

高等学校教学参考书

化学分析基本操作规范

《化学分析基本操作规范》编写组编

52

高等教育出版社

高等学校教学参考书

化学分析基本操作规范

《化学分析基本操作规范》编写组 编

高等教育出版社

高等学校教学参考书

化学分析基本操作规范

《化学分析基本操作规范》编写组 编

*

高等教育出版社出版

新华书店北京发行所发行

人民教育出版社印刷厂印装

*

开本 850×1168 1/32 印张 2.25 字数 54,000

1984 年 3 月第 1 版 1984 年 8 月第 1 次印刷

印数 00,001—26,750

书号 13010·0987 定价 0.42 元

前 言

化学同其他自然科学一样,是建立在客观事实基础之上的一门科学。而客观规律的发现,离不开科学实验。在这个意义上,可以说,化学是一门实验科学。化学实验室则是学习和研究化学科学的主要场所。因此,熟练地掌握各种实验技能,养成实事求是的科学作风和良好的工作习惯,对于每个化学工作者来说,都是十分重要的。

在定性分析和定量分析实验中,掌握正确的操作方法,不仅是取得正确分析结果的基本保证,而且对学生的科学态度和作风的培养,也具有非常重要的意义。

然而,十年动乱对高等学校分析化学实验教学带来的冲击,其影响至今仍未得到彻底的清除。反映在实验的基本操作上,或多或少地存在一些简单化的做法,各校的要求也不尽相同。在实验教学中,对学生的严格要求也有所放松。近年来,在教学第一线的同志迫切感到有必要将定性分析和定量分析的基本操作加以规范化,以便有章可循。这一要求在1982年4月于成都召开的《全国理科分析化学实验教材教学讨论会》上得到与会代表的一致确认,并推举吉林大学、东北师范大学、北京师范大学、河北师范大学、南京大学、复旦大学、华东师范大学、云南大学等校代表成立了“分析化学实验基本操作规范化小组”,负责规范的起草工作。小组由吉林大学罗齐昭付教授担任组长,并邀请北京大学张锡瑜教授、山东师范大学王明德教授、成都科学技术大学高华寿教授担任顾问。

规范化小组在代表交流经验的基础上,参考了梁树权等编写的《定量分析基本操作》一书,讨论起草了《化学分析实验基本操作

规范(初稿)》，并由与会代表带回各校广泛征集意见。同年9月，小组成员和顾问在上海华东师范大学举行会议，对本规范的指导思想再次进行了认真热烈的讨论，对征集到的意见和初稿逐条逐段地进行了研究。会后由原起草的同志根据会议精神，对原稿作修改补充。汇总后，由罗齐昭 and 聂铁铮两位同志进行通读整理和文字加工，除作必要的删改外，并尽量求得写法和笔调上的一致，而且加了一些附录。

在讨论起草和修改的过程中，我们希望在规范中体现出下面一些原则：

1. 基本操作的科学性和合理性，既要满足定性分析和定量分析对分析结果的要求，又要考虑到操作简便可行；
2. 从高等学校的教学实际出发，基本操作要适应教学的特点和多数学校的实验条件，并注意反映各校丰富的教学经验；
3. 某些操作有不同的做法时，在不违背定性、定量分析基本要求的情况下，尽可能地求大同、存小异，而不强求一致，以便体现不同的风格。

在起草本规范时，采用了分工负责的办法，目的是使每一部分操作都有人作一些专门的考虑，具体分工情况是：定性分析操作部分由罗齐昭(吉林大学)，郭纲平(河北师范大学)负责；分析天平及称量操作部分由马万仪(云南大学)、聂铁铮(东北师范大学)负责；滴定分析部分由陶增宁(复旦大学)、周以泉(南京大学)负责；重量分析部分由宗巍(华东师范大学)、庄梅初(北京师范大学)负责。

这个规范实际上是全国各高校分析化学实验教学经验的一个结晶。但是，要在这个小册子内将各校丰富的经验全部反映出来是不可能的。虽经几次反复讨论修改，不妥之处仍然难免。我们竭诚希望高等学校广大师生和分析化学工作者提出宝贵意见，以便使分析化学的基本操作更科学、更合理、更简便可行。同时，使

