

13.33
科學圖書大庫

環烘微量化學分析

譯者 盧喜瑞

徐氏基金會出版

科學圖書大庫 .06261

環烘微量化學分析

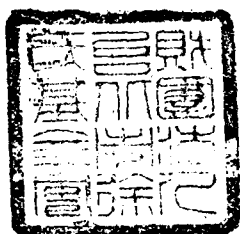
譯者 盧 喜 瑞

徐氏基金會出版

徐氏基金會科學圖書編譯委員會
監修人 徐銘信 發行人 王洪鎧

科學圖書大庫

版權所有



不許翻印

中華民國六十七年十一月二十八日再版

環烘微量化學分析

基本定價 1.60

譯者 盧喜瑞 中山科學研究院助理研究員

本書如發現裝訂錯誤或缺頁情形時，敬請「刷掛」寄回調換。謝謝惠顧。

(67)局版臺業字第1810號

出版者 臺北市徐氏基金會 臺北市郵政信箱53-2號 電話 7813686 號
發行者 臺北市徐氏基金會 郵政劃撥賬戶第 1 5 7 9 5 號
承印者 大興圖書印製有限公司 三重市三和路四段一五一號 電話 9719739

我們的工作目標

文明的進步，因素很多，而科學居其首。科學知識與技術的傳播，是提高工業生產、改善生活環境的主動力。在整個社會長期發展上，乃對人類未來世代的投資。從事科學研究與科學教育者，自應各就專長，竭智盡力，發揮偉大功能，共使科學飛躍進展，同將人類的生活，帶進更幸福、更完善之境界。

近三十年來，科學急遽發展之收穫，已超越以往多年累積之成果。昔之認為若幻想者，今多已成爲事實。人類一再親履月球，是各種科學綜合建樹與科學家精誠合作的貢獻，誠令人無限興奮！時代日新又新，如何推動科學教育，有效造就科學人才，促進科學研究與發展，尤爲社會、國家的基本使命。培養人才，起自中學階段，此時學生對基礎科學，如物理、數學、生物、化學，已有接觸。及至大專院校專科教育開始後，則有賴於師資與圖書的指導啓發，始能爲蔚爲大器。而從事科學研究與科學教育的學者，志在貢獻研究成果與啓導後學，旨趣崇高，彌足欽佩！

本基金會係由徐銘信氏捐資創辦；旨在協助國家發展科學知識與技術，促進民生樂利，民國四十五年四月成立於美國紐約。初由旅美學人胡適博士、程其保博士等，甄選國內大學理工科優秀畢業生出國深造，前後達四十人，惜學成返國服務者十不得一。另曾贈送國內數所大學儀器設備，輔助教學，尚有微效；然審情度理，仍嫌未能普及，遂再邀請國內外權威學者，設置科學圖書編譯委員會，主持「科學圖書大庫」編譯事宜。以主任委員徐銘信氏爲監修人，編譯委員王洪鎧氏爲編輯人，各編譯委員擔任分組審查及校閱工作。「科學圖書大庫」首期擬定二千種，凡四億言。門分類別，細大不捐；分爲叢書，合則大庫。爲欲達成此一目標，除編譯委員外，本會另聘從事

翻譯之學者五百餘位，於英、德、法、日文出版物中精選最近出版之基本或實用科技名著，譯成中文，供給各級學校在校學生及社會大眾閱讀，內容嚴求深入淺出，圖文並茂。幸賴各學科之專家學者，於公私兩忙中，慨然撥冗贊助，譯著圖書，感人至深。其旅居國外者，亦有感於爲國人譯著，助益青年求知，遠勝於短期返國講學，遂不計稿酬多寡，費時又多，迢迢乎千萬里，書稿郵航交遞，其報國熱忱，思源固本，至足欽仰！

今科學圖書大庫已出版一千餘種，都二億八千餘萬言；尙在排印中者，約數百種，本會自當依照原訂目標，廣續進行，以達成科學報國之宏願。

本會出版之書籍，除質量並重外，並致力於時效之爭取，舉凡國外科學名著，初版發行半年之內，本會即擬參酌國內需要，選擇一部份譯成中文本發行，惟欲實現此目標，端賴各方面之大力贊助，始克有濟。

