

21

世纪高等医药院校教材

(供中药学和药学类专业使用)

分析化学实验

曾元儿 张 凌 主编



科学出版社

www.sciencep.com

21 世纪高等医药院校教材

(供中药学和药学类专业使用)

分析化学实验

主 编 曾元儿 张 凌

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书为 21 世纪高等医药院校分析化学系列教材之一。全书包括分析化学实验的一般知识、化学分析实验和仪器分析实验。其中化学分析实验共 28 个,仪器分析实验共 23 个。实验内容涉及重量分析法、酸碱滴定法、沉淀滴定法、配位滴定法、氧化还原滴定法、电位滴定法、紫外-可见分光光度法、荧光分析法、原子吸收分光光度法、红外分光光度法、经典液相色谱法、气相色谱法和高效液相色谱法等。内容简明扼要,重点突出,理论联系实际,符合分析化学的实践教学要求。

本书供全国高等医药院校中药学和药学类专业使用,亦适合化学、食品等其他相关专业使用,还可供有关科研单位或药品质量检验部门的科研、技术人员参阅。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/曾元儿,张凌主编. —北京:科学出版社,2007

21 世纪高等医药院校教材

ISBN 978-7-03-019450-3

I. 分… II. ①曾…②张… III. 分析化学-化学实验-医学院校-教材
IV. O65-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 112523 号

责任编辑:方 霞 郭海燕 / 责任校对:朱光光

责任印制:刘士平 / 封面设计:黄 超

版权所有,违者必究。未经本社许可,数字图书馆不得使用

科 学 出 版 社 出 版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

源海印刷有限责任公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2007 年 8 月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2007 年 8 月第一次印刷 印张:8

印数:1—4 000 字数:183 000

定价:19.80 元

(如有印装质量问题,我社负责调换〈明辉〉)

《分析化学实验》编委会

主 编 曾元儿 张 凌
副主编 谢晓梅 苏明武 张 丽 刘养清
何淑华 贺吉香 彭晓霞 谢一辉

编 委 (以姓氏拼音为序)

曹 骋 (广州中医药大学)

曹雨诞 (南京中医药大学)

陈丰连 (广州中医药大学)

何淑华 (长春中医药大学)

贺锋嘎 (内蒙古民族大学)

贺吉香 (山东中医药大学)

贾欣欣 (北京城市学院)

刘养清 (山西中医学院)

吕青涛 (山东中医药大学)

裴晓丽 (山西中医学院)

彭晓霞 (甘肃中医学院)

秦 雯 (北京城市学院)

苏明武 (湖北中医学院)

谢晓梅 (安徽中医学院)

谢一辉 (江西中医学院)

许佳明 (长春中医药大学)

杨 敏 (湖北中医学院)

姚雪莲 (江西中医学院)

曾元儿 (广州中医药大学)

张 丽 (南京中医药大学)

张 玲 (安徽中医学院)

张 凌 (江西中医学院)

赵 庆 (云南中医学院)

编写说明

分析科学是研究物质的组成、含量、结构和形态等化学信息的分析方法及理论的一门科学,即是一门独立的化学信息科学。分析科学可分为化学分析和仪器分析两大类。化学分析是分析科学的基础,用于常量分析;而仪器分析代表了分析科学的发展方向,主要用于药物特别是中药等痕量分析和复杂体系分析。正因如此,大部分院校的中药学、药学专业分别开设了分析化学和仪器分析两门课程,分析化学主要讲述经典化学分析法和电化学分析法,为基础课程;仪器分析主要讲述光谱分析法、色谱分析法和质谱分析法等,为专业基础课程。为适应教学要求,本套教材包括《分析化学》和《仪器分析》教材,同时配有《分析化学实验》和《分析化学习题集》。

《分析化学实验》一书包括分析化学实验的一般知识、化学分析实验和仪器分析实验。其中化学分析实验共28个,实验1~18由裴晓丽老师编写完成,实验19~28由姚雪莲老师编写完成;仪器分析实验共23个,分别由编写各相关章节理论课教材的老师编写完成。分析化学实验的一般知识由裴晓丽老师编写完成,附录由赵庆老师编写完成。所有实验均来自各参编学校目前实验教学的内容,同时亦参考了相关实验教材的部分内容。由于各院校实验条件等客观因素不尽相同,因此所编写的实验内容比教学大纲规定和各院校实际开设的内容要多些,各院校可根据实际情况选用。每个实验主要包括实验目的、实验原理、仪器与试剂、实验内容、注意事项和思考题6个部分。

本书具有以下特点:

1. 全体编委均为多年从事分析化学教学第一线的学科带头人和骨干教师,根据自己的教学体会,针对教学中重点、难点、学生接受情况进行编写,贴进学生实际需要。
2. 编委来自十多所高等院校,编写中广泛征集各院校的宝贵意见和建议,教材内容适应各校教学改革的需要,符合当前各校分析化学实践教学计划安排。
3. 大部分实验附有带教提示,浓缩了教师多年的带教经验和体会。
4. 编写中力求做到语言简练、文字流畅、系统性强,便于阅读,避免冗长、重复的文字叙述。

本书经集体讨论、分工编写、集体审稿,最后由主编负责整理而成。在教材的编写过程中得到各位编者所在学校的大力支持,全书插图由曹骋老师绘制或修改,在此一并深表谢意!

