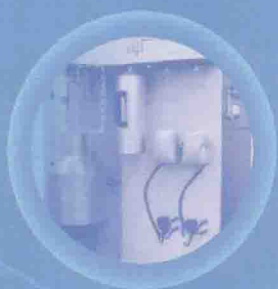


吕 彤 主编

材料近代测试 与分析实验

CAILIAO JINDAI CESHI
YU FENXI SHIYAN



- ✦ 介绍常用测试仪器及操作步骤
- ✦ 涵盖主要的有机分析及物理测试
- ✦ 突出测试数据的处理与分析方法



化学工业出版社

材料近代测试与分析实验

吕彤 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书包括两部分，第一部分为有机化合物的分离分析；第二部分为现代物理测试方法。内容涵盖材料研究中常用的有机化合物的分离分析和现代物理测试方法，主要包括色谱分析，光谱分析，核磁共振分析，质谱分析，粒度分布测试，热分析，XRD 分析，SEM 分析，TEM 分析，XPS 分析，XRF 分析，BET 测试等三十八个实验。每一个实验都对相应仪器的性能、基本操作及数据分析过程进行了详细的描述，具有很强的针对性和实用性。

本书可作为高等学校材料专业基础实验课程参考用书，也可供相关专业的教师、学生及分析测试工作者使用。

化学工业出版社

吕彤主编

图书在版编目 (CIP) 数据

材料近代测试与分析实验/吕彤主编. —北京: 化学工业出版社, 2015. 3

ISBN 978-7-122-22737-9

I. ①材… II. ①吕… III. ①工程材料-测试技术-实验②工程材料-分析方法-实验 IV. ①TB3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 007083 号

责任编辑: 仇志刚 韩霄翠

装帧设计: 刘丽华

责任校对: 宋 玮

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印 装: 三河市延风印装厂

710mm×1000mm 1/16 印张 11½ 字数 235 千字 2015 年 4 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 39.00 元

版权所有 违者必究

前言

目录

现代仪器分析技术实验是为培养高素质创新人才所设置的必修专业基础课程之一，其教学要求大型精密仪器设备面向学生开放使用，这将为学生以后科研及工作中的测试工作奠定基础。因此，为了更好地发挥大型仪器精密设备在培养学生综合素质和创新能力方面的作用，提高学生的实验技能和科研能力，我们组织编写了本书。大型精密仪器的分析实验应该是从事化学材料分离分析的相关领域研究的学生必须学习的实验课程，这将有助于提高学生的创新意识和能力。

本书由吕彤主编，内容包括两部分，第一部分为有机化合物的分离分析；第二部分为现代物理测试方法。内容涉及有机化合物的分离分析实验，光谱和色谱实验，热分析实验，X射线衍射分析实验以及电子显微镜测试等，共有三十八个实验，并在书后附录中给出了红外光谱和核磁共振谱图的一些数据供读者解图时参考。参加编写的有吕彤（实验一，二，三，四，五，六，十二，十三，十八，十九，三十三），边栋才（实验二十五，二十八，三十八），吴世臻（实验二十一，二十二），陈智（实验七，八，九），王立敏（实验十四，十五，十六，二十三），何本桥（实验三十，三十二），付维贵（实验二十，二十四），李伟（实验二十九，三十一），李先锋（实验二十六，二十七），王虹（实验十，十一，三十四，三十五，三十六），韩长秀（实验十七），张涛（实验三十七）。

在这本书的编写过程中，我们参阅了多种实验教材，查阅了一些科研论文以及对大型仪器工作站使用消化的体会，选择了具有代表性的内容作为介绍大型精密仪器测试实验，力求使本书的实验训练能使学生对仪器性能的了解、基本操作、测试结果的处理和分析得到强化，为今后工作中材料的表征方法提供一个较为开阔的思路。

