

水泥化验员

培训教材

张绍周 编著



中国建材工业出版社

水泥化验员培训教材

张绍周 编著

中国建材工业出版社

图书在版编目(CIP)数据

水泥化验员培训教材/张绍周编著. —北京:中国建材工业出版社,2001.12

ISBN 7-80159-221-2

I. 水… II. 张… III. 水泥—检验—技术培训—教材 IV. TQ172.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2001)第 090280 号

水泥化验员培训教材

张绍周 编著

*

中国建材工业出版社出版

北京海淀区三里河路 11 号 100831

新华书店北京发行所发行 全国各地新华书店经售

北京丽源印刷厂印刷

*

开本:787mm×1092mm 1/16 印张:10 字数:256 千字

2002 年 2 月第 1 版 2002 年 2 月第 1 次印刷

印数:1~5000 册 定价:26.00 元

ISBN 7-80159-221-2/TU·109



前 言

中国建筑材料科学院水泥科学研究所和国家水泥质量监督检验中心为普及水泥化学分析检验技术,提高我国广大水泥企业化验室主任、工艺员及分析人员的理论知识及技术水平,从80年代起,在全国各地举办水泥化学分析培训班。编者作为主讲人之一,对水泥化学分析的基本知识进行了讲授。讲课内容以不断修订的国家标准为依据,紧密结合水泥化学分析实际中经常碰到的各种疑难问题,既讲授基本原理,又传授实践经验,介绍了很多分析新技术。在授课过程中,通过对学员们所提问题的分析与解答,实现了教学相长,对授课内容不断进行补充和完善,使之更加结合水泥企业的生产实际。为满足水泥企业广大分析人员的要求,1995年编者曾将约30个学时的授课讲义进行了系统整理,编写成《水泥生产与化学分析技术》,出版后受到广大水泥企业分析人员的好评。为适应新修订和制定的国家与行业标准,编者对该书第二篇的内容进行了全面修订,并按照国家计量法的规定,重新编写了溶液浓度及组分含量的表示方法等章节,增加了已通过预审的有关石灰质原料、硅质原料和铁质原料等化学分析方法最新的国家标准和行业标准内容,编写成此书。

本书对分析方法的选择,不求全而求实用;对分析方法基本原理的叙述力求简明扼要,不做过多的数学推导。本书着力介绍各种分析的操作要点及难点,尽可能指出测定误差的各种来源及其消除方法,以期对分析人员的分析实践起到解疑和引导作用。基于实用性强的特点,本书不但适用于水泥企业化学分析人员培训使用,而且对水泥企业化验室管理人员、大中专院校、技工学校对口专业的教学人员也有参考价值。

限于编者学识水平和实际经验,本书难免存在不足不妥之处,敬请读者不吝指正!

编 者

2001年10月于北京

目 录

第 1 章 分析化学基础知识	(1)
1 分析通则	(1)
1.1 计量仪器	(1)
1.1.1 分析天平	(1)
1.1.2 玻璃量器	(1)
1.2 分析用纯水	(4)
1.2.1 分析用纯水的制备	(5)
1.2.2 分析用纯水质量的检定	(5)
1.2.3 分析用纯水的保存	(5)
1.3 化学试剂	(6)
1.3.1 常用化学试剂的规格	(6)
1.3.2 化学试剂的保管	(6)
1.3.3 化学试剂的取用	(6)
1.4 滤纸	(7)
1.5 灼烧与恒量	(7)
1.6 氯离子的检验	(8)
2 试验溶液的制备	(8)
2.1 试样的制备	(8)
2.1.1 实验室样品的采取	(8)
2.1.2 试样的制备	(9)
2.2 试样的初始性质	(11)
2.3 试样的分解	(12)
2.3.1 酸溶法	(12)
2.3.2 熔融法	(12)
3 溶液浓度的表示方法	(15)
3.1 溶液的分类	(15)
3.2 溶液浓度的表示方法	(16)
4 标准滴定溶液的配制与标定	(20)
4.1 所需溶质质量或体积的计算	(20)
4.2 标准滴定溶液的配制方法	(21)
4.3 标准滴定溶液的标定方法	(22)
4.3.1 标定方法	(22)
4.3.2 标定溶液浓度时的注意事项	(24)
4.4 标准滴定溶液对被测物质滴定度的标定或计算	(25)
5 容量分析中被测物质质量分数的计算	(26)