茲特掬誠呼籲：

自由中國大專院校之教授，研究機構之專家、學者，與從事工業建設之工程師；

旅居海外從事教育與研究之學人、留學生；

大專院校及研究機構退休之教授、專家、學者

主動地精選最新、最佳外文科學名著，或個別參與譯校，或就多年研究成果，分科撰著成書，公之於世。本基金會自當運用基金，並藉優良出版系統，善任傳播科學種子之媒介。尙祈各界專家學人，共襄盛舉是禱！

徐氏基金會 敬啓

中華民國六十四年九月

譯 序

本書譯名爲「環烘微量化學分析」，是應用環烘技術（Ring Oven Technique），將試液中的待測物，在濾紙上濃縮成環；然後，用比色法，作微量化學分析。這種新分析法，是本書作者Herbert Weisz教授發展成功的；迄今，僅有二十幾年的歷史；在國內，還是一種嶄新的科學技術。

譯者鑒於這種新分析方法，設備簡單，用途廣泛，尤其可用以解決特殊問題；如：空氣污染，毒物的跡量分析等。故利用公暇譯出，藉以提高國內的科學技術。

因爲這是一門新興的科學，其中所用許多特殊有機試劑與儀器，在中文科學字典上，查不到標準譯名。在翻譯時雖頗費推敲，亦難令人滿意，只好在譯名後，附註原文，供作參考。

「試劑名詞中英對照表」，是原書中沒有的；爲便利讀者檢閱，譯者參考有關資料，編輯而成；另一「中英名詞對照表」，亦是爲了便於檢閱的。

本書因受篇幅限制，未能一一列出各化學反應式；欲知其反應，可參閱下列兩書：

1. Spot Tests in Inorganic Analysis by Fritz Feigl
2. Spot Tests in Organic Analysis by Fritz Feigl

本書匆促譯成，錯誤難免，尚祈國內先進，不吝指正幸！

盧喜瑞 謹識

中華民國六十一年十二月

Feigl 教授序

維也納工業大學的分析化學研究所，聞名世界。二次世界大戰後，我首次往訪，得晤Weisz博士，始對他的點滴分析（The spot test analysis）的原始方法，與特殊選擇性的敏感反應化學，知其梗概。

我第二次再去，Weisz博士以其創製的簡單型環烘器示余；當時，我承認：環烘技術（Ring Oven Technique），在點滴試驗的研究方面，彌補了一大缺陷。

自此以後，Weisz博士一直致力於環烘研究計劃，發表了多篇有關論文。現在，Weisz博士發明的環烘方法，已得到全世界的公認，並已應用於各方面的分析化學。這種方法，用於定性分析，半定量分析，放射化學與濾紙色層分析（Paper chromatography），將來是很有希望的。

環烘技術，現在需要出一專書。我很高興推介此書；依我看來，此書在點滴分析發展過程中，是一座重要的里程碑。

原著者第二版序

本書初版於一九六一年。那時，附表中只有 26 篇參考文獻。八年後的今天，文獻中能找到的有關論文，約有二百篇之多。此表示本書該有一新版。

在新版中，原書有幾章必須重寫；有幾章只稍加更動：如第一章敘述環烘技術的基本原理。我請讀者，特別注意下列兩章：“有機物分析”；“放射化學上的應用”。最後兩章：“環烘法與其他技術的配合”，“各方面的應用”，表示這種新技術，已有了多方面的用途。本書限於篇幅，不能一一詳述。

我受到同事們的鼓勵，能在這方面繼續我的工作，很感榮幸！在此特向 R. Belcher, Birmingham ; F. Feigl, Rio de Janeiro; P. W. West, Baton Rouge 諸教授致謝；當然，更要向世界各國那些對此有興趣以及那些有所貢獻的同志，深表謝忱！

Herbert Weisz

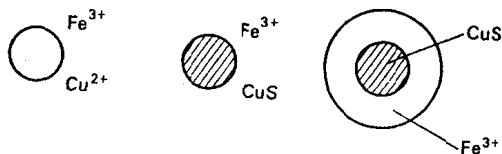
1970 年

緒 論

環烘法，是一種特殊的濾紙滴點分析；不過，它不使待鑑定或待定量的物質，形成樣點（Sample spot），而是濃縮成清楚的線條罷了。在定性或是定量分析中，將樣品中含有的物質分組，是一個最重要的步驟。分離步驟的選擇，要一組中的物質，不能互相干擾各物質的鑑別與定量。除蒸餾或濾紙色層分析等特殊技術外，分析的分離方法，是將混合物中部分的或大部分，轉化為不溶物，再過濾分離。這需要許多化學操作：分離物質，先用適當試劑沉澱；沉澱物的過濾與洗滌；沉澱再溶解；常需濃縮濾液及再溶沉澱物。

