

陶明 范淑辉 主编

FENXI HUAXUE SHIYAN

分析化学 实验



四川出版集团 · 四川科学技术出版社

分析化学实验

主 编 陶 明 范淑辉

副主编 刘 洪 罗 茜 李远军 任永波

参编人员(按姓氏笔画排列)

马金华 任永波 刘 洪 李远军 范淑辉
罗 茜 段晓静 侯济民 敖 波 陶 明
蒋中国

四川出版集团
四川科学技术出版社

图书在版编目(CIP)数据

分析化学试验/陶明,范淑辉主编. — 成都:四川科学技术出版社,2007.4

ISBN 978-7-5364-6213-7

I. 分… II. ①陶…②范… III. 分析化学-化学实验
IV. 0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 043050 号

分析化学试验

主 编 陶 明 范淑辉
责任编辑 张 蓉
封面设计 何东琳
责任出版 邓一羽
出版发行 四川出版集团·四川科学技术出版社
成都市三洞桥路 12 号 邮政编码 610031
成品尺寸 185mm×260mm
印张 12.5 字数 280 千
印 刷 郫县犀浦印刷厂
版 次 2007 年 4 月成都第一版
印 次 2007 年 4 月成都第一次印刷
定 价 22.00 元
ISBN 978-7-5364-6213-7

■ 版权所有·翻印必究 ■

■ 本书如有缺页、破损、装订错误,请寄回印刷厂调换。

■ 如需购本书,请与本社邮购组联系。

地址/成都市三洞桥路 12 号 电话/(028)87734081

邮政编码/610031

前 言

分析化学实验是化学专业的基础课。为了适应高等教育改革和社会经济发展的需要,我们根据十多年从事分析化学实验教学的体会,充分吸收国内外同类教材的长处,组织编写了这本《分析化学实验》教材。本书有以下特点:

1. 编写中以“精、全、实”为指导思想,在教材的科学性、先进性、可读性、实用性上下工夫,力求反映分析化学实验的基本教学规律和新成就,力求概念准确、深入浅出、突出重点,便于教学和自学。

2. 将传统的化学分析与仪器分析合编,内容包括滴定分析法、重量分析法、紫外可见分光光度法、红外光谱法、原子发射光谱法、原子吸收分光光度法、电导分析法、电位分析法、电解分析和库仑分析法、伏安法与极谱法、气相色谱法、高效液相色谱法。

3. 全书共分十三章,每个实验末附有提问或思考题。在编写中既考虑实用性,也注重先进性。实验内容除少量的验证性实验外,大部分为应用性实验。本书是作者根据多年教学经验编写而成的,较以前使用的同类教材增加了实际样品的分析测试,全书提供了 50 多个实验供选做。书中既介绍了现在大量使用的通用型号仪器,也讲述了具有代表性的较先进仪器。

本书由陶明、范淑辉任主编,刘洪、罗茜、李远军、任永波任副主编。编写分工情况如下:第一章侯济民,第二章范淑辉、任永波,第三章、第八章蒋中国,第四章李远军,第五章、第六章罗茜,第七章陶明,第九章段晓静,第十章、第十一章刘洪,第十二章敖波,第十三章、附录马金华。全书由陶明统稿、审定。

本书可作为高等院校化学专业、应用化学专业、环境科学、食品科学、制药工程专业等的分析化学实验教材,也可供其他相关专业及厂矿企业的分析检验人员参考使用。由于编者学识水平和经验有限,书中错误在所难免,恳请广大师生和专家、学者提出宝贵意见。

编者

目 录

第一章 绪论	1
第一节 分析化学实验的目的和要求	1
第二节 分析实验基本知识	3
第三节 分析天平及其使用	6
第四节 实验数据的记录和处理	12
第二章 滴定分析法	16
第一节 概述	16
第二节 滴定分析常用器皿的使用	17
实验一 分析天平称量练习	22
实验二 酸碱标准溶液的配制及滴定练习	24
实验三 酸碱标准溶液的比较滴定及标定	25
实验四 果蔬中总酸度的测定	27
实验五 硫酸铵肥料中含氮量的测定(甲醛法)	28
实验六 混合碱的测定(双指示剂法)	30
实验七 水中总硬度的测定	32
实验八 混合阳离子 Bi^{3+} 、 Pb^{2+} 、 Mg^{2+} 混合阳离子含量的测定	33
实验九 胃舒平药片中铝和镁的测定	34
实验十 工业过氧化氢含量的测定	35
实验十一 高锰酸钾法测钙	37
实验十二 铁矿中铁含量的测定	38
实验十三 铜盐中铜含量的测定	39
实验十四 葡萄糖含量的测定——碘量法	42
实验十五 氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	43
第三章 重量分析法	45
第一节 概述	45
第二节 重量分析基本操作	45
第三节 干燥器及其使用	53
实验十六 沉淀重量法测定钡(灼烧干燥恒重)	53
第四章 紫外可见分光光度法	56
第一节 基本原理	56
第二节 分光光度计	58