5.1	直接滴定法中被测物质质量分数的计算	(26)
5.2	返滴定法中被测物质质量分数的计算	(27)
第2章	二氧化硅的测定	(29)
1	氯化铵凝聚重量法	(29)
1.1	基本原理	(29)
1.2	实验要点及误差来源	(30)
1.3	〔例〕水泥中二氧化硅的测定(基准法)	(32)
2	氟硅酸钾容量法	(32)
2.1	基本原理	(32)
2.2	实验要点及误差来源	(33)
2.3	〔例〕水泥中二氧化硅的测定(代用法)	(35)
3	改进的氟硅酸钾容量法	(35)
3.1	方法特点	(36)
3.2	〔例〕二氧化硅快速测定方法	(36)
第3章	配位滴定法	(38)
1	配位滴定法的基本原理	(38)
1.1	EDTA及其配合物的特点	(38)
1.2	配合物在水溶液中的稳定性	(39)
1.3	金属指示剂	(42)
1.4	提高配位滴定选择性的措施	(44)
1.5	配位滴定的方式和应用	(45)
1.6	配位滴定法在水泥化学分析中的应用	(46)
2	三氧化二铁的配位滴定	(46)
2.1	直接滴定法	(47)
2.1.1	实验要点	(47)
2.1.2	〔例〕水泥中三氧化二铁的配位滴定(基准法)	(48)
2.2	铋盐返滴定法	(49)
2.2.1	基本原理	(49)
2.2.2	〔例〕铁矿石中三氧化二铁的配位滴定	(49)
3	三氧化二铝的配位滴定	(49)
3.1	返滴定法	(50)
3.1.1	基本原理	(50)
3.1.2	干扰情况	(51)
3.1.3	〔例〕水泥中三氧化二铝的配位滴定(代用法)	(52)
3.2	氟化铵置换-EDTA配位滴定法	(52)
3.2.1	基本原理	(52)
3.2.2	〔例〕铁矿石中三氧化二铝的配位滴定	(52)
3.3	直接滴定法	(53)
3.3.1	基本原理	(53)
3.3.2	〔例〕水泥中三氧化二铝的配位滴定(基准法)	(53)

4	二氧化钛的配位滴定	(54)
4.1	苦杏仁酸置换-铜盐溶液返滴定法	(54)
4.1.1	基本原理	(54)
4.1.2	〔例〕水泥中二氧化钛的配位滴定	(55)
4.2	过氧化氢配位-铋盐溶液返滴定法	(55)
4.2.1	基本原理	(55)
4.2.2	〔例〕铝酸盐水泥中二氧化钛的配位滴定	(55)
5	氧化钙的配位滴定	(56)
5.1	基本原理	(56)
5.2	干扰因素及消除干扰的措施	(56)
5.3	〔例〕水泥中氧化钙的配位滴定(代用法)	(58)
6	氧化镁的配位滴定	(58)
6.1	基本原理	(58)
6.2	干扰因素及消除干扰的措施	(59)
6.3	〔例〕水泥中氧化镁的配位滴定(代用法)	(60)
7	氧化亚锰的配位滴定	(60)
7.1	EDTA 配位滴定差减法	(61)
7.2	过硫酸铵沉淀分离法(适用于锰含量高的试样)	(61)
第4章	硫的测定	(62)
1	硫酸盐中三氧化硫的测定	(62)
1.1	硫酸钡重量法	(62)
1.1.1	实验要点	(62)
1.1.2	〔例〕水泥中硫酸盐-三氧化硫的测定(基准法)	(64)
1.2	还原-碘量法	(64)
1.2.1	基本原理	(65)
1.2.2	操作步骤	(65)
1.2.3	实验要点	(66)
1.3	离子交换-中和法	(67)
1.3.1	基本原理	(67)
1.3.2	静态离子交换法试验条件	(68)
1.3.3	误差因素	(69)
1.3.4	二次静态离子交换-中和法测定水泥中三氧化硫	(69)
1.3.5	〔例〕水泥中硫酸盐-三氧化硫的测定(代用法之三)	(70)
1.3.6	离子交换树脂的处理与再生	(70)
1.4	离子交换分离-配位滴定法	(71)
1.4.1	基本原理	(71)
1.4.2	分析步骤	(71)
1.5	燃烧-库仑滴定法	(72)
2	全硫的测定	(73)
2.1	硫酸钡重量法	(73)

