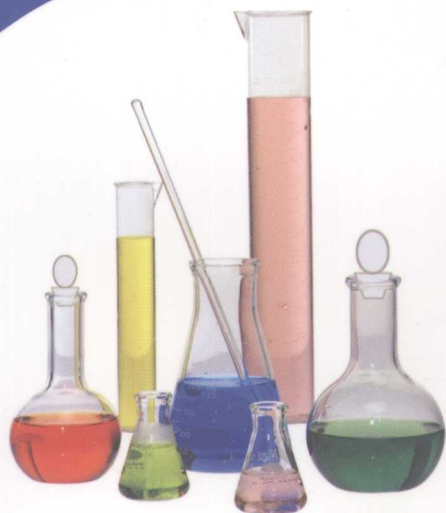
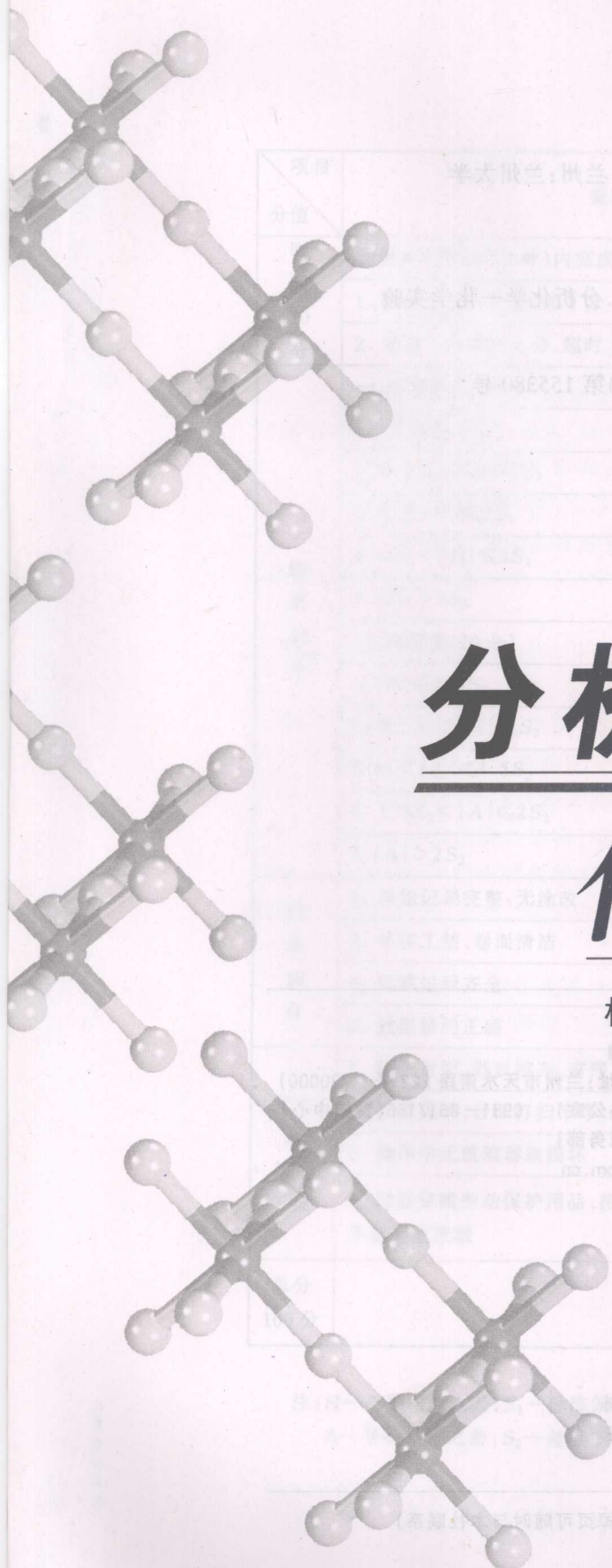


分析化学实验

杨春文 主编
王康英



兰州大学出版社
LANZHOU UNIVERSITY PRESS



兰州大学出版社
LANZHOU UNIVERSITY PRESS

分析 化学实验

杨春文 王康英 主编

定价 25.00 元

书号 ISBN 978-7-311-03050-9

出版 2007 年 9 月第 1 次印刷

版次 2007 年 9 月第 1 版

印数 1~3000 册

字数 321 千字

印次 11

开本 787×1092 1/16

印刷 兰州人民印刷厂

发行 兰州大学出版社

网址 <http://www.lzupress.com.cn>

电话 0931-8814398(总机)

