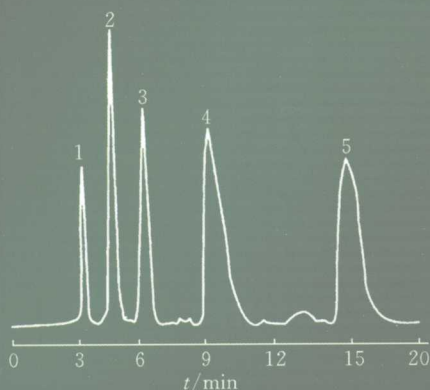




普通高等院校化学精品教材
中国地质大学“十一五”教材建设规划资助项目

分析化学实验

李季 邱海鸥 赵中一



华中科技大学出版社
<http://www.hustp.com>

普通高等院校化学精品教材
中国地质大学“十一五”教材建设规划资助项目

分析化学实验

李 季 邱海鸥 赵中一

华中科技大学出版社
中国·武汉

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/李季 邱海鸥 赵中一. —武汉:华中科技大学出版社,2008年9月
ISBN 978-7-5609-4672-6

I.分… II.①李… ②邱… ③赵… III.分析化学-化学实验-高等学校-
教学参考资料 IV.O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 094224 号

分析化学实验

李季 邱海鸥 赵中一

策划编辑:周芬娜

责任编辑:胡芬

责任校对:李琴

封面设计:潘群

责任监印:周治超

出版发行:华中科技大学出版社(中国·武汉)

武昌喻家山 邮编:430074 电话:(027)87557437

录排:武汉佳年华科技有限公司

印刷:华中科技大学印刷厂

开本:710mm×1000mm 1/16

印张:9.25

字数:166 000

版次:2008年9月第1版

印次:2008年9月第1次印刷

定价:16.50元

ISBN 978-7-5609-4672-6/O·453

(本书若有印装质量问题,请向出版社发行部调换)

前 言

分析化学是人们用以解剖和认识自然的重要手段,是一门实践性很强的学科。分析化学课不仅传授有关知识,还是一门培养学生运用化学观点来分析和处理问题能力的课程。通过分析化学实验课程的学习,可以使学生加深对理论知识的理解,熟练掌握分析的基本操作技能,提高学生的实验动手能力、观察能力、思维能力和解决实际问题的能力。

为使学生适应 21 世纪高等教育“知识面宽、信息量大”的客观要求,我们在多年分析化学实验课程教学基础上,结合近年来教学研究工作的成果,对实验内容进行了较大的改进,强调少而精地做好基础实验,同时增加了设计和研究性的实验内容以及复杂物质剖析示例。本书的主要内容有以下四个方面。

(1) 基础化学分析实验。化学分析是分析化学的基础,经典分析实验有利于学生确立严格的量的概念,培养实事求是的科学态度和认真、细致的工作作风,对培养学生优良的化学素质十分有益。

(2) 设计和研究性实验。在掌握基本操作和实验技能的基础上,培养学生独立解决问题的能力,这对学生观察能力和思维能力的提高会有一定的帮助。

(3) 计算机在分析实验中的应用。培养学生应用计算机解决实际问题的能力。

(4) 复杂物质剖析示例。从岩矿、环境、医药和食品几个方面展示已知或未知样品的分析方法,开阔学生分析思路。

本书是在原有的中国地质大学校内教材《分析化学实验》(邱海鸥、赵中一,2002年)基础上修编而成的,得到了中国地质大学“十一五”教材建设规划资助。在编写过程中,得到了材料科学与化学工程学院教师的热情鼓励和支持,肖细炼、王霞辉等研究生对实验中某些实验的试剂用量和分析方法的改进做了一些工作,在此一并表示感谢!

