



面向 21 世纪 课 程 教 材

Textbook Series for 21st Century

DINGLIANGFENXI

定量分析 实验

SHIYAN

赵士铎 主编



中国农业大学出版社

ZHONGGUONONGYEDAXUE CHUBANSHE

面向 21 世纪课程教材
Textbook Series for 21st Century

定量分析实验

赵士铎 主编

中国农业大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

定量分析实验/赵士铎主编. —北京:中国农业大学出版社,2008.2

ISBN 978-7-81117-427-4

I. 定… II. 赵… III. 定量分析-化学实验-高等学校-教材 IV. 0655-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 200061 号

书 名 定量分析实验

作 者 赵士铎 主编

策划编辑 孙 勇

责任编辑 孟 梅

封面设计 郑 川

责任校对 王晓凤 陈 莹

出版发行 中国农业大学出版社

社 址 北京市海淀区圆明园西路 2 号

邮 政 编 码 100094

电 话 发行部 010-62731190,2620

读者服务部 010-62732336

编辑部 010-62732617,2618

出 版 部 010-62733440

网 址 <http://www.cau.edu.cn/caup>

e-mail cbsszs@cau.edu.cn

经 销 新华书店

印 刷 北京时代华都印刷有限公司

版 次 2008 年 2 月第 1 版 2008 年 2 月第 1 次印刷

规 格 787×980 16 开本 6.25 印张 108 千字

印 数 1~5 000

定 价 10.00 元

图书如有质量问题本社发行部负责调换

主 编 赵士铎

副主编 杨桂梧 赵 慈 张 莉 蒋 疆

编 者 (按姓氏笔画排序)

石 军 孙 英 吴琼洁 张佩丽

邹连春 饶震红 潘正良

前 言

分析化学是一门实验性极强的科学,学习者除需要掌握分析化学的基本原理外,必须熟练掌握分析化学的基本操作,并着力训练和培养观察、思考推理、判断、表达及灵活应变的能力。

《定量分析实验》是在编写赵士铎主编的“面向 21 世纪课程教材”《定量分析简明教程》第 2 版时,为方便教学,从其第 1 版中分离出来的。它既与课堂教学相互配合、联系,又自成体系、相对独立。

全书包括定量分析基本实验基本知识、定量分析实验、“分析化学 2000”计算机应用软件使用说明和附录 4 部分,提供了 25 个基本实验和 4 个自行设计实验,旨在培养学生的操作能力、观察能力,巩固基础课知识;强化学生学习能力和科学思维能力,不断探究与创新。

限于编者水平,书中不当之处,恳请同行专家、老师和使用本书的同学指正。

编者

2008. 1

目 录

一、定量分析实验基本知识	(1)
(一)定量分析实验概述	(1)
(二)分析天平	(4)
(三)滴定分析中的量器	(11)
二、定量分析实验	(22)
实验一 分析天平使用练习	(22)
实验二 滴定分析基本操作练习	(24)
实验三 酸碱溶液的标定	(26)
实验四 食醋总酸量的测定	(28)
实验五 氨水中 NH_3 含量的测定	(29)
实验六 纯碱的测定	(29)
实验七 硫酸铵肥料中含氮量的测定(甲醛法)	(31)
实验八 蛋壳中碳酸钙含量的测定	(32)
实验九 氯化物中氯的测定	(32)
实验十 水的总硬度测定	(34)
实验十一 重铬酸钾法测铁	(36)
实验十二 化学耗氧量(COD)测定(重铬酸钾法)	(37)
实验十三 高锰酸钾法测定 H_2O_2 含量	(41)
实验十四 胆矾中铜的测定	(42)
实验十五 碘量法测葡萄糖含量	(44)
实验十六 含碘食盐中含碘量的测定	(45)
实验十七 分光光度法测铁	(46)
实验十八 磷钼蓝分光光度法测磷	(51)
实验十九 水浊度的测定	(52)
实验二十 铜、铁、钴、镍的纸上层析分离法	(54)
实验二十一 紫外分光光度法测定饮料中的防腐剂	(56)
实验二十二 紫外分光光度法测定维生素 C	(60)
实验二十三 pH 的电势测定和电势滴定	(62)

