齐全,放回原处,试剂也放回原来位置。

2. 用过的精密仪器(如分析天平、721型分光光度计等)要恢复原状,并在仪器使用记录本上记录状态并签名。

3. 搞好卫生安全值日工作。班干部每次实验均要安排值日生,值日生的任务包括清扫实验室、擦拭实验台、检查水电开关,关好门窗后才离开实验室。

4. 写好实验报告,按时送交指导老师。

四、实验数据的记录、处理和实验报告

1. 实验数据的记录

学生必须准备专用的原始数据记录本,不允许将数据记在小纸片上或随便记在任何地方。

实验过程中所得各种测量数据及现象,应及时地记录下来,并且应有严谨的科学态度和实事求是的精神,决不能弄虚作假、拼凑数据。

记录实验数据时,保留有效数字的位数应和所使用仪器的准确程度相适应,如分析天平称量时,读数记录至 0.0001 克,滴定管和移液管的读数记录至 0.01 毫升,分光光度计的读数记录至 0.001 等。

2. 分析数据的处理

实验后,对测得数据中的可疑数据用 Q 检验法进行取舍,然后计算出算术值,同时把分析结果的精密度表示出来。精密度可用相对平均偏差、标准偏差及相对标准偏差表示。

3. 实验报告

实验完毕后,必须及时而认真地写出实验报告,报告的格式与内容如下:

实验编号 实验名称

(1) 实验目的。

(2) 方法原理:简要地用文字和化学反应式说明。

(3) 主要仪器和试剂。

(4) 分析步骤:简要地用文字或流程图写出来。

(5) 实验数据及处理:用表格、图形将数据表示出来,根据数据按要求计算出分析结果、实验误差。

(6) 实验讨论:对实验中观察到的现象和实验结果进行分析和讨论;若实验失败,应找出原因,总结经验教训,也可写出自己的心得体会,以提高自己分析问题和解决问题的能力。

五、实验室安全

1. 实验室内严禁饮食、吸烟,更不能用实验器皿作为餐具,实验完毕后应洗手。

2. 使用电器设备时,切不可用潮湿的手指去开启电闸和电器开关。

3. 浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性,切勿溅在皮肤和衣服上,用浓硝酸、盐酸、硫酸和高氯酸等溶样时,均应在通风柜中操作。

4. 使用乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时,一定要远离火焰和热源,低沸点有机溶剂不能直接在火焰上或热源(煤气灯或电炉)上加热,而应在水浴上加热。

5. 使用汞、 As_2O_3 、氰化物等剧毒物时,应特别小心,氰化物与酸作用放出有剧毒的 HCN 气体,切忌在酸性介质中使用氰化物,废液应用亚铁盐来处理,然后再作废液处理。

6. 实验室发生火灾,应根据起火原因采取相应的措施灭火。如酒精及其它可溶于水的液体着火时,可用水灭火;汽油、乙醚等有机溶剂着火时,用石棉布或砂土扑火,不能用水,否则反而扩大燃烧面;导线或电器着火时,应先切断电源,用 CCl_4 灭火器灭火,不能用水和 CO_2 灭火器;衣服着火时,切忌奔跑,应就地躺下滚动,或用湿衣服在身上抽打灭火。

第一章 分析化学实验的基本知识

§ 1-1 化学试剂

一、试剂规格

实验室所用的化学试剂,按其纯度不同分为不同等级,国产试剂一般分为四级,通常分析工作所用的试剂为二级,即分析纯试剂,下表中列出了试剂的规格和适用范围。

试剂的规格和适用范围

级别	名 称	英 文 名 称	符号	适 用 范 围	标签标志
一级品	优级纯 (保证试剂)	Guaranteed reagent	G. R.	纯度很高,适用于精密 分析工作	绿 色
二级品	分析纯	Analytical reagent	A. R.	纯度仅次于一级品,适 用于多数分析工作	红 色
三级品	化学纯	Chemically pure	C. P.	纯度比二级品差些,适 用于一般化学实验	蓝 色
四级品	实验试剂 (医用)	Laboratorial reagent	L. R.	纯度较低,适用于作实 验辅助试剂	棕色或其它 颜色