编 者

2008 年 6 月

化学精品课程教材
“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材

内 容 提 要

本书共五章,包括分析化学实验基础知识、基础实验、设计和研究性实验、计算机在分析化学实验中的应用、样品分析示例剖析等内容。基础实验从基本操作入手,涵盖了酸碱滴定、络合滴定、氧化还原滴定、沉淀滴定、重量法、光度法和分离方法等实验,许多分析内容与生活、环境相结合。设计与研究性实验旨在提高学生的实验综合能力。计算机在分析实验中的应用旨在培养学生应用计算机解决实际问题的能力。样品分析示例剖析对岩石矿物、药物、食品试样及环境样品进行剖析,为读者提供了剖析思路、剖析程序和剖析方法,读者可从中获得启发与借鉴。

本书可作为高等学校化学、化学工程与工艺、应用化学、环境工程和材料化学等相关专业的实验教材。

目 录

分析化学实验的目的和基本要求	(1)
第一章 分析化学实验基础知识	(3)
第一节 纯水的制备及检验	(3)
一、纯水的规格	(3)
二、纯水的制备	(3)
三、纯水的检验	(4)
第二节 玻璃器皿的洗涤	(4)
第三节 化学试剂规格	(4)
第四节 常用坩埚和研钵	(5)
一、坩埚	(5)
二、研钵	(8)
第五节 常用干燥剂	(10)
一、无机干燥剂	(10)
二、分子筛干燥剂	(10)
第六节 滤纸及滤器	(11)
一、滤纸	(11)
二、滤器	(11)
第七节 分析样品的采集、制备及分解	(11)
一、分析样品的采集和制备	(11)
二、分析样品的分解	(14)
第八节 实验数据的记录、处理和实验报告	(17)
一、实验数据的记录	(17)
二、分析数据的处理	(18)
三、实验报告	(18)
第二章 基础实验	(19)
实验一 分析天平的称量练习	(19)
实验二 滴定分析的基本操作练习	(22)
实验三 容量器皿的校准	(25)
实验四 酸碱滴定法测定混合碱中各组分的含量	(28)

实验五	酸碱滴定法测定硫酸铵中氮的含量	(29)
实验六	凯氏定氮法测定奶粉中的蛋白质	(30)
实验七	片剂中乙酰水杨酸含量的测定	(33)
实验八	HCl 和 HAc 混合液的电位滴定	(34)
实验九	食用醋酸度的测定	(36)
实验十	EDTA 标准溶液的配制和标定	(37)
实验十一	天然水的硬度的测定	(39)
实验十二	铝合金中铝含量的测定	(41)
实验十三	铅、铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 含量的连续测定	(42)
实验十四	重铬酸钾法测定铁矿石中全铁的含量	(44)
实验十五	重铬酸钾法测定土壤中腐殖质的含量	(45)
实验十六	水中化学需氧量(COD)的测定	(47)
实验十七	碘量法测定水中的溶解氧	(49)
实验十八	植物油中碘价的测定	(52)
实验十九	直接碘量法测定药片中维生素 C 的含量	(54)
实验二十	间接碘量法测定铜盐中铜的含量	(55)
实验二十一	沉淀滴定法测定可溶性氯化物中氯的含量	(57)
实验二十二	电位滴定法测定卤离子混合液中的氯、溴、碘	(59)
实验二十三	沉淀重量法测定氯化钡中钡的含量	(61)
实验二十四	水样中六价铬的测定	(62)
实验二十五	邻菲罗啉分光光度法测定铁	(64)
实验二十六	铬天青 S 分光光度法测定微量铝	(66)
实验二十七	罐头食品中锡含量的测定	(69)
实验二十八	血中葡萄糖的酶测定法	(71)
实验二十九	食品中防腐剂的紫外光谱测定	(73)
实验三十	紫外分光光度法测定水中总酚的含量	(76)
实验三十一	血清中总蛋白质的测定	(77)
实验三十二	分光光度法测定钢中低含量钼	(78)
实验三十三	荧光分光光度法测定果蔬中的核黄素	(80)
实验三十四	荧光光度法测定水中铝的含量	(82)
实验三十五	纸色谱分离氨基酸	(83)
实验三十六	离子交换树脂总交换容量的测定	(85)
第三章	设计和研究性实验	(90)
实验一	合金定性分析实验	(90)

