

977405

T0014
3142



普通高等教育地质矿产类规划教材

工业分析实验

谭龙华 主编

地质出版社

普通高等教育地质矿产类规划教材

工业分析实验

谭龙华 主编

地质出版社

• 北京 •

(京)新登字 085 号

内 容 提 要

本书以工业原料分析为重点,包括实验预备知识、定量分离方法、硅酸盐分析、铁矿石分析、铜矿石分析、贵金属元素分析、煤质分析、化探样品及生物样品分析等八个部分。实验的选择以当前生产、科研中常用的分析方法为主,并对其方法原理、测定条件、干扰及消除等进行了较详细的阐述。

本书既可作为高等工业院校工业分析专业的工业分析实验教材,又可供从事工业分析工作的科技人员参考。

※ ※ ※

本书由何应律教授主审,经地质矿产部工业分析专业课程教学指导委员会于1993年7月召开的全体会议审稿,同意作为高等学校教材出版。

※ ※ ※

图书在版编目(CIP)数据

工业分析实验/谭龙华主编. —北京:地质出版社,1994.6

普通高等教育地质矿产类规划教材

ISBN 7-116-01499-3

I. 工… II. 谭… III. ①工业分析—高等学校—教材 ②实验—工业分析—高等学校—教材
IV. T-34

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (94) 第 00227 号

普通高等教育地质矿产类规划教材

工 业 分 析 实 验

谭龙华 主编

责任编辑:周继荣

地质出版社出版

(北京和平里)

北京地质印刷厂印刷 新华书店总店科技发行所发行

开本: 787×1092¹/₁₆ 印张: 9.875 字数: 228000

1994年6月北京第一版·1994年6月北京第一次印刷

印数: 1—3000册 定价: 4.60元

ISBN 7-116-01499-3

元	素	周	期	表
1	2	3	4	5
6	7	8	9	10
11	12	13	14	15
16	17	18	19	20
21	22	23	24	25
26	27	28	29	30
31	32	33	34	35
36	37	38	39	40
41	42	43	44	45
46	47	48	49	50
51	52	53	54	55
56	57	58	59	60
61	62	63	64	65
66	67	68	69	70
71	72	73	74	75
76	77	78	79	80
81	82	83	84	85
86	87	88	89	90
91	92	93	94	95
96	97	98	99	100

族 周期	IA	IIA	III A	IVA	VA	VIA	VIIA	0	电子层 电子数
1	1 H 氢	2 He 氦	3 Li 锂	4 Be 铍	5 B 硼	6 C 碳	7 N 氮	8 O 氧	2
2	9 F 氟	10 Ne 氖	11 Na 钠	12 Mg 镁	13 Al 铝	14 Si 硅	15 P 磷	16 S 硫	8
3	17 Cl 氯	18 Ar 氩	19 K 钾	20 Ca 钙	21 Sc 钪	22 Ti 钛	23 V 钒	24 Cr 铬	8
4	29 Cu 铜	30 Zn 锌	31 Ga 镓	32 Ge 锗	33 As 砷	34 Se 硒	35 Br 溴	36 Kr 氪	18
5	47 Ag 银	48 Cd 镉	49 In 铟	50 Sn 锡	51 Sb 锑	52 Te 碲	53 I 碘	54 Xe 氙	18
6	85 Cs 铯	86 Ba 钡	87 Fr 钫	88 Ra 镭	89 Ac 锕	90 Th 钍	91 Pa 镤	92 U 铀	18
7	117 Ts 鰐	118 Og 鰐	119 Nh 鰐	120 Fl 鰐	121 Mc 鰐	122 Lv 鰐	123 Ts 鰐	124 Og 鰐	18