实验十七 分光光度法测定条件的选择	62
实验十八 邻二氮菲分光光度法测定铁	64
实验十九 有色混合物的同时测定	66
实验二十 水中锰的测定(高碘酸钾分光光度法)	68
实验二十一 苦荞粉中铜的测定	69
实验二十二 苯的紫外吸收光谱的测绘及溶剂对紫外吸收光谱的影响	70
实验二十三 紫外分光光度法测定茶	71
实验二十四 紫外吸收光谱法测定 APC 片剂中 乙酰水杨酸的含量	72
第五章 红外光谱分析法	75
第一节 基本原理	75
第二节 红外分光光度计	77
第三节 红外光谱法的应用	81
实验二十五 红外吸收光谱测绘	83
实验二十六 红外光谱法分析有机物结构	84
第六章 原子发射光谱法	86
第一节 基本原理	86
第二节 发射光谱分析法仪器	89
实验二十七 发射光谱定性分析	91
第七章 原子吸收分光光度法	94
第一节 基本原理	94
第二节 原子吸收分光光度计	95
实验二十八 火焰原子吸收光谱分析法仪器最佳条件选择	105
实验二十九 火焰原子吸收法测定苦荞麦粉中钙的含量	107
实验三十 原子吸收分光光度法测定黄酒中铜和镉的含量 - 标准加入法	108
实验三十一 石墨炉原子吸收光谱法测定牛奶中的微量铜	110
实验三十二 石墨炉原子吸收光谱法测定水中的镉	111
第八章 电导分析法	113
第一节 基本原理	113
第二节 DDS-11A 型电导率仪的使用	114
实验三十三 电导法测定水的电导率	115
实验三十四 电导滴定法测定 HCl-HAc 混合溶液	116
第九章 电位分析法	119
第一节 基本原理	119
第二节 典型仪器的使用	123
实验三十五 氟离子选择电极测定饮用水中的氟	127
实验三十六 食品中氟的测定(标准加入法)	129

实验三十七	pH 自动滴定测定混合碱	130
实验三十八	电位滴定测定硝酸银标准溶液的浓度	132
实验三十九	氯、碘混合液中氯、碘的连续测定	133
第十章	电解分析和库仑分析法	135
第一节	电解分析	135
第二节	库仑分析	137
实验四十	控制阴极电位电解法测定铜和铅	140
实验四十一	库仑滴定法标定硫代硫酸钠溶液的浓度	141
实验四十二	库仑滴定法测定维生素 C	142
第十一章	伏安分析法与极谱分析法	144
第一节	基本原理	144
第二节	伏安分析法与极谱分析法的仪器	148
实验四十三	极谱法同时测定水样中铅和镉	150
实验四十四	阳极溶出伏安法测定水样中的铜、镉含量	152
第十二章	气相色谱法	155
第一节	色谱法的基本原理	155
第二节	气相色谱仪	160
实验四十五	混合物的保留值法定性及归一化法定量分析	167
实验四十六	内标法测定白酒中的异戊醇	169
实验四十七	气相色谱法测定混合醇	171
第十三章	高效液相色谱法	173
第一节	基本原理	173
第二节	高效液相色谱仪	173
实验四十八	反相高效液相色谱法分离芳烃类化合物	179
实验四十九	苯、萘、联苯的高效液相色谱分析及柱效能的测定	181
实验五十	高效液相色谱法测定饮料中的咖啡因	182
附录		185
参考资料		191

第一章 绪论

第一节 分析化学实验的目的和要求

一、目的

分析化学实验是一门实践性很强的课程,理论教学与实验教学是一个不可分割的完整体系。搞好实验教学,是完整掌握这门课程的重要环节。

通过本实验的学习,可以加深对化学分析和仪器分析基础理论的理解,正确掌握分析方法的基本操作技术和常见的分析测试方法与手段,提高观察、分析和解决问题的能力,培养实事求是的科学态度和认真细致的工作作风,为学习后续课程打下良好的基础。

通过本实验的学习,可以深入地了解:同一物质的化学组成的研究可以有各种不同的分析方法,同一分析方法可以研究不同物质中的同一成分,而相同的分析方法其条件不同时可以得到不同的现象和结果。因而可激发学生进行创造性思维,努力通过实践去认识事物的客观规律,从而培养学生的创新精神和提高学生的实践能力,为将来从事科学研究打下良好基础。

因此,分析化学实验的教学应达到下述目的:

1. 加深对化学分析和仪器分析的基础理论的理解,加深“实践出真知”的认识,克服重理论轻实践的倾向。
2. 正确地掌握化学分析和仪器分析实验的基本操作,提高观察、分析和解决问题的实际动手能力。
3. 严格树立准确“量”的概念,养成良好的实验习惯,严谨的科学态度和实事求是的工作作风。
4. 了解各种现代分析测试方法和手段在各行业中的地位与作用及与自己所学专业的联系。

