

SPT 高等院校选用教材

师范类

高等师范院校化学新体系实验系列教材之二

化学测量实验

张成孝 主编

科学出版社

高等院校选用教材
高等师范院校化学新体系实验系列教材之二

化学测量实验

张成孝 主编

陈世荣 张 昕 副主编

科学出版社

2001

内 容 简 介

《高等师范院校化学新体系实验系列教材》是教育部“高等师范教育面向 21 世纪教学内容和课程体系改革计划”重点课题(JS041A)计划的成果,在“一体化、多层次化学实验教学体系”的思想指导下,将原来的七门化学实验整合为《化学基础实验》、《化学测量实验》和《综合训练与设计》三册。

本书为《高等师范院校化学新体系实验系列教材》的第二册,共精编实验 89 个,分为三个部分。第一部分:分析技术,包括化学定量分析、原子光谱分析、分子光谱分析、电化学分析和分离与分析技术等;第二部分:物理化学参数测定,包括化学热力学参数测定、化学动力学参数测定、电化学参数测定及胶体和表面参数测定;第三部分:化工过程参数测定,包括传递过程和化学反应工程参数测定。

本教材可作为高等师范院校和综合性大学的化学实验课教材,对中学化学教师、化学化工类研究生和其他化学工作者均有很好的参考价值。

图书在版编目(CIP)数据

化学测量实验/张成孝主编, -北京:科学出版社, 2001

(高等院校选用教材·高等师范院校化学新体系实验系列教材之二)

ISBN 7-03-009547-2

I . 化… II . 张… III . 化学实验-高等学校:师范学校-教材 IV . O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2001)第 039861 号

科学出版社 出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

源海印刷厂 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2001 年 8 月第 一 版 开本:720×1000 1/16

2001 年 8 月第一次印刷 印张:19

印数:1—6 000

字数:358 000

定价:23.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换〈北燕〉)

《高等师范院校化学新体系实验系列教材》
编 委 会

主 任
吕九如

副主任
周鸿顺

委 员(以姓氏笔画为序)

尹笃林	麦禄根	李宗孝	杨 林
肖小明	张 昕	张成教	陈世荣
房 喻	欧阳津	胡乃非	胡满成
段玉峰	祝心德	贾章兰	曾胜年
渠桂荣	温普红	赖普辉	戴立益

《化学测量实验》编委会

主 编

张成孝

副主编

陈世荣 张 昕

编 委(以姓氏笔画为序)

白云山 杨荣榛 陈亚芍

张小玲 欧阳津 曾胜年

参编单位

陕西师范大学

华中师范大学

北京师范大学

出版说明

《高等师范院校化学新体系实验系列教材》是“高等师范教育面向 21 世纪教学内容和课程体系改革计划”重点项目“高等师范院校化学专业实验教学内容、课程体系改革和中学化学实验教学研究基地建设的研究”(批准号:JS041A)的重要成果。本系列教材是根据化学学科整体性的特点,为适应以创新精神和实践能力为核心的素质教育,培养基础扎实、知识面宽、能力强、素质高的新型人才的需要,按照“一体化、多层次”的化学实验教学模式,在我们多年教学实践的基础上编写而成的。“一体化、多层次”化学实验教学模式是改革了传统的按二级学科建制的实验课程体系,在一级学科平台上建立的新的实验教学体系。这一体系按“基础训练实验—综合实验—设计实验”三个层次实施实验教学,注重培养学生化学实验基本技能、综合实验能力和创新能力。

本系列教材共分三册,即《化学基础实验》、《化学测量实验》和《综合训练与设计》。《化学基础实验》分册包括基础化学实验技术、元素和化合物性质及化合物的合成;《化学测量实验》分册包括化学测量技术、元素和化合物含量的测定及物理化学参数和化学工程有关参数测定;《综合训练与设计》分册包括综合合成和表征、中学化学实验教学研究以及设计实验。

本套教材具有下列特点:

1. 在体系上首次按“一体化、多层次”化学实验教学模式在一级学科平台上建立化学实验教学体系。以基础训练实验、综合实验和设计实验三个层次实施实验教学。基础实验为理论验证性实验和基本技能训练实验,旨在使学生加深理解化学原理,培养学生化学实验基本技能;综合实验是原理和实验技能较为复杂的实验,旨在培养学生分析问题和解决问题的能力;设计实验是学生自选题目,在教师指导下,通过查阅文献,独立拟订实验方案和完成的实验,旨在培养学生的创新能力。

2. 在实验内容的选择上,坚持以基础实验为主,综合训练和设计实验为辅的原则。在保证实验质量的前提下,适当增加了一部分前瞻性、应用型实验。与原先的《无机化学实验》、《有机化学实验》、《分析化学实验》、《仪器分析实验》、《物理化学实验》、《化学工程实验》和《化学教学论实验》比较,删去了大量简单重复性实验,增加了在一级学科上的综合与设计实验,使其实验内容更合理、更丰富、更有利于学生素质的培养。

3. 在教材编写上,既考虑与目前理论教材的衔接,又考虑实验教材的相对独立性;既考虑系列教材的系统性,又考虑各册的特殊性。各章节均有引言,简要介绍本章或本节涉及的基本原理、主要实验内容、教学目的以及要求掌握的基本实验技能。本教材兼顾到重点院校和普通院校的实际情况。为了保证基本的实验教学要求,又满足不同层次需要,在实验项目上进行适当扩增,各校可以选择适合本校实际的实验内容。

本套教材在编写和出版过程中,得到陕西师范大学、华东师范大学、北京师范大学、华中师范大学、东北师范大学、西南师范大学等兄弟院校及科学出版社的大力支持和帮助;1999年在陕西师范大学召开的“高等师范院校化学实验教学改革研讨会”上,与会40多所兄弟院校的专家、教授都提出了宝贵的意见,在此一并致谢。

由于作者水平有限,书中难免有错误和疏漏之处,敬请读者批评指正。

吕九如

2001年1月于西安

前 言

本教材是教育部“高等师范教育面向 21 世纪教学内容和课程体系改革计划”重点课题(JS041A)计划的《高等师范院校化学新体系实验系列教材》的第二分册。本分册由三部分组成,内容包括分析技术、物理化学参数测定和化工过程参数测定。分析技术部分包括化学定量分析、原子光谱分析、分子光谱分析、电化学分析和分离与分析技术等;物理化学参数测定部分包括化学热力学参数测定、化学动力学参数测定、电化学参数测定及胶体和表面参数测定;化工过程参数测定部分包括传递过程和化学反应工程参数测定。本册共精选精编实验 89 个。

在体系上,本书是按“一体化、多层次”化学实验教学体系,在一级学科平台上,选编化学测量实验。既考虑到与目前理论教材的衔接,又考虑到实验教材的相对独立性;既考虑到系列教材的系统性,又考虑到本册测量实验的特殊性。在实验内容的选择上,坚持以基础实验为主。在参考国内外分析化学实验、物理化学实验和化工实验的基础上,坚持以基本实验操作技能为主,配合课堂教学理解基本原理。在保证实验质量的前提下,适当增加了一些新实验。在教材编写体例上,各章均有“引言”,简要介绍本章涉及的基本原理、主要实验内容、目的和要求掌握的基本实验技能等;各节简要介绍了本节主要的实验内容、目的和要求掌握的基本实验技能;在实验步骤编写方法上,注重基本原理的阐述,避免“照方抓药”。部分仪器的操作方法附在实验之后。

与原二级学科基础上编写的《分析化学实验》、《仪器分析实验》、《物理化学实验》和《化学工程实验》相比较,删去了大量简单重复性的实验,使实验内容更合理,更有利于培养高素质的人才。为了既保证基本的实验内容,又适应不同层次需要,本教材对实验项目进行了适当扩增。各校可根据实际情况和实验条件选择实验内容。