规范真正能对分析化学实验教学有所帮助，有利于将教学工作提高到一个新的水平。

《化学分析基本操作规范》编写组

一九八二年十一月

目 录

第一部分 定性分析常用仪器及基本操作.....	1
一、定性分析常用仪器.....	1
(一) 离心管.....	1
(二) 滴管和毛细吸管.....	1
(三) 搅拌棒.....	2
(四) 点滴板.....	2
(五) 载片.....	2
(六) 杓皿和坩埚.....	2
(七) 坩埚钳.....	2
(八) 离心机.....	3
(九) 显微镜.....	4
二、定性分析基本操作.....	5
(一) 仪器的洗涤.....	5
(二) 试剂的滴加.....	5
(三) 加热和蒸发.....	6
(四) 蒸干和灼烧.....	7
(五) 沉淀的生成.....	7
(六) 沉淀的离心沉降和沉淀与溶液的分离.....	7
(七) 沉淀的洗涤.....	8
(八) 沉淀的转移和溶解.....	9
(九) 纸上点滴分析.....	9
(十) 显微结晶分析.....	10
(十一) 焰色反应.....	11
(十二) 气体分析.....	11
第二部分 分析天平及称量.....	13
一、天平室规则.....	13

二、天平使用规则	13
三、天平主要计量性能的检定	15
四、砝码的使用和检定	18
五、称量的一般程序	22
六、称样方法及操作	24
(一) 指定重量称样法	24
(二) 递减(差减)称样法	26
(三) 直接称样法	27
第三部分 滴定分析基本操作	29
一、移液管和吸量管	29
二、容量瓶	32
三、滴定管	35
(一) 酸式滴定管(简称酸管)的准备	35
(二) 碱式滴定管(简称碱管)的准备	37
(三) 操作溶液的装入	37
(四) 滴定管的读数	39
(五) 滴定管的操作方法	40
(六) 操作方法	41
第四部分 重量分析基本操作	43
一、样品的溶解	43
二、沉淀	44
(一) 晶形沉淀	44
(二) 非晶形沉淀	44
三、过滤和洗涤	44
(一) 用滤纸过滤	44
(二) 用微孔玻璃坩埚过滤	48
四、干燥和灼烧	49
(一) 干燥器的准备和使用	49
(二) 坩埚的准备	50
(三) 沉淀和滤纸的烘干	50

(四) 滤纸的炭化和灰化.....	51
(五) 沉淀的灼烧.....	51
附录.....	53
一、玻璃过滤器和滤纸的规格及用途.....	53
(一) 玻璃过滤器.....	53
(二) 滤纸.....	54
二、常用坩埚的使用和维护.....	55
(一) 铂坩埚.....	55
(二) 镍坩埚.....	56
(三) 铁坩埚.....	56
(四) 银坩埚.....	57
(五) 瓷坩埚.....	57
(六) 石英坩埚.....	57
(七) 刚玉坩埚.....	58
(八) 聚四氟乙烯坩埚.....	58
(九) 常用熔剂所适用的坩埚.....	59
三、滴定分析量器的校准.....	59
(一) 相对校准.....	59
(二) 绝对校准.....	60
(三) 溶液体积对温度的补正.....	63

第一部分 定性分析常用仪器及基本操作

一、定性分析常用仪器

(一) 离心管

离心管是底部呈锥形的玻璃试管(图 1-1), 常见的有 3. 5. 10. ml 三种规格。有的离心管带有刻度, 可以读出所装溶液的体积。离心管主要用来进行沉淀的离心沉降和观察少量沉淀的生成及沉淀颜色的变化, 也可进行溶剂萃取。

