

高等学校基础课教程

*Q*uantitative

*C*hemical analysis experiment

定量分析

化学实验

罗 倩 苑嗣纯 主 编

中国林业出版社



0655
20131

高等学校基础课教程

*Q*uantitative

*C*hemical analysis experiment

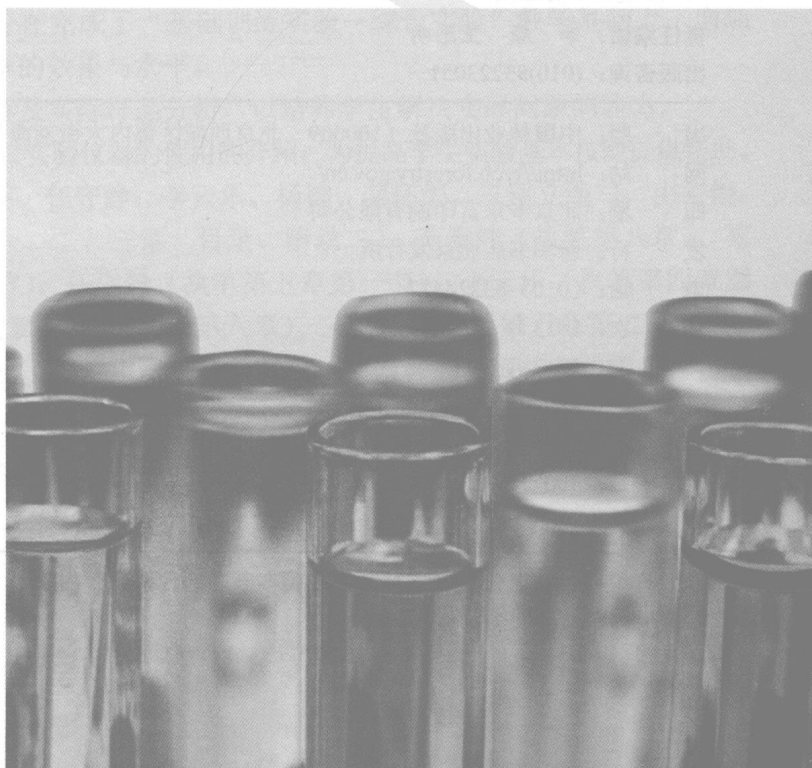
定量分析

化学实验



罗 蓓 苑嗣纯 主 编

中国林业出版社



图书在版编目(CIP)数据

定量分析化学实验/罗倩, 苑嗣纯主编. —北京: 中国林业出版社, 2013.2
高等学校基础课教材

ISBN 978-7-5038-6861-0

I. ①定… II. ①罗… ②苑 III. ①定量分析-化学实验 IV. ①O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 297093 号

中国林业出版社

责任编辑: 李 顺 王思明

出版咨询: (010)83223051

出 版: 中国林业出版社 (100009 北京西城区德内大街刘海胡同 7 号)
网 站: <http://lycb.forestry.gov.cn/>
印 刷: 北京卡乐富印刷有限公司
发 行: 新华书店北京发行所
电 话: (010) 83224477
版 次: 2013 年 2 月第 1 版
印 次: 2013 年 2 月第 1 次
开 本: 889mm×1194mm 1/16
印 张: 7.5
字 数: 300 千字
定 价: 28.00 元

未经许可, 不得以任何方式复制或抄袭本书之部分或全部内容。

版权所有 侵权必究

前言

分析化学是高等农业院校重要的基础课程之一。21 世纪高等农业院校分析化学教学体系和教学内容发生了一定幅度的改变,在理论和应用等多方面不断更新,在教学方法、考试内容及实验内容、实验手段诸方面提出了更高的要求,也带来许多新课题。分析化学实验中定量分析部分极为重要,在教学大纲、教学目的、目标等方面均有明确的体现。

为了更好地贯彻教学大纲,满足教学需求,我们编写了《定量分析化学实验》。目的是指导学生掌握定量分析化学实验课程的基本实验技能,培养学生分析问题、解决问题的能力,同时强调学生的自学能力,启迪学生的思维方法,通过实验使学生加深对定量分析化学基本理论的理解,比较熟练地掌握定量分析化学的基本操作技能,为后继课程的学习打好一定的基础。

化学分析实验是定量分析化学实验的基础,通过定量化学分析实验课程的教学,实验技能的训练使定量分析化学的理论知识转化为实际应用能力,在教学环节中能力、素质的培养十分重要。

仪器分析是分析化学中发展速度最快、应用范围最广的部分。许多分析工作对准确度、灵敏度、选择性等诸方面提出了极高的要求。通过仪器分析实验的教学,能使学生能够进一步理解光学、电化学、色谱等分析方法的原理、方法特点、应用范围,掌握实验仪器的使用、实验技术及实验结果分析,达到实验教学的目的,为培养学生实践能力提供了一个平台。

本教材具有以下特点:

化学实验部分与仪器实验部分均在关注基本技能及验证实验的基础上,侧重于综合应用实验,实验的安排形成了“基础训练实验→综合实验”二层次实验教学的新体系。为使学生由简单到复杂、单一到综合,由基本到专业进行技能的熟练操作及学生选修提供了一定的基础。是循环往复、螺旋式上升的提高。