二、要求

为实现上述教学目的,要求做到:

1. 实验课前必须认真预习实验教材(讲义)或实验指导书,了解实验目的、实验仪器设备的结构及工作原理、实验操作步骤,复习与实验有关的理论知识。写出实验预习报告,预习报告应包括实验的原理、步骤、数据记录表格、计算公式,实验过程中的注意事项等。
2. 进入实验室应衣着整洁,遵守实验室规则。按时上、下课,不得迟到、早退和旷课。对于已预约进入开放实验室上课的学生,必须按预约时间上课。
3. 服从实验教师安排,认真回答教师的提问,按计划和步骤进行实验,不得在实验课上

做与实验无关、有违实验室管理及安全的事情;注意实验安全,爱护实验仪器;注意节约实验物品,避免造成损坏及浪费。

4. 实验过程中应严谨、认真地独立完成实验,培养规范的、科学的工作作风。要注意观察,精心操作,准确记录原始数据并认真分析。获得实验数据及结果后,须经实验教师检查、签字。不得抄袭、伪造实验数据或实验报告。

5. 实验中,仪器设备发生不正常现象时,应及时报告指导教师。发生人身安全事故时,应立即切断相应的电源、气源等,并听从指导教师的指挥,要沉着冷静,不要惊慌。如发现仪器设备损坏,应及时报告,查明原因。凡属违反操作规程导致设备损坏的,要追究责任,照章赔偿。

6. 实验结束要及时关闭水源,切断电源,对所用仪器设备进行整理并恢复到原始状态,实验产生的废弃物需按有关规定统一处理。做好清洁卫生工作,保持仪器、台面、水槽的洁净。经实验教师检查允许后,方可离开实验室。

7. 完成实验后应撰写实验报告。实验报告应书写工整,图形清晰,实验数据真实、有效,按照规定的时间和要求完成并交实验教师批改。

附:实验报告的格式

1. 实验原理 应包括有关反应方程式、结果的计算公式以及一些与本次实验有关的理论知识。

2. 简单的实验操作步骤 以最简单的文字写出实验步骤。

3. 实验记录和结果计算 以表格形式将实验中得到的数据如实记录下来,并将结果计算出来一并列在表中。根据实验内容,有时还应计算此次实验的相对平均偏差,一并列在表中。

4. 讨论 对本次实验中出现的异常现象进行讨论,对实验内容和方法提出改进意见。

三、安全知识

(一)分析仪器的使用要求

1. 实验所使用的玻璃仪器按清单清点后为一人一套,如有损坏,应按价赔偿。

2. 实验中所使用的精密仪器应严格按操作规程使用,使用完后应拔去插头,仪器各旋钮恢复至原位,在仪器使用记录本上签名并记录其状态。

3. 实验时应节约用水、用电,实验器材一律不得私自带离实验室。

(二)对试剂药品的使用要求

1. 实验室内禁止饮食、吸烟,不能以实验容器代替水杯,餐具使用,防止试剂入口,实验结束后应洗手。

2. 使用 As_2O_3 、 $HgCl_2$ 等剧毒品时要特别小心,用过的废物、废液不可乱倒,应回收或加以特殊处理。

3. 使用浓酸、浓碱或其他具有强烈腐蚀性的试剂时,操作要小心,防止溅伤和腐蚀皮肤、衣物等。对易挥发的有毒或有强烈腐蚀性的液体或气体,应在通风橱中操作。

4. 使用苯、氯仿、 CCl_4 、乙醚、丙酮等有毒或易燃的有机溶剂时应远离火焰或热源。

5. 实验过程中万一发生着火,不可惊慌,应尽快切断电源。对可溶于水的液体着火时,

可用湿布或水灭火;对密度小于水的非水溶性的有机试剂着火时,用砂土灭火(不可用水);导线或电器着火时,用 CCl_4 灭火器灭火。

第二节 分析实验基本知识

一、分析实验室用水的规格和制备

分析实验室用水共分三个级别;一级水、二级水和三级水。

一级水用于有严格要求的分析试验,包括对颗粒有要求的试验。如高压液相色谱分析用水。一级水可用二级水经过石英设备蒸馏或离子交换混合床处理后,再经 $0.2\ \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤来制取。

二级水用于无机痕量分析等试验,如原子吸收光谱分析用水。二级水可用多次蒸馏或离子交换等方法制取。

三级水用于一般化学分析试验,三级水可用蒸馏或离子交换等方法制取。

分析实验室用水应符合下表所列规格:

二、化学试剂的选择、保管使用

在我国,根据化学试剂的特点,常用的化学试剂分为优级纯试剂、分析纯试剂、化学纯试剂和实验试剂四级,其名称和特点见下表:

级别	一	二	三	四
中文名	优级纯	分析纯	化学纯	实验试剂
代号	GR	AR	CP	LR
标签颜色	绿	红	蓝	棕
纯度	高	较高	较差	杂质较多

除此之外,还有一些专用试剂,如基准试剂、光谱纯、色谱纯、高纯试剂等。

在实际使用中,使用何种规格的试剂要根据需要合理的选用,这样既可保证准确度,又不浪费试剂。

化学试剂在实验室分装时,一般把固体试剂存放在易于取用的广口瓶中,液体试剂或配成的溶液则存放在细口的试剂瓶中或带有滴管的滴瓶中;见光易分解的试剂(如 AgNO_3 、 KMnO_4 等)应装在棕色瓶中。但对于见光易分解的 H_2O_2 试剂,却不能将其盛放在棕色瓶中,因棕色玻璃中有重金属成分,会催化 H_2O_2 的分解,因此通常把 H_2O_2 存放于不透明的塑料瓶中并放置于阴凉的暗处。试剂瓶的瓶盖一般都是磨口的,但盛强碱性的试剂(如 NaOH 、 KOH 、浓 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)及 Na_2SiO_3 溶液的瓶塞应换用橡皮塞。每个试剂瓶上都应贴标签,并标明试剂的名称、纯度、浓度和配制日期,标签外面应涂蜡或用透明胶带保护。

(一) 试剂瓶塞子打开的方法

欲打开市售固体试剂瓶上的软木塞时,可手持瓶子,使瓶斜放在实验台上,然后用锥子

斜着插入软木塞将塞子取出。即使软木塞渣附在瓶口,因瓶是斜放的,渣不会落入瓶中,可用卫生纸擦掉。

盐酸、硫酸、硝酸等液体用试剂瓶,多用塑料塞(也有用玻璃磨口塞的)。塞子打不开时,可用热水浸过的布裹上塞子的头部,然后用力拧,一旦松动,就能拧开。

细口试剂瓶塞也有打不开的情况,此时可在水平方向用力转动塞子或左右交替横向用力摇动塞子,若仍打不开时,可紧握瓶的上部,用木柄或木槌从侧面轻轻敲打塞子,也可在桌端轻轻叩敲。注意,决不能手握下部或用铁锤敲打。

当用上述方法还打不开塞子时,可用热水浸泡瓶的颈部(即塞子嵌进的那部分)。也可用热水浸过的布裹着,玻璃受热后膨胀,再仿照前面做法拧松塞子。

(二)试剂取用法

取用试剂药品前,应看清标签。取用时,先打开瓶塞,将瓶塞反放在实验台上。如果瓶塞上端不是平顶而是扁平的,可用食指和中指将瓶塞夹住(或放在清洁的表面皿上),决不可将它横置桌上以免污染。不能用手接触化学试剂。应根据用量取用试剂,不宜多取。取完试剂后,一定要把瓶盖盖严,绝不允许将瓶盖张冠李戴。最后应该把试剂瓶放回原处。

1. 固体试剂取用 要用清洁、干燥的药匙取试剂,并应专匙专用。用过的药匙必须洗净擦干后才能再使用;多取的试剂不能倒回原瓶,可放在指定的容器中供他人使用;要求取用一定质量的固体试剂时,可把固体放在干燥的纸上称量,具有腐蚀性或易潮解的固体应放在表面皿上或玻璃容器内称量;往试管中加入固体试剂时,可用药匙或将取出的药品放在对折的纸片上,伸进试管 $2/3$ 处,加入块状固体时,应将试管倾斜,使其沿管壁慢慢滑下,以免碰破管底;若固体的颗粒较大时,可在清洁而干燥的研钵中研碎,且研钵中所盛固体的量不要超过研钵容量的 $1/3$;要求准确地称取一定重量的固体物质时,可用减重称量法:即首先把固体试剂装在称量瓶内,再把称量瓶拿到天平上称重,然后打开称量瓶的瓶塞,倾出一定量的固体到接受容器中,再把瓶塞盖好,称其重量,两次质量之差,就是倾入接受容器的固体试剂的质量。

2. 液体试剂取用 从滴瓶中取用少量液体试剂时,要用滴瓶中的滴管。首先提起滴管,使管口离开液面,用手指捏紧滴管上部的橡皮头排去空气,再把滴管伸入试剂瓶中吸取试剂。往试管中滴加试剂时,滴管决不能伸入试管内,以免接触器壁而沾污药品。装有药品的滴管不得横置或滴管口向上斜放,以免液体流入滴管的橡皮头中,进而污染试剂。另外,一只滴瓶上的滴管不能用来移取其他试剂瓶中的试剂,同时,也不能用其他实验者的滴管伸入到试剂瓶中去吸取试剂,以免污染试剂。

从细口瓶中取用液体试剂时,先将瓶塞取下,反放在桌面上,手握住试剂瓶上贴标签的一面,逐渐倾斜瓶子,让试剂沿着洁净的试管壁流入试管或沿着洁净的玻璃棒注入烧杯中。注出所需量后,将试剂瓶口在容器上靠一下,再逐渐竖起瓶子,以免遗留在瓶口的液滴流到瓶的外壁。

