

浅谈称量瓶恒重方法的改进

吴 坚 张 敬

陕西延长石油延安能源化工有限责任公司 陕西延安 727500

摘 要: 本文通过在国标恒重方法基础上对烘箱干燥后进行降温处理, 避免了由于高温环境到低温环境转移过程中称量瓶和滤纸吸湿而导致不能达到恒重的关键因素, 实现了恒重成功率的提升, 对需要恒重的分析方法均有一定的借鉴意义。

关键词: 重量法; 恒重方法; 称量瓶; 恒重成功率

引言:

重量法作为一种经典的分析方法, 广泛应用于化工分析、药物分析^[1]、环境分析、火电厂水质分析^[2]等领域。但器皿的恒重成功与否直接影响着分析结果的准确性。恒重是指两次称量所得质量之差不得超过一定的允许误差, 虽然不同领域对其使用的干燥器皿(称量瓶、砂芯漏斗、坩埚或蒸发皿)、干燥时长及允许误差均有所差异, 但其在操作过程中却有很大的联系, 尤其是干燥过程均较为接近。化工分析在进行重量法测定油品中机械杂质^[3]或工业循环冷却水中悬浮固体的测定^[4]、工业循环冷却水和锅炉用水中固体物质的测定时, 称量瓶的恒重是分析过程中的决定性步骤, 称量瓶是否达到恒重标准, 对分析结果起到至关重要的作用, 以下就以重量法测定机械杂质恒重为例, 简单讨论恒重方法的改进。

1 实验部分

1.1 实验仪器

电热鼓风恒温干燥箱(烘箱) 型号WS-M103 误差 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ (长沙远光瑞祥科技有限公司)

分析天平 型号SQP 分度值0.1mg(赛多利斯科学仪器(北京)有限公司)

扁形称量瓶(带盖) 70mm \times 35mm

定性滤纸 中速 ϕ 110mm

玻璃干燥器 白色 300mm

烧杯 白色 250mL 500mL

玻璃棒

1.2 试验试剂

无水乙醇 化学纯

医用凡士林 分析纯

变色硅胶

绸布手套或棉布手套

镊子 10mm

方形滤纸 中速 300mm \times 300mm

脱脂棉

2 实验步骤

2.1 准备工作

工具准备: 将干净的烧杯、镊子用无水乙醇润洗, 并将镊子用滤纸擦干, 置于方形滤纸上, 备用。

脱脂棉球: 将脱脂棉团成小球, 置于250mL烧杯中, 用无水乙醇润湿, 备用。

花形滤纸: 将40张 ϕ 110mm的定性滤纸折叠成花形, 置于500mL烧杯中, 备用。

变色硅胶: 将适量变色硅胶置于放盘中在 105°C 烘箱烘至蓝色, 备用。

干燥器准备: 用蒸馏水清洗干燥器2-3遍, 再用超纯水清洗2-3遍, 最后用无水乙醇润洗, 并用镊子夹着脱脂棉球擦拭, 室温下置于通风橱中挥发20min左右, 然后在干燥器盖子边沿涂抹凡士林, 轻轻盖上并进行逆时针和顺时针各旋转一周, 然后将烘干冷却的硅胶放置干燥器内, 过20min观察颜色, 如果硅胶不变粉红即可。

烘箱准备: 打开烘箱, 设置烘箱温度 105°C 。

2.2 操作步骤

2.2.1 称量瓶的清洁

扁形称量瓶依次用蒸馏水、超纯水、无水乙醇分别清洗2-3次, 然后用镊子将称量瓶转移至通风橱中, 置于方形滤纸之上, 挥发称量瓶表面的乙醇液膜约20min。

2.2.2 国标方法恒重

按照GB/T511-2010石油和石油产品及添加剂机械杂质测定法6.3款, 将20个叠好的花形滤纸放置20个称量瓶中, 戴手套将称量瓶转移至 105°C 的烘箱中, 称量瓶盖倾斜放置, 干燥45min, 戴手套将称量瓶迅速转移至干燥器中, 并盖严称量瓶盖子和干燥器盖, 在干燥器中冷却30min, 然后进行称量, 称量精确至0.1mg, 记录一次干燥质量 m_0 。重复在烘箱中干燥30min, 干燥器中冷却30min, 然后称量, 记录二次干燥质量 m_1 , 计算两次干燥后质量差 Δm (见表1)。

表1 国标方法恒重

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
m0/g	70.5425	71.2298	70.5677	70.2601	71.0318	71.5225	70.8913	71.5618	70.4893	70.6814
m1/g	70.5431	71.2302	70.5685	70.2603	71.0321	71.5231	70.8916	71.5623	70.4895	70.6817
Δ m/g	0.0006	0.0004	0.0008	0.0002	0.0003	0.0006	0.0003	0.0005	0.0002	0.0003
序号	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
m0/g	71.4975	71.6197	71.301	71.0576	71.2239	70.9421	70.6481	70.5993	71.4885	71.2862
m1/g	71.4981	71.6201	71.3015	71.0573	71.2246	70.9423	70.6489	70.5996	71.4889	71.2864
Δ m/g	0.0006	0.0004	0.0005	0.0003	0.0007	0.0002	0.0008	0.0003	0.0004	0.0002