化学实验部分与仪器实验部分在完成了“基础训练实验→综合实验”教学基础上,增加了设计实验内容,以提高实验教学的效果与水平。

本书中增加了非水滴定的内容及实际样品分析,以培养学生解决实际问题的能力。

本书中注重基本实验技能操作、实验仪器的使用的介绍,为提高学生实验基本技能提供帮助。

全书由罗蓓、苑嗣纯、郑燕英、任守静、李云乐、杨柳、姜怀玺、王建立编写,由主编、副主编统稿。其中罗蓓(执笔第一、二、三章、目录、附录二),苑嗣纯(执笔第八章),郑燕英(执笔第四章第一、三、四节),任守静(执笔第五章第一节),李云乐(执笔第四章第二节、附录一)。杨柳(执笔第七章)、姜怀玺(第六章)、王建立(执笔第五章第二节)。

葛兴女士主审,对本书稿提出了许多宝贵的修改意见。中国林业出版社有关同志为该书的出版付出辛勤劳动,表示感谢。

由于编者的水平及经验有限,虽然做了最大努力,但难免出现错误,书中的错漏、疏忽之处请读者批评指正。

编者

2012 年 8 月 25 日

目 录

前言

第一章 定量分析化学实验的要求及基础知识	1
第一节 定量分析化学实验的基本要求	1
第二节 实验数据的记录、处理和实验报告	1
第三节 学生实验成绩的评定	2
第四节 化学试剂规格	2
第五节 实验安全知识	3
第二章 分析仪器和基本操作	5
第一节 分析天平及其基本操作	5
第二节 滴定分析仪器和基本操作	11
第三章 定量化学分析的基本操作练习	16
实验一 天平称量练习	16
实验二 滴定分析基本操作练习	17
第四章 滴定分析实验	20
第一节 酸碱滴定法	20
实验三 NaOH 溶液的标定和比较滴定	20
实验四 氨水的测定	22
实验五 铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	23
实验六 不同强度酸碱之间的滴定	25
实验七 非水滴定法测定 α -氨基酸含量	28
第二节 配位滴定法	30
实验八 水硬度测定	30
实验九 铝合金中铝含量的测定	33
第三节 氧化还原滴定法	34
实验十 重铬酸钾法测样品中铁含量	34
实验十一 高锰酸钾法测定 H_2O_2 的含量	36
实验十二 维生素 C 制剂及果蔬中抗坏血酸含量的直接碘量法测定	38
实验十三 胆矾中铜含量的测定	40
实验十四 水样中化学需氧量(COD)测定	42
实验十五 碘量法测食盐中碘的含量	44
第四节 沉淀滴定法	45
实验十六 可溶性氯化物中氯离子的测定(莫尔法)	45
第五章 光学分析实验	47
第一节 紫外-可见分光光度法	47

实验十七	邻二氮菲吸光光度法测定铁	47
实验十八	紫外分光光度法测定废水中苯酚的含量	50
实验十九	混合液中 Co^{2+} 和 Cr^{3+} 双组分的吸光光度法测定	51
实验二十	分光光度法测定样品中磷含量	53
实验二十一	叶绿素含量的测定〔比色法〕	55
实验二十二	饮料中咖啡因的测定(紫外光谱法)	57
实验二十三	维生素 C 含量的测定(紫外快速测定法)	59
第二节	原子光谱分析法	60
实验二十四	火焰光度法测定饮料中钾、钠	60
实验二十五	原子吸收分光光度法测定水中的镁	62
实验二十六	原子吸收法测定头发中的锌量	64
第六章	电化学分析法实验	67
实验二十七	溶液 pH 值的测定	67
实验二十八	离子选择性电极测定水中的氟含量	68
实验二十九	pH 滴定法测定甲酸、乙酸混合酸中各组分含量	70
第七章	色谱分析法实验	73
实验三十	混合物的气相色谱分析(归一化法)	73
实验三十一	气相色谱法测定乙醇中少量杂质的含量(外标法)	75
实验三十二	液相色谱法测定食品中的咖啡因	77
第八章	综合实验及自行设计实验	80
实验三十三	新鲜蔬菜中 β -胡萝卜素的提取、分离和测定(综合性实验)	80
实验三十四	滴定法测定银氨配离子的配位数(综合性实验)	81
实验三十五	新鲜鸡蛋中蛋白质及营养元素含量的测定(综合性实验)	83
实验三十六	酸碱混合物中各组分的测定(综合设计实验)	87
实验三十七	食品中有机酸的总酸度测定(综合设计实验)	88
实验三十八	铅、铋混合液中 Bi^{3+} 和 Pb^{2+} 含量的测定(综合设计实验)	90
实验三十九	蔬菜、食品中铁和钙的测定(综合设计实验)	91
实验四十	水和土壤中有机磷农药残留量的测定(综合设计实验)	92
实验四十一	土壤、苹果及血清中钙的提取和测定(设计性实验)	93
实验四十二	水杨酸的分子量测定(设计性实验)	94
附录一		95
附录二	物质分析方案的综合设计及其示例	109
主要参考书		114