地址 兰州市天水南路 100 号

邮编 730000

主编 杨春文 王康英

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/杨春文,王康英主编. 兰州:兰州大学出版社,2007.9

ISBN 978-7-311-03020-9

I. 分... II. ①杨...②王... III. 分析化学—化学实验
IV. 065-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 155380 号

出 版 人 陶炳海
策划编辑 李 新
责任编辑 张微伟
封面设计 赵 会

书 名 分析化学实验
作 者 杨春文 王康英 主编
出版发行 兰州大学出版社 (地址:兰州市天水南路 222 号 730000)
电 话 0931-8912613(总编办公室) 0931-8617156(营销中心)
0931-8914298(读者服务部)
网 址 <http://www.onbook.com.cn>
电子信箱 press@onbook.com.cn
印 刷 兰州人民印刷厂
开 本 787×1092 1/16
印 张 11
字 数 271 千字
印 数 1~2000 册
版 次 2007 年 9 月第 1 版
印 次 2007 年 9 月第 1 次印刷
书 号 ISBN 978-7-311-03020-9
定 价 22.00 元

(图书若有破损、缺页、掉页可随时与本社联系)

目 录

第一章 分析化学实验概述.....	(1)
第二章 分析天平.....	(3)
§ 2-1 分析天平的主要类型.....	(3)
§ 2-2 分析天平的灵敏度和示值变动性.....	(6)
§ 2-3 分析天平的称量方法.....	(8)
第三章 滴定分析法	(10)
§ 3-1 滴定分析法概述	(10)
§ 3-2 滴定分析法的分类和滴定反应的条件	(11)
§ 3-3 标准溶液	(12)
§ 3-4 标准溶液浓度的表示方法	(13)
§ 3-5 滴定分析结果的计算	(14)
§ 3-6 滴定分析仪器的洗涤和干燥	(15)
§ 3-7 滴定分析仪器的基本操作	(15)
§ 3-8 容量仪器的校准	(18)
第四章 重量分析法	(19)
§ 4-1 重量分析法概述	(19)
§ 4-2 沉淀的形成及影响沉淀纯度的因素	(20)
§ 4-3 重量分析法对沉淀的要求	(23)
§ 4-4 沉淀法的一般步骤	(24)
第五章 仪器分析法	(29)
§ 5-1 分光光度法	(29)
§ 5-2 电位滴定法	(31)
§ 5-3 常用分析仪器简介	(31)
一、721 型分光光度计	(31)
二、722 型光栅分光光度计	(33)
三、730 型双光束紫外-可见分光光度计	(35)
四、GGX-1 型原子吸收分光光度计	(37)
五、pHS-2 型酸度计	(38)
六、ZD-2 型自动电位滴定仪.....	(40)

第六章 酸碱滴定法	(42)
§ 6-1 酸碱滴定法相关理论	(42)
§ 6-2 酸碱溶液中各型体的分布	(46)
§ 6-3 酸碱溶液中酸碱度的计算	(47)
§ 6-4 酸碱缓冲溶液	(53)
§ 6-5 酸碱指示剂	(55)
§ 6-6 酸碱滴定及滴定曲线	(58)
第七章 配位滴定法	(63)
§ 7-1 配位滴定法概述	(63)
§ 7-2 金属指示剂	(64)
§ 7-3 配位滴定控制	(66)
第八章 氧化-还原滴定法	(68)
§ 8-1 氧化-还原滴定曲线	(68)
§ 8-2 氧化-还原滴定的指示剂	(71)
第九章 沉淀滴定法	(74)
§ 9-1 沉淀滴定法概述	(74)
§ 9-2 银量法的分类	(74)
第十章 定量分析法的一般步骤	(76)
§ 10-1 试样的采集与制备	(76)
§ 10-2 试样的分解	(77)
§ 10-3 测定方法的选择	(79)
§ 10-4 分析结果准确度的保证和评价	(81)
第十一章 分析实验项目	(82)
实验 1 分析天平称量练习	(82)
实验 2 滴定分析基本操作练习	(84)
实验 3 酸碱标准溶液的标定	(87)
实验 4 食用醋酸中 HAc 含量的测定	(90)
实验 5 铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	(92)
实验 6 碱灰中总碱度的测定	(94)
实验 7 有机酸摩尔质量的测定	(95)
实验 8 混合碱的分析(双指示剂法)	(96)
实验 9 EDTA 标准溶液的配制与标定	(98)
实验 10 自来水总硬度的测定	(100)

