

普通高等中医药院校教材

分析化学实验

供中药、药学类专业用

主编 张广强 黄世德

主审 陈定一

FENXI

HUAXUE

SHIYAN

学苑出版社

普通高等中医药院校教材
(供中药、药学类专业用)

分析化学实验

主 编 张广强 黄世德

副主编 尹 华 王淑美 王亚丽
李 锦 张 梅 张小荣
张明昶 陈 丽 潘金火

主 审 陈定一

编 委 万 丽 吕青涛 吴 萍 吴明侠
何再安 李 健 张 丽 张玉萍
陈 晖 贺少堂 袁 强 谢晓梅

学苑出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验/张广强、黄世德主编. -北京: 学苑出版社, 2001.6

普通高等中医药院校教材 (供中药、药学类专业用)

ISBN 7-5077-0981-7

I. 分… II. ①张… ②黄 III. 分析化学 - 中药化学 - 中医院校 - 教材 IV. O.652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2001)第 039849 号

责任编辑: 林 霖

学苑出版社出版发行

北京市海淀区万寿路西街 11 号 100036

邮购电话: (010) 68232285

北京市广内印刷厂印刷 新华书店经销

787×1092 毫米 16 开 7.75 印张 174.9 千字

2001 年 6 月北京第 1 版 2002 年 1 月北京第 2 次印刷

印数: 10001 - 13000 册

本册定价: 5.00 元 (全套定价: 49.00 元)

编写说明

普通高等中医药院校《分析化学》教材先后已出版两次，均由陈定一主编，第一版由上海科技出版社 1985 年出版，第二版由学苑出版社 1995 年出版，第二版教材出版应用迄今五年，已取得了良好的预期效果。随着科技的发展和药学教育的需要，全国中医药院校分析化学教学交流协会于 1999 年 5 月，在杭州召开了有 18 所中医药院校有关教师参加的教材会议，与会代表对第二版《分析化学》教材给予了充分肯定，同时，也提出了一些宝贵的修改意见，因此，会议决定对二版教材进行修订，编写出版第三版教材。

这次修订除保持原教材之特色外，对有关内容进行了精选、调整和充实，使本教材基本内容更为突出、适用。根据学科特点和药学教育的需求，本版教材增加了“核磁共振碳谱”，“流动注射分析”和“高效毛细管电泳”三个章节，另外将光谱分析和色谱分析中的共性问题，单独撰写为“光谱法概论”和“色谱法概论”两章。本套教材包括化学分析（上册）、仪器分析（下册）及分析化学实验共三册。上册十章，下册十六章，全书共二十六章。实验教材包括化学分析和仪器分析实验六十四个，供各校选用。实验部分与二版教材相比也进行了较大变动，如增加了薄层扫描法的定量分析，使实验内容侧重基础，兼顾提高，更具有实用性。

参加本版教材编写的有河南中医学院、成都中医药大学、北京中医药大学、长春中医学院、安徽中医学院、山东中医药大学、云南中医学院、湖南中医学院、辽宁中医学院、湖北中医学院、黑龙江中医药大学、南京中医药大学、浙江中医学院、天津中医学院、甘肃中医学院、陕西中医学院、福建中医学院和贵阳中医学院。在编写过程中得到了四川中方制药有限公司、陕西中医学院制药厂及南京中医药大学制药厂的大力支持，贵阳中医学院王绮秋教授对教材的修订也提出了宝贵意见，在此一并致谢。

由于编者水平有限，教材中存在的缺点和错误在所难免，恳请广大师生和读者指正。

《分析化学》编委会

2000 年 12 月

2000.9/05

目 录

化学分析实验

实验一 分析天平与称量	4
实验二 葡萄糖干燥失重的测定	12
实验三 盐酸黄连素的含量测定	13
实验四 生药灰分的测定	19
实验五 芒硝中硫酸钠的含量测定	19
实验六 滴定分析器皿及其使用	20
实验七 容量器皿的校准	25
实验八 酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	27
实验九 酸碱溶液浓度的标定	29
实验十 苯甲酸的含量测定	31
实验十一 混合碱溶液各组分含量测定	32
实验十二 高氯酸标准溶液的配制与标定	33
实验十三 枸橼酸钠的含量测定	34
实验十四 银量法标准溶液的配制和标定	35
实验十五 溴化钾的含量测定	36
实验十六 红粉的含量测定	37
实验十七 EDTA 标准溶液的配制与标定	38
实验十八 水的硬度测定	39
实验十九 中药明矾的含量测定	41
实验二十 KMnO_4 标准溶液的配制与标定	42
实验二十一 过氧化氢的含量测定	43
实验二十二 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制与标定	44
实验二十三 胆矾中硫酸铜的含量测定	46
实验二十四 I_2 标准溶液的配制与标定	47
实验二十五 维生素 C 的含量测定	48
实验二十六 醋酸的电位滴定	49
实验二十七 磷酸的电位滴定	52
实验二十八 永停滴定法	54
实验二十九 饮用水中氟含量的测定	56

