

# 分析化学实验指导书

(定量部分)

土化系化学教研组

沈阳农学院

# 定量部份实验指导書

## 甲、定量分析化学所用儀器和操作

### 一、实验前的准备

1. 充分閱讀試驗講義，研究其中的疑問和原理，并用簡單的記錄方式將試驗过程中各項步驟和操作寫于筆記本內，遇有附註要仔細的研究清楚，对于特別小心的操作要記牢，最好在筆記本上標明記号。同时計劃实验当中所应做的工作，所应用的儀器和藥品，都記載在筆記本中。

2. 动手作定量分析时，对于進行記錄数字（即称量和量度体積的結果）要特別注意，絕對不許可記錄在紙片或紙条上，應該記錄在專門的筆記本內——实验筆記本。記重要的数字于紙片或紙条上，容易遺失。于是已經花費了很多時間同勞力的整个分析便失去效用，除此以外，当你的分析結果，使人怀疑时，可以根据筆記本檢查，及时更正。

記錄筆記时，应記得使任何人都很容易了解，同时避免重抄，因为在抄写时往往產生筆誤。

必須將每一个实验記在單獨一頁中，註明实验的名称和時間，最好每个实验的記載佔有兩頁，其中右頁上記錄所有直接量度的資料和各种其他記錄（完成分析的時間，实验步驟等）而在左頁上就記錄所有必要的計算（如求休止點，零點等）。

3. 未進入实验室之前，予先准备好工作衣或破旧的外衣一件，防止酸鹼腐蝕衣服。洗淨手巾或白布二块，專擦清潔器皿外部之用。

### 二、洗瓶的裝置法

1. 玻管的截斷：按緊玻璃管，用三角銼向前或向右一拉，（注意不要來回拉，以免損壞三角銼）然後將兩拇指按住切痕的後面，輕輕的向後一折，玻管即截斷成兩段，截端要放在火焰中熱圓。

2. 玻管的彎曲：兩手平執玻管，在本生燈火焰中燒，使加熱部分約長二寸，并不断地轉動，待玻管軟化後，離開火焰迅速彎曲成所需要的角度，小於 $90^\circ$ 的角，應特別小心，必要時可分幾次彎曲而成，截端都要燒圓，以免損壞玻璃儀器和切傷手指。

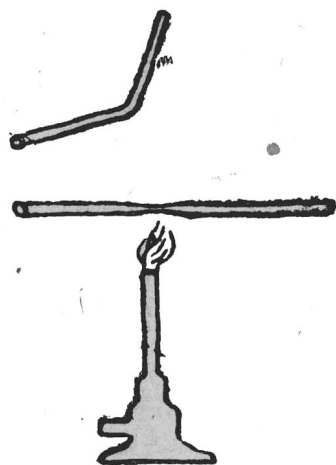


圖 1 玻管彎曲

3. 玻管的拉尖：平置玻管于火焰中燒，加熱部分約有二寸長，并不断地轉動，待玻管軟化後，離開火焰平順地迅速地向左右拉長，細長部分，用三角銼一拉，截斷成二段，尖端



置于火焰中，稍加热，使断口光滑。

4. 橡皮塞和軟木塞的使用：选择适合瓶口大小的橡皮塞或軟木塞（如为軟木塞，应先放在木塞压軋机上压軟）于塞子頂面，画兩条互相垂直平分綫，即分圓面成四象限，于塞子底面上，再画兩条互相垂直平分綫，这两条綫，应该分別与上面兩条直綫互相平行。如图三所示。

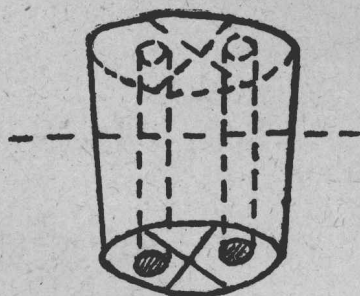


圖 2 橡皮塞打孔法

平置塞子于桌面上，用适当大小口徑的打鑽（註），向下用力推進（左手执住塞子，右手执打孔鑽，兩手同时旋轉）最好鑽到一半时，另換一面，向对称的地位再鑽，鑽通后 用圓銼將洞磨光，并稍稍放大，鑽时可加些水，或加甘油，稀薄氫氧化鈉液，以减少抵抗力而易于鑽入，接玻管时，要用些水潤湿玻管和塞子，同时玻管要执得近些，緩緩地轉入，不要执住玻管弯曲的地方，如兩头玻管都要弯曲，应先将塞子裝好，然后才進行弯曲玻管。

附註：鑽軟木塞时，鑽孔口应比所需要的玻管圓洞口徑小，鑽橡皮塞时，鑽孔口应和所需要玻管的圓洞同大，或稍大些。

5. 洗瓶的裝置：可用250至500ml平底燒瓶，配上合宜的弯曲玻管制成。瓶外弯曲管，不可过長，噴水口应用橡皮管連接，以便弯轉自如，橡皮管与兩端玻管連接處，不得超过一毫米，最好每人能做兩個。一大一小，分裝蒸餾水与洗滌剂之用。



