

中国矿业大学新世纪教材建设工程资助教材

化工专业实验

主编 吴国光

Huagong Zhuanye Shiyan

Huagong Zhuanye Shiyan

中国矿业大学出版社

TQ016
W-348

中国矿业大学新世纪教材建设工程资助教材

化工专业实验

主 编 吴国光

中国矿业大学出版社

前 言

本书是化学工程与工艺专业的实验教材。为培养学生处理实验数据和综合分析的能力,书中对实验记录和实验结果处理提出了基本要求,设计了部分实验的规范化数据记录格式作为示范,希望学生通过预习,能在实验中注意观察实验现象、及时记录实验数据,并设计出合适的记录表格。为加深对基础理论知识的理解和掌握,我们还针对本书每个实验提出了思考题,供学生实验结束时讨论和分析。

本书的特点是内容比较齐全,包括了煤化工、精细化工、有机化工和高分子化工比较典型的专业实验,既保持了原煤炭院校煤化工专业实验的特色,又拓展了其他化工领域的专业实验内容。

本着因材施教的原则,使用本书时可以根据教学计划和教学大纲的要求,从中挑选所需实验作为教学内容。

本书的第一章、实验十至实验十七、实验十九、实验二十三、实验二十四、附录由褚睿智编写,实验一至实验九、实验十八、实验二十一、实验二十二和实验二十五由吴国光编写,实验二十由孟献梁编写,实验二十六由万永周编写,实验二十七至实验二十九由张颖鹤编写。全书由吴国光主编。

本书的编写得到了中国矿业大学教务处、化工学院的老师和同行们的大力支持,在本书付梓之际,谨向他们表示真诚的谢意!并向被引用资料的编著者表示感谢!

限于编者水平和时间仓促,书中疏漏和错误之处在所难免,恳请读者批评指正!

编 者

2005.5

目 录

第一章 化工专业实验基础知识及实验技术	1
第一节 化工专业实验须知	1
第二节 实验室常用玻璃器皿	3
第三节 实验室常用仪器的原理及操作方法	7
第二章 煤化工实验	20
实验一 有机物的元素组成测定	20
实验(一) 煤中碳氢元素的测定	20 ✓
实验(二) 煤中氮元素的测定	27 ✓
实验(三) 煤中全硫含量的测定	31 ✓
实验二 煤的工业分析	44
实验(一) 空气干燥煤样水分的测定	45 ✓
实验(二) 煤中全水分的测定	49 ✓
实验(三) 煤灰分产率的测定	51 ✓
实验(四) 煤挥发分产率的测定及固定碳的计算	54 ✓
实验三 煤的发热量测定	57
实验四 反应活性的测定	66
实验五 烟煤粘结指数的测定	72
实验六 煤炭着火点的测定	76
实验七 煤灰熔融性的测定	80
实验八 煤气成分分析	84
实验(一) 煤气成分的化学吸收法	84
实验(二) 煤气成分的气相色谱分析法	88
实验九 煤气热值的测定	92
第三章 精细化工实验	98
实验十 十二烷基苯磺酸钠的合成	98

实验十一	十二烷基二甲基甜菜碱的合成	101
实验十二	水溶性酚醛树脂胶的制备	102
实验十三	聚醋酸乙烯乳胶漆的配制	104
实验十四	聚乙烯醇缩甲醛胶的合成	109
实验十五	洗发香波的配制	113
实验十六	洗洁精的配制	118
实验十七	雪花膏的配制	120
第四章	有机化工实验	123
实验十八	动态法测定碳八芳烃的分离系数	123
实验十九	茶叶中咖啡碱的提取与分离	126
实验二十	谷氨酸的结晶提纯	128
实验二十一	γ -三氧化二铝的制备和性能测定	131
实验二十二	四氯化碳吸附测定固体催化剂的比孔容积	135
实验二十三	丙烯酸异丁酯的合成	138
实验二十四	醋酸乙烯酯的合成	144
实验二十五	乙醇催化脱水反应	150
实验二十六	苯液相加氢制环己烷	154
第五章	高分子化工实验	158
实验二十七	不饱和聚酯树脂及玻璃增强塑料	158
实验二十八	粘度法测定高聚物分子量	160
实验二十九	环氧氯丙烷的阳离子聚合	164
附录		167
附录 1	常用元素原子量表	167
附录 2	单位换算	167
附录 3	常用酸碱溶液相对密度及百分组成	169
附录 4	各类有机物常用的干燥剂	176
附录 5	某些指示剂在酸碱性中的变色范围	177
参考文献		178