2.2	燃烧法	(74)
2.2.1	碘量法	(74)
2.2.2	中和法	(75)
3	硫化物的测定(氧化还原滴定法)	(76)
第5章	其他元素的测定	(77)
1	氟的测定	(77)
1.1	离子选择性电极法	(77)
1.1.1	基本原理	(77)
1.1.2	实验要点	(79)
1.1.3	[例]水泥中氟的测定(代用法)	(80)
1.2	蒸馏分离-容量分析法	(80)
1.2.1	蒸馏分离条件	(80)
1.2.2	测定方法	(80)
1.3	萤石中氟化钙的快速分析方法	(82)
2	不溶物的测定	(83)
2.1	测定原理	(83)
2.2	[例]水泥中不溶物的测定(基准法)	(83)
3	烧失量的测定	(84)
4	磷的测定(正丁醇-三氯甲烷萃取比色法)	(84)
5	氧化钾和氧化钠的测定(火焰光度法)	(85)
6	氧化亚铁的测定(氧化还原滴定法)	(86)
7	氧化亚锰的测定(分光光度法)	(86)
8	二氧化钛的测定(分光光度法)	(87)
9	氯的测定	(87)
9.1	硫氰酸盐容量法	(87)
9.2	蒸馏分离-汞盐滴定法	(88)
第6章	煤的分析	(90)
1	煤分析的基础知识	(90)
1.1	煤的分类	(90)
1.2	煤质分析中常用的符号	(90)
2	煤的工业分析	(92)
2.1	水分的测定	(92)
2.2	灰分的测定	(94)
2.3	挥发分的测定	(95)
2.4	焦渣特征分类	(96)
2.5	固定碳的计算	(97)
3	全硫的测定	(97)
4	煤的发热量的测定	(98)
4.1	热量计法	(98)
4.2	利用工业分析结果计算煤的低位发热量	(100)

5	煤灰的化学分析	(102)
第7章	水泥原材料的分析	(103)
1	石灰质原料的分析	(103)
1.1	石灰质原料中主要成分的分析	(103)
1.2	石灰石中游离二氧化硅的测定	(104)
2	铁质原料的分析	(104)
3	硅质原料的分析	(105)
4	萤石的分析	(106)
5	矿渣的分析	(107)
6	混合材的分析	(109)
第8章	水泥生产质量控制分析	(113)
1	水泥生料质量控制分析	(114)
1.1	碳酸钙滴定值的测定	(114)
1.2	生料中氧化钙的快速测定(EDTA 配位滴定法)	(115)
1.3	生料中三氧化二铁的测定(磷酸溶样-还原剂还原-重铬酸钾滴定法)	(115)
1.3.1	铝片还原法	(116)
1.3.2	氯化亚锡-三氯化钛联合还原法	(116)
1.3.3	三氯化钛单独还原法	(117)
1.4	生料分解率的测定	(118)
1.5	水泥生料的全分析	(118)
2	水泥熟料的质量控制分析	(119)
2.1	游离氧化钙的测定	(119)
2.1.1	丙三醇-乙醇法	(120)
2.1.2	乙二醇法	(121)
2.1.3	乙二醇-乙醇快速法	(121)
2.1.4	乙二醇-乙醇萃取-盐酸滴定法	(121)
2.2	水泥熟料的全分析	(122)
3	水泥制成的质量控制分析	(122)
3.1	水泥中氧化镁的测定	(123)
3.2	水泥组分的定量测定	(124)
第9章	结果的分析及数据处理	(129)
1	测定数据的表示	(129)
2	分析结果的精密度和准确度	(129)
3	分析结果的验收	(131)
4	分析结果偏高因素	(133)
5	分析结果偏低因素	(135)
6	全分析总结果的加和	(136)
6.1	注意不要重复相加	(136)
6.2	注意含特殊成分的试样	(136)
7	对因烧失量变化引起的分析结果的变动进行校正	(139)

7.1 灼烧基结果的换算	(139)
7.2 烧失量变化后对分析结果的校正	(139)
附录	(141)
附录 1 国际相对原子质量表(1995 年)	(141)
附录 2 常用酸和氨水的密度和浓度	(141)
附录 3 常用基准物质及其干燥条件	(142)
附录 4 常用洗涤剂	(142)
附录 5 常用熔剂和坩埚	(143)
附录 6 在不同 pH 值条件下常见金属离子 EDTA 配合物的 $\lg K'_{MY}$ 值	(143)
附录 7 水泥化学分析结果的允许差范围(GB/T 176—1996)	(144)
附录 8 水泥化验仪器设备技术要求与检定周期	(144)
附录 9 水泥及其原材料标准样品	(145)
附录 10 水泥及其原材料的成分	(146)
主要参考资料	(147)