本教材由张成孝任主编,陈世荣、张昕任副主编。参加编写工作的有:华中师范大学曾胜年(第一章),陕西师范大学张小玲(2.1,2.2)、李保新(2.3,2.4)、张成孝(第三章)、陈世荣(第五章)、陈亚芍(6.1,6.3)、白云山(6.2,第七章)、张昕(7.3,第八章)、杨荣榛(第九章),北京师范大学欧阳津(第四章)。初稿完成后,由张成孝统一初审修改,其中第二部分由陈世荣和张昕审阅;最后由张成孝统稿、定稿。

由于编者水平和时间所限,难免有错误和疏漏之处,敬请读者批评指正。

编 者

2001 年 1 月

目 录

出版说明	(i)
前言	(iii)

第一部分 分析技术

第一章 化学定量分析	(1)
1.1 试样制备技术	(1)
1.2 滴定分析技术	(4)
实验 1 滴定分析基本操作练习	(10)
实验 2 硫酸铵中含氮量的测定(甲醛法)	(13)
实验 3 水硬度的测定(配位滴定法)	(15)
实验 4 铅铋合金(或混合液中)铋、铅含量的连续测定(配位滴定法)...	(18)
实验 5 化学需氧量的测定(高锰酸钾法)	(20)
实验 6 食品中还原糖的测定(高锰酸钾法)	(23)
实验 7 铁矿石中全铁含量的测定(重铬酸钾法)	(25)
实验 8 葡萄糖含量的测定(间接碘量法)	(27)
实验 9 酱油中氯化钠含量的测定(福尔哈德法)	(30)
1.3 重量分析技术	(33)
实验 10 氯化钡中结晶水含量的测定(气化法)	(39)
实验 11 氯化钡中钡含量的测定(沉淀重量法)	(40)
第二章 光谱学分析	(43)
2.1 紫外-可见吸收光谱法	(43)
实验 12 邻二氮菲分光光度法测定微量铁(条件试验及工业盐酸中 全铁的测定)	(44)
实验 13 微量氨基酸的测定	(46)
实验 14 紫外分光光度法测定蛋白质含量	(49)
实验 15 流动注射邻二氮菲分光光度法测定微量铁	(51)
2.2 原子吸收光谱法	(54)
实验 16 原子吸收光谱法测定钙最佳实验条件的选择	(55)
实验 17 原子吸收光谱法测定钙的干扰及其消除	(57)

实验 18 原子吸收光谱法测定发样中的铜	(59)
2.3 原子发射光谱法	(63)
实验 19 矿石中镍、银的原子发射光谱定性和半定量分析	(64)
实验 20 原子发射光谱法测定 38CrMoAl 中的锰	(67)
实验 21 电感耦合高频等离子体发射光谱法测定人发中微量铜、铅、锌	(69)
2.4 分子发光光谱法	(71)
实验 22 荧光光度法测定多维葡萄糖粉中维生素 B ₂ 的含量	(73)
实验 23 奎宁的荧光特性和含量测定	(74)
实验 24 流动注射化学发光法测定环境水样中的铬(VI)	(77)
第三章 电化学分析	(80)
3.1 电导分析法	(80)
实验 25 电导法测定水质纯度	(82)
实验 26 电导滴定法测定食醋中乙酸的含量	(83)
3.2 电位分析法	(85)
实验 27 离子选择电极法测定氟离子	(86)
实验 28 液膜型钾离子选择电极的制作及特性测试	(89)
实验 29 电位滴定法测定氯离子和碘离子	(92)
3.3 电重量分析法和库仑分析法	(94)
实验 30 电重量分析法测定硫酸铜中的铜	(95)
实验 31 库仑滴定法测定硫代硫酸盐	(97)
3.4 极谱分析法和伏安分析法	(99)
实验 32 直流极谱法基础实验	(103)
实验 33 单扫描示波极谱法连续测定铅和镉	(105)
实验 34 循环伏安法测定亚铁氰化钾	(107)
实验 35 阳极溶出伏安法测定废水中的镉	(109)
第四章 分离与分析技术	(112)
4.1 气相色谱法	(112)
实验 36 色谱柱的评价与分离条件的选择	(113)
实验 37 苯、甲苯、乙苯混合物的分离与定量分析	(116)
4.2 液相色谱法	(118)
实验 38 反相色谱法测定甾体药物氢化可的松	(119)
实验 39 离子色谱法测定矿泉水中的钠、钾、钙、镁离子	(121)
实验 40 手性高效液相色谱法正相拆分麻黄碱对映体	(123)

