

# 发射药理化分析

(上册)

《发射药理化分析》编写组 编著

国防工业出版社

0657  
31:1

# 发射药理化分析

(上册)

《发射药理化分析》编写组 编著

国防工业出版社

## 内 容 简 介

全书共二十章，分上下两册。上册包括第一章到第十二章，主要介绍分析实验的基本知识和有关的仪器，分析方法；下册包括第十三章到第二十章，主要介绍发射药的各种原材料、半成品和成品各主要分析项目的分析方法，原理和影响分析的诸因素等。

本书主要供具有中等以上文化程度的发射药分析人员阅读，也可供有关学校及厂矿技术人员参考。

## 发 射 药 理 化 分 析

(上 册)

《发射药理化分析》编写组 编著

\*

国防工业出版社出版

国防工业出版社印刷厂印装 内部发行

\*

787 × 1092  $\frac{1}{16}$  印张 29 $\frac{1}{8}$  千字 713

1983年3月第一版 1983年3月第一次印刷 印数：0,001—2,000册

统一书号：N15034·2022 定价：4.40元

# 前言

根据发射药分析人员的迫切要求，由五机部综合所组织有关单位共同编写了这本《发射药理化分析》，作为这方面业务学习的基本知识，并供有关人员工作中参考。

本书较详细地介绍了有关理化分析的基本知识，然后重点介绍发射药生产厂各主要分析项目的方法、原理、影响因素及注意事项。总结了建国以来发射药分析的实践经验，并力图从理论上说明问题。考虑到今后发展的需要，还对一些有关的新仪器、新方法适当地作了介绍。

本书各章节的初稿是由有关工厂、院校和科研单位分别写的，编写人员集中改写，改写后部分人员深入实际调查研究，征集了各方面的宝贵意见进行修改，使本书进一步得到充实完善。

参加本书编写组的有栗益人、陈绍亮、赵文琛、吴起富、常永福、刘宝文、张国安、马永福、秦瑛等同志。最后由栗益人、陈绍亮、赵文琛、吴起富纂编定稿，经王效斌同志协助整理。书内插图由周小玲同志绘制。

本书编写过程中，得到有关工厂、研究所、学校的热情帮助和大力支持，在此表示感谢。由于编写组人员水平有限，错误和缺点在所难免，请读者批评指正。

## 《发射药理化分析》编写组

### (一) 本书基本目录 第二章

|                    |       |
|--------------------|-------|
| 1. 发射药理化分析的基本知识    | 1-1   |
| 2. 发射药理化分析的基本原理    | 1-2   |
| 3. 发射药理化分析的基本方法    | 1-3   |
| 4. 发射药理化分析的基本仪器    | 1-4   |
| 5. 发射药理化分析的基本试剂    | 1-5   |
| 6. 发射药理化分析的基本操作    | 1-6   |
| 7. 发射药理化分析的基本数据    | 1-7   |
| 8. 发射药理化分析的基本结论    | 1-8   |
| 9. 发射药理化分析的基本讨论    | 1-9   |
| 10. 发射药理化分析的基本附录   | 1-10  |
| 11. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-11  |
| 12. 发射药理化分析的基本索引   | 1-12  |
| 13. 发射药理化分析的基本附录   | 1-13  |
| 14. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-14  |
| 15. 发射药理化分析的基本索引   | 1-15  |
| 16. 发射药理化分析的基本附录   | 1-16  |
| 17. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-17  |
| 18. 发射药理化分析的基本索引   | 1-18  |
| 19. 发射药理化分析的基本附录   | 1-19  |
| 20. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-20  |
| 21. 发射药理化分析的基本索引   | 1-21  |
| 22. 发射药理化分析的基本附录   | 1-22  |
| 23. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-23  |
| 24. 发射药理化分析的基本索引   | 1-24  |
| 25. 发射药理化分析的基本附录   | 1-25  |
| 26. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-26  |
| 27. 发射药理化分析的基本索引   | 1-27  |
| 28. 发射药理化分析的基本附录   | 1-28  |
| 29. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-29  |
| 30. 发射药理化分析的基本索引   | 1-30  |
| 31. 发射药理化分析的基本附录   | 1-31  |
| 32. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-32  |
| 33. 发射药理化分析的基本索引   | 1-33  |
| 34. 发射药理化分析的基本附录   | 1-34  |
| 35. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-35  |
| 36. 发射药理化分析的基本索引   | 1-36  |
| 37. 发射药理化分析的基本附录   | 1-37  |
| 38. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-38  |
| 39. 发射药理化分析的基本索引   | 1-39  |
| 40. 发射药理化分析的基本附录   | 1-40  |
| 41. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-41  |
| 42. 发射药理化分析的基本索引   | 1-42  |
| 43. 发射药理化分析的基本附录   | 1-43  |
| 44. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-44  |
| 45. 发射药理化分析的基本索引   | 1-45  |
| 46. 发射药理化分析的基本附录   | 1-46  |
| 47. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-47  |
| 48. 发射药理化分析的基本索引   | 1-48  |
| 49. 发射药理化分析的基本附录   | 1-49  |
| 50. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-50  |
| 51. 发射药理化分析的基本索引   | 1-51  |
| 52. 发射药理化分析的基本附录   | 1-52  |
| 53. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-53  |
| 54. 发射药理化分析的基本索引   | 1-54  |
| 55. 发射药理化分析的基本附录   | 1-55  |
| 56. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-56  |
| 57. 发射药理化分析的基本索引   | 1-57  |
| 58. 发射药理化分析的基本附录   | 1-58  |
| 59. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-59  |
| 60. 发射药理化分析的基本索引   | 1-60  |
| 61. 发射药理化分析的基本附录   | 1-61  |
| 62. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-62  |
| 63. 发射药理化分析的基本索引   | 1-63  |
| 64. 发射药理化分析的基本附录   | 1-64  |
| 65. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-65  |
| 66. 发射药理化分析的基本索引   | 1-66  |
| 67. 发射药理化分析的基本附录   | 1-67  |
| 68. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-68  |
| 69. 发射药理化分析的基本索引   | 1-69  |
| 70. 发射药理化分析的基本附录   | 1-70  |
| 71. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-71  |
| 72. 发射药理化分析的基本索引   | 1-72  |
| 73. 发射药理化分析的基本附录   | 1-73  |
| 74. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-74  |
| 75. 发射药理化分析的基本索引   | 1-75  |
| 76. 发射药理化分析的基本附录   | 1-76  |
| 77. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-77  |
| 78. 发射药理化分析的基本索引   | 1-78  |
| 79. 发射药理化分析的基本附录   | 1-79  |
| 80. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-80  |
| 81. 发射药理化分析的基本索引   | 1-81  |
| 82. 发射药理化分析的基本附录   | 1-82  |
| 83. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-83  |
| 84. 发射药理化分析的基本索引   | 1-84  |
| 85. 发射药理化分析的基本附录   | 1-85  |
| 86. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-86  |
| 87. 发射药理化分析的基本索引   | 1-87  |
| 88. 发射药理化分析的基本附录   | 1-88  |
| 89. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-89  |
| 90. 发射药理化分析的基本索引   | 1-90  |
| 91. 发射药理化分析的基本附录   | 1-91  |
| 92. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-92  |
| 93. 发射药理化分析的基本索引   | 1-93  |
| 94. 发射药理化分析的基本附录   | 1-94  |
| 95. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-95  |
| 96. 发射药理化分析的基本索引   | 1-96  |
| 97. 发射药理化分析的基本附录   | 1-97  |
| 98. 发射药理化分析的基本参考文献 | 1-98  |
| 99. 发射药理化分析的基本索引   | 1-99  |
| 100. 发射药理化分析的基本附录  | 1-100 |