第一章 化工专业实验基础知识及实验技术

第一节 化工专业实验须知

一、化工专业实验的目的

根据教学计划的规定,化工专业实验是独立设置的专业必修课之一。它与其他专业必修课密切配合,相辅相成,共同完成必需的专业课教学。本课程主要通过实验教学的形式,达到如下目的:

(1) 使学生在前修实验课的基础上,进一步巩固和提高实验操作技能和使用现代化仪器设备的能力。

(2) 培养学生综合运用前修课程的知识,正确观察、思考和分析实验过程。

(3) 使学生养成理论联系实际、实事求是、严格认真的科学态度与良好的工作习惯。

二、化工专业实验的要求

为了保证实验的顺利进行,以达到预期的目的,要求学生必须做到:

(1) 充分预习。实验前要充分预习教材,同时要查问有关手册和参考资料,记录各种原料和产品的物性数据,并写出预习报告。实验时教师还要提问,没有写预习报告者和提问时回答不出问题者不得进行实验。

(2) 认真操作。实验时注意力要集中,操作要认真,仔细观察各种现象,积极思考,注意安全,保持整洁,无故不能擅自离开实验室。

(3) 做好记录。学生必须准备一本实验记录本,及时并如实地记录实验现象和数据,以便对实验现象作出分析和解释,必须养成随做随记的良好习惯,切不可在实验结束后凭记忆补写实验记录。

(4) 书写报告。实验结束后应写出实验报告,其内容可根据各个实验的具体情况自行组织。一般应包括实验日期、实验名称、原料规格、克分子比例、反应原理和方程式、操作步骤、结果与讨论、意见和建议等。报告应力求条理清楚、文字简练、结论明确、书写整洁。

三、实验室注意事项

(1) 必须遵守实验室的各项规章制度。听从教师的指导,尊重实验室工作人

员的职权。

(2) 实验过程中应保持桌面和仪器设备的整洁;应使水槽保持清洁畅通,严禁向水槽内丢入任何固体物;废物和垃圾应投入专用的废物箱内;废酸和废液应小心地分别倒入废液缸内。

(3) 爱护公物,注意节约水、电、煤气和药品等。

(4) 实验完毕后,值日生应做好清洁工作,检查水、电、煤气是否关好。在得到教师同意后才能离开实验室。

四、实验室安全

(1) 安全用电。一切电器设备必须有良好的绝缘,外壳应接地,不能用湿手进行操作。安装仪器设备或连接线路时,应最后接上电源;拆除实验装置或线路时,要首先切断电源。

(2) 实验中使用低沸点易燃有机溶剂时(如乙醚、丙酮、乙醇、苯等),不能直接用火加热,应远离火源。一旦着火,应用泡沫灭火器灭火。

(3) 许多有机化合物可通过人体的皮肤、呼吸道与消化道逐渐侵入血液系统以至全身各部,会引起各种疾病。如苯对肝脏和肾脏有害,使红细胞和血小板下降;苯酚对皮肤与粘膜有强烈腐蚀作用;三氯甲烷对肝、肾有特殊毒性;硝基苯、苯胺等可与血红蛋白结合产生中毒症状;联苯胺、2-萘胺、亚硝胺等均属于致癌物质,因此操作时要特别注意。

(4) 气体钢瓶的主要危险是爆炸和漏气,所以钢瓶应牢固地安放在阴凉、通风和远离热源或电源的地方。使用氯气钢瓶时应仔细检查阀门是否良好,并做好防护工作,以防事故发生;氢气钢瓶至少应离电气开关 2 m,与氧气钢瓶不能同时存放;氧气钢瓶的阀门和出气口绝不可被油脂或其他易燃有机物沾污,以防燃烧爆炸。铜瓶内气体不可用尽,一般要保持瓶内压力 $(9.8\sim 19.6)\times 10^5$ Pa,以免重新灌气时发生危险。