4.3 毛细管电泳分析法	(126)
实验 41 阴离子的毛细管电泳分析	(127)
实验 42 蛋白质的毛细管区带电泳分析	(129)
 第二部分 物理化学参数测定	
第五章 化学热力学	(132)
5.1 热化学	(132)
实验 43 燃烧热的测定(定容量热法)	(133)
实验 44 溶解热的测定(定压量热法)	(136)
实验 45 物质的摩尔质量的测定(凝固点降低法)	(140)
实验 46 差热分析	(142)
实验 47 热重分析	(146)
5.2 体系相平衡	(148)
实验 48 液体饱和蒸气压的测定	(148)
实验 49 Pb-Sn 二元金属相图的绘制(热电势法)	(151)
实验 50 二元有机物体系的相图(测温法)	(154)
实验 51 双液体系气-液相平衡相图的绘制(平衡蒸馏法)	(155)
实验 52 苯-乙酸-水三元相图的绘制(溶解度法)	(158)
5.3 化学平衡	(161)
实验 53 碘和碘离子平衡常数的测定(化学分析法)	(162)
实验 54 合成氨反应平衡常数的测定(流动法)	(165)
实验 55 酚酞电离平衡常数的测定(分光光度法)	(169)
第六章 化学动力学	(171)
6.1 均相反应动力学	(171)
实验 56 环戊烯气相分解反应速率常数的测定(量压法)	(172)
实验 57 乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定(电导法)	(175)
实验 58 丙酮碘化反应速率常数及活化能的测定(光度法)	(177)
6.2 催化反应动力学	(180)
实验 59 蔗糖酶米氏常数的测定(旋光法)	(181)
实验 60 脉冲式微型反应器测定分子筛催化剂的活性(色谱法) ...	(185)
实验 61 合成氨催化剂活性的测定	(188)
6.3 快速反应动力学	(191)
实验 62 硫氰化铁配离子生成反应速率常数的测定(弛豫法)	(196)

实验 63 硫氰化铁配合反应速率常数的测定(连续流动法)	(200)
实验 64 三草酸合铁配离子光化学反应速率及反应级数的测定 (光度法)	(203)
第七章 电化学	(206)
7.1 电解质溶液电化学	(206)
实验 65 强电解质极限摩尔电导率的测定(电导法)	(207)
实验 66 离子迁移数的测定(希托夫法)	(209)
7.2 平衡态电化学	(211)
实验 67 化学反应热力学参数的测定(电势法)	(213)
实验 68 电势-pH 曲线的测定(电势法)	(215)
实验 69 电解质溶液活度系数的测定(电势法)	(217)
实验 70 难溶金属氢氧化物溶度积的测定(pH 自动滴定法)	(220)
7.3 电极过程动力学	(222)
实验 71 镍在硫酸介质中的阳极钝化行为	(223)
实验 72 银电极在氢氧化钾溶液中的电化学行为(三角波电位扫描 法)	(226)
实验 73 电极过程动力学参数的测定(旋转圆盘电极法)	(229)
第八章 表面和胶体化学	(232)
8.1 表面化学	(232)
实验 74 溶液表面张力的测定(气泡最大压力法)	(235)
实验 75 活性炭比表面的测定(溶液吸附法)	(238)
实验 76 固体比表面的测定(BET 重量法)	(240)
8.2 胶体化学	(243)
实验 77 水溶性表面活性剂的临界胶束浓度的测定	(246)
实验 78 氢氧化铁胶体电动电位的测定(电泳法)	(248)
实验 79 高聚物相对分子质量的测定(黏度法)	(251)