## 目 录

## 第一章 实验室一般常识

## § 1-1 玻璃、瓷、铂及其它金属制品

- 属制品 ..... 1
- 一、仪器玻璃及其制品 ..... 1
- 二、化学瓷器 ..... 6
- 三、铂制品 ..... 7
- 四、镍、铁、银器皿 ..... 8

## § 1-2 实验室的辅助用具

- 一、夹持器械(附刷子) ..... 9
- 二、塞子及其使用 ..... 12
- 三、其它橡胶及塑料制品 ..... 15

## § 1-3 试剂药品和蒸馏水

- 一、化学试剂 ..... 15
- 二、蒸馏水及离子交换水 ..... 18
- (附) 蒸馏水的试验方法 ..... 25
- 三、标准样品 ..... 28

## § 1-4 试样准备

- 一、取样 ..... 29
- 二、粉碎 ..... 30
- 三、筛分 ..... 31
- 四、混匀 ..... 33
- 五、缩分 ..... 33

## 第二章 实验室基本操作(一)

## § 2-1 加热、冷却及恒温

- 一、加热 ..... 34
- 二、冷却 ..... 38
- 三、恒温 ..... 39

## § 2-2 干燥及水分含量测定

- 一、干燥 ..... 43
- 二、水分含量的测定 ..... 47

## § 2-3 灼烧及熔融

- 一、灼烧 ..... 56
- 二、熔融 ..... 58

## § 2-4 蒸发及结晶

- 一、蒸发 ..... 59
- 二、结晶 ..... 61
- 三、升华 ..... 63

## § 2-5 蒸馏

## 一、有关原理和基本概念 ..... 64

## 二、蒸馏用主要仪器 ..... 68

## 三、蒸馏方法及操作 ..... 69

## 第三章 实验室的基本操作(二)

## § 3-1 溶解和溶剂 ..... 76

- 一、基本概念 ..... 76
- 二、饱和溶液和溶解度 ..... 76
- 三、溶解的基本机理 ..... 78
- 四、溶解操作和注意事项 ..... 78
- 五、溶剂的选择 ..... 79
- 六、几种常用溶剂的性质、作用、精制和检查 ..... 80

## § 3-2 沉淀和洗涤 ..... 83

- 一、沉淀 ..... 83
- 二、洗涤 ..... 85

## § 3-3 过滤和离心 ..... 86

- 一、过滤 ..... 86
- 二、离心 ..... 91

## § 3-4 提取(萃取) ..... 92

- 一、有关的基本概念 ..... 92
- 二、提取剂 ..... 94
- 三、提取操作、仪器装置及注意事项 ..... 95

## § 3-5 吸收和吸附 ..... 96

- 一、吸收 ..... 96
- 二、吸附 ..... 98

## 第四章 分析天平和容量仪器

## § 4-1 分析天平 ..... 100

- 一、分析天平的称量原理 ..... 100
- 二、分析天平的结构和分级 ..... 101
- 三、天平的计量性能 ..... 104
- 四、天平的安装和检定 ..... 105
- 五、常见故障的排除 ..... 109

## § 4-2 砝码 ..... 111

- 一、砝码的组合形式 ..... 111
- 二、砝码的形状 ..... 111
- 三、砝码的材料 ..... 112
- 四、砝码的等级 ..... 112
- 五、砝码的校正 ..... 113

|                       |     |
|-----------------------|-----|
| § 4—3 天平的称量及其维护 ..... | 113 |
| 一、称量方法 .....          | 113 |
| 二、称量操作 .....          | 114 |
| 三、天平的使用规则 .....       | 115 |
| 四、砝码的使用和维护 .....      | 115 |
| § 4—4 容量仪器 .....      | 116 |
| 一、容量的标准 .....         | 116 |
| 二、容量仪器的校准 .....       | 116 |
| 三、容量仪器的使用和保管 .....    | 122 |
| 四、容量仪器的允许公差 .....     | 123 |
| § 4—5 滴定操作 .....      | 124 |
| 一、滴定管的准备 .....        | 124 |
| 二、滴定 .....            | 125 |
| 三、读数 .....            | 126 |
| 四、滴定管故障的排除 .....      | 127 |
| 五、真实容积的修正 .....       | 127 |

## 第五章 温度、空气湿度和压力的测量

|                          |     |
|--------------------------|-----|
| § 5—1 温度的测量 .....        | 128 |
| 一、温度测量的基本概念 .....        | 128 |
| 二、早期温标 .....             | 128 |
| 三、热力学温标 .....            | 129 |
| 四、气体温标 .....             | 130 |
| 五、国际温标 .....             | 131 |
| 六、温标传递和检定系统 .....        | 131 |
| 七、玻璃液体温度计 .....          | 132 |
| 八、热电偶温度计 .....           | 136 |
| § 5—2 压力、真空的测量及抽气泵 ..... | 139 |
| 一、压力的基本概念及其单位和换算 .....   | 139 |
| 二、压力表 .....              | 140 |
| 三、常用的抽气泵 .....           | 142 |
| § 5—3 大气压力计 .....        | 145 |
| 一、大气压力的概念及其单位 .....      | 145 |
| 二、气压仪器的类型 .....          | 146 |
| 三、水银气压计 .....            | 146 |
| 四、空盒气压计 .....            | 153 |
| § 5—4 空气湿度的测量 .....      | 154 |
| 一、空气湿度单位的表示方法 .....      | 155 |
| 二、测定空气湿度的方法和仪表 .....     | 156 |

## 第六章 某些物理常数的测定

|                   |     |
|-------------------|-----|
| § 6—1 粘度的测定 ..... | 159 |
| 一、粘度的一般概念 .....   | 159 |
| 二、测定液体粘度的方法 ..... | 161 |

|                     |     |
|---------------------|-----|
| § 6—2 密度和比重 .....   | 167 |
| 一、密度、比重的有关概念 .....  | 167 |
| 二、各种比重的换算 .....     | 169 |
| 三、液体比重(密度)的测定 ..... | 170 |
| 四、固体比重(密度)的测定 ..... | 174 |
| § 6—3 熔点和凝固点 .....  | 175 |
| 一、有关的基本概念 .....     | 175 |
| 二、熔点的测定 .....       | 177 |
| 三、凝固点的测定 .....      | 178 |
| § 6—4 沸点和馏程 .....   | 179 |
| 一、有关的基本概念 .....     | 179 |
| 二、沸点或馏程的测定 .....    | 180 |