此外,还有光谱纯试剂(符号 S. P.)、基准试剂、色谱纯试剂等作专门用途的试剂。光谱纯试剂主要用作光谱分析中的标准物质。基准试剂用于直接配制标准溶液。色谱纯试剂主要用作色谱分析中的标准物质。

在分析工作中,除注意选择纯度相当的试剂外,实验用水都应使用蒸馏水或去离子水。蒸馏水是经过蒸馏除去不挥发性杂质后的水。去离子水是经过离子交换树脂处理净化后的水。对于某些要求较高的分析工作,还要用经过两次蒸馏制得的重蒸馏水。

分析工作者应对化学试剂的规格有一明确认识,做到合理使用试剂,既不盲目追求试剂的高纯度而造成浪费,又不随意降低试剂的规格,影响分析结果的准确度。

二、试剂的取用与保管

1. 试剂的取用

取用试剂的器皿应保持洁净,防止对试剂的沾污,取出的试剂,原则上不能再倒回原试剂瓶中,试剂瓶盖应倒放在桌面上,不可将接触试剂的一面直接与桌面接触,取用后立即盖好瓶塞,固体试剂应用洁净、干燥的塑料(或牛角)小勺取用,取用强碱试剂后,应立即用水洗净,使用过的塑料小勺未经洗净干燥,不得挖取另一种试剂! 避免用金属工具取用试剂。取用的试剂瓶上都应贴有标签,标明试剂名称、规格,若无标签的试剂不可随意使用。配强碱溶液时,应用塑料容器,若用玻璃器皿,应立即转移至塑料容器中。

2. 试剂的保管

一般化学试剂应保存在通风良好、干燥洁净的地方,并按试剂的性质不同采用不同的保管方法。

(1) 见光分解的试剂应在暗处避光保存:如过氧化氢、硝酸银、高锰酸钾、草酸等;与空气接触易被氧化的氯化亚锡、硫酸亚铁、三氧化钛等;易挥发的氨水、乙醇等。

(2) 吸水性强的试剂应用蜡密封:如氢氧化钠、无水碳酸钠等。像过氧化钠、五氧化二磷等最好放于干燥器中保存。

(3) 容易腐蚀玻璃的试剂应用塑料瓶保存:如氢氟酸、氟化物、氢氧化钠、氢氧化钾等。

(4) 容易互相作用的试剂应分开存放:挥发性的酸与氨水、氧化剂与还原剂、易燃、易爆的试剂等都应分开存放,并放于不受阳光照射和阴凉通风处。实验室中不能大量存放。

(5) 剧毒试剂要专门保管,实行领用登记制度:如三氧化二砷(砒霜)、氰化钾、二氯化汞等。

§ 1-2 坩埚及塑料器皿的选用

除专门供过滤用的微孔玻璃坩埚外,这里指的坩埚是一般供熔融分解试样或灼烧沉淀所用。按照适用场合不同,常用不同材料制作,有瓷、铂、镍、铁、银、石英等坩埚。

塑料器皿由于其抗腐蚀性能优良,尤其能耐强碱及氢氟酸的侵蚀,所以也常用作试样分解的容器。

一、坩埚的性能与适用场合

1. 瓷坩埚

(1) 瓷坩埚的成分与性能:瓷坩埚的成分相当于 $n(\text{NaKO}):n(\text{Al}_2\text{O}_3):n(\text{SiO}_2)=1:8.7:22$,在绝大多数情况下瓷质器皿都要涂一层釉,釉的成分为 SiO_2 73%、 Al_2O_3 9%、 CaO 11%、 $\text{K}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{O}$ 6%(均为质量分数)。