(5) 有腐蚀性或有毒气体产生的实验,应在通风橱中进行,产生的气体必须用吸收装置吸收。

(6) 碱熔反应时应戴上防护面具和橡皮手套,以防碱液溅出,灼伤眼睛和皮肤。

(7) 使用发烟硫酸、氯磺酸、发烟硝酸的实验必须在通风橱中进行,并戴好防护眼镜和橡皮手套。它们的稀释应在充分搅拌和良好冷却的条件下进行。防止灼伤眼睛和皮肤。

(8) 金属钠遇水易爆炸,废金属钠必须用乙醇小心处理,不准丢入水槽内。

(9) 汞蒸气通过呼吸道或皮肤会使人体中毒,若汞散落在地,应用吸管将汞吸起,剩余的汞用硫磺粉覆盖并摩擦,使之成为硫化汞而消除之。汞盐如氯化汞

(异汞)有剧毒。

第二节 实验室常用玻璃器皿

一、烧瓶

1. 平底烧瓶

平底烧瓶[见图 1-1(a)]适用于配制和贮存溶液,但不能用于减压实验。

2. 圆底烧瓶

圆底烧瓶能耐热和耐反应物(或溶液)沸腾以后所发生的冲击震动。短颈圆底烧瓶[见图 1-1(b)],瓶口结构坚实,在精细有机化合物的合成实验中最为常用。水蒸气蒸馏实验通常使用长颈圆底烧瓶[见图 1-1(c)]。

3. 锥形烧瓶

锥形烧瓶(简称锥形瓶)[见图 1-1(d)]常用于有机溶剂进行重结晶的操作,因为生成的结晶物容易从锥形烧瓶中取出来。锥形瓶通常也用作常压蒸馏实验的接收器,但不能用作减压蒸馏实验的接收器。

4. 三口烧瓶

三口烧瓶[见图 1-1(e)]最常用于需要进行搅拌的实验中。中间瓶口装搅拌

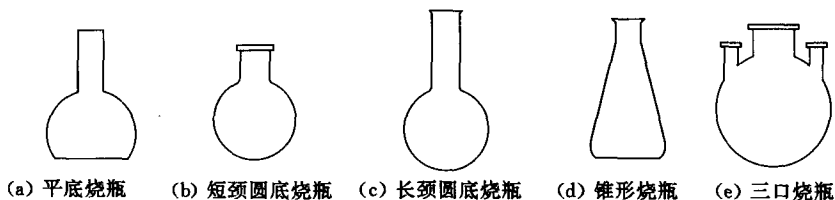


图 1-1 烧瓶

器,两个侧口装回流冷凝管和滴液漏斗或温度计等。

二、蒸馏烧瓶

1. 蒸馏烧瓶

蒸馏烧瓶[见图 1-2(a)]是在蒸馏时最常使用的仪器。

2. 克萊森蒸馏烧瓶

克萊森蒸馏烧瓶(简称克氏蒸馏烧瓶)[见图 1-2(b)]一般用于减压蒸馏实验,正口安装毛细管,带支管的瓶口插温度计。容易发生泡沫或暴

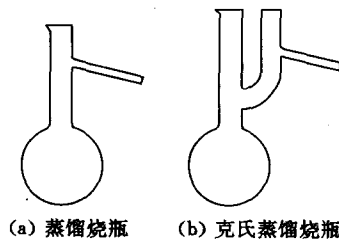


图 1-2 蒸馏烧瓶

沸的蒸馏也常使用这种蒸馏烧瓶。

三、冷凝管

1. 直形冷凝管

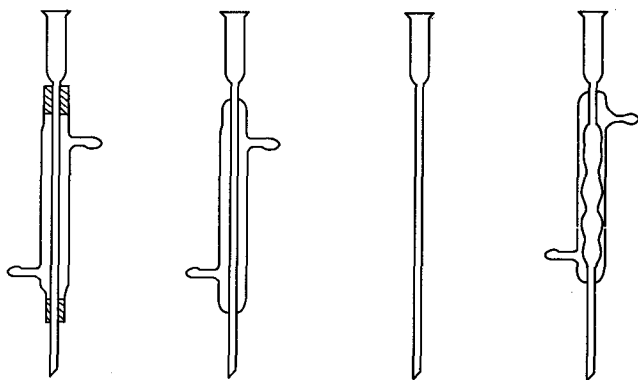
直形冷凝管分为两种：一种是内管和套管用橡皮塞连接起来的[见图 1-3(a)],另一种是内管和套管用玻璃熔接的[见图 1-3(b)]。蒸馏物质的沸点在 140°C 以下时,要在套管内通水冷却;但超过 140°C 时,第二种冷凝管往往会在内管和套管的接合处炸裂。