实验二 未知岩矿样品的定性分析	(90)
实验三 鸡蛋壳中碳酸钙含量的测定	(91)
实验四 碳酸钠和碳酸氢钠混合碱的测定	(91)
实验五 混合液中酸碱组分的测定(滴定法与电位滴定法)	(92)
实验六 荧光光度法测定药片中奎宁的含量	(92)
实验七 过氧化氢含量的测定	(92)
实验八 洗衣粉活性组分与碱度的测定	(93)
实验九 铝合金的综合分析	(93)
第四章 计算机在分析化学实验中的应用	(95)
实验一 直线拟合与一元回归分析	(95)
实验二 牛顿迭代法对多元弱酸溶液 pH 值的精确计算	(97)
实验三 实验数据的评价	(99)
第五章 样品分析示例剖析	(101)
第一节 岩矿分析	(101)
一、岩矿分析的基本程序	(102)
二、岩石矿物分析示例——铜矿石分析	(102)
第二节 药物剖析	(104)
一、样品的前处理	(105)
二、药物成分的分离与纯化	(107)
三、药物成分的定性鉴别	(108)
四、竹节人参中氨基酸和皂苷特征组分的分析鉴别	(109)
第三节 环境样品中有机污染物的剖析	(111)
一、环境样品的前处理	(111)
二、环境样品的色谱分离及鉴定	(112)
三、饮用水中挥发性有机污染物的剖析	(113)
第四节 食品剖析	(114)
一、食品的前处理	(114)
二、食用化学品分析	(116)
三、玉米中黄曲霉毒素 B ₁ 的测定	(125)
四、蔬菜中残留菊酯类农药的剖析	(126)
附录	(128)
附录 A 相对原子质量表	(128)
附录 B 常用化合物的相对分子质量表	(129)
附录 C 定量和定性分析滤纸的规格	(130)

附录 D	国产离子交换树脂的规格性能	(131)
附录 E	常用缓冲溶液的配制	(132)
附录 F	常用酸碱试剂的密度、含量和近似浓度	(133)
附录 G	常用指示剂	(133)
附录 H	相关系数表	(136)
参考文献		(137)

分析化学实验的目的和基本要求

分析化学是一门实践性很强的学科,分析化学课程是理工院校应用化学、环境、生物化学、材料、化工等相关专业开设的重要基础课程之一。分析化学实验是分析化学课程的重要组成部分,其实验教学课时数超过理论教学课时数。通过实验课的教学,学生可以从实践的角度对分析化学的基本理论、基础知识及其应用加深认识和理解,树立“量”和“准确度”的概念,正确掌握分析化学的基本操作技能和最常用的分析方法,了解分析化学测定的一般程序,正确处理分析数据;通过设计性实验、综合性实验培养分析问题和解决实际问题的能力、严谨的科学态度、实事求是的工作作风及良好的实验室工作习惯,为后续课程的学习、将来的实际工作和继续深造打下基础。

为了达到上述目的,要求学生做到以下几点。

(1) 实验前认真预习,结合理论学习教材,领会实验原理,了解实验步骤和注意事项,做到心中有数。实验前先写好实验报告的部分内容,列好记录实验数据的表格,充分利用本书附录,查好有关数据,以便实验时及时、准确地记录实验现象和进行数据处理。

(2) 实验时要严格按照规范操作进行,仔细观察实验现象,并及时记录。要善于思考,学会运用所学理论知识解释实验现象,研究实验中的问题。在整个实验过程中要保持实验台和实验室的整洁。

(3) 要认真写好实验报告,以清楚、简练、整齐为原则。实验报告中的有些内容,如原理、表格、计算公式等,要求在预习实验时准备好,其他内容则可在实验过程中及实验完成后记录、计算和撰写,一般要求当场交实验报告。

实验指导教师在学生实验过程中起着主导作用。为此,要求教师做到以下几点。

(1) 上好实验课。如实验前讲述整个实验安排、注意事项和评分标准等。另外,可在进行方案设计、综合实验之前集中讲授设计方案的原则和示例等。

(2) 认真做好指导实验的准备工作。如指出学生前次实验和实验报告中存在的问题,以及做好本次实验的关键,检查学生预习实验的情况,传授实验基本知识,演示实验操作,通知下次实验内容等。

(3) 指导实验时,应坚守工作岗位,及时发现和指出学生的操作错误与不良习惯。

(4) 仔细批改学生的实验报告,及时归纳学生实验和实验报告中存在的问题,以便下次实验前总结。

学生实验成绩评定,应包括以下几项内容:① 预习情况及实验态度;② 实验报告的撰写是否认真和符合要求,实验结果的精密度、准确度和有效数字的表达等是否正确。特别需要强调的是实事求是、严谨创新的精神与动手能力的培养,严禁弄虚作假,伪造数据。