瓷坩埚的耐化学性能比实验用玻璃器皿强,但容易被碱、氢氟酸和热磷酸所腐蚀,故不能与氢氟酸接触,也不能在瓷坩埚中使用过的氧化钠及其它碱性熔剂进行熔融。

瓷坩埚的耐高温性能较好,可在 1100°C 高温下灼烧使用,瓷坩埚的另一优点是价廉。

(2) 适用场合:供灼烧沉淀并称重恒重,供焦硫酸钾等酸性熔剂熔融试样。

2. 铂坩埚

(1) 铂坩埚的性能:在用作分析器皿的金属中,铂是最主要的金属,铂的熔点很高(1772°C),耐高温可达 1200°C ;化学性质稳定,在空气中灼烧后不起变化也不吸收水分;导热性能好,散热也快,故制成的铂坩埚常用作灼烧沉淀并称量。

事实上,化学分析中常用的酸(包括氢氟酸)都不与铂作用,只有在高温下才会受到磷酸的腐蚀,所以可使用氢氟酸在铂坩埚或铂皿中溶解试样或处理高硅试样。但必须十分注意铂很容易溶于盐酸和硝酸(或含有氯化物的硝酸)的混合酸中,而使铂坩埚损坏。

(2) 铂坩埚的用途:可供灼烧沉淀并称重恒重;供氢氟酸溶样或处理;供碱金属碳酸盐熔融;供焦硫酸钾等酸性熔剂的熔融。

(3) 铂坩埚使用注意事项:由于铂坩埚较贵重,使用时应注意以下几点:

① 许多能与铂形成低熔点合金的金属,在铂坩埚中高温加热会损坏坩埚,例如: Hg、Pb、Sn、Au、Cu、Si、Zn、Ag、Cd、As、Al、Bi、Fe 等,所以在实际工作中不能在铁板上直接加热铂坩埚,不能与红热的电炉丝接触,高温时夹取铂坩埚的钳子其头部应包以铂。

② 在使用铂坩埚处理金属的化合物时,滤纸灰、烧焦的有机物质、以及还原性气体等对金属化合物有还原作用,进而在高温时与铂形成合金而损害了铂坩埚。所以,在铂坩埚中处理金属化合物并使用滤纸的操作时,必须充分将滤纸灰化,然后再于高温处加热灼烧。

许多非金属元素(如 S、P、Se、Te、As、B、C 等)化合物,同样可被滤纸灰、有机物或还原性气体还原,与铂形成脆性的化合物,如磷化铂、硫化铂等因而损坏坩埚。

③ 碳在高温时与铂形成脆性的碳化铂,所以在高温中加热铂坩埚的操作应在电炉、煤气灯或酒精喷灯的氧化焰上进行,切不可在还原焰或冒黑烟的火焰上加热铂坩埚。对于灯焰界限不清的喷灯,不宜用作铂坩埚灼烧或熔融试样的热源,在灰化滤纸时必须把炭烧尽至滤纸灰呈白色,才能提温灼烧。铂坩埚用喷灯灼烧或熔融试样时,操作人员不可离开岗位。

④ 铂坩埚常用作碳酸钠、焦硫酸钾等熔剂的熔融器具,焦硫酸钾对铂稍有腐蚀,熔融时间越长,侵蚀也越严重,通常每使用一次损耗约 1 mg 铂,为此建议在分析要求许可的情况下,尽可能在瓷坩埚中进行此项熔融操作。

Na_2O_2 、NaOH 等强氧化及强碱性熔剂不能用铂坩埚熔融,因对铂有侵蚀作用。

⑤ 纯铂质很软,因而制成的器皿受力后很容易扭曲或变形,操作时必须小心。拿取铂坩埚不能用力过猛、碰撞或掉落以免变形;不能将红热的铂坩埚骤然投入冷水中冷却,不能用硬质工具刮刮坩埚内壁上的粘附物。