第三部分 化工过程参数测定

第九章 化工过程参数测定	(255)
9.1 传递过程	(255)
实验 80 流体的流动形态和管路阻力实验	(256)
实验 81 孔板流量计的校核	(259)
实验 82 离心泵性能的测定	(261)

实验 83	气体强制对流传热系数的测定	(263)
实验 84	填料塔流体力学性能和传质系数测定	(267)
实验 85	精馏柱和填料性能的评价	(271)
实验 86	板式塔精馏实验	(276)
9.2	化学反应工程	(278)
实验 87	流化床基本特性的测定	(279)
实验 88	连续流动搅拌釜式反应器停留时间分布曲线的测定	(282)
实验 89	内循环无梯度反应器停留时间分布的测定	(285)

第一部分 分析技术

第一章 化学定量分析

化学定量分析实验是定量分析实验的基础,其教学目的是使学生加深理解分析化学的基本理论、基础知识和基本应用;准确树立量的概念;正确、熟练地掌握定量分析的基本操作技能和典型的分析方法;掌握定量测定的一般程序;正确处理实验数据,并计算测定结果,为仪器分析实验和后续课程的学习打下必备的基础。

本章简要介绍试样制备技术和测定常量组分的定量化学分析方法。实验内容以滴定分析法(包括酸碱、配位、氧化还原和沉淀法)为主,其次是重量分析法。根据基础课的教学规律,选用的实验都是比较经典的实验。目的是使学生掌握这些基本方法的原理、应用、操作和计算等,掌握滴定分析法和重量分析法的特点和应用范围。

通过本章的教学,要求学生系统地掌握滴定分析法和重量分析法的基本操作技术和一般的分析程序。由于定量分析对测定结果要求一定的准确度和精密度,在教学中应将量的概念贯穿始终,结合各具体实验使学生理解定量分析中误差的主要来源,为提高测定准确度所采取的措施,以便正确掌握实验条件和正确使用实验仪器(器皿)进行操作,从而保证实验结果准确可靠。要求学生正确观察、记录实验数据,正确计算和表示测定结果,并能对实验数据进行一般的统计处理。对实验操作不合格、测定数据达不到要求(教师预先对每个实验须达到的准确度和精密度提出目标)的学生,应在分析失败原因的基础上重做,以达到相应的教学要求。同时鼓励学生在实验报告中探讨失败的原因和改进的措施。

1.1 试样制备技术

对采集回来的原始试样,必须根据它们的特性按照一定的步骤制备成供测定用的分析试样,才能保证测定结果准确可靠。对组成分布不均匀、颗粒大小不等的固体试样,特别是矿石、煤炭和土壤试样等都需通过多次破(粉)碎、过筛、混匀和缩分等步骤才能完成试样的制备过程。在此过程中要选择合适的磨具和筛具等,始终避免试样可能受到的各种污染;同时防止待测组分受到损失或变化。

1. 试样的制备

(1) 土壤试样的制备 土壤的采取量一般在 1 kg 左右,对多点采集的土壤,可反复按四分法缩分至所需量。测定游离挥发酚、氰化物、田间水分、硝态氮、铵态氮和亚铁等项目时,需用新鲜土壤;一般分析项目均采用风干土样进行。选择 25~35℃ 通风干燥的地方,将采回的土样在塑料薄膜或纸上摊开成 2 cm 左右厚的薄层,经常翻动使其均匀风干,在半干时,将大土块压碎,拣去植物根茎、石子等杂物。风干一般需 3~5 天,再用木棒或有机玻璃棒将土壤碾碎,过孔径为 2 mm 的尼龙筛,去掉其中的砂砾和植物残体,按四分法将细土缩分至所需用量(每次缩分之前都要将试样尽量混匀)。如欲测定土壤中重金属元素含量,可保留试样 100 g 左右。留下的土样进一步用玛瑙研钵研细,使全部通过 100 目尼龙筛,然后充分混匀并装入带磨口塞的广口瓶中,贴上标签,于干燥器中保存备用。