虽然参加本书编写的老师都已经发挥了各自的长处，但是，限于编者的水平，书中难免有欠妥之处，敬希读者对存在的疏漏和不足提出批评和指正。

编者

2014年7月

目录

第一部分 有机化合物的分离分析 1

实验一 有机化合物元素定性定量分析（一）——初步试验和元素分析	2
实验二 有机化合物元素定性定量分析（二）——凯氏（Kjeldahl）定氮	7
实验三 有机化合物元素定性定量分析（三）——磷的定量分析（湿法 氧化法）	10
实验四 有机化合物元素定性定量分析（四）——氧瓶燃烧法测定卤素	12
实验五 黏度法测定大分子化合物的相对分子量	16
实验六 柱色谱法分离实验	22
实验七 薄层色谱分离分析实验——薄层色谱法对混合染料分析条件的 选择	27
实验八 薄层色谱分离分析实验——薄层色谱扫描仪实验	31
实验九 气相色谱分析实验	34
实验十 液相色谱分析实验	38
实验十一 凝胶渗透色谱分析实验	41

第二部分 现代物理测试方法 47

实验十二 红外光谱分析实验	48
实验十三 紫外光谱法分析 Aspirin 中水杨酸含量的测定实验	52
实验十四 核磁共振波谱分析实验	55
实验十五 质谱分析实验	58
实验十六 气相色谱—质谱联用分析实验	61
实验十七 电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES）实验 ——测定自然水中的镉、铅、锰	64
实验十八 原子吸收光谱分析实验	68
实验十九 粒度分布测试实验	73

实验二十	热重分析实验	78
实验二十一	高分子的差示扫描量热分析	84
实验二十二	动态热机械分析 (DMA) 实验	89
实验二十三	同步热分析质谱联用仪 (TG/STA-QMS) 实验	94
实验二十四	热膨胀仪测量固体的热膨胀系数实验	99
实验二十五	X 射线衍射物相分析实验	109
实验二十六	X 射线光电子能谱 (XPS) 分析实验	111
实验二十七	X 射线荧光光谱 (XRF) 分析实验	115
实验二十八	扫描电子显微镜测试实验	119
实验二十九	场发射扫描电子显微镜	122
实验三十	透射电子显微镜测试实验	127
实验三十一	原子力显微分析实验	131
实验三十二	偏光显微镜观察实验——PP 球晶观察	134
实验三十三	全自动压汞仪测定固体孔隙率	138
实验三十四	BET 法测定固体比表面积	142
实验三十五	循环伏安法测定锂离子电池的电极过程	150
实验三十六	有机化合物元素定量仪器分析实验	155
实验三十七	高级扩展流变仪测试实验	160
实验三十八	玻璃纤维增强塑料弯曲性能实验	165
附录一	各类化合物的红外光谱和核磁共振波谱综合分析数据表	169
附录二	红外光谱的常用图表	174
附录三	核磁共振波谱常用图表	176

第一部分

有机化合物的分离分析

- 实验一 有机化合物元素定性定量分析（一）——初步试验和元素分析
- 实验二 有机化合物元素定性定量分析（二）——凯氏（Kjeldahl）定氮
- 实验三 有机化合物元素定性定量分析（三）——磷的定量分析（湿法氧化法）
- 实验四 有机化合物元素定性定量分析（四）——氧瓶燃烧法测定卤素
- 实验五 黏度法测定大分子化合物的相对分子量
- 实验六 柱色谱法分离实验
- 实验七 薄层色谱分离分析实验——薄层色谱法对混合染料分析条件的选择
- 实验八 薄层色谱分离分析实验——薄层色谱扫描仪实验
- 实验九 气相色谱分析实验
- 实验十 液相色谱分析实验
- 实验十一 凝胶渗透色谱分析实验