2. 空气冷凝管

空气冷凝管如图 1-3(c)所示。当蒸馏物质的沸点高于 140°C 时,常用它代替通冷却水的直形冷凝管。

3. 球形冷凝管

球形冷凝管[见图 1-3(d)]内管的冷却面积较大,对蒸气的冷凝有较好的效果,适用于加热回流的实验。



(a) 直形冷凝管1 (b) 直形冷凝管2 (c) 空气冷凝管 (d) 球形冷凝管

图 1-3 冷凝管

四、漏斗

(1) 长颈漏斗和短颈漏斗在普通过滤时使用[见图 1-4(a)、(b)]。

(2) 分液漏斗[见图 1-4(c)、(d)和(e)]用于液体的萃取、洗涤和分离;有时也可用于滴加试剂。

(3) 滴液漏斗[见图 1-4(f)]能把液体一滴一滴地加入反应器中。即使漏斗的下端浸没在液面下也能够明显地看到滴加的速度。

(4) 保温漏斗[见图 1-4(g)],也称热滤漏斗,用于需要保温的过滤。它是在普通漏斗的外面装上一个铜质的外壳,外壳与漏斗之间装水,用酒精灯加热侧面

的支管,以保持所需要的温度。

(5) 布氏(Buchner)漏斗[见图 1-4(h)]是瓷质的多孔板漏斗,在减压过滤时使用。小型多孔板漏斗[见图 1-4(k)]用于减压过滤少量物质。

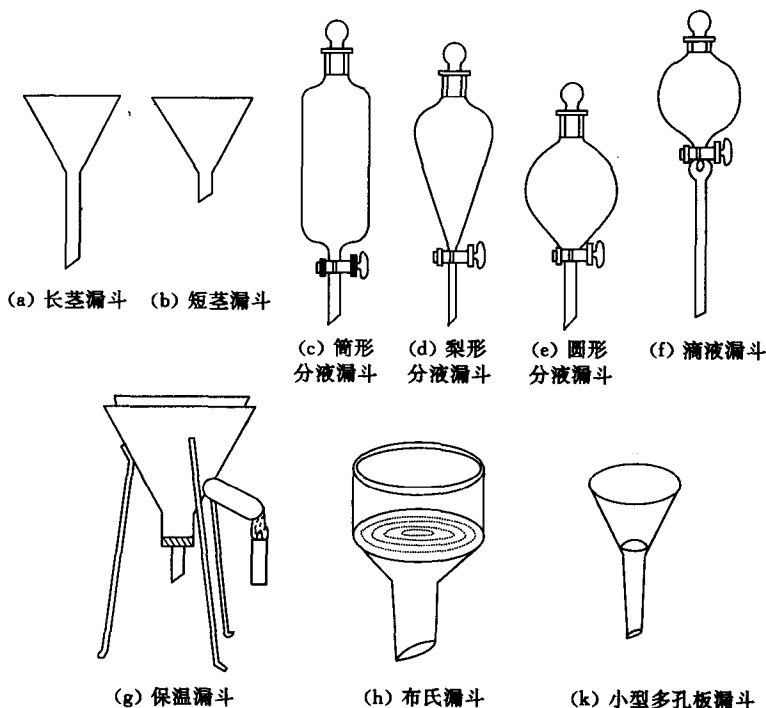


图 1-4 漏斗

五、标准磨口仪器

化工实验中还常用带有标准磨口的玻璃仪器,总称标准磨口仪器(见图 1-5)。相同编号的标准磨口可以相互连接,这样,既可免去配塞子及钻孔等步骤,又能避免反应物或产物被软木塞(或橡皮塞)所沾污。

标准磨口是根据国际通用的技术标准制造的,国内已经普遍生产和使用。现在常用的是锥形标准磨口,磨口部分的锥度为 1:10,即轴向长度为 10 mm 时,锥体大端的直径与小端直径之差为 1 mm,锥体的半锥角为 $2^{\circ}51'45''$ 。

由于仪器容量大小及用途不一,故标准磨口有不同的编号,通常有 10、12、14、19、24、29、34、40、50 等。这些数字编号系指磨口最大端直径毫米数,相同编号的内外磨口可以紧密相接;也有用两个数字表示磨口大小的,例如 14/30 表示此磨口最大直径为 14 mm、磨口长度为 30 mm。