仪器分析实验

实验一	分光光度计的性能检验	59
实验二	邻二氮菲吸收光度法测定铁(条件试验)	61
实验三	水中微量铁的测定	63
实验四	槐花中芦丁的含量测定	64
实验五	紫外分光光度计的性能检验	66
实验六	吸收曲线的测绘及吸收系数的测定	70
实验七	丹皮酚注射液中丹皮酚的含量测定	71
实验八	双波长分光光度法测定安钠咖注射液中咖啡因和苯甲酸钠的含量	71
实验九	银黄注射液中黄芩苷和绿原酸的含量测定	73
实验十	导数光谱法测定安钠咖注射液中咖啡因的含量	75
实验十一	系数倍率法测定槐米中芦丁含量	76
实验十二	红外分光光度计性能检查	77
实验十三	固体样品红外光谱的测定(KBr法)	78
实验十四	液体样品红外光谱的测定	79
实验十五	SADTLER 红外标准光谱查阅方法练习	80
实验十六	硫酸奎宁的激发光谱与发射光谱的测定	93
实验十七	荧光法测定土霉素的含量	94
实验十八	原子吸收样品处理	95
实验十九	原子吸收法测定感冒冲剂中的铜	96
实验二十	氧化铝活度测定法(柱色谱法)	97
实验二十一	纸色谱法分离氨基酸	99
实验二十二	纸色谱法分离鉴定糖类成分	100
实验二十三	生物碱成分薄层层析	102
实验二十四	五味子的薄层色谱法鉴别	103
实验二十五	薄层扫描法定量分析	104
实验二十六	双黄连口服液中黄芩苷的含量测定	105
实验二十七	固定液的涂渍与色谱柱的填充	106
实验二十八	气相色谱仪性能检查	107
实验二十九	气相色谱法定性分析	111
实验三十	气相色谱法定量分析(外标法)	113
实验三十一	气相色谱法定量分析(内标法)	113
实验三十二	气相色谱法定量分析(归一化法)	114
实验三十三	高效液相色谱仪性能考察	115
实验三十四	高效液相色谱法定性分析	117
实验三十五	高效液相色谱法定量分析(外标法)	118

化学分析实验

一、分析化学实验课的任务和要求

分析化学是一门实践性很强的学科。分析化学实验课的任务是使学生加深对分析化学基本理论的理解,掌握分析化学实验的基本操作技能,养成严格、认真和实事求是的科学态度,提高观察、分析和解决问题的能力,为学习后继课程和将来从事实际工作打下必要的基础。为了完成上述任务,提出以下要求:

1. 做好预习工作

预习是为做好实验奠定必要的基础的,所以,学生在实验之前,一定要在听课和复习的基础上,认真阅读有关实验教材,明确本实验的目的、任务、有关原理、操作的主要步骤及注意事项,做到心中有数。并写好实验报告中的部分内容,以便实验时及时、准确地进行记录。

2. 在实验过程中

(1) 应手脑并用。在进行每一步操作时,都要积极思考这一步操作的目的和作用,可能出现什么现象等等,并认真细心观察理论联系实际,不能只是“照方配药”。

(2) 每人都必须备有实验记录本和报告单,随时把必要的数据和现象清楚正确地记录下来。

(3) 应严格地遵守操作程序及注意应注意之处。在使用不熟悉其性能的仪器和试剂之前,应查阅有关书籍(或讲义)或请教指导教师。不要随意进行实验,以免损坏仪器、浪费试剂、使实验失败,更重要的是预防发生意外事故。

(4) 自觉遵守实验室规则,保持实验室整洁、安静,使实验台整洁、仪器安置有序,注意节约和安全。

3. 实验完毕后

对实验所得结果和数据,按实际情况及时整理、计算和分析,重视总结实验中的经验教训,认真写好实验报告,按时交给指导老师。及时洗涤、清理仪器,切断(或关闭)电源和水阀。

在作记录和报告时,应注意以下几个问题:

(1) 一个实验报告大体包括下列内容:实验名称、实验日期、实验目的、简要原理、实验主要步骤的简要描述(可用箭头流程式表示),测量所得数据,各种观察与注解,计算和分析结果,问题和讨论。

其中前五项目及记录表格应在实验预习时写好,其余内容则应在实验过程中以及实验结

束时填写。

这几项内容的取舍、繁简，应视各个实验的具体需要而定，只要能符合实验报告的要求，能简化的应当简化，需保留的必须保留。报告示例见后。

(2) 记录和计算必须准确、简明(但必要的数据和现象应记全)、清楚，要使别人也容易看懂。

(3) 记录本的篇页都应编号，不要随便撕去。严禁在小片纸上记录实验数据和现象。

(4) 记录和计算若有错误，应划掉重写，不得涂改，绝对不允许私自凑数据。

(5) 在记录或处理分析数据时，一切数字的准确度都应做到与分析的准确度相适应，即记录或计算到第一位可疑数字为止。一般滴定分析的准确度是千分之一至千分之几的相对误差，所以记录或计算到第四位有效数字即可。

二、分析化学实验的一般知识

(一) 实验室注意事项

(1) 遵守实验室各项制度。

(2) 经常保持实验室的整洁和安静，注意桌面和仪器的整洁。

(3) 保持水槽清洁，切勿把固体物品投入水槽中。废纸和废屑应投入废纸箱内，废酸等废液应小心倒入废液缸内，切勿倒入水槽，以免腐蚀下水道。

(4) 爱护仪器，节约试剂、水和电等。

(5) 避免浓酸、浓碱等腐蚀性试剂溅在皮肤、衣服或鞋袜上。用 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等溶样时，操作应在通风橱中进行。通常应把浓酸加入水中，而不要把水加入浓酸中。

