

高等院校制药化工材料类专业实验系列教材

基础实验 III

(分析化学实验)

Basic

Experiment

浙江台州学院医药化工学院组编

主 编 贾文平

副主编 韩得满 李 芳 黄 凌 裘 端



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS

浙江大学出版社

基 础 实 验 III

(分析化学实验)

主 编:贾文平

副主编:



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS

浙江大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

基础实验 .3, 分析化学实验 / 贾文平主编; 浙江台州
学院医药化工学院组编. — 杭州: 浙江大学出版社, 2011.10
ISBN 978-7-308-09142-8

I. ①基… II. ①贾… ②浙… III. ①分析化学—化
学实验—高等学校—教材 IV. ①06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 193980 号

基础实验Ⅲ(分析化学实验)

贾文平 主编

浙江台州学院医药化工学院 组编

丛书策划 季 峥

责任编辑 季 峥

封面设计 六@ 联合视务

出版发行 浙江大学出版社

(杭州天目山路 148 号 邮政编码 310007)

(网址: <http://www.zjupress.com>)

排 版 浙江时代出版服务有限公司

印 刷 富阳市育才印刷有限公司

开 本 787mm×1092mm 1/16

印 张 8.5

字 数 200 千

版 印 次 2011 年 10 月第 1 版 2011 年 10 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978-7-308-09142-8

定 价 19.00 元

版权所有 翻印必究 印装差错 负责调换

浙江大学出版社发行部邮购电话 (0571) 88925591

序

近年来,各高等院校为提高实验教学质量,以创建国家、省、市级实验教学中心为契机,通过以创新实验教学体系为突破口,努力探索构建实验教学和理论课程紧密衔接、理论运用与实践能力相互促进的实验教学体系,并取得了成效。为适应高等教育的发展,浙江台州学院于2004年将原归属于医药化工学院的化学、制药、化工、材料类各基础实验室和专业实验室进行多学科合并重组,建立了校级制药化工实验教学中心。此实验中心于2007年获得了省级实验教学示范中心立项。经过几年的探索和实践,实验中心建立了以“基础实验—专业技能实验—综合应用实验—设计研究实验”四个层次为实验主体模块的实验教学体系。

在新建立的实验教学体系中,基础实验模块含“基础实验Ⅰ(无机化学实验)”、“基础实验Ⅱ(有机化学实验)”、“基础实验Ⅲ(分析化学实验)”三门课程,主要包括“基本操作”、“物质的制备及基本性质”、“物质的分离与提纯”、“物质的分析”四部分内容,旨在通过该模块的实验教学,使各专业学生通过基础实验来理解和掌握必备的基础理论知识和基本操作技能;专业技能实验模块含“中级实验Ⅰ(物理化学实验)”、“中级实验Ⅱ(现代分析测试技术实验)”、“中级实验Ⅲ(化学工程实验)”三门课程,主要包括“物理量及参数测定”、“化工过程参数测定”及“仪器仪表的实验技术及应用”三部分有关测量技术和应用的实验内容,旨在通过该模块的实验教学,使各专业学生通过实验来理解和掌握必备的专业理论知识和实验技能,然后在此基础上提升各专业学生的专业基本技能;综合应用实验模块含“综合实验A(化学、化工、制药类专业)”、“综合实验B(材料类)”两门课程,该实验模块根据各专业的人才培养方案来设置相应的专业大实验和综合性实验,旨在通过该模块的实验教学,使各专业学生能在教师的指导和帮助下自主运用多学科知识来设计实验方案,完成实验内容,科学表征实验结果,进一步提高其专业基本技能、应用知识与技术的能力、综合应用能力;设计研究实验模块包括课程设计、毕业设计及毕业论文、学生科研等,该模块的实验属于研究设计性实验,学生将设计性实验与毕业论文、科研课题相结合,在教师的指导下进行阶段性系统研究,提高其综合应用能力和科学研究能力,着重培养创业创新意识和能力。

上述以四个实验模块为主体构建的实验教学体系经过几年的教学实践已取得了初步成效。为此,在浙江大学出版社的支持下,我们组织编写了这套适用于高等本科院校化



学、化学工程与工艺、制药工程、环境工程、生物工程、材料化学、高分子材料与工程等专业使用的系列实验教材。

本系列实验教材以国家教学指导委员会提出的《普通高等学校本科化学专业规范》中的“化学专业实验教学基本内容”为依据,按照应用型本科院校对人才素质和能力的培养要求,以培养应用型、创新型人才为目标,结合各专业特点,参阅相关教材及大多数高等院校的实验条件编写。编写时注重实验教材的独立性、系统性、逻辑性,力求将实验基本理论、基础知识和基本技能进行系统的整合,以利于构建全面、系统、完整、精炼的实验课程教学体系和内容;在具体实验项目选择上除注意单元操作技术和安排部分综合实验外,更加注重实验在化工、制药、能源、材料、信息、环境及生命科学等领域上的应用,结合生产生活实际;同时注重了实验习题的编写,以体现习题的多样性、新颖性,充分发挥其在巩固知识和拓展思维方面的多种功能。