圖 3 洗瓶圖形

### 三、玻璃器皿的清潔法

器皿的洗滌：一切定量分析工作中使用的玻璃器皿及磁器都必須絕對清潔，常常一點點污穢的存在会歪曲了反应的結果，使实验得到錯誤的結論。因此 对于 使用的玻璃器皿及磁器，玻棒等必須严格注意清潔的情况，器皿上不能發現任何污垢，并且水从器皿上成平層流下，在任何地方也不留下液滴，那么才可以称为清潔的器皿。

玻璃器皿的洗滌，可用下法進行，首先把水注入欲洗的器皿中，然后用毛刷子仔細地擦淨器皿的內外部，其次用苏打溶液代替水重洗一次，然后用自來水冲洗器皿的內外部，如果用这种方法不能很好地洗淨器皿同时在器皿的內壁留下液体水珠，便要用鉻酸混合液（即洗液）注入欲洗的器皿中，很好地布滿器皿內壁，放置15分鐘左右后，將鉻酸混合液傾回原瓶中以備下次再用。

用鉻酸混合液洗滌完畢后，應該仔細地用自來水洗淨器皿，最后應該用洗瓶吹出少量蒸餾水（5—10毫升）洗滌器皿內部四周。并用乾淨的抹布拭乾器皿外部，絕對不許用抹布拭干器皿的內部，如果器皿內部，亦应乾燥，可先倒置桌上片刻，待水流乾后，再放入烘箱內烘乾。

燒灼过沉淀的瓷坩堝可用热鹽酸（1:1濃度）洗滌，然后用鉻酸混合液和水分別洗滌，

此时常常不能除去附于坩埚底部的沉淀(例如:  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CuO}$ ) 因为它们已与瓷釉熔合, 但这些坩埚在分析上仍旧可以使用。

使用铬酸混合液时必须十分小心, 因为如果滴在衣服上时它会烧破衣服(如果落在手上或脸上时, 必须立刻用自来水冲洗)。

#### 四、干燥器应用上的注意

干燥器的使用: 干燥器的内部, 经过洗净干燥后, 于干燥器的下部放置若干块烘焙过的氯化钙或注入浓硫酸, 这些物质极易吸收水分, 因此使干燥器内的空气变得十分干燥, 所以置于干燥器上部(干燥器内的瓷孔架上)的物质在冷却时不会吸附过多的潮气而改变重量。

干燥器的边缘, 应该涂上一薄层凡士林, 打开干燥器时, 应将它的盖向旁边移动, 而不得向上举起。同样加盖时, 也应将盖从侧面拿过来盖上, 干燥器自一处搬运到它处时, 必须用两手的大拇指将盖按住, 否则盖子容易落于地下打碎。

#### 五、重量分析中的若干操作手续

1. 液体的移置: 将液体移入另一容器内, 须用玻棒逼近容器的边口, 使液体沿着玻棒流下, 每次分析, 液体由一容器移至其他容器的次数, 愈少愈佳, 避免损失, 由一容器倾出后, 必定要用洗瓶, 将该容器内残留的任何物质完全冲洗干净, 否则会影响分析的结果降低。每次所用蒸馏水, 只要5—10ml。

2. 加热: 加热前, 要将容器外面擦乾, 在加热过程中, 如遇容器四周凝有水汽, 应随时擦乾, 水开时如要加水, 不要很快地加入冷水。最好取下容器, 稍待片刻, 然后慢慢地加入, 容器取下时, 不要放在湿的或不乾淨的地方, 最好放置石棉网上冷却, 蒸发液体在快要乾时, 要用水浴或用小火, 并用玻棒时时搅动。

3. 坩埚的准备: 物质露置于空间, 在它的表面常常凝附着一层湿气, 并随着空气中的湿度而改变, 因此不容易称准它的重量, 所以坩埚在称重前, 必先洗净, 烘乾, 用毛笔蘸10%  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  或10%  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  液于坩埚的外壁上, 标一记号, 以资识别, 待乾燥后, 送入电熔炉内, 逐渐地升高温度到900°附近, 保持此温度约半小时, 停止电流, 待物体冷却后, 用坩埚钳挟入干燥器内, 经过20—30分钟, 充分地冷却(坩埚表面保持一定的低湿度) 称它的重量(至四位有效数字为止)。然后将原坩埚再送入电熔炉内灼烧一次, 冷却后再称重, 直到前后两次重量的差在0.0002克以内, 即表示重量不变, 而为坩埚的衡重。

经过烧灼的坩埚, 必先置于石棉网上, 露于空气中冷却至与手微触, 仅感微热, 始可移入干燥器内, 否则会影响开盖时难以启动, 同时引来空气的对流, 将坩埚内轻微物质吹去, 毁坏分析结果, 严重时将使坩埚破裂。

用坩埚钳挟红热的坩埚, 应先予热, 才可挟住, 同时要预先检查坩埚是否挟得紧, 放置时坩埚钳的尖头朝上, 并不可溅水, 充分保持乾淨, 以免灰尘等杂质, 由坩埚钳带到坩埚上去, 增加坩埚的重量, 或引起其他的变化, 影响分析的准确。