在试管里进行某些实验时,取试剂不需要准确用量,只要学会估计取用液体的量即可。例如用滴管取用液体,1mL 相当于多少滴,5mL 液体占一个试管容量的几分之几等。倒入试管里溶液的量,一般不超过其容积的 $1/3$ 。

定量取用液体试剂时,根据要求可使用量筒或移液管。量筒用于量取一定体积的液体,

可根据需要选用不同容量的量筒。量取液体时,使视线与量筒内液体的弯月面的最低处保持水平,偏高或偏低都会因读不准而造成较大的误差。取多的试剂不能倒回原瓶,可倒入指定容器内供他人使用。

取用具有腐蚀性的液体试剂时,最好带上橡皮手套。取用易挥发的液体试剂时,应在通风橱内进行。

(三) 试剂的配制

试剂溶解时如有较高的溶解热发生,则配制溶液的操作一定要在烧杯中进行。在配制过程中,加热和搅拌可加速溶解,但搅拌不宜过猛,更不能使搅拌棒触及烧杯。

对于易水解盐溶液的配制,必须把它们先溶解在相应的酸溶液(如 SnCl_2 、 SbCl_3 等)或碱溶液(如 Na_2S 等)中以抑制水解。对于易氧化的盐(如 FeSO_4 、 SnCl_2 等),不仅需要酸化溶液而且应在该溶液中加入相应的纯金属。

三、常用玻璃器皿的洗涤和干燥

(一) 洗涤

化学实验所用的玻璃仪器必须是十分洁净的,否则会影响实验效果,甚至导致实验失败。洗涤时应根据污物性质和实验要求选择不同方法。一般而言,附着在仪器上的污物既有可溶性物质,也有尘土、不溶物及有机物等。常见洗涤方法有:

1. 刷洗法 用水和毛刷刷洗仪器,可以去掉仪器上附着的尘土、可溶性物质及易脱落的不溶性物质,注意使用毛刷刷洗时,不可用力过猛,以免戳破容器。

2. 合成洗涤剂法 去污粉是由碳酸钠、白土、细砂等混合而成的。它是利用 Na_2CO_3 的碱性具有强的去污能力,细砂的摩擦作用,白土的吸附作用,增加了对仪器的清洗效果。先将待洗仪器用少量水润湿后,加入少量去污粉,再用毛刷擦洗,最后用自来水洗去去污粉颗粒,并用蒸馏水洗去自来水中带来的钙、镁、铁、氯等离子,每次蒸馏水的用量要少(本着“少量、多次”的原则)。其他合成洗涤剂也有较强的去污能力,使用方法类似于去污粉。

3. 铬酸洗液法 这种洗液是由浓 H_2SO_4 和 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 配制而成的(将 $25\text{gK}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 置于烧杯中,加 50mL 水溶解,然后在不断搅拌下,慢慢加入 450mL 浓 H_2SO_4),呈深褐色,具有强酸性、强氧化性,对有机物、油污等的去污能力特别强。

实验中常用的移液管、容量瓶和滴定管等具有精确刻度的玻璃器皿,可恰当地选择洗液来洗。但铬酸洗液具有很强腐蚀性和毒性,故近年来较少使用。 NaOH /乙醇溶液洗涤附着有机物的玻璃器皿,效果较好。

使用洗液时必须注意如下几点:使用洗液前最好用水或去污粉把仪器洗一遍;应该尽量把仪器上的水去掉,以免把洗液冲稀;洗液用后倒回原瓶,可以重复使用;装洗液的瓶塞盖紧,以防止洗液吸水而被冲淡;当洗液由棕红色变为绿色时即失效,可再加入适量 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 加热溶解后继续使用。不要用洗液去洗涤具有还原性的污物(如某些有机物)。洗液具有很强的腐蚀性,会灼伤皮肤和破坏衣物,使用时要小心,如洗液溅到皮肤或衣物上,应立即用水冲洗。

4. “对症”洗涤法 针对附着在玻璃器皿上不同物质性质,采用特殊的洗涤法,如硫黄用煮沸的石灰水;难溶硫化物用 HNO_3/HCl ;铜或银用 HNO_3 ; AgCl 用氨水;煤焦油用浓碱;

黏稠焦油状有机物用回收的溶剂浸泡;用浓盐酸洗,可以洗去附着在器壁上的氧化剂如二氧化锰等污物。用氢氧化钠-高锰酸钾洗液洗,可以洗去油污和有机物。洗后在器壁上留下的二氧化锰沉淀可再用盐酸洗。