原子序数 1-118 元素符号 原子名称 原子序数 1-118 元素符号 原子名称

1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50 51 52 53 54 55 56 57 58 59 60 61 62 63 64 65 66 67 68 69 70 71 72 73 74 75 76 77 78 79 80 81 82 83 84 85 86 87 88 89 90 91 92 93 94 95 96 97 98 99 100 101 102 103 104 105 106 107 108 109 110 111 112 113 114 115 116 117 118 119 120 121 122 123 124 125 126 127 128 129 130 131 132 133 134 135 136 137 138 139 140 141 142 143 144 145 146 147 148 149 150 151 152 153 154 155 156 157 158 159 160 161 162 163 164 165 166 167 168 169 170 171 172 173 174 175 176 177 178 179 180 181 182 183 184 185 186 187 188 189 190 191 192 193 194 195 196 197 198 199 200 201 202 203 204 205 206 207 208 209 210 211 212 213 214 215 216 217 218 219 220 221 222 223 224 225 226 227 228 229 230 231 232 233 234 235 236 237 238 239 240 241 242 243 244 245 246 247 248 249 250 251 252 253 254 255 256 257 258 259 260 261 262 263 264 265 266 267 268 269 270 271 272 273 274 275 276 277 278 279 280 281 282 283 284 285 286 287 288 289 290 291 292 293 294 295 296 297 298 299 300 301 302 303 304 305 306 307 308 309 310 311 312 313 314 315 316 317 318 319 320 321 322 323 324 325 326 327 328 329 330 331 332 333 334 335 336 337 338 339 340 341 342 343 344 345 346 347 348 349 350 351 352 353 354 355 356 357 358 359 360 361 362 363 364 365 366 367 368 369 370 371 372 373 374 375 376 377 378 379 380 381 382 383 384 385 386 387 388 389 390 391 392 393 394 395 396 397 398 399 400 401 402 403 404 405 406 407 408 409 410 411 412 413 414 415 416 417 418 419 420 421 422 423 424 425 426 427 428 429 430 431 432 433 434 435 436 437 438 439 440 441 442 443 444 445 446 447 448 449 450 451 452 453 454 455 456 457 458 459 460 461 462 463 464 465 466 467 468 469 470 471 472 473 474 475 476 477 478 479 480 481 482 483 484 485 486 487 488 489 490 491 492 493 494 495 496 497 498 499 500 501 502 503 504 505 506 507 508 509 510 511 512 513 514 515 516 517 518 519 520 521 522 523 524 525 526 527 528 529 530 531 532 533 534 535 536 537 538 539 540 541 542 543 544 545 546 547 548 549 550 551 552 553 554 555 556 557 558 559 560 561 562 563 564 565 566 567 568 569 570 571 572 573 574 575 576 577 578 579 580 581 582 583 584 585 586 587 588 589 590 591 592 593 594 595 596 597 598 599 600 601 602 603 604 605 606 607 608 609 610 611 612 613 614 615 616 617 618 619 620 621 622 623 624 625 626 627 628 629 630 631 632 633 634 635 636 637 638 639 640 641 642 643 644 645 646 647 648 649 650 651 652 653 654 655 656 657 658 659 660 661 662 663 664 665 666 667 668 669 670 671 672 673 674 675 676 677 678 679 680 681 682 683 684 685 686 687 688 689 690 691 692 693 694 695 696 697 698 699 700 701 702 703 704 705 706 707 708 709 710 711 712 713 714 715 716 717 718 719 720 721 722 723 724 725 726 727 728 729 730 731 732 733 734 735 736 737 738 739 740 741 742 743 744 745 746 747 748 749 750 751 752 753 754 755 756 757 758 759 760 761 762 763 764 765 766 767 768 769 770 771 772 773 774 775 776 777 778 779 780 781 782 783 784 785 786 787

71	Lu	镧	175	174	173	172	171	170	69	Tm	铥	169	68	Er	铒	168	67	Ho	钬	167	66	Dy	镝	166	65	Tb	铽	165	64	Gd	钆	164	63	Eu	铕	163	62	Sm	钐	162	61	Pm	钷	161	60	Nd	钕	160	59	Pr	镨	159	58	Ce	铈	158	57	La	镧	157																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																
175	174	173	172	171	170	169	168	167	169	168	167	166	165	164	163	162	161	160	159	158	157	156	155	154	153	152	151	150	149	148	147	146	145	144	143	142	141	140	139	138	137	136	135	134	133	132	131	130	129	128	127	126	125	124	123	122	121	120	119	118	117	116	115	114	113	112	111	110	109	108	107	106	105	104	103	102	101	100	99	98	97	96	95	94	93	92	91	90	89	88	87	86	85	84	83	82	81	80	79	78	77	76	75	74	73	72	71	70	69	68	67	66	65	64	63	62	61	60	59	58	57																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																			
Lu	Lu	Yb	Yb	Yb	Yb	Yb	Yb	Yb	Tm	Tm	Tm	Er	Er	Er	Er	Ho	Ho	Ho	Ho	Dy	Dy	Dy	Tb	Tb	Tb	Gd	Gd	Gd	Gd	Eu	Eu	Eu	Sm	Sm	Sm	Pm	Pm	Nd	Nd	Nd	Pr	Pr	Pr	Ce	Ce	Ce	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La	La

前 言

本书是根据地质矿产部工业分析专业课程指导委员会制定的工业分析实验课程基本要求编写的,并在成都召开的工业分析课指会会议上(1991年)推荐为“八五”规划教材。

工业分析实验是一门实践性很强的课程,通过工业分析实验课程的学习,可以加深学生对《工业分析》的基本理论的理解,熟练地掌握工业分析的基本操作技能,培养独立进行实验工作的能力,为今后从事工业分析的生产和科学研究打下良好的基础。

工业分析实验作为一门独立的实验课程,应与《工业分析》理论课的教学密切配合,注意与讲授教材的衔接,避免不必要的重复,但又必须保持实验教材的完整性和独立性。

矿物原料分析是工业分析中难度较大的分析课题,因此本书在分析对象的选择上着重于工业无机矿物原料分析,同时又兼顾了其他工业物料分析、生物样品分析及土壤分析等。

本书是编者所在院校多年来实验教学工作的总结。在方法的选择上既考虑了国家标准方法又考虑了生产中常用的方法,同时还考虑了一般院校的实验条件。

本书的内容包括实验预备知识,定量分离法、硅酸盐分析、铁矿石分析、铜矿石分析、贵金属元素分析、煤质分析、化探样品及生物样品分析等八个部分共75个实验,每个部分后面附有参考文献。书末附有有关的十三个附录。在教学中,各院校可根据需要选作有关实验。

本书由成都理工学院、中国地质大学(武汉)、长春地质学院共同编写,成都理工学院谭龙华副教授任主编。其中第一、六、七、八部分及附录由长春地质学院王洪艳副教授编写;第二部分由中国地质大学(武汉)赵中一副教授编写;第三、四、五三部分由成都理工学院谭龙华副教授编写。中国地质大学(武汉)何应律教授认真审阅了书稿,并提出了许多宝贵的意见。还有许多老师对本书的出版给予了很多的关心、支持和帮助,在此一并致谢!