第一章 分析化学实验基础知识

第一节 纯水的制备及检验

一、纯水的规格

在分析化学实验中,应根据所做实验对水质的要求,合理地选用不同规格的纯水。分析化学实验用水的级别及主要技术指标见表 1-1。在实际工作中,有些实验对水还有特殊的要求,有时还要对 Fe^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Cl^- 及细菌等进行检验。

表 1-1 实验室用水的级别及主要技术指标(摘自 GB6682—1992)

指标名称	一 级	二 级	三 级
pH 值范围(25 °C)	—	—	5.0~7.5
电导率(25 °C)/($\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$)	≤ 0.01	≤ 0.10	≤ 0.50
可氧化物质(以氧计)/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	—	< 0.08	< 0.4
蒸发残渣(105 °C \pm 2 °C)/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	—	≤ 1.0	≤ 2.0
吸光度(254 nm, 1 cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	—
可溶性硅(以 SiO_2 计)/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	< 0.01	< 0.02	—

注:在一级、二级纯水中,难于测定真实的 pH 值,因此对其 pH 值范围不作规定;在一级纯水中,难于测定其可氧化物质和蒸发残渣,故也不作规定。

二、纯水的制备

1. 蒸馏法

目前使用的蒸馏器的材料有玻璃、铜、石英等。蒸馏法只能除去水中非挥发性的杂质,溶解在水中的气体杂质并不能完全除去。蒸馏法的设备成本低,但消耗能量大。

2. 离子交换法

用离子交换法制备的纯水称为去离子水。目前多采用阴、阳离子交换树脂的混合床装置来制备。此方法的优点是制备的水量大,成本低,除去离子的能力强;缺点是设备及操作较复杂,不能除去非电解质(如有机物)杂质,而且尚有微量树脂溶在水中。

3. 电渗析法

电渗析法是在离子交换技术的基础上发展起来的一种方法。它是在外电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而使溶液中的溶质和溶剂分离,从而达到净化水的目的。此方法除去杂质的效率较低,适用于要求不是很高的分析工作。

三、纯水的检验

纯水的检验有物理方法(如测定水的电导率或电阻率)和化学方法两类。检验的项目一般包括电导率或电阻率、pH 值、硅酸盐、氯化物及某些金属离子(如 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Ca^{2+} 和 Mg^{2+})等。

第二节 玻璃器皿的洗涤

分析化学实验中所使用的器皿应洁净,其内外壁应能被水均匀地润湿,且不挂水珠。

实验中常用的烧杯、锥形瓶、广口瓶等一般的玻璃器皿,可用毛刷蘸去污粉或合成洗涤剂刷洗,再用自来水冲洗干净,然后用蒸馏水或去离子水润洗 2~3 次。

滴定管、移液管、吸量管、容量瓶等具有精确刻度的仪器,可采用合成洗涤剂洗涤。其洗涤方法是,将配成的浓度为 0.1%~0.5% 的洗涤液倒入容器中,摇动几分钟,弃去,用自来水冲洗干净,再用蒸馏水或去离子水润洗 3 次。

光度分析用的比色皿由光学玻璃制成,不能用毛刷刷洗,应根据不同情况采用不同的洗涤方法。常用的洗涤方法是:将比色皿浸泡于热的洗涤液中一段时间,然后冲洗干净即可。被有色物质玷污的容量瓶等用此法洗涤往往是很有效的。此外,分析化学实验室常用洗涤剂还有稀 HCl 溶液、NaOH-KMnO₄ 溶液、乙醇及其与 HCl 或 NaOH 的混合液等。

第三节 化学试剂规格

化学试剂的等级见表 1-2。

表 1-2 化学试剂的等级

级 别	一 级 品	二 级 品	三 级 品	四 级 品
中文标志	保证试剂	分析试剂	化学纯	生物试剂
	优级纯	分析纯	纯	
符 号	GR	AR	CP	BR、CR
标签颜色	绿	红	蓝	黄色等