教材中存在的错误和欠缺之处,恳请读者和同行不吝批评指正。

编 者

2007年6月

目 录

编写说明

第一部分 分析化学实验的一般知识	(1)
一、基本要求	(1)
二、事故预防与处理	(2)
三、实验记录、数据处理与实验报告	(2)
第二部分 化学分析实验	(4)
实验 1 分析天平的使用与称量	(4)
实验 2 葡萄糖干燥失重的测定	(11)
实验 3 生药灰分的测定	(13)
实验 4 芒硝中硫酸钠的含量测定	(14)
实验 5 滴定分析器皿及其使用	(18)
实验 6 容量器皿的校准	(23)
实验 7 酸、碱标准溶液的配制和浓度的比较	(26)
实验 8 酸、碱溶液浓度的标定	(28)
实验 9 苯甲酸的含量测定	(30)
实验 10 混合碱各组分的含量测定	(31)
实验 11 高氯酸标准溶液的配制与标定	(33)
实验 12 水杨酸钠的含量测定	(35)
实验 13 银量法标准溶液的配制和标定	(36)
实验 14 溴化钾的含量测定	(38)
实验 15 红粉的含量测定	(40)
实验 16 EDTA 标准溶液的配制与标定	(41)
实验 17 水的硬度测定	(43)
实验 18 中药白矾的含量测定	(45)
实验 19 KMnO_4 标准溶液的配制和标定	(47)
实验 20 硫酸亚铁的含量测定	(49)
实验 21 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制与标定	(51)
实验 22 胆矾中硫酸铜的含量测定	(54)
实验 23 I_2 标准溶液的配制与标定	(56)
实验 24 维生素 C 的含量测定	(58)
实验 25 溶液的 pH 测定	(60)
实验 26 醋酸的电位滴定	(63)
实验 27 饮用水中氟含量的测定	(65)
实验 28 永停滴定法标定碘标准溶液	(68)

第三部分 仪器分析实验	(70)
实验 1 分光光度计的性能检验	(70)
实验 2 邻二氮菲吸收光度法测定水中微量铁	(73)
实验 3 标准曲线法测定槐花中芦丁含量	(75)
实验 4 吸收曲线的测绘及吸收系数的测定	(77)
实验 5 双波长分光光度法测定安钠咖注射液中咖啡因的含量	(79)
实验 6 维生素 B ₁₂ 注射液的含量测定	(81)
实验 7 荧光法测定硫酸喹啉的含量	(83)
实验 8 原子吸收法测定感冒冲剂中的铜	(84)
实验 9 红外分光光度计性能检查	(86)
实验 10 固体样品红外光谱的测定(KBr)	(88)
实验 11 氧化铝活度测定法(柱色谱法)	(90)
实验 12 复方磺胺甲噁唑片的薄层色谱鉴别法	(93)
实验 13 感速康胶囊中对乙酰氨基酚的薄层色谱鉴别法	(95)
实验 14 大黄提取液薄层色谱法	(97)
实验 15 五味子的薄层色谱法鉴别	(99)
实验 16 薄层扫描法定量分析	(101)
实验 17 气相色谱仪性能检查	(103)
实验 18 苯、甲苯和二甲苯的气相色谱法分离与鉴定	(106)
实验 19 气相色谱法测定麝香祛痛搽剂中樟脑、薄荷脑、冰片含量	(108)
实验 20 维生素 C 中甲醇、乙醇残留量的 HS-GC 测定	(110)
实验 21 高效液相色谱仪性能检查	(112)
实验 22 高效液相色谱法定性分析	(114)
实验 23 高效液相色谱法定量分析(外标法)	(115)
附录	(116)
附录一 试剂规格与使用要求	(116)
附录二 常用试剂的配制	(116)
附录三 常用指示剂及配制	(118)
附录四 基准物质及其干燥温度	(119)
附录五 常用干燥剂的性能与应用范围	(120)

第一部分 分析化学实验的一般知识

一、基本要求

(一) 对学生的要求

分析化学是一门实践性很强的科学。分析化学实验的任务就是加深学生对分析化学基本理论的理解,掌握分析化学实验的基本技能,养成严谨、实事求是的科学作风。通过实验,树立严格“量”的概念,学会实验数据的处理方法。为此,对学生提出以下要求:

(1) 实验前:每次实验前应做好预习准备,目的是明确有关原理、实验中可能遇到的问题,做到心中有数。

(2) 实验中

1) 每人必备实验记录本,随时将实验中数据、现象如实、清楚、正确地记录下来。

2) 实验中应手、脑并用,仔细观察,认真思考,不能只是“照方抓药”。

3) 应严格遵守操作程序及规程。使用不熟悉的仪器和试剂之前,应查阅有关书籍或请教指导教师,以防意外发生。

4) 实验时应保持实验室、各自实验台及仪器的整洁,仪器放置有序,节约试剂、试药,废液按规定排放。

(3) 实验毕

1) 将所用仪器及时洗涤干净,关闭水、电阀门。

2) 对实验结果和数据及时整理、计算和分析。

(二) 对水的要求

根据分析任务和要求不同,所用水的纯度也不同。一般分析工作采用蒸馏水或去离子水即可;在做光谱和色谱分析实验时有时要用纯度高的“超纯水”。一般分析实验中的配位滴定和银量法用水的纯度较高。

纯水的制备常用蒸馏法和离子交换法。表 1 为实验室用水的级别及主要技术指标。

表 1 分析实验用水的级别和主要技术指标(引自 GB 6682-92)

指标名称	一级	二级	三级
pH 范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)/(mS/m)	≤0.01	≤0.01	≤0.05
电阻率/(MΩ/cm)	10	1	0.2
可氧化物质(以 O ₂ 计)/(mg/L)	—	0.08	≤0.4
蒸发残渣(105℃±2℃)/(mg/L)	—	≤1.0	≤2.0
吸光度(254nm,1cm 光程)	≤0.001	≤0.01	—
可溶性硅(以 SiO ₂ 计)/(mg/L)	≤0.01	≤0.02	—

(三) 对试剂的要求

具体内容见附录一。

二、事故预防与处理

(一) 试剂的取用

- (1) 实验时取用试剂时注意保持清洁,防止污染。所用试剂不得随意散失、遗弃。
- (2) 取用固体试剂应用干燥的小药勺。取用强碱性试剂,如 NaOH ,小药勺应立即洗净,以免被腐蚀。
- (3) 用吸管吸取试剂溶液时,绝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) 开启储有挥发性液体的瓶塞时,必须先充分冷却然后开启,开启时瓶口必须指向无人处。如遇瓶塞不易开启时,必须注意瓶内储物的性质,切不可贸然用火加热或乱敲瓶塞等。
- (5) 所配试剂、试剂瓶上都应贴上明显标签。

(二) 事故预防

- (1) 使用有毒试剂,如汞盐、氰化物、 As_2O_3 等要特别小心,使用时必须戴手套,操作后立即洗手。注意严禁在酸性介质中加入氰化物。
- (2) 使用易燃、易爆有机溶剂应远离火源或热源。
- (3) 使用易燃、易爆气体如氢气、乙炔等时,要保持室内空气畅通,严禁明火。
- (4) 使用电器时,不能用湿手或手握湿物接触电插头。实验后应切断电源,再将连接电源的插头拔下。
- (5) 用各种浓酸时(如 HCl 、 HNO_3 、 HClO_4)应在通风橱中进行,通常应把浓酸倒入水中,而不要把水加入浓酸中。
- (6) 实验中的废弃物应按规定存放。一些有毒、有腐蚀性的废液应小心倒入废液缸中,切勿倒入水池中。用过的有机溶剂应倒入回收瓶中集中处理,不可倒入水池中排放。

(三) 事故处理

- (1) 如在实验过程中发生着火,应尽快切断电源和燃气源,并移开附近的易燃物品。小火可用湿布或黄沙盖熄。火较大时应选择合适的灭火器材灭火。
- (2) 避免浓酸、浓碱等腐蚀性试剂溅在皮肤、衣服上。在眼睛受到伤害时,必须立即送医院请眼科医生诊治。如果眼睛被溶于水的化学药品灼伤时,应先用大量的细小流水洗涤眼睛。若是碱灼伤时,再用 20% 硼酸溶液淋洗;酸灼伤时用 3% Na_2CO_3 溶液淋洗。
- (3) 割伤时应取出伤口中的玻璃或固体物,用蒸馏水洗后涂上红药水。大伤口应先按紧主血管防止大量出血,急送医院处理。
- (4) 烫伤时涂以鞣酸油膏或急送医院处理。

三、实验记录、数据处理与实验报告

(一) 实验记录

实验记录是出具实验报告的原始依据,为保证实验结果的准确性,实验记录必须真实、

完整、规范、清晰。实验记录时应注意:

- (1) 数据严禁记录在小纸片上。记录本篇页应编号,不应随便撕去。
- (2) 记录或计算若有错误,应划掉重写,不得涂改,绝不允许拼凑数据。
- (3) 应清楚、如实、准确地记录实验过程中所发生的重要实验现象、所用的仪器及试剂、主要操作步骤、测量数据及结果。
- (4) 实验记录应用钢笔、圆珠笔、签字笔等,不得用铅笔。
- (5) 数据记录时应严格按照有效数字的保留原则记录测量数据。有效数字是指在分析工作中实际上能测量到的数字,记录时应保留一位欠准数(即末位有 ± 1 的误差),其余均为准确值,即应记录至仪器最小分度值的下一位。

(二) 数据处理

(1) 有效数据的修约:一个定量分析往往要经过一系列步骤,在各步实验中所测定的数据,由于测量的准确程度不尽相同,其有效数字的位数亦不相同,对有效数字位数较多的测量值应将多余的数字舍弃。

(2) 可疑数据的取舍:首先删除由于明显原因而与其他测定结果相差甚远的数据;其次通过 Q 检验或 G 检验对可疑数据进行取舍。

(3) 精密度考察:一般用标准偏差 S 或相对标准偏差 RSD 表示测定结果的精密度。

(4) 分析结果的计算:计算分析结果时,每个测量值的误差都要传递到分析结果中,有效数字的运算应根据误差传递规律,按照有效数字的运算规则进行,并对计算结果的有效数字合理取舍。

(三) 实验报告

实验完成后,应及时写好实验报告,对实验进行总结和讨论。一般应包括以下内容:

- (1) 实验编号、实验名称、实验日期、实验者:可作为实验报告的标题部分。
- (2) 实验目的:按掌握、熟悉、了解三个层次简要说明本实验的目的和基本要求。
- (3) 实验原理:可用文字简要说明,亦可用化学反应方程式来表示,要简明、清晰。
- (4) 仪器与试剂:仪器包括名称、型号、厂家等;主要玻璃器皿的规格、数量等;主要试剂的品名、规格、浓度等。
- (5) 实验步骤:简要列出各实验步骤,可用流程图表示,不要照抄教材原文。同时记录所观察到的实验现象。
- (6) 实验数据及处理:列出实验所测得的有关数据并进行必要的处理。可采用表格、图等将数据表示出来,按公式计算结果和结果的精密度,给出结论。
- (7) 讨论:归纳实验成功与失败的原因,并进行讨论。特别是分析结果出现较大误差或完全失败时,应分析产生误差或导致失败的原因,总结经验教训,提高分析和解决问题的能力。

第二部分 化学分析实验

实验1 分析天平的使用与称量

一、实验目的

- (1) 熟悉分析天平的结构。
- (2) 掌握分析天平的正确使用方法。
- (3) 掌握直接称量和减重称量的方法。

二、实验原理

分析天平是定量分析中最重要的仪器,用于比较精密的实验工作的称量,如药品的含量测定,对照品的称量,滴定液的标定等。以杠杆原理构成的天平为机械天平,按结构分为双盘半机械加码电光天平和单盘全机械加码电光天平(图1、图2)。

1. 分析天平的结构 多数分析天平是由天平箱、横梁、立柱、制动系统、悬挂系统、砝码和读数系统等部件构成的。

(1) 天平箱:天平箱包括框罩、底板、弹簧拉线盘、玻璃门和天平脚。框罩起保护天平不受灰尘、热源、潮湿、气流等外界条件干扰的作用。天平箱下装有三只脚,前面两只是用来调节天平的水平位置,后面一只起固定作用的。

(2) 支柱:支柱为中空的金属圆柱,下端固定在天平箱底板上,是支撑天平梁的基架,立柱内有制动器的升降杆,立柱上装有水平泡,用于观察天平的水平。柱的上方嵌有玛瑙平板,并与梁的中刀接触。

(3) 天平梁:天平梁是“天平的心脏”(图3),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,其中一个在正中的称为中刀或支点刀,刀口向下;另外两个分别在和中刀等距离的梁的两端,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。横梁的左右两端或对称孔内装有两个平衡螺丝,用以调整天平空载时的平衡位置。横梁背后上部为重心螺丝,用以调节天平的稳定性和灵敏度。横梁的下方装有与横梁相互垂直的指针,末端有微分标尺,用于观察天平横梁倾斜度。