浙江台州学院医药化工学院

前 言

本教材是“高等院校制药化工材料类专业实验系列教材”之一。本教材共分 2 篇 4 章:第 1 篇主要介绍分析化学实验基本知识与基本操作技术;第 2 篇选编了分析化学基本操作与验证性实验、应用性与综合性实验这两大方面的 39 个实验项目,涉及分析化学实验与近化类专业的工业分析实验项目等内容。

参加本教材编写工作的有贾文平(第 1、2 章,实验 28、29 和附录)、韩得满(实验 19、20、30~33、35、38)、李芳(实验 1~9、24)、黄凌(实验 17、18、21~23、25、34、36、37)和裘端(实验 10~16、26、27、39)等,梁华定、潘富友老师参加了本教材编写大纲的制定和部分书稿的审定工作,张利龙、刘贵花、李嵘嵘等老师参加本书部分实验的预试,全书由贾文平统稿并担任主编。

由于编者水平有限,书中难免会有不当之处,敬请读者指正。

编 者

2011 年 7 月 31 日



目 录

第 1 篇 分析化学实验基础知识

第 1 章 分析化学实验的基本要求	(1)
1.1 实验的预习和准备	(1)
1.2 实验数据的记录及处理	(1)
1.3 实验报告的撰写	(2)
1.4 实验成绩的评定	(2)
第 2 章 分析化学实验的基本操作技术	(3)
2.1 滴定分析主要仪器与基本操作	(3)
2.2 重量分析主要仪器与基本操作	(5)
2.3 分光光度法主要仪器与基本操作	(9)

第 2 篇 分机化学实验

第 3 章 基本操作与验证性实验	(12)
实验 1 容量仪器的校准	(12)
实验 2 酸碱标准溶液的配制与标定	(14)
实验 3 纯碱中 Na_2CO_3 和 NaHCO_3 含量的测定	(18)
实验 4 烧碱中 NaOH 和 Na_2CO_3 含量的测定	(20)
实验 5 有机酸摩尔质量的测定	(22)
实验 6 EDTA 溶液浓度的标定及天然水总硬度的测定	(23)
实验 7 石灰石或白云石中钙、镁含量的测定	(26)
实验 8 铋铅混合液中铋、铅含量的连续测定	(29)
实验 9 铝合金中铝含量的测定	(30)
实验 10 高锰酸钾溶液浓度的标定及过氧化氢含量的测定	(33)
实验 11 重铬酸钾法测定铁矿石中全铁含量(无汞定铁法)	(35)
实验 12 溴酸钾法测定苯酚含量	(38)
实验 13 硫代硫酸钠溶液浓度的标定及铜合金中铜含量的测定	(40)
实验 14 硫化钠总还原能力的测定	(43)
实验 15 莫尔法测定氯化物中氯含量	(45)
实验 16 佛尔哈德法测定氯化物中氯含量	(47)



实验 17	可溶性硫酸盐中硫含量的测定	(49)
实验 18	氯化钡纯度的测定	(51)
实验 19	邻二氮菲分光光度法测定铁含量的条件实验	(53)
实验 20	邻二氮菲分光光度法测定铁及其配合物的组成	(55)
第 4 章	应用性与综合性实验	(58)
实验 21	甲醛法测定硫酸铵中氮含量	(58)
实验 22	氟硅酸钾法测定硅酸盐中二氧化硅含量	(60)
实验 23	食用白醋中乙酸含量的测定	(62)
实验 24	胃舒平片剂中 Al_2O_3 和 MgO 含量的测定	(63)
实验 25	维生素 C 片剂中抗坏血酸含量的测定	(66)
实验 26	水样中化学耗氧量(COD)的测定	(67)
实验 27	碘量法测定葡萄糖注射液中葡萄糖含量	(70)
实验 28	沉淀重量法测定盐酸黄连素含量	(72)
实验 29	高锰酸钾法测定补钙剂中钙含量	(73)
实验 30	萃取光度法测定合金钢中钒含量	(75)
实验 31	萃取光度法测定环境水样中微量铅含量	(77)
实验 32	催化光度法测定人发中痕量锰含量	(79)
实验 33	分光光度法测定水体中铬含量	(81)
实验 34	钢铁中微量镍含量的测定	(82)
实验 35	食品中亚硝酸盐含量的测定	(85)
实验 36	$\text{HCl-NH}_4\text{Cl}$ 混合溶液中各组分含量的测定	(86)
实验 37	福尔马林中甲醛含量的测定	(89)
实验 38	硅酸盐水泥中 SiO_2 和 Fe 、 Al 、 Ca 、 Mg 含量的测定	(92)
实验 39	盐酸氯丙嗪片剂的检验	(95)
实验习题		(98)