(6) 汞盐、氰化物、 As_2O_3 、钡盐、重铬酸盐等试剂有毒，使用时要特别小心。氰化物与酸作用放出剧毒的 HCN ！严禁在酸性介质中加入氰化物。

(7) 使用 CCl_4 、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有毒或易燃的有机溶剂时要远离火源和热源，用过的试剂倒入回收瓶中，不要倒入水槽中。

(8) 试剂切勿入口。实验器皿切勿用作食具。离开实验室时要仔细洗手，如曾使用过毒物，还应漱口。

(9) 每个实验人员离开实验室时应关闭水、电、门窗。

(二) 分析用纯水

根据分析的任务和要求的不同，对水的纯度要求也有所不同。一般的分析工作，采用蒸馏水或去离子水即可；超纯物质的分析，则需纯度较高的“超纯水”。在一般的分析实验中，离子选择电极法、配位滴定法和银量法用水的纯度较高。

纯水常用以下两种方法制备：

(1) 蒸馏法：蒸馏法能除去水中的非挥发性杂质，但不能除去易溶于水的气体。同是蒸馏而得的纯水，由于蒸馏器的材料不同，所带的杂质也不同。通常使用玻璃、铜和石英等材料制成的蒸馏器。

(2) 离子交换法：这是应用离子交换树脂分离出水中的杂质离子的方法。因此用此法制得的水通常称为“去离子水”。此法的优点是容易制得大量纯度高的水而成本较低。

(三) 试剂的一般知识

1. 常用试剂的规格

化学试剂的规格是以其中所含杂质多少来划分的,一般可分为四个等级,其规格和适用范围见表 1。

此外,还有光谱纯试剂、基准试剂、色谱纯试剂等。

光谱纯试剂(符号 S.P.)的杂质含量用光谱分析法已测不出或者其杂质的含量低于某一限度,这种试剂主要用作光谱分析中的标准物质。

基准试剂的纯度相当于或高于保证试剂。基准试剂用作滴定分析中的基准物是非常方便的,可用于直接配制标准溶液。

在分析工作中,选用的试剂的纯度要与所用方法相当,实验用水、操作器皿等要与试剂的等级相适应。若试剂都选用 G.R. 级的,则不宜使用普通的蒸馏水或去离子水,而应使用经两次蒸馏制得的重蒸馏水,所用器皿的质地也要求较高,使用过程中不应有物质溶解,以免影响测定的准确度。

选用试剂时,要注意节约原则,不要盲目追求纯度高,应根据具体要求取用。优级纯和分析纯试剂,虽然是市售试剂中的纯品,但有时由于包装或取用不慎而混入杂质,或运输过程中可能发生变化,或贮藏日久而变质,所以还应具体情况具体分析。对所用试剂的规格有所怀疑时应该进行鉴定。在特殊情况下,市售的试剂纯度不能满足要求时,分析者应自己动手精制。

表 1 试剂规格和适用范围

等级	名 称	英文名称	符 号	适用范围	标签标志
一级品	优级纯 (保证试剂)	guarantee reagent	G.R.	纯度很高,适用于精密分析 工作和科学研究工作	绿 色
二级品	分析纯 (分析试剂)	analytical reagent	A.R.	纯度仅次于一级品,适用于 多数分析工作和科学研究工作	红 色
三级品	化学纯	chemical pure	C.P.	纯度较二级差些,适用于一 般分析工作	蓝 色
四级品	实验试剂 (医用)	laboratorial reagent	L.R.	纯度较低,适用作实验帮助 试剂	棕色或其他 颜色
	生物试剂	biological reagent	B.R. 或 C.R.		黄色或其他 颜色

2. 取用试剂应注意事项

(1) 取用试剂时应注意保持清洁。瓶塞不许任意放置,取用后应立即盖好,以防试剂被其他物质沾污或变质。

(2) 固体试剂应用洁净干燥的小勺取用。取用强碱性试剂后的小勺应立即洗净,以免腐蚀。

(3) 用吸管吸取试剂溶液时,决不能用未经洗净的同一吸管插入不同的试剂瓶中吸取试剂。

(4) 所有盛装试剂的瓶上都应贴有明显的标签,写明试剂的名称、规格及配制日期。千万不能在试剂瓶中装入不是标签上所写的试剂。没有标签标明名称和规格的试剂,在未查明前不能随便使用。书写标签最好用绘图墨汁,以免日久褪色。

(5) 在分析工作中,试剂的浓度及用量应按要求适当使用,过浓或过多,不仅造成浪费,而且还可能产生副反应,甚至得不到正确的结果。

实验一 分析天平与称量

一、目的要求

- (1) 了解分析天平的结构,熟悉砝码组合。
- (2) 学会正确使用天平。
- (3) 掌握直接称量和减量称量的方法。

二、基本原理

分析天平是定量分析中最重要的仪器之一,每一项定量分析工作都直接或间接地需要使用天平,常用的分析天平有阻尼天平、半自动电光天平、全自动电光天平、单盘电光天平、微量天平和电子天平等。这些天平的构造和使用方法上虽有些不同,但基本原理是相同的。