由于编者水平有限,书中难免有不妥和错误之处,敬请批评指正!

编 者

1993年8月1日

目 录

第一部分 实验预备知识	(1)
一、常用器皿的洗涤	(1)
二、溶液浓度的表示方法	(2)
三、分析结果的表达及有效数字的保留	(3)
第二部分 定量分离法	(5)
一、沉淀分离和共沉淀分离法	(5)
实验一 氨水沉淀分离-碘量法测定铜矿石中的铜	(5)
实验二 微量铈的共沉淀分离、富集及回收率的测定	(7)
二、溶剂萃取分离法	(8)
实验三 盐酸的浓度对四氯化碳萃取铈的影响	(8)
实验四 EDTA 掩蔽-铜试剂萃取光度法测定矿石中低含量铜	(10)
实验五 溶剂萃取分光光度法测定矿石中的镓	(11)
实验六 碘化钾-甲基异丁酮萃取-原子吸收分光光度法测定土壤中的镉	(13)
实验七 二安替比林甲烷-氯仿萃取分光光度法测定土壤中的镉	(14)
三、离子交换分离法	(15)
实验八 阳离子交换树脂交换容量的测定	(15)
实验九 离子交换柱始漏量与总交换量的测定	(17)
实验十 铁(III)离子在离子交换树脂上分配比的测定	(19)
实验十一 离子交换色谱法分离铁(III)、镍(II)及洗脱曲线的绘制	(20)
实验十二 铁(III)、钴(II)、镍(II)的离子交换色谱分离及测定	(23)
四、纸色谱分离法	(25)
实验十三 铈、钼的纸色谱分离与测定	(25)
实验十四 铜(II)、铁(III)、钴(II)、镍(II)的纸色谱分离与回收率的测定	(28)
五、薄层色谱分离法	(31)
实验十五 薄层色谱法分离钾、铷、铯	(31)
六、挥发分离法	(33)
实验十六 汞的挥发分离及冷原子吸收法测定	(33)
第三部分 硅酸盐分析	(36)
一、二氧化硅的测定	(38)
实验一 动物胶凝聚重量法测定二氧化硅量	(38)
实验二 聚环氧乙烷重量法测定二氧化硅量	(42)

实验三 盐酸蒸干脱水重量法测定二氧化硅量	(43)
实验四 氟硅酸钾滴定法测定二氧化硅量	(45)
二、二氧化钛的测定	(47)
实验五 过氧化氢分光光度法测定二氧化钛量	(47)
实验六 二安替比林甲烷分光光度法测定二氧化钛量	(50)
三、三氧化二铝的测定	(51)
实验七 氟化物取代络合滴定法测定三氧化二铝量	(51)
四、铁的测定	(55)
实验八 磺基水杨酸分光光度法测定铁量	(55)
实验九 邻二氮杂菲分光光度法测定铁量	(56)
实验十 氯化亚锡-氯化汞-重铬酸钾滴定法测定铁量	(58)
实验十一 EDTA 滴定法测定铁量	(58)
五、氧化钙、氧化镁的测定	(61)
实验十二 EDTA 滴定法测定氧化钙、氧化镁量	(61)
实验十三 火焰原子吸收分光光度法测定氧化钙、氧化镁量	(64)
六、五氧化二磷的测定	(66)
实验十四 磷钒钼黄分光光度法测定五氧化二磷量	(66)
实验十五 磷钼蓝分光光度法测定五氧化二磷量	(68)
七、氧化锰的测定	(69)
实验十六 高碘酸钾分光光度法测定氧化锰量	(69)
实验十七 火焰原子吸收分光光度法测定氧化锰量	(72)
八、氧化钾、氧化钠的测定	(73)
实验十八 火焰分光光度法测定氧化钾、氧化钠量	(73)
实验十九 火焰原子吸收分光光度法测定氧化钾、氧化钠量	(76)
九、氧化亚铁的测定	(78)
实验二十 重铬酸钾滴定法测定氧化亚铁量	(78)
十、水分的测定	(79)
实验二十一 重量法测定吸附水量	(80)
实验二十二 化合水管灼烧法测定化合水量	(80)
十一、灼烧减量的测定	(82)
实验二十三 灼烧减量的测定	(82)
十二、氟的测定	(83)
实验二十四 离子选择性电极法测定氟量	(83)
实验二十五 沉淀分离-二甲酚橙分光光度法测定氟量	(85)
十三、硫的测定	(87)
第四部分 铁矿石分析	(88)
一、全铁的测定	(88)
实验一 氯化亚锡-氯化汞-重铬酸钾滴定法测定全铁量	(88)
实验二 三氯化钛-重铬酸钾滴定法测定全铁量	(91)