完成一个分析操作后, 应把坩埚洗净, 再热灼至固定重量。

4. 沉淀物的过滤: 沉淀物的过滤与洗涤是很重要的操作, 分析结果的准确度, 主要是由这种操作的精细程度来决定。

在重量分析中, 常用无灰滤纸, 即用HCl和HF两种酸洗涤过除去大部分无机物的滤纸来过滤, 如果其灰重不超过0.0002克可忽略不计。

当着手过滤时, 正确选择滤纸的大小, 不应根据被滤液体的体积而应当根据沉淀量来选



擇：沉淀不應超過濾紙的一半，否則無法很好地洗滌沉淀，也不應使用過大的濾紙，顯然必須花費較長的時間，才能洗去濾紙自溶液中所吸附的物質。選擇漏斗應當以濾紙不超過漏斗邊5—15毫米為標準。通常漏斗成 $60^\circ$ 角，要使濾紙很適合於漏斗必須先將濾紙摺成兩半，然後又摺出兩半，使摺綫互相垂直。如果漏斗角度不等於 $60^\circ$ ，第二次就不應把濾紙摺成相等的兩半，而使成適當的銳角，把這樣摺成的濾紙較大的或較小的一層折轉，設法使濾紙緊貼漏斗壁（此時漏斗應該十分乾燥）。隨後，以蒸餾水濕潤濾紙，并用乾燥的玻棒或手指小心地將濾紙貼緊漏斗，並設法除去漏斗與濾紙之間所生成的氣泡，如果濾紙恰恰貼合，則過濾時漏斗管通常充滿濾液，濾液以本身的重量曳引漏斗內的液體，使過濾大大加速，否則氣泡就會落入管內，因而減緩液體沿漏斗管向下運動的速度。

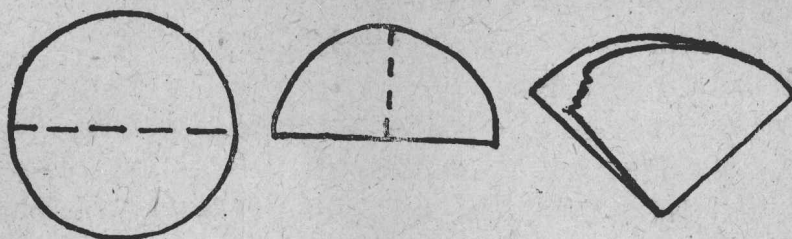


圖 4 濾紙折法

將附有濾紙的漏斗放在漏斗架上，然後將潔淨的燒杯放在漏斗下面，并使漏斗管末端與燒杯壁接觸，以免過濾時液體的濺散，最好用手指微微拭乾盛有沉淀的燒杯嘴外部，此時燒杯嘴不為水分所混潤，可防止過濾的液滴沿燒杯外壁下流。

為了使過濾時濾紙孔尽可能長久不為沉淀粒子所堵塞，可予先傾瀉液體，即先將上層澄清液小心地傾入濾紙中，力求不震動沉淀。為了避免濺散，必須如圖六所示沿玻璃棒進行操作，此時應將玻璃棒下端擺近濾紙的中央靠近三層紙的部位，但不能與濾紙表面相接觸，隨着濾液的逐漸注入，應將玻璃棒漸次提高，以免觸及液體，但絕不應當把液體注滿至濾器的上緣，液體的水平面至少在濾紙邊緣下5毫米處。

當我們想中止傾瀉液體時，沿玻璃棒將燒杯嘴往上提，防止最後一滴液體沿燒杯外壁流下，當燒杯處於直立狀態時，將玻璃棒放入燒杯，并細心地注視，不讓掛在玻璃棒末端的液滴墮失。玻璃棒通常應放在原來的燒杯中，當然不能把它放在桌上或架子上，因為這樣會使附着在玻璃棒上的沉淀粒子失去，或粘上些雜質。

過濾繼續進行到不能從沉淀中倒出溶液為止，如濾液不再分析并確信濾液是透明的，可將濾液倒掉，開始洗滌沉淀。

5. 沉淀的洗滌：沉淀洗滌目的在於除去沉淀上由溶液中吸附的雜質，自然在進行這種操作前，會發生用什么溶液來洗滌沉淀的問題，這個問題可根據下列原則來解決。

（一）為了避免洗滌時失去可觀覺的物質，如果沉淀顯著地可溶於水，則必須用稀沉淀劑來洗。

（二）當不考慮沉淀溶度大小，而考慮沉淀有成膠體溶液傾向時，就必須用某種電解質凝結劑的稀薄溶液來進行洗滌。

（三）如果沉淀不會因溶解而損失，亦無生成膠體溶液的危險，則可用蒸餾水來洗滌。

（四）如果沉淀性質允許用熱溶液洗滌的話，宜用熱的溶液，因為熱液體的過濾要比冷

液体快得多，此外，吸附作用会随温度上升而渐次减低。

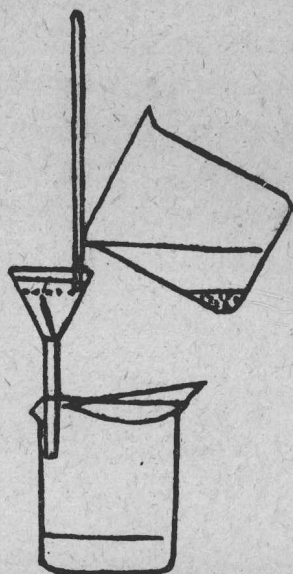


圖 5 過濾方法



圖 6 用洗瓶吹水洗滌

洗滌操作开始时，一般是用傾瀉法（澄清法）在燒杯中來進行的，只有在接近完畢時，才在濾紙上進行。即將少量洗液注入盛有沉淀的燒杯中，充分攪拌燒杯中的內容物，待沉淀粒子沉下后，沿玻璃棒傾瀉液体入濾紙中，傾瀉時每次都應該盡可能地將沉淀中的清液泌出，這樣會使雜質迅速清洗出去。