第一章 定量分析化学实验的要求及基础知识

第一节 定量分析化学实验的基本要求

分析化学是化学的重要分支学科之一。分析化学实验课程是高等农业院校有关专业的重要基础课，具有很强的实践性。其中定量分析化学实验课程的内容及实验安排所占学时比例比较高，说明实验课程的内容的重要性。

为了达到实验目的，要求学生做到：实验前认真预习，领会实验原理，了解实验步骤和注意事项，做到心中有数。实验前做好预习，列好表格，查好有关数据，以便实验时及时、准确地记录和进行数据处理。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。要保持实验台和整个实验室的整洁。

第二节 实验数据的记录、处理和实验报告

一、实验数据的记录

学生应有专门的、预先编有页码的实验记录本，不得撕去任何一页。绝不允许将数据记在单页纸或小纸片上，或记在书上、手掌上等。实验过程中的各种测量数据及有关现象，应及时、准确而清楚地记录下来。记录实验数据时，要有严谨的科学态度，要实事求是，切忌夹杂主观因素，决不能随意拼凑和伪造数据。

实验过程中涉及到的各种特殊仪器的型号和标准溶液浓度等，也应及时准确记录下来。

记录实验过程中的测量数据时，应注意其有效数字的位数。用分析天平称重时，要求记录至 0.0001g ；滴定管及吸量管的读数，应记录至 0.01mL ；用分光光度计测量溶液的吸光度时，如吸光度在 0.6 以下，应记录至 0.001 的读数，大于 0.6 时，则要求记录至 0.01 读数。

实验记录上的每一个数据，都是测量结果，所以，重复测定时，即使数据完全相同，也应记录下来。

进行记录时，对文字记录，应整齐清洁。对数据记录，应用一定的表格形式，这样就更为清楚明白。

在实验过程中，如发现数据算错、测定错或读错时，需要改动，可将该数据用一横线划去，并在其上方写上正确的数字。

二、实验报告

实验完毕，根据预习和实验中的现象及数据记录等，及时、认真地写出实验报告。分析化学实验报告一般包括以下内容：

实验（编号）实验名称

1. 实验目的

2. 实验原理 简要地用文字和化学反应式说明。例如对于滴定分析,通常应有标定和滴定反应方程式,基准物质和指示剂的选择,标定和滴定的计算公式等。对特殊仪器的实验装置,应画出实验装置图。

3. 主要试剂和仪器 列出实验中使用的主要试剂和仪器。

4. 实验步骤 应简明扼要地写出实验步骤、流程。

5. 实验数据及其处理 应用文字、表格、图形,将数据表示出来。根据实验要求及计算公式计算出分析结果并进行有关数据和误差处理,尽可能地使记录表格化。

6. 误差分析及问题讨论 对实验中的现象、产生的误差等进行讨论和分析,尽可能地结合分析化学中有关理论,以提高自己的分析问题、解决问题的能力,也为以后的科学研究论文的撰写打下一定的基础。

第三节 学生实验成绩的评定

学生实验成绩的评定,应包括以下几项内容:(1)预习与否及实验态度;(2)实验操作技能;(3)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;(4)实验结果分析。

学生通过分析化学课程的学习,加深对分析化学基础理论、基本知识的理解,正确和较熟练地掌握分析化学实验技能和基本操作,提高观察、分析和解决问题的能力,培养学生严谨的工作作风和实事求是的科学态度,树立严格的“量”的概念,为学习后继课程和未来的科学研究及实际工作打下良好的基础。

第四节 化学试剂规格

化学试剂产品很多,有无机试剂和有机试剂两大类,又可按用途分为标准试剂、一般试剂、高纯试剂、特效试剂、仪器分析专用试剂、指示剂、生化试剂、临床试剂、电子工业或食品工业专用试剂等。世界各国对化学试剂产品有国家标准(GB)和专业(行业,ZB)标准及企业标准(QB)等。国际标准化组织(ISO)和国际纯粹化学与应用化学联合会(IUPAC)也都有很多相应的标准和规定。例如,IUPAC对化学标准物质的分级有:A级、B级、C级、D级和E级。A级为原子量标准,B级为与A级最接近的基准物质,C级和D级为滴定分析标准试剂,含量分别为 $(100 \pm 0.02)\%$ 和 $(100 \pm 0.05)\%$,而E级为以C级或D级试剂为标准进行对比测定所得的纯度或相当于这种纯度的试剂。

我国的主要国产标准试剂和一般试剂的等级及用途见表1-1。

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。常用的有机溶剂、掩蔽剂等,也经常见到级别不明的情况,平常只可作为“化学纯”试剂使用,必要时面进行提纯。例如,三乙醇胺中铁含量较大,而又常用来掩蔽铁,因此使用该试剂时,必须注意。

生物化学中使用的特殊试剂,纯度表示和化学中一般试剂表示也不相同。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)测定杂质含量来表示。再如,酶是

以每单位时间能酶解多少物质来表示其纯度，就是说，它是以其活力来表示的。

表 1-1 主要国产化学试剂的级别与用途

标准试剂 类别（级别）	主要用途			相当于 IUPAC 的级别
容量分析第一基准	容量分析工作基准试剂的定值			C
容量分析工作基准	容量分析标准溶液的定值			D
容量分析标准溶液	容量分析测定物质的含量			E
杂质分析标准溶液	仪器及化学分析中用作杂质分析的标准			C
一级 pH 基准试剂	pH 基准试剂的定值和精密 pH 计的校准			D
pH 基准试剂	pH 计的定位（校准）			E
有机元素分析标准	有机物的元素分析			
热值分析标准	热值分析仪的标定			
农药分析标准	农药分析的标准			
临床分析标准	临床分析化验标准			
气相色谱分析标准	气相色谱法进行定性和定量分析的标准			

