



定量分析 基本操作

北京化学会分析化学专业组
定量分析基本操作编写组

梁树权 董维宪 黄彭年
张锡瑜 王 夔

人 民 教 育 出 版 社

定量分析基本操作

北京化学会分析化学专业組
定量分析基本操作編写組

梁树权 董維宪 黃彭年
張錫瑜 王 夔

人 民 教 育 出 版 社

本书系根据北京化学会分析化学专业组的定量分析基本操作讨论会的讨论结果编写而成的。书中详细地说明了称量、重量分析及容量分析三部分的操作方法。这些方法系从数学观点出发，所提的操作方法要求比较严格。本书适合于各高等学校及化工类中等技术学校学生学习定量分析时作为参考书，也可供各生产单位从事分析测定工作的中等技术人员参考，以提高基本操作能力。

本书是参加讨论会的三十多个单位的集体创作，由王夔执笔，经梁树权、董维宪、黄彭年、张锡瑜等同志补充修订。

定量分析基本操作

北京化学会分析化学专业组

定量分析基本操作编写组

梁树权 董维宪 黄彭年 张锡瑜 王 夔

北京市书刊出版业营业许可证出字第2号

人民教育出版社出版(北京景山东街)

人民教育印刷厂印装

新华书店北京发行所发行

各地新华书店经售

统一书号13010·1128 开本 850×1168 $\frac{1}{32}$ 印张 1 $\frac{5}{16}$

字数 31,000 印数 0,001—16,000 定价(8) 0.22

1964年9月第1版 1964年9月北京第1次印刷

序

北京化学会分析化学专业組在 1962 年曾前后召开了四次會議，会上討論了重量分析和容量分析等定量分析的基本操作。本书即根据参加會議的各高等院校、研究所及厂矿单位所提的意見和討論的結果編写的。

因为操作規程决定于实验所要求的准确度，所以很难提出完全統一的操作規程。本书适用于高等学校进行常量定量分析教学。从教学观点考虑，在操作上須有較严格的要求；至于生产单位所采用的某些簡化操作方法，一律未列入本书之內。

有些操作，會議参加者的意見未能統一，所以本书中同时并列了几种操作方法，使用单位可根据实际情况酌情选择。

有些仪器（像馬弗炉、烘箱、电热板等）的使用方法未曾討論，而且一般也沒有不統一之处，故本书中也未列出。

本书由王夔同志执笔，經中国科学院化学研究所梁树权同志、北京师范大学董維宪同志、北京大学張錫瑜同志、北京地质学院黃彭年同志补充修訂。但本书实际上是参加會議的三十多个单位的集体創作，限于篇幅不能將所有参加单位一一列出。

編者

一九六三年十二月

目 录

序	v
緒言	1
一、用分析天平称量	2
(一)天平室規則	2
(二)称量規則	3
(三)称量	5
二、重量分析	8
(一)样品的溶解	8
(二)沉淀	9
(三)过滤、洗涤、再沉淀、干燥及灼燒	9
1. 用滤紙过滤	9
2. 用古氏坩埚过滤	22
3. 用燒結玻璃过滤坩埚过滤	23
三、容量分析	25
(一)滴定管	25
(二)容量瓶	31
(三)移液管及吸量管	34
(四)滴定	38

緒 言

在定量分析教学中訓練学生正确而熟练地掌握基本操作是保证教学质量的一个重要环节。基本操作学得好,基本功炼得好,才能使定量分析实验結果合乎要求,才能使学生掌握定量分析方法。

虽然在定量分析的一般教科书中都有一些基本操作的介紹,但多不够細致,而且也很不統一,这給定量分析实验教学造成一定困难。本书是北京各高等学校集体討論后編写的,在大多数操作方法上取得了一致意見,个别地方未經統一,在书中同时列举。