重復傾瀉若干次，然後將沉淀全部移入濾紙中，為此先用小量洗液沖洗沉淀，然後小心地沿玻璃棒將所得的懸濁液注入紙中。這工作是極重要，若失去一滴懸濁液，就會使整個分析失敗。自洗瓶中以小分洗液洗滌燒杯，每次都把洗液連同沉淀粒子洗入濾紙中，同時設法盡可能更完全地將沉淀移入濾紙。到快結束時，用玻璃棒在燒杯內攪撥一小塊無灰濾紙，藉此將粘附在燒杯壁的沉淀粒子完全抹下，再用另一小塊無灰濾紙擦淨玻璃棒，然後把這兩小塊濾紙放入濾紙中。（或者設法取出沾附在杯壁和玻璃棒上的沉淀粒子，即用另一根套有橡皮頭的玻璃棒拭脫粘在燒杯壁和玻璃棒上的沉淀粒子并自洗瓶中用少量洗液將它洗下）。

如已確信燒杯內和玻璃棒上都不再殘留沉淀粒子，則可着手在濾紙中進行最後一次沉淀的洗滌，這次洗滌最好用洗瓶來進行，為了避免濺散，不應自洗瓶中将小股洗液射向濾紙中央，而應射向接近于濾紙上緣的側面，操縱洗瓶曲管的噴嘴，使沿濾紙的周圍迴轉，設法逐漸把沉淀沖到濾紙的最下面，此時，如同傾瀉時一樣，在加新的一份洗液時，應讓前一分洗液流盡。

當認為雜質已完全除去時，應進行洗滌完全的試驗，移開燒杯將表面皿放在漏斗下面，收集若干毫升濾液，然後用某種適當的試劑（與洗滌時所要去的離子作用）來試驗濾液，不起反應為止。

應當注意，沉淀的過濾和洗滌必須在一次實驗內做完畢，否則沉淀將乾涸，裂開，就不可能洗滌了。

用酒精噴燈灼燒沉淀的普通手續和注意點。



# 1. 沉淀的烘乾方法，普通有下述三種：

(1) 將盛有已洗淨的沉淀漏斗，用一張蒸餾水濕潤過的普通濾紙蓋住，為了避免錯誤，事先用鉛筆寫上自己的姓名與沉淀的化學式在這張普通濾紙上。

將濾紙伸出漏斗邊緣的末端緊貼在漏斗的外面，同時將這部分多餘的濾紙撕掉，這時便做成緊緊固貼着的蓋子，使沉淀不會受塵埃、空氣流動的影響，然後把盛有沉淀的漏斗插入烘箱欄板上，烘20—30分鐘，保持溫度在 $90^{\circ}$ — $105^{\circ}\text{C}$ ，不可再高，否則濾紙會燒焦，並自漏斗中取下時會破碎。如果不打算當天燒灼沉淀，不必將它放在烘箱內，在常溫之下，放幾天後沉淀也會乾燥。

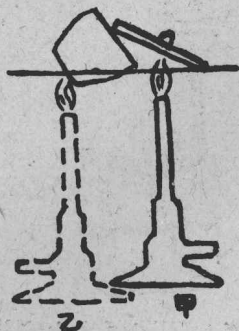


圖7 沉淀處理

甲. 烘乾時燈的位置

乙. 灼燒“”””””

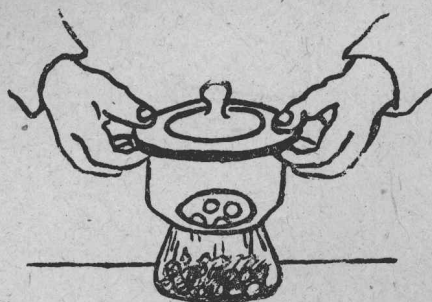


圖8 乾燥器拿法

(2) 將含有沉淀的濾紙，予先摺好放在供燒灼用的坩堝內一併在烘箱內乾燥。

(3) 自漏斗中取出帶有沉淀的濾紙，將它各邊摺起使沉淀四面八方都被濾紙包圍，放在供燒灼的坩堝內，特別記住應將錐形濾紙的口與坩堝底部相對，極力不讓沉淀撒出及損失。

將盛有沉淀的坩堝，斜置于泥三角上，坩堝蓋斜倚一邊，然後在坩堝蓋底部用小火加熱，由熱空氣交流的結果，可將濾紙和沉淀迅速乾燥，但火焰不可太大，因為坩堝內的沉淀和濾紙，還是潮濕而含有多量水分，容易產生水點落於坩堝上，使坩堝易於破裂。