## 第七章 仪器分析(一)

|                           |     |
|---------------------------|-----|
| § 7—1 比色分析与浊度分析法 .....    | 184 |
| 一、比色分析法基本原理 .....         | 184 |
| 二、比色分析方法 .....            | 189 |
| 三、影响比色测定的因素 .....         | 194 |
| 四、提高精确度的措施 .....          | 196 |
| 五、比色分析中的注意事项 .....        | 198 |
| 六、测定中所造成的误差 .....         | 198 |
| 七、浊度分析法 .....             | 199 |
| § 7—2 紫外分光光度法 .....       | 199 |
| 一、概述 .....                | 199 |
| 二、分子吸收光谱 .....            | 200 |
| 三、紫外吸收光谱和有机化合物结构的关系 ..... | 201 |
| 四、溶剂 .....                | 203 |
| 五、分光光度计 .....             | 204 |
| 六、分光光度法的应用 .....          | 205 |
| § 7—3 实验室用气体干涉仪 .....     | 207 |
| 一、概述 .....                | 207 |
| 二、干涉仪的构造、使用与维护 .....      | 210 |
| 三、气体分析 .....              | 215 |
| 四、液体分析 .....              | 218 |
| § 7—4 红外吸收光谱法 .....       | 219 |
| 一、基本原理 .....              | 219 |
| 二、红外光谱的特征频率区和指纹区 .....    | 222 |
| 三、红外分光光度计装置和主要部件 .....    | 225 |
| 四、红外吸收光谱的制样技术 .....       | 226 |
| 五、红外吸收光谱的应用 .....         | 227 |
| § 7—5 X-射线分析法 .....       | 227 |
| 一、概述 .....                | 227 |
| 二、基本原理 .....              | 227 |
| 三、X-射线物相分析在结构鉴定中的应用 ..... | 228 |
| 四、特点 .....                | 228 |

## 第八章 仪器分析 (二)

|                       |     |
|-----------------------|-----|
| § 8—1 pH计的 原理 及应用     | 229 |
| 一、概述                  | 229 |
| 二、电极电位 (电极电势) 与原电池    | 234 |
| 三、参比电极和指示电极           | 239 |
| 四、电池电动势与pH的关系及测定pH的方法 | 241 |
| 五、酸度计                 | 243 |
| § 8—2 电导分析 法          | 245 |
| 一、基本原理                | 245 |
| 二、电导的测定方法             | 246 |
| 三、电导在分析中的应用           | 247 |
| § 8—3 质谱分析            | 248 |
| 一、原理及装置               | 248 |
| 二、在火炸药分析中的应用          | 249 |
| § 8—4 差示热分析 (附热重量分析)  | 250 |
| 一、一般概念                | 250 |
| 二、差示热分析               | 251 |
| 三、热分解重量分析             | 257 |
| 四、差示热分析在火炸药方面的应用      | 258 |
| § 8—5 核磁共振分析          | 258 |
| 一、原理                  | 258 |
| 二、仪器简介及分类             | 260 |
| 三、应用                  | 261 |
| 四、核磁共振分析注意事项          | 263 |

## 第九章 仪器分析 (三)

|                  |     |
|------------------|-----|
| § 9—1 色谱法        | 264 |
| (一) 色谱法的原理和分类    | 264 |
| 一、按两相所处的状态分类     | 264 |
| 二、按固定相使用的形式分类    | 265 |
| 三、按分离过程的物理化学原理分类 | 265 |
| (二) 柱吸附色谱法       | 266 |
| 一、吸附剂            | 266 |
| 二、洗脱剂            | 267 |
| 三、色谱装置与操作技术      | 268 |
| (三) 纸色谱法         | 270 |
| 一、概述             | 270 |
| 二、纸色谱法的装置和一般操作技术 | 272 |
| (四) 薄层色谱法        | 275 |
| 一、方法原理及其特点       | 275 |
| 二、薄层色谱用的固定相      | 276 |
| 三、展开剂            | 276 |
| 四、仪器与操作技术        | 278 |
| 五、定性与定量分析        | 280 |
| § 9—2 气相色谱法      | 281 |

|               |     |
|---------------|-----|
| 一、气相色谱法的特点    | 281 |
| 二、气相色谱系统简介    | 281 |
| 三、基本概念及有关原理   | 296 |
| 四、固定相         | 304 |
| 五、气相色谱操作条件的选择 | 316 |
| 六、定量分析        | 323 |

## 第十章 分析计算

|                      |     |
|----------------------|-----|
| § 10—1 溶液的配制 与 计算    | 328 |
| 一、基本概念               | 328 |
| 二、溶液浓度的表示方法、配制计算和换算  | 331 |
| 三、溶液的稀释与增浓           | 335 |
| § 10—2 化学分析 计算       | 338 |
| 一、化学方程式平衡及有关基本概念     | 338 |
| 二、重量分析法的计算及应用        | 341 |
| 三、容量分析法的计算及应用        | 343 |
| 四、气体分析法的计算及应用        | 348 |
| § 10—3 误差基 本常识       | 351 |
| 一、基本概念               | 352 |
| 二、误差的表示方法和计算         | 353 |
| 三、误差产生的原因及消减误差的方法    | 354 |
| 四、误差正态分布曲线和误差定律      | 356 |
| 五、分析结果的表示方法          | 360 |
| 六、有效数字与计算法则          | 367 |
| § 10—4 实验数据的整理与表示 方法 | 368 |
| 一、可疑测定值的取舍           | 368 |
| 二、单个平均数的置信概率和置信界限    | 370 |
| 三、平均数之间差异的显著性        | 373 |
| 四、实验数据的列表表示法         | 374 |
| 五、实验数据的图形表示法         | 374 |
| 六、用最小二乘法求最佳直线方程      | 375 |
| 七、曲线的线性化及经验公式的推导     | 377 |
| 八、回归分析               | 385 |