光度分析中使用的比色皿等,系光学玻璃制成,不能用毛刷刷洗,可用 HCl-乙醇浸泡、润洗。也可用超声波进行清洗。

用上述方法洗涤后,还要用自来水冲洗,但自来水中含有钙、镁、氯等离子,如果实验中不允许这些杂质存在,应该再用少量的蒸馏水荡两次,以便把它们洗去。

洗净的仪器壁上不应附着不溶物、油污,这样的仪器可被水完全湿润。把仪器倒转过来,水即顺器壁流下,器壁上只留下一层既薄又均匀的水膜,不挂水珠,这表示仪器已经洗干净。

已洗净的仪器不能再用布或纸抹,因为布和纸的纤维会留在器壁上弄脏仪器。

(二)玻璃器皿的干燥

洗净的玻璃器皿可用下述方法干燥:

1. 烘干 洗净的仪器,可以放在恒温箱内烘干。放置仪器时应注意使仪器的口朝下,不能倒置的仪器则应单放,应该在恒温箱的最下层,放一瓷盆,承受从仪器滴下的水珠,以免损坏电炉丝。

2. 烤干 烧杯或蒸发皿可置于石棉网上用火烤干。试管的干燥,烘烤时可将试管略为倾斜,管口向下,不断转动试管,赶掉水气,最后管口朝上,以便把水汽赶尽。

3. 晾干 洗净的仪器可以倒置于干净的实验柜内或放在仪器架上晾干;

4. 吹干 用压缩空气(或吹风机)把仪器吹干;

5. 用有机溶剂干燥 有些有机溶剂可以和水互相溶解,如在仪器内加入少量酒精,转动仪器,使酒精与器壁的水混合,然后倾出混合液,残留在仪器壁的酒精挥发后而使仪器干燥。

带有刻度的计量仪器,不能用加热的方法进行干燥,以免影响其精密度。

第三节 分析天平及其使用

天平是化学实验室常用的称量仪器,有台秤、半自动电光天平、全自动电光天平、单盘电光天平、微量天平、电子天平等。

一、分析天平的构造原理

除不等臂(单盘)天平、电子天平外,其他各种天平在结构上虽有差异,但都是根据杠杆原理制成的,即用已知质量的砝码来衡量被称物体的质量。

设杠杆 ABC 的支点为 B(图 1-1), AB 和 BC 的长度相等, A、C 两点是力点, A 点悬挂的称量物质量为 P, C 点悬挂的砝码质量为 Q。当杠杆处于平衡状态时, 力矩相等。

$$P \times AB = Q \times BC$$

因为 $AB = BC$, 所以 $P = Q$ 。

杠杆两臂相等(即 $AB = BC$)的天平称等臂天平。

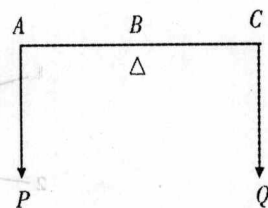


图 1-1 天平的构造原理

二、台秤

台秤亦称台天平、托盘天平,用于精确度不高的称量。一般能称准到 0.1g。称量前首先检查台秤的指针是否停在刻度盘上中间的位置。若不在中间,可调节台秤托盘下面的螺旋,使指针停在中间的位置,称之为零点(图 1-2)。称量物重时,左盘放称量物,右盘放砝码。10g(或 5g)以上的砝码放在砝码盒内,10g(或 5g)以下的砝码是通过移动游标尺的游码来添加的。当砝码加到台秤两边平衡,即指针停在中间的位置为止,称为停止点。停点和零点之间允许偏差 1 小格以内。这时,砝码所示的质量就是称量物的

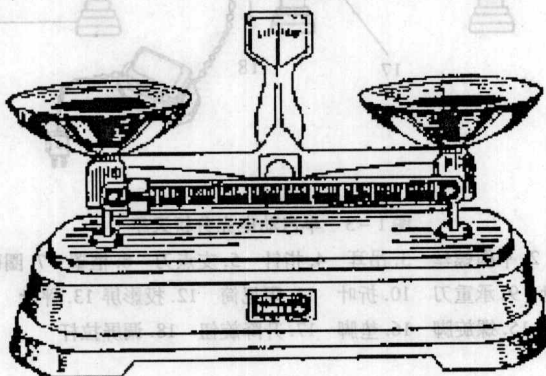


图 1-2 台秤

质量。

称量时必须注意以下各点:

- (1) 台秤不能称量热的物体。
- (2) 称量物不能直接放在托盘上,视情况决定称量物放在纸上、表面皿上、或容器中。吸湿或有腐蚀性的药品,必须放在玻璃容器内。
- (3) 称量完毕后,放回砝码,使台秤各部分恢复原状。
- (4) 经常保持台秤的整洁,托盘上有药品时立即擦净。