二、亚铁的测定	(93)
实验三 重铬酸钾滴定法测定亚铁量	(93)
三、三氧化二铁量的计算	(95)
四、可溶铁的测定	(95)
实验四 氯化亚锡-氯化汞-重铬酸钾滴定法测定可溶铁量	(95)
五、硫的测定	(96)
实验五 硫酸钡重量法测定硫量	(96)
实验六 燃烧法测定硫量	(98)
六、磷的测定	(99)
实验七 半熔-磷钒钼黄分光光度法测定磷量	(99)
实验八 酸溶-磷钒钼黄分光光度法测定磷量	(101)
实验九 钼钒蓝分光光度法测定磷量	(102)
第五部分 铜矿石分析	(104)
实验一 碘氟法测定铜量	(105)
实验二 氨水沉淀分离-铜试剂分光光度法测定铜量	(107)
实验三 氨底液极谱法测定铜量	(108)
第六部分 贵金属元素分析	(111)
一、金的测定	(111)
实验一 异戊醇萃取-硫代米蚩酮分光光度法测定金量	(111)
实验二 碲共沉淀富集-氢醌滴定法测定金量	(113)
实验三 聚氨酯泡沫塑料富集-火焰原子吸收分光光度法测定岩石中痕量金	(114)
二、银的测定	(115)
实验四 双硫腈分光光度法测定银量	(115)
实验五 原子吸收分光光度法测定银量	(117)
三、铂、钯、钨、铋、钼、铑的测定	(118)
实验六 铈铈钛金光谱法测定铂、钯、钨、铋、钼、铑量	(118)
第七部分 煤质分析	(121)
一、煤的工业分析	(121)
实验一 重量法测定应用煤总水分量	(122)
实验二 重量法测定分析煤样中水分量	(123)
实验三 重量法测定灰分量	(124)
实验四 挥发分量的测定	(124)
实验五 煤中固定碳的计算	(125)
二、煤中全硫量及各种形态硫量的测定	(126)
实验六 硫酸钡重量法测定煤样中全硫量	(126)
实验七 燃烧碘量法测定煤样中全硫量	(127)
实验八 硫酸钡重量法测定硫酸盐硫量	(129)
实验九 硫化铁硫量的测定	(130)

实验十 有机硫量的测定·····	(131)
三、煤中磷的测定·····	(131)
实验十一 磷钼蓝分光光度法测定磷量·····	(131)
第八部分 化探样品及生物样品分析·····	(134)
一、化探样品分析·····	(134)
实验一 原子吸收分光光度法测定化探样品中铜、铅、锌、锰、镍、 钴、镉量·····	(134)
实验二 甲基异丁基酮萃取-石墨炉原子吸收分光光度法测定化探样 品中金量·····	(136)
实验三 氢化物-原子荧光法同时测定化探样品中微量硒、碲量 ·····	(137)
二、生物样品分析·····	(139)
实验四 火焰原子吸收分光光度法测定尿中锌量·····	(139)
实验五 离子选择性电极法测定人发中微量氟·····	(140)
附录: ·····	(142)
附录一 试样的烘干温度及粉碎粒度表·····	(142)
附录二 金属氢氧化物沉淀 pH ·····	(143)
附录三 硅酸盐分析的误差范围·····	(143)
附录四 铁矿岩矿分析允许偶然误差·····	(144)
附录五 有色金属矿石分析误差范围·····	(145)
附录六 贵金属矿石分析允许偶然误差·····	(147)
附录七 火成岩五大类岩石典型分析例·····	(148)
附录八 定量和定性分析滤纸规格·····	(149)
附录九 化学试剂等级对照表·····	(149)
附录十 化学灼伤、创伤、中毒急救措施·····	(149)

第一部分 实验预备知识

一、常用器皿的洗涤

(一) 玻璃器皿的洗涤

分析实验中所用玻璃器皿应洁净，其内壁应能被水均匀地润湿而无水的条纹，且不挂水珠。

实验中常用的玻璃器皿有烧杯、锥形瓶、容量瓶、移液管、比色管、滴定管等。根据它们精度的不同，洗涤方法也有区别。

烧杯、锥形瓶和量杯等一般玻璃器皿可用毛刷蘸去污粉或合成洗涤剂刷洗，再用自来水冲干净，然后用蒸馏水或去离子水润洗 2—3 次。

滴定管、移液管、容量瓶、比色管等具有精确刻度的玻璃器皿，视其脏物的类型可采用不同洗涤液来洗涤。

1. 铬酸洗涤液

粗称 20 g 重铬酸钾，置于 500 mL 烧杯中，加入 40 mL 水，加热溶解。待冷却后，徐徐注入 350 mL 粗硫酸（边注入边搅拌）即成。配好的洗液为深褐色储于细口瓶中备用。多次使用后，效力降低时，加入适量的高锰酸钾粉末即再生，用时防止被水稀释。该洗液具有很强的氧化性，适用于洗涤油脂或某些有机物沾污的玻璃器皿。但是铬酸洗液有毒，其废液也容易造成污染，应将其回收。铬酸腐蚀性很强，易烫伤皮肤，烧坏衣物，使用时要注意安全。

2. 合成洗涤剂或洗衣粉

市售合成洗涤剂及洗衣粉都含有少量十二烷基硫酸钠和十二烷基磺酸钠，属阴离子表面活性剂。适合于洗涤被油脂或有机物沾污的容器，使用时配成浓度为 0.5% 的洗涤剂或洗衣粉溶液（5 g/L）。

3. 氢氧化钠的高锰酸钾洗涤液

氢氧化钠的高锰酸钾洗液：粗称高锰酸钾 4 g 溶于少量水中，向此溶液中徐徐加入 100 mL 氢氧化钠溶液（100 g/L）即成。该洗涤液适用于洗涤油污及有机物沾污的器皿。用此洗液洗后的器皿上如残留有 $\text{MnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 沉淀物可用浓硫酸或亚硫酸钠溶液洗涤除去。

光度法中所用比色皿，由光学玻璃制成，对其表面的光洁度需求较高，不能用毛刷刷洗，可以用盐酸乙醇（1：2）洗涤液浸泡，也可以用合成洗涤剂或铬酸洗液洗涤后，再用自来水冲洗干净，然后用蒸馏水润洗几次。