实验 11	白云石中钙镁含量的测定	(103)
实验 12	铅铋混合液中铅铋含量的连续测定	(105)
实验 13	高锰酸钾标准溶液的配制与标定	(107)
实验 14	过氧化氢含量的测定	(109)
实验 15	水样中化学耗氧量的测定	(110)
实验 16	间接碘量法测定铜盐中铜的含量	(113)
实验 17	$\text{SnCl}_2 - \text{HgCl}_2 - \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 法测定铁矿石中铁的含量(有汞法)	(116)
实验 18	$\text{SnCl}_2 - \text{TiCl}_3 - \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 法测定铁矿石中铁的含量(无汞法)	(118)
实验 19	可溶性氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	(120)
实验 20	氯化物中氯含量的测定(法扬斯法)	(122)
实验 21	氯化钡中结晶水的测定(气化法)	(124)
实验 22	钡盐中钡含量的测定	(126)
实验 23	邻二氮菲分光光度法测定铁	(128)
实验 24	分光光度法测定邻二氮菲-铁(II)络合物的组成	(131)
实验 25	水样中六价铬的测定	(132)
实验 26	铬天青 S 分光光度法测定微量铝(铝的二元、三元络合物的比较)	(134)
实验 27	钢中微量铜的萃取分光光度法测定	(136)
实验 28	水的 pH 值的测定(直接电位法)	(138)
实验 29	醋酸(磷酸)的电位滴定	(140)
实验 30	水中微量氟的测定(离子选择电极法)	(143)
实验 31	火焰原子吸收光谱法灵敏度和自来水中钙镁的测定	(146)
实验 32	气相色谱检测器灵敏度的测试及混合物的定性、定量分析	(147)
实验 33	设计性实验	(150)
实验 33-1	$\text{HCl} - \text{NH}_4\text{Cl}$ 各组分含量的测定	(150)
实验 33-2	$\text{HCl} - \text{FeCl}_3$ 混合液中各组分含量的测定	(151)
实验 33-3	$\text{Na}_2\text{HPO}_4 - \text{NaH}_2\text{PO}_4$ 混合液中各组分浓度的测定	(151)
实验 33-4	室内涂料中甲醛含量的测定	(151)
实验 33-5	漂白粉中有效氯含量的测定	(151)
实验 33-6	维生素 C 片中抗坏血酸的测定	(151)
实验 33-7	食品中 NO_2^- 含量的测定	(151)
实验 33-8	粉煤灰中 SiO_2 、 Fe_2O_3 含量的测定	(151)
实验 33-9	混合物中铬锰含量的同时测定	(151)
实验 33-10	硫酸铜电解液中氯离子的电位滴定	(152)

附录	(153)
一、分析化学实验仪器清单	(153)
二、化学试剂级别	(154)
三、常用酸碱的配制	(154)
四、常用洗涤剂的配制	(155)
五、常用基准物及其干燥条件	(156)
六、常用指示剂的配制	(157)
七、常用缓冲溶液的配制	(160)
八、原子发射光谱法中元素的主要灵敏线	(161)
九、原子吸收光谱法中元素的主要吸收线	(162)
十、常用化合物的相对分子量(M_r)	(163)
十一、元素的相对原子质量(A_r)(1997年)	(166)
十二、中级化学检验工实际操作培训项目	(167)
十三、中级化学检验工操作技能考核评分表	(168)
参考文献	(170)

第一章 分析化学实验概述

一、分析化学实验的作用和课程要求

分析化学是化学的一个重要分支,它是研究物质的组成、结构、成分、含量、测定方法、官能团及其理论的科学,是一门实践性很强的学科;分析化学实验是分析化学的重要组成部分,已应用于各行各业,如在农业上用于土壤的诊断、化肥的检测;工业上用于资源(镍矿)监测、生产(炼钢)过程监控、产品定位和环境保护;国防上任何一个新型武器的研究过程中都要进行分析检测;科学技术上用于生命科学、能源科学、材料科学、人类基因组的探究。

分析化学实验占分析化学整个课时的2/3,通过分析化学实验教学,应使学生加深对分析化学基本理论和基本概念的理解,形成严谨的科学态度和实事求是、一丝不苟的治学作风,并熟练地掌握分析化学的实验方法和基本操作技能,提高分析问题、解决问题的能力,为学习后续课程和将来从事化学教学与科研工作打下良好的基础。

二、分析化学实验的分类

分析化学实验可以按照不同的标准分类:

- (1)按分析对象分为无机分析(定性、定量分析)和有机分析(元素、官能团分析);
- (2)按分析任务分为定性分析和定量分析;
- (3)按分析原理分为化学分析(以化学反应为基础的分析方法,如滴定分析法和重量分析法)和仪器分析(以物理和化学性质为基础,借助光电仪器测量试样的光学性质和电学性质的方法);
- (4)按试样用量分为常量分析(大于0.1 mg或10 ml)、半微量分析(0.01~0.1 mg或1~10 ml)、微量分析(1~10 μg , 0.1~1 ml)、痕量分析(小于1 μg 或0.1 ml);
- (5)按被测组分含量分为常量组分分析(大于1%)、半微量组分分析(0.1%~1%)、微量组分分析(0.01%~0.1%)、痕量组分分析(小于0.01%);
- (6)按分析要求分为例行分析(常规分析)、快速分析(炉前分析,1~20 s)和仲裁分析。

三、分析化学实验的发展趋势

1. 接受新任务

在过去定性、定量分析(考质求数)的基础上,随着生产发展、技术进步和人类探索领域的不断延伸,分析化学实验面临越来越多的新课题,而且对精密度和准确度的要求越来越高:不仅要测定物质的成分,还需要了解其价态、状态和结构;不仅要测定常量、微量,还要测定痕量;不仅要作静态分析,还要作动态分析(对快速反应作连续分析);除了破坏性取样作离线(off line)分析外,还要作在线(on line)、实时(real time)甚至是活体内(in vivo)原位分

析。

2. 吸收新成果

在接受新任务的同时,其他学科如生物学、信息科学、化学计量学等的新技术、新材料和新方法同分析化学相结合,促进了分析化学的进一步发展。因此,分析化学已经不只是提供信息的科学,而是以多学科为基础的综合性学科。