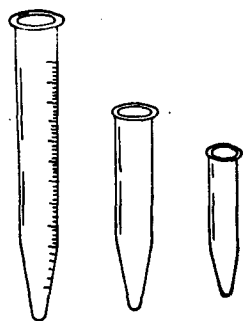


图 1-1 离心管

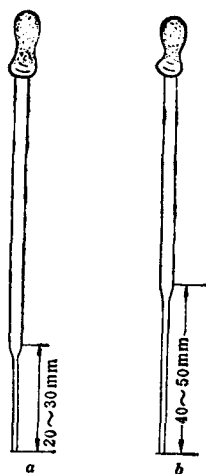


图 1-2 滴管 毛细吸管

(二) 滴管和毛细吸管

滴管(图 1-2a) 顶端装有橡皮(或塑料)乳头, 用于移取溶液。常用的滴管大约每 20 滴为 1 ml。

毛细吸管(图 1-2b) 与滴管相似, 但尖端较滴管细而长, 主要用于从离心管中吸出沉淀上部的离心液。定性分析实验中常使用

不装橡皮乳头的毛细吸管,利用其细长管尖的毛细作用移取 0.001—0.05 ml 的液滴进行纸上点滴反应(用于纸上点滴反应的毛细吸管的管口一定要平齐)。

(三) 搅拌棒

搅拌棒(图 1-3)是一端拉细、尖端烧圆略呈球形的玻璃棒,用于搅拌离心管中的液体或带有沉淀的溶液。

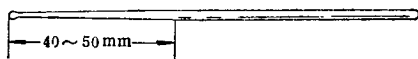


图 1-3 搅拌棒

滴管、毛细吸管和搅拌棒的长度应根据所用离心管的高度而定,一般为离心管高度的 1.3—1.5 倍。

(四) 点滴板

点滴板(图 1-4)是带有圆形凹槽的瓷板。在凹槽中进行定性反应。常见的点滴板有黑白两种。

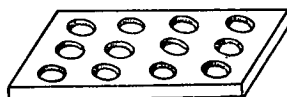


图 1-4 点滴板

点滴板适用于一、二滴试液与

一、二滴试剂混合便能生成白色或有色沉淀的鉴定反应。

(五) 载片

它是厚度不超过 0.5 mm, 大小近于 75×25 mm 的薄光学玻璃片。有的载片上有一个或两个凹槽。载片用于进行显微结晶反应,在显微镜下观察晶形。

(六) 杓皿和坩埚

图 1-5 中所示的有柄小蒸发皿和瓷坩埚(10 ml),在定性分析中常用于蒸发溶液,灼烧分解铵盐。



图 1-5 杓皿和坩埚

(七) 坩埚钳

坩埚钳一般为镀铬的金属钳(图 1-6), 用来夹取坩埚。

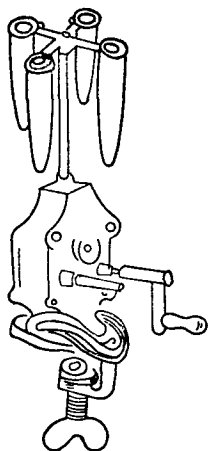


图 1-7 手摇离心机

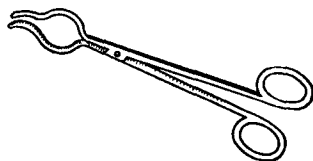


图 1-6 坩埚钳

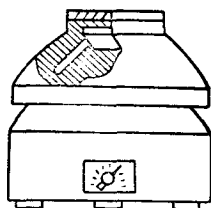


图 1-8 电动离心机

(八) 离心机

离心机有手摇离心机(图 1-7)与电动离心机(图 1-8)两种。

离心机的使用方法如下:

1. 在离心机管套底部应垫上棉花、橡皮或泡沫塑料等柔软物质,以防止旋转时碰破离心管。
2. 将盛有被分离混合物的离心管放入离心机的一个管套中,离心管口稍高出管套。注意,要在对称位置上放有重量相近的离心管,以保持离心机的平衡。否则在迴转时发生震动,对离心机极其有害。
3. 开(摇)动离心机应由慢速开始,旋转平稳后再过渡到快速。
4. 离心机的转速和旋转时间视沉淀的性状而定。晶形沉淀转速 1000 转/分,旋转 1-2 分钟即可;非晶形沉淀沉降较慢,转速可提高至 2000 转/分,需 3-4 分钟。若超过上述时间仍未能使固相与液相分开,继续旋转也无效,需加热或加电解质使沉淀凝聚。

5. 关机(或停摇)后,待离心机自行停止转动,然后小心地从两侧捏住离心管口边缘,将其从管套中取出(或用镊子夹取)。不得在离心机转动时用手使其停止,也不准用手指插入离心管中拨取离心管。