化学试剂中,指示剂纯度往往不太明确,除少数标明“分析纯”、“试剂四级”外,经常遇到只写明“化学试剂”、“企业标准”或“生物染色剂”等。常用的有机试剂、掩蔽剂等也经常遇到级别不明的情况,上述试剂一般只可作为“化学纯”试剂使用,必要时需进行提纯。例如,三乙醇胺中铁含量较大,而三乙醇胺又常用来掩蔽铁,因此使用该试剂时必须注意。

生物化学中使用的特殊试剂,纯度表示和化学中的一般试剂表示也不同。例如,蛋白质类试剂经常以含量表示,或以某种方法(如电泳法等)测定的杂质含量来表示;酶是以每单位时间能酶解多少物质来表示其纯度,即其纯度是以活力来表示的。

此外,还有一些特殊用途的高纯试剂。例如,“色谱纯”试剂是在最高灵敏度下以 10^{-10} g 下无杂质峰来表示的;“光谱纯”试剂是以光谱分析时出现的干扰谱线的数目、强度大小来衡量的,该试剂往往含有各种氧化物,它不能用作化学分析的基准试剂,这点须特别注意;“放射化学纯”试剂是以放射性测定时出现干扰的核辐射强度来衡量的;“MOS”级试剂是“金属-氧化物-半导体”试剂的简称,是电子工业专用的化学试剂。

在一般分析工作中,通常要求使用分析纯试剂。分析工作者必须对化学试剂标准有明确的认识,做到科学地存放和合理地使用化学试剂,既不超规格造成浪费,又不随意降低规格而影响分析结果的准确度。

第四节 常用坩埚和研钵

一、坩埚

瓷坩埚最为常用,能耐 $1\ 200\ ^\circ\text{C}$ 的高温,可用于重量分析中沉淀的灼烧和称量。湿坩埚或放有湿样品的坩埚,灼烧前应先将其慢慢烘干,逐渐升温,急火容易使其爆裂。

1. 铂坩埚

使用铂坩埚时应注意以下几点。

(1) 铂是一种贵金属,熔点为 $1\ 774\ ^\circ\text{C}$,耐高温, $1\ 200\ ^\circ\text{C}$ 时质软,使用时应十分小心,应防止变形和损伤。在任何情况下,铂器皿不得用手揉捏,也不得用玻璃棒捣刮。

(2) 铂器皿的加热和灼烧均应在垫有石棉板或陶瓷板的电炉(或电热板)上进行,或在煤气灯的氧化焰上进行,不能与电炉丝、铁板接触,也不能与煤气灯的还原焰(含未燃烧完全的还原性气体)接触,因为铁在高温下能与铂形成合金,还原性气体能与铂形成脆性的碳化铂,从而损坏铂器皿。滤纸可以在铂器皿中灼烧,但必须注意在低温和空气充足的情况下,让碳燃烧完后,才能提高温度。热的铂器皿只许用铂坩埚

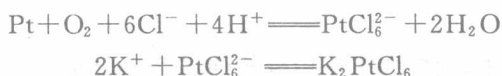
钳(钳的尖端包有一层铂)夹取。

(3) 大多数金属在较高温度时能与铂形成合金,故不能在铂器皿内灼烧或熔融金属。重金属和某些非金属的化合物在高温时易还原为相应的金属和非金属元素,与铂形成合金或化合物而损坏铂器皿。

(4) 铂与常用的酸不发生化学反应,只有在高温下才会受到浓磷酸的腐蚀。实验证明,在铂坩埚中加入浓盐酸、40%的氢氟酸、浓硫酸和85%的磷酸加热至冒烟时,其损失量分别为30~80 μg 、8~11 μg 、7~10 μg 、8~9 μg 。铂易溶于王水(或含有氯化物的硝酸)、氯水和溴水中。含卤素和能析出卤素的物质、盐酸和氧化剂(如 KClO_3 、 NO_3^- 、 NO_2^- 、 KMnO_4 、 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 、 MnO_2 等)的混合物对铂器皿有侵蚀作用。

(5) 碱金属和钡的氧化物、氢氧化物、氰化物、硝酸盐和亚硝酸盐等,在高温熔融时会侵蚀铂器皿。在铂器皿中,熔融 K_2CO_3 、 Na_2CO_3 是安全的,但不能用 Li_2CO_3 。