三、分析天平

分析天平是一种十分精密的称重仪器,称重精确度可达 0.001g(即 1mg)或 0.0001g(即 0.1mg)。下面主要介绍阻尼半自动电光天平。

TG-328B 型半自动电光天平(图 1-3)在国内使用十分广泛。

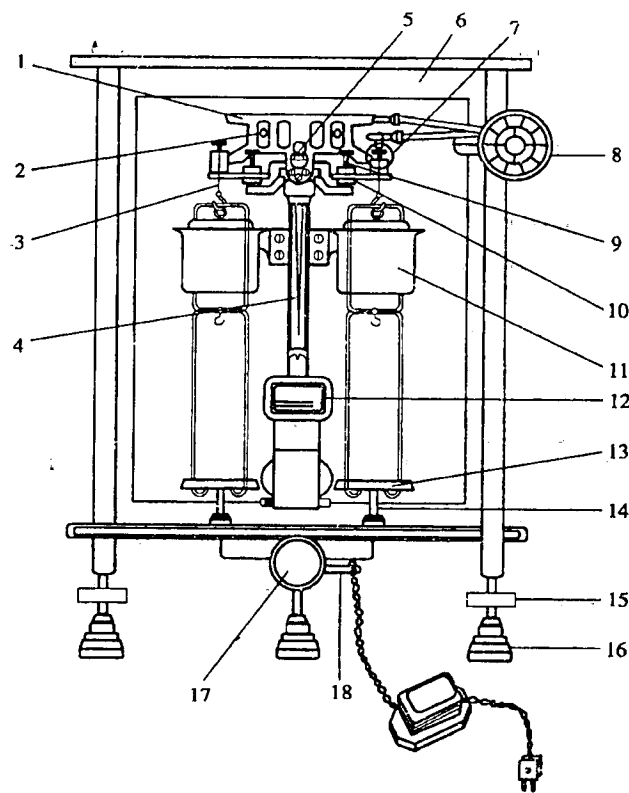


图 1-3 半自动电光分析天平

1. 横梁 2. 平衡螺丝 3. 吊耳 4. 指针 5. 支点刀 6. 框罩 7. 圈码
8. 指数盘 9. 承重刀 10. 折叶 11. 阻尼筒 12. 投影屏 13. 秤盘
14. 盘托 15. 螺旋脚 16. 垫脚 17. 升降旋钮 18. 调屏拉杆

(一) 天平的主要部件及功能

1. 横梁 是天平最重要的部件。常见的有矩形、三角形等几何形状。在保证横梁有足够强度的前提下,为减轻其质量,提高灵敏度,在横梁上开有各种不同形状的对称孔。此外,横梁上还装有起支承作用的玛瑙刀和调整计量性能的一些零件和螺丝。

支点刀和承重刀:横梁上装有三棱形的玛瑙或宝石刀,起承受和传递载荷的作用。中间为固定的支点刀,刀刃向下。刀的质地及各刀间的相互位置都直接影响天平的计量性能。三把刀的刀刃应平行,并处于同一平面上。故使用时务必注意对刀刃的保护。

平衡螺丝:横梁两侧圆孔中间或横梁两端装有对称可以移动的平衡螺丝,用以调节天平的平衡位置。

重心球:横梁背后上部设有由上、下两个半球形螺母组成的重心球,上下移动重心球可改变横梁(实际上包括悬挂系统)重心的位置,起调整天平灵敏度的作用。

指针及微分标牌:为观测天平横梁的倾斜度,在横梁的下部装有与横梁相互垂直的指针。指针末端附有缩微刻度照相底板制成的微分标牌,从 -10 至 +110 共 120 个分度,每分

度代表 0.1mg (名义分度值)。

2. 立柱 立柱是一个空心柱体,垂直地固定在底板上作为支撑横梁的基架。天平制动器的升降杆通过立柱空心孔,带动托梁和托盘翼板上、下运动(见制动系统)。立柱上装有:

中刀承:安装在立柱顶端一个“土”字形的金属中刀承座上。

阻尼架:立柱中上部设有阻尼架,用以固定外阻尼筒。

水准器:装在立柱上供校正天平水平位置用。

3. 制动系统 制动系统是控制天平工作和制止横梁及称盘摆动的装置,包括开关旋钮(天平前)、开前轴(底板下)、升降(立柱内)、梁托架(立柱上)、盘翼板(底板下)、盘托(底板上)等部件。

旋转开关旋钮可以使升降杆上升(或下降),带动托梁架及盘托翼板及盘托等同时下降(或上升),从而使天平进入工作(或休止)状态。为了保护刀刃,当天平不用时,应将横梁托起,使刀刃与刀承分开,以保护刀刃。

4. 悬挂系统 悬挂系统包括称盘、吊耳、内阻尼筒等部件,是天平载重及传递载荷的部件。

吊耳:两把边刀通过吊耳承受称盘、砝码和被称物体。这是一个设计得十分灵巧的装置,不管被称物置于称盘上什么位置或横梁摆动时,吊耳背都能平稳地保持水平状态,使载荷的重力均匀地分布在吊耳背底部的刀承上。