附 录

附录 1	元素的相对原子质量表	(116)
附录 2	化合物的相对分子质量表	(117)
附录 3	常用坩埚及适用熔剂	(120)
附录 4	常用酸碱试剂的密度、摩尔浓度及质量分数	(121)
附录 5	常用缓冲溶液的配制	(121)
附录 6	常用指示剂	(122)
附录 7	定量分析化学实验常用仪器清单	(126)
附录 8	常用分析化学术语(汉英对照)	(126)

第1章 分析化学实验的基本要求

分析化学是一门实践性很强的学科,分析化学实验与分析化学理论教学紧密结合,是化学师范、化学工程与工艺、制药工程、高分子材料与工程、材料化学、环境工程、科学教育、生物科学、生物工程、医学检验等专业的基础课程之一。

学生通过本课程的学习,可以加深对分析化学基本概念和基本理论的理解;正确和熟练地掌握分析化学实验基本操作,学习分析化学实验的基本知识,掌握典型的化学分析实验方法;树立“量”的概念,运用误差理论和分析化学理论知识,找出影响分析实验结果准确度和精密度的主要因素,学会正确、合理地选择实验条件和实验仪器,科学处理实验数据,保证实验结果准确可靠;培养良好的实验习惯、实事求是的科学态度和严谨细致的工作作风;提高观察、分析和解决问题的能力,为学习后续课程和将来从事相关工作打下良好的基础。

分析检验不仅要求学生具备扎实的实验基础知识与实验室安全知识,同时还要熟悉实验用水的制备、常用试剂的使用与保存、分析天平的操作与样品(试剂)称量,掌握滴定分析、重量分析及分光光度法等基本操作技能。

1.1 实验的预习和准备

- 1.按照预习要求,复习或准备相关知识,明确实验目的,熟悉实验原理。
- 2.草拟实验提纲,撰写预习报告。根据实验内容,简要列出实验程序与操作方法,不要照抄教材,要在理解的基础上将实验原理、内容、步骤进行提炼与简化。
- 3.熟悉实验所需的仪器和试剂,做好必要的计算(如基准物质、试样等的所需量)。
- 4.预先做好设计数据记录表格等工作,以便及时、如实记录数据和现象。

1.2 实验数据的记录及处理

定量分析的任务是准确测定试样中有关组分的含量。为了得到准确的分析结果,不仅要精确地进行各种测量,还要正确地记录实验数据和报告分析结果。分析结果的数据不但能表达试样中待测组分的含量,还能反映测量的准确度。因此,学会正确地记录实验数据、书写实验报告,是分析人员不可缺少的基本业务素质。

原始记录是科学实验最宝贵的第一手材料,应以实事求是的科学态度准确、客观地记录各项有关数据和现象,切忌夹杂主观因素。即使实验数据不理想,也只能认真地分析原因,决不能伪造或拼凑数据。记录数据应注意以下几点:

- 1.数据要用钢笔或圆珠笔记录在专用记录纸上,不能使用铅笔,以免模糊不清造成失误。



2. 记录纸上要写明实验名称、实验日期、测定次数、实验数据、操作人及特殊仪器的型号和标准溶液的浓度等信息。

3. 数据记录要及时、清晰、真实和准确。记录纸上的每一个数据都是测量结果,平行测定时,即使得到完全相同的数据也应如实记录下来。如果数据要改动,应将错误数据用横线划去,并在其上方写出正确数字,不要在原来的数据上进行涂改。切忌夹杂主观因素,坚决杜绝随意拼凑和伪造数据等现象。

4. 注意有效数字位数。应根据测量仪器的性能和实验的具体要求,保留应有的有效数字,其数字的准确度要与分析仪器的准确度一致。如常量滴定管和吸量管的读数应记录至 0.01 mL。

5. 实验结束后,应该对平行测定结果是否超出误差范围,是否需要重新测定等进行核对,准确无误后,对实验数据与误差进行必要的处理,做出合理的分析结果。

1.3 实验报告的撰写

实验报告是总结实验情况、分析实验现象、解释实验问题、归纳实验结果、锻炼学习能力、提高学术写作水平的不可缺少的实践性环节。独立撰写完整而规范的实验报告,是一名分析工作者必须具备的能力,也是处理实验数据、综合实验信息的能力的体现。因此,实验结束后,要及时按要求完成实验报告的撰写工作。