本书不是定量分析教科书的一部分,而是学习和教授定量分析所用的参考书,以补教科书之不足。因此,不打算把定量分析中可能遇到的所有操作都一一列举,而只把最基本的操作——称量、重量分析操作及容量分析操作做了比較詳細的介紹,像砒碼校正、容量仪器校正等一般书上所有的就未討論。为了使学生准确地掌握这些操作,书中还附了不少图。

一、用分析天平称量

(一)天平室規則

1. 进入天平室后应保持肃静，不得高声談笑。除称量所需的药品、仪器及记录本外，不得将其他物品带入天平室。

2. 必須使用指定的天平和砝碼进行称量，必須用同一架天平完成全部測定^①。砝碼是成套的，不能把一套中的一个砝碼与另一套中的交换^②。

3. 要求称量到万分之一克时，才使用分析天平，一般粗略的称量不应使用分析天平。各种天平的适用范围見表 1。

表 1.

	台 秤	例行天平	分析天平	半微量天平	試金天平	微量化学天平
感 量	0.1 克	1 或 5 毫克	0.1 毫克	0.01 毫克	0.01 毫克	1 微克
最大載重	500 克或以上	100—1,000 克	100 或 200 克	50 克	0.5 克	20 或 30 克

4. 天平应放在适宜地点，天平室應該保持干燥、光綫充足；最好放在一层樓房間，而且与實驗室分开，窗应向北开，以免日光直射，室内溫度不应改变过大，而且应避免天平兩側溫度不同(例如不应把天平安放在炉子旁边或使天平一側正对窗戶)。安放天平的桌子最好用水泥做支柱及桌面，以尽量避免震动。

5. 天平用完后，一切都应立即恢复原状，檢点砝碼无誤后，及时将砝碼保存在原来地方。

① 用同一架天平时，因臂长不等所造成的影响可以抵銷。

② 我們所用的校正砝碼的办法是相对校正，使用不同一套砝碼时便无意义。

6. 不得在 天平室内 打开 装有 腐蚀性液体 (溴, 浓盐酸, 浓硝酸等) 或 挥发性固体 (如碘, 萘, 苯酚等) 的 称量瓶。称量 这种物质时, 不得在 天平室内 进行 转移。

(二) 称量規則

1. 輕輕將天平罩取下, 折叠好后放在天平箱的右后方。

2. 在称量时, 称量者必須面对天平正中端坐。

3. 称量前应先做如下的檢查:

(1) 待称量的物体的溫度与天平箱溫度是否相同。如果待称量的物体曾經加热过或冷却过, 則必須將該物体放置在天平箱近旁相当時間, 待該物体的溫度与天平箱的溫度相同后再进行称量。另外, 待称物的外部应保持清洁干燥。

(2) 天平箱內部 (主要是底部和天平盘) 是否清洁。天平盘上如有灰尘, 可用軟毛刷輕輕扫淨; 天平箱的底板上如不干淨, 可用洗过多次而不落纖維的布擦拭。

(3) 天平位置是否水平。天平都附有气泡水准仪或鉛垂綫, 如果發現不平, 应調整天平底座螺絲使天平达到水平。

(4) 天平各部是否都处在应有位置 (包括游碼是否挂在游碼鈎上)。

4. 測定天平零点, 零点应在标尺中央左右一小格範圍內。測定时, 注意天平各門都应完全关闭, 輕輕打开升降樞, 使樞自由摆动。如果摆动幅度太小或太大, 可在指針靠近标尺中央时, 用升降樞將樞托起, 然后再放下。头两次讀数不計, 从不受外力影响的后面几次讀得的摆动值中求零点。

5. 称量时应遵守下列規則:

(1) 分別由左边門及右边門取放称量物及砝碼。

(2) 称量的样品 (包括各种試剂、材料, 金属及各种物料) 都不得直接放在天平盘上称量, 而应放在清洁干燥的容器中。最合适

的容器为称量瓶,凡样品需先经过干燥的,都必须放在称量瓶中干燥、称量。在重量分析中一般将待称的沉淀放在盖好的坩埚中称量;在个别情况下,也可以放在表面玻璃上称量,但只限于不受二氧化碳及湿气影响的金属试样或要求准确度比较低的情况。