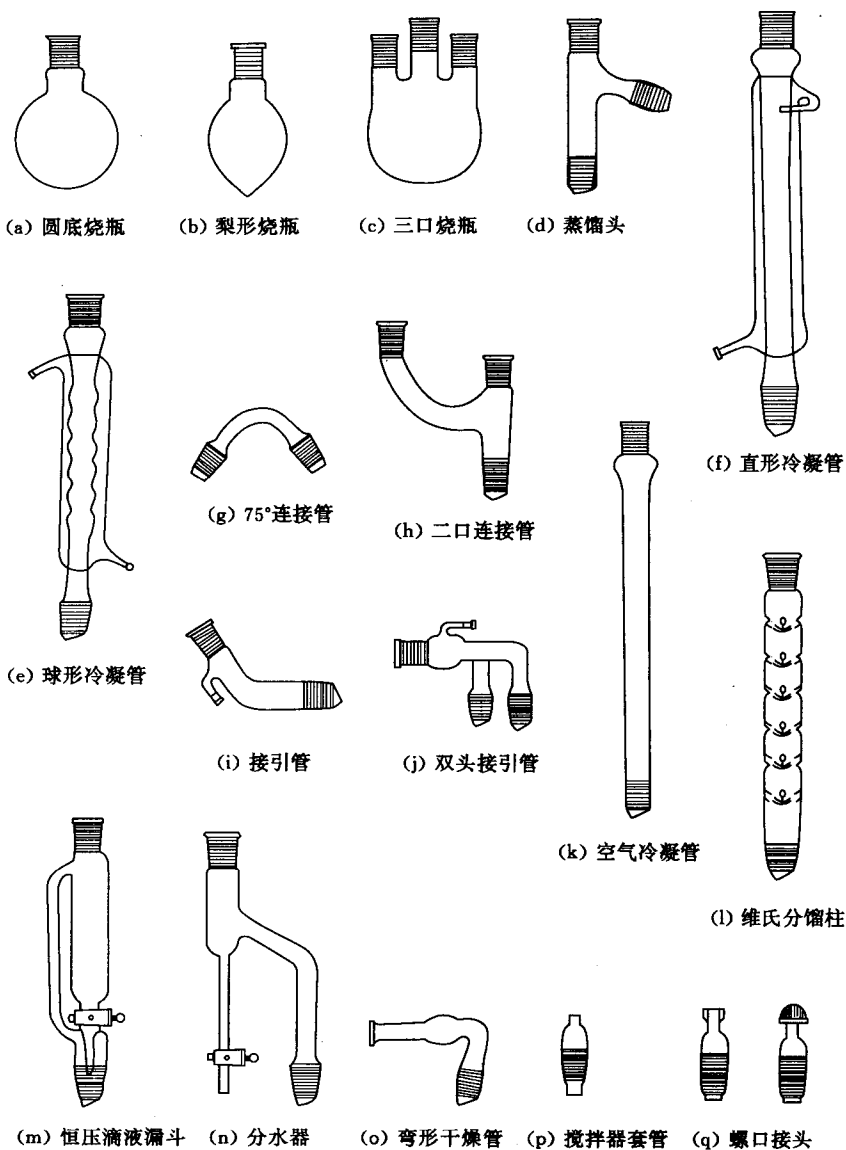


图 1-5 常用的标准磨口仪器

六、其他仪器

常用其他仪器如图 1-6 所示。

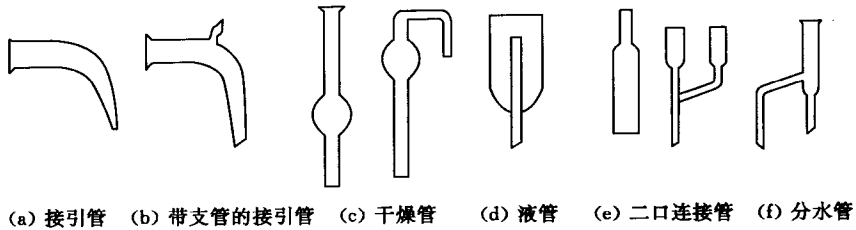


图 1-6 常用其他仪器

第三节 实验室常用仪器的原理及操作方法

一、气相色谱仪

用于分离物质和检测、记录物质的色谱图,并进行定性、定量分析的仪器,称为色谱分析仪。通常有气相色谱仪和液相色谱仪两类。

1. 原理

一混合物在流动相的携带下,流经色谱分析仪中的色谱柱时,与柱中的固定相发生作用(溶解、吸收、分配、交换等),由于混合物中各组物理化学性质和结构上的差异,与固定相发生作用的大小、强弱不同,在同一推动力的作用下,各组分在固定相中滞留的时间不同(或者说在流动相和固定相中的分配系数或吸附系数不同),从而使混合物中各组分按一定顺序从柱中流出,进入检测系统,由检测系统把各组分的浓度信号转变为电信号,然后用记录仪将组分的信号记录下来得到色谱图(亦称色谱流出曲线),根据色谱图中的色谱峰位置即保留时间,对物质进行定性分析,利用峰高或峰面积进行定量分析,利用峰的位置和宽度来评价色谱柱的柱效及分离度。

用气体作流动相而设计的色谱分析仪,称为气相色谱仪。用液相作流动相而设计的色谱分析仪,称为液相色谱仪;而采用了高压输液泵、高效固定相和高灵敏度检测器等装置的液相色谱仪,称为高效液相色谱仪。本书仅介绍气相色谱仪的相关内容。