实验一

实验一

有机化合物元素定性定量分析（一） ——初步试验和元素分析

一、实验目的

熟悉和掌握初步试验方法和钠熔法元素定性分析。

二、实验内容及操作

初步试验是有机化合物系统鉴定步骤的第一步，是了解一个未知样品的重要过程。其内容包括：对未知样品物理状态的观察、颜色与气味的观察、灼烧试验、物理常数测定等。通过这些试验结果，对一个未知样品我们可以了解如下方面的内容：它是混合物还是单纯物质，纯度怎样，它是无机物还是有机物，其中有哪些可简单测知的元素。有时通过颜色和气味的审察以及灼烧试验，还可以初步推测它属于哪种类型的化合物。

（一）物理状态的审察

1. 首先观察样品是固体还是液体；
2. 若样品是固体，注意它是无定形还是结晶形；
3. 如果样品是液体，注意观察是否有固体悬浮物或不混溶的液体。

（二）颜色的观察

大多数化合物在日光下都是无色的，但是由于分子中某些特征结构的存在，可以使化合物显示颜色。有时可根据未知物的颜色来推断化合物属于哪一类，从而进行深一步分析，同时要注意某些化合物是无色的，但在空气中露置而被氧化后显色。

（三）气味的观察

对于有机化合物气味的审察，不如对它颜色的审察那样重要。因为至今还找不出化合物的气味与其分子结构的可靠规律。不过有些化合物有着明显的特征气味，熟悉这些气味对于识别它们是很有帮助的。还应注意，有些商品为了调整其使用性能或改善其气味，加入了某些成分，不要将这些添加剂的气味误认为主要成分。

（四）溶解性和水溶液的 pH 值

物质在水和各种介质中的溶解度以及其水溶液的 pH 值对推测和印证试样的组

成有着非常重要的意义。所用的溶剂有水、乙醚、5%氢氧化钠、5%碳酸氢钠、5%盐酸、浓硫酸等。

在本实验中，所描述的一个化合物能溶于某一溶剂是指 1mL 溶剂在室温下能够溶解 30mg 的有机试样。

取 0.03g 试样于试管中，用滴管滴加蒸馏水，并不断摇动试管，看试样是否溶解，加水 1mL 为止。若试样能溶于水，再用 pH 试纸试验其酸碱性。无机物多能溶于水，有机物只有碳原子数少，并具有极性官能团或能生成氢键的化合物才溶于水。

若试样不溶于水，则用 5%氢氧化钠溶液代替水进行上述试验，若能使试样溶解，表明试样为酸性物质。若此试样也能溶于 5%碳酸氢钠溶液中，测试样为酸性较强的物质。

若样品经元素分析含有氮且溶于 5%盐酸溶液中，则可能为胺类。酰胺一般碱性很弱，或者呈中性，不易溶于 5%盐酸溶液中。

(五) 灼烧试验

有机物的燃烧是一个复杂过程，其中包括去水、热裂、与水的反应、氧化还原反应等。因此，观察试样燃烧的形状，可以收集到很多有用的资料。

如果是一个固体样品，注意它在加热初期是否熔化、升华、发出噼噼啪啪的爆裂，发生爆炸或放出气体少于燃烧时的火焰，可以初步识别化合物属于哪种类型。通常可参照如下判别结果：

- a. 芳香族化合物：火焰带有烟；
- b. 低级脂肪族化合物：火焰几乎无烟；
- c. 含氧化合物：火焰带有蓝色；
- d. 多卤代物：一般情况下不燃烧（一般在火焰直接接触到物质上时才燃烧，并发烟）；
- e. 糖和蛋白质：燃烧时有燃糖味和燃毛发味；
- f. 含金属元素的化合物：燃烧后有固体残渣残留。

试验方法如下：

取约 0.1g 试样，放在倒置的坩埚盖中。用小火加热，可将火焰从上面直接施加于物料上，使其在挥发前进入燃烧状态。如果物质碳化，就应增大火焰。注意样品的熔融或分解、生成气体的气味、火焰的形状，并用润湿的试纸仔细检测产生气体的酸碱性。