(3)称量物一般不必先在台秤上初步称其重量,如果必须初称(例如,要求快速称量时),应先检查台秤盘上是否落有尘土或试剂,必要时可用细毛刷子擦去髒物。

(4)砝码盒必须放在天平右边的桌面上,不得拿在手中,也不能放在其他地方。

(5)必须用镊子按大小依次取换砝码。将最大的砝码放在盘的正中,小砝码放在大砝码的周围,片码应按大小顺序排列在砝码前面,一切砝码及片码都不要反置、倒置或重叠。

(6)应该用右手拿砝码盒中所附的尖端镶有塑料或象牙的镊子取砝码。取砝码时,用镊子尖端夹其细颈;取片码时,夹住其向上卷起的角。绝对禁止用手直接拿砝码。称量时镊子拿在右手,称完后放入砝码盒,不能把镊子放在其他地方。

(7)每一砝码(及片码)在砝码盒中有其固定位置,不得错乱放置。不同的砝码只能放在砝码盒中它应在的穴中。砝码除了放在砝码盒内的应有位置和放在天平盘上以外,不得放在其他地方,也不能放在砝码盒盖上或穴外边等处;在不用时应立即盖好盒盖,以防尘土落入。

(8)片码槽的玻璃盖拿起后,立起靠放在砝码盒盖的里面。

(9)加减砝码、片码或游码时,必须完全关住升降枢。开关升降枢应该用左手,动作要轻,必须在指针接近标尺中心时才能完全关闭升降枢。

(10)使用有自动加码的装置的天平时,应轻轻转动刻度盘。

(11)称量到最后阶段,砝码及片码已调正好,而在增减游码

时,天平箱的所有門都应关闭,以免指针的摆动受空气流动的影响。

(12)称量结果应该立即记录在记录本上,不得记在其他地方。

(13)在任何情况下,所称物品不得超过天平的最大载重量(见表1),称量容器的尺寸亦不应太大。

6. 称量以后:

(1)在记录称量结果时,应根据砝码盒内的空穴将重量记下,记录时应注明每个砝码是相同重量砝码中的哪一个。然后再由盘中依砝码大小次序将砝码取下直接放回盒中原位(不要放在其他地方),同时与原做的记录核对一遍,以免发生错误。游码仍应用钩钩起,把游码滑杆完全推入,不要把游码从天平上取下。

(2)使用自动加砝码的天平时,在读数后,应将转盘回复到“0.00”。

(3)检查天平梁是否架起,有无物品遗留在天平盘上或天平箱中。天平箱应关闭,然后把布罩罩好,将坐凳放回原位。

(4)砝码盒应盖好,扣好,拿时要平拿。

(三)称量

(1)称取多份不易潮解的样品时,按下列方法进行:

样品必须先经干燥。如果样品曾经烘干,取出后应放在干燥器中,称量瓶盖应松松地盖好。干燥器放在天平箱的旁边,冷却到与天平等温,称量之前把瓶盖稍微打开一下,马上盖严。用纸条叠成两三层厚的纸带,套在称量瓶上。左手拿住纸条(图1),把称量瓶放在天平的左盘上(必须由左门放入)。必须放在盘的正中,然后在右盘上,依次增减砝码,直到相差不到10毫克为止。增减砝码必须由重至轻按次增减。在开始增减大砝码时,放好砝码,不要把升降枢完