实验报告要反映“五要”原则,即术语要规范,表述要简明,字迹要清晰,报告要整洁,实验原理要简捷而无遗漏。实验报告的正文应包括以下方面:

1. 实验目的。
2. 实验原理。例如,滴定分析实验的实验原理应包括滴定反应式、测定方法、测定条件、指示剂的选择与使用及终点现象等。
3. 主要仪器与试剂。包括特殊仪器的型号及标准溶液的浓度。
4. 实验内容。要按操作的先后顺序,用框图与箭头或文字将实验步骤进行简要表述。
5. 数据处理与结果。采用本书提供或自行设计的表格,清晰、规范地列出实验数据的结果。其中可以包括测定次数、测定结果及其平均值、相对平均偏差、结果计算式等内容。所有实验数据应使用法定计量单位。
6. 误差分析与讨论。分析误差产生的原因、实验中的注意事项、实验的改进措施等;同时,针对实验中出现的进行讨论,对实验方法、教学方法、实验内容等提出自己的意见或建议。
7. 实验思考题。为进一步了解学生对实验原理与方法的掌握程度,及时解决学习中出现的问题,学生对在预习过程中思考的问题及教材中所列的思考题,可一并做出回答并写入实验报告。

1.4 实验成绩的评定

实验成绩的综合评定可参考五个方面进行:① 预习(5%);② 原始记录(10%);③ 实验操作(35%);④ 纪律与卫生(10%);⑤ 结果报告(占 40%)。

(贾文平编)

第2章 分析化学实验的基本操作技术

2.1 滴定分析主要仪器与基本操作

在滴定分析中,滴定管、容量瓶、移液管和吸量管是准确测量溶液体积的量器。通常,体积测量相对误差比重分析要大。而分析结果的准确度是由误差最大的那项因素所决定的,因此,必须准确测量溶液的体积以得到正确的分析结果。溶液体积测量的准确度不仅取决于所用量器是否准确,更重要的是取决于准备和使用量器是否正确。现将滴定分析常用器皿及其基本操作分述如下:

2.1.1 滴定管

滴定管是滴定时用来准确测量流出标准溶液体积的量器。它的主要部分管身是用细长而且内径均匀的玻璃管制成,上面刻有均匀的分度线,下端的流液口为一尖嘴,中间通过玻璃旋塞或乳胶管连接以控制滴定速度。常量分析用的滴定管的总容量为 50mL 和 25mL,最小刻度为 0.1mL,读数可估计到 0.01mL。

滴定管一般分为两种(图 2-1):一种是酸式滴定管;另一种是碱式滴定管。酸式滴定管的下端有玻璃活塞,可盛放酸液及氧化剂,不宜盛放碱液。碱式滴定管的下端连接一橡皮管,内放一玻璃珠,以控制溶液的流出,下面再连一尖嘴玻管,这种滴定管可盛放碱液,而不能盛放酸或氧化剂等腐蚀橡皮的溶液。

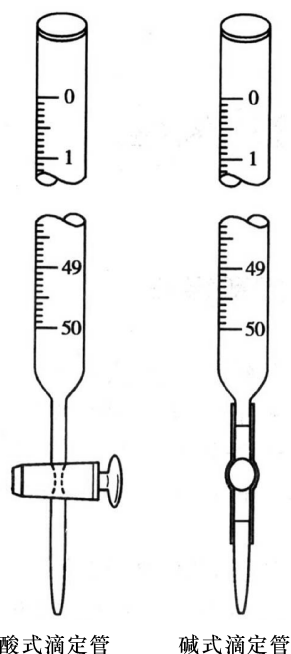
滴定管的使用方法为:

1. 洗涤

使用滴定管前先用自来水洗,再用少量蒸馏水淋洗两三次,每次 5~6mL,洗净后,管壁上不应附着有液滴,最后用少量滴定用的待装溶液洗涤 2 次,以免加入滴定管的待装溶液被蒸馏水稀释。

2. 装液

将待装溶液加入滴定管中到“0”刻度线以上,开启旋塞或挤压玻璃球,把滴定管下端的气泡逐出,然后把管内液面的位置调节到“0”刻度线。排气的方如下:如果是酸式滴定管,可使溶液急速下流驱去气泡,如为碱式滴定管,则可将橡皮管向上弯曲,并在稍高于玻璃珠所在处用两手指挤压,使溶液从尖嘴口喷出,气泡即可除尽(图 2-2)。