第 1 章 分析化学基础知识

1 分析通则

分析通则即试验的基本要求。例如 GB/T 176—1996《水泥化学分析方法》中对试样、天平、水、试剂、恒量的要求为：

试样：具有代表性的均匀样品，全部通过 0.08mm 方孔筛，质量约 100g。

天平：不应低于四级，精确至 0.0001g。

水：蒸馏水或同等纯度的水。

试剂：分析纯或优级纯试剂。用于标定与配制标准溶液的试剂，除另有说明外应为基准试剂。

恒量：经第一次灼烧、冷却、称量后，通过连续对每次 15min 的灼烧，然后冷却、称量的方法来检查恒定质量，当连续两次称量之差小于 0.0005g 时，即达到恒量。

下面比较详细地介绍水泥化学分析中对计量仪器等的基本要求。

1.1 计量仪器

1.1.1 分析天平

分析天平是化实验室最精密的仪器。按结构特点可分为等臂及不等臂两类；按称量盘数可分为单盘及双盘分析天平。一般化实验室使用最多的是双盘等臂天平。

分析天平的等级按相对精度进行划分。分析天平能准确称量的最小质量叫名义分度值。其与最大载荷之比即相对精度。通常按相对精度高低将天平分为十级。如表 1-1 所示。

表 1-1 天平精度分级表

精度级别	1	2	3	4	5
相对精度	1×10^{-7}	2×10^{-7}	5×10^{-7}	1×10^{-6}	2×10^{-6}
精度级别	6	7	8	9	10
相对精度	5×10^{-6}	1×10^{-5}	2×10^{-5}	5×10^{-5}	1×10^{-4}

一级天平精度最好，十级天平精度最差。例如，常用的分析天平最大载荷为 200g，名义分度值（感量）为 0.1mg，其精度为：

$$0.0001/200 = 5 \times 10^{-7}, \text{相当于三级天平。}$$

在选用天平时，不仅要注意天平的精度级别，还必须注意最大载荷。在常量分析中，使用最多的是最大载荷为 100~200g 的分析天平，属三、四级。

目前我国常见的分析天平的型号和规格列于表 1-2。

1.1.2 玻璃量器

1. 玻璃量器的种类。

玻璃量器主要有吸管（移液管）、容量瓶和滴定管。

(1) 吸管。吸管一般用于准确量取小体积的液体。吸管主要分为两类：一类是无分度吸管，

通称移液管。将溶液吸入管内,使液面与标线相切,再按一定规则放出,则放出的溶液的体积就等于管上所标示的容积。常用移液管的容积有1、2、5、10、25、50、100ml等。由于标线部分管径细小,其准确度较高。缺点是只能用于量取某一定容积的溶液。

表 1-2 国产分析天平的型号规格

名 称	型 号	最大载荷	分度值(感量)	精 度
摆动式分析天平	TG628A	200g	1mg	六级
阻尼分析天平	TG528B	200g	0.4mg	五级
半机械加码电光天平	TG328 GB-2A	200g	0.1mg	三级
全机械加码电光天平	TG328A	200g	0.1mg	三级
单盘全机械减码电光天平	TG729B TG429-1	100g 100g	1mg 0.1mg	七级 四级
单盘电光天平	TG429	100g	0.1mg	四级
单盘精度天平	DT-100	100g	0.1mg	四级
微量天平	TG332A	20g	0.01mg	三级
电子分析天平		100g	0.1mg	四级

吸管的型式、规格及使用方法列于表 1-3 中。

表 1-3 吸管的型式、规格用使用方法

型 式		级 别	标称容量(ml)	使用 方法
完全流出式	慢流式	A、A ₂ 及 B 级	1, 2, 5, 10, 25, 50	液体自标线流至管下口, A 级、A ₂ 级等待 15s, B 级和快流式等待 3s(流液口要保留残液)
	快流式	B 级	1, 2, 5, 10	
吹出式				0, 1, 0.2, 0.25, 0.5, 1, 2, 5, 10
不完全流出式		A、A ₂ 及 B 级	0.1, 0.2, 0.25, 0.5	液体自标线流至最低标线上约 5mm 处, A 级、A ₂ 级等待 15s, B 级等待 3s, 然后调至最低标线

另一类是分度吸管, 又叫吸量管。可以准确量取标线范围内所需要的任一容积的溶液, 但准确度稍差一些。将溶液吸入, 读取与液面相切的标线, 然后将溶液放出至适当标线, 两标线读数之差, 即为放出溶液的体积。