(2) 矿物岩石类试样的制备 对于较硬的大颗粒试样,采用颚式碎样机;硬度中等或较软的试样,可用锤击式粉碎机作初步粉碎后,接着再用球磨机进一步碾细。如用手工方法进行破碎,常用的工具为冲击钵(钢制)和玛瑙研钵。玛瑙是一种矿物,化学性质稳定且硬度较大,广泛用来研磨各种试样。破碎常结合过筛、混匀和缩分等步骤交替进行,直至得到所需粒度和质量的分析试样。在破碎的过程中,应防止试样因飞溅损失和因设备磨损等原因混入杂质。过筛时,应将不能通过筛孔的颗粒反复破碎直至能全部通过为止,因其往往具有不同的化学组成,弃之将会影响试样的代表性。

制样用的球磨机由电机、球磨罐支架、球磨罐及不同规格(不同直径)的小球及控制设备组成。为了防止粉碎设备的磨损对试样造成污染,常采用玛瑙罐及玛瑙球进行研磨。将预先破碎至一定大小的试样(粒径约 1~2 mm)放入球磨罐中,用磨机支架将罐固定住,然后启动磨机使球磨罐迅速转动。在此过程中,依靠试样与玛瑙球之间的磨擦作用将试样粉碎至 200 目,一次可处理 500~1000 g 试样,时间需 5~10 min。球磨机可带有几个容积不同的罐,以便用来粉碎不同质量的试样。

(3) 植物试样的制备 植物试样采样量,一般来说,干品需要 1 kg 左右,新鲜试样则以不少于 5 kg 为原则。不同种类的试样采用不同方法对行缩分,如块根状、茎和瓜果等,逐个切成 4 块或 8 块,各取其中一块;粮食类颗粒状试样则充分混匀后按四分法缩分,这样得到的试样称为平均试样。

新鲜试样的制备 如欲测定植物中易变化的组分,如酚、氰、亚硝酸、硝态氮和铵态氮等,以及多汁的果蔬试样,应采用新鲜试样。将平均试样先后用清水(3~4 次)和去离子水(2 次)冲洗净,用干净纱布轻轻擦干或晾干。然后移取 100 g 切碎混合均匀后的试样放入电动食品切碎机的大杯中,加入等量的蒸馏水,运转 1 min

左右,使成匀浆状,较硬的试样需适当加长切碎的时间。含水少的试样可按样重的2倍加入蒸馏水,含水高的试样亦可不加水。对于含纤维较多的试样不宜采用上述方法处理的,可用不锈钢剪刀将其剪碎后再混合均匀。

一般植物试样的制备 首先除掉采回试样外表的沾污物(干擦或水洗),清洗要迅速,避免损失某些易溶组分(元素)。为了防止试样霉烂,尽快将外表已处理干净的试样摊开晾干,或置于40~60℃的鼓风干燥箱中除去水分。此时温度不能过高,否则可能造成某些易损失元素如汞的损失。烘干后的试样(如大块的事先剪碎)用电动粉碎机、球磨机或玛瑙研钵等粉碎或研磨后(有谷壳的试样要预先脱壳),使通过40目尼龙筛(或根据实际需要而定)并混合均匀,然后贮存于带磨口塞的玻璃广口瓶中,贴上标签,于冰箱中冷冻(-15~-30℃)保存备用。

(4)水样的制备 为了避免采集的水样在放置期间可能发生的变化,应尽快进行分析,以保证分析结果的准确度。各种水样的最长存放时间一般为:清洁水<72 h,轻度污染水<48 h,严重污染水<12 h。采回的水样如不能及时进行分析,则需采取相应的保护措施。如欲测定水中重金属离子的含量时,可加入适量稀 HNO_3 以防止其产生沉淀或被容器壁所吸附;测定水样的化学耗氧量时,加入稀 H_2SO_4 可抑制细菌的分解作用;测定水样中的氰化物和硫化物等阴离子时,则需加入 NaOH 使水样呈碱性,以防止待测组分挥发损失;有时还需冷冻、加防腐剂或置暗处保存等。