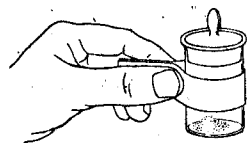


图 1

全打开, 否则会因两臂相差过多, 摆动过分。只要在放好砝码后, 轻轻将升降枢打开少许, 就可看出哪一方过重。在增减小片码以及游码时则必须完全打开。调正好砝码后, 开始用游码增加 10 毫克以下的重量, 使天平达平衡。加游码时, 要轻轻将游码放下, 使其端正地骑在游码标尺上, 而且游码钩必须退出并转上, 以免阻碍天平梁的摆动。使用自动加环码的天平时, 必须注意轻轻依次转动环码刻度盘, 应该以各相应数值下的横线对正箭头, 不能放在两个数字的中间。转时, 要观察环码是否已骑在横杆上。不得很快地、用力地转环码刻度盘。称好以后, 记下砝码及游码的数值, 然后, 左手仍用纸带把称量瓶从盘上取下, 放在容器上方, 这时手拿的方式与图

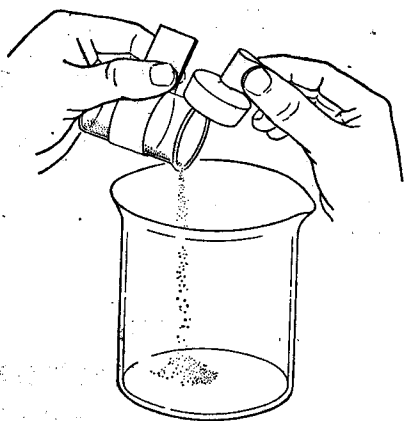


图 2

1 同。为了便于下一步操作, 右手暂时拿一下称量瓶腰 (纸带外部), 然后再改变左手拿法, 使大指及食指肚平行拿住纸带 (图 2), 把瓶倾斜至 45° 或更大。右手用另一张纸隔着打开瓶盖, 但不要

把瓶盖拿开, 此时原在瓶底的样品应已慢慢流下, 接近瓶口, 如果样品没有接近瓶口, 可以用盖轻轻敲打瓶口

上部。然后一方面继续将瓶倾斜, 一方面来回转动称量瓶, 使样品慢慢流入容器 (注意这时瓶盖仍拿在容器上方, 不要离开容器上方, 更不要放在其他地方)。当倾出的样品已接近所需的称量时, 轻轻地将瓶竖起一些。再用盖敲打瓶口上部, 使粘在瓶口的样品落下 (或落入称量瓶或落入容器, 所以这一步倾出样品的步骤必须在容器口正上方进行)。然后盖好瓶盖, 再暂时用右手拿一下称量瓶,

把左手改成图 1 的方式,把称量瓶放回天平盘,再称。根据两次称量结果之差,即可求得所取试样的重量。如果倾出样品不足,可以再按上述操作补加。但如倾出样品过多,则只能弃去,重新再称取,不可将已倾出的样品倒回原称量瓶。如果样品不易倾出,则可以用不用上述转动称量瓶使样品流出的方法,而一直用敲打与转动相结合的方法。注意敲打时用力要轻,勿使粉末飞扬,一边敲打一边向瓶口倾斜。取量合适以后,再一边敲打一边将瓶竖起。

(2)称量易潮解的样品:先在称量瓶中放入要称量的样品,在适当条件下干燥,干燥时应将瓶盖打开。干燥后,将瓶盖松松地盖住,放入干燥器中,将干燥器放在天平旁,冷却至与天平等温。称量前稍微打开瓶盖,立即盖严。按前述方法称量,倒出样品后再称。在这种情况下,放入的试样量应该很接近于所需量,因此把样品全部倾出,第二次只称空瓶。如果残余太多,在打开瓶盖时,会因吸收湿气而改变重量。

(3)称取不易潮解或不易与空气中各组分作用的单份样品时,可以在表面玻璃上称量。先称表面玻璃重,然后用小玻璃勺取样品,加到表面玻璃上。用这种方法称量时,可以根据所需量,在右盘上放好砝码,然后增加左方的样品量,直到与砝码基本平衡以后,再准确称量。注意,只能往表面玻璃上增加样品,不得从表面玻璃上把多余的样品放回原来样品瓶中(自然可以弃去多余的样品)。这种称量方法总不如用称量瓶好,除不能吸收水和二氧化碳、也不能氧化的样品外,都应在称量瓶中称取。