(二) 各种坩埚的处理和洗涤

铂坩埚、瓷坩埚、石墨坩埚等是工业分析中分解试样常用的器皿。因为它们直接与试样接触，在浸取或洗涤后的坩埚上仍可能附着一些离子。必须将其用酸处理。

铂坩埚和石墨坩埚应避免使用具有氧化性的王水处理,可用1:1(或1:2)盐酸煮沸数分钟后用自来水冲洗干净,再用蒸馏水润洗几次。洗涤坩埚后的盐酸可连续使用,但一定要专门放置,并贴有明显的标签。如果用盐酸洗铂坩埚以后还有污迹,可用 Na_2CO_3 、焦硫酸钾或硼砂熔融,也可以用200 g/L Na_2CO_3 煮沸数分钟。

瓷坩埚和塑料坩埚可以用王水煮沸处理,如果王水处理后还有污迹,也可用手指沾少量去污粉或合成洗涤剂擦净,用自来水冲洗干净,然后用蒸馏水润洗数次。

新的铁坩埚在使用前要进行钝化处理,方法是:用稀盐酸洗涤和用细砂擦净表面后,放入含有5%的稀硫酸和5%的稀硝酸溶液中浸泡10 min,取出洗净烘干后,置于300—400 °C的高温炉中灼烧10 min即可。清洗铁坩埚时一般用冷的稀HCl浸泡。

镍坩埚能耐碱性物质的腐蚀。但其极易溶于酸中。未曾使用过的镍坩埚,在使用前先以高温灼烧2—3 min除去油污,并使表面形成一薄薄的氧化层,以延长其使用寿命。使用过的镍坩埚,在每次使用前,应先在水中煮沸数分钟,必要时用很稀的盐酸稍煮片刻,然后,用100目的细砂摩擦清洗并干燥。

二、溶液浓度的表示方法

国际标准ISO 31-8和我国GB 3102.8标准中对溶液浓度的表示方法有具体的规定。常用的表示溶液浓度的物理量有以下几种:

(一) 物质B的质量浓度

量符号为 ρ_B 或 $\rho(B)$,定义为“物质B的质量除以混合物的体积”,常用g/L和mg/L表示。可用于某元素标准溶液浓度的表示,也可用于用固体物质配制的溶液浓度的表示,按定义 $\rho(B)$ 应是

$$\rho(B) = \text{溶质的质量} / \text{溶液的体积}$$

如硫酸铜溶液(20 g/L)表示为

$$\rho(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 20 \text{ g/L}$$

书写方式为,硫酸铜溶液(20 g/L),不能记为“20 g/L 硫酸铜”。

原子吸收光度法和分光光度法中的标准溶液,在不改变其浓度值的有效位数时也可用 $\mu\text{g/mL}$, ng/mL 表示。

(二) 物质B的浓度

它是唯一可简称为浓度的物理量,量符号为 C_B ,定义为“物质B的物质的量除以混合物的体积”。SI单位为摩尔每立方米(mol/m^3),在分析化学中常用 mol/L 、 mmol/L ,但在实际应用中应指明溶质的基本单元形式,

如 $C(\text{HCl}) = 0.2 \text{ mol/L}$, $C(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0.1003 \text{ mol/L}$

$C(1/2 \text{ Ca}^{2+}) = 1.99 \text{ mol/L}$, $C(\text{NaOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$

($1/5 \text{ KMnO}_4$)为 KMnO_4 参与反应的基本单元形式,0.1003 mol/L即为 KMnO_4 的浓度。

(三) 物质B的体积分数

量符号为 φ_B 或 $\varphi(B)$,定义为“纯物质B与混合物在相同温度和压力下的体积之比”,无量纲量,常用小数、分数或百分比符号表示。

$$\varphi(B) = \text{溶质体积} / \text{溶液体积}$$

如配 20% 的盐酸溶液, 取 200 mL 盐酸稀释至 1000 mL, 则该盐酸体积分数为:

$$\varphi(\text{HCl}) = \frac{200 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}} = 0.2 = \frac{2}{10} = 20\%$$

书写时必须完整地写出如“盐酸溶液 [$\varphi(\text{HCl}) = 20\%$]”不能记作 20% 盐酸或盐酸溶液 (20%)。以表明其盐酸浓度为体积分数。

三、分析结果的表达及有效数字的保留

(一) 分析结果的表达

分析结果表达中统一使用符号:

质量 m , 空白质量 m_0 , 总体积 V , 分取体积 V_1 , 空白体积 V_0 , 浓度 C , 滴定度 T 。

计量单位: %, 10^{-6} (相当于 ppm, $\mu\text{g/g}$, g/T), 10^{-9} (相当于 ppb, ng/L)。

固体矿物原料中某一物质成分的品位或含量用物质 B 的质量分数表示。量符号为 W_B , 定义为“物质 B 的质量与混合物的质量之比”, 该量系无量纲量, 因此构成某物质成分质量比值的分子或分母的质量单位, 不论使用的是千克、克、毫克或微克, 最终可表示为:

$$W(B) = \{W(B)\} \times [10^{-n}]$$

$\{W(B)\}$ 为数值; $[10^{-n}]$ 为单位 1 的分数单位; n 取 3、6、9、12。在 $\{W(B)\}$ 之后, 除单位 $[10^{-n}]$ 外, 不应再附加任何单位或符号。