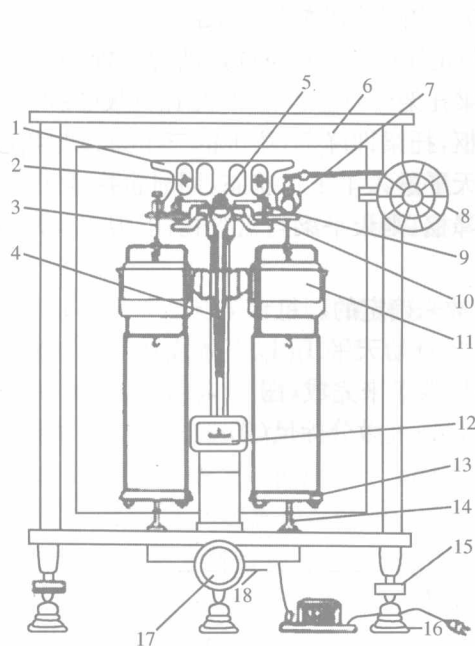


图1 双盘半机械加码电光天平

1. 天平梁; 2. 平衡螺丝; 3. 吊耳; 4. 指针; 5. 支点刀; 6. 框罩; 7. 环码; 8. 指数盘; 9. 支柱; 10. 托梁架; 11. 阻尼筒; 12. 光屏; 13. 称盘; 14. 盘托; 15. 螺旋足; 16. 垫足; 17. 升降旋钮; 18. 板手

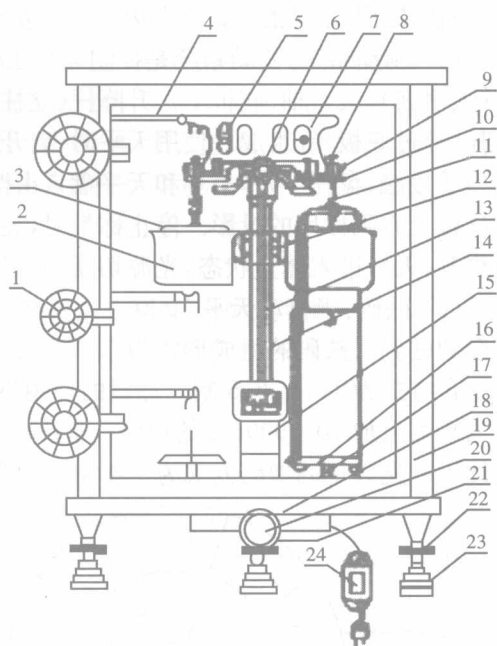


图2 单盘全机械加码电光天平

1. 指数盘; 2. 阻尼器外筒; 3. 阻尼器内筒; 4. 加码杆; 5. 平衡螺丝; 6. 中刀; 7. 天平梁; 8. 吊耳; 9. 边刀盒; 10. 翼托; 11. 挂钩; 12. 阻尼架; 13. 指针; 14. 立柱; 15. 投影屏座; 16. 称盘; 17. 盘托; 18. 底座; 19. 框罩; 20. 升降旋钮; 21. 调零杆; 22. 调水平底脚; 23. 垫足; 24. 变压器

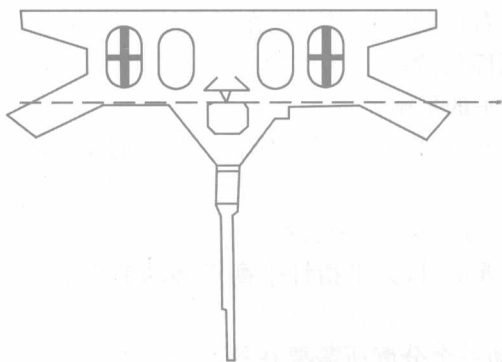


图3 天平横梁

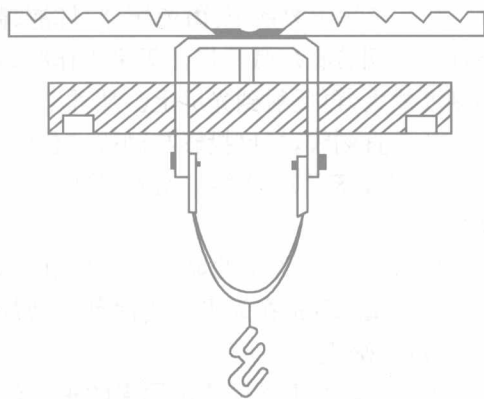


图4 天平吊耳

(4) 悬挂系统: 悬挂系统由吊耳、天平盘、阻尼器等组成, 其作用是承受和传递载荷。两把边刀通过吊耳承受称盘和砝码或被称量物体。吊耳(图4)中心面向下, 嵌有玛瑙平板, 并与梁二端的玛瑙刀口接触, 使吊耳及挂盘能自由摆动。空气阻尼器是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, 没有摩擦。当启动天平时, 内筒能自由地上、下移动。由于筒内空气阻力的作用, 使天平横梁能较快地停摆而达到平衡。天平盘悬挂在吊耳钩上, 供放置砝码和被衡量物体用。吊耳、阻尼器、天平盘一般都有区