2. 气相色谱仪的结构

气相色谱仪的种类和型号很多,但都包括气路系统、进样系统、分离系统、检测系统以及记录与数据处理系统。

(1) 气路系统

气路系统是为色谱分析提供纯净、连续气流的装置。仪器的气路由载气、氢

气和空气三个气路组成,后两个气路仅在氢火焰检测器中使用。常用的载气有 N_2 、 H_2 、 He 和 Ar 等。气体一般由高压钢瓶供给,钢瓶中的高压气体经过减压阀将压力降到所需要的压力,通过干燥器(内装硅胶、活性炭、分子筛等)除去气体中的油气、水分,再经过针形阀和稳压阀连续调节气体流量,使气体流量稳定,最后由转子流量计来测量柱前流速。

(2) 进样系统

进样系统主要包括进样器和气化室。气体样品常用六通阀或 0.25~5 mL 注射器进样;液体样品常用微量注射器进样,样品由针刺穿进样口中的硅胶密封垫注入气化室,液体样品瞬间完全气化,并被载气带入色谱柱。

(3) 分离系统(色谱柱)

色谱柱是色谱仪的关键部分,色谱柱可分为填充柱和毛细管柱两大类。常用的填充柱可由不锈钢、铜、玻璃和聚四氟乙烯制成,内径为 2~4 mm,长度为 1~10 m,柱内填充粒度均匀的固定相,常用载体表面均匀涂渍固定液的固定相。

(4) 检测系统

检测系统是把从色谱柱流出的各个组分的浓度(或质量)信号转换成电信号的装置,也是色谱仪的主要部件之一。应用最广泛的是热导池检测器(TCD)和氢火焰离子化检测器(FID)。

(5) 记录与数据处理系统

由检测器检测的信号经放大器放大后由记录仪记录,也可通过微处理机、色谱工作站进行数据处理。

图 1-7 和图 1-8 分别为上海分析仪器厂生产的 103 型气相色谱仪流程图和外形图。

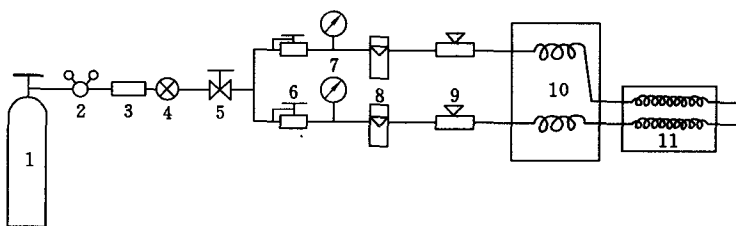


图 1-7 气相色谱仪流程图

- 1——高压钢瓶;2——减压阀;3——干燥器;4——开关阀;5——稳压阀;
6——稳压阀;7——压力表;8——转子流量计;9——进样器;
10——色谱柱;11——热导检出器

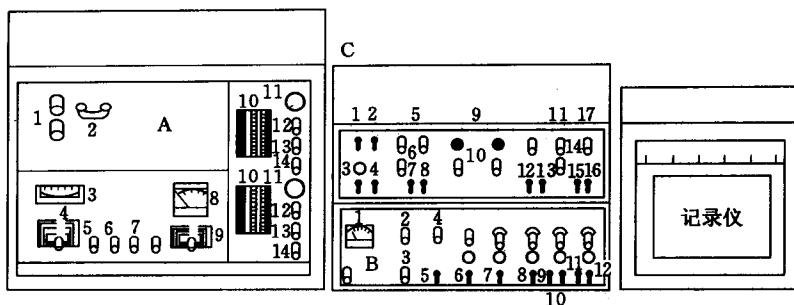


图 1-8 103 型气相色谱仪外形图

A. 主机:

- 1——进样器;2——气体进样口(接六通阀);3——测温毫伏表;4——记录—指示;
 5——温度测量切换;6——升温箱开门、关门;7——总电源启动、停止;8——电压表;
 9——电压出量切换;10——气体流量计;11——载气压力表;12——载气稳流阀;
 13——氢气稳流阀;14——空气针形阀

B. 热导地电源—温度控制器:

- 1——电流表;2——电流调节;3——衰减;4——调零(粗—细调);5——正负极性;
 6——热导电源;7——进样器温控;8——氢焰温控;9——热导—其他;10——热导温控;
 11——升温—恒温;12——柱室温控

C. 微电流放大器:

- 1——引燃—正高压;2——引燃—负高压;3——电源;4——放大器 A;
 5,11——基流补偿(粗—细调);6,14——衰减;7,13——零点—基补;
 8,12——正负再作选择;9——调零;10——灵敏度;15——放大器 B;
 16——脉冲电源;17——微秒选择