碱的水溶液在铂器皿中蒸发时,对铂的侵蚀作用很小;但在空气中,用含 KCl 的 HCl 溶液时,对铂有显著的侵蚀作用,这可能是由下列反应引起的。



K_2PtCl_6 的溶解度较小,故促使反应进行。

NaCl-HCl 溶液对铂器皿的侵蚀作用较小, $\text{FeCl}_3\text{-HCl}$ 溶液对铂器皿有显著的侵蚀作用。

在红热的条件下氢可渗入铂内,在坩埚内发生还原反应。因此,最好使用电炉。铂在空气中燃烧时,有少量以微挥发性氧化物 PtO_2 的形式损失,在高于1200℃时长时间加热则更为明显。

(6) 组分不明的试样不得使用铂器皿加热或熔融。

(7) 铂器皿应经常保持清洁和光亮。使用过的铂器皿通常用6 mol·L⁻¹ HCl 溶液煮沸清洗,如清洗不干净,可用 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ 、 Na_2CO_3 或硼砂熔融。如仍有污点,则可用纱布包100目以上的细沙,加水润湿后,轻轻擦拭,使铂器皿表面恢复正常的光泽。

(8) 铂坩埚变形时,可在木板上一边滚动一边用牛角匙轻压坩埚内壁,使其恢复原状。

2. 镍坩埚

使用镍坩埚时应注意以下几点。

(1) 镍的熔点为1450℃,对碱性物质抗腐蚀能力很强,故常用做熔融样品的容器,如熔融铁合金、矿渣、黏土、耐火材料等。

(2) 镍坩埚熔样温度一般不超过700℃,因高温时镍易被氧化,镍坩埚不能用于灼烧沉淀。

(3) 新镍坩埚应先在马弗炉中灼烧成蓝紫色或灰黑色,除去表面的油污,并使表面生成氧化膜,然后用0.57 mol·L⁻¹ HCl 溶液煮沸片刻,用水冲洗干净。

(4) 镍坩埚适用于 NaOH 、 Na_2O_2 、 Na_2CO_3 、 NaHCO_3 以及含有 KNO_3 的碱性熔剂熔融样品,不适用于 $\text{KHSO}_4(\text{Na})$ 、 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7(\text{Na})$ 等酸性熔剂以及含硫的碱性硫化物熔融样品。

(5) 熔融状态的 Al 、 Zn 、 Pb 、 Sn 、 Hg 等金属盐都能使镍坩埚变脆,硼砂也不能在其中灼烧或熔融。

(6) 镍坩埚中常含微量铬,使用时应注意。

3. 铁坩埚

使用铁坩埚时应注意以下几点。

(1) 铁的熔点为 $1535\text{ }^\circ\text{C}$,价廉。

(2) 铁坩埚使用前,应按下述方法进行钝化处理:先用稀 HCl 溶液洗涤,后用细砂纸将坩埚擦净,用热水洗涤;然后将它置于稀 $\text{H}_2\text{SO}_4(0.5\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1})$ 和稀 $\text{HNO}_3(0.2\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1})$ 的混合液中浸泡数分钟,用水洗净,烘干后在 $300\sim 400\text{ }^\circ\text{C}$ 的马弗炉中灼烧 10 min 。

(3) 铁坩埚的使用规则和镍坩埚的基本相同。由于它价廉易得,当铁的存在不影响分析工作时,采用铁坩埚较为合适。

(4) 清洗铁坩埚时,一般用冷的稀 HCl 溶液即可。

4. 银坩埚

使用银坩埚时应注意以下几点。

(1) 银的熔点为 $960\text{ }^\circ\text{C}$,加热温度不超过 $700\text{ }^\circ\text{C}$ 。

(2) 新的银坩埚和镍坩埚的处理方法相同,在 $300\sim 400\text{ }^\circ\text{C}$ 马弗炉中灼烧后,用热稀 HCl 溶液洗涤。银能被 HNO_3 和浓 H_2SO_4 溶解,故不能用 HNO_3 和较浓的 H_2SO_4 洗涤。