实验二十四 离子选择电极测定氟和氯	(65)
实验二十五 原子吸收分光光度法测定头发中的锌	(67)
自行设计实验	(70)
三、“分析化学 2000”计算机应用软件使用说明	(71)
(一)背景和目的	(71)
(二)分析化学中的数值计算方法	(72)
(三)软件说明	(73)
(四)其他	(75)
附录	(76)
I. 相对原子质量	(76)
II. 常见化合物摩尔质量	(77)
III. 常用的酸碱溶液的相对密度和浓度	(79)
IV. 常用弱酸及弱碱的离解常数表	(80)
V. 难溶化合物的溶度积常数表	(83)
VI. 一些配合物的形成常数表	(85)
VII. 氨羧配位剂类配合物的形成常数表	(86)
VIII. 标准电极电势表	(88)
IX. 部分氧化还原电对的条件电极电势表	(90)
参考文献	(92)

一、定量分析实验基本知识

(一)定量分析实验概述

分析化学是一门实验性很强的学科。定量分析实验课与定量分析理论教学紧密结合,可巩固、扩大并加深对定量分析基本理论的了解,掌握定量分析的基本实验方法、基本操作技能,为后继课程和将来从事与化学有关的科研工作打下良好的基础。

实验前,学生应认真进行预习,了解实验的基本原理、各个操作步骤的作用、测定结果的计算和实验中误差的来源等,并事先画好报告格式。

实验时要注意手脑并用,注意观察,认真思考,学会运用所学理论解释实验现象,研究实验中的一些问题;要合理安排时间,提高工作效率;要特别注意基本操作技术与安全操作;要认真记录数据。

不细心,不遵循操作规程,除了做不好实验外,还可能发生诸如割伤、烧伤、烫伤、中毒、失火、触电、爆炸等事故,而这些又是完全可以避免的。

实验后,要及时计算结果,完成报告,并查阅必要的参考材料,对所学内容加以巩固和提高。

1. 实验室注意事项

(1)实验室严禁饮食、吸烟,一切化学药品禁止入口。实验完毕,必须洗手;水、用电后,应立即关闭;离开实验室时,应仔细检查水、电、门、窗是否均已关好。

(2)使用电器设备时,应特别细心,切不可用湿手去开启电闸和电器开关。绝对不能使用漏电的设备。

(3)实验台面要保持干净,台面及实验柜内的仪器要排放整齐。实验完毕,应及时洗净所有仪器。不应收藏不干净的仪器,因为污物干涸后,洗涤就比较困难。实验后要清洁台面与实验室。仪器如有破损,应及时办理有关手续,并补充齐全。

(4)保持水槽干净,切勿往水槽中乱扔杂物。火柴头、废纸片、碎玻璃等要投入废物箱,废酸和废碱小心倒入废液缸内。

(5)实验时选用的玻璃容器,如烧杯、三角瓶、量筒等,大小要合适,要以量选

器。玻璃棒的大小也必须与所有的容器相适应。决不允许使用断口未经烧熔至光滑的玻璃棒或玻璃管。

(6)要爱护试剂。所有配好的试剂都要贴上标签,注明名称、浓度及配制日期。瓶签要书写工整,放正贴好,不得签上叠签,不得一瓶前后有不同的两张标签。使用时要注意保护瓶签,从液体试剂瓶取用试剂时,应将试剂从瓶签后方倒出,以免试剂残滴流下污损标签。

(7)定量分析所有的容器都应编号。烧杯、锥形瓶可在毛玻璃处用铅笔加上标志。如无可标志的毛玻璃,可整齐地贴上小标签,或用记号笔书写。称量瓶可在瓶的磨口以铅笔标志。坩埚可用钢笔蘸取混有三氯化铁或酒石酸钾铁少许的蓝墨水整齐标志,经灼烧可得到焦黄色的字迹。

(8)实验室要保持安静,不得嬉戏喧嚷。未经教师许可,不得擅自离开实验室。

2. 分析化学的实验器皿

分析化学使用的仪器很多,如称量仪器、各种玻璃量器等,这里简要介绍各种实验器皿。

分析化学所用的实验器皿系用玻璃或化学瓷、石英、塑料以及金属等材料制成。

玻璃器皿由化学玻璃制成,主要成分是含有少量碱金属的硼硅酸盐。它对酸、碱及其他试剂有一定的耐蚀性能,并具有一定的耐热性,一般可加热至 $100\sim 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

石英器皿具有很高的耐酸与耐热性能。透明石英玻璃器皿可耐 $1\ 030\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的高温,且骤冷骤热不易破裂。常用的石英器皿有坩埚、蒸发皿、烧杯、蒸馏器、过滤坩埚等。