二、使用方法

1. 以热导池做检测器时的使用方法

(1) 通过减压阀将载气钢瓶输出压力调至 200~500 kPa, 根据分离条件把载气开到适当流量。

(2) 开启“整机总电源”, 把“升温—恒温”开至“恒温”档, 打开“柱室温控”, 把色谱控室调到设定温度(根据分离条件)。温度调节旋钮每顺时针转一圈温度约上升 40 °C。

(3) 把“热导—其他”置于“热导”位置, 否则热导检测器不加热。

(4) 打开“热导控温”, 调节温度旋钮, 将热导池调至适当温度。此时, 调温旋钮顺时针方向每转一圈, 热导池温度约上升 45 °C。

(5) 打开“进样器温控”, 根据待分析物质的最高沸点, 一般将进样器温度调至超过样品最高沸点 10 °C~30 °C, 不能过高, 以免样品裂解。

(6) 打开“热导电源”，毫安表上即指示电流，调节“电流调节”电位器至适当电流。

(7) 柱室及各恒温器温度恒定后，打开记录仪电源，调节热导池电源上的粗细调零电位器，把记录仪的指针调到适当位置，等基线走直后，即可进样，计量仪记录完整的色谱图，由色谱图进行定性、定量分析。

(8) 关机。关闭记录仪各开关，关闭“热导电源”和温度控制器的各加热电源，关闭主机电源，待柱室温度下降后，关闭钢瓶气源阀门，待减压阀表值降至零后关闭减压阀和稳压阀。

2. 以氢火焰做检测器时的使用方法(定温工作)

(1) 打开“载气”稳流阀，根据分离条件把载气开到适当流量。

(2) 开启“整机总电源”，把热导电源温度控制器上的“氢焰温控”打开，把检测器调至适当温度(调节方法同热导池)。检测器温度不低于 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，并应高于柱温。

(3) 打开“进样器温控(气化室温控)”，根据待分析物质的最高沸点，一般将进样器温度调至超过样品最高沸点 $10\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，不能过高，以免样品裂解。

(4) 把“柱室温控”打开，根据分离条件把色谱控温室调到设定温度(调节方法同热导池)。“升温—恒温”开至“恒温”档。

(5) 打开“微电流放大器”电源，并分别打开“放大器 A”、“放大器 B”，把“衰减”与“灵敏度”分别置于所需位置。开记录仪“电源”、“A 笔”、“B 笔”。把“零点—基补”置于“基补”位置，分别调微电流放大器“A”及“B”基始电流补偿“粗”、“细”电位器，使记录仪二笔位于适当位置。“引燃—正高压”、“引燃—负高压”必须放在“正高压”和“负高压”位置，“脉冲电源”置于“关”位置。

(6) 把空气流量升到 $350\sim 700\text{ mL/min}$ (针形阀逆时针旋转流量增加，顺时针旋转流量减少)。

(7) 打开氢气稳流阀，适当调节氢气流量约 100 mL/min 。

(8) 把微电流放大器的“引燃—正高压”、“引燃—负高压”切换到“引燃”，这时点火铂丝处于炙热状态，使氢气点燃(火焰刚点着时，能听到“噗”声)，点着后把“引燃—正高压”、“引燃—负高压”切换到另一位置。如不易点着火，可把载气流量减小，增大氢气流量，点着火后再把流量调到所需值。

(9) 用基补电位器将记录笔分别调到适当位置，以便有比较宽的出峰范围。待基线稳定后，就能分析。

测定完毕后，先关闭记录仪，抬起记录笔，关闭氢气稳压阀及空气针形阀，使火焰熄灭。再关闭温度控制器、放大器。待柱温冷却至室温，关闭总电源，关闭载气和各钢瓶气源。

三、粘度计

1. NDJ—79 型旋转式粘度计结构

NDJ—79 型旋转式粘度计结构如图 1-9 所示。

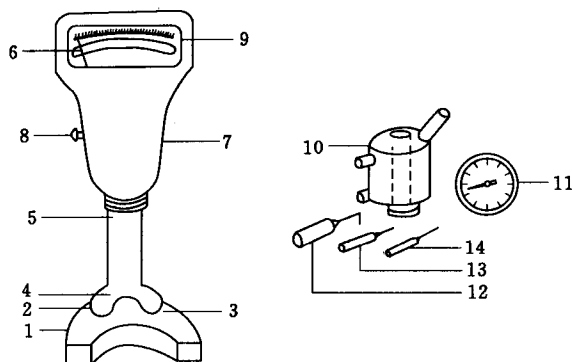


图 1-9 旋转式粘度计

- 1——柱座；2——电源插座；3——电源开关；4——安放测定器的托架；5——悬吊转筒的挂钩；
6——读数指针；7——同步电动机；8——指针调零螺丝；9——具有反射镜的刻度盘；
10——测定器；11——温度计；12、13、14——因子分别为 1、10 和 100 的转筒