重量法中, 如硅酸盐全分析中二氧化硅的含量应写成:

$$W(\text{SiO}_2) = \frac{m_1 - m_0}{m} = 0.5892 = 58.92 \times 10^{-2} = 58.92\%$$

这三种结果表示中的任何一种都是正确的, 百分符号“%”是代替数值 $0.01(10^{-2})$ 的。

比色或光度分析及原子吸收光度分析等过去曾用 $\mu\text{g/g}$ 或 g/T 及 ppm 表示, 应改为 $[10^{-6}]$, 曾用 ng/g 或 ppb, 应改用 $[10^{-9}]$ 。如二氧化钛的光度分析结果为:

$$W(\text{TiO}_2) = \frac{(m_1 - m_0) \times V}{m \times V_1} \times 10^{-6} = 2.3 \times 10^{-3} = 0.23\%$$

式中 m_1 为标准系列中对应的 TiO_2 质量 (μg) 或从工作曲线上查得 TiO_2 的质量, V 为溶液总体积, V_1 为分取溶液的体积。又如化探样品中铜的含量为 $W(\text{Cu}) = 48.8 \times 10^{-6}$, 相当于过去的 $48.8 \mu\text{g/g}$ 或 48.8 ppm 。 $W(\text{Au}) = 3.5 \times 10^{-9}$ 相当于过去的 3.5 ppb 。

滴定法中, 滴定溶液的浓度表示为 $C(\text{EDTA}) = 0.01051 \text{ mol/L}$, $C(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0.09992 \text{ mol/L}$, $C(1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.1084 \text{ mol/L}$ 。

分析结果仅以 Ca^{2+} 为例, 应表示为:

$$W(\text{CaO}) = \frac{(V - V_0) \cdot C \cdot 0.05608}{m} \times 100\%$$

$$\text{或 } W(\text{CaO}) = \frac{(V - V_0) \cdot T}{m} \times 100\%$$

为了表示所用特定单位表达的数值, 分析结果还可以写成

$$W(\text{TiO}_2) / \% = 0.28$$

$$W(\text{Cu})/10^{-6}=48.8$$

(二) 有效数字保留

分析结果中有效数字表示连续物理量的测定结果，是指实际能测量到的数字。其保留的数位与所用仪器的灵敏度和方法的准确度有关。一般固体矿样原料中某物质成分的质量分数可根据其有效数字分别表示为 $\times\times.\times\times\%$ ； $\times.\times\times\%$ ； $0.\times\times\%$ ； $0.0\times\times\%$ 和 $0.00\times\%$ 。

(三) 数字的修约规则

1. 在拟舍弃的数字中，若右边第一个数字小于 5 (不等于 5)，则舍去，例如：将 13.2432 修约到只保留一位小数，则修约后为 13.2。

2. 在拟舍弃的数字中，若右边第一个数字大于 5 (不等于 5)，则进一，例如：将 26.483 修约到只保留一位小数，则修约后为 26.5。

3. 在拟舍弃的数字中，若右边第一个数字等于 5 而其后边的数字皆为零，所拟保留的末位数字若为奇数则进一，若为偶数 (包括零) 则不进。例如：将下列数字修约到只保留一位小数。

修约前	0.3500	0.4500	1.0500
修约后	0.4	0.4	1.0

4. 在拟舍弃的数字中，若右边第一个数字等于 5 而其后边的数字并非全部为零，则进一。例如：将 1.0501 修约到只保留一位小数。修约前 1.0501，修约后为 1.1。

第二部分 定量分离法

一、沉淀分离和共沉淀分离法

实验一 氨水沉淀分离-碘量法测定铜矿石中的铜

(一) 方法原理

沉淀分离法是基于沉淀反应的分离方法,根据溶度积原理,在待分离的试液中,加入适当的沉淀剂,使欲测组分沉淀出来,或者将干扰组分析出沉淀而被除去,以达到分离干扰元素的目的。沉淀分离法虽是分离方法中比较古老的一种方法,但此方法操作简单,不需使用特殊的装置,易于批量生产,因此,目前仍有广泛的应用。很多新的分离技术也是在沉淀分离的基础上发展起来的。沉淀分离法的主要缺点是,需要过滤、洗涤等手续,费时较多;而且往往因共沉淀现象不易达到定量分离。在应用中应充分了解沉淀反应的特点,设法克服它的弱点。

在铵盐存在下,利用氨水作沉淀剂的分离方法,称为氨水沉淀法。

本实验采用氨水分离法使试液中铁(Ⅲ)形成溶度积极小的氢氧化铁沉淀,而铜(Ⅱ)以铜氨配离子存在于溶液中。采用小体积沉淀,并加入大量氯化铵的目的是为了促进氢氧化铁胶体凝聚,使得到的氢氧化铁沉淀比较致密;有大量铵盐存在,使沉淀吸附铵离子,从而减少对其它离子的吸附。在实验条件下,经一次沉淀可达到铁、铜定量分离的目的。

过滤分离沉淀后,加热驱逐溶液中过量的氨水,调节溶液 pH 值为微酸性,加入过量的碘化钾,铜(Ⅱ)离子与碘化钾反应析出碘。用硫代硫酸钠标准溶液滴定碘,可以测定试样中铜的含量。