一般试剂级别	中文名称	英文符号	标签颜色	主要用途
一级	优级纯（保证试剂）	GR	深绿色	精密分析实验
二级	分析纯（分析试剂）	AR	红色	一般分析实验
三级	化学纯	CP	蓝色	一般化学实验
	生化试剂			
生化试剂	生物染色剂	BR	咖啡色	生物化学实验

此外，还有一些特殊用途的所谓高纯试剂。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，它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，往往含有该试剂各种氧化物，它不能认为是化学分析的基准试剂，这一点须特别注意；“放射化学纯”试剂，它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，它是“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，等等。

在一般分析工作中，通常要求使用 AR 级的分析纯试剂。
常用化学试剂的检验，除经典的湿法化学方法之外，已愈来愈多地使用物理化学方法和物理方法，如原子吸收光谱法、发射光谱法、电化学方法、紫外、红外和核磁共振分析法以及色谱法等。高纯试剂的检验，无疑地只能选用比较灵敏的痕量分析方法。

分析工作者必须对化学试剂标准有一明确的认识，做到科学地存放和合理的使用化学试剂，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。

第五节 实验安全知识

在分析化学实验中，经常使用腐蚀性的、易燃、易爆炸的或有毒的化学试剂，大量使用易损的玻璃仪器和某些精密分析仪器及煤气、水、电等。为确保实验的正常进行和人身安全，必须严格遵守实验室的安全规则。

- (1) 实验室内严禁饮食、吸烟，一切化学药品禁止入口。实验完毕须洗手。水、电、煤气灯使用完毕后，应立即关闭。离开实验室时，应仔细检查水、电、煤气、门、窗，是否均已关好。
- (2) 使用煤气灯时，应先将空气孔调小，再点燃火柴，然后一边打开煤气开关，一边点火。不允许先开煤气灯，再点燃火柴。点燃煤气灯后，调节好火焰。用后立即关闭。

(3) 使用电器设备时, 应特别细心, 切不可用湿润的手去开启电闸和电器开关。凡是漏电的仪器不要使用, 以免触电。

(4) 浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性, 切勿溅在皮肤和衣服上。使用浓 HNO_3 、 HCl 、 H_2SO_4 、 HClO_4 、氨水时, 均应在通风橱中操作, 绝不允许在实验室加热。夏天, 打开浓氨水瓶盖之前, 应先将氨水瓶放在自来水充水下冷却后, 再行开启。如不小心将酸或碱溅到皮肤或眼内, 应立即用水冲洗, 然后用 $50\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 碳酸氢钠溶液(酸腐蚀时采用)或 $50\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 硼酸溶液(碱腐蚀时采用)冲洗, 最后用水冲洗。

(5) 使用 CCl_4 、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时, 一定要远离火焰和热源。使用完后将试剂瓶塞严, 放在阴凉处保存。低沸点的有机溶剂不能直接在火焰上或热源(煤气灯或电炉)上加热, 而应在水浴上加热。

(6) 热、浓的 HClO_4 遇有机物常易发生爆炸。如果试样为有机物, 应先用浓硝酸加热, 使之与有机物发生反应, 有机物被破坏后, 再加入 HClO_4 。蒸发 HClO_4 所产生的烟雾易在通风橱中凝聚, 如经常使用 HClO_4 的通风橱应定期用水冲洗, 以免 HClO_4 的凝聚物与尘埃、有机物作用, 引起燃烧或爆炸, 造成事故。

(7) 汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品, 使用时应特别小心。氰化物不能接触酸, 因用时产生剧毒的 HCN ! 氰化物废液应倒入碱性亚铁盐溶液中, 使其转化为亚铁氰化铁盐, 然后作废液处理, 严禁直接倒入下水道或废液缸中。

硫化氢气体有毒, 涉及到有关硫化氢气体的操作时, 一定要在通风橱中进行。

(8) 如发生烫伤, 可在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤软膏。严重者应立即送医院治疗。实验室如发生火灾, 就根据起火的原因进行针对性灭火。酒精及其它可溶于水的液体着火时, 可用水灭火; 汽油、乙醚等有机溶剂着火时, 用砂土扑灭, 此时绝对不能用水, 否则反而扩大燃烧面; 导线或电器着火时, 不能用水及 CO_2 灭火器, 而应首先切断电源, 用 CCl_4 灭火器灭火, 并根据火情决定是否要向消防部门报告。

(9) 实验室应保持室内整齐、干净。不能将毛刷、抹布扔在水槽中; 禁止将固体物、玻璃碎片等扔入水槽内, 以免造成下水道堵塞。此类物质以及废纸、废屑应放入废纸箱或实验室规定存放的地方。废酸、废碱应小心倒入废液缸, 切勿倒入水槽内, 以免腐蚀下水管。