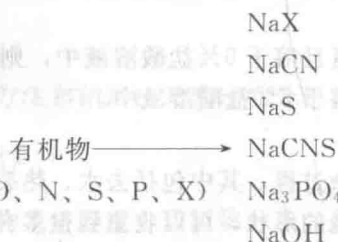
若燃烧时发生碳化现象，可在冷却后，加几滴 3%过氧化氢，然后再加热。经过处理后若还有碳化残留，则可加几滴浓硝酸，放置几分钟，再加热，至酸蒸发后强数分钟，若有必要可重复此步骤。经完全燃烧的试样仍留有残渣，往往表明金属元素的存在。

用火焰试验直接检验残渣：在残渣上加 2 滴蒸馏水，再加 2 滴浓盐酸酸化。用一小段铂丝（或镍铬丝），一端弯成 2~3mm 小圈，将其沾以浓盐酸，在酒精喷灯

上反复烧至没有颜色。然后，沾以酸化后的残渣溶液在火焰上烧，试样中若有钠离子可得黄而持久的火焰；含有钾离子得紫红色火焰；含有钙离子为砖红色火焰；含钡离子为短暂的浅绿色火焰。

(六) 元素定性分析

元素分析试验在助剂分析中是很重要的。根据元素分析的结果，有时可对助剂的分类做出推测，从而指导以后的分析工作。在有机化合物中非金属元素除 C、H、O 以外，常见的有 S、N、P、卤素、Si 等。此外，还有金属元素，如 Na、Mg、Ca 等。非金属元素在有机物中大都以共价键结合，在测定前需将试验样品设法分解，使待测元素转变为离子，然后再用无机分析的方法测定。分解样品最常用的方法是钠熔法。钠熔处理后，分解出的非金属元素分别都转化成离子状态：



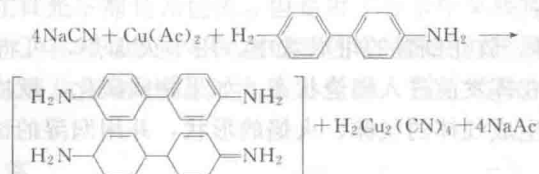
1. 钠熔试验操作

在一支干燥的软质小试管中，加入一粒绿豆大的金属钠，小火加热至金属钠熔化（在酒精喷灯上），当钠蒸气上升达 1~2cm 时，立刻移开火焰，迅速加入几十毫克试样或液体 3~4 滴，加样时不可沾于管壁，应使样品直落管底，然后用大火强热至试管底烧红（赶走挥发性的有机分解物），趁热把试管浸入有 10mL 蒸馏水的小烧杯中使其炸裂，并用玻璃棒将管底捅碎浸于水中，煮沸过滤，用 2~3mL 蒸馏水洗残渣两次，滤液作元素鉴定之用。

2. 元素鉴定

(1) 氮的鉴定

① 联苯胺-醋酸铜试验



在试管中加入联苯胺溶液与醋酸铜溶液各 5 滴，再加一滴 20% 的醋酸使呈酸性，然后一滴一滴地加入试液，随时加以振荡，起蓝色反应或生成蓝色沉淀者表示氮的存在。

如果试样含硫，必须在 1mL 试液中加入饱和醋酸铅（过滤、用滤液）除硫后再重复以上试验。样品含碘时可生成绿色沉淀（沉淀刚开始时是蓝色）。

② 普鲁士蓝试验

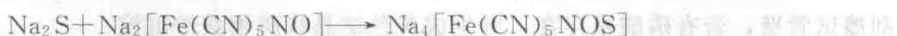
$$6\text{NaCN} + \text{FeSO}_4 \longrightarrow \text{Na}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 + \text{Na}_2\text{SO}_4$$

$$3\text{Na}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 + 2\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \longrightarrow \text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3 + 6\text{Na}_2\text{SO}_4$$
 取 2mL 试液, 将 pH 值大致调到 13 后, 加 2 滴饱和硫酸亚铁铵(或硫酸亚铁)溶液和 2 滴 30% 氟化钾溶液, 振荡后煮沸, 再继续微沸半分钟, 趁热加入 H_2SO_4 , 加到氢氧化铁和氢氧化亚铁沉淀溶解, 如果生成蓝色普鲁士蓝沉淀或溶液呈蓝色都表示有氮存在。