根据两次干燥后质量差不超过0.4mg^[3]视为恒重成功。由此表1可知,其中质量差不超过0.4mg的个数为12。

2.2.3 改进干燥温度方法恒重

2.2.3.1 将20个叠好的花形滤纸放置20个称量瓶中,戴手套将称量瓶转移至120℃的烘箱中,称量瓶盖倾斜放置,干燥45min,戴手套将称量瓶迅速转移至干燥器中,并盖严称量瓶盖子和干燥器盖,在干燥器中冷却30min,然后进行称量,称量精确至0.1mg,记录一次干燥质量m0。重复在烘箱中干燥30min,干燥器中冷却30min,然后称量,记录二次干燥质量m1,计算两次干燥后质量差 Δ m,其中质量差不超过0.4mg的个数为13。

2.2.3.2 将2.2.1中干燥温度改为150℃,其它条件和操作均相同,计算两次干燥后质量差 Δ m,其中质量差不超过0.4mg的个数为10。

2.2.4 改进干燥时长方法恒重

2.2.4.1 将20个叠好的花形滤纸放置20个称量瓶中,戴手套将称量瓶转移至105℃的烘箱中,称量瓶盖倾斜放置,干燥60min,戴手套将称量瓶迅速转移至干燥器中,并盖严称量瓶盖子和干燥器盖,在干燥器中冷却30min,然后进行称量,称量精确至0.1mg,记录一次干燥质量m0。重复在烘箱中干燥30min,干燥器中冷却30min,然后称量,记录二次干燥质量m1,计算两次干燥后质量差 Δ m,其中质量差不超过0.4mg的个数为12。

2.2.4.2 将2.2.4.1中烘箱干燥时间延长为90min,其它条件和操作均相同,计算两次干燥后质量差 Δ m,其中质量差不超过0.4mg的个数为11。

2.2.5 改进干燥后降温方法恒重

将20个叠好的花形滤纸放置称量瓶中,戴手套将称量瓶转移至105℃烘箱中,瓶盖倾斜放置,干燥45min后,将烘箱温度设置为30℃,待降至该温度后,烘箱盖门打开45度左右,手臂伸入烘箱,戴手套迅速盖严称量瓶盖子,然后将称量瓶转移至玻璃干燥器中冷却20min后称量,精确至0.1mg,记录一次干燥质量m0。重复在烘箱中干燥30min,将烘箱温度设置为30℃,待降至该温度后,盖门打开45度左右,手臂伸入烘箱,戴手套迅速盖严称量瓶盖,再转移至干燥器中冷却20min,称量,

精确至0.1mg,记录二次干燥质量m1,计算两次干燥后质量差 Δ m,其中质量差不超过0.4mg的个数为17。

2.2.6 恒重方法比较

根据两次干燥后质量差,并计算恒重成功率(见表2)。

表2 恒重方法比较

	恒重总 数目/个	Δ m \leq 0.4mg 的数目/个	成功率 /%
国标方法恒重	20	12	60%
改进干燥温度方法恒重(120℃)	20	13	65%
改进干燥温度方法恒重(150℃)	20	10	50%
改进干燥时长方法恒重(60min)	20	12	60%
改进干燥时长方法恒重(90min)	20	11	55%
改进干燥后降温方法恒重	20	17	85%

3 结束语

通过对称量瓶恒重过程中的干燥温度、干燥时长及干燥后降温方法的改进,可得出,干燥温度及干燥时长均不是导致恒重成功率低的主要因素,而干燥后降温方式则是恒重成功与否的关键步骤,最终通过改进对称量瓶烘干后不直接从烘箱取出而是直接降温的步骤,大大地降低了由105℃转移至室温干燥器过程中滤纸和称量瓶吸湿程度,使得恒重成功率由60%提升至85%,对于大批量分析工作来说,不仅很大程度地缩短了恒重时间,节省了人力,同时也节省了部分物力和能耗,对类似重量法均起到一定的借鉴作用。

参考文献:

- [1]国家药典委员会.中华人民共和国药典[S].一部.北京:中国医药科技出版社,2015: X VI
- [2]中华人民共和国国家发展和改革委员会.DL/T 938-2005 火电厂排水水质分析方法[S].北京:中国电力出版社,2005.
- [3]中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局.GB/T 511-2010 石油和石油产品及添加剂机械杂质测定法[S].北京:中国标准出版社,2010.
- [4]中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局.GB/T 23838-2009 工业循环冷却水中悬浮固体的测定[S].北京:中国标准出版社,2010.