酸式滴定管

碱式滴定管

图 2-1 滴定管



3. 读数

常用滴定管的容量为 50 mL, 每一大格为 1 mL, 每一小格为 0.1 mL, 读数可读到小数点后两位。读数时, 滴定管应保持垂直。视线应与管内液体弯月面的最低处保持水平, 偏低或偏高都会带来误差(图 2-3)。

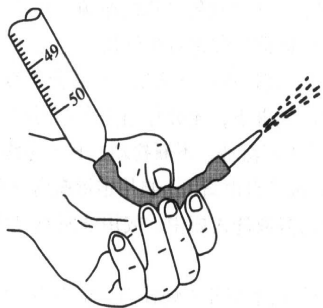


图 2-2 碱式滴定管排气

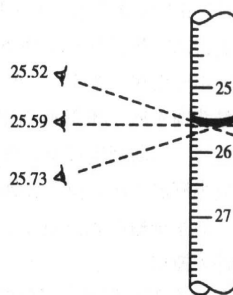


图 2-3 目光在不同位置得到的滴定管读数

4. 滴定

滴定开始前, 先把悬挂在滴定管尖端的液滴除去。滴定时用左手控制阀门, 右手持锥形瓶, 并不断旋摇, 使溶液均匀混合(图 2-4)。将到滴定终点时, 滴定速度要慢, 要一滴一滴地滴入, 防止过量, 并且用洗瓶挤少量水淋洗瓶壁, 以免有残留的液滴未起反应。最后, 必须等滴定管内液面完全稳定后方可读数。

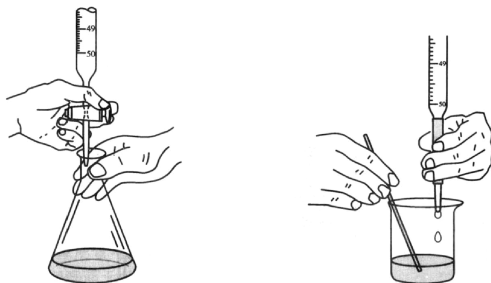


图 2-4 滴定操作

2.1.2 容量瓶

容量瓶是用来精确配制一定体积和一定浓度溶液的量器。如用固体物质配制溶液, 应先将固体物质在烧杯中溶解后, 再将溶液转移至容量瓶中。转移时, 要使玻璃棒的下端靠近瓶颈内壁, 使溶液沿玻璃棒缓缓流入瓶中, 再从洗瓶中挤出少量水淋洗烧杯及玻璃棒两三次, 并将其转移到容量瓶中(图 2-5)。接近标线时, 要用滴管慢慢滴加, 直至溶液的弯月面与标线相切为止。塞紧瓶塞, 用左手食指按住塞子, 将容量瓶倒转几次直到溶液混匀为止(图 2-6)。容量瓶的瓶塞是磨口的, 一般是配套使用。

容量瓶不能久贮溶液, 尤其是碱性溶液, 它会侵蚀瓶塞使其无法打开。也不能用火直接加热及烘烤。使用完毕后应立即洗净。如长时间不用, 磨口处应洗净擦干, 并用纸片将磨口隔开。

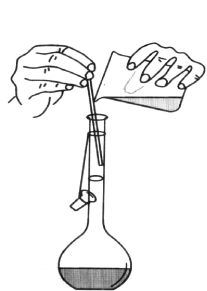


图 2-5 溶液转移入容量瓶

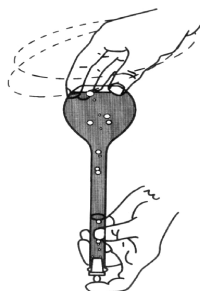


图 2-6 混匀操作

2.1.3 移液管

移液管用于准确移取一定体积的溶液。通常有两种形状:一种移液管中间有膨大部分,称为胖肚移液管;另一种是直形的,管上有分刻度,称为吸量管(图 2-7)。

移液管在使用前应洗净,并用蒸馏水润洗 3 遍。使用时,洗净的移液管要用被吸取的溶液润洗 3 遍,以除去管内残留的水分。吸取溶液时,一般用左手拿洗耳球,右手把移液管插入溶液中吸取。当溶液吸至标线以上时,马上用右手食指按住管口,取出,微微移动食指或用大拇指和中指轻轻转动移液管,使管内液体的弯月面慢慢下降到标线处,立即压紧管口,把移液管移入另一容器(如锥形瓶)中,并使管尖与容器壁接触,放开食指让液体自由流出,流完后再等 15s 左右(图 2-8)。残留于管尖内的液体不必吹出,因为在校准移液管时,未把这部分液体体积计算在内。