本实验的灵敏度不如联苯胺-醋酸铜溶液实验。

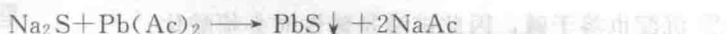
(2) 硫的鉴定

① 亚硝酰铁氰化钠试验



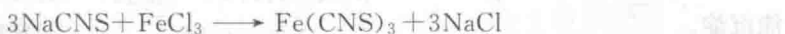
在白色的点滴板中放一粒芝麻大的亚硝酰铁氰化钠, 加 1~2 滴蒸馏水使其溶解, 再加 1~2 滴试液, 出现紫红色表示有硫存在。

② 硫化铅试验



取试液 2 滴以醋酸酸化, 再滴加 1~2 滴 1% 醋酸铅溶液, 若发生黑色或棕色沉淀即表示有硫存在。

③ 氮和硫同时鉴定



样品若同时含 N 和 S, 而钠熔时钠量不足, 常形成 NaCNS , 若检验 N 和 S 均为负性结果, 不要漏过此实验。

取 1mL 试液, 加稀盐酸使其成为弱酸性, 再加 2 滴三氯化铁溶液, 出现血红色表示氮和硫存在。

(3) 卤素的鉴定

① 卤化银试验



取试液 0.5mL, 加稀硝酸呈酸性, 若样品含氮或硫, 则加热微沸数分钟, 赶去氢氰酸和硫化氢, 然后加数滴 5% 硝酸银溶液, 若有白色或黄色沉淀生成, 表示样品含卤素, 若溶液呈浑浊, 则可能是试剂中的杂质或未赶尽的氢氰酸。

② 氯、溴、碘的分别鉴定



取试样 1mL, 加稀硫酸使呈酸性(若试样含氮或硫, 则加热微沸数分钟), 然后加 0.5mL 四氯化碳, 再逐滴加入新制的氯水, 并加以振荡, 若四氯化碳层呈紫色, 表示有碘存在。继续加入氯水, 并边加边摇, 若紫色渐渐退去, 并出现棕色, 则指示试样含溴。

与溴碘共存之氯, 可取 2mL 试液, 加硫酸呈酸性, 若有氮或硫存在, 须加热

数分钟,再使溶液冷却,若有碘存在,则加亚硝酸钠,并用四氯化碳将析出的碘提净,用吸管把四氯化碳与溶液分离,如试样含溴,则在溶液中加入 0.5mL 浓硫酸和 0.2g 过硫酸钾煮沸 5min,使溴完全除尽。最后滴入 2 滴 5% 硝酸银,若有白色沉淀,表示样品含氯。

(4) 磷的测定

试剂:钼酸铵溶液,取 9g 钼酸铵溶于 4mL 28% 氨水中,加 50mL 水,24g 硝酸铵,稀释至 1L。

取钠熔溶液 1mL,放入小试管中,加入足够量的 2mol/L 硝酸酸化,使呈酸性,煮沸 1min,冷却,加入 3 滴钼酸铵试剂,在水浴上加热至 60℃,并用玻璃棒刮擦试管壁,若有磷酸根存在,则生成黄色结晶状磷钼酸铵沉淀。

注意:

① 沉淀能溶于过量的磷酸盐中,生成络离子,因此必须加入大量的钼酸铵试剂。

② 沉淀也溶于碱,因此试液是碱性时必须酸化。

③ 多量的 Cl^- 也会妨碍反应,如果有大量的 Cl^- 存在,可用试液 1~2mL 与 2~3 滴浓 HNO_3 共煮沸除去。

④ 砷的存在对磷的存在鉴定有干扰,不过砷酸根离子须将溶液加热至沸腾才能沉淀。

⑤ 硅酸盐能与试剂生成可溶性硅钼酸铵(呈清亮的黄色),为防止砷、硅的干扰可在酒石酸存在下鉴定 PO_4^{3-} ,酒石酸的存在对磷钼酸铵的生成没有影响。

(5) 硅的测定

试剂:

① 联苯胺溶液:取联苯胺 0.1g,溶解于 10mL 冰醋酸中,加水稀释至 100mL,然后过滤。

② 饱和醋酸钠溶液。

③ 钼酸铵溶液:6g 钼酸铵溶解于 15mL 蒸馏水中,加入 5mL 浓氨水。将此溶液微微加热,再加入 24mL 浓硝酸,57mL 蒸馏水,混匀,静置过夜后备用。

鉴定步骤:

取约 0.5g 试样,放入倒置的坩埚盖中,加热使之燃烧,用表面皿接触烟雾,收集得白色固体,将其溶解于 40% 氢氧化钠的热溶液中。取此溶液 1 滴置于试管中,加入 2 滴钼酸铵试剂微微加热。冷却后加 1 滴联苯胺溶液和 3~8 滴饱和醋酸钠溶液,如出现蓝色,说明有硅元素存在。

参 考 文 献

陈耀祖.有机分析.北京:高等教育出版社,1983.

实验二

有机化合物元素定性定量分析 (二) ——凯氏 (Kjeldahl) 定氮

一、实验目的

掌握凯氏定氮的原理，熟悉半微量有机分析的实验方法。

二、实验原理

1. 用浓硫酸将含氮有机物煮沸分解，使其成铵盐。



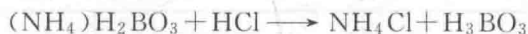
2. 加碱使氨游离



3. 水蒸气蒸馏将氨带出，用硼酸吸收



4. 用标准酸滴定生成的 $(\text{NH}_4)\text{H}_2\text{BO}_3$



由消耗的盐酸标准溶液量可直接求出化合物的含氮量。在测定过程中煮解是关键的一步。样品既要煮解完全，又不能使氨逸出损失。为使样品迅速分解，通常加入 K_2SO_4 以提高硫酸沸点，同时加入适当的催化剂。常用的催化剂有：硒粉、氧化汞、氯化汞、硫酸汞、硫酸铜和 H_2O_2 等，本实验采用无水硫酸铜。