1. 分析天平的原理(构造)

各类分析天平都是根据杠杆原理设计制造的。

(1) 电光天平的构造:图 1-1 为半自动电光分析天平结构示意图。

① 天平梁:是天平的主要部件。多用质轻坚固、膨胀系数小的铝铜合金制成,起平衡和承载物体的作用。梁上装有三个棱形的玛瑙刀,其中一个装在正中的称为中刀或支点刀,刀口向下;另外两个与中刀等距离的分别安装在梁的两端,称为边刀或承重刀,刀口向上。三个刀口必须完全平行且位于同一水平面上。

② 支柱和水平泡:支柱是金属做的中空圆柱,下端固定在天平底座中央,支撑着天平梁。在支柱上装有水平泡,借螺旋脚调节天平放置水平。

③ 指针和感量螺丝:指针固定在梁的正中,下端的后面有一块刻有分度的标牌,借以观察天平梁倾斜程度。指针上装有感量螺丝,用来调节梁的重心,以改变天平的灵敏度。

④ 吊耳和天平称盘:吊耳挂在两个边刀上,下面挂有称盘,通常左盘放被称物,右盘放砝码。

⑤ 空气阻尼器:由两个特制的金属圆筒构成,外筒固定在支柱上,内筒比外筒略小,悬于吊耳钩下,两筒间隙均匀,没有磨擦。当梁摆动时,左右阻尼器的内筒也随着上下移动,使筒内外空气的压力一致,便产生抵制膨胀和压缩的力,即产生抑制梁摆的力。这样利用筒内空气阻力使之很快停摆达到平衡,以加快称量速度。

⑥ 盘托和升降枢:为了使天平盘在不载重时稳定,或在称量时防止梁倾斜过度,故在盘

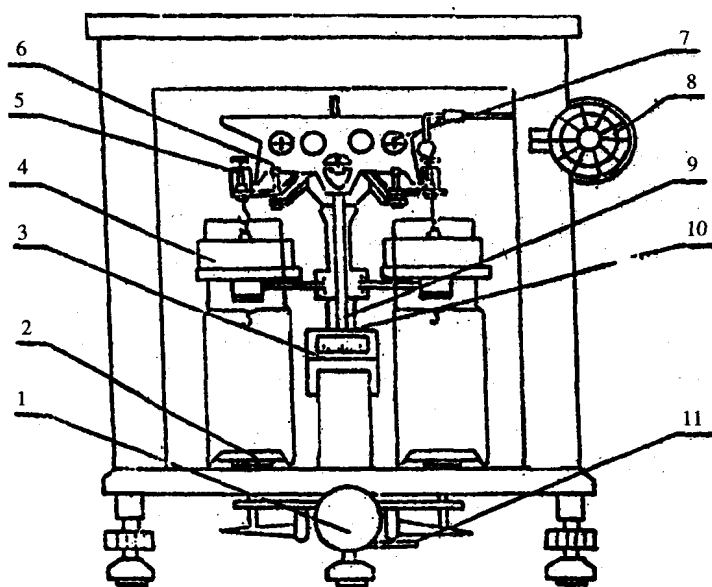


图 1-1 半自动电光天平

1—升降旋钮；2—称盘；3—投影屏；4—空气阻尼器；5—玛瑙刀；6—天平梁；
7—平衡螺丝；8—机械加码器；9—指针；10—立柱；11—金属拉杆

下装有盘托,为了使天平梁支撑起来进行称量,应用旋钮控制升降枢,将梁托起进行称量。

⑦ 平衡螺丝:在梁的上部两端各装有一个平衡螺丝,用来调节天平的零点。

⑧ 天平箱:它起保护天平的作用,同时在称量时,减少外界温度、空气流动、人的呼吸等的影响。箱下装有三只脚,前面两个是供调整天平水平位置的螺旋脚,三只脚都放在垫脚中。

⑨ 砝码:每台天平都附有一盒配套的砝码。为了便于称量,砝码大小有一定的组合规律,通常采取 5、2、2^{*}、1 系统的组合,也有 5、3、2、1 系统组合的,并按固定的顺序放在砝码盒中。面值相同的砝码(或称名义质量相同的砝码),它们之间的重量有微小的差重,所以面值相同的砝码上均打有标记以示区别。1g 以上的砝码用铜合金或不锈钢制成;1g 以下用园形砝码(环码)通过指数盘带动操纵杆自动地将环码加上或取下。环码安装在天平的右侧刀口上方,大都按 1、1^{*}、2、5 的方式组合。另一个是光学读数装置,即在指针的一端装有一个透明的微分标尺,后面用灯光照射,标尺经透镜放大 10~20 倍,再由反射镜反射到投影屏上。通过光学系统将指针偏移的程度放大在投影屏上,直接读出 10mg 以下的重量。

(2) 单盘电光天平的构造:单盘天平的构造如图 1-2 所示。它与以上所介绍的分析天平稍有不同,属于不等臂天平,天平只有一个称盘,盘上部悬挂天平最大载重的全部砝码。梁的另一端,由重锤和阻尼器与天平盘平衡。称量时,将称量物放在盘内,减去与物体等量的砝码,使天平恢复平衡。减去的砝码的重量就是称量物的重量,它的数值大小直接反映在天平前方的读数器上,10mg 以下重量仍由投影屏上读出。此种天平由于被称物和砝码都在同一盘上称量,不受臂长不等的影响,并且由于总是在天平最大负载下称量,因此,天