3. 发展新方法

近十几年来,我国在毛细管电泳、生物传感器、化学计量学、流动注射分析和分子发射光谱方面取得了很大进步,并在不断探索一些新的分析方法。

四、学习分析化学实验的基本要求

要学好分析化学实验,首先要认识实验的重要意义;其次要提高观察分析能力、逻辑思维能力、操作能力,培养“三严”作风,即严肃的态度、严密的标准、严格的要求。

1. 实验前预习并写出预习报告

实验前应仔细查阅有关资料、数据,了解实验注意事项,并写出预习报告。

(1)内容:目的、要求、原理、步骤、操作关键、注意事项。

(2)重点:注意实验内容与教材的联系、实验方法与原理的联系、前一实验与后一实验的联系、前一步骤与后一步骤的联系。

(3)方法:边看边写,边想边查。

2. 严格按操作规程操作,仔细观察实验现象,及时如实地记录现象和数据

(1)实验:动手动脑,观察思考,安静整洁,准确细致,节约安全。

(2)记录:态度科学,实事求是。

实验中要善于思考,能运用所学知识解释实验现象和有关问题。

3. 实验报告

内容包括:目的与原理、主要仪器与试剂、操作与关键、现象与数据、结果与讨论。尽量采用简单流程图和表格式。

通过实验,应使学生做到:目的明确,原理清楚,操作规范,观察细致,记录可靠,结论正确。

第二章 分析天平

§ 2-1 分析天平的主要类型

一、半自动电光分析天平

1. 基本构造

以 TG-328 型半自动电光分析天平为例,其构造如图 2-1 所示。分析天平是根据杠杆原理制成的,它用已知质量的砝码来衡量被称物体的质量。

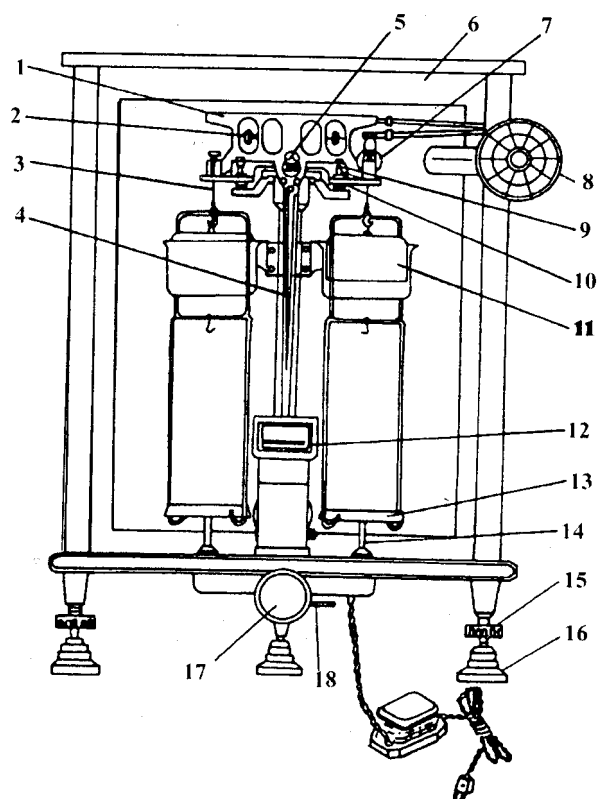


图 2-1 半自动电光分析天平的构造

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

(1)横梁

横梁是天平的主要部件。在梁的中下方装有细长而垂直的指针。梁的中间和等距离的两端装有三个玛瑙三棱体,中间的三棱体刀口向下,称为支点刀,两端的三棱体刀口向上,称为承重刀,三个刀口的棱边完全平行且位于同一水平面上。梁的两边装有两个平衡螺丝,用来调整梁的平衡位置(也即调节零点)。

(2)吊耳和秤盘

两个承重刀上各挂一吊耳,吊耳的上钩挂着秤盘,秤盘和吊耳之间装有空气阻尼器。空气阻尼器的内筒比外筒略小,两圆筒间有均匀的空隙,内筒能自由地上下移动。当天平启动时,利用筒内空气的阻力产生阻尼作用,可使天平很快达到平衡。

(3)升降旋钮和盘托

升降旋钮位于天平底板正中,它连接折叶、盘托和光源开关,用于启动和关闭天平。启动时,顺时针旋转升降旋钮,折叶下降,天平梁被放下,刀口与刀承相承接,使吊耳钩及秤盘自由摆动,同时接通电源,投影屏上显示出标尺的投影,天平处于工作状态。关闭时,逆时针旋转升降旋钮,折叶升起,天平梁被托起,刀口与刀承脱离,光源切断,天平处于关闭状态。

盘托安在秤盘下方的底板上,受升降旋钮控制。关闭时,盘托支持着秤盘,防止秤盘摆动,可保护刀口。

(4)机械加码装置

通过转动指数盘可加减圈码,圈码分别挂在砝码钩上。称量时,转动指数盘旋钮,将圈码加到承受架上。圈码的质量可以直接从指数盘上读出。指数盘转动时,可向天平梁上加10~990 mg 砝码,其内层由10~90 mg 组合,外层由100~900 mg 组合。大于1 g 的砝码则要从与天平配套的砝码盒中取用。

(5)光学读数装置

光学读数装置固定在支柱的前方。称量时,固定在天平指针上微分标尺的平衡位置,可以通过光学系统放大投影到光屏上,见图2-2。标尺上的每一大格代表1 mg,每一小格代表0.1 mg,从投影屏上可直接读出0.1~10 mg 的数值。

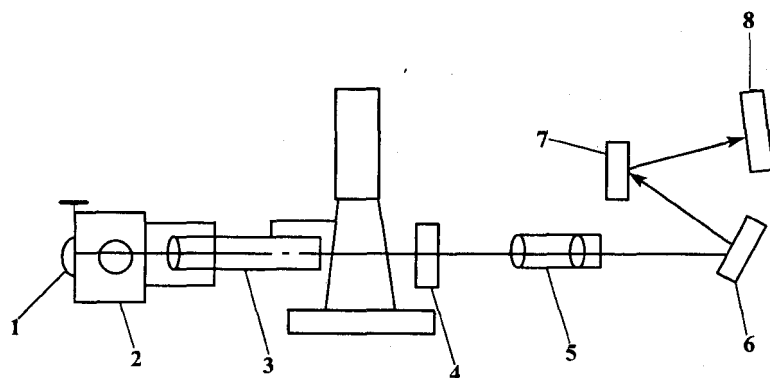


图 2-2 电光分析天平光学系统示意图

1. 光源灯座;2. 照明筒;3. 聚光管;4. 微分标尺;5. 物镜筒;6,7. 反射镜;
8. 投影屏

(6)天平箱

天平箱能保证天平在稳定气流中称量,并能防尘、防潮。天平箱的前门一般在清理或修理天平时使用,左右两侧的门分别供取放样品和砝码用。箱座下装有三个支脚,后面的一个支脚固定不动,前面的两个支脚可以上下调节,以使天平保持水平状态。

2. 使用方法

天平室要保持干燥清洁。进入天平室后,对照天平号坐在自己常用的天平前,按下述方法进行的操作:

(1)预备

掀开防尘罩,叠放在天平箱上方。检查天平是否正常、天平是否水平、秤盘是否洁净(不洁净则用软毛刷小心清扫)、指数盘是否在“000”位、圈码有无脱落、吊耳是否错位等。

(2)调节零点

接通电源,顺时针轻轻旋转升降旋钮,启动天平。投影屏上标尺停稳后,如果其中央的黑线与标尺中的“0”线重合,即天平在零点(天平空载时平衡点)。如果不在零点,差距小时,可调节调屏拉杆,调至零点;差距大时,关闭天平,调节横梁上的平衡螺丝,再开启天平,反复调节,直至零点。

(3)称量

零点调好后,关闭天平。把称量物放在左盘中央,关闭左门。打开右门,根据台秤上粗称出的称量物的质量,把相应质量的砝码放入右盘中央。然后将天平升降旋钮半打开,观察标尺移动方向(标尺往哪边跑,哪边就重),以判断所加砝码是否合适并确定如何调整。当调整到两边的质量相差小于1 g时,关好右门,再依次调整100 mg组和10 mg组圈码。按照“折半加減碼”的方法加減圈碼,可迅速找到物体的质量范围。调节圈码至质量相差小于10 mg以后,完全启动天平,准备读数。

(4)读数

砝码 + 圈码 + 标尺读数(均以克计) = 被称物的质量。

天平平衡后,关闭天平门,待标尺在投影屏上停稳后再读数,并及时记录在记录本上。读数完毕,应立即关闭天平。

(5)复原

称量完毕后,取出被称物放到指定位置,将砝码放回盒内,指数盘退回到“000”位,关闭两侧门,盖上防尘罩。填好使用登记簿,由教师签字后,将凳子放回原处,再离开天平室。

3. 注意事项

(1)称量未知物的质量时,一般要在台秤上粗称。这样既可以加快称量速度,又可保护分析天平的刀口。

(2)加減砝碼的顺序是:由大到小,折半加入。在取放称量物或加減砝碼时(包括圈碼),必须关闭天平。启动升降旋钮时,一定要缓慢均匀,避免天平剧烈摆动,以保护天平刀口不受损伤。

(3)称量物和砝码必须放在秤盘中央,避免秤盘左右摆动。不能称量过冷或过热的物体,以免引起空气对流,使称量的结果不准确。称取腐蚀性、易挥发物品时,必须放在密闭容器内称量。

(4)同一实验中,所有的称量要使用同一架天平,以减少称量的系统误差。

(5)天平称量不能超过最大载重,以免损坏天平。

(6)加减砝码必须用镊子夹取,不可用手直接拿取,以免沾污砝码。砝码只能放在天平秤盘上或砝码盒内,不得随意乱放。在使用机械加码旋钮时,要轻轻逐格旋转,避免圈码脱落。

(7)使用天平时,应经常保持天平洁净和“三轻”——开关天平(升降旋钮、门)轻、加减砝码(物体)轻、走路(说话)轻。

二、电子天平

电子天平根据电磁平衡原理制造,可直接称量。其特点是性能稳定,操作简便,称量速度快、灵敏度高,能进行自动校正、去皮及质量电信号输出。

电子天平的使用方法如下:

(1)水平调节,水泡应位于水平仪中心。

(2)接通电源,预热 30 分钟。

(3)打开开关 ON,使显示器亮,并显示称量模式 0.000 0 g。

(4)称量时按 TAR 键,显示为零后,将称量物放入托盘中央,待读数稳定后,该数字即为所称物体的质量。

(5)去皮称量时,先按 TAR 键清零,然后将空容器放在托盘中央,按 TAR 键显示零,即去皮。将称量物放入空容器中,待读数稳定后,天平显示读数即为所称物体的质量。

§ 2-2 分析天平的灵敏度和示值变动性

一、分析天平灵敏度的表示方法

分析天平的灵敏度是指在天平的左盘上增加 1 mg 质量所引起的指针偏转的程度,它反映了天平察觉秤盘上物体质量改变的能力。灵敏度(E)的单位为分度/mg。在实际工作中,常用灵敏度的倒数分度值(S)来表示天平的灵敏程度。例如半自动电光分析天平的灵敏度 $E = 10$ 分度/mg,则分度值 $S = 0.1$ mg/分度,即秤盘上 0.1 mg 的质量改变,天平也能察觉出来。因此,这类分析天平称为万分之一天平。

二、影响灵敏度的因素

设天平梁的一臂为 OA , O 为支点, l 为臂长,天平梁重心在 G 处, G 与 O 之间的距离为 d ,天平梁质量为 W ,天平盘质量为 P ,空盘时指针指向 OD 。当一盘增加质量 m 后,天平梁的一臂 OA 倾斜至 OA' ,指针移向 OD' ,重心由 G 移至 G' ,倾角为 α 。停止后, A' 投影到 OA 线交于 B , G' 投影到 OD 线交于 C 。如图 2-3 所示。