分左右的标记,常见的标记为左边“1”,右边“2”。在组装时应按左右位置配套。

(5) 制动系统:制动系统是控制天平工作和制止横梁及悬挂系统摆动的装置,由升降枢钮(天平前)、天平轴(底板下)、升降杆(立柱内)、梁托架(支柱上)、天平盘托翼板(底板下)和盘托(穿过底板)等组成。使用天平时,启开升降枢,托梁即降下,梁上的三个刀口与相应玛瑙刀承接触,盘托下降,吊耳和天平盘自由摆动,天平进入了工作状态,同时也接通了光源,在屏幕上看到标尺的投影。停止称量时,关闭升降枢,则天平梁与盘被托住,刀口与玛瑙平板离开,天平进入休止状态,光源切断,光屏变黑。

(6) 砝码:半自动天平 1g 以上是由砝码的取放来确定的。每台半自动天平都附有一盒配套的砝码。砝码的组成形式为 5、2、2[#]、1 制。半自动天平 1g 以下做成环状,称为环码,其组合方式为 1、1[#]、2、5 制。环码的使用靠加码指数盘来完成(图 5),转动加码指数盘,可往天平梁上加 10~990mg 的环码。10mg 以下重量通过微分标尺(图 6)来读数。单盘全机械加码电光天平的加码方式为全部由指数盘机械加码。

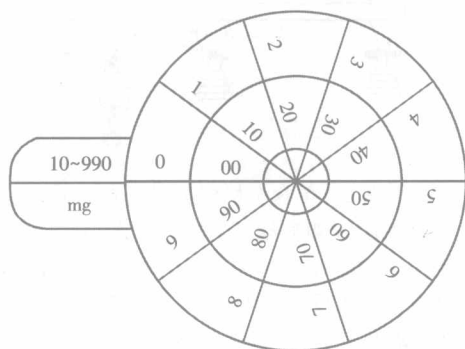


图 5 半自动天平加码指数盘

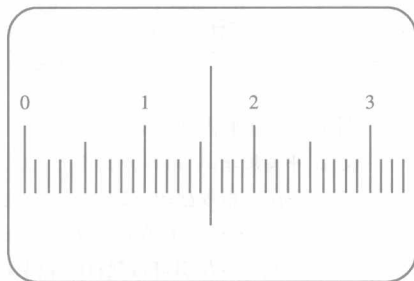


图 6 微分标尺

(7) 光学读数系统:由变压器、灯泡、微分标尺、投影屏组成。指针固定在横梁中央,指针的下端装有缩微标尺。天平工作时,指针左右摆动。光源通过光学系统将缩微标尺上的刻度放大,再反射到光屏上。从屏上可以看到标尺的投影,中间为零,左负右正。屏中央有一条垂直刻线,标尺投影与刻线重合处即为天平的平衡位置。

2. 分析天平的性能 分析天平的性能指:天平的灵敏性、准确性、稳定性和示值变动性。

(1) 灵敏性:天平的灵敏性通常用灵敏度(E)或感量(S)来表示。

1) 灵敏度:指在天平一侧秤盘上增加 1mg 重量时,天平指针平衡点移动的格数,其单位是分度/毫克。

2) 感量:指天平横梁由原来的平衡位置移动一个分度所需要在秤盘中增加的重量,其单位是毫克/分度,为灵敏度的倒数。

3) 在天平臂长与梁重固定的情况下,灵敏度与支点到重心的距离有关,重心越高,灵敏度越高,重心越低,则灵敏度越低。灵敏度低,称量误差大;灵敏度太高,指针摆动不易静止而降低天平稳定性。

4) 灵敏度的测定:在调节好天平的零点后,在天平盘上放一个校准过的 10mg 圈码,启动天平,观察光幕读数,读数在 (100 ± 2) 分度范围内均属合格。在天平有 20g 载重下,再测一次分度值,其结果在 (100 ± 2) 分度范围内属合格。

(2) 准确性:指天平的横梁两臂长度相等的程度,通常用不等臂性 Y 表示, Y 的单位是 mg。用等臂天平称量时,由于天平的不等臂引起的误差是难免的,属于系统误差。在称量时可采用替代法称量,以抵消其误差。这种称量方法是在天平左盘置一固定重量的物体,右盘加上砝码与它平衡。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,减少的砝码重量,即为待测物体的重量。因为衡量只在一盘进行,另一盘中重量只为平衡用,所以抵消了由不等臂性而引起的误差。

(3) 稳定性和示值变动性:

1) 稳定性:指天平在其平衡状态被扰动后,仍能自动恢复原位的性能。

2) 示值变动性:指在不改变天平状态的情况下多次开关天平,天平平衡位置的重复性,或者说,在同一载荷下比较多次平衡点的差异。示值变动性不仅与横梁的重心位置有关,还与天平的结构及称量时的温度、气流、震动等因素有关。