(3) 银坩埚适用于 NaOH 熔剂熔融样品,不适用于 Na_2CO_3 熔剂(生成 Ag_2CO_3 沉淀)熔融样品。

(4) 硫和银可生成硫化银沉淀,故测定硫和灼烧含硫物质时,不能使用银坩埚。

(5) 刚取下的红热坩埚不能用水冷却,以免产生裂纹。

5. 瓷坩埚

使用瓷坩埚时应注意以下几点。

(1) 瓷坩埚可耐热 $1300\text{ }^\circ\text{C}$ 。瓷的组成为 NaKO 、 Al_2O_3 、 SiO_2 ,其物质的量比为 $1:8.7:22$ 。瓷坩埚的内外壁均涂上一层釉,一般组成为 $\text{SiO}_2\ 73\%$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3\ 9\%$ 、 $\text{CaO}\ 11\%$ 和碱(Na_2O 等) 6% 。瓷坩埚的抗蚀性比玻璃器皿高。

(2) 一般 NaOH 、 Na_2O_2 、 Na_2CO_3 等碱性物质不能在瓷坩埚中烧熔,因为它易被侵蚀,且易使样品带入大量硅。生产中用 Na_2O_2 熔融时,常在 $550\text{ }^\circ\text{C}$ 下用半熔法分解试样,以减少对坩埚的腐蚀。由于瓷坩埚是硅酸盐,易被碱、氢氟酸和热磷酸溶液

腐蚀,故操作时这点必须注意。

(3) 瓷坩埚适用于 $K_2S_2O_7$ 等酸性物质熔融样品。

(4) 瓷坩埚一般可用稀 HCl 溶液煮沸清洗。

6. 石英坩埚

使用石英坩埚时应注意以下几点。

(1) 石英坩埚可在 $1700\text{ }^\circ\text{C}$ 以下灼烧,但温度太高时,石英会变成不透明状态,因此熔融温度一般以不超过 $800\text{ }^\circ\text{C}$ 为宜。石英玻璃约含 99.8% SiO_2 ,主要杂质为 Na、Al、Fe、Mg、Ti 和 Sb。

(2) 石英坩埚不能和氢氟酸、热磷酸接触;高温时,极易与强碱和碱金属的碳酸盐作用。

(3) 石英质脆,易破,使用时要小心。

(4) 石英坩埚适用于 $K_2S_2O_7$ 、 $KHSO_4$ 熔融样品和用 $Na_2S_2O_3$ ($212\text{ }^\circ\text{C}$ 焙干) 熔剂处理样品。

(5) 清洗时,除氢氟酸外,普通稀无机酸均可用作清洗液。

7. 刚玉坩埚

使用刚玉坩埚时应注意以下几点。

(1) 刚玉坩埚由多孔性熔融氧化铝制成,质坚而耐熔,耐高温(熔点为 $2045\text{ }^\circ\text{C}$),硬度大。

(2) 刚玉坩埚适用于无水碳酸钠等一些弱碱性熔剂熔融样品,不适用于 Na_2O_2 、NaOH 和酸性熔剂($K_2S_2O_7$ 等)熔融样品。

8. 聚四氟乙烯坩埚

使用聚四氟乙烯坩埚时应注意以下几点。

(1) 聚四氟乙烯坩埚可耐接近 $400\text{ }^\circ\text{C}$,但一般控制在 $200\text{ }^\circ\text{C}$ 左右使用,最高不超过 $280\text{ }^\circ\text{C}$,否则它将分解产生对人体有害的气体——氟光气、含氟异丁烯。

(2) 聚四氟乙烯坩埚能耐酸、碱,不受氢氟酸侵蚀,主要用于氢氟酸熔样,如 HF-HClO₄ 等。用 HF-H₂SO₄ 熔样时,不能出现冒烟现象,否则会损坏坩埚。

(3) 熔样时不会带入金属杂质是其最大的优点。

(4) 表面光滑耐磨,不易损坏,机械强度较好。

(5) 它的热传导系数小,因此,用它蒸发液体时,消耗时间较长。

二、研钵

研钵主要用于粉碎少量固体试样,材质有玻璃、瓷和玛瑙等三种。玻璃和瓷制研钵最常用。玛瑙研钵硬度很大,且不易与被研磨物品发生化学反应,可用于破碎高硬度试样及对分析结果有较高要求的试样。研钵在使用时不可用力敲击,不可加热。