6. 假如在离心过程中发现离心管损坏,必须立刻停机,取出管套,清除碎玻璃片并仔细用水洗净,用布擦干,以免腐蚀。

(九) 显微镜

显微镜(图 1-9)主要在显微结晶分析中用于观察结晶的形状。在白天,显微镜应摆在窗户附近,反射镜朝向天空,但不得直对阳光。在夜晚,可用日光灯作光源。

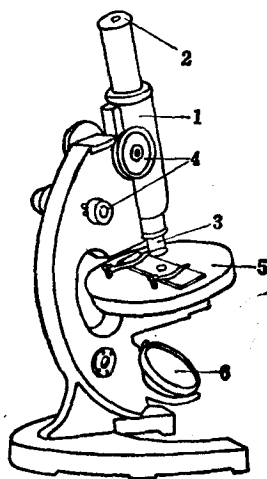


图 1-9 显微镜

1. 镜筒 2. 目镜 3. 物镜 4. 粗、细调节轮 5. 载物台 6. 反光镜

显微镜的用法如下:

1. 先把目镜和物镜选好,通常使用的放大倍数约为 70—120 倍(目镜和物镜单独放大倍数的乘积即是显微镜的放大倍数)。

2. 转动物镜,让它正对通光孔。用左眼向目镜里看,调整反

光镜,让光线从光圈和通光孔反射上去,使视野的光亮程度合适。

3. 将做好结晶的载片放在载物台上(注意载片下面必须干燥),调整载片的位置,使载有结晶的部分,正对着通光孔。

4. 从侧面注视着物镜,用手旋转粗调螺旋,使镜筒下降至物镜距载片约 0.5 cm 处。

5. 用左眼看目镜(右眼仍应睁开),同时用手极慢地反向旋转粗调螺旋,使镜筒上升。当看到物象时,再用手轻微地来回转动细调螺旋,直到物象清晰为止。如果物镜离载片较高而看不见晶形,则可将镜筒再度降低,至物镜与载片间的距离小于 0.5 cm,然后再用眼看目镜,同时旋高镜筒。

6. 在任何情况下均不得在观察时使用粗调螺旋下降镜筒。若因不慎误使物镜接触到了溶液,则必须立即用清洁湿布擦净,再用拭镜纸擦干。

二、定性分析基本操作

(一) 仪器的洗涤

离心管等玻璃仪器应先用自来水湿润,用刷子蘸清洁剂刷洗器壁,再用自来水冲洗,最后用少量蒸馏水洗 2—3 次。滴管等不便用刷子刷洗的器皿,可用其它适宜的洗涤液浸洗,然后再用自来水及蒸馏水冲洗。洗净的仪器应是清洁透明,不挂水珠的。毛细管、搅拌棒等洗净后应插在贮有清洁蒸馏水的烧杯中,绝不许放在实验台上,离心管洗净后放在离心管架上。

(二) 试剂的滴加

滴加液体试剂时,滴管的尖端应略高于离心管口(图 1-10)。不得触及离心管内壁,以免沾污试剂。

使用试剂注意事项:

1. 试剂应按次序排列,取用试剂时不得将瓶自架上取下,以

免搞乱顺序, 寻找困难。

2. 试剂严防沾污。不能用自己的滴管取试剂瓶中的试剂, 试剂瓶上的滴管除取用时拿在手中外, 不得放在原瓶以外的任何地方。如滴管被沾污, 应立即用蒸馏水冲洗干净, 再放回原瓶。拿滴管时, 管口应始终保持低于橡皮头, 不能倒置, 以免试剂流入橡皮乳头内沾污试剂。