根据杠杆原理,可得以下公式:

$$\tan \alpha = \frac{ml}{Wd}$$

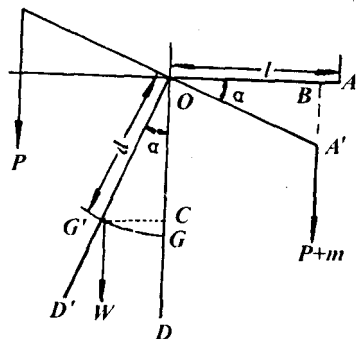


图 2-3 分析天平力矩示意图

当 α 很小时, $\tan\alpha \approx \alpha$, α 角可用弧度表示。当指针长度一定时, α 角可用对应弧 $\widehat{GG'}$ 表示, 即表示灵敏度。当 $m = 1 \text{ mg}$ 时, 指针偏移角度 α 或指针偏移的分度数即为天平灵敏度 E , 此时

$$E = \alpha = \frac{l}{Wd}$$

由此可知, 天平灵敏度与臂长 l 成正比, 与天平梁质量 W 及支点到重心的距离 d 成反比。一台天平的天平梁质量与臂长是固定的, 因此只有通过升降重心螺丝来调整 d 的大小。螺丝上调, d 减小, 可提高灵敏度。

实际上, 天平的灵敏度在很大程度上还取决于三个玛瑙刀口的质量。若刀口锋利, 天平摆动时刀口摩擦小, 则灵敏度高; 若刀口缺损, 则不论如何调节重心螺丝, 也不能显著提高其灵敏度。因此, 在使用天平时, 应特别注意保护玛瑙刀口, 勿使其损伤, 在加减砝码和称量物时, 必须先关闭天平。

三、天平灵敏度的测定

天平的灵敏度应控制在一定范围内。灵敏度太高时, 指针摆动厉害, 不便称量, 天平稳定性下降; 灵敏度太低时, 则称量误差增大, 影响称量的准确度。

调节好天平零点后, 关闭天平, 在天平的左盘上放置已校准的 10 mg 圈码, 然后开启天平, 标尺移动在 100 ± 2 分度范围内为合格。若不合格则应细心调节重心螺丝, 使灵敏度达到规定的要求。调节重心螺丝时, 会引起天平零点的改变, 故应重新调节零点再测定灵敏度。

当天平载重时, 其灵敏度随载重的增加而减小。必要时可制作灵敏度曲线, 即分别测定载重为 5 g 、 10 g 、 20 g 、 30 g 、 40 g 、 50 g 时相应的灵敏度, 然后以灵敏度为纵坐标、载重为横坐标绘制灵敏度曲线。

四、分析天平的示值变动性

在相同情况下, 用同一天平多次称量同一物体, 所得称量结果的不一致程度称为天平的示值变动性。

天平载重时所处的平衡位置称为平衡点(或停点)。检查天平示值变动性的方法如下:

调好天平零点后, 在天平两盘中各加 20 g 砝码, 开启天平, 读取停点。关闭天平, 取下砝码, 再测其空载零点。关闭天平, 把 20 g 砝码按原位加上, 再测停点。如此反复几次, 若零点及停点的最大变动不超过 $\pm 0.1 \text{ mg}$, 即为合格。若超过 0.1 mg , 须找出原因, 进行调整。

天平横梁上零部件(刀口、平衡螺丝、重心螺丝)发生松动或偏离正确位置, 横梁、阻尼器有灰尘, 环境条件不良(天平附近有空气对流、天平室温度波动较大、天平附近有振动)以及操作不当(称量物偏离室温较大或不够干燥、天平水平位置发生改变)等因素都会引起天平示值变动性的超差, 因此应采取相应的措施调整并严格按照天平的使用规则操作。

§ 2-3 分析天平的称量方法

根据不同的称量对象及称量要求,须采用相应的称量方法。常用的称量方法有以下三种。

一、直接称量法

调定零点后,将称量物先放在台秤上粗称,然后置于左盘上,按从大到小的顺序加减砝码和圈码,使天平达到平衡,所得读数即为称量物的质量。该法适用于称量不易吸水、在空气中性质稳定的物质。

二、固定质量称量法

该方法适用于在空气中没有吸湿性的试样,如金属等。先用直接称量法称取盛试样器皿的质量,然后在右盘加上固定质量的砝码和圈码,再用小药匙将试样逐步加到盛放试样的器皿中(如图 2-4),直到天平达到平衡。这种方法称量简单,结果计算方便,在工业生产的例行分析中得到广泛应用,不过对初学者来讲,难度较大、花费时间较多。