硝基化合物、亚硝基化合物、偶氮化合物、肼或胂等含氮有机化合物不能直接用此法。因此，煮解前需要用适当还原剂将这些官能团还原。

三、仪器装置

煮解烧瓶（梨形烧瓶）、微量滴定管、煮解及蒸馏装置如图 1 所示。

四、试剂

- (1) 浓硫酸（相对密度 1.84）。

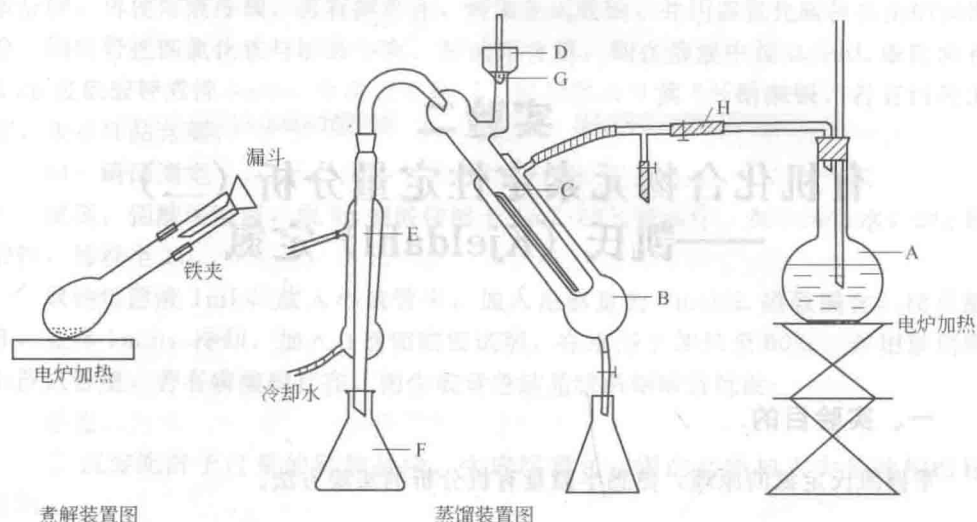


图1 克达尔法半微量定氮装置图

A—平底烧瓶；B—水蒸气蒸馏球；C—蒸馏瓶；D—漏斗；
E—直型冷凝管；F—锥形瓶；G—旋塞；H—弹簧夹

(2) 硫酸钾-硫酸铜 (3 : 1) 混合物。

(3) 40% 氢氧化钠溶液。

(4) 饱和硼酸溶液：在 100mL 水中加 5g 硼酸，加以振荡静置，倾出上层澄清溶液，饱和硼酸溶液大约含有 4% 硼酸。

(5) 0.025mol/L 标准盐酸溶液：取 2mL 浓盐酸加到 1000mL 水中，用标准硼砂进行标定（或无水碳酸钠加以标定）。

(6) 混合指示剂：10mL 0.1% 溴甲酚绿的乙醇溶液加 4mL 0.1% 甲基红的乙醇溶液即可。

五、操作步骤

1. 煮解

在干燥洁净的煮解烧瓶中，用长柄量管称入 10~15mg 固体样品。样品要落在烧瓶底部，勿黏附在瓶颈内壁上。加入约 15mg $\text{CuSO}_4 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4$ 混合物，随后加入浓硫酸约 2mL。在凯氏烧瓶口放一小漏斗，并使烧瓶呈 45° 斜置，用小火缓缓加热使溶液保持在沸点以下，等沸腾停止，逐步加大火力，反应物先变焦黑，后逐渐变成草黄色，最后变成澄明的淡蓝绿或几乎无色。

若加热半小时后，反应物仍具深色，可以将它冷却，加 3~4 滴 30% H_2O_2 ，然后继续加热至无色。待反应物无色后，继续煮沸 30min，冷却烧瓶，加入蒸馏水 3mL，再冷却烧瓶即可。

2. 蒸馏

如图 1 所示的蒸馏装置的 A 瓶中, 加入占容积 2/3 的蒸馏水, 放几颗沸石并且加 1~2 滴浓硫酸。松开弹簧夹 H。将 A 瓶加热。待水沸腾后, 令水蒸气流遍全部仪器 5~10min, 以冲洗去其中杂质。

于蒸馏瓶上端的漏斗中加蒸馏水 5mL, 旋开 G 塞将蒸馏水放入蒸馏瓶 C 中后塞紧 G, 蒸馏一段时间后关紧 H。不多时, 蒸馏瓶 C 中的溶液便回吸到 B 中。立刻打开 B 下部的旋塞, 当溶液流完, 立即关闭旋塞。不要停留, 以同样步骤重复上述操作, 再冲洗蒸馏瓶两遍即可使用。冲洗冷凝管采用将其插入装有蒸馏水的 F 锥形瓶中, 在关闭弹簧夹 H 时体系出现的负压使水倒吸过程进行冲洗。

仪器冲洗干净后, 于冷凝管中通入冷水, 并于锥形接收瓶 (150mL) F 中加入 10mL 饱和硼酸溶液和 4 滴指示剂。将锥形瓶放在冷凝管下面, 使冷凝管末端浸入液面以下。自蒸馏瓶上端漏斗中将煮解液加入, 用 1~2mL 蒸馏水淋洗煮解瓶两遍, 务使其中酸液全部移入蒸馏瓶中。然后自漏斗中再加入 10mL 40% NaOH 溶液, 以少许水 (1mL) 冲洗漏斗, 关闭漏斗 G 开始蒸馏。当收集约有 30mL 的蒸馏液时, 放低锥形瓶, 使冷凝管末端脱离溶液表面。再收集 10mL 蒸馏液 (可用 pH 试纸检验, 至中性时停止蒸馏)。用少量蒸馏水冲洗冷凝管末端, 并使洗液流入锥形瓶中, 蒸馏至此即告完毕。