钒(V)、大量铋、铅影响测定,但均可与氢氧化铁同时沉淀而分离。

(二) 主要试剂

1. 氨水 (1:1)。
2. 醋酸 (1:1)。
3. 碘化钾溶液 (500 g/L)。
4. 硫氰酸钾溶液 (5 g/L)。
5. 氯化铵-氨水洗液。称取 20 g 氯化铵,溶解于水中,加入 20 mL 氨水,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。
6. 铜标准溶液。取高纯金属铜片,用 10% 硝酸将其表面的氧化物溶去,然后用水洗净,再用无水乙醇洗 2 次,低温烘干,冷却。准确称取 1.000 g 铜,溶于 20 mL 1:1 硝酸中,溶解后,蒸发至 3—5 mL,加 10 mL 1:1 硫酸,加热至冒三氧化硫浓白烟,取下冷却,小心加水,使铜盐溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液

1 mL 含 1 mg 铜。

7. 硫代硫酸钠标准溶液 (2.5 g/L)。溶解 2.5 g 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 于 1 000 mL 刚煮沸并冷却的水中, 加入 0.1 g 碳酸钠, 摇匀, 待标定。

标定: 吸取 10.00 mL 铜标准溶液于锥形瓶中, 滴加 1:1 氨水至蓝色铜氨配离子形成, 用 1:1 醋酸中和至溶液由蓝色变为果绿色并过量 4 mL, 加入 2 mL 碘化钾溶液 (500 g/L), 用硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色, 加入 2 mL 硫氰酸钾溶液 (5 g/L), 加入 3 mL 淀粉溶液 (10 g/L), 继续滴定至蓝色消失。

8. 淀粉溶液 (10 g/L)。1 g 可溶性淀粉溶解于 100 mL 热水中。

(三) 分析手续

准确称取 0.2—1 g 试样于 150 mL 烧杯中, 用少许水润湿, 加 10 mL 盐酸, 置电热板上加热分解, 除去硫化氢, 加入 3 mL 硝酸, 盖上表皿, 继续加热至试样完全分解。将表皿洗净移去, 继续加热浓缩至 2—3 mL 体积, 取下冷却, 加 5 g 氯化铵固体 (事先将块状氯化铵捣碎), 用玻棒搅拌至砂粒状, 加入 20 mL 1:1 氨水, 充分搅拌, 用定性滤纸过滤, 用 250 mL 锥形瓶承接滤液, 用氯化铵-氨水洗涤液洗涤沉淀和烧杯 5—6 次, 弃去沉淀。滤液加热蒸发至析出盐类, 取下冷却, 加水 10—20 mL, 加 4 mL 1:1 醋酸溶液, 加 3 mL 碘化钾溶液 (500 g/L), 用硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色, 加 2 mL 硫氰酸钾溶液 (5 g/L) 及 3 mL 淀粉溶液 (10 g/L), 继续用硫代硫酸钠标准溶液滴定至蓝色消失为终点。按下式进行结果计算:

$$W_{\text{Cu}} = \frac{T_{\text{Cu}/\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times (V_1 - V_0)}{m} \times 10^{-3}$$

式中: $T_{\text{Cu}/\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ ——硫代硫酸钠标准溶液对铜的滴定度 (mg Cu/mL);

V_1 ——试液消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积 (mL);

V_0 ——随同试样空白溶液消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积 (mL);

m ——试样的质量 (g)。

(四) 讨论

1. 矿样中含硫高时, 应采用逆王水溶矿, 待剧烈作用停止后, 再加热分解。

2. 钒 (V) 干扰测定, 但矿样中铁的含量较高时, 沉淀分离时, 钒可定量沉淀而与铜分离。对钒高铁低的试样, 用氨水沉淀前补加铁 (III), 可使钒分离完全。

3. 由于碘化亚铜 (Cu_2I_2) 沉淀表面吸附碘, 使分析结果偏低。为了减少吸附, 可在大部分碘被硫代硫酸钠溶液滴定后, 加入硫氰酸盐, 使碘化亚铜转化为溶解度更小的硫氰酸亚铜 (CuSCN), 硫氰酸亚铜沉淀吸附碘的倾向小, 可以减小误差。

4. 碘量法是测铜的经典方法, 由于干扰元素少, 对于组分比较复杂的试样, 亦可使用。对高含量的铜的测定十分适用。对含铜 0.1—2.0% 的试样, 在沉淀分离后, 可用铜试剂分光光度法测定, 见第五部分实验二: 氨水沉淀分离-铜试剂光度法测定铜量。

(五) 思考题

1. 在该实验中, 在分解试样, 沉淀分离, 滴定前、后等过程中, 铜均以什么形式存在?

2. 何谓沉淀分离法? 为什么要对铁 (III) 进行分离?

3. 为什么淀粉指示剂在接近终点时加入?

实验二 微量锑的共沉淀分离、富集及回收率的测定

(一) 方法原理

共沉淀现象是由于沉淀表面的吸附作用、混晶的形成、吸留或包藏等原因引起的。在重量分析或沉淀分离中,往往共沉淀现象会给测定与分离带来误差,因而总是要设法消除或减少共沉淀作用。但在痕量组分的分离中,却可利用共沉淀作用分离和预富集痕量组分。