## 第十一章 标准溶液

|                          |     |
|--------------------------|-----|
| § 11—1 基本要求和计算 公式        | 390 |
| 一、标准溶液的制备方法              | 390 |
| 二、基准试剂                   | 390 |
| 三、标准溶液的贮存、使用及标定中的注意事 项   | 393 |
| 四、各种标准溶液的最大相对误差和浓度的有 效数值 | 394 |
| 五、标准溶液的有效期               | 394 |
| 六、标准溶液浓度计算公式             | 395 |
| § 11—2 酸碱标准 溶液           | 397 |
| 一、酸碱滴定法                  | 397 |
| 二、酸碱指示剂                  | 397 |

|                           |     |
|---------------------------|-----|
| 三、酸碱滴定曲线与指示剂的选择 .....     | 401 |
| 四、酸标准溶液的配制和标定 .....       | 406 |
| 五、氢氧化钠标准溶液的配制和标定 .....    | 408 |
| 六、氢氧化钾乙醇标准溶液 .....        | 409 |
| § 11—3 氧化还原标准溶液 .....     | 410 |
| 一、氧化还原反应的原理 .....         | 410 |
| 二、各种氧化剂标准溶液 .....         | 415 |
| 三、各种还原剂标准溶液 .....         | 420 |
| 四、亚硝酸钠标准溶液 .....          | 423 |
| § 11—4 硝酸银和硫氰酸铵标准溶液 ..... | 424 |
| 一、溶度积 .....               | 425 |
| 二、滴定曲线 .....              | 426 |
| 三、终点的确定 .....             | 427 |
| 四、硝酸银标准溶液 .....           | 429 |
| 五、硫氰酸铵(或钾)标准溶液 .....      | 430 |
| § 11—5 EDTA标准溶液 .....     | 430 |
| 一、络合物的基本概念 .....          | 430 |
| 二、氨羧络合剂及其络合物的特性 .....     | 432 |
| 三、EDTA络合物的稳定常数 .....      | 435 |
| 四、络合滴定曲线 .....            | 436 |
| 五、酸度对络合滴定的影响 .....        | 437 |
| 六、干扰离子的消除 .....           | 440 |
| 七、络合滴定指示剂——金属指示剂 .....    | 441 |

|                          |     |
|--------------------------|-----|
| 八、乙二醇四乙酸二钠溶液的配制与标定 ..... | 446 |
|--------------------------|-----|

## 第十二章 实验室安全常识

|                            |     |
|----------------------------|-----|
| § 12—1 概述 .....            | 448 |
| § 12—2 玻璃仪器的安全使用 .....     | 448 |
| 一、玻棒、玻管的切割及玻璃仪器的安装 .....   | 448 |
| 二、加热及受压时的注意事项 .....        | 449 |
| § 12—3 易燃、易爆物质的使用常识 .....  | 449 |
| 一、有关燃烧、爆炸的基本概念 .....       | 449 |
| 二、主要易燃、易爆物质性质简介 .....      | 450 |
| 三、易燃、易爆物质的使用和保管 .....      | 451 |
| 四、防火及灭火常识 .....            | 452 |
| § 12—4 毒品及腐蚀性化学品使用常识 ..... | 453 |
| 一、中毒及化学烧伤 .....            | 453 |
| 二、使用有毒及腐蚀性试剂药品时的注意事项 ..... | 454 |
| 三、中毒及化学烧伤时的现场急救 .....      | 454 |
| § 12—5 安全用电常识 .....        | 455 |
| 一、电器设备使用常识 .....           | 456 |
| 二、触电时的急救 .....             | 456 |
| § 12—6 高压气体钢瓶使用常识 .....    | 456 |
| 一、高压气体钢瓶的构造和标志 .....       | 456 |
| 二、高压气体钢瓶使用注意事项 .....       | 457 |

# 第一章 实验室一般常识

## § 1-1 玻璃、瓷、铂及其它金属制品

### 一、仪器玻璃及其制品

玻璃是以石英砂[ $\text{SiO}_2$ ]为主要原料,加入其它成分和助熔剂,在高温熔化后形成的一种透明无定形固体。不同的附加成分,可以使玻璃的理化性能发生很大改变。因此可以根据各方面的需要,采用不同配方,制成各种用途的玻璃。根据它的性能和用途,玻璃可分为建筑玻璃、光学玻璃、实验室仪器玻璃、医用玻璃、生活器皿用玻璃……等等。

仪器玻璃主要用以制造化学实验室各种玻璃仪器。由于它具有较好的化学稳定性和一定的热稳定性,本身透明,可以观察内部的反应情况;比较容易清洗干净以及成型和加工方便等特点,而且原料充足,价格便宜,适合于化学实验室的需要。特别是硅酸盐工业的发展,使玻璃性能有很大改善,所以它的用途日益广泛。目前分析实验中常用的仪器绝大部分都是玻璃制成的,玻璃制品已成为分析实验必不可缺的最基本工具。

**1、对仪器玻璃的基本要求** 实验室所用的仪器是多种多样的,它们用途不一,因此对所用玻璃也有不同要求。根据化学实验的特点,对仪器玻璃的基本要求如下:

(1)具有较好的化学稳定性:化学稳定性是指玻璃对空气、水和各种化学物质作用的抵抗能力。这对于化学实验室用的仪器是一个很重要的指标,对用于作为化学反应容器及溶解、贮存试剂的仪器更为重要。

(2)具有一定的热稳定性(耐热性):热稳定性是指玻璃经受急剧的温度变化而不破裂的性能,这点对用于加热的玻璃仪器十分重要。

(3)具有较小的热膨胀系数:热膨胀系数与耐热性直接有关,热膨胀系数小,耐热性好。另外在焊接玻璃时,只有两种玻璃的热膨胀系数相近时,它们才能很好焊接在一起。

(4)透光性和色泽较好:对比色用仪器或试验中需要仔细观察颜色变化的,则更要求仪器本身应完全透明无色。

(5)外观要求无气泡、水线、砂粒、疙瘩等缺陷,特别是加热和比色用仪器更应注意。

**2、仪器玻璃的分类、主要性质及用途** 仪器玻璃按玻璃性质可分为软质玻璃、硬质玻璃、特硬质玻璃。另外,实验室中为了适应工作需要,还采用一部分性能更好的石英玻璃和高硅氧玻璃制品,现分别简介如下:

(1)软质玻璃:又称普通玻璃,这类玻璃具有一般的化学稳定性与热稳定性,线膨胀系数 $80\sim 100\times 10^{-7}$ ,热稳定性 $100\sim 130^\circ\text{C}$ ,软化点 $500\sim 550^\circ\text{C}$ 左右。它熔点较低,制作比较方便,价格也比较便宜,多用于制作不需要加热和对化学稳定性要求不高的厚壁玻璃仪器如漏斗、吸滤瓶、干燥器、钟罩及广口瓶等。

这种玻璃除含约70%的二氧化硅外,尚含有相当数量的氧化钠、氧化钾及氧化钙。其中含氧化钠多,含氧化钾很少的一般称为钠钙玻璃,含有一定数量氧化钾者称为钾玻璃。钾玻璃的耐温,耐腐蚀性能和硬度较钠钙玻璃好,在实验室中使用得较多。