試料（Test material）不夠用，往往是一缺點，尤其需要鑑定或定量許多種物質時為然；為要得到可處理的溶液容積而把試液稀釋，是不切實際的；因為試液中的物質濃度原已很低，若再加稀釋，可能鑑別不出來。若只有 1 微升（ μl ）試液可用，就不能用一般的過濾法或離心法去分離了；可取試滴加在濾紙上，加試劑使混合物中的某一成分，沉澱在濾紙上，再加以分離。不沉澱的溶液，利用濾紙的毛細孔性（Capillarity），洗到濾紙的外緣。這種操作程序，可用下例說明：

一滴溶液，含有銅（II）與鐵（III），用黃血鹽（Potassium hexacyanoferrate II）鑑別之。因為這兩種離子都與試劑起反應，故分離很是重要；先用硫化氫在酸性溶液中固定銅，或用氫氧化銨（ NH_4OH ）沉澱鐵。這樣，兩者之一，固定在濾紙上；另一金屬離子，用適當溶劑，洗到濾紙外緣，至於用鹽酸，還是用氫氧化銨洗，要依所用沉澱劑（Precipitant）而定。



這時，困難來了；若用少量溶劑洗，分離不完全；若洗到鐵完全自硫化銅點分出，得到的是不規則的廣大環區；如此，鐵離子很稀，不易鑑別。雖有這些困難，這種分離方法，在點滴分析中，已廣泛而成功的在使用。例如：在浸有重鉻酸鉀溶液的濾紙上，分離鋇與鋇⁽¹⁾，鉻酸鋇比鋇鹽易溶，故移到原點外面，用玫瑰紅酸鈉（Sodium rhodizonate）溶液鑑定。

應用這種技術，上述困難必須克服。現已發展成一種方法，將未沉澱部分，在濾紙上可完全從沉澱物洗出，而不增大其從屬點（Secondary spot）的面積，不減低洗出物質的濃度。這可將溶解物集中在一預定區域，再加以濃縮，達到這個目的。為此，已發展成功幾種簡單型的儀器（見第一章）。

環烘技術（Ring oven technique）原為微量樣品的定性分離而發展，但現已應用在分析化學的各個部門。其所以廣泛的應用，基於兩個事實：物質在濾紙上，濃縮成規則而清楚的線；可以進行分離。自一九五四年以來，這種技術，已引用到金屬離子，陰離子與有機物的定性與定量分析；對放射物質的分析，已與其他已有的分析方法配合應用。

此書記述環烘技術在各化學部門中各種的應用。

目 錄

譯 序

Feigl 教授序

原著者第二版序

緒 論

第一章 儀器及其用途	1
A. 環 烘 器	1
B. 氣體發生器	6
C. 取樣吸管與玻璃支架	8
D. 其他附件	9
第二章 定性分析	11
A. 直接分析	11
B. 分離分析	11
1. 分爲兩組	11
2. 分爲三組	12
3. 分組後的分離	13
C. 分析金屬離子的系統計劃	15
1. 溶解樣品	16
2. 十四種金屬的分離計劃	17
3. 應用“洗出”與“洗入”技術的分離計劃	24
4. 應用“液—液萃取”的分離計劃	25
5. 金屬離子的其他分離法	27
D. 金屬離子反應	29
E. 酸根的分離及其反應	44
1. 分 離	44
2. 特殊應用	45

3. 酸根反應·····	46
F. 試劑與濾紙·····	49
第三章 環烘法的點滴比色術——“環比色法” ·····	53
A. 鐵的定量·····	54
B. 其他金屬的定量·····	57
C. 去掉干擾離子·····	64
D. 陰離子的定量·····	64
E. 放大反應·····	65
F. 萬能標準尺度·····	66
第四章 有機物質分析 ·····	71
第五章 放射化學上的應用 ·····	77
A. 放射能的測定·····	77
B. 放射核種的鑑定·····	83
C. 特別分離方法·····	85
D. 非活性物質的測定·····	87
第六章 環烘法與其他技術的配合 ·····	89
A. 環烘法與電溶術·····	89
1. 定性分析·····	89
2. 半定量分析·····	90
B. 環烘法與濾紙色層分析以及薄膜色層分析·····	93
C. 環烘法與溶劑萃取·····	96
D. 環烘法與其他技術·····	98
第七章 環烘技術的應用 ·····	101
A. 空氣污染的研究·····	101
B. 跡量分析與毒物學·····	104
第八章 物質濃縮成直線 ·····	107