2. 试样的分解

由于大多数定量分析方法都需要使用液体试样,因此试样分解是分析化学中不可缺少的操作步骤,而且是影响测定准确度的决定性因素之一。在测定有机、无机试样中元素的含量时,经常采用下述试样分解方法。

(1)无机试样的分解一般采用溶解法和熔融法。常用溶剂有水、酸和碱溶液等。熔融法又为分酸熔法或碱熔法,可根据试样和待测组分的性质、测定方法等选择使用。

(2)有机试样的分样通常采用干式灰化法或湿式消化法。前者又可分为马弗炉高温分解酸浸取法、氧瓶燃烧法和采用射频放电的低温灰化法。对于易形成挥发性化合物的被测组分则采用蒸馏法分解为宜。

(3)微波消解技术简介 微波消解技术是一项重要的消解技术,具有高效、节能、低空白、无污染和无损失等优点,可运用于批量试样的快速处理。在微波消解装置中,起加热作用的微波仪器由微波发生器(磁控管,常用频率为2450 MHz)、波导管、微波腔、波形搅拌器、循环装置和转台6个主要部分组成。消解容器罐是高强度、耐腐蚀、不沾污亦不吸收试样、能透射微波的聚四氟乙烯罐。试样和适量

溶剂(酸)置于可密闭消解容器罐中,经微波直接加热后在罐内迅速形成高温高压而消解。消解罐内的压力可予以控制,相应的过压保护功能可以保证使用高效而安全。由于采用了可密闭的消解罐,不但可避免试样中(或在消解过程中形成的)挥发性组分的损失,保证了测定结果的准确性,同时还避免了挥发物对环境的污染,又杜绝了实验室环境对试样的污染。此外因消解时使用的试剂量少,可以大大减少试剂中杂质元素引起的干扰,从而降低了制样中产生的空白值。采用该技术分解合金、岩石、矿物、生物、植物、食品和药物等试样,并结合原子吸收光谱法、等离子体光谱法和原子荧光光谱法等仪器分析方法进行痕量物质和超痕量物质分析,将使定量分析化学进入更加高效的时代。目前,采用实验室机器人与分析天平、旋-盖装置、微波装置连接在一起的自动控制微波溶解系统可快速自动处理大批试样。

3. 待测组分的分离

常用的分离方法有沉淀分离法、溶剂萃取分离法、离子交换分离法和各种色谱法等,可根据试样的组成和待测组分的性质和测定的要求等,结合实际情况进行选择,例如有机物的分离多采用色谱法和溶剂萃取法等。试样中分别处于固、液两相的物质可采用过滤或离心分离法进行分离。

1.2 滴定分析技术

滴定分析的基本操作技能,主要包括正确熟练地使用酸(碱)式滴定管、容量瓶、移液管和吸量管;正确熟练地完成滴定分析法的一般分析程序,包括标准溶液的配制与标定,指示剂的选择和终点的正确判断,滴定反应条件的控制,为提高滴定分析的准确度所采取的措施和较简单试样的分解处理;掌握滴定分析法的特点和应用范围;正确处理实验数据并计算测定结果。

滴定分析法中需要准确测量标准溶液的体积,使用的主要量器有滴定管、容量瓶和移液管。滴定管和移液管可以准确测量从量器中量放出溶液的体积,称为量出式量器,器皿上标有 Ex;容量瓶用于准确度量注入量器中溶液的体积,称量入式量器,标志为 In。根据量器的容量允差和水流出的时间可分为 A 级、A₂ 级和 B 级,并标于相应的器壁上。快流式量器(如移液管等)标有“快”字,吹出式量器(如移液管等)则标有“吹”字。

一般说来,溶液体积测量误差,大于分析天平的称量误差,是滴定分析中误差的主要来源。该项误差的大小,一方面取决于使用的量器容积是否准确,另一方面取决于能否正确使用它们。