称盘:挂在吊耳钩的上挂钩内,供载重物(砝码或被称物)用。

阻尼器:这是利用空气阻力减慢横梁摆动的“速停装置”,由内筒和外筒组成。

5. 框罩 框罩的作用除了保护天平外,还可以防止外界气流、热辐射、湿度、尘埃的影响。框罩的正门只有在必要时(如装拆天平)才可打开。取放砝码和被称物只可由左、右侧门出入,并随时关好边门。

底板:框罩和立柱固定在底板上,一般由大理石或厚玻璃制作。

底脚:底板下有三只底脚,前面两只为供调水平用的调水平底脚,后边一只固定的。每只底脚下有一只脚垫,起保护桌面的作用。

指数盘:设在框罩前右边的门框上,用以控制加码杆加减圈码。分内、外两圈,上面刻有所加圈码的质量值。转动外圈可加 $100 \sim 900\text{mg}$,转动内圈可加 $10 \sim 90\text{mg}$ 。天平达到平衡时,可由标线处直接读出圈码的量值。

加码杆:通过一系列齿轮的组合与指数盘连接。杆端有小钩,用以挂圈码。TG-328B型天平圈码的顺序从前到后依次为 100mg 、 100mg 、 200mg 、 500mg 、 10mg 、 10mg 、 20mg 、 50mg 。

(二)天平的安装及调试

可参阅关于分析天平安装使用的详细说明书。实验室的天平通常已安装好,主要是学会正确使用和维护天平。

(三)天平的使用规则

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:

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。

天平箱内、秤盘上是否清洁。如有灰尘,用毛刷刷净。

天平位置是否水平。

天平各部件是否都处在应有位置,特别要注意吊耳和圈码。

测定或调节天平零点。

2. 称量规则 称量者必须面对天平正中端坐。只能用指定的天平和砝码完成一次实验的全部称量,中途不能更换天平。

称量物和砝码只能由边门取放,称量时,不能打开前门。

不准在天平开启时取放称量物和砝码。开启或关闭天平要轻缓,切勿用力过猛,以免刀口受撞击而损伤。

—粉末状、潮湿、有腐蚀性的物质绝对不能直接放在秤盘上,必须用干燥、洁净的容器(称量瓶、坩埚等)盛好,才能称量。

称量物和砝码应放在秤盘中央。称量物不得超过天平最大载荷,外形尺寸也不宜过大。

使用机械加码装置时,转动读数指数盘的动作应轻缓。估计称量物的质量,按“由大到小,中间截取”的原则选用砝码。先微微开启天平进行观察,当指针的偏转在标牌范围内时,方可全开启天平。

读数时,应关闭天平的门,以免指针摆动受空气流动的影响。

称量结束时关闭天平,取出称量物、砝码,指数盘恢复到“0.00”位,关好天平门,罩好天平罩,填写使用登记卡,经教师同意后,方可离开天平室。

3. 砝码使用规则 砝码盒放在天平右边桌面上,不能拿在手中。

必须用砝码专用镊子按量值大小依次取换砝码,用镊子夹住砝码颈部,严禁用手直接拿取砝码。砝码除放在砝码盒内及天平秤盘上外,不得放在其他地方。不用时应“对号入座”地放回砝码盒空穴内(包括镊子),并随时关好盒盖,以防止灰尘落入。

砝码和天平是配套检定的,同时,同一砝码盒中的各个砝码的质量,彼此间都保持一定的比例关系,因此,不能将不同砝码盒内的砝码相互调换。

称量中应遵循“最少砝码个数”的原则。

砝码应轻放在秤盘中央,大砝码在中心,小砝码在大砝码四周,不要侧放或堆叠在一起。应先根据砝码盒内的砝码穴,记录称量结果(对于具有相同示值的两个砝码以*号区别),然后从秤盘中按由大到小的次序将砝码取下,并直接放回盒中原位,同时与原记录进行核对,以免发生错误。同时应检查盒内砝码是否完整无缺。

使用机械加码装置时,不要将箭头对着两个读数之间,指数盘可以按顺或反时针方向旋转,但决不可用力快速转动,以免造成圈码变形,互相重叠,圈码脱钩等。

(四) 称量步骤和方法

分析天平是精密仪器,称量时要仔细、认真。按要求进行称量前的检查。

1. 称量 把要称量的物体放在天平左盘的中央(全自动天平则放在右盘中央),缓慢地微开开关旋钮。变动砝码后,再称量。这样反复加减砝码,使砝码和称量物的质量接近到克位以后,转动圈码指数盘,用与加砝码相同的方法调节圈码,直到投影屏的刻线与标牌上某一读数重合为止。

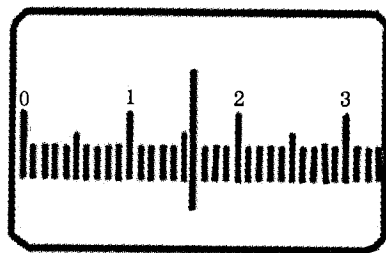


图1-4 标牌读数