結 論 109

附 錄 111

參考文獻 113

試劑名詞中英對照表 129

中英名詞對照表 135

第一章 儀器及其用途

A. 環烘器

應用環烘器的目的，在於控制自濾紙沉澱物上洗出的溶解成分，濃縮在濾紙的預定位置。

環烘器以圖 1 說明之：

一鋁柱塊 (Cylindrical block)，高 35 毫米，直徑 55 毫米，腔孔直徑 22 毫米（虛線所示），內裝一加熱絲；鋁柱外包石棉絕熱。加熱塊， H ，放在底板上；底板， U ，也有一 22 毫米大的腔孔，相當於加熱塊的腔孔。本體裝在三角架上。

小玻璃管， Gl ，長 60 毫米，藉三個螺釘， S_1, S_2, S_3 ，調節其高度與並固定位置。 Gl 管中插一毛細吸管， P 。 Gl 管為 P 毛細管的導管。導管 Gl 直立，對準腔孔中央，高出加熱表面幾毫米；吸管 P 對正導管 Gl ，讓吸管中溶液，輕輕滴到環烘器腔孔中的小銅塊 (Brass block) 上，如圖 2 所示：

加熱塊下面裝一小電燈泡， L ，以便看清環烘器的邊緣，這樣，可作更精確的控制洗滌。 Sw 是燈泡的按鈕開關。所用加熱絲，電壓 28 伏特，耗電約 20 瓦特。用一可調電阻，最好是可調變壓器，控制加熱塊的溫度；若水溶液，其表面溫度需約 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ ；一般說來，表面溫度，要比洗滌溶液的沸點高幾度。儀器一經固定，環烘器的溫度就保持不變。有機溶劑，需要各種不同的溫度。

圖 3 所示，是一種可以買到的環烘器。

最新式的環烘器，是將控制溫度的可調變壓器與環烘器裝在一起。環烘器，除用鋁製外，也可用其他材料（銅，不銹鋼，電鍍金屬）製造。作精確分析時，加熱器表面要加裝金板或鉑板。

Reynolds, Monkman⁽³⁾, Gertner 與 Grdinic⁽⁴⁾ 諸先生，發表過關於環烘器構造的論文。一九六一年，Natelson 與 Sheid⁽⁵⁾ 兩位先生，曾報導一