二、重量分析

(一)样品的溶解

如果样品是称在表面玻璃上,而又准备用水溶解,则左手拿住表面玻璃,拿到溶解用的烧杯口上,烧杯一头垫高,右手拿洗瓶,倾斜表面玻璃,从洗瓶吹水将样品冲下(图3),使溶液顺器壁流下。

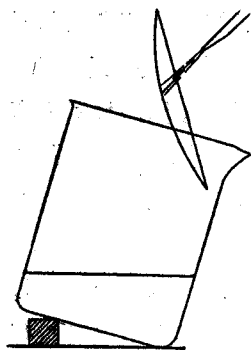


图 3

在溶解不易吸水、粘附力小的样品,或需用较浓酸溶解时,可以先将样品尽量倾入烧杯,然后用清洁干燥的毛刷(毛笔)尖端将沾在表玻璃上的少量样品,轻轻扫入烧杯中,并将刷头伸入烧杯内部,用刷柄轻敲杯沿,使沾在刷上的粉末落入杯内。用毛刷将样品刷入烧杯的方法,在金属或矿石的快速分析中可以用,但不能认为是非常可靠的方法。

如果样品是用称量瓶减重法称取的,那么样品已经倾入适当的容器中(一般是烧杯),此时可用一直径稍大于烧杯口的表面玻璃盖好烧杯。溶解时,先取下表面玻璃,将溶剂顺器壁倒入,或顺着一根下端紧靠杯壁的玻璃棒流下。特别注意防止溶液飞溅。加完溶剂后,将表面玻璃盖好。如果在样品溶解时,有气体产生,应先在样品中加入少量水,调成糊状,然后用一表面玻璃将杯口盖好;然后通过烧杯嘴与表面玻璃间的窄缝注入溶剂。待作用完了以后,用洗瓶吹水流冲洗表面玻璃下面,冲洗时,应该使流下来的水顺烧杯壁流下,以免直接冲入烧杯内而引起溶液的溅失。溶剂加完后,可以用玻璃棒搅拌均匀或加热以促进溶解,如果必须加热

煮沸，則最好在錐形瓶中溶樣。這時，在錐形瓶口上放一短頸漏斗，在漏斗上蓋一表面玻璃（圖4）。煮沸溶解以後，先用洗瓶吹水沖洗表面玻璃，沖下的水經漏斗流入燒瓶，然後再沖洗漏斗的內外兩壁，並沖洗錐形瓶的內壁把濺起的溶液沖下。也可以用3個玻璃鈎，掛在燒瓶口上，在其上放表面玻璃，如上煮沸，使樣品溶解。

（二）沉淀

沉淀劑溶液要在攪拌下加入，以免局部濃度過高。操作時，左手拿滴管滴加沉淀劑溶液，使溶液或是順器壁流下，或使滴管口接近液面滴下，勿使溶液濺起。這時，右手持攪棒，充分地攪拌，攪拌時不要用力，而且不能碰燒杯壁或燒杯底，以免划損燒杯。通常沉淀是在熱溶液中進行的（一般將溶液放在水浴中加熱，不直接用火加熱），但不能在正在沸騰的溶液中进行。沉淀劑溶液應該一次加完，加完後檢查是否沉淀完全。為檢查沉淀是否完全，可將溶液放置，使沉淀下沉，待溶液完全清晰透明後，用滴管滴加1滴沉淀劑溶液，觀察滴落處是否出現混濁狀。