瓷器皿由化学瓷制成。化学瓷比化学玻璃有更好的耐蚀性能,也有良好的耐热性。最常用的化学瓷器皿有坩埚、蒸发器、布氏漏斗等。

塑料器皿由聚乙烯、聚氯乙烯、聚四氟乙烯等制成。其中聚乙烯、聚氯乙烯具有良好的耐酸碱性能,但不应与有机溶剂接触,且耐热性能很差,仅能在常温下使用。聚四氟乙烯耐酸碱性能很强,且可加热到 $220\text{ }^{\circ}\text{C}$ 而保持稳定。常用的塑料制品有试剂瓶、洗瓶、烧杯、坩埚、瓶塞、漏斗及软管等。塑料中含的金属杂质较少,用塑料瓶贮存试剂,溶解杂质很少。

金属器皿包括铂、银、镍等制品。铂抗侵蚀性极强,导热性强,熔点高($1\ 770\text{ }^{\circ}\text{C}$),常做成坩埚或蒸发皿,但纯铂较软,常与铑、铱做成合金。铂坩埚主要用作以 Na_2CO_3 作为熔剂对难消解的试样进行高温融解的容器;也可在其中用氢

氟酸、浓硫酸、高氯酸等进行试样的湿法消解或作蒸发之用。用 Na_2O_2 及 NaOH 用作溶剂时对铂坩埚有侵蚀作用,此时可用银坩埚或镍坩埚代替之。

3. 化学试剂

化学试剂是指具有一定纯度标准的各种单质和化合物,有时也可指混合物。

定量分析要用到各种各样的试剂,故对它的分类、规格、性质、使用、保存方法等应有所了解。

化学实验室中最常用的试剂称为一般试剂。一般试剂包含通用的 1、2、3 级试剂和生化试剂。指示剂也属于一般试剂。表 1-1 仅列出 1、2、3 级试剂的标志和用途。除一般试剂外,还有标准试剂、高纯试剂、专用试剂等,分别用于作为第 1 基准物、痕(微)量组分分析及仪器分析中的专用试剂。

表 1-1 一般试剂

规格	1 级	2 级	3 级
标准	优级纯	分析纯	化学纯
英文标志	G. R	A. R	C. P
标签颜色	绿色	红色	蓝色
主要用途	精密分析实验	一般分析实验	一般化学实验

化学试剂原装瓶的瓶签上均已注明其名称、化学式、式量、等级、纯度和不纯物质的最高含量等。应根据实验要求的不同,恰当地选用不同规格的试剂,不能以粗代纯,更不能纯品粗用。

要注意保护试剂不受沾污。不要用不洁净的牛角匙从原装试剂瓶中取用试剂,不要弄脏瓶塞,不要张冠李戴。对瓶签要注意保护。

试剂一般都要避光。挥发性、吸湿性的试剂要加塞密封,易受热分解及低沸点易挥发的试剂,应保存在阴凉处或冰箱内。

4. 玻璃仪器的洗涤

(1)洗涤方法 洗涤器皿前,应先用肥皂洗净双手,以免手上的油物黏附在器皿上。器皿一般先用适当的洗涤液浸泡或用毛刷蘸取肥皂液或洗衣粉等仔细刷净内外表面,然后用自来水冲净,此时器皿应透明并无肉眼可见的污物,内壁不挂水珠。最后用从洗瓶中挤出的少量纯水顺器壁冲洗两三次,以除去残留的自来水。

较精密的玻璃量器如滴定管、移液管、容量瓶等,由于它们的形状特殊而且容

量精确,不宜用刷子机械地摩擦其内壁。一般是用铬酸洗液浸泡内壁后再依次用自来水和纯水洗净,其外壁可用洗衣粉进行刷洗。

光度分析用的比色皿,容易被有色溶液或有机试剂染色,通常用盐酸-乙醇洗涤液浸泡内外壁后再用水冲洗。

洗涤过程中,纯水应在最后使用,即仅用它洗掉残留的自来水。洗涤过程中自来水及纯水都应按“少量多次”的原则,这样既可节约用水,又可提高洗涤效率。

洗净的仪器将水倒出即可使用。如果要干燥的仪器,可烘干或用有机溶剂(如酒精)冲洗后以加速干燥。精密量器绝对不能加热烘干。

(2)常用洗涤剂

①铬酸洗液:常用的铬酸洗液是重铬酸钾的硫酸溶液,配制方法是:称取 10 g 工业用 $K_2Cr_2O_7$ 于烧杯中,加入 30 mL 热水,溶解后,边搅拌边慢慢加入 120 mL 浓硫酸(注意安全)。新配好的溶液呈暗红色,应贮存于细口瓶中,盖紧。