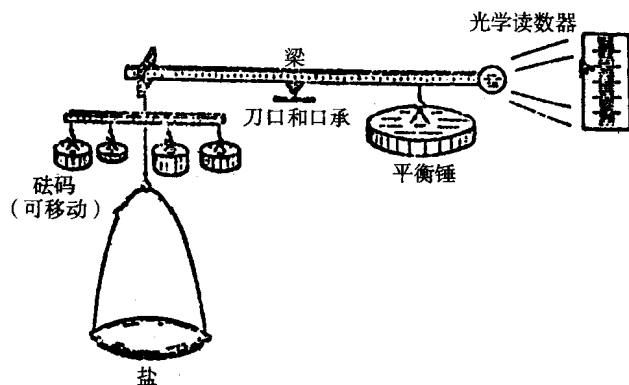


图 1-2 单盘天平结构原理图

平的灵敏度基本不变，所以是比较精密的一种天平。

(3) 电子天平：电子天平是天平中最新发展的一种，目前应用的主要有顶部承载式和底部承载式电子天平。最初研制的电子天平是顶部承载式。顶部承载式电子天平是根据电磁力补偿工作原理制造的，它是采用石英管梁制得的，此梁可保证天平具有极佳的机械稳定性和热稳定性。此梁上固定着电容传感器和力矩线圈，横梁一端挂有秤盘和机械减码装置。称量时，横梁围绕支承钢丝偏转，传感器输出电信号，经整流放大反馈到力矩线圈中，使横梁反向偏转恢复零位。此力矩线圈中的电流能被放大并模拟质量数字显示。

电子天平较机械天平价格昂贵，但是它称量快速、简便。把物体放到称量盘上后，几乎立即就能用数字显示出质量。它还可与打印机、计算机、记录仪等联用，以获得连续的可靠的打印记录。

2. 天平的性能

天平作为精密的衡量仪器，必须具有适当的灵敏度、准确性、稳定性和不变性等性能。

(1) 天平的灵敏度：天平的灵敏度一般是指天平盘上增加 1mg 所引起的指针在读数标牌上偏移的格数，灵敏度(E)的单位为分度/mg，在实际工作中，常用灵敏度的倒数来表示天平的灵敏程度，即

$$S = \frac{1}{E} (\text{mg/分度})$$

S 称为天平的分度值，也称感量，单位为毫克/分度。因此，分度值是使天平的平衡位置产生一个分度变化时所需要的重量值(毫克数)。可见，分度值越小的天平，其灵敏度越高。例如，某天平的灵敏度为 2.5 分度/mg，则该天平的分度值为：

$$S = \frac{1}{E} = \frac{1}{2.5} = 0.4 (\text{mg/分度})$$

① 天平灵敏度的测定：零点的测定，接通电源，慢慢开动天平，在不载重情况下，检查投影屏上标尺的位置，若零点与投影屏上的标线不重合，可拨动旋钮下面的扳手，挪动一下投影屏的位置，使其重合，若相差较大，则可借平衡螺丝调整使其重合，即为电光天平的

零点。

② 灵敏度的调节：电光天平是由光幕直接读出毫克以下的重量，所以必须在使用前调节其灵敏度，使每 1 分度恰为 0.1mg，为此，先调节零点，在天平的左盘上放一个校准过的 10mg 圈码，启动天平，标尺应移至 100 ± 2 分度范围内，则分度值为 $10\text{mg}/100 \text{分度} = 0.1\text{mg}/\text{分度}$ 。通过由光学系统放大的分度数，可直接读出 10mg 以下的重量，并准确至 0.1mg。如果标尺移动的分度数超出 100 ± 2 范围，则应调节其灵敏度，使之符合要求。

当载重时，天平的灵敏度随载重的增加而减小。必要时，可制作灵敏度曲线，即分别测定空载和载重为 5g、10g、20g、30g、40g、50g 时相应的灵敏度，然后以灵敏度为纵坐标，载重量为横坐标，绘出灵敏度曲线。

(2) 天平的准确性：天平的准确性系指天平的等臂性而言。对一架完好的天平，虽不能要求其两臂长完全相等，但两臂长之差应符合一定的要求（长度差值相对于臂长不超过 $1/40000$ ），以控制天平不等臂所引起的误差不超过一定的程度。

影响天平准确性的因素：设天平两臂长分别为 a 和 b ，两臂长的差值 $a - b = \delta$ ，若两臂载重分别为 P 、 $P + m$ ，则推得公式：

$$e = \frac{\delta}{b} P$$

由上式可知，天平不等臂性产生的误差 e 与天平载重 P 成正比，即载重愈大，误差愈大。同时， e 与 δ/b 也成正比， δ/b 绝对值愈小，误差 e 也愈小。

天平的等臂性是会变动的。对新出厂的天平，一般要求它在最大载荷下由等臂性引起的指针摆动偏移不超过标牌 3 个最小分度。但一般称量常比最大载荷小很多，因此这一误差会减小到不足估计的程度。所以，天平检定规程里，规定在使用中对普通标牌的天平可允许有 6 个最小分度的变化，对电光天平允许由不等臂性引起的误差不超过 9 个最小分度。