2 環烘微量化學分析

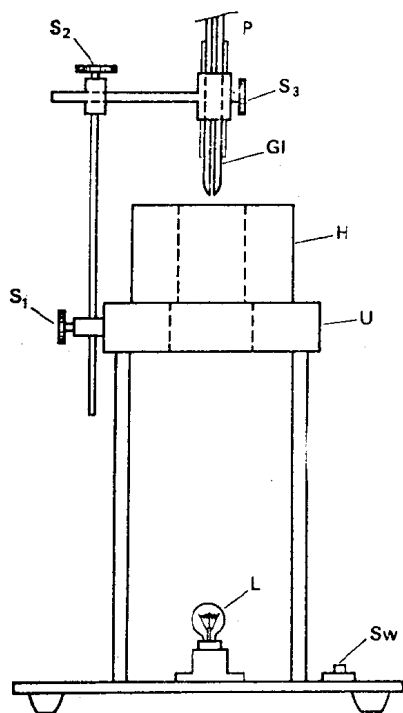


圖 1 環烘器

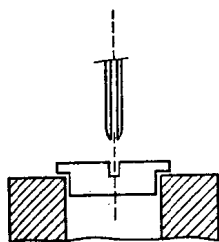


圖 2 洗滌吸管的對正

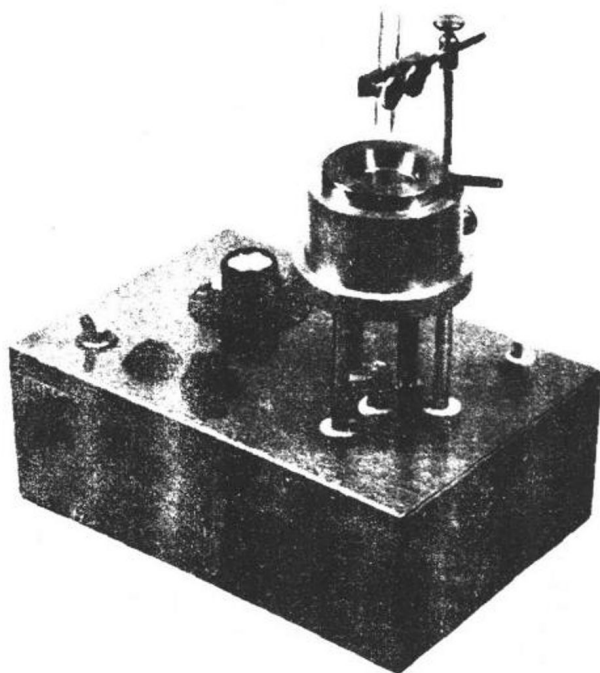


圖 3 ROFA Vienna III

種基本上相同的儀器，亦稱作環烘器，可惜無原文可資參考。Prey 與 Kabil^(6,7)兩位先生也曾發表過一種圓柱加熱塊，腔孔直徑 6 毫米，用以將溶液濃縮在“小面積”中。

Ballczo⁽⁸⁾先生報導的玻璃環烘器（如圖 4），玻璃本體，*G*，大小與金屬環烘器相同；一邊接冷凝管，另一邊接一 100 毫升的玻璃燒瓶；瓶中裝 50 毫升溶液（Bath-liquid）。用水溶液，表面溫度需要 $105 \sim 110^{\circ}\text{C}$ ；四氯乙烯（Sym-tetrachloroethylene），沸點 121°C ，是適當的溶液， H_2 可燃氣體或電熱器加熱。樹脂玻璃環（The plexiglass ring），*P*，用三個螺釘，*S*，固定在玻璃本體，*G*，上。環的內徑與所用的濾紙相同（55 毫米），這樣，濾紙常在中心點的位置。最近 Ballczo⁽⁸⁾先生用鉛襯在表面與玻璃體 *G* 的內柱上，有導熱的優點。

4 環烘微量化學分析

據說，Heath⁽¹⁰⁾ 先生也設計了一種類似的玻璃環烘器。

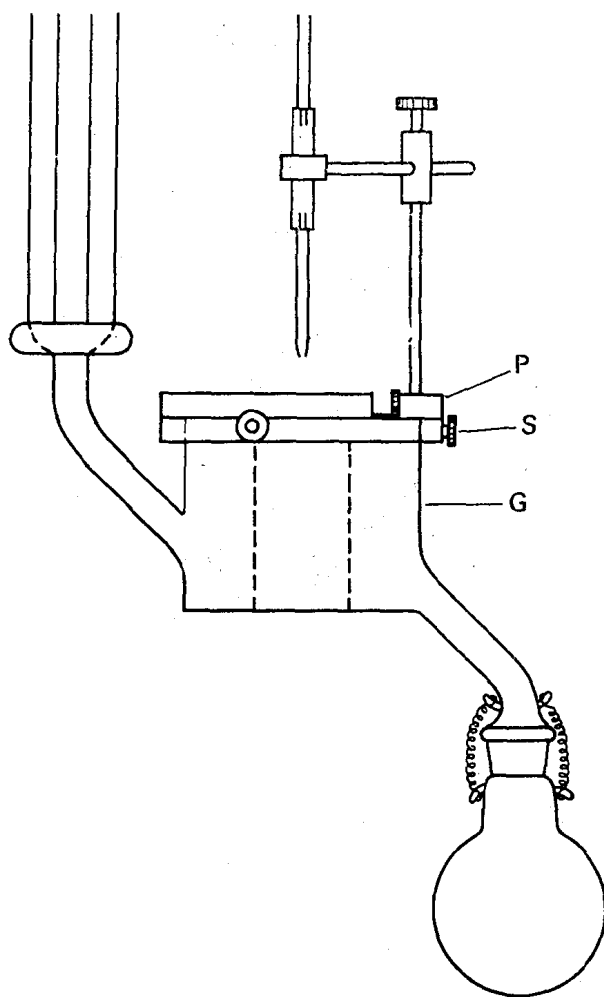


圖 4 玻璃環烘器

用下例說明環烘器操作的程序：

一滴三氯化鐵溶液（1：10,000），滴在一張圓形濾紙中心，濾紙只能用定量濾紙：
如 Schleicher-Schüll 589², Whatman NO. 40 與 MN 2260 濾紙 (Macherey, Nagel and