第二章 分析仪器和基本操作

第一节 分析天平及其基本操作

一、分析天平的分类

根据分析天平的结构特点，可分为等臂（双盘）分析天平、不等臂（单盘）分析天平和电子天平三类。它们的载荷一般为 100~200g。有时又根据分度值的大小，分为常量分析天平（ $0.1\text{mg}\cdot\text{C}^{-1}$ ）、微量分析天平（ $0.01\text{mg}\cdot\text{C}^{-1}$ ）。

常用分析天平的规格、型号见表 2-1。这里重点介绍等臂（双盘）半机械加码电光天平和电子分析天平。

表 2-1 常用分析天平的规格型号

种类	型号	名称	规格
双盘天平	TG328A	全机械加码电光天平	200g/0.1mg
	TG328B	半机械加码电光天平	200g/0.1mg
	TG322A	微量天平	20g/0.01mg
单盘天平	DT-100	单盘精密天平	100g/0.1mg
	DTG-160	单盘电光天平	160g/0.1mg
电子天平	AB - N	电子天平	200g /0.1mg
	PB - N	电子天平	200~4000g/0.1~1mg
	ML204	电子天平	220g/0.1mg

本类型单盘天平为不等臂横梁、光学投影显示、机械式单盘天平。

二、单盘分析天平称量原理

由于单盘天平的横梁只有两个刀口：一个支点刀和一个承重刀，内含砝码与被称物在同一个悬挂系统中，这个悬挂系统作用在承重刀上。

开动天平后，横梁稳定地平衡在某一位置。当悬挂系统的称盘上放置被称物时，悬挂系统由于增加重量而下沉，为了保持横梁原有的平衡位置，必须在悬挂系统中减掉一定数量的内含砝码直到横梁回复到原有的平衡位置，即用放置在称盘上的被称物替代悬挂系统中的内含砝码，使横梁保持原有的位置，那么所减去的砝码质量与被称量物质的量相等。原理示意图，如图 2-1 被称