(4) 铂坩埚的清洗:用过的铂坩埚应及时清洗,可按下述方法进行操作。

① 一般单独用盐酸或硝酸浸煮处理,即可清除铂坩埚上的残留物,必须注意不得用盐酸和硝酸混合酸进行浸煮处理。

② 以上方法如果无效,可将铂坩埚用水冲洗后烘干,加入一定量的焦硫酸钾(约 3~5 g),然后在较低温度(450°C)熔融 5~10 min,冷却后将熔融物用水浸出,冲洗后再将铂坩埚放入盐酸中浸煮。

③ 若仍无效,可将铂坩埚冲洗后烘干,再试用碳酸钠在 850°C 加热熔融,冷却后用稀盐酸浸出,用水洗净。

④ 如用上述化学方法清洗后仍不干净,可用 140 号筛孔以上的细砂,用水润湿后用棉花蘸取少许进行轻擦,使铂坩埚表面(内壁)恢复正常光泽,但用细砂擦拭铂器皿的操作应尽量少用。

3. 镍坩埚

(1) 镍坩埚的性能:常温下镍具有很好的抗腐蚀性,在空气中不被氧化。镍的熔点高达 1453°C ,实际使用中的最高温度应小于 900°C 。在空气中灼烧镍会被氧化,因此镍坩埚不适用于灼烧沉淀和称量。镍耐强碱腐蚀性能良好,常温下遇强碱几乎不起作用,常代替贵金属坩埚用作碱熔融法分解试样的容器。镍易溶于酸中,故在熔融物浸取操作时,只能用水,不能用酸,必要时也只能用数滴稀酸(1+20)稍洗一下坩埚。镍坩埚不适宜用酸性熔剂(如 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$, KHSO_4)和碱性硫化物熔剂(如 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)熔融,否则极易损坏坩埚,应加以注意。

(2) 镍坩埚的用途:可供 Na_2O_2 、NaOH 等强碱性熔剂熔融用。

(3) 镍坩埚的清洗:

① 使用前和使用后镍坩埚的清洗处理,也是常常将坩埚置于加有数滴稀盐酸的水中浸煮数分钟,以除其表面污垢。

② 新的镍坩埚在使用前应先在高温下(800°C)灼烧 $2\sim 3\text{ min}$,以除去油污,并使表面氧化,延长使用寿命。

4. 铁坩埚

(1) 铁坩埚的性能:铁坩埚在空气中灼烧易氧化,因此不能用于灼烧沉淀和称量。铁具有良好抗碱侵蚀性能,其抗强碱性熔剂侵蚀的性能较镍稍差,所含杂质稍多,但价格较镍坩埚便宜。

(2) 铁坩埚的用途:可代替镍坩埚供 Na_2O_2 、 NaOH 等强碱性熔剂熔融(一般在 800°C 以下温度时)使用。

(3) 铁坩埚的清洗:铁坩埚在使用前应清洗再钝化处理,其操作步骤是:先擦去坩埚表面的油垢(新坩埚),用细砂纸擦拭,再用水冲洗干净,然后热水浸煮。取出后将坩埚置于 100 mL 水、 5 mL 浓硫酸和 1 mL 浓硝酸组成的混合溶液中浸 10 min ,用水洗涤,干燥,并于 $300\sim 400^{\circ}\text{C}$ 灼烧 10 min ,冷却后备用。

5. 银坩埚

(1) 银坩埚的性能:用纯银制成的坩埚具有良好的抗碱侵蚀性能,银坩埚经过加热表面生成一层氧化物使其不受氢氧化钠(钾)的侵蚀,由于在空气中灼烧银坩埚其表面易氧化,不适宜作灼烧称重用。

(2) 银坩埚的用途:可供 NaOH 或 KOH 熔融用。

(3) 银坩埚使用注意事项:

① Na_2O_2 或 $\text{Na}_2\text{O}_2 + \text{Na}_2\text{CO}_3$ 混合熔剂熔融分解试样(例如矿石或铁合金)可以在银坩埚中进行,但熔融物与空气接近的边缘处坩埚内壁会略起作用,因此熔融时间不能过长(一般不超过 30 min)。在使用碱金属氢氧化物或过氧化物熔融分解试样的操作中,最好是用镍或铁坩埚。

② 银很容易与硫作用生成硫化银,所以在银坩埚中不允许灼烧含硫的物质,也不能使用碱性硫化物熔剂如 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 。

③ 银不溶于盐酸和冷硫酸,而易溶于硝酸和热硫酸,从银坩埚中浸取熔融物时,通常用水浸出,而不使用酸,更不能长时间将坩埚浸在酸里,尤其是不可接触浓酸(如热的浓硝酸)。

④ 银的熔点仅 962°C ,一般银坩埚使用温度不能超过 700°C ,所以在银坩埚加热操作时要严格控制温度。

⑤ 银制器皿由高温急骤冷却易变形,并会产生裂纹,所以在操作中从高温处刚取出的热坩埚不能立即用水冷却。

(4) 银坩埚的清洗:由于银坩埚常用于碱性物质的熔融,清洗银坩埚上的粘附物时只需滴入几滴硫酸(1+4)进行擦洗,然后用水充分洗涤即可。

6. 石英坩埚

(1) 石英坩埚的性能:普通石英坩埚的化学成分主要是 SiO_2 (99.8%),主要杂质有 Na_2O 、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 MgO 和 TiO_2 。从外观看起来是半透明的(含有无数个微小气泡)石英坩埚所含杂质会更多些。

用石英制作的坩埚或其它容器其主要优点在于比玻璃或瓷的化学稳定性更强;分析样

品只被一种化合物(SiO_2)沾污,而玻璃或瓷会被几种化合物沾污,因此石英容器可在特殊要求的情况下使用,例如可用作钢或合金中微量硼测定时的容器。

(2) 石英坩埚的用途:可供灼烧沉淀并称重恒重,供酸性熔剂的熔融以及特殊要求下的使用。

(3) 石英坩埚使用注意事项:

① 石英受氢氟酸侵蚀,与热磷酸生成磷酸硅,也受碱性熔剂或强碱性溶液的侵蚀,除此之外石英对其它试剂有很好的抗蚀能力。

② 石英的热稳定性好,在 1700°C 以下不致软化或挥发,只是在 $1100\sim 1200^\circ\text{C}$ 之间开始失掉机械强度(外观变成不透明状),因此在使用时必须严格控制在规定温度下。

③ 石英比玻璃质更脆,所制成的坩埚也易破碎,所以在操作时应格外小心,此外石英高温熔样时会释放出大量 SiO_2 ,故不能用作测定硅时的容器,这些都是石英坩埚或其它石英器皿的主要缺点。

④ 石英坩埚的洗涤:清洗石英坩埚通常按洗涤玻璃器皿的操作进行。

二、塑料器皿的性能与使用场合

化学分析工作中使用的塑料器皿有烧杯、蒸发皿、坩埚、容量瓶、试剂瓶、表面皿、量杯、搅拌棒和滴管等,这些器皿常用聚乙烯或聚四氟乙烯制成。塑料器皿的最大优点是耐酸、耐碱、耐磨,不受氢氟酸的侵蚀,不易破碎,机械强度好等。

1. 聚乙烯器皿的性能和使用场合

(1) 聚乙烯,除了浓硝酸和冰乙酸外,实际上对各种酸都是稳定的。

(2) 这种材料制成的器皿一个重要缺点是温度最高只能在 60°C 以下使用, 60°C 以上就开始软化,使器皿变形(聚丙烯制成的器皿只能在 110°C 时使用)。