用等臂天平称量时，由于天平不等臂引起的误差是难免的，这种误差属于系统误差。在精密衡量中可采用替代法称量，以抵消其误差。这种称量方法是在天平左盘置一固定质量的重物，右盘加上砝码使之与它平衡，然后，在右盘上放上待称量的物体，再逐渐减除砝码，重新使之平衡，减少的砝码质量即为待测物体的质量。因为衡量只在一盘上进行，另一盘中质量只为平衡用，所以抵消了不等臂性的误差。目前设计制造的单盘天平，就是利用这一原理进行称量的，单盘天平属于不等臂天平。

天平两臂在受热不均匀时，臂长将发生改变。这时如果物体放在臂短的一边，得出的质量要比实际质量小；反之，得出的质量比实际质量为大。设横梁两臂的温度差为 0.5°C ，横梁用铝合金制造，重 90g，则称量 20g 的物体时所引入的称量误差约为 0.5mg，可见天平两臂的不均匀受热，不容忽视。

(3) 天平的稳定性：天平梁在平衡状态受到扰动后能自动回到初始平衡位置的能力，称为天平的稳定性。天平不仅要有一定的灵敏度，而且要有相当的稳定性，才能完成准确的称量。灵敏度和稳定性是相互矛盾的两种性质。对天平的灵敏度和稳定性两者都要兼顾到，才能使它处于最佳状态。

天平的稳定性主要与天平梁的重心和支点的位置以及天平梁上一个支点刀刃和两个重

点刀刃在平面上的距离有关。

在一般情况下，天平的稳定性是通过改变天平的重心，即移动感量铊来调节的。重心离支点愈远，天平愈稳定。

(4) 天平的不变性：天平的不变性是指天平在同一个质量差的作用下，各次平衡位置相重合不变的性能。

在同一台天平上使用同一组砝码，多次称量同一重物，实际上不可能得到绝对完全重合的结果，一般称量结果都存在着微小的差异，这差异称为示值变动性。

示值变动性是指在不改变天平平衡状态的情况下，多次开关天平，天平平衡位置的重复性、稳定性只与天平横梁的重心位置有关，示值变动性不仅与横梁重心有关，还与湿度、气流、震动，以及横梁的调整状态等因素有关，一台天平的准确度除与灵敏度有关外，还与其变动性有关系。因此，只有在保证变动性不超过允许范围的前提下提高灵敏度，才能保证天平的准确度，单纯提高灵敏度是无意义的。示值变动性以毫克表示，一般允许范围是 $0.1 \sim 0.2\text{mg}$ 。

示值变动性的测定：连续数次(一般是 $3 \sim 5$ 次)测定天平的零点 L_0 与载重时的停点 L 按下式计算天平的最大变动性：

空盘天平最大变动性 = $(L_{0\text{最大值}} - L_{0\text{最小值}}) \times \text{空盘分度值}$

载重天平最大变动性 = $(L_{\text{最大值}} - L_{\text{最小值}}) \times \text{载重分度值}$

3. 称量的一般程序和方法

(1) 取下天平罩，叠好后平放在天平箱右后方的台面上或天平箱的顶上。

(2) 称量时，操作者面对天平端坐，记录本放在胸前的台面上，存放和接受称量物的器皿放在天平箱左侧，砝码盒放在右侧。

(3) 称量开始前应作如下检查和调整：

(a) 了解待称物体的温度与天平箱里的温度是否相同。如果待称物体曾经加热或冷却过，必须将该物体放置在天平箱近旁相当时间，待该物体的温度与天平箱里的温度相同后再进行称量。盛放称量物的器皿应保持清洁干燥。

(b) 察看天平秤盘和底板是否清洁。秤盘上如有粉尘，可用软毛刷轻轻扫净，如有斑痕脏物，可用浸有无水酒精的麂皮轻轻擦拭。底板如不干净，可用毛笔拂扫或用细布擦拭。

(c) 检查天平是否处于水平位置。若气泡式水准器的气泡不在圆圈的中心，用手旋转天平底板下的两个垫脚螺丝，以调节天平两侧的高度直至达到水平为止。使用时不得随意挪动天平的位置。

(d) 检查天平的各个部件是否都处于正常位置(主要察看的部件是横梁、吊耳、秤盘、环码等)，如发现异常情况，应报告教师处理。

(4) 确定和调节天平零点：电光天平标牌上的零线如与投影屏上的标线不重合，可拨动升降枢下面的拨杆使其对准，如使用拨杆或零点旋扭仍不能调至零时，可细心调节位于横梁上的平衡螺丝(电光天平一般调节横梁左边的螺丝)，直至微分标牌上零线对准投影屏上的标线为止。

至此，各种准备工作业已完毕，天平处于工作状态，可以开始称量。

(5) 试重：将被称物体放入左盘并关好左边门，估计被称物体的大致质量，在右盘放入稍大于被称物体质量的砝码，开始试重。在试重过程中，为了尽快达到平衡，选取砝码应遵循“由大至小，中间截取，逐级试验”的原则，试加砝码时应半开天平进行试验。对于电光天平，要记住“指针总是偏向轻盘，标牌投影总是向重盘方向移动”。这样，就能迅速判断左右两盘孰轻孰重。