(2)硬质玻璃:这种玻璃具有良好的化学稳定性与热稳定性,线膨胀系数 $40\sim 70\times 10^{-7}$ ,

热稳定性可达 $200^{\circ}\text{C}$ ，对水、酸和一般化学试剂的抗腐蚀能力显著提高，广泛用以制造实验室中各种需要加热耐温的仪器如烧杯、烧瓶等。

硬质玻璃中的氧化硅含量一般高于软质玻璃，并加入了一定数量的氧化硼，因此耐热性能显著改善，热膨胀系数减小，软化点提高，但价格比软玻璃贵。

(3)特硬质玻璃：这类玻璃具有高度的化学稳定性与热稳定性，主要成分是氧化硅（约80%）和氧化硼（大于10%），故又名硼硅玻璃，线膨胀系数小于 $40 \times 10^{-7}$ ，耐热性大于 $250^{\circ}\text{C}$ ，一般可达 $300^{\circ}\text{C}$ 左右。对酸和水的耐腐蚀性优良，机械强度也较好，但价格更贵一些。耐碱性不及前两类玻璃。这种玻璃国内已普遍生产，如上海的“九五”玻璃、G.G.-17耐高温玻璃及派来克斯型玻璃，广泛应用在对加热、耐温有较高要求的仪器上。

(4)石英玻璃：是用水晶或纯净的石英砂在高温下熔融而制得的玻璃，含二氧化硅可达99.8%以上。软化点 $1650^{\circ}\text{C}$ 以上。因此可以在高温下使用（经常使用温度 $1100 \sim 1200^{\circ}\text{C}$ ， $1400^{\circ}\text{C}$ 时可短期使用）。热膨胀系数极小，为普通玻璃的 $1/10 \sim 1/20$ ，因此热急冷性能优良。它对酸、水及一般化学试剂的抗浸蚀性能优良，但氢氟酸、磷酸对它有腐蚀性，强碱在常温下也有腐蚀作用。这种玻璃还具有较好的机械强度，能很好地透过紫外线，并且是优良的绝缘体。

这种玻璃价格很贵，制作和加工都比较困难，在电子工业，医药工业和化学工业都有一定用途。化学实验室内则主要用于一些特殊要求的仪器，及代替铂等贵金属制作需要在高温下灼烧、加热的仪器如坩埚、蒸发皿等。

(5)高硅氧玻璃：含氧化硅95%以上，性能与石英玻璃近似而较其稍差，价格也较石英玻璃稍便宜，用途同石英玻璃。

**3、主要玻璃仪器简介** 玻璃仪器根据其用途可分为一般普通通用玻璃仪器，专用玻璃仪器及容量刻度仪器，这里主要介绍通用仪器。专用仪器及容量刻度仪器将分别在有关章节中介绍。

(1)试管（见图1—1）：是一端熔封成圆底的玻璃管，主要用于对试样进行小型预备试验或定性试验。有大小不同的尺寸，可分卷口，不卷口，刻度，不刻度等数种。一般多为硬质玻璃制成，故可在火焰上直接加热。加热时应用试管夹夹住，管口不要朝向人体，以免液体沸腾时冲出烫伤。加热过程中要经常摇晃，使试液及时混合均匀。专用于离心沉淀的离心试管其下部为逐渐缩小的锥形。

(2)漏斗（见图1—2）：用于过滤和往小口容器中倾注液体。可分长颈、短颈两种，并有不同大小的直径，标准漏斗其锥形顶角应恰为 $60^{\circ}$ 。

(3)分液漏斗（见图1—3）：进行萃取操作和分离不互溶的两种液体用。形状有球形、梨形和筒形的几种，梨形和筒形又有刻度和不刻度的，其容积从10~2000毫升不等。

(4)称量瓶（见图1—4）：盛取少量物质进行称量时使用，其规格大小以直径和高表示，分低型和高型两种。为减轻其本身的重量，瓶壁很薄。

(5)试剂瓶（见图1—5）：盛放试剂或试样用。广口瓶用以盛放固体物质，细口瓶用以盛放液体物质。一般为磨口塞，但盛放浓碱等物质，应改用橡皮塞。如盛放易为光线作用的物质时应采用棕色或其它深色瓶。