(3) 这种材料制成的器皿,常用作存放强碱性溶液和含氟溶液的容器,以及使用氢氟酸操作时的容器、搅拌棒、滴管和量杯。

2. 聚四氟乙烯器皿的性能和使用场合

(1) 聚四氟乙烯除了氟和液体碱金属以外,几乎与所有的无机和有机试剂都不起反应。

(2) 这种材料热稳定性好,工作温度范围较宽,可以在 250°C 以下使用,但实际加热过程中,温度必须严格控制,因为在 300°C 以上聚四氟乙烯开始分解出四氟乙烯,当温度超过 415°C 时将急剧分解,不但损坏了坩埚,而且分解出的四氟乙烯对人体有害。

(3) 这种材料的缺点是热传导系数小,加热困难,因而在这种材料制成的烧杯中进行蒸发所费的时间比在玻璃器皿中进行类似的操作长得多。

3. 塑料器皿的洗涤

这种器皿可以用洗涤玻璃器皿一样的试剂进行洗涤。

§ 1-3 玻璃器皿的洗涤及铬酸洗涤液的配制

一、玻璃器皿的洗涤

洗涤玻璃仪器要根据实验的要求、污物的性质和沾污的程度等来选用洗涤剂。一般来

说,附着在仪器上的污物有尘土和其它不溶性物质、可溶性物质、有机物等,一般用自来水和试管刷刷洗可除去仪器上的尘土、不溶性物质和可溶性物质;用去污粉、肥皂和合成洗涤剂可以洗去油污和有机物质。也就是说,一般的玻璃器皿如烧杯、离心试管等先用自来水冲洗,再用去污粉或肥皂水刷洗,接着用自来水冲洗,最后用少量蒸馏水洗2~3次。洗净的玻璃器皿应该内外清洁透明,而且水沿器壁流下后,均匀润湿,不挂水珠。如还不能洗净,可以根据污垢的性质选用适当的洗液来洗涤。

带刻度的容量器皿如容量瓶、吸量管、滴定管等,为了保证容积的准确性,不宜用试管刷刷洗,应选用适当的洗液来洗,具体方法如下:

1. 移液管和吸量管的洗涤

为了使量出的溶液体积准确,要求管内壁和管下部的外壁不挂水珠。先用自来水冲洗,再用洗耳球吹出管内残留的水,然后将移液管尖部插入洗液瓶内,再用洗耳球将洗液缓缓吸入移液管球部或吸量管全管约1/4处,用右手食指堵住移液管上口,将移液管横置,左手托住没沾洗液的下端,右手指松开,水平转移液管,使洗液润洗内壁,然后将洗液由上口放回原瓶,再用自来水充分冲洗,最后用蒸馏水涮洗内壁2~3次即可。

2. 容量瓶的洗涤

先用自来水涮洗内壁,倒出水后,内壁如不挂水珠,即可用蒸馏水涮洗备用,否则必须用洗液洗。用洗液之前,将瓶内残留的水倒出,装入约15 mL洗液,转动容量瓶,使洗液润洗内壁后,将其倒回原瓶,用自来水充分冲洗,最后用蒸馏水涮洗2~3次即可。

3. 盛过高锰酸钾后被二氧化锰污染的仪器的洗涤

可用热的、用硫酸酸化的草酸溶液洗涤后,再用自来水和蒸馏水洗净。

二、铬酸洗液的配制

称取10 g工业用铬酸钾于400 mL烧杯中,加入少量水加热溶解后,冷却,慢慢加入200 mL浓粗硫酸,边加边搅拌,冷却后,转入有玻璃塞的试剂瓶中备用。使用时,被洗器皿中的水分尽量沥干后再倒入洗液,以免稀释降低洗涤效力。洗液可重复使用至其失效(呈绿色)为止。