铬酸洗液具有强氧化性和强酸性,适于洗去无机物和某些有机物,但作用比较慢,因此使用时需将洗液倒入器皿浸泡数分钟。加洗液前应尽量倒干净仪器内残留的水,以免洗液被稀释;洗液可反复使用,用后倒回原瓶并随时盖严,以防吸水。当洗液由暗红色变为绿色(Cr^{3+} 色)时,即已失效。洗液具有强腐蚀性和致癌作用,使用时应避免溅到手上、衣物上、实验台及地上,一旦溅上应立即用水稀释并擦净。

②洗衣粉:洗衣粉是实验室最常使用的洗涤剂,一般的器皿都可用它洗涤,但一定要用毛刷反复刷洗。

③盐酸-乙醇洗液:将化学纯的盐酸和乙醇按 1:2 的体积比混合。此液主要用于洗涤被染色的比色皿、比色管、吸量管等。

(二)分析天平

分析天平是定量分析实验中最基本、最重要的精密仪器之一。常量分析中,允许的测量误差一般不得超过千分之几,其中称量误差不得超过 $\pm 0.1\%$,由于每次称量都需读数两次,而样品用量常为零点几克,所以必须使用能称准 0.1 mg 的常量分析天平,俗称万分之一分析天平,其最大载量一般为 100~200 g。

分析天平按其构造原理一般可分为杠杆式机械天平和电子天平两大类,常用的机械天平又可分为双盘等臂天平和不等臂单盘天平。

分析天平必须具有足够的灵敏性。天平的灵敏性用灵敏度表示:灵敏度是指在一个秤盘上加 1 mg 质量物体时所引起指针的偏移程度,以分度/mg 表示,如所

谓万分之一分析天平的灵敏度为 10 格/mg。天平的灵敏性还常用感量或称分度值表示,其与灵敏度互为倒数:感量=分度值=1/灵敏度。天平的灵敏度可通过调节重心螺丝的高低来进行调整。

1. 双盘半机械加码电光分析天平

TG-328B 型半机械加码电光天平,是一种常用的双盘等臂天平,最大载量 200 g,最小分度值为 0.1 mg,其结构如图 1-1 所示。

(1) 结构

①天平横梁:用质轻坚固、热胀系数小的铝铜合金制成,三个三棱形的玛瑙刀等距离安于其上:中刀(支点刀)刀口向下,天平启动后,刀口放在置于支柱上的玛瑙平面刀承上;两个边刀刀口向上,启动后,吊耳底面的玛瑙平面刀承压于其上。支点刀上方装有重心螺丝,用以调整天平灵敏度。梁的中心装有指针,指针下端为透明的微分标尺,用以指示平衡位置:标尺分为 10 大格、100 小格,每 1 小格表示 0.1 mg 的质量。梁的两端装有两平衡螺丝,用来调整梁的平衡位置,粗调零点。

②立柱:垂直安装于底盘上,其上方为玛瑙平面刀承,工作时与支点刀接触。立柱上部装有托叶,天平休止时托住横梁,使刀口与刀承分开,以保护刀口。柱的两侧装有空气阻尼器外筒。

③吊耳、秤盘和阻尼器:吊耳底面的玛瑙刀承在工作时压在边刀上,使悬挂于其上的秤盘和阻尼器内筒能自由摆动。阻尼器为特制的铝合金圆筒,外筒开口向上固定于立柱两侧;内筒直径稍小,开口向下,挂在吊耳上,置于外筒中,两筒间隙均匀,无摩擦。开启天平后,内筒在外筒中上下运动,由于筒内空气的阻力,使天平横梁能很快停止摆动达到平衡。