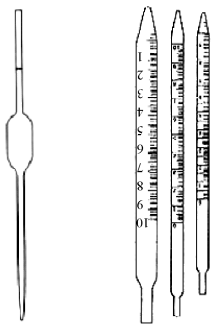


图 2-7 移液管与吸量管

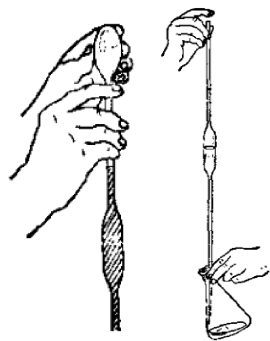


图 2-8 移液管的吸液与放液操作

使用刻度吸管时,应将溶液吸至最上刻度处,然后将溶液放出至适当刻度,两刻度之差即为放出溶液的体积。

2.2 重量分析主要仪器与基本操作

重量分析包括挥发法、萃取法、沉淀法和电解法,其中以沉淀法的应用最为广泛,在此仅介绍沉淀法的基本操作。沉淀法的基本操作包括:沉淀的进行,沉淀的过滤、洗涤、烘干或灼烧,称重等。为使沉淀完全、纯净,应根据沉淀的类型选择适宜的操作条件,对于每步操作都要细心地进行,以得到准确的分析结果。下面主要介绍沉淀的过滤、洗涤和转移的



基础知识和基本操作。

2.2.1 沉淀的过滤

根据沉淀干燥方式的不同,沉淀过滤常用滤纸或玻璃砂芯滤器。当沉淀采用高温灼烧时,则沉淀常用滤纸过滤;但若只是经干燥除去沉淀中的水分而恒重,宜用玻璃砂芯滤器,而不宜用滤纸(因为干燥滤纸易吸湿,重量不易恒定)。

1. 玻璃砂芯滤器

重量分析常用的玻璃砂芯滤器是玻璃砂芯坩埚(图 2-9)或玻璃砂芯漏斗。坩埚或玻璃砂芯近底部有一层用玻璃粉烧结成的滤板,按滤板微孔直径大小的不同可分为 6 种规格(表 2-1),重量分析可根据沉淀的性状选用不同号的滤器。最常用是 3 号或 4 号滤器,6 号可用于过滤细菌。

表 2-1 玻璃砂芯滤板编号与滤孔大小的对应关系

玻璃砂芯滤板编号	1	2	3	4	5	6
滤孔大小/ μm	80~120	40~80	15~40	5~15	2~5	<2

玻璃砂芯坩埚或玻璃砂芯漏斗使用前应先洗净并在指定的温度下干燥至恒重。用玻璃砂芯漏斗过滤,通常需用减压装置,如图 2-10 所示。而沉淀的洗涤和转移方法与下述用滤纸过滤的方法相同,最后使洗净的沉淀平铺于滤板上,并尽可能抽干,再进行下一步的干燥至恒重。

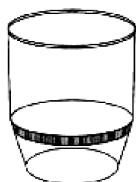


图 2-9 玻璃砂芯坩埚

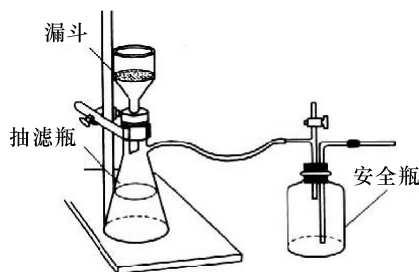


图 2-10 减压过滤装置

2. 滤纸的选择、折叠与安放

定量滤纸又称无灰滤纸(每张滤纸的灰分在 0.1mg 以下或准确已知)。由沉淀量和沉淀的性质决定选用大小和致密程度不同的快速、中速和慢速滤纸。晶形沉淀多用致密滤纸过滤(中速和慢速);无定形沉淀要用疏松的滤纸(快速)。常用滤纸直径为 7cm 和 9cm。由滤纸的大小选择合适的漏斗,放入的滤纸应比漏斗沿低约 0.5~1cm。

如图 2-11 所示:先将滤纸沿直径对折成半圆(见 1),再根据漏斗的角度的大小折叠(可以大于 90°,见 2)。折好的滤纸,一个半边为三层,另一个半边为单层,为使滤纸三层部分紧贴漏斗内壁,可将滤纸的上角撕下(见 3),并留做擦拭沉淀用。将折叠好的滤纸放在洁净的漏斗中,用手指按住滤纸,加蒸馏水至满,必要时用手指小心轻压滤纸,把留在滤