上述(1)(2)兩法，手續上比較麻煩近來多採用(3)法。

2. 濾紙的炭化：將火焰轉移於盛有沉淀的坩堝底部慢慢地使濾紙炭化，不讓它燃着，因為燃燒時沉淀最微細的粒子可能飛散，如果發生這種情況應該立即把燈移開，一直等到火焰熄滅為止，絕不能把火焰吹熄。

在這段工作期間，為了使空氣更加流通，應將坩堝隨時用坩堝鉗移動，使坩堝壁上的炭質層完全燒去或使濾紙完全灰化。

3. 灼燒沉淀：經灰化後的沉淀和濾紙，可用大火灼燒，同時將坩堝扶直加蓋，保持坩堝紅熱半小時，稍冷後把它移入乾燥器內冷卻稱重，為了保證作用完全，應重新灼燒一次在高溫保持15—20分鐘，再冷卻稱重得到固定重量為止。

|         |                          |
|---------|--------------------------|
| 灼燒坩堝暗紅色 | 約 $500^{\circ}\text{C}$  |
| 櫻紅色     | 約 $800^{\circ}\text{C}$  |
| 橙 色     | 約 $1000^{\circ}\text{C}$ |

## 六、滴定管的准备

### 1. 滴定管的清潔:

(1—1) 將滴定管的下端閉塞，如果是礮管应当除去橡皮部分，于滴管的下端另換一段橡皮管塞住。

(1—2) 慢慢地將鉻酸硫酸洗濯液自滴定管上口注入几乎至滿，靜置5—10分鐘更長時間必要时也可注入溫而且濃的鉻酸硫酸洗濯液增加潔淨效力。

(1—3) 令鉻酸硫酸洗濯液流回原來的儲液瓶內以備下次再用。

(1—4) 用自來水沖洗滴管數次然後再用蒸餾水沖洗四次，只要3—5ml并令它由管的下端流出。

(1—5) 沖洗的水流出後，如仍有水珠附着管壁必需再洗。

(1—6) 酸管洗滌後取下玻塞，用干淨手巾抹乾連接的部分與玻塞。涂以極薄的凡士林再裝入孔內用膠皮圈系緊以防跌落打碎。檢檢不使漏水。

(1—7) 礮管橡皮部分，該用3N碳酸鈉煮沸幾分鐘，并用水漂洗乾淨然後才能裝上，亦檢查不使漏水。

(1—8) 裝試劑前，滴定管除用蒸餾水漂洗乾淨之外，還要用少量試劑漂洗四次。每次3—5ml，以防影響濃度。

(1—9) 每次實驗完畢後，必須將滴定管中的溶液流出，洗淨再盛蒸餾水，并用玻罩或潔試管蓋住，以防塵埃落入。

(1—10) 滴定前滴定管的尖端和活塞以下部分，要充滿液體，滴定时用左手調節活塞，并在容器下面放一塊白磁板使更明顯地看出溶液顏色的改變。

### 2. 滴定管的讀數法:

(2—1) 洗淨的滴定管裝滿溶液，由末端放出一部分的溶液，驅除活塞部分的空氣，再裝入溶液至零度以上再放出一部分溶液使它的彎曲面恰好與零度相齊或在零度以下附近的刻度，停置二分鐘讀取液面弧形最低的刻度。

(2—2) 在讀數時為了使彎曲面顯得比較清楚，最好在滴定管背後作遮光板。遮光板可用一小塊厚紙制成（大約5×5厘米），遮光板的一半糊着白紙，另一半糊着黑紙，如果將這遮光板置于滴定管背後，黑條向下，并使它比彎曲面低一毫米，由于反射的緣故，彎曲面成黑色顯得比較清楚。

(2—3) 為了獲得十分準確的滴定結果，滴定时用去的溶液的體積，不超過一支滴管的

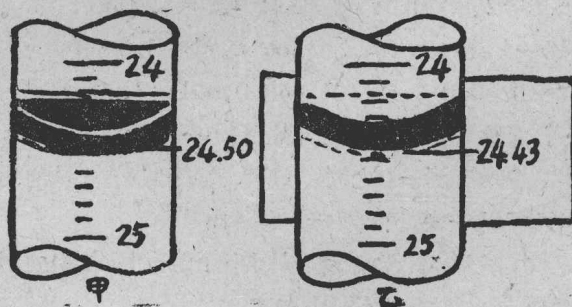


圖9 滴定管讀數

甲、无紙片

乙、有紙片襯背景



体积，即不得超过50毫升的刻度，体积也不要太小，即不要小于10毫升的刻度。一般每次用量在20—30ml左右为宜。

### 七、吸管的洗涤和使用

用前必先用10%  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  洗濯液洗净，如水流完后，尚有水滴留掛管壁应重复洗濯，直到不留水滴为止，用自来水漂洗后再經蒸馏水漂洗三次，将乾淨的吸管，放置于吸管架上滴乾备用，必要时可以烘乾。