3) 天平的精确度不但决定于灵敏度,还与示值变动性有关,单纯提高灵敏度会使变动性增大。因此,单纯提高或单独考虑天平的灵敏度是没有意义的,两者在数值上应保持一定的比例。天平检定规程规定示值变动性不得大于读数标尺的一分度,即变动性不得大于天平的感量,只有这样才能按天平感量来考虑称样的相对误差(称量准确度)。

4) 示值变动性的测定:测定天平的零点 L_0 ,在天平的左右两盘上加 10g 砝码测定天平的停点 L ,连续数次(4 次~8 次),测定天平零点和停点,计算示值变动性。

空天平盘的示值变动性 = $(L_{0\text{最大值}} - L_{0\text{最小值}}) \times \text{空盘分度值}$

载重天平的示值变动性 = $(L_{\text{最大值}} - L_{\text{最小值}}) \times \text{载重分度值}$

零点:未载重时天平的平衡点称为天平的零点。

停点:载重时天平的平衡点称为天平的停点。

3. 分析天平的使用规则

(1) 称量前:检查天平是否处于水平状态,两盘是否洁净,指数盘是否在 0.00 位置及圈码是否有脱落。检查横梁与吊耳位置是否正常。接通电源,开启升降枢,此时在屏幕上可以看到标尺的投影在移动,当标尺稳定后,如果屏幕中央刻线与标尺上的 0.00 不重合,可拨动升降枢钮下边的调零拉杆,挪动屏幕的位置,直到刻线恰好与 0.00 重合,即为零点。如屏幕的位置已移动到尽头仍不能与 0.00 重合,则需通过调节天平梁上的平衡螺丝调节零点。

(2) 称量:将被称物(应与天平室温度一致。过冷或过热的物品,腐蚀性物品不能在天平上称量)放在左盘中心位置并关好左边门。估计被称物大致质量,被称物在 10mg 以下者,可由投影屏读出。10~990mg 可旋转圈码指数盘来增减(注意转动指数盘时要轻缓)。1g 以上可选取砝码。打开右侧门,用镊子夹取砝码盒中的砝码,放在盘中心,关闭右侧门。开启天平升降旋钮(半开),看天平指针摆动情况,对电光天平要记住“指针总是偏向轻盘,标牌投影总是向重盘方向移动”。如明显不平衡,应立即关上,增减砝码或样品,直到半开升降旋钮后指针移动缓慢且平稳时,才可逐渐全开。注意,读数时升降旋钮一定要处于全开的位置。读数顺序应先大后小。称量的数据及时写在记录本上。注意取放被称物品和加减砝码时,必须关闭升降旋钮,否则会使横梁或吊耳移位甚至脱落,损坏玛瑙刀口和刀承。进行同一项分析工作的所有称量必须使用同一台天平,以减小误差。

(3) 称量后:轻关升降旋钮,取下被称物和砝码,将指数盘回零,关好天平门。切断电源,在“天平使用登记本”上登记。

4. 称量方法

(1) 直接称量法:适用于称量洁净干燥的器皿、棒状或块状的金属等。首先应在空载下调零,然后取试样放在已知质量的清洁而干燥的器皿或硫酸纸上,一次称取一定质量的试样,最后将试样全部移到接收器皿中。

(2) 固定质量称量法:主要用于样品本身不易吸水,并在空气中性质稳定的样品。在实际工作中,有时要求准确称取某一指定质量的试样。例如在例行分析中为了便于计算结果或利用计算图表,往往要求称取一指定质量的被测样品,这时可采用固定质量称量法。首先应在空载下调零,先称表面皿或小烧杯的质量,并记录平衡点。再称试样如指定称取 0.1000g 时,在右边指数盘上增加 0.1000g 环码,用药匙在左边称盘的容器中先加入略少于 0.1g 的试样,然后在容器的上方以手指轻轻振动(图 7),使试样慢慢落入容器中,直至平衡点与称量容器时的平衡点刚好一致。称量完毕后,将试样全部转移入实验容器中(表面皿或小烧杯可用水洗涤数次)。此法也可用于称取符合条件的不指定质量的试样,称为增量法。

(3) 递减(差减)称量法:主要用于称取多份易吸水、易氧化或易与 CO_2 反应的物质。这种方法称出样品的质量不要求固定的数值,只需在要求的称量范围内即可。

具体操作如下:①将适量试样装入称量瓶中。使用称量瓶时,不能直接用手拿取,应该用洁净的纸条将其套住,再用手捏住纸条(图 8),以防手的温度高或沾有汗污等影响称量的准确度。②将称量瓶放入天平盘,准确称取称量瓶加试样重,记为 $W_1(\text{g})$ 。③取下称量瓶,按图 9 所示,放在容器上方,将称量瓶倾斜,用称量瓶盖轻敲瓶口上部,使试样慢慢落入容器中。当倾出的试样已接近所需要的重量时,慢慢地将瓶竖起,再用称量瓶盖轻敲瓶口上部,使粘在瓶口的试样落在容器中,然后盖好瓶盖(上述操作都应在容器上方进行,防止试样丢失),将称量瓶再放回天平盘,称得重量,记为 $W_2(\text{g})$ 。如此继续可称取多份试样。

第一份试样重 = $W_1 - W_2(\text{g})$

第二份试样重 = $W_2 - W_3(\text{g})$

.....