纸与漏斗壁之间的气泡赶走,使滤纸紧贴漏斗并使水充满漏斗颈形成水柱,以加快过滤速度。

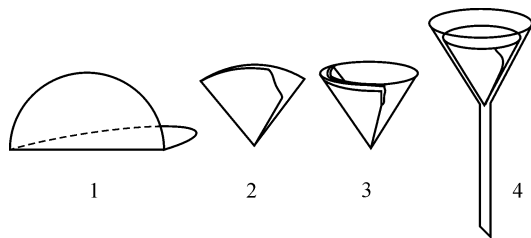


图 2-11 滤纸的折叠和安放

3. 沉淀的过滤

一般多采用倾泻法过滤。操作如图 2-12 所示:将漏斗置于漏斗架上,接受滤液的洁净烧杯放在漏斗下面,使漏斗颈下端在烧杯边沿以下 3~4cm 处,并与烧杯内壁靠紧。先将沉淀倾斜静置,然后将上层清液小心倾入漏斗滤纸中,使清液先通过滤纸,而沉淀尽可能地留在烧杯中,尽量不搅动沉淀。操作时一手拿住玻璃棒,使之与滤纸近于垂直,玻璃棒位于三层滤纸上,但不和滤纸接触。另一只手拿住盛沉淀的烧杯,烧杯嘴靠住玻璃棒,慢慢将烧杯倾斜,使上层清液沿着玻璃棒流入滤纸中,随着滤液的流注,漏斗中液体的体积增加,至滤纸高度的 2/3 处,停止倾注(切勿注满)。停止倾注时,可沿玻璃棒将烧杯嘴往上提一小段,扶正烧杯;在扶正烧杯以前不可将烧杯嘴离开玻璃棒,并注意不让沾在玻璃棒上的液滴或沉淀损失,把玻璃棒放回烧杯内,但勿把玻璃棒靠在烧杯嘴部。

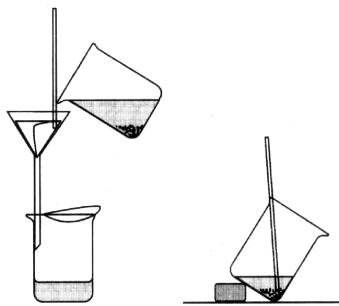


图 2-12 倾泻法过滤操作和倾斜静置

2.2.2 沉淀的洗涤和转移

1. 沉淀的洗涤

一般也采用倾泻法,为提高洗涤效率,按“少量多次”的原则进行。即加入少量洗涤液,充分搅拌后静置,待沉淀下沉后,倾泻上层清液,再重复操作数次后,将沉淀转移到滤纸上。

2. 沉淀的转移

在烧杯中加入少量洗涤液,将沉淀充分搅起,立即将悬浊液一次转移到滤纸中。然后用洗瓶吹洗烧杯内壁、玻璃棒,再重复以上操作数次,这时在烧杯内壁和玻璃棒上可能仍残留少量沉淀,可用撕下的滤纸角擦拭,放入漏斗中。然后按图 2-13 所示进行最后冲洗。

沉淀全部转移完后,再在滤纸上进行洗涤,以除尽全部杂质。注意:在用洗瓶冲洗时是自上而下螺旋式冲洗(图 2-14),以使沉淀集中在滤纸锥体最下部,重复多次,直至检查无杂质为止。





图 2-13 沉淀的转移操作

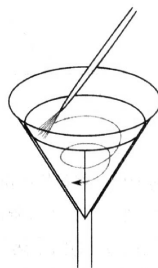


图 2-14 在滤纸上洗涤沉淀

2.2.3 沉淀的干燥、灼烧与恒重

1. 沉淀的干燥

(1) 干燥器

干燥器是一种保持物品干燥的玻璃器皿,内盛干燥剂,使物品不受外界水分的影响,常用于放置坩埚或称量瓶。干燥器内有一带孔白瓷板,瓷板下面放置适量的干燥剂。干燥器盖边沿的磨砂部分应涂上一层凡士林,这样可以使盖子密合而不漏气。由于涂有凡士林,开启干燥器时,应用双手分持盖与底,慢慢推开,如图 2-15 所示。