吸取溶液前，如果吸管不乾要用少量溶液漂洗三次，然后用大母指和中指拿住吸管的上部，吸液时，吸管尖端要放在液面下部相当深处，否则将容易把溶液吸入嘴中。在由吸管上端用嘴吸气，使溶液达到刻度之上，速用食指按紧管頂，然后豎立吸管看准刻度，将食指稍稍移动放松，使溶液下降，直至液面弧形頂端和刻度相合为止。（因之事先要用自来水多次練習吸管的使用方法，手指才能听话）。将吸管移开原处，移至另一个预先准备好的器皿中，直立的沿着器皿內壁放出溶液，流尽后停留30秒鐘，尚有溶液遺留管尖，不再考慮在內，并不得用嘴吹出。对人体有妨害的溶液尽量避免直接用口吸的方法。一般溶液万一不慎誤吸入口，应立即吐掉，并用大量清水漱口。

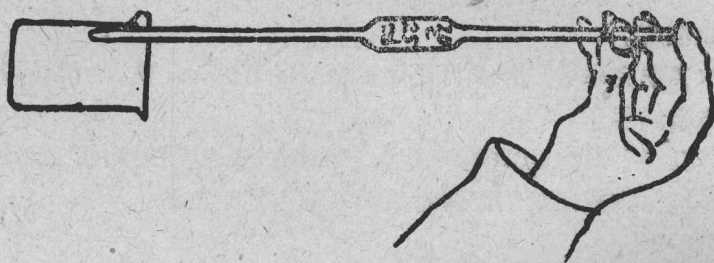


圖10 吸器执取方式

### 八、对数的应用

#### I. 对数与普通数字間的关系

一个正数（不一定是整数）例如100，10，1，我們可以換一个方式来表示， $100=10^2$ ， $10=10^1$ ， $1=10^0$ ，因此可以推論0.1，0.01，0.001， $0.1=10^{-1}$ ， $0.01=10^{-2}$ ， $0.001=10^{-3}$  就是一个数字可以以10为基数用它的乘方来表示，那么这些乘方的系数，我們就叫作以10为底的对数或指数，用公式表示时

|                   |                                |
|-------------------|--------------------------------|
| $\log 100=2.0000$ | $\log 0.1=\overline{1}.0000$   |
| $\log 10=1.0000$  | $\log 0.01=\overline{2}.0000$  |
| $\log 1=0.0000$   | $\log 0.001=\overline{3}.0000$ |

这中間可以找出一个对数定位的标准，就是說一个数字在100—10之間他們的指标在2—1之間，在10—1之間，指标为1—0之間，同样情况0.1—0.01的指标在 $\overline{1}$ — $\overline{2}$ 之間，因此对于不是整数的数字，我們可以决定它的指标，例如：

1. 20在100与10之間，它的指标是大于1而小于2，因之20的对数指标为1，再加上一个尾数。我們从对数上查出20的对数为3010因之

$$\log 20=1.3010$$

2. 0.5在1—0.1之間它的指标大于 $\overline{1}$ ，小于0，因之0.5的指标为 $\overline{1}$ ，再加上一个尾数

查0.5的对数为6990,  $\log 0.5 = \overline{1}.6990$

我們要注意的指标有正值有負值, 而尾数一般全用正值, 所以  $\overline{1}.6990 = -0.3010 - 1.6990$ 。

## II. 怎样查对数

有一数字12.34

(1) 首先定位 如为1 (2) 查出全部数字的对数值先从表上真数項中找出“12”, 再从頂端找到“3” 那末“12”与“3”的交叉點即代表1230的对数, 記下“0889”数字再在第四位小数項中找出“4”, “4”与“12”的交叉點为数字“14”, 那末0899+14=0913即为整个的尾数

$$\therefore \log 12.34 = 1.0913$$

若此数字为0.1234, 那末1234的对数仍为0913改变約只是指标应为  $\overline{1}$

$$\log 0.1234 = \overline{1}.0913 = 0.9087$$

如果我們利用对数計算的結果得到一个对数值, 要查它的原数, 就要用逆对数表去查, 如查1.0913的真数, 指标1暂时不管, 找出逆对数項中0.09与頂端“1”的交叉點, 为“1233”, 从第四位小数“3”与0.09的交叉點为“1”, 那末原数为1233+1=1234, 由于指标为1, 即表示此数小于100大于10, 故定位为12.34。同样1.0913的原数亦为1234而定位为0.1234。

## III. 对数的計算

真数      对数

$$\log 12.34 = 1.0913$$

$$\log \div 678.5 = -2.8315$$

$$\log 0.01819 = 2.2598$$

真数      对数

$$\log 12.34 = 1.0913$$

$$\log \div 0.1234 = \overline{1}.0913$$

$$\log 100 = 2.0000$$

口訣:

真数相除, 对数相减

真数相乘, 对数相加 (注意負、負得正的关系)



## 乙、定量分析化学实验

### 实验一 分析天平的认识及使用

#### 一、要求：

通过实验掌握权重的方法(了解天平的构造、使用时的注意事项),及权重之原理和计算。

#### 二、内容：

1. 权重前先检查天平各部,如水平支架振幅的情况及砝码等。
2. 天平零点之测定,第一休止点的测定,第二休止点的测定(游码的使用,灵敏度的测定,物体的称量,小数的确定)。称一下器皿的重量。