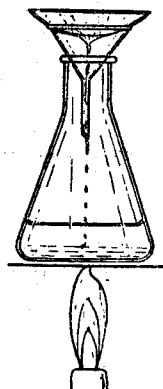


圖 4

如果沉淀呈膠狀，最好用比較濃的沉淀劑溶液，並且攪拌得快一些，這樣容易得到緊密的沉淀。

（三）過濾、洗滌、再沉淀、干燥及灼燒

1. 用濾紙過濾

（1）選擇濾紙 選擇濾紙時，要從大小和緻密程度兩方面來考慮。濾紙的大小由沉淀的量決定。沉淀應裝到相當於濾紙圓錐高度的 $\frac{1}{3}$ 至 $\frac{1}{2}$ 處。經常用的是9—11厘米的圓形濾紙。如果沉淀呈膠狀，所占的體積較大，則濾紙要大些。緻密程度則決定於沉淀的性質。膠狀沉淀則應選用質松孔大的濾紙，而晶狀沉淀則應

选用緻密孔小的滤紙。沉淀愈細，所需滤紙应愈緻密。定量用滤紙按緻密程度可分三至四級。德国的 S&S 及英国 Whatman 厂滤紙的等級如下所述：

	孔度	厚度(μ)	湿时强度	适用范围
S&S 589/1(黑帶), Whatman 41	大	220	一般	粗粒結晶及胶状沉淀, 胶状氫氧化物, 硅酸, 某些硫化物, 8-羟基喹啉鋁, 丁二肟鋁
S&S 589/2(白帶), Whatman 40	中	195	一般	一般都可, 中等粒度沉淀, 大部分硫化物, 粗粒硫酸鋁, 磷酸鋁, 磷酸銨鎂
S&S 589/3(藍帶), Whatman 42	小	165	一般	細粒晶状沉淀或有形成胶态可能的沉淀, 細粒硫酸鋁, 草酸鈣, 氯化氧錒, 氯化銀, 錫酸, 氟化鈣, 二硫化錫, 高氯酸的碱金屬盐
S&S 589/4(紅帶)	— 极小	160	强	极細粒度, 元素状态沉淀(Bi, Au, S, Se, Te) 鈷亚硝酸鉀, 氯鉍酸的碱金屬盐等

(2) 漏斗 用于重量分析的漏斗应该是长頸 (頸长 15—20 厘米) 的。漏斗錐体角度应为 60° 。頸的直径要小些, 以便在頸内容易保留水柱 (通常 3—5 毫米)。出口处磨成 45° 角 (图 5)。

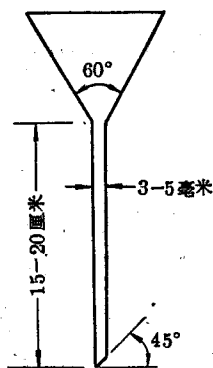


图 5

(3) 滤紙的折叠 注意折叠滤紙的手要洗净擦干。

把滤紙折叠成圓錐体后 (图 6), 放入漏斗, 此时, 滤紙錐体的上緣应与漏斗密合, 而下部与漏斗内壁形成隙縫。如果漏斗为 60° 角, 則滤紙錐体角度应稍大于 60° (約大 2—3 度)。为此, 先把滤紙整齐地对