需特别提起注意的是, 使用非吹出式的吸管(系大多数实验室中所采用)时, 将管尖部与烧杯内壁接触, 待液体流至管尖部后等待一定时间后, 垂直向上移走吸管, 切勿把残留在管尖的溶液吹入烧杯内, 因为制造厂在标定容积时, 是不把残留液体计算在所标定的容积之内的。

(2) 容量瓶。容量瓶是一种细颈梨形的平底瓶, 具磨口玻璃塞或塑料塞, 瓶颈上刻有环形标线。瓶上标有它的容积和标定时温度。当液体充满至弯月面底部与标线相切时, 瓶内所装液体的体积和瓶上标示的容积相同。常用的容量有 50、100、250、500、1000ml 等多种规格。容量瓶主要用来把精密称量的物质准确地配制成一定容积的溶液, 或将准确容积的浓溶液稀释成准确容积的稀溶液。这种过程通常称为“定容”。

加水至标线后, 盖上塞子, 一手的食指压住瓶塞, 另一手的拇、中、食三个指头托住瓶底(不要用手掌托住, 以防溶液受热体积产生膨胀), 倒转容量瓶, 使瓶内气泡上升至顶部, 摇动数次, 再倒过来, 如此反复倒转摇动 15~20 次(容积大的多摇几次), 使溶液充分混合均匀。

(3) 滴定管。滴定管是滴定时用来准确测量流出的标准滴定溶液体积的量器。一种是酸式滴定管(具塞),一种是碱式滴定管(无塞)。

酸式滴定管用来装酸性及氧化性溶液,但不适于装碱性溶液,因为碱性溶液能腐蚀玻璃,时间长一些,旋塞便不能转动。碱式滴定管的一端连接一橡皮管,管内装有玻璃珠,以控制溶液的流出(此玻璃珠的大小要适中。过大,滴定时溶液的流出比较困难;过小,溶液要漏出),橡皮管下面接一尖嘴玻璃管。碱式滴定管用来装碱性及无氧化性溶液,凡是能与橡皮起反应的溶液,如高锰酸钾、碘和硝酸银等溶液,都不能装入碱式滴定管。滴定管除无色的外,还有棕色的,用以装见光分解的溶液,如 AgNO_3 , KMnO_4 等溶液。

2. 玻璃量器的校准。

在定量分析中,为消除由量器不准确所造成的系统误差,保证分析结果的准确度,必须对所使用的量器进行校准,剔除误差较大的量器,对误差在一定范围内的量器,测定出其校正值。

量器的校准,A级、A₂级量器采用衡量法,B级采用容量比较法。吸管和容量瓶如配套使用,可采用相对校准法。

衡量法需使用水密度的总校正值(表 1-4)。将与校正温度相对应的总校正值除以在该温度下用黄铜砝码称量由某一容器中放出的水的质量,即得到该量器在 20℃时的真正容积。

表 1-4 水密度的总校正值

温度(℃)	校正值	温度(℃)	校正值	温度(℃)	校正值
0	0.99824	14	0.99804	28	0.99544
1	0.99832	15	0.99793	29	0.99518
2	0.99839	16	0.99780	30	0.99491
3	0.99844	17	0.99766	31	0.99468
4	0.99848	18	0.99751	32	0.99434
5	0.99850	19	0.99735	33	0.99405
6	0.99851	20	0.99718	34	0.99375
7	0.99850	21	0.99700	35	0.99344
8	0.99848	22	0.99680	36	0.99312
9	0.99844	23	0.99660	37	0.99280
10	0.99839	24	0.99638	38	0.99246
11	0.99832	25	0.99617	39	0.99212
12	0.99823	26	0.99593	40	0.99177
13	0.99814	27	0.99569		

例 在 25℃校正某 250ml 的容量瓶,在空气中以黄铜砝码称量其容纳的水质量为 249.14g,计算该容量瓶在 20℃时的容积。

解 由表 1-4,查得 25℃时的校正值为 0.99617,则该容量瓶在 20℃时的真正容积为 $V_{20} = 249.14 / 0.99617 = 250.10(\text{ml})$

量器进行容量校准时应注意以下几点:

(1) 被检量器必须用盐酸等充分清洗,当水面下降(或上升)时与器壁接触形成正常弯月面,水面之上器壁不应有挂水点等沾污现象。

(2) 水和被检量器的温度尽可能接近室温,温度测量精确至 0.1℃。

(3) 校准滴定管时,充水至最高标线以上约 5mm 处,然后慢慢地将液面准确地调至零位,

全开旋塞,按规定的流出时间让水流出,当液面流至距被检分度线上约 5mm 处时,等待 30s,然后在 10s 内将液面准确地调至被检分度线上。

(4) 校准无分度吸管时,水自标线流至口端不流时再等待 15s,此时管口还保留一定的残留液。

(5) 校准完全流出式分度吸管时同上。校准不完全流出式分度吸管时,水自最高标线流至最低标线上约 5mm 处,等待 15s,然后调至最低标线。

B 级量器的校准采用容量比较法,即将被检量器的容量与准确的量器进行比较。

(1) 滴定管的校准。滴定管使用前必须使用衡量法进行校准。

将待校准的滴定管仔细洗涤干净,连同蒸馏水放在天平室内一段时间,使其与室温达到平衡,用校准过的温度计准确测量蒸馏水的温度。

将具塞的 50ml 锥形瓶洗净,外部擦干,在天平上称出其质量(精确至 0.01g)。

往洗净的滴定管中装满蒸馏水,调节至 0.00 刻度。然后往上述已称过质量的锥形瓶中,以每分钟不超过 10ml 的流速,放入 10ml 水(不必恰好等于 10ml,但相差也不得大于 0.1ml),盖紧塞子,称出“瓶+水”的质量,此两次质量之差即为放出水之质量。

用同样的方法称量滴定管中 0 到 20ml,0 到 30ml 直至 0 到 50ml 等刻度间的水的质量,用实验温度时 1ml 水的质量(表 1-4)除每次得到的水的质量,即可得到相当于滴定管各刻度间容积的实际毫升数。表 1-5 为滴定管校准实例。

表 1-5 滴定管校准实例

滴定管读数(ml)	“瓶+水”质量(g)	水的质量(g)	实际容积(ml)	校准值(ml)
10.00	38.23	9.93	9.98	-0.02
20.10	48.33	20.03	20.13	+0.03
30.00	58.20	29.90	30.05	+0.05
40.00	68.18	39.88	40.08	+0.08
50.00	78.16	49.86	50.12	+0.12

注:水温 30℃,1ml 水的质量 0.99491g,锥形瓶质量 28.30g。

在以后标定溶液和测定试样时,滴定管中标准滴定溶液应从零刻度开始,即与校准时相同,以减小误差。计算时,应用校正正值对放出的溶液体积进行校正。例如,使用上例滴定管盛装 EDTA 标准滴定溶液测定氧化钙,如终点时放出 EDTA 标准滴定溶液的体积为 43.25ml,则实际体积应为:

$$43.25 + 0.08 = 43.33(\text{ml})$$

(2) 移液管的校准。与滴定管的校准方法相同,采用衡量法。

(3) 容量瓶的校准。容量瓶一般与移液管配套使用,通常采用两者之间的相对校准法。

洗净 1 支 25ml 移液管(已校准),再取清洁、干燥的 250ml 容量瓶 1 只,用移液管准确移取 10 次纯水,连续放入容量瓶中。然后观察容量瓶中水弯月面的最低点是否与标线相切。如不相切,则另在容量瓶上做出标记。

经相互校准后,此容量瓶应与校正用的移液管配套使用。

1.2 分析用纯水

纯水是分析化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤剂。根据分析任务和要求的不同,对水的纯度要求也不同。一般的分析工作,采用蒸馏水或去离子水即可;超纯物质的分析,则需纯度较

高的“超纯水”。

1.2.1 分析用纯水的制备

1. 蒸馏法:将天然水用蒸馏器蒸馏,冷凝就得到蒸馏水。由于绝大部分矿物质在蒸馏时不挥发,所以,蒸馏水中所含杂质比天然水少得多。但蒸馏水也不是绝对纯净的,其中仍含有一些杂质,其来源是:

- (1) 二氧化碳在蒸馏时挥发,但能重新溶于蒸馏水中,形成碳酸,使蒸馏水微显酸性;
- (2) 蒸馏时少量液体水呈雾状飞出,将少量不纯水带入蒸馏水中;
- (3) 一般蒸馏器是用铜、不锈钢制成,会或多或少地带入金属离子。

在洗涤一般要求不太严格的仪器作定性试验或工业分析时,可用一次蒸馏水;如果洗涤仪器的洁净程度要求严格或进行精密的定量分析,则须使用二次蒸馏水或离子交换水。

2. 离子交换法:应用离子交换树脂分离除去水中杂质离子得到的纯水称作离子交换水或去离子水。去离子水的纯度一般比蒸馏水高,这种纯水是各工业部门的化验室广泛采用的。一般化验室都有自制交换水的小型设备,目前常用上海医疗器械厂生产的70型离子交换纯水器。