(6)滴瓶（见图1—6）：用以滴取少量试液或指示剂用。

(7)量筒（见图1—7）：用以要求精度不高时量取液体的体积使用，其容积从5~

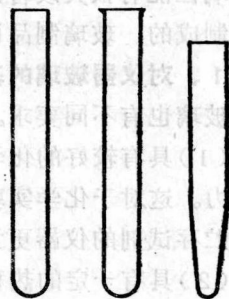


图1—1 试管

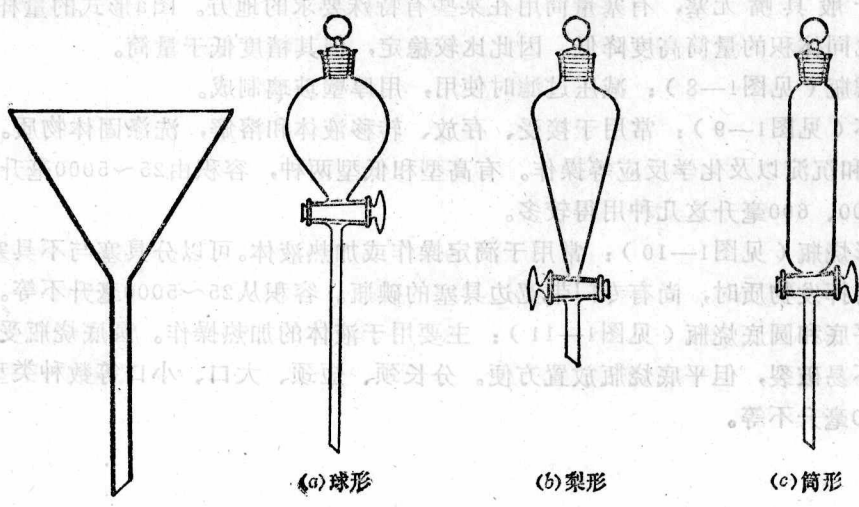


图1—2 漏斗

图1—3 分液漏斗

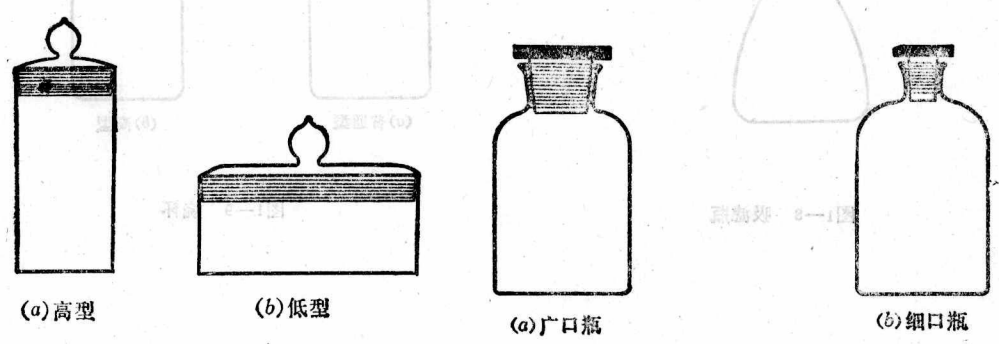


图1—4 称量瓶

图1—5 试剂瓶

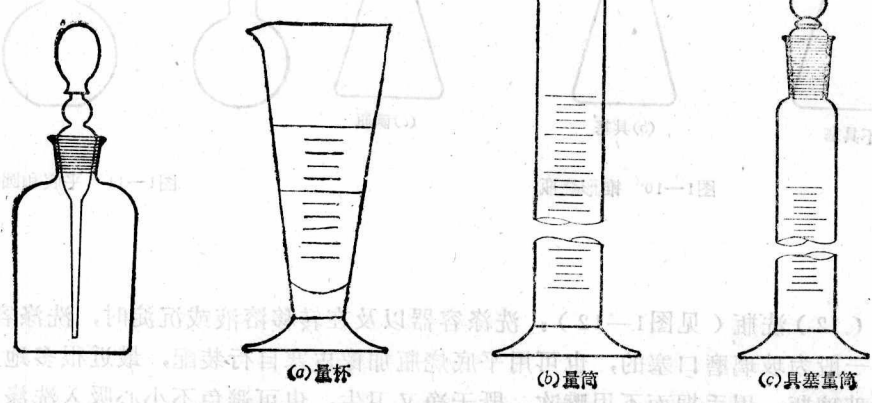


图1—6 滴瓶

图1—7 量筒

2000毫升。一般具嘴无塞，有塞量筒用在某些有特殊要求的地方。图a形式的量杯，由于上部较大，比同体积的量筒高度降低，因此比较稳定，但其精度低于量筒。

(8) 吸滤瓶 (见图1—8)：减压过滤时使用，用厚壁玻璃制成。

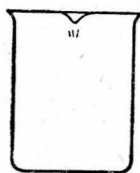
(9) 烧杯 (见图1—9)：常用于接受、存放、转移液体和溶解，洗涤固体物质。也可用于加热蒸发和沉淀以及化学反应等操作。有高型和低型两种，容积由25~5000毫升，以100、250、400、500、600毫升这几种用得较多。

(10) 锥形烧瓶 (见图1—10)：常用于滴定操作或加热液体。可以分具塞与不具塞两种，当测定碘等易挥发物质时，尚有专门带宽边具塞的碘瓶。容积从25~5000毫升不等。

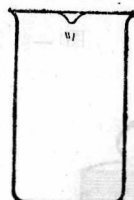
(11) 平底和圆底烧瓶 (见图1—11)：主要用于液体的加热操作。圆底烧瓶受热面积大，加热时不易破裂，但平底烧瓶放置方便。分长颈、短颈、大口、小口等数种类型，其容积从50~2500毫升不等。



图1—8 吸滤瓶



(a) 普通型



(b) 高型

图1—9 烧杯



(a) 不具塞



(b) 具塞



(c) 碘瓶

图1—10 锥形烧瓶

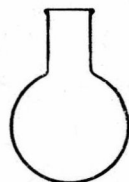


图1—11 平底和圆底烧瓶

(12) 洗瓶 (见图1—12)：洗涤容器以及在转移溶液或沉淀时，洗涤容器和沉淀用。市售一般为玻璃磨口塞的，也可用平底烧瓶加橡皮塞自行装配，最近很多地方改用软塑料瓶代替玻璃瓶，用手捏而不用嘴吹，既干净又卫生，也可避免不小心吸入洗涤液中的有害蒸气。

(13) 保干器(见图1—13): 通称干燥器, 内装硅胶或氯化钙、硫酸等干燥剂, 主要用以冷却和保存经过灼烧或烘干的仪器、试样或某些基准试剂, 以免它们从空气中再吸收水分。也可用以缓慢地脱去试剂中含有的少量水分或长期贮存需要保持干燥的某些试剂。直径从100~300毫米。一般为无色, 棕色的用以存放易受光线作用的物质。真空干燥器一般用以干燥在加热时容易分解的一些有机物质。



图1—12 洗瓶

图1—13 保干器

**4、玻璃器皿的洗涤** 在分析试验工作中, 所用仪器清洁与否, 对试验结果有很大关系。不洁净的仪器不但将带来较大的分析误差, 甚至带来完全相反的结果, 因此仪器的洗涤是一项相当重要的工作, 必须认真对待。

洗涤仪器可以用水流或蒸汽冲洗, 也可用专用毛刷刷洗。但用一些化学试剂或专门配制的洗涤液清洗, 常能收到更好的效果。

(1) 肥皂、合成洗涤剂、苏打、磷酸三钠等水溶液: 这些物质能产生大量泡沫, 所以可除去器皿上的油污和有机物, 一般以热溶液的效果较好, 并可结合用毛刷刷洗。但应注意它们不得与污染物生成不溶性化合物。

(2) 有机溶剂, 器皿上沾附的油脂和有机物质, 可以采用相应的溶剂如乙醇, 甲苯、乙醚、丙酮、汽油等洗涤。但有机溶剂使用后应蒸馏回收。

(3) 铬酸洗液: 配制一升洗液时, 称取约50克重铬酸钾, 加水约100毫升加热至完全溶解, 冷却后, 缓慢地注入约900毫升浓硫酸, 边加边搅动。也可用浓硫酸直接溶解, 但溶解的速度较慢。配成的溶液为深褐色, 容易吸收空气中的水分, 因此应储于磨口严密的瓶中备用。

这是实验室最常用的一种洗涤液, 有很强的氧化能力, 洗涤效果较好, 但容易被一些易氧化的有机物质还原, 而失去作用, 这时溶液变成绿色。当洗涤液被水稀释而使三氧化铬成红色晶体大量析出时, 已基本失去作用。因此使用这种洗液时, 应先将器皿内的有机物质冲洗干净, 并将水尽量倒出。

(4) 高锰酸钾溶液: 高锰酸钾的酸溶液是一种很强的氧化剂。将约4%的高锰酸钾溶液倒入器皿中, 再加少量浓硫酸, 这时溶液发热, 洗涤效果和铬酸洗液一样。

高锰酸钾碱溶液(4克高锰酸钾溶于100毫升10%氢氧化钠溶液中)虽然所起作用较慢,但也是一种很好的洗涤剂,主要用于洗涤油腻及有机物。洗后遗留在器皿上的二氧化锰沉淀可用盐酸、草酸、硫酸亚铁溶液等除掉。

(5)其它:大多数不溶于水的无机物都可以用少量盐酸洗去,灼烧过沉淀的瓷坩埚可用1:1的热盐酸洗涤,再用铬酸洗液洗。有时某些沉淀(如三氧化二铁)已与瓷釉熔合不能除去,但这些坩埚在重新恒量后仍可使用。