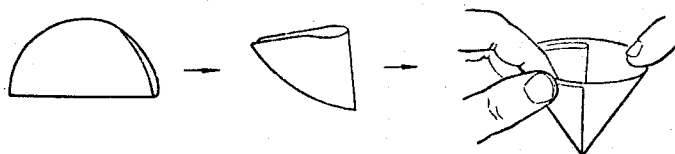


图 6

折,然后再对折,但不要将两角对齐而向外错开一点。这样打开所形成的圆锥体的顶角就稍大于 60° 。为保证滤纸与漏斗密合,第二次对折时不要折死,先把圆锥体打开,放入漏斗(此时漏斗应干净而且干燥),如果上边缘不十分密合,可以稍稍改变滤纸的折叠程度,直到与漏斗密合时为止;此时可以把第二次的折边折死,并由漏斗中取出。这个圆锥体,半边为三层,另一半边为一层。把外层折角撕下一点,这样可以使这个地方的内层滤纸更好地贴在漏斗上,否则此处会有空隙。撕下来的纸角保存在干净干燥的表面玻璃上,以备以后擦烧杯用。注意漏斗边缘要比滤纸圆锥上边缘高出大约 0.5 厘米—1 厘米。把正确折叠好的滤纸圆锥体放入漏斗。放入时要注意,滤纸圆锥体的三层一边应放在漏斗出口短的一边。这时一手按住滤纸三层一边,一面由洗瓶吹出细水流把滤纸润湿。然后轻压滤纸边缘使滤纸圆锥体上部与漏斗间没有空隙,按好后,在其中加水至几乎达到纸边。这时漏斗颈应全部被水充满,而且在滤纸上的水已全部流尽后,而漏斗颈中的水柱仍能保留。若不能充满(主要是因颈径太大),可以用手指堵住漏斗下口,稍稍掀起滤纸的一边,用洗瓶向滤纸和漏斗间的空隙里加水,直到漏斗颈及锥体的一部分全部被水充满,但必须把颈内的气泡完全排除。然后把纸边按紧,再放开下面堵住出口的手,此时水柱即可形成。如果水柱仍不能保留,则是滤纸与漏斗没有密合;如果水柱虽然形成,但是水柱中有气泡而不是连续水柱,也说明纸边可能有微小空隙,可以再将纸边按紧。有时,水柱的不能连续是因为漏斗颈不干净,

这时应重新清洗。在全部过滤过程中，漏斗頸必須一直被液体所充滿，这样才能因液柱的重力而产生抽滤作用，过滤才能迅速。

准备好后，用水洗 1—2 次。

将准备好的漏斗放在漏斗架上，滤紙的三层一边向外。漏斗下放一承接滤液的干净烧杯，漏斗出口长的一边紧靠杯壁(但不要靠在杯嘴附近)，漏斗位置的高低，以过滤过程中漏斗頸的出口不接触滤液为度。烧杯上盖一表面玻璃，在同时进行几个平行分析时，应把装有待滤溶液的烧杯分别放在相应的漏斗之前。

(4) 过滤 首先要注意，过滤和洗涤一定要一次完成，因此必須事先計劃好時間，不能間断，特别是胶状沉淀。

过滤一般分三个阶段，第一阶段用傾注法把尽可能多的清液先过滤过去，并且将沉淀初步洗涤，第二阶段为把沉淀轉移到漏斗上去，第三阶段为清洗烧杯。

为了在傾注清液时尽可能不攪动沉淀，最好把沉淀用的烧杯一头用木块垫起，傾斜靜置，注意烧杯嘴应向下(亦即将与烧杯嘴相对的一边垫高，而且垫高的一边在右边，如图 7a)。待溶液与沉淀分清以后右手輕輕拿起烧杯，勿使沉淀攪动，将烧杯移到漏斗上使烧杯嘴正在漏斗中心上方。傾斜烧杯，同时用左手从烧杯中輕輕拿出玻璃棒(在加沉淀剂溶液时用以攪拌以后，一直留在溶液里，不得拿出)，并将玻璃棒下端碰一下烧杯壁，以便悬在玻璃棒下端的液体流回烧杯中(图 7b)。将玻璃棒与烧杯嘴貼紧，并使玻璃棒垂直直立，下端对着滤紙三层一边，不要直立在滤紙錐体的中心或一层处，并应尽可能接近，但不能接触滤紙(图 7c)。慢慢傾斜烧杯(由于在放置沉降时，把对着烧杯嘴的另一边垫高，所以沉淀沉积在靠烧杯嘴一边的烧杯底部，这时烧杯向烧杯咀的一方傾斜，因沉淀在烧杯的下角，故不致使沉淀攪起)，使上层清液經玻璃棒流入漏斗。当烧杯里留下的液体很少而不易流出时，可以稍向左