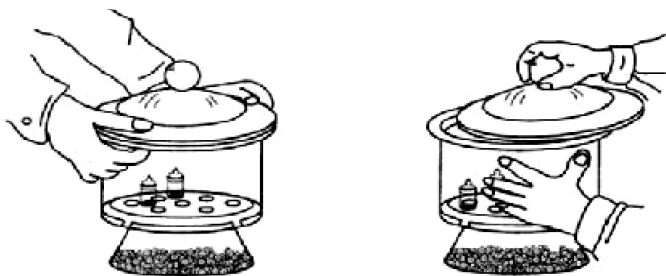


图 2-15 干燥器搬移及打开干燥器的方法

(2) 干燥与恒重

测定样品失重或干燥沉淀的重量,都需干燥至恒重。盛装样品或沉淀的器皿(如称量瓶或玻璃砂芯坩埚等)应事先干燥至恒重并记录重量后方能使用,且器皿的干燥温度必须与被测物的干燥温度相同,每次在干燥器中放冷的时间也应当一致。样品或沉淀应铺成薄层,以利干燥。

干燥通常在电热恒温干燥箱中加热干燥,温度应根据测定方法要求预先调节控制。干燥箱温度的可调范围一般不超过 250°C 或 300°C 。需要干燥至恒重的空器皿或有内容物的器皿,在指定的温度下加热一定时间后,立即移入干燥器内,密闭条件下冷却 $20\sim 30\text{min}$,随即取出称量,并记录重量。然后再以同样温度加热一定时间,如上重复操作并称量一次。若两次称量所得重量之差超过恒重的要求(一般为 0.3mg),则需继续重复操

作,直至连续两次称量的差值不超过规定的范围即为恒重。

2. 沉淀的炭化和灰化

沉淀洗涤干净后,将漏斗上的沉淀连同滤纸取下,摊平成半圆,将沉淀裹成小圆柱包(图 2-16)后,放入已恒重的坩埚(注意:滤纸层数较多的部分朝上,以利滤纸的灰化)中做进一步的炭化与灰化操作。

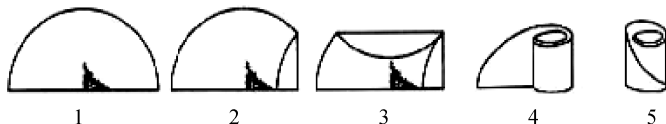


图 2-16 沉淀的包裹

将盛放有沉淀滤纸包的坩埚放在泥三角或电炉上,用小火缓慢加热以除去其中的水分。烤干后,应先在电炉或火焰上用较低的温度加热进行干燥(图 2-17a),也可用灯焰小火在坩埚底部加热(图 2-17b),将火焰移向坩埚底部,小火加热至滤纸逐渐变为炭黑或炭化。炭化过程须防止样品或滤纸着火燃烧,如火焰温度过高使滤纸燃烧,应立即移去火焰,加盖密闭坩埚即可使火熄灭(注意:切勿用嘴吹熄,以防沉淀散失)。待全部炭化后,加大火焰,并不时地用坩埚钳旋转坩埚,直至炭黑全部烧掉完全灰化为止。

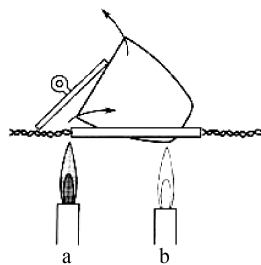


图 2-17 沉淀在坩埚中的干燥(a)和炭化(b)

在干燥过程中,加热不可太急,否则坩埚遇水容易破裂,同时沉淀中的水分也会因猛烈气化而将沉淀冲出。

3. 沉淀的灼烧

测定灰分、炽灼残渣或将沉淀灼烧成称量形式都需经过灼烧并要求恒重。灼烧常用瓷坩埚为容器,所用坩埚需预先用相同条件灼烧至恒重,记录坩埚重量后使用。灼烧温度一般在 500°C 以上,可在煤气灯或喷灯上灼烧,也可在高温电炉(马弗炉)中灼烧。高温电炉一般有温度调控器,用以控制灼烧温度,最高温度可达 1000°C 左右。

在煤气灯或喷灯上灼烧时,样品或沉淀灰化后,将坩埚竖直,加大火焰,灼烧一定时间(如 BaSO_4 沉淀约 15min, Al_2O_3 约 30min),逐渐减小火焰,最后熄灭。让坩埚在空气中稍冷至用手背靠近坩埚有微热感觉时,用坩埚钳将坩埚转移至干燥器中,放置一定时间(一般 30min),冷至室温称量。重复灼烧操作至恒重。

若用高温电炉灼烧时,应在灰化后,用特制的长柄坩埚放入高温电炉内,加盖防止污物落入坩埚。恒温加热一定时间后,先将电源关闭,然后打开炉门,将坩埚移至炉口附近,取出后放在石棉网上,在空气中冷至微热时移入干燥器中,冷却至室温后称重,重复上述步骤直至恒重。

2.3 分光光度法主要仪器与基本操作

分光光度法是基于物质的分子或离子对入射光的选择性吸收来实现对物质组成分析