如果直接用天然水制取离子交换水是不太适宜的,因为天然水中杂质离子含量较高,直接进行离子交换处理,则离子交换树脂很快失效,需要分别用盐酸和氢氧化钠对阳、阴离子交换树脂进行再生,而再生的手续是比较麻烦的。最好的办法是用一次蒸馏水进行离子交换处理,可制得高纯水,而且离子交换树脂很长时间内不会失效。

1.2.2 分析用纯水质量的检定

纯水的质量可以通过检验来确定。检验的项目很多,一般分析实验室检验项目如下:

(1) 电阻率:25℃时电阻率为 $1 \times 10^6 \sim 10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水为纯水;电阻率大于 $10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水为超纯水。

(2) 酸碱度:要求pH值为6.5~7.0。取2支试管,各加10ml被检查的水,一管加2滴甲基红指示剂,不得显红色(pH<6.2时甲基红为红色);另一管加5滴溴百里酚蓝指示剂(0.1g/100ml),不得显蓝色(pH>7.6时溴百里酚蓝变蓝)。

(3) 钙镁离子:取10ml被检查的水,加氨-氯化铵缓冲溶液(pH=10),使溶液pH值至10,加入少量固体酸性铬蓝K-萘酚绿B混合指示剂(1+2.5),不得显紫色而应显纯蓝色。或取200ml被检查的水,加入10ml氨-氯化铵缓冲溶液(pH=10),加入少量固体K-B指示剂(1+2.5),搅拌,如呈紫红色,用0.015mol/L EDTA标准滴定溶液滴定,如EDTA消耗量为1滴($\approx 0.05\text{ml}$),则合格;2滴以上为不合格。消耗1~2滴时,测定时应将此水的空白扣除(最好连同试剂空白一起扣除)。

(4) 氯离子:取10ml被检查的水,加2滴硝酸酸化,加2滴硝酸银溶液(10g/L),不浑浊。

1.2.3 分析用纯水的保存

分析用的纯水必须严格保持纯净,防止污染,使用时应注意下述事项:

(1) 装纯水的容器本身要清洁,特别是容器内壁。新容器使用前要用毛刷刷净(可以使用肥皂,最好不用洗衣粉),再用天然水、蒸馏水洗。

(2) 纯水瓶口要随时盖上盖子,防止灰尘落入水中。

(3) 自瓶中取水一定要用专用玻璃导管(虹吸管),导管内外要预先洗净再插入瓶中。

(4) 纯水瓶旁不得放置挥发性试剂,如浓盐酸、氨水等。

(5) 盛装纯水的洗瓶要做好标记,保持清洁,勿与其他试剂相混淆。

1.3 化学试剂

1.3.1 常用化学试剂的规格

化学试剂的规格是以其中所含杂质的多少来划分的,一般可分为四个等级,其规格与适用范围列于表 1-6。

表 1-6 试剂规格与适用范围

等级	名称	符号	标签标志	适用范围
一级品	优级纯(保证试剂)	G. R.	绿色	纯度很高,适用于精密分析工作和科学研究工作
二级品	分析纯(分析试剂)	A. R.	红色	纯度仅次于一级品,适用于多数分析工作和科学研究工作
三级品	化学纯	C. P.	蓝色	纯度较二级差些,适用于一般分析工作
四级品	实验试剂	L. R.	棕色或其他颜色	纯度较低,适用于作实验辅助试剂

此外,还有光谱纯试剂(符号 S. P.)、基准试剂、色谱纯试剂等。光谱纯试剂的杂质含量用光谱分析法已测不出来,或者杂质的含量低于某一限度。这种试剂用来作为光谱分析中的标准物质。基准试剂的纯度相当于或高于保证试剂。用基准试剂作为滴定分析中的基准物质是非常方便的,也可用于直接配制标准滴定溶液。

1.3.2 化学试剂的保管

试剂的保管在实验室中是一项很重要的工作。如果保管不善,会使试剂变质、污染、失效,造成浪费,还会使分析工作失败,甚至发生事故。

(1) 吸水性强的试剂,如无水碳酸盐、氢氧化钾、过氧化钠、碱石棉、钠石灰、浓硫酸、甘油等应密封,勿使试剂瓶口敞口放置。

(2) 易燃试剂,如乙醇、乙醚;易爆炸试剂,如高氯酸、过氧化氢。应分开贮存在阴凉通风、不受阳光直接照射的地方。

(3) 易挥发性酸,如盐酸、硝酸与氨水,应分别贮存于阴凉通风处。

(4) 见光易分解的试剂,如过氧化氢、硝酸银、高锰酸钾、硫代硫酸钠、草酸等;与空气接触易逐步被氧化的试剂,如氯化亚锡、碘化钾、硫酸亚铁等,以及易挥发的试剂,如溴。应放在棕色瓶内置冷暗处。