当试液中锑(V)离子的浓度很低时(如 10^{-6} g/mL),用沉淀方法无法使锑(V)析出。但在酸性介质中,用水合二氧化锰($\text{MnO}(\text{OH})_2$)为载体,可将微量的锑定量共沉淀。 $\text{MnO}(\text{OH})_2$ 可用硫酸锰溶液(MnSO_4)与高锰酸钾溶液反应生成。共沉淀的溶液在 $C(\text{H}^+)$ 为1—1.5 mol/L的酸度下,铁(III)、铜(II)、砷(III)、铅(II)、铊(III)等均不沉淀,只有锡与锑可以完全沉淀。用过氧化氢与盐酸溶解沉淀。微量锑可用萃取光度法进行测定。 SbCl_5 配离子与三苯甲烷类碱性染料——孔雀绿的阳离子可形成离子缔合物。用苯萃取该缔合物时,过剩的孔雀绿留在水相中,有机相比色测定锑。

取一定量的锑,经共沉淀富集后,测定沉淀中吸附的锑量,然后计算锑的回收率。

(二) 主要仪器、器皿及试剂

1. 分光光度计。

2. 分液漏斗(125 mL分液漏斗)。

3. 锑标准溶液。称纯金属锑0.2000 g,溶于数毫升逆王水($\text{HCl}:\text{HNO}_3=1:3$)中,加热除去氮氧化物,然后用5:1盐酸稀至1000 mL。此溶液1 mL含200 μg 锑。

取上液用5:1盐酸逐步稀释至含锑为1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的溶液。

4. 盐酸(5:1)。

5. 氯化亚锡(100 g/L)。取10 g氯化亚锡,溶于40 mL盐酸中,加60 mL水。

6. 亚硝酸钠溶液(150 g/L)。

7. 磷酸(1:5)。

8. 孔雀绿溶液(2 g/L)。

9. 尿素溶液(500 g/L)。

10. 苯。

11. 无水硫酸钠。

12. 高锰酸钾溶液(40 g/L)。

13. 硫酸锰溶液(50 g/L)。

(三) 分析手续

1. 标准曲线的绘制

取含0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 μg 锑的标准溶液,分别置于125 mL分液漏斗中,加入5:1盐酸使溶液体积达10 mL。加2—3滴氯化亚锡溶液(100 g/L),静置1 min,加2 mL亚硝酸钠溶液(150 g/L),摇匀,静置2 min,用吸球吹气10—15次以除氮氧化物,加入2 mL尿素溶液(500 g/L),摇动使气泡逸尽(注意:开启分液漏斗顶塞放气)。加15 mL 1:5磷酸,加15 mL苯,加0.5 mL孔雀绿溶液(2 g/L),盖上顶塞,萃取1—2 min。静置分层后,将有机相移入干燥的比色管中,加入少许(约0.2—0.4 g)

无水硫酸钠,以除去混杂在苯层中的微量水分。以试剂空白作参比,于635 nm波长处测量吸光度。

绘制标准曲线。

2. 试液分析

取15.0 mL 1 μg/mL的锑标准溶液,置于400 mL烧杯中,加15 mL 5:1盐酸,150 mL热水和10 mL硫酸锰溶液(50 g/L)。加热微沸后加入8 mL高锰酸钾溶液(40 g/L),煮沸1 min。再加8 mL高锰酸钾溶液(40 g/L),再煮沸1 min。静置3—5 min,过滤,用150 mL左右热水洗涤烧杯和沉淀。弃去滤液。

用8 mL浓盐酸和2 mL过氧化氢配成的混合液(现用现配)溶解沉淀,溶解后溶液用原烧杯承接。再用10 mL 1:5盐酸洗滤纸。收集滤液,加热至出现大气泡后再煮沸1 min。冷却至室温,移入25 mL容量瓶中,用5:1盐酸洗涤烧杯,稀释至刻度,摇匀。

吸取上液5 mL,置于125 mL分液漏斗中,按绘制标准曲线步骤进行操作。

从标准曲线中查出锑的量,按下式计算锑的回收率:

$$W_{\text{sb}} = \frac{m_1}{m}$$

式中: m_1 ——从标准曲线上查得试液中锑的质量(μg);

m ——试液中加入的锑的质量(μg)。

(四) 讨论

1. 加入氯化亚锡使试液中可能存在的锑(V)还原为锑(III),然后用亚硝酸钠使之全部氧化为锑(V),在较浓的盐酸介质中形成 SbCl_5 ,与孔雀绿阳离子缔合。锑(III)氧化成 SbCl_5 后应立即显色萃取,否则 SbCl_5 慢慢水解形成 $\text{Sb}(\text{OH})\text{Cl}_4$ 等产物,影响显色。

2. 加入无水硫酸钠,可使苯层中微量水分除去,使苯层清澈,便于比色。

(五) 思考题

1. 加入尿素的目的是什么?

2. 何谓共沉淀分离法?探讨该实验中 $\text{MnO}(\text{OH})_2$ 与Sb共沉淀的机理。

二、溶剂萃取分离法

实验三 盐酸的浓度对四氯化碳萃取锆的影响

(一) 方法原理

溶剂萃取是一种有效的分离方法,应用十分广泛。它既可用于分离大量组分,也可用来分离和预富集痕量组分。溶剂萃取分离是基于各种物质在不同溶剂中的分配系数大小不等的原理实现的。

在较浓的盐酸介质中,锆以四氯化锆(GeCl_4)形式存在。它是共价化合物,在溶液中主要以分子形式存在,在有机溶剂中有较大的溶解度。当溶液中盐酸浓度不同时,锆的萃取率不同。

本实验选用不同的盐酸浓度,分别用四氯化碳萃取,计算各种酸度时锆的萃取率,选择萃取时最佳的盐酸浓度。本实验采用苯芴酮分光光度法测定锆的含量。在酸性溶液中,