第二章 定量分析的基本操作

§ 2-1 分析天平的使用

分析天平是定量分析中极重要而又基本的仪器,样品的称取、标准溶液的直接配制,都需要使用分析天平,所以定量分析结果的准确度与称量的准确度密切相关。如果天平不准,则其它的操作再准确无误,其结果也不会准确。常用的分析天平有阻尼天平、半自动电光天平、全自动电光天平以及单盘天平、微量天平等,但半自动电光天平结构简单,不易出故障,且价格便宜,应用最为普遍。单盘天平采用减码式称重,从而消除了臂不等长引入的误差,称量较准。各种天平的构造原理以及使用方法都基本相似。

根据天平的名义分度值与最大载荷之比,可将天平分为十级(见下表)。

天平精度分级表

精度级别	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
名义分度值与最大载荷之比	1×10^{-7}	2×10^{-7}	5×10^{-7}	1×10^{-6}	2×10^{-6}	5×10^{-6}	1×10^{-5}	2×10^{-5}	5×10^{-5}	1×10^{-4}

实验室用分析天平,最大载荷 200 g,分度值 0.1 mg,故其精度为: $0.0001 \text{ g}/200 \text{ g} = 5 \times 10^{-7}$,精度级别为三级。

现以半自动电光天平为例,将其构造和使用作一介绍。

一、半自动电光天平的构造

半自动电光天平的砝码分两部分,1 g 以下的砝码已固定装在天平上,只需转动天平读数盘,就可将环形砝码加在天平上,1 g 以上的砝码装在砝码盒中,需要时必须从砝码盒中取出加在天平称盘上,若为全自动电光天平,则全部砝码都固定装在天平上,称量时,完全在读数盘上加减砝码称重。

无论半自动或全自动电光天平,10 mg 以下的读数,不是在读数盘上读数,而是在光幕的标尺上读数。图 2-1 是半自动电光天平的构造图。

光学读数装置的原理是:光源发出的光线经聚光后,照射到天平指针下端的刻度标尺上,再经过放大,由反射镜反射到投影屏上,由于天平指针的偏移程度被放大在投影屏上,所以能准确读出 10 mg 以下的质量。

二、电光天平的使用

1. 零点的测定

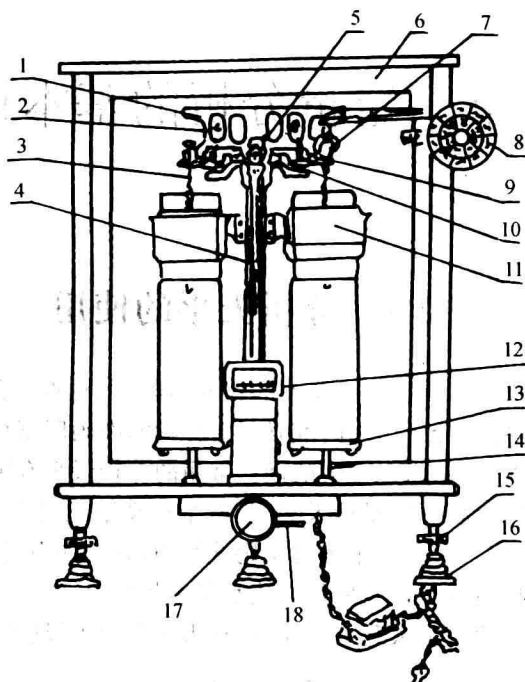


图 2-1 半自动电光天平

1. 天平横梁 2. 平衡螺丝 3. 吊耳 4. 指针 5. 中刀(支点刀) 6. 天平箱 7. 环形砝码
8. 读数盘 9. 支脚螺丝 10. 翼子板 11. 阻尼浮筒(内筒) 12. 光幕 13. 称盘 14. 托盘
15. 水平调节螺丝 16. 脚垫 17. 升降框 18. 调节杆

接通电源,检查天平已处于水平状态后(天平应在水平状态下使用),旋动旋钮,慢慢开动天平,在天平不载重时,检查投影屏上标尺的位置,如零点与投影屏上的零线不合或相差不大,可移动旋钮附近的调节杆(图 2-1 中 18),相差太大,则先调整平衡螺丝(图 2-1 中 2),然后利用调节杆,使零点在零线位置。