图 1-10 滴加试剂

3. 取用试剂后将滴管放回原瓶时, 要注意试剂瓶的标签与

所取试剂是否一致, 以免“张冠李戴”, 沾污试剂。如果一旦插错了滴管, 必须将该试剂瓶中试剂全部倒掉, 洗净试剂瓶及滴管, 重新装入纯净的试剂溶液。

4. 固体试剂也应该用原瓶自带的玻璃药勺取用。

5. 使用试纸要用镊子夹取。

(三) 加热和蒸发

离心试管不得直接在火上加热, 应放在水浴(图 1-11)中加热,

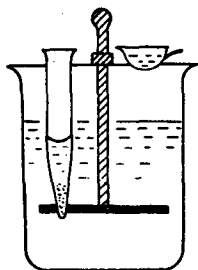


图 1-11 水浴

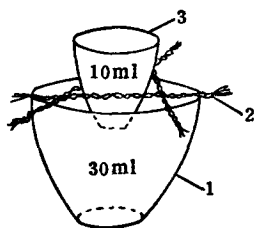


图 1-12 空气浴

1-镍坩埚 2-三角架 3-盛有被蒸发液的瓷坩埚

水浴中的水应微微沸腾。如溶液需煮沸或蒸发浓缩时，应将溶液放入杓皿或瓷坩埚中在石棉网上小火加热。在空气浴[参见图(1-12)]上加热蒸发更好。

(四) 蒸干和灼烧

为了除去有机物和铵盐，需将溶液蒸干后进行灼烧，此时应将溶液放在杓皿或瓷坩埚中先在水浴或空气浴上加热蒸干，然后在泥三角上从小火至大火逐步升温灼烧。

(五) 沉淀的生成

1. 在离心管中进行沉淀：将试液放入离心管中，滴加试剂，每加一滴试剂要用搅拌棒充分搅拌，直到沉淀完全，检验沉淀完全的方法是，将沉淀离心沉降，在上层清液中沿管壁再加一滴沉淀剂，如不发生混浊，则表示沉淀已经完全。否则应继续滴加沉淀剂，直到沉淀完全。

如反应需要在一定的酸碱介质中进行，则在加酸或加碱的同时要充分搅拌，并用搅拌棒蘸少量溶液以pH试纸检查(pH试纸剪成小块，分放在干的白瓷板或表面皿上)。或加酸碱指示剂于试液中，用来指示溶液的酸碱性。

2. 在点滴板上进行沉淀：一般适用于少量试液和试剂在常温下产生沉淀的鉴定反应。若生成白色沉淀可使用黑色点滴板。

3. 在表面皿上进行沉淀：如果沉淀反应能在室温或微热时进行，可以使用表面皿。为便于观察可在表面皿下以适当的颜色做背景。

4. 在滤纸上进行沉淀：当某种离子与适当试剂作用生成沉淀时，由于纸的毛细管作用，除沉淀外的其他离子均匀扩散至沉淀区域之外，这样就达到了分离的目的。

(六) 沉淀的离心沉降和沉淀与溶液的分离

将带有沉淀的离心管放在离心机的管套中，开动离心机，沉淀

微粒受离心力的作用而沉降在离心管的尖端。

离心沉降后可用毛细吸管(或滴管)将离心液吸出。方法如下:先用手指捏吸管上端的橡皮乳头,排出其中的空气。将离心管倾斜,把吸管尖端伸入离心液液面下,但不可触及沉淀。然后,慢慢放松橡皮乳头,则溶液被吸入吸管(图 1-13)。将吸管从溶液中取

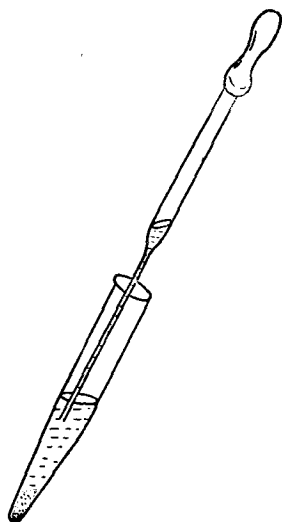


图 1-13

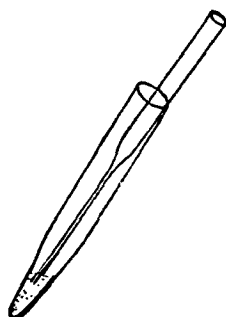


图 1-14

出,把溶液移入另一清洁离心管中。如有必要可重复上述操作。沉淀表面上少量的溶液用去掉橡皮乳头的毛细吸管吸取更为合适(图 1-14)。方法是:将离心管倾斜,把毛细吸管的尖端小心地浸入溶液(此时吸管上部应靠在离心管口),借毛细管作用使液体进入毛细管中。注意吸管尖端与沉淀表面的距离不应小于 1 mm。当液体沿毛细吸管停止上升时,将其从离心管中取出,溶液可并入同一离心管中。用这种方法可以将沉淀与溶液完全分离。

(七) 沉淀的洗涤

沉淀与溶液分离后必须仔细洗涤,否则可能被溶液中别种离