3. 结果计算(可列入课外作业中)。

#### 三、仪器：

①天平、②砝码、③器皿。

1. 使用分析天平应注意事项如下：

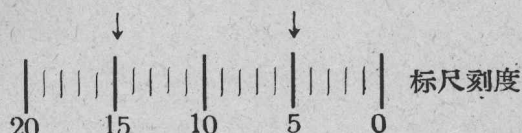
- (1) 称量物品时,天平必须水平,已校正好的天平,不能随便乱动。
- (2) 转移升降钮或增减砝码,物品时,必须轻轻进行。
- (3) 所称物体之温度、必须与室温相同。
- (4) 固体物质必须置于称瓶或表面皿内称量。
- (5) 转移升降钮时,必须将天平门关上。
- (6) 砝码放在右边称盘上,称量物质放在左盘上。
- (7) 增减砝码必须用钳子,游码则用游杆钩。
- (8) 称量完毕,关好天平门,盘托应托住称盘。
- (9) 增加砝码应依大小次序,大砝码放在称盘中央。小砝码放在周围。
- (10) 记录重量时,应先记下砝码盒中所缺砝码之重,再与称盘上之砝码重量相对照。
- (11) 天平如发生脱钩倾斜等现象时,须立即报告教师。
- (12) 天平除了要看是否平衡时可开升降钮外,其他任何时间,都应关上升降钮。

2. 权重实验手续(短摆法)

开始权重以前,首先检查天平是否水平,休止器的铜钮转动是否灵活,天平支架是否正确,指针震动时左右振幅是否相近,砝码是否齐全等,同时记着在检查前,尚须用毛刷轻轻打扫称盘和天平四周,当一切适当时进行下列操作:

(1) 空天平零点测定,旋转休止器使天平自由摆动,静视指针的振幅,保持在5—15刻度之间,最初二次可能受外力影响而于第三次开始记录指针在标尺左右两边的读数,一般为左右各一次。休止天平,计算出零点。

$$\begin{array}{r} \text{左} 16 \\ + \text{右} 5 \\ \hline 2 \mid 21 \\ \hline 10.5 \end{array}$$



倘向左摆为14,而向右摆为6,最后求得的零点应为10(即指针停止摆动时应该恰好指在中央)。

注意：附有空气阻箱的天平可省略上面的計算，直接观测指針停止所在的刻度即为其零點。

(2) 空天平灵敏度的測定：左右天平盤上不加任何物品时，每架天平都应该有自己的零點，倘天平灵敏，虽加重量極其微小的砝碼，足以引起指針的偏动，否則灵敏度很差，为此在測定一架天平的灵敏度时，当求过零點后，将游碼置于標上相当于1毫克重的位置，再注意指針的新平衡點，此點与零點之差即为該天平的灵敏度。

附有空气阻箱天平的灵敏度測定手續同上，但中間可省略兩次計算，只观测前后兩點所差的刻度即可。其計算方法举例如下：

假定天平的零點为10，当用游碼放在相当1毫克重的位置，其左右擺的情况如左：



根据計算的結果，新平衡點为13.5，則此天平的灵敏度应为 $13.5 - 10 = 3.5$ 刻度。

換句話說，亦即3.5刻度，恰相当于1毫克重，如此不难計出标尺上每一刻度所相当的重量。上例标尺上每一刻度相当于 $0.001/3.5$ 克（或 $1/3.5$ 毫克）。表示重量对休止點改变的程，反之通过休止點的改变，可以估計重量上的差。

### (3) 称量手續

求得天平零點后，打开天平边門，将事先在台称上称过的被测物質，放在天平左盤，挾入估計的砝碼（根据台称上重量）于天平右盤，扭动天平把手，观察天平指針偏轉情况，調節砝碼，至天平能自由擺动为度，若天平休止點与零點不重合，表示未达原來的平衡。若重量相小于已小于10mg，应使用游碼。总之，加减砝碼时，一定要把天平休止。如果休止點大于零點，总表示砝碼过重，繼續向左移动游碼。如果休止點小于零點，总表示砝碼不够，应繼續向右移动游碼。最后以休止點等于零點时为止。

重量的記錄应该首先檢查砝碼匣空穴，記錄取出的重量，然后将用过的砝碼挾回砝碼匣。核对記数是否相符，以免記数上發生錯誤。（在砝碼匣內，每个砝碼都按一定順序放置，常見的形式为5，2，2，1，例如50克、20克、20克、10克、5克、2克、2克、1克、500mg（0.5克），200mg、200mg、100mg，50mg、50mg，20mg，10mg，不要乱放）。