2. 灵敏度的测定

待天平处于水平状态,开动天平,使零点与投影屏上的零线重合。然后,在天平的左盘上放一个 10 mg 的片码或圈码,再开动天平,此时标尺上的刻度应为 9.8~10.2 mg 范围内,天平的灵敏度合格,否则,不合格。天平的灵敏度过高或过低,都会影响称量的准确度。灵敏度如不合格,则应调节重心螺丝,改变重心到支点之间的距离,使之符合在规定范围内。

三、试样的称量方法

1. 直接称量法

此法用于称量确定物体的质量。如在容量器皿校正中称量锥形瓶的质量,在重量法实验中称量坩埚的质量等,都使用此种称量法。

物体如用电光天平称量,先调节天平的零点,再将待称的物体置于天平左盘的中央(注意:不得用手直接取待称物体),在天平的右盘加砝码,然后用环码使之平衡,从加入砝码及

投影屏直接读出物体的质量。

2. 固定质量称量法

对于粉末状、细丝状等在空气中无吸湿性样品,可用此法称量。

称量方法:先称出空的接受样品的器皿质量(如表面皿),再加入欲称出固定质量的砝码,在容器皿(表面皿)上逐渐加入待称样品,使天平达到平衡(投影屏上标尺与称空器皿时吻合),即可得到固定质量的样品。

例如:要在半自动电光天平上固定称取 0.4500 g 基准物质,先在天平称盘上放两块质量相同的表面皿使其平衡。然后在天平读数盘上加上 0.4500 g 的砝码,再用小牛角匙向左边空表面皿中逐渐加入待称的基准物质,直至天平再次达到平衡位置,称量姿势见图 2-2。

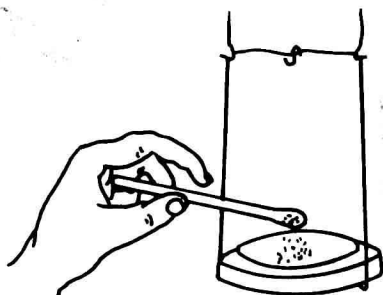


图 2-2 固定质量称量法姿势

称量时要注意:

(1) 加入样品时必须将天平升降枢关闭(将天平横梁托起),再用右手慢慢开启升降枢,观察指针偏移方向,判断样品加入量是多或是少;左手所持牛角匙应把匙顶部顶在掌心,左手拇指、中指及掌心拿稳牛角匙,以食指轻弹(最好轻摩)牛角匙柄(见图 2-2),让样品慢慢抖入表面皿中,这时盛样品的牛角匙位于表面皿中心上方约 2~3 cm 处,右手不离开升降枢,并随时半开天平,从指针偏移方向决定增减样品,注意增减样品时关闭升降枢。

(2) 当增减样品到天平指针不太偏移时,将持牛角匙的左手从天平左侧门收回,关好天平门,右手将升降枢完全打开,从光幕上观察指针是否回到原来空表面皿时的平衡位置,否则再适当增减样品,以达到原平衡点为止。

(3) 增减样品时,绝不能将样品散落在天平左盘表面皿以外的地方。

(4) 称好的样品必须定量地从表面皿转移到接受器(如烧杯)中,若表面皿上沾附少量样品,可用蒸馏水吹洗入接受器。

3. 递减(差减)称量法

对容易吸水、氧化或与 CO_2 反应的样品,不能直接加到表面皿上称量,应采用递减称量法。方法是:将样品装在称量瓶中,称出其质量,再从称量瓶中倒出需称出的适量样品在接受器中,再称取称量瓶和所盛样品的质量,两次质量之差即为称得样品的质量。

称量操作是:将适量固体试样装入洁净干燥的称量瓶中,保存于干燥器内,称量时用纸条夹住称量瓶(见图 2-3),置于天平的左盘中,在右盘中加砝码准确称出其质量,设为 m_1