(5) 容易侵蚀玻璃而影响试剂纯度,如氢氟酸、氟化物(氟化钾、氟化钠、氟化铵)、氢氧化钾、氢氧化钠等,应保存在塑料瓶中。

(6) 剧毒试剂,如氰化物、氢氟酸;有毒试剂,如重铬酸钾、氯化钡等。应特别注意妥善保管,经一定手续领用,以免发生事故。

1.3.3 化学试剂的取用

取用试剂过程中要防止污染瓶中的试剂,需注意下列事项:

(1) 固体试剂应用洁净干燥的小塑料勺取用,一次不要取出过多。特别是一级品或基准试剂,取出的试剂一般不应再装入原试剂瓶中,以防将瓶中的试剂污染。

(2) 液体试剂应倒入量筒中量取或倒入烧杯中。多余的液体试剂一般也不应倒回原试剂瓶中。

(3) 用吸管吸取试剂溶液时,决不能用未经洗净的同一吸管插入不同的试剂瓶中吸取。

(4) 所有盛装试剂的瓶上都应贴有明显牢固的标签,写明试剂的名称、规格。决不能在试剂瓶中装入与标签名称不符的试剂。没有标签的试剂,在未查明前不能随便使用。

(5) 用滴瓶盛装试剂时,注意橡皮头一定要用水煮后洗净。吸入溶液时不要将溶液吸入橡皮头中,也不要将滴管倒置以免溶液流入橡皮头中,造成污染。

(6) 取用试剂时,瓶塞要按规定放置。玻璃磨口塞、橡皮塞、塑料内封盖要翻过来倒放在洁净处。取用完毕后立即盖好密封,防止沾污其他物质或变质。

1.4 滤纸

化学分析中常用的滤纸有定性滤纸和定量滤纸两种。定量滤纸经盐酸和氢氟酸处理,蒸馏水洗涤,灰分很少(直径 11cm 滤纸每张灰分约为 $8.5 \times 10^{-5} \text{g}$),又称为无灰滤纸,适用于定量分析;定性滤纸灰分较多,供一般定性分析和分离混合物使用,不能用于重量分析。

选择滤纸时要根据沉淀的性质及分析工作的要求而定。国产定性滤纸的种类分快速、中速、慢速三种;圆形滤纸按直径分为 7、9、11、12.5、15、18cm 等六种;灰分含量一般在 0.2% 以下。国产定量滤纸的分类如下(见表 1-7)。

表 1-7 国产滤纸规格

编 号	102	103	105	120
类 别	定 量 滤 纸			
灰 分	0.02mg/张			
滤速(s/100ml)	60~100	100~160	160~200	200~240
滤速区别	快速	中速	慢速	慢速
盒上色带标志	白	蓝	红	橙
实 用 例	Fe(OH) ₃ Al(OH) ₃	K ₂ SiF ₆	BaSO ₄	
编 号	127	209	211	214
类 别	定 性 滤 纸			
灰 分	0.02mg/张			
滤速(s/100ml)	60~100	100~160	160~200	200~240
滤速区别	快速	中速	慢速	慢速
盒上色带标志	白	蓝	红	橙

(1) 快速定量滤纸:标志为白色带,纸张结构疏松,过滤速度最快,适用于分离粗度沉淀物,如氢氧化铁等;

(2) 中速定量滤纸:标志为蓝色带,纸张结构较紧密,过滤速度适中,适用于分离中等细度沉淀物,如氟硅酸钾沉淀等;

(3) 慢速定量滤纸:标志为红色带,纸张结构紧密,过滤速度最慢,适用于分离细度沉淀物,如硫酸钡沉淀等。

1.5 灼烧与恒量

1. 坩埚的准备。

坩埚用自来水洗净后,浸于热的稀盐酸溶液(1+4)中十几分钟,取出后用蒸馏水洗净,置于小电炉上烘干,放入 950℃ 马弗炉中灼烧 10~15min。用坩埚钳取出,置于耐火板上稍冷,待红热退去,放入干燥器中。

灼烧空坩埚的条件必须与以后灼烧沉淀时的条件相同。

由于坩埚的大小和厚薄不同,因而充分冷却的时间也不相同,一般约需 30~50min,可冷