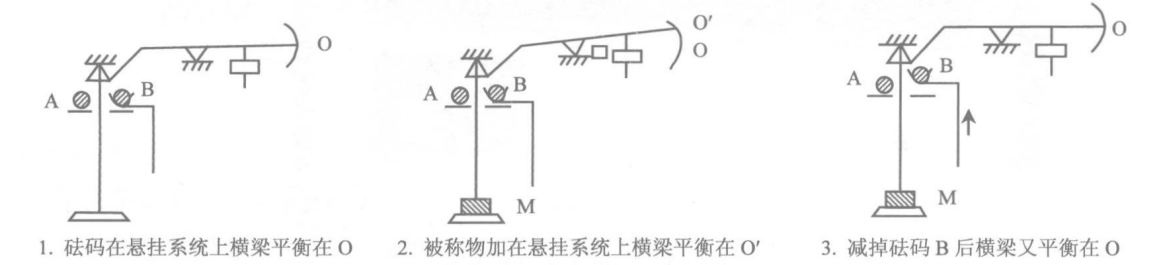


图 2-1 被称物 M=减掉砝码 B

物与砝码间的关系所示：

三、单盘天平的结构

单盘分析天平（DT-100A）的结构见图 2-2、图 2-3、图 2-4、图 2-5。

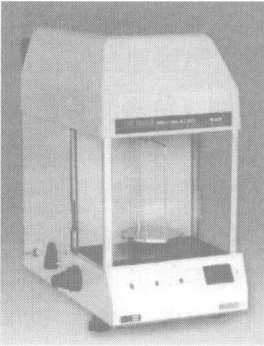


图 2-2 单盘分析天平正面视图

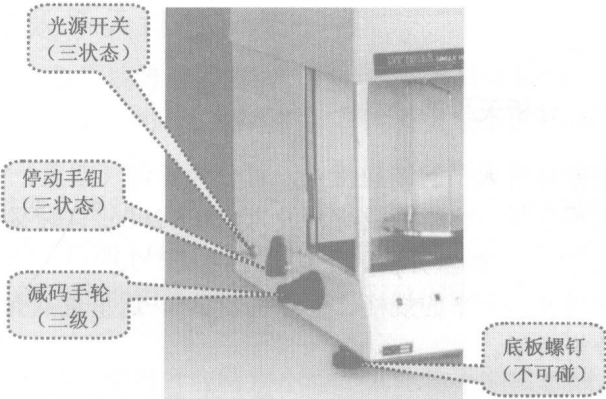


图 2-3 单盘天平左侧工作钮

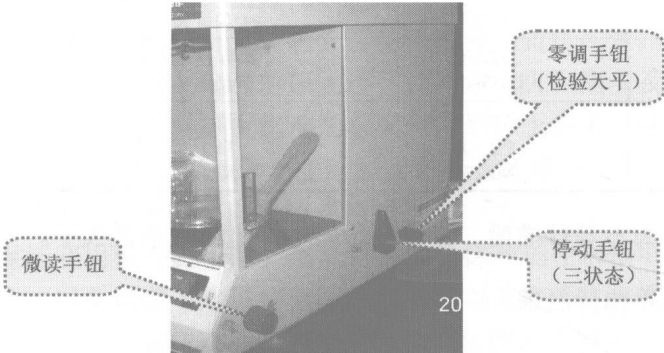


图 2-4 单盘天平右侧工作钮

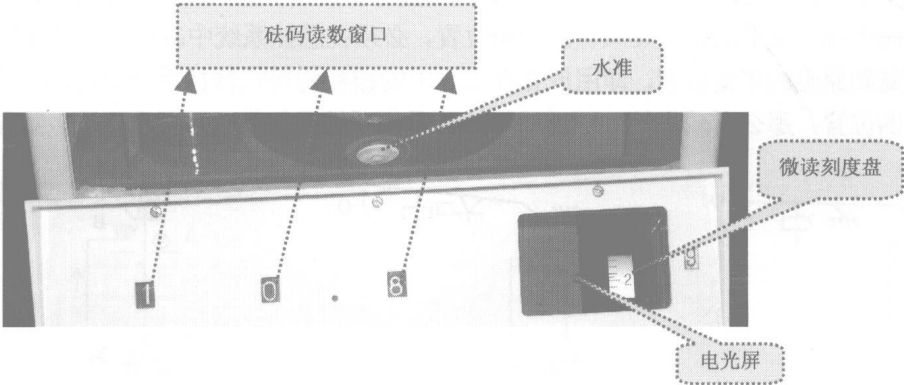


图 2-5 单盘天平读数盘面

四、单盘分析天平使用说明

1. 结构特点

具有“半开”机构及去皮校正片

(1) 停动机构的特点是具有“半开”机构。

停动手钮背向操作者方向转动 30° ，注意操作时不可用力过大，以免破坏半开位置。此时的起升轴下降一小段距离，使横梁支点刀与支点刀承接触，这时横梁可在一个很小范围内摆，称为“半开”

在“半开”状态下，横梁大约可摆 $10\sim 15$ 个分度。这时转动减码手轮进行减码操作，通过横梁的摇摆方向可以很快判断合适的减码数字，缩短了减码操作时间，不必关天平去减码，反复操作，省掉几次关两面三刀平的时间，提高了称量效率。由于横梁只能在一个很小的范围内摆动，不会由于减码操作时的冲击、振荡而损坏横梁的支点刀和承重刀。但毕竟刀子、刀承是接触的，所以在减码操作，尤其是转动大手轮时，应做到缓慢、均匀。

(2) 悬挂系统的上方装有校正片，每片重约 1 克。其原理是应用替代法，以器皿的重量替代校正片重量。当称量的物体是液体或其它需要装在器皿中称量时，可先将容器称重，如果重约 8g，可相应减掉一定量的校正片 8 片，基本上等于容器重量。然后重调天平零点，达到初始指示：标尺刻线“00”偏离投影屏夹线在 1 分度以内。

当保证在称量前，各数字窗口：减码数字窗口、佩读数字窗口应在“0”位，一切称量样品前的准备工作（后续）做好后，直接称量所得到的质量，即容器内被称物的质量。

注：此种去皮只限于质量较小的容器，并且该容器已作为大量称重的专用工具时才考虑去皮。

2. 微读机构

微读部分的作用是当天平开启，横梁停称定，标尺投影刻线不在夹线正中时，通过微读机构调整，使离投影屏夹线较近的下一条刻线，上移到夹线正中，显示出标尺刻线不足一个分度部分所代表的质量值。转动微读手钮前读数。转动微读手钮后，将离夹线最近的标尺刻线移到投影屏正中，当转动微读手钮时，精密的阿基米德螺线微读轮通过杠杆机构可使微读反射镜旋转一定角度，投影屏上的标尺刻线相对投影屏向上移动。当微读轮准确转动 10 个刻度，即由 0 转到 10 时，标尺对于投影屏夹线准确移动了一个分度，标尺 1 分度相当于 1mg，微读轮 10 个刻度也是 1mg，则微读轮 1 个刻度间隔就表示 0.1mg。精密的微读机构是单盘天平不同于双盘天平的又一结构。