④机械加码装置:半机械加码天平中,10~500 mg 的砝码均制为环状(称为圈码),悬挂在天平梁右面刀口的上方,转动圈码指数盘,可在右侧吊耳上加

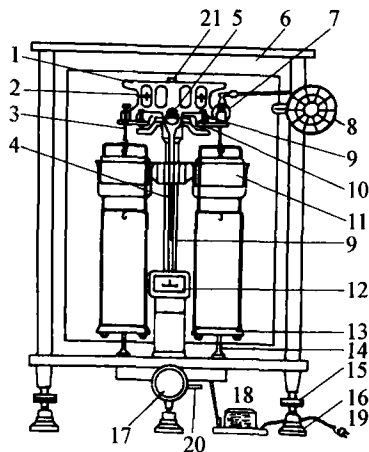


图 1-1 TG-328B 型分析天平

1. 天平梁 2. 平衡调节螺丝 3. 吊耳
4. 指针 5. 支点刀 6. 框罩 7. 环码
8. 指数盘 9. 立柱 10. 托叶
11. 阻尼器 12. 投影屏 13. 秤盘
14. 盘托 15. 天平足 16. 垫脚
17. 升降枢纽 18. 变压器 19. 电源插头
20. 零点调节杆 21. 感量调节螺丝

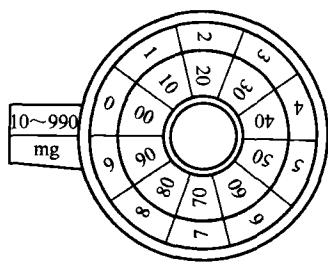


图 1-2 圈码指数盘

减 10~990 mg 的砝码。指数盘上标有圈码的质量值,外盘控制 100~900 mg 砝码、内盘控制 10~90 mg 砝码的加减。详见图 1-2。

⑤光学读数系统:光源通过一套光学系统将指针下端的微分标尺分度线放大,投射到光屏上,标尺投影与屏中心刻线重合处即为天平平衡位置(图 1-3)。由于天平的感量为 0.1 mg/格,故从光屏上可读的质量范围为 0.1~10 mg。天平下方的调节杆可将光屏左右移动,细调天平零点。

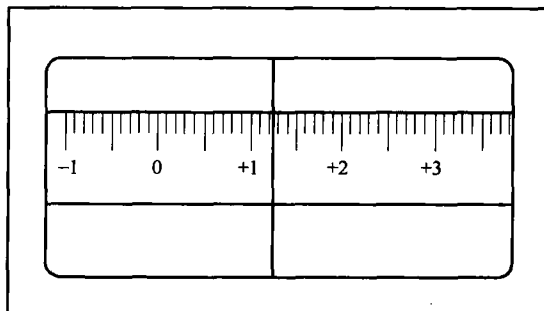


图 1-3 光屏及标尺显示

⑥升降枢纽:位于底盘正中。开启天平时,顺时针方向旋转之,可使托叶下降,梁上各刀口与刀承接触,同时接通光源,天平处于工作状态;逆时针旋转之,则可使天平休止。

⑦气泡水平仪和螺旋脚:天平箱下,前方的两螺旋脚用于调节天平的水平。天平的水平位置用立柱后上方的气泡水平仪指示。

⑧砝码:一套砝码由 1 g、2 g、2 g、5 g、10 g、20 g、20 g、50 g、100 g 9 个组成,相同标称值的砝码用“·”或“*”区分。使用前应对砝码进行校准,并将校正值记录在卡片上,放于砝码盒中备用。砝码要保持清洁,不得用手接触。

(2) 双盘等臂天平的主要性能指标

①灵敏度: TG-328B 型天平的灵敏度为 10 格/mg。检查方法是:在天平左盘上放一 10 mg 的标准砝码,光屏上标尺示数应在 9.8~10.2 mg 范围。否则,应上下调节重心螺丝,增大或减小灵敏度。

②准确性:双盘等臂天平若两臂不等长,必造成称量误差,此种误差称为

不等臂性误差,也称偏差。若实验过程中使用同一台天平,偏差对称量结果的影响可部分抵消。偏差可用下法检查:调好零点后,在两盘上放置面值相等的砝码,此时光屏上示数为 P_1 ,再将左右两盘上的砝码对换位置,此时光屏上示数为 P_2 ,则:

$$\text{偏差} = \frac{|P_1 + P_2|}{2}$$

分析天平的偏差应小于 0.4 mg。

③变动性:天平载重前后,几次零点的最大差值称为天平的变动性,其值应在 0.1~0.2 mg 之内。

(3)使用注意事项

①使用前一定要调整天平的水平位置和零点。

②被称物放于左盘,砝码放于右盘。具腐蚀性的化学药品不得直接放在盘上。冷或热的样品需放至室温后才可放入天平。

③开启或休止天平,加、减砝码,放、取被称物等一切操作,动作都要轻、慢,以防损坏刀口或造成部件脱落。

④加、减砝码或被称物时,必须首先休止天平,防止损坏刀口。砝码未调定前,天平不得完全开启,以防横梁脱落。

⑤读数时,必须完全开启天平,并关闭好天平门,防止气流影响。

⑥分析过程中应使用同一套砝码进行称量,以减小由于砝码不准确造成的误差。

⑦称量结果必须立即直接记录在实验报告本上,不得记在它处。

⑧称量结束,将天平一切复原,请教师检查。

⑨天平箱内应放有变色硅胶作干燥剂,用毕后要用天平罩罩好。

2. 单盘天平

(1)称量原理 DT-100 型天平是常用的一种单盘全自动减码式电光分析天平,最大载量 100 g,最小分度值 0.1 mg,其外形见图 1-4。

单盘天平是利用替代法进行称量的。单盘天平的横梁上只有两个玛瑙刀:支点刀和一个边刀。所有的砝码连同秤盘都悬挂在边刀上,与横梁另一端的配重砣相平衡。当秤盘上放置了被称量物后,必须减去与被称物的质量相同的砝码,才能保持横梁的平衡状态,故根据减去砝码的质量,即可知被称物的质量。替代法原理如图 1-5 所示。

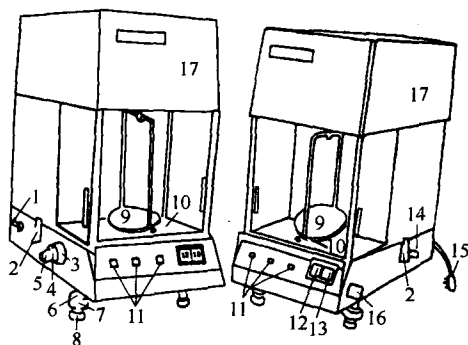


图 1-4 DT-100 单盘天平外形

1. 电源开关 2. 停动手钮 3. 10~90 g 减码手轮 4. 1~9 g 减码手轮 5. 0.1~0.9 mg 减码手轮
6. 销紧螺母 7. 螺旋脚螺丝 8. 减震脚垫 9. 秤盘 10. 水准器 11. 减码数字窗口 12. 投影屏
13. 微读数字窗口 14. 零调手钮 15. 外接电源线 16. 微读手轮 17. 顶罩

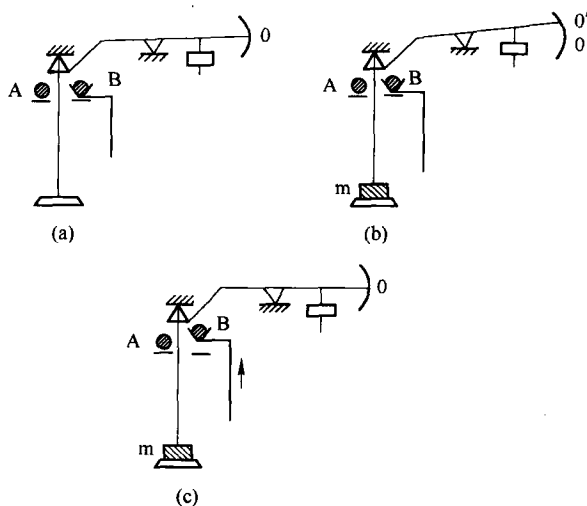


图 1-5 替代法原理

- (a) 砝码在悬挂系统上横梁平衡在 O (b) 被称物 m 加在悬挂系统上横梁平衡在 O'
(c) 减掉砝码 B 后横梁又平衡在 O

DT-100 单盘天平的机械减码范围为 0.1~99 g, 减码质量可从减码数字窗口

读出;0~100 mg 的质量范围从投影屏上的微分标尺读出;0.1~0.9 mg 的质量范围从微读数字窗口读出。

单盘天平的性能优于双盘天平,主要原因是:

①灵敏度稳定:双盘天平在重载时,横梁的重心较空载时低,故灵敏度在重载时较低。而单盘天平横梁的载荷在称量过程中基本不变,重心位置不变,灵敏度不会改变。

②无不等臂性误差。

③称量速度快:由于单盘天平可在半开状态下全自动减码,使操作简单、快速。

(2)使用方法

①检查并调整天平水平位置:若减码数字窗口读数不为零,则旋转相应减码手轮将之调为零;旋动微读手钮,使微读手轮上的“0”线对准微读数字窗口左边的刻线。

②校正零点:停动手钮是天平的总开关,处垂直位置时,天平处于关闭状态。将之缓缓向前转动 90° ,使其尖端指向操作者,天平开启。待稳定后,旋动零调手钮,使标尺上的“00”线正位于投影屏右边的夹线之间。调定零点后,休止天平。