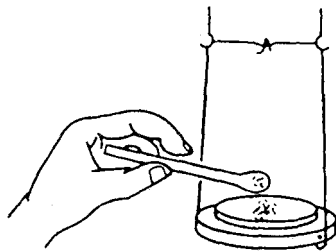


图 2-4 直接加样的操作

三、递减称量法

这种方法称出试样的质量不要求是固定的数值,只需在要求的称量范围内即可。常用于称量易吸湿、易氧化或易与 CO_2 起反应的物质。称取固体试样时,将适量试样装入干燥洁净的称量瓶中,用洁净的小纸条套在称量瓶上(如图 2-5A),在天平上称得质量为 m_1 (g)。取出称量瓶,放在盛试样容器的上方,打开瓶盖,将称量瓶倾斜,用瓶盖轻轻敲击瓶的上部,使试样慢慢落入容器中(如图 2-5B)。当倾出的试样接近所需的质量时,慢慢地将瓶竖起,再用瓶盖敲击瓶口上部,使粘在瓶口的试样落回瓶中。盖好瓶塞,再将称量瓶放回秤盘上称量,称得质量为 m_2 (g),两次称量之差即为倒入容器中的第一份试样的质量。按上述方法连续称取多份试样。

$$\text{第一份试样质量} = m_1 - m_2 (\text{g})$$

$$\text{第二份试样质量} = m_2 - m_3 (\text{g})$$

$$\text{第三份试样质量} = m_3 - m_4 (\text{g})$$

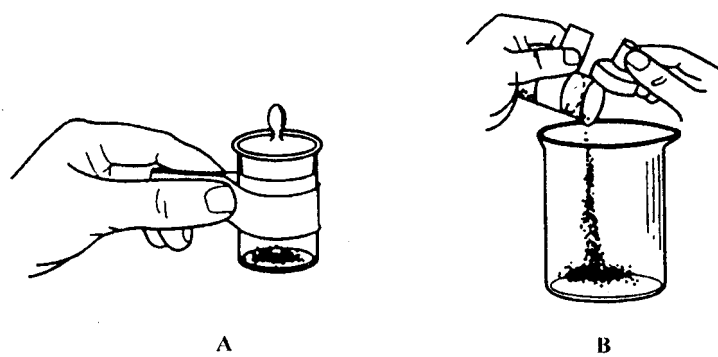


图 2-5 递减称量法

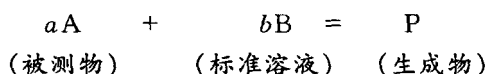
第三章 滴定分析法

§ 3-1 滴定分析法概述

一、基本概念

1. 滴定分析法

是指将已知准确浓度的标准溶液 B 滴加到被测物质 A 的溶液中,反应完全时,根据标准溶液的浓度和体积计算被测物质含量的分析方法。



2. 化学计量点——等量点 ep(等当点)

标准溶液与被测物的物质的量正好符合化学计量关系时,反应完全,称为化学计量点(以标准溶液体积表示)。

化学计量点的确定方法有:

- (1)由反应本身指示化学计量点(少数),如 $\text{Mn}^{2+} - \text{MnO}_4^-$ (色变)。
- (2)依靠其他方法测定:物理化学法——电位滴定(体积确定),化学法——指示剂变色(酸碱指示剂)。

3. 滴定终点 sp

即指示剂颜色改变的点,常以体积表示。理论上讲,指示剂变色点 = 化学计量点,即恰在化学计量点时指示剂变色(完全一致),但实际上并不能绝对吻合。例如:强酸滴定强碱时,理论 $\text{pH} = 7.0$,实际上用指示剂指示终点时,酚酞 $\text{pH} = 8.0 \sim 10.0$,甲基橙 $\text{pH} = 3.1 \sim 4.4$,总是有误差的。

4. 终点误差

指由于滴定终点和化学计量点不一致造成的误差。

同样,用滴定剂的体积表示相对误差(滴定误差)。例如,化学计量点为 20.00 ml,滴定终点为 20.02 ml,则

$$E = \frac{(20.02 - 20.00)}{20.00} \times 100\% = 0.1\%$$

因此指示剂的变色点应该尽量接近化学计量点,这样才能变色敏锐。

二、滴定分析法的特点(与重量分析法、仪器分析法相比)

滴定分析法适用于常量分析(试样 0.100 0 g,含量 1% 以上);准确度较高($E <$