（控制手钮的使用说明）

操作各个控制手钮应均匀缓慢。

(1) 电源转换开关：“上”接通微动开关，天平处于使用状态。“中”电源不接通。“下”灯源常亮，用于天平维修。

注意：天平使用完毕应拔下电源插头。

(2) 停动手钮

停动手钮的作用是控制天平的开启与关闭。当手钮的“尖端”向上，天平正处于关闭状态。此时才允许在称盘上取、放试样，并允许操作减码手轮进行减码。

当停动手钮的“尖端”向前旋转 90° ，即“尖端”指向操作者时，天平处于开启状态，也

称为全开天平。当停动手钮的“尖端”向后旋转 30° ，即背离操作者 30° 时，天平处于“半开”状态，此时可以预称试样的质量，并可以操作减码手轮。

3. 减码手轮

旋转减码手轮减去相当于试样质量的砝码，从而进行计量。向前旋转手轮，读数窗口顺序出现 0、1、2、……9 数字。

大手轮控制减去 10~90g 砝码；中手轮控制减去 1~9g 砝码；小手轮控制减去 0.1~0.9 克砝码。

注意：天平停动手钮处于全开位置时，不允许操作减码手轮。

4. 微读手钮

是用来读出不足一个分度所表示的质量值。通过旋转微读手钮使标尺刻线最近的下一条刻线上移到投影屏夹线中央。

5. 零调手钮

是用来微调标尺投影零线到投影屏夹线的中央位置，其调整范围为 $\pm 3 \text{ mg}$ 。

注意零调手钮只限于称量前调零。在称样读数过程中不允许再动零调手钮，否则会破坏读数精度。天平的调零就是指上述过程。

6. 称量前准备

(1) 检查三眼插头是否接上交流电源。

(2) 检查电源开关位于搬把向“上”。

(3) 检查天平水平

观察圆形水准器内的气泡是否位于圆圈的中心，否则调底板下前方的两个调整脚，直到底板水平（水准器内的气泡位于圆圈的中心）。

(4) 检查各数字窗口都显示“0”位，如不为“0”，转动减码三组手轮使读数面板上三个数字窗口显示“0”位；并转动微读手针使微读轮上“0”刻线对准投影屏指标线。

(5) 开启天平校正天平零点

可旋转调零手钮，使标尺上“00”刻线位于投影屏夹线正中。

(6) 放置被称量物质

关闭天平可以放置被称试样，被称物应放在称盘中间。

如果被称物放在密闭的试管内，称量时应放在称盘的 V 形槽内，以保证相互位置。

五、单盘分析天平未知试样称量步骤：

按下列方法操作及读取数字：

1. 当天平处于关闭状态下，轻缓拉开天平侧面，放置被称物于称盘中心，关上侧面。

2. 将停动手钮转到“半开”位置。

举例如下：

3. 首先转到 10~90g 大减码手轮，当转到 50g 时，即读数面板第一个数字窗口显示“5”。观察投影屏标尺往上移动，说明试样质量小于 50g，而大于 40g，判断介于 40~50 之间。反转减码手轮到“40”g 位置。则第一个数字窗口显示“4”。

4. 再转动 1~9g 减码手轮，当转到 9g 时，标尺往上移动，说明试样重量小于 9g，反转中手轮到“8”g 位置。第二个数字窗口显示“8”。

5. 最后转动 0.1~0.9g 减码小手轮, 当转到 0.5g 时, 观察标尺廖线往上移动, 此时反转小手轮到 0.4g 位置。第三个数字窗口显示“4”。

6. 精称

(1) 待称盘停稳后全开天平。

为保证读数准确, 在全开天平时, 可将停动手钮反复开关两次, 使天平处在重复性好的开启状态下读取数据。

(2) 旋转微读手钮使投影屏夹线中央最近的一条刻线移到投影屏夹线的中央。

(3) 估读投影屏上固定基线指示在微读轮的对应值, 得到数值是: 48.42315g

(4) 转到停动手钮到关闭位置。

(5) 打开侧门以出被称物, 关上侧门

(6) 将减码数字窗口、微读数字窗口全部回复“0”位。

六、单盘分析天平已知试样质量的称量步骤:

对于已知物体质量值, 如何准确称到物体。例如: 要想得到被称量物质的量: 23.84235g
具体操作:

首先将停动手钮处于“关闭”位置。

1. 转到三组减码手轮: 转动后第一个数字窗口显示“2”, 第二个数字窗口显示“3”, 第三个数字窗口显示“8”。

2. 轻缓打开天平侧门, 放置被称物于称盘上, 关闭侧门。

3. 转动停动手钮到“半开”位置, 观察投影屏的摆动方向。

(1) 全开天平, 观察标尺刻线与投影屏夹线中央对准使其数字显示应介于 42 与 43 之间。

(2) 转动微读手轮使投影屏指标线对应微读手轮数字, 即指示 3 与 4 之间短线(此时, 标尺刻线 42 应与投影屏夹线中央对正)。

上述称量过程中的①和②步可反复操作, 使其最终称量值是: 3.84235g

4. 转动停动手钮, 关闭天平。

5. 取出被称物。

6. 将各数字窗口回复“0”位。

七、电子天平介绍

电子天平的精度有相对精度分度值与绝对精度分度值之分, 而绝对精度分度值达到 0.1mg 的就称为万分之一天平。

1. 原理

万分之一天平, 用于称量物体质量。万分之一天平一般采用应变式传感器、电容式传感器、电磁平衡式传感器, 应变式传感器, 结构简单、造价低, 但精度有限, 目前不能做到很高精度; 电容式传感器称量速度快, 性价比较高, 但也不能达到很高精度; 采用电磁平衡传感器的电子天平。其特点是称量准确可靠、显示快速清晰并且具有自动检测系统、简便的自动校准装置以及超载保护等装置。

2. 天平结构

万分之一电子天平(AL204)结构见图 2-6、一般电子天平结构见图 2-7、图 2-8

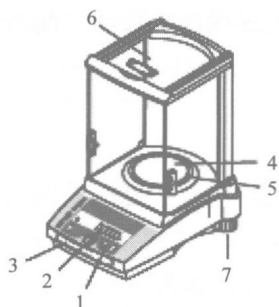


图 2-6 AL204 天平结构图

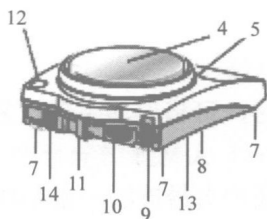


图 2-7 电子天平结构图

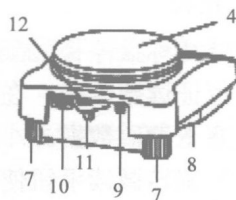


图 2-8 电子天平结构图

图中:

1 操作键

2 显示屏

3 具有以下参数的型号标牌:

“Max”: 最大称量值

“d”: 可读性, 即实际分度值

“Min”: 最小称量

“e”: 检定分度值

4 秤盘

5 防风圈(部分型号的天平配置)

6 防风罩(对可读性为 0.1mg 和 1mg 的天平为标准配置)

7 水平调节脚(部分型号的天平配置)

8 用于下挂称量的秤钩(在天平底部)

9 交流电源适配器插座

10 RS232C 接口(对于 PL-S 天平系列是选配件)

11 防盗锁连接环(选配件)

12 水平泡(部分型号的天平配置)

13 电池盒(只有 PL-S 天平系列配备, 其中不包括 PL203-S)

14 PL-S 第二显示屏选件接口(只适用于 PL-S 天平系列)

L/L-S 系列的所有天平具有相同的操作键盒显示屏。

3. 电子天平使用

(1) 称量前的检查:

取下天平罩, 折叠好放在天平箱上面。逐项检查:

① 称量物的温度与天平箱内温度是否相等, 称量物的外部是否清洁和干燥。

② 天平箱内、秤盘上是否清洁。如有灰尘, 用毛刷刷净。

③ 电子天平位置是否水平。

④ 天平各部件是否都处在应有位置, 特别要注意吊耳和圈码。

⑤ 测定或调节电子天平的零点。

(2) 天平称量操作

① 调水平: 天平开机前, 应观察天平后部水平仪内的水泡是否位于圆环的中央, 否则通

过天平的地脚螺栓调节，左旋升高，右旋下降。

② 预热：天平在初次接通电源或长时间断电后开机时，至少需要 30 分钟的预热时间。因此，实验室电子天平在通常情况下，不要经常切断电源。

③ 称量：按下 ON/OFF 键，接通显示器；
等待仪器自检。当显示器显示零时，自检过程结束，天平可进行称量；
放置称量纸，按显示屏两侧的 Tare 键去皮，待显示器显示零时，在称量纸加所要称量的试剂称量。

称量完毕，按 ON/OFF 键，关断显示器。

4. 天平使用注意事项

(1) 动作要缓而轻：升降旋枢缓慢打开且开至最大位置，慢慢转动圈码，防止圈码脱落或错位。

(2) 称量物不能直接放在称量盘内，根据称量物的不同性质，可放在纸片、表面皿或称量瓶内。不能称超过天平最大载重量的物体。

(3) 同一称量过程中不能更换天平，以免产生相对误差

第二节 滴定分析仪器和基本操作

滴定分析中常用的玻璃量器主要有滴定管、移液管和容量瓶等，若想获得准确的分析结果，必须正确地选择和使用量器，准确地测量溶液的体积。下面介绍滴定分析常用的量器及使用方法。

一、滴定管

滴定管是滴定分析中最基本的量器。一般可分为酸式滴定管和碱式滴定管两种，其差别在于滴定管的下部。下端为尖嘴管，且通过玻璃旋塞连接并控制滴定速度的滴定管称为酸式滴定管（简称酸管），用于装酸性溶液或氧化性溶液，但不适于装碱性溶液，因碱性溶液会腐蚀玻璃旋塞和旋塞套。下端尖嘴管乳胶管与管体连接，且乳胶管内装有一个玻璃珠用以控制滴定速度的滴定管称为碱式滴定管（简称碱管），用于装碱性溶液，不能装易于橡皮反应的酸性溶液及氧化性溶液，否则会改变溶液的浓度等。如图 2-9 滴定管

常量分析用的滴定管有 50mL 及 25mL 等几种规格，它们的最小分度值为 0.1mL，读数可估到 0.01mL。此外，还有容积为 10mL，5mL，2mL，和 1mL 的半微量和微量滴定管，最小分度值为 0.05mL，0.01mL 或 0.005mL。它们的形状各异。

现在许多实验室常使用的滴定管为酸碱两用滴定管（滴定管形状与酸式滴定管相同，不同处只是制作旋塞的材料为聚四氟乙烯）。

滴定管的使用包括：洗涤、检漏、排气泡、读数等步骤。

1. 查漏处理 滴定管在使用前需验漏，酸式滴定管使用前必须检查旋塞转动是否灵活、密封。如不合要求，则需取下旋塞，用滤纸擦干旋塞和旋塞槽，然后用手指或玻璃棒蘸少量

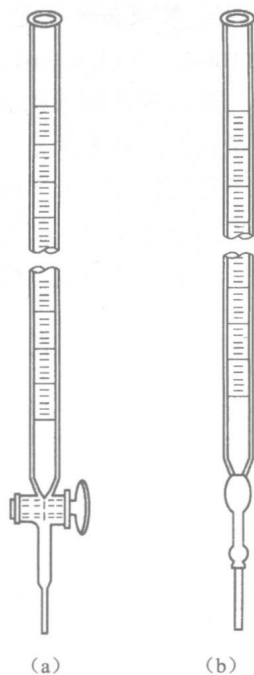


图 2-9 滴定管

a—酸式滴定管；b—碱式滴定管