铝器中的沉垢,可用5~10%硝酸除去,酸宜分次加入,每次都应在前次加酸后不再产生气体时加入。用去污粉擦搪瓷器皿也可收到较好的效果。

用洗涤液(特别是铬酸洗液)或化学药品洗涤时,应先将器皿内原有物质倾倒干净,用自来水冲洗后,将水倒净,用少量洗液(或用过的废洗液)荡洗残余的水分(荡洗过的洗液装在单独的瓶中,以备下次洗器皿用),然后再用洗液或药品浸泡被洗的仪器。这样操作虽稍麻烦,但可避免洗液的稀释和污染,可以保证洗涤效力,并延长洗液的寿命。浸泡一段时间后,尽可能倾出洗液,用自来水将仪器冲洗干净。最后用蒸馏水荡洗2~3次后存放或干燥备用。

经过清洗后的仪器应该光洁明亮,水能从器壁上均匀流下,不应该挂水珠,也不得在壁上某处出现完全不沾水的“干”的现象。

强酸强碱配制的洗涤液失效后,应在专门的瓶中分开保存,不得直接倾入下水道。

**5、使用玻璃仪器时的注意事项** 玻璃制品虽有很多优点,但它具有易碎、受热不均时破裂以及不耐碱等缺点,因此使用时应注意以下几点:

(1)取放玻璃仪器时,必须轻拿轻放。有配件及支管的仪器一定要拿住主体。

(2)只能用烧杯、烧瓶等专门的加热仪器,在电炉或酒精灯上直接加热,不允许加热非硬质的厚壁仪器。

(3)用热源直接加热仪器时,仪器外面的水珠应擦干,在仪器与热源间最好垫上石棉铁丝网等,使受热均匀。

(4)在高温下加热的玻璃仪器不要立即与冷的容易传热的金属等接触,以防破裂或损伤。

(5)玻璃器皿不能与氢氟酸接触,也不能用作熔融碱等使用。

(6)贮存碱液的玻璃瓶,不能用玻璃磨口塞,应用胶皮塞,以防因碱液的腐蚀粘结而使瓶塞不易打开。

(7)经常用浓碱液加热的烧瓶(如单基药比色内挥用锥形瓶、二苯胺含量测定用烧瓶等)容易受腐蚀,应时常检查瓶底腐蚀情况,如发现瓶底过薄应停止使用。

(8)具有磨口部分的仪器暂不使用,需要存放较长期时,应在磨口处夹上纸条,以免以后打不开。

## 二、化学瓷器

瓷器是用磨得很细的瓷土,长石和石英为原料,经高温焙烧后,得到的均匀致密的制品。它的主要成分是铝硅酸盐。可分硬质瓷和软质瓷两种。

软质瓷焙烧时,利用助熔剂熔化,焙烧温度较低,因此其机械强度较差,对温度的剧变较敏感。一般多用于制造美术品及食具等。

硬质瓷含有较多的瓷土，焙烧温度高，完全依靠高温下各种组分熔化后烧结在一起，所以机械性能及热稳定性等都较好。较高级的生活用瓷器和一般工业瓷器（如化学瓷、电器瓷等）都属于硬质瓷。

和玻璃器皿相比，化学瓷器比较坚固。在高温下（ $1200^{\circ}\text{C}$ ）更为稳定，热膨胀系数更小，抵抗化学试剂的作用较强，特别是耐碱的能力比玻璃大得多，所以在化学实验室中应用得也比较广。

**化学瓷器的性能及基本要求** 根据化学实验室的性质，所用化学瓷器应满足下列要求：

- （1）质地致密，气孔率与吸水率都接近于零。
- （2）有较好的化学稳定性，能抵抗酸碱等化学物质的侵蚀。
- （3）能耐骤冷急热的温度变化而不致破裂。
- （4）经多次灼烧冷却后，重量变化极微。
- （5）具有足够的机械强度和冲击强度。
- （6）瓷釉光亮坚硬，在 $1000\sim 1100^{\circ}\text{C}$ 的高温下，无熔融现象。

为了达到上述要求，一般化学瓷器烧制时，瓷土用量较高（70%以上），长石用量比较少（20%以下），石英在一般情况下很少应用，焙烧温度也较高（ $1400\sim 1550^{\circ}\text{C}$ ），使烧成的化学瓷具有比较优良的性能。另外化学瓷器还常常在表面涂一层瓷釉以增强抗腐蚀能力和气密性。但是瓷釉的熔点比瓷器要低，所以涂釉的瓷器最高使用温度比同类不涂釉的瓷器要低些。对于高温灼烧，加热的仪器其底部的外表面往往不涂釉。

实验室中常用的化学瓷仪器有瓷杯、毕氏漏斗、坩埚、蒸发皿、瓷舟等。它们的类型和用途分别见有关章节。

### 三、铂制品

铂俗称白金，是一种贵金属，它的化学性质很稳定，能耐高温，虽然价值昂贵而稀少，但在化学实验室和工业生产上仍有它一定的用途。主要用于高温下和强腐蚀性物质接触时不宜使用玻璃或瓷器的操作。

**1、铂的主要性能** 铂是一种银白色的金属，坚韧而富有延展性，比银稍软，薄的铂片容易加工成一定形状，也容易因受压而变形。纯铂的熔点 $1773.5^{\circ}\text{C}$ ，在临近熔点时也几乎不软化。沸点约 $4300^{\circ}\text{C}$ ，能很好传热，耐热性能极好。热膨胀系数与玻璃接近，所以能与玻璃很好焊接。

铂具有很好的化学稳定性。在高温时也不受空气中的氧化。一般的普通酸与氢氟酸都不与金属铂起作用。但市售的铂制品中含有少量的铱，因此煮沸的浓硫酸对它稍有侵蚀。铂能溶解于王水中生成氯铂酸，也能溶于碱性氧化物的溶液里。在常温下，硫、氢、氧等非金属元素与它不起作用，但 $2500^{\circ}\text{C}$ 时氯能与它生成二氯化铂，高温时氟能与它生成四氟化铂及少量二氟化铂。在化学反应中新生出来的氯和其它卤素也能与铂作用而将其侵蚀。熔融的碳酸钾，碳酸钠不与铂作用，但锂盐能浸蚀铂。在高温灼烧时，苛性钠、氧化物、磷或磷酸盐、过氧化钠、氢氧化钡、砷以及碱性硫化物均对铂都有侵蚀作用。