③称量:将被称物放于秤盘中央,关闭侧门;将停动手钮向后(即背向操作者)转动 30° ,此时天平处半开状态,横梁可摆动15个分度。先转动10~90 g 减码手轮,并注意观察光屏左侧光标,待光标开始向上移动并显示负值时,表示减码过多,随即退回1个数字,如窗口显示“30.0”时光标开始移动,则转动手轮使窗口显示“20.0”,此时已调定10 g 组砝码;依此方法,顺序调定1 g、0.1 g 组砝码。然后慢慢向前转动停动手钮至水平位置,天平全开,待稳定后,转动微读手钮,使标尺中离夹线最近的一条线移至夹线的正中央,此时即可读数:0.1~99.9 g 范围由减码数字窗口读出;0.001~0.099 g 范围由光标在光屏上的位置读出;0.000 1~0.000 9 g 范围由微读手轮的位置读出,如图1-6所示,从微读数字窗口读得结果为0.028 5。注意,在称量过程中绝不能旋动零调手钮。

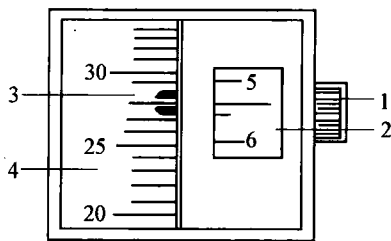


图 1-6 微读数字窗口示意图

1. 微读手钮 2. 微读轮 3. 夹线 4. 投影屏

④单盘天平的灵敏度可用下法检查:在秤盘上放一100 mg 的标准砝码,开启天平,此时投影屏上标尺应在99.9~100.2 mg 范围内。

3. 称量方法

根据样品的性质、称量的目的,使用天平称量一般可用下列方法:

(1)直接法 若被称物为干燥洁净的器皿或块状的金属等物,可在调定零点后,用镊子或干净纸条将之直接放于称盘上称量。

(2)差减法 将适量样品置于洁净、干燥的称量瓶中,准确称量其质量。从天平中取出称量瓶,根据所需称量范围小心将样品倾倒入实验器皿中,再称量称量瓶和余下样品的总质量。两次称量结果之差即为倾出样品的质量。如此重复,可连续称量多份样品。此方法,适于粉末状、颗粒状的样品。称量瓶在使用前应洗净烘干,使用时,不可手拿,而用一洁净的纸条套在瓶体中部,用手捏紧纸条进行操作。倾倒样品时,从天平上取出称量瓶,移至盛接样品的容器口上方后,小心打开瓶盖,将瓶体倾斜,用瓶盖的下底面轻轻敲击瓶口上沿,让样品缓缓倾入容器。估计已够量时,边敲击瓶口,边把瓶体立正,盖好瓶盖后,方可离开容器上方,再放入天平中称量。操作手法见图 1-7 和图 1-8。

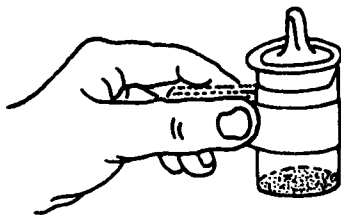


图 1-7 称量瓶的拿法

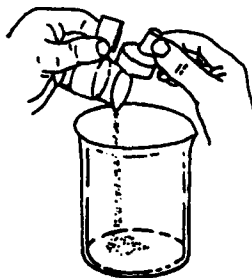


图 1-8 倾倒样品的操作

(3)固定质量称量法 此法用于称量指定质量的样品,如配制指定浓度的标准溶液时,即需准确称量确定质量的基准物。操作按下法进行:将容器(烧杯、表面皿、硫酸纸等)置于天平盘上,准确称其质量。然后,在双盘天平右盘加上与指定样品质量相等的砝码,或将单盘天平的砝码减至适当数值,休止双盘天平,或半开单盘天平,打开天平侧门,用手指轻弹试剂勺柄,缓缓向容器中加入样品,近平衡时,全开天平,直至天平示数达所要求值为止。此法不适宜称量易吸湿的样品。