图 7 固定质量称量法

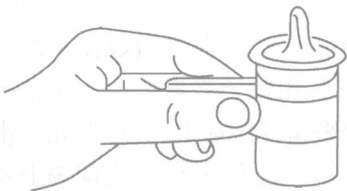


图 8 正确持称量瓶操作

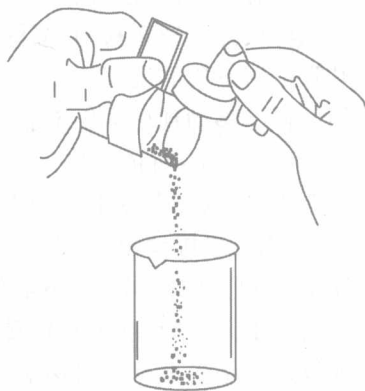


图 9 倾样操作

三、仪器与试剂

仪器:万分之一分析天平、台秤、称量瓶、烧杯、表面皿、锥形瓶、药勺。

试剂: $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 、 NaCl 。

四、实验内容

1. 天平性能检验 灵敏度测定(空盘灵敏度测定与载重 20g 灵敏度测定): 实验方法见原理部分。

2. 称量练习

(1) 固定重量称量法: 准确称取 0.1000g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 。方法见原理部分。

(2) 差减称量: 精密称取 0.2g~0.3g NaCl 。方法见原理部分。

五、思考题

(1) 如何表示分析天平的灵敏度? 灵敏度太低或太高有什么不好?

(2) 什么是天平的零点和停点?

(3) 为什么天平梁没有托起以前, 绝对不允许加减样品或加减砝码?

(4) 差减称量时为什么天平零点的校正可不像直接称量时那么严格?

(5) 差减称量是如何进行的?

· 带教提示 ·

1. 称量操作时应戴上手套或用纸条取放称量瓶。

2. 称量时按质量从大到小的顺序加减砝码。

3. 使用天平结束后, 认真检查天平的电源、升降旋钮、加码器及天平盘内的砝码是否复原。

附: 电子天平的使用

以电磁平衡原理直接显示质量读数的天平称为电子天平。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。

1. 电子天平的分类 按电子天平的精度可分为以下几类:

(1) 超微量电子天平: 超微量天平的最大称量是 2~5g, 其标尺分度值小于(最大)称量的 10^{-6} 。

(2) 微量天平: 微量天平的称量一般在 3~50g, 其分度值小于(最大)称量的 10^{-5} 。

(3) 半微量天平: 半微量天平的称量一般在 20~100g, 其分度值小于(最大)称量的 10^{-5} 。

(4) 常量电子天平: 此种天平的最大称量一般在 100~200g, 其分度值小于(最大)称量的 10^{-5} 。

(5) 精密电子天平: 这类电子天平是准确度级别为 2 级(即名义分度值与最大载荷之比为 2×10^{-7})的电子天平的统称。

2. 电子天平的结构 电子天平结构见图 10。

3. 电子天平的使用方法

- (1) 通电预热一定时间(按说明书规定)。
- (2) 调整水平。

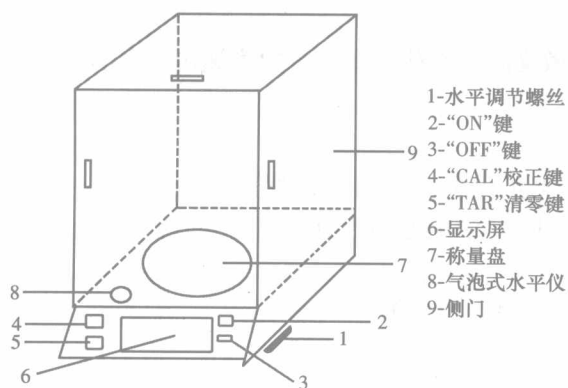


图 10 电子分析天平结构图

(3) 待零点显示稳定后,用自带的标准砝码进行校准。

(4) 取下标准砝码,零点显示稳定后即可进行称量。

例如用小烧杯称取样品时,可先将洁净干燥的小烧杯放在称盘中央,显示数字稳定后按“清零键”键,显示即恢复为零,再缓缓加样品至显示出所需样品的质量时,停止加样,直接记录称取样品的质量。短时间(如 2h)内暂不使用天平,可不关闭天平电源开关,以免再使用时重新通电预热。