**2、铂制品的品种与用途** 因为铂柔软易变形，所以一般市售铂制品往往在其中加入少量的铑或铱。加铑能增加铂的耐久性，但加入量不能太大，一般为3~5%，否则容易使制

品产生裂缝。

在实验室常用的铂制品有：

(1) 铂蒸发皿：形状和一般磁蒸发皿近似，在精密分析中用以加热某些腐蚀性强物质。

(2) 铂坩埚：在精密分析中，灼烧某些强腐蚀性物质。

(3) 带铂尖的钳子：在夹取灼热的铂坩埚用，以防在灼热时铂与其它金属成为合金。

(4) 铂勺：在精密分析中，舀取高纯度的试剂。

(5) 铂三角：用作加热铂制品时的支架，也可用套着石英管或磁管的铁三角代替。

(6) 铂丝及铂电极。

**3、铂制品的清洁、使用及维护** 铂制品价值昂贵，属于贵重仪器，使用时要非常小心，避免无意损坏。主要注意事项如下：

(1) 各种铂器皿在使用前必须很洁净，外形正确，内外表面光亮平滑。

(2) 铂制品中有时含有微量的铁，因此新购回的铂制仪器（铂坩埚、铂蒸发皿）应先灼烧，然后用盐酸处理除去。

(3) 在使用铂制器皿时，不要与前面列举能侵蚀铂的物质接触。

(4) 用火焰灼烧铂制品时，不要使铂器与火焰中心的还原焰接触，更不能将铂器放在冒黑烟的火焰中加热。因为游离碳素在灼热时能与铂生成脆性的碳化铂，使铂受到损害。

(5) 高温灼烧时，不可与其它金属接触，以免生成低熔点的合金，并降低铂的质量。

(6) 不要在铂制器皿内熔融或灼烧银、汞、铝、锡、铜、硫和磷的化合物，因为它们容易与铂生成合金。

(7) 铂制品使用后，应立即清洗洁净，以免有害物质不及时除去而继续损害铂的质量。

(8) 通常先用沸水或1:1稀盐酸清洗，如不能洗净，可在其中熔融硫酸钾、硼砂或碳酸钠5~10分钟，倒出熔融物后用水洗或用细砂轻擦，就可光洁。清洗外表面时也可用此法。

(9) 铂器皿表面的棕色氧化铁薄层，可置于浓盐酸中加热，并加少量金属锡或1~2毫升二氯化锡溶液即可除去。

(10) 铂制品有污渍时，以氯化铵置于污渍处，灼烧至红热，即可除去。

(11) 清洗或取出熔融物，不可用刀刮或砂纸磨或用其它硬物敲打，可用熔化或溶剂处理等方法。除去粘在器壁上的细小颗粒时，可用带橡皮头的玻璃棒。

(12) 铂器使用6~10次后，应用细海砂小心擦去表面灰黑色的杂质使其光亮，但注意不要擦伤完好的部分。

(13) 清洗后，干燥洁净的铂器皿应放在专门的木盒或硬纸盒内小心保存，不要受压或撞击变形。

(14) 变形的铂器皿应及时矫正，应选用形状和尺寸相应的木制模型小心轻轻敲打，以恢复原来形状。

#### 四、镍、铁、银器皿

**1、镍器皿** 镍对于碱性物质的抗蚀能力极强，实验室内大多使用镍坩埚或镍蒸发皿进行

过氧化钠或苛性碱的熔融。但镍在空气中灼烧时易被氧化,所以镍坩埚不能用于需要恒量的沉淀灼烧。镍的熔点为 $1450^{\circ}\text{C}$ 左右,故灼烧温度最好不超过 $900^{\circ}\text{C}$ 。同时要注意强酸对镍的侵蚀作用很强,不要用酸来清洗镍器。

**2、铁坩埚** 主要代替镍坩埚用以熔融氢氧化钠或氢氧化钾。它很易损坏,但价格较便宜,因此也常使用。

**3、银器皿** 银对熔融的碱有良好的抵抗力,实验室中也常用银制器皿熔融过氧化钠或苛性碱,以及蒸发苛性碱、氢氧化钡溶液等。但它在 $960^{\circ}\text{C}$ 即熔化,因此不可把银器皿直接用喷灯加热或在高温下灼烧。银加热时,表面氧化生成氧化银,故也不宜灼烧须称重的沉淀。银在某些酸类中不稳定,因此不要和硝酸等接触。

**4、不锈钢器皿** 不锈钢具有较好的耐腐蚀能力,特别是能耐很多强酸性物质,因此不锈钢制品在实验室内也逐步得到应用,常用的有不锈钢坩埚、镊子、钳子及热量钢瓶等。但不锈钢较普通钢材稍软,碰撞冲击时容易变形,使用时要注意。

## § 1—2 实验室的辅助用具

实验室的辅助用具是指为各种实验仪器服务的用具和一些零星用品,如各种夹持器械、刷子及塞子等等,现将常用的一些辅助用具简介如下。

### 一、夹持器械(附刷子)

用以装配或固定试验仪器以及夹取小型仪器的工具,主要的有:

**1、铁方座和铁三足座**(见图1—14) 在其上固定装配仪器用的各种夹子。其铸铁底座比较沉重,以保持稳定。使用铁方座时,被夹持的重物应和底座在支柱的同一侧,以免翻倒。三足座可以在不太平整的台面上使用,而方座则可以在底座上放置器皿。

**2、滴定管座**(见图1—14(c)) 固定滴定管夹用。为便于观察滴定时颜色变化情况,底板上铺有白瓷板或乳白玻璃板。

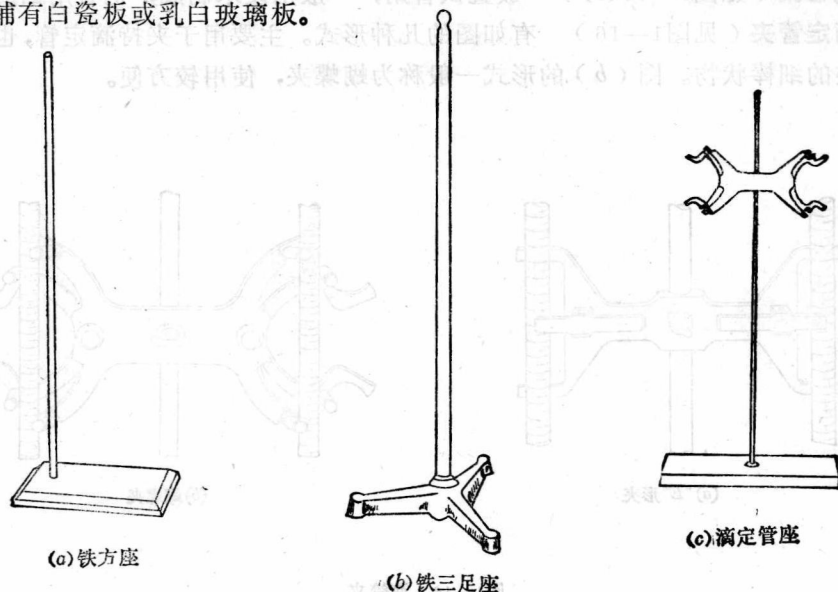


图1—14 铁方座、铁三足座、滴定管座