2. 原理

仪器的驱动靠一个微型的同步电动机，它以 750 r/min 的恒速旋转，几乎不受荷载和电源电压变化的影响。电动机的壳体采用悬挂式来安装，它通过转轴和挂钩带动转筒旋转。当转筒在被测液体中旋转受到粘滞阻力作用时，产生反作用而使电动机壳体偏转，电动机壳体与两根具有正反力矩的金属游丝相连，壳体的转动使游丝产生扭矩，当游丝的力矩与粘滞阻力矩达到平衡时，与电动机壳体相连接的指针便在刻度盘上指示出某一数值，此数值与转筒所受粘滞阻力成正比，于是刻度读数乘上转筒因子就表示动力粘度的量值。

3. 操作步骤

(1) 通过粘度计的电源插座连接 220 V、50 Hz 的交流电源。

(2) 调整零点。开启电源开关，使电动机在空载时旋转，待稳定后用调零螺丝将指针调到刻度的零点，关闭开关。

(3) 将被测液体小心地注入测定器，直至液面达到锥形面下部边缘为止，约需液体 15 mL 左右，将转筒浸入液体直到完全浸没，连上专用温度计，接通恒温水源，将测定器放在粘度计托架上，并将转筒悬挂于挂钩上。

(4) 开启电源开关，启动电动机，转筒从开始晃动到对准中心。为加快对准中心的时间，可将测定器在托架上向前后左右微量移动。

(5) 当指针稳定后即可读数,将所用转筒的因子乘以刻度读数即得以厘泊(cP)表示的粘度。如果读数小于10格,应当调换直径大一号的转筒。记下读数后,关闭电源开关,将测定器内孔和转筒洗净擦干。

4. 注意事项

(1) 本粘度计为精密测量仪器,必须严格按照规定的步骤操作。

(2) 开启电源开关后,电动机就应启动旋转;如负荷过大或其他原因迟迟不能启动,就应关闭电源开关,查找原因后再开,以免烧毁电动机和变压器。

(3) 电动机不得长时间连续运转,以免损坏。

(4) 使用前和使用后都应将转筒及测定器内孔洗净擦干,以保证测量精度。

(5) 以上所述粘度的测量范围为 $10\sim 10^4$ cP。对于更小或更高粘度的测量,请详见仪器说明书。

四、酸度计

酸度计是具有高输入阻抗的直流毫伏计,它由电极和电位计两大部分组成。当用氢离子选择性电极即玻璃电极作指示电极,甘汞电极作参比电极时,同时浸入水溶液后,组成测量电池,用来测量溶液的pH值。用铂电极或其他离子选择性电极作指示电极时,可用于测量溶液的电位值及其相应离子的浓度或活度。

1. 电极

(1) 玻璃电极。玻璃电极的结构如图1-10所示。它是一种对氢离子具有高度选择性响应的电极,不受氧化剂或还原剂的影响,可用于有色、浑浊或胶体溶液的pH值测定,也可用于酸碱电位法滴定。测定时具有达到平衡快、操作简便、不沾污试液等优点。缺点是强度差、易损坏,使用时必须小心操作,谨慎保护。一般玻璃电极(221型)仅限于pH值为1~9的测定,否则将产生酸差或碱差(即钠差);若用于广泛pH值的测量,可使用231型锂玻璃电极,其pH值测量范围是0~14。

玻璃电极使用前,至少要在水中浸泡24h,用完后也应浸泡在蒸馏水中,以备下次使用。

测定时要先用与待测溶液pH值相近的标准缓冲液定位。

(2) 甘汞电极。最常用的是饱和甘汞电极,其结构如图1-11所示。其电极电位既固定又稳定[25℃时, $\varphi^\ominus(\text{Hg}_2\text{Cl}_2/\text{Hg})=0.243$],所以在测定中,常用作参比电极。使用时注意在电极内充满饱和KCl溶液,去掉上、下橡皮帽。

2. pHs-2型酸度计

pHS-2型酸度计面板如图1-12所示。该酸度计是直读式酸度计,测量范围0~14pH单位,测量精度0.02pH单位,性能稳定,应用广泛。

(1) 仪器安装