(6) 读数与记录：称量的数据应立即用钢笔或圆珠笔记录在原始数据记录本上，不能用铅笔书写，也不得记录在零星纸片上和其它物品上。记录砝码数值时应先照砝码盒里的空位记下，然后按大小顺序依次核对秤盘上的砝码，若已称完，可同时将其放回砝码盒空位。对于组合砝码，可一次读取总的数值，但最好再重读一遍。

(7) 称量结束后应使天平恢复原状；具有机械挂砝码装置的天平，读数后应将各个指数盘转回零位；电光天平，应切断电源；再检查一遍横梁是否托起，有无物品遗留在秤盘上或天平箱里。然后关好所有天平门，将砝码盒放到天平箱顶部的玻璃板上；用布罩罩好天平；将坐凳放回原位。方可离开天平室。

4. 称样的方法

在分析化学实验中，称取试样经常用到的方法有：指定质量称样法、递减称样法及直接称样法。

(1) 指定质量称样法：在分析化学实验中，当需要用直接法配制指定浓度的标准溶液时，常常用指定质量称样法来称取基准物质。此法只能用来称取不易吸湿的，且不与空气中各种组分发生作用的、性质稳定的粉末状物质，不适用于块状物质的称量。

具体操作方法如下：首先调节好天平的零点，用金属镊子将清洁干燥的深凹型小表面皿(通常直径为6cm，也可以使用扁型称量瓶)放到左盘上，在右盘加入等重的砝码使其达到平衡。再向右盘增加约等于所称试样质量的砝码(一般准确至10mg即可)，然后用小牛角勺向左盘上表面皿内逐渐加入试样，半开天平进行试重。直到所加试样只差很小质量时(如用电光天平称量，此量应小于微分标牌满标度，通常为10mg)，便可以开启天平，极其小心地以左手持盛有试样的牛角勺，伸向表面皿中心部位上方约2~3cm处，用左手拇指、中指及掌心拿稳牛角勺，以食指轻弹(最好是摩擦)牛角勺柄，让勺里的试样以非常缓慢的速度抖入表面皿(如图1-3所示)。这时眼睛既要注意牛角勺，同时也要注意微分标牌投影屏，待微分标牌正好移动到所需要的刻度时，立即停止抖入试样。注意此时右手不要离开升降枢。

此步操作必须十分仔细，若不慎多加了试样，只能关闭升降枢，用牛角勺取出多余的试样，再重复上述操作直到合乎要求为止。然后，取出表面皿，将试样直接转入接受器。

操作时应注意：

① 加样或取出牛角勺时，试样决不能失落在秤盘上。开启天平加样时，切忌抖入过多的试样，否则会使天平突然失去平衡。

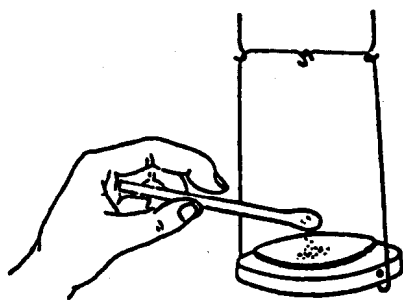


图 1-3

② 称好的试样必须定量地由表面皿直接转入接受器。若试样为可溶性盐类，沾在表面皿上的少量试样粉末可用蒸馏水吹洗入接受器。

(2) 递减(差减)称样法：称取试样的量是由两次称量之差求得的，一般称样都采用此法。

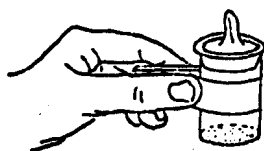


图 1-4

操作方法如下：用手拿住表面皿的边沿，连同放在上面的称量瓶一起从干燥器里取出。用小纸片夹住称量瓶盖柄，打开瓶盖，将稍多于需要量的试样用牛角勺加入称量瓶，盖上瓶盖。用清洁的纸条叠成约 1cm 宽的纸带套在称量瓶上，左手拿住纸带尾部。(见图 1-4)把称量瓶放在天平左盘的正中位置，选取适量的砝码放在右盘上使之平衡，称出称量瓶加试样的准确质量(准确到 0.1mg)，记下砝码的数值。左手仍用原纸带将称量瓶从天平盘上取下，拿到接受器的上方，右手用纸片夹住瓶盖柄，打开瓶盖，但瓶盖也不离开接受器上方。将瓶身慢慢向下倾斜，这时原在瓶底的试样逐渐流向瓶口。接着，一面用瓶盖轻轻敲击瓶口内缘，一面转动称量瓶使试样缓缓倒入接受容器内，待加入的试样量接近需要量时(通常从体积上估计或试重得知)，一边继续用瓶盖轻敲瓶口，一边逐渐将瓶身竖直，使粘在瓶口附近的试样落入接受容器或落回称量瓶底部。然后盖好瓶盖，把称量瓶放回天平左盘，取出纸带，关好左边门，准确称其质量。两次称量读数之差即为倒入接受容器里的第一份试样质量。若称取三份试样，则连续称量四次即可。