3. 滴定

用 0.025mol/L 标准盐酸溶液, 10mL 左右的微量滴定管滴定所收集的蒸馏液。终点时, 指示剂由蓝色变为灰色, 过量一滴溶液呈粉红色。

4. 空白试验

本实验需进行两次空白试验 (记录消耗酸液体积 V_0)。

六、分析结果及其计算

样品编号	W	V_{HCl}	V'_{HCl}	N/%
1				
2				
3				

$$N\% = \frac{C \times V' \times 14.01}{W} \times 100\%$$

式中 V' ——减去空白后, 样品所消耗标准酸的体积, mL;

C ——标准酸溶液的摩尔浓度, mol/L;

W ——样品的质量, mg;

V ——未减空白值 (V_0) 样品所消耗的酸液体积, mL。

参 考 文 献

解如阜, 高世伟. 纺织助剂实用分析. 北京: 纺织工业出版社, 1987.

实验三

有机化合物元素定性定量分析(三) ——磷的定量分析(湿法氧化法)

一、实验目的

熟悉和掌握磷的定量分析(湿法氧化法)。

二、实验原理

将含磷有机化合物用浓硫酸和浓硝酸混合物分解,使磷变为正磷酸根离子,再将后者转化为磷钼酸铵沉淀称重。

三、实验仪器

50mL 梨形煮解瓶,烧杯,电子天平,吸滤装置。

四、实验试剂

1. 硝酸-硫酸混合物

小心混合 420mL 浓硝酸(相对密度 1.40)与 580mL 蒸馏水。搅拌条件下在该溶液中加入 30mL 浓硫酸。

2. 钼酸铵试剂

溶解 50g 硫酸铵于 500mL 浓硝酸中,将溶液倒入一只 1L 容量瓶中。用另一只烧杯溶解 150g 粉状钼酸铵于 400mL 热蒸馏水中。当此溶液冷至室温后,将它缓缓倒入硫酸铵-硝酸溶液中,随时摇动容量瓶使之混合均匀。用水稀释到刻度(1L),静置 3 天,然后滤入一棕色试剂瓶中,置于阴凉处。

五、操作步骤

称取 15~20mg 样品(其中含磷量约 10%)于 50mL 凯氏煮解瓶中,加入约 2mL 浓硫酸和 1mL 浓硝酸。将混合物先温和加热,然后煮沸至棕色氮氧化物消失。如果溶液明显混浊,再加入 0.5mL 浓硝酸后继续煮沸,通常需要煮解 15~30min。若混合物加热 20min 后还不变清亮,可加入数滴 30% H_2O_2 以促进分解。

当反应液澄清后,将烧瓶冷却,用吸量管加入 8mL 硝酸-硫酸混合物,使之沿

瓶壁流入瓶中。将溶液倒入 250mL 烧杯中。用水淋洗煮解瓶 5 次, 每次用水 10mL, 洗液也收入该烧杯中。将溶液加热至刚好沸腾, 移去火焰, 沸腾停止后, 趁热加入 60mL 钼酸铵试剂 (加入钼酸铵试剂后不可再加热), 搅拌均匀, 让溶液静置 6h。然后虹吸过滤。烧杯中最后的痕迹沉淀可反复用 2% 硝酸铵与 95% 乙醇溶液洗涤并吸入漏斗中 (最好是称重后的烧结漏斗)。沉淀用无水乙醇洗一遍, 再用丙酮洗两遍, 在干燥器中干燥 30min 后称重。

六、实验结果处理

样品中磷含量百分比计算公式如下所示。

$$P\% = \frac{\text{沉淀质量} \times 0.014524}{\text{样品重量}} \times 100\%$$

参 考 文 献

解如阜, 高世伟. 纺织助剂实用分析. 北京: 纺织工业出版社, 1987.