操作时应注意：

① 若倒入的试样量不够时，可重复上述操作，如倒入的试样量大大超过所需量，则只能弃去重作。

② 盛有试样的称量瓶除放在表面皿和秤盘上或用纸带拿在手中外，不得放在其他地方，以免沾污。

③ 套上或取出纸带时，不要碰着称量瓶口，纸带应放在清洁的地方。

④ 粘在瓶口上的试样应尽量处理干净，以免粘到瓶盖上或丢失。

⑤ 要在接受容器的上方打开瓶盖，以免可以粘附在瓶盖上的试样失落它处。

递减称样法比较简便、快速、准确，在分析化学实验中常用来称取待测样品和基准物，是最常用的一种称量法。倾样操作见图 1-5。

(3) 直接称样法：对某些在空气中没有吸湿性的试样或试剂，如金属、合金等，可以用直接称样法称样。即用牛角勺取试样，放在已知质量的清洁而干燥的表面皿或硫酸纸上，一次称取一定质量的试样，然后将试样全部转移到接受容器中。

放在空气中的试样通常都含有湿存水，其含量随试样的性质和条件而变化。因此，不论用上面哪种方法称取试样，在称量前均必须采用适当的干燥方法，将其除去。

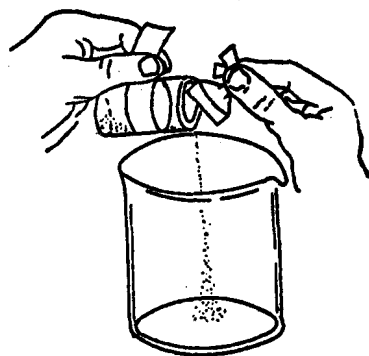


图 1-5 倾样操作

① 对于性质稳定不易吸湿的试样,可将试样薄薄地铺在表面皿或蒸发皿上,然后放入烘箱,在指定温度下,干燥一定时间,取出后放在干燥器里冷却,最后转移至磨口试剂瓶里备用。盛样试剂瓶通常存放在不装干燥剂的干燥器里。经过干燥处理的试样即可放入称量瓶,用递减法称量。称取单份试样也可使用表面皿。

② 对于易潮解的试样,可将试样直接放在称量瓶里干燥,干燥时应把瓶盖打开,干燥后把瓶盖松松地盖住,放入干燥器中,放在天平箱近旁冷却。称量前应将瓶盖稍微打开一下立即盖严,然后称量。需要特别指出的是,由于这类试样很容易吸收空气中的水分,故不宜采用递减称样法连续称量,一个称量瓶一次只能称取一份试样,并且,倒出试样时应尽量把瓶中的试样倒净,以免剩余试样再次吸湿而影响准确性。因此,要求最初加入称量瓶里的试样量,尽可能接近需要量。整个称量过程进行要快。如果需要称取两份试样,则应用两个称量瓶盛试样进行干燥。

这种“一个称量瓶一次只称取一份试样”的方法是在要求较高的情况下才采用。

③ 对于含结晶水的试样,如果在除去湿存水的同时,结晶水也会失去的话,则不宜进行烘干。此时,所得分析结果应以“湿样品”表示。受热易分解的试样,也应如此。

三、分析天平的称量练习

(一) 仪器和试样

分析天平和砝码,台秤和砝码,小烧杯(25ml 或 50ml)2 只,称量瓶 1 只,试剂或试样(因初次称量,宜采用不易吸潮的结晶状试剂或试样)。

(二) 操作步骤

1. 准备 2 只净洁、干燥并编有号码的小烧杯,先在台秤上粗称其质量(准确到 0.1g),记在记录本上。然后进一步在分析天平上精确称量;准确到 0.1mg。(为什么)

2. 取一只装有试样的称量瓶,粗称其质量,再在分析天平上精确称量,记下质量为 W_1g 。然后自天平中取出称量瓶,将试样慢慢倾入上面已称出质量的第一只小烧杯中。倾样时,由于初次称量,缺乏经验,很难一次倾准,因此要试称,即第一次倾出少一些,粗称此量,根据此质量估计不足的量(为倾出量的几倍),继续倾出,然后再准确称量,设为 W_2g ,则 $(W_1 - W_2)$ 即为试样的质量。例如要求称量 0.2 ~ 0.4g 试样,若第一次倾出的量为 0.15g, (不必称准至小数点后第四位。为什么?)则第二次应倾出相当于或加倍于第一次倾出的量,其总量即在需要的范围内。第一份试样称好后,再倾第二份试样于第二只烧杯中,称出称量瓶加剩余试样的质量,设为 W_3g ,则 $(W_2 - W_3)$ 即为第二份试样的质量。

3. 分别称出两个“小烧杯 + 试样”的质量,记为 W_4 和 W_5 。

4. 结果的检验

(1) 检查 $(W_1 - W_2)$ 是否等于第 1 只小烧杯中增加的质量; $W_3 - W_4$ 是否等于第 2 个小烧杯中增加的质量;如不相等,求出差值,要求称量的绝对差值小于 0.5mg。

(2) 再检查倒入小烧杯中的两份试样的质量是否合乎要求(即在 0.2 ~ 0.4g 之间)。

(3) 如不符合要求,分析原因并继续再称。

四、实验报告示例