### 3. 权重練習

I. 器皿重量的測定：先将器皿用潔淨的乾布擦淨，小心移入天平內，按照上述方法称出其实重至四位有效数字为止。記錄所需時間。若沒有熟練掌握？重的方法，可先用台秤粗略称一下，再按上述手續称重，对于增减砝碼做到心中有較，不要忽重忽輕。

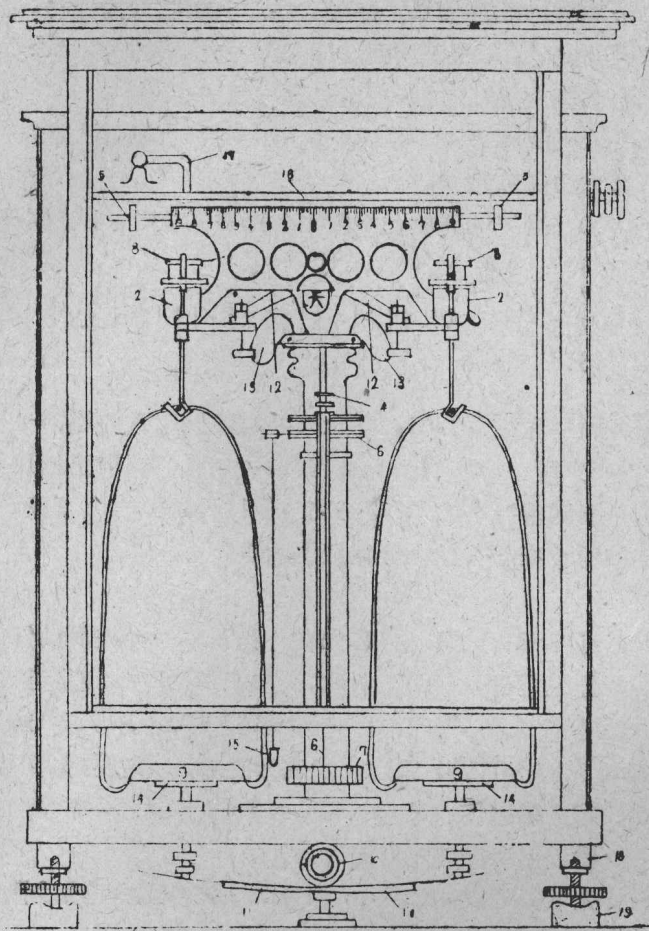
II. 粉狀物（或小粒晶体）的权重：今后物品称重多採用此法。

(1) 將盛有粉狀物样品的称瓶，置于左面的天平盤上，按照上述手續称重。

(2) 將已知重量盛有粉狀物样品的称瓶取出，慢慢倒出需要的重量（需要估計，或倒放在有表面皿的台称上，称取需要的重量）。再将称瓶按照原來手續称重。

(3) 兩次重量之差即为物体实重。





分析天平構造圖

- |                |                   |
|----------------|-------------------|
| 1. 天平梁         | 2. 梁兩端的三稜體（圖中看不見） |
| 3. 中間三稜體       | 4. 調節重心的螺絲        |
| 5. 調節零點的螺絲     | 6. 指針             |
| 7. 讀數標尺        | 8. 蹬              |
| 9. 天平盤         | 10. 昇降樞軸          |
| 11. 12和13昇降樞橫杆 | 14. 盤托            |
| 15. 懸錘         | 16. 移動游碼的裝置       |
| 17. 游碼鉤        | 18. 天平足           |
| 19. 有凹孔的墊      |                   |

## 实验二 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中水分的测定

### 一、说明

在任何固体物质中均存在着水分，水分的来源一般有两种：湿存水与组成水，前者吸附于固体表面，含量随物质的性质，表面大小，和空气中湿度而变化，在不高于 $110^\circ\text{C}$ 的温度下存在，因之在 $50-70^\circ\text{C}$ 左右即可大部分赶掉。而组成水为物质结构的一部分，如细胞液，结晶水等比较稳定，在较高的温度 $110^\circ\text{C}$ 以上才能赶掉。

水分的测定是十分重要的，由于水分的多少不仅影响其他组成的含量百分数，同时亦引起保管上的安全问题。

$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中的水分主要为结晶水，湿存水含量极微已可以忽视，通过本实验使同学对天平操作手续是否正确有指导性意义。

### 二、测定方法

在分析天平上已准确称量过的称瓶（重量记录在自己的本子上）中，放入约1克 $\text{BaCl}_2$ ， $\text{H}_2\text{O}$ ，再准确称量一次。

将称瓶盖半开放在烘箱内烘1—2小时（ $105^\circ\text{C}$ ），然后移入干燥器中冷却并把盖盖好，经半小时后称重。

必要时将称瓶再送入烘箱中烘1小时，在干燥器中冷却并称重一次前后两次重量差不应超过0.0002克，才表示水分已完全除去。

### 三、记录及计算

盛有 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的称瓶重

称瓶的重

$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的重

烘后 $\text{BaCl}_2$ 的重（第一次）

烘后 $\text{BaCl}_2$ 的重（第x次）

烘后 $\text{BaCl}_2$ 的平均重量

失去的 $\text{H}_2\text{O}$ 重

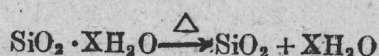
$$\text{水分}\% = \frac{\text{失去水重}}{\text{试料重}} \times 100$$

## 实验三 溶液中 $\text{Fe}^{+++}$ 含量测定

### 一、说明

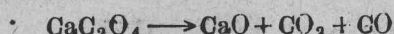
多数金属的氧化物常能耐热而不变，因之可以氧化物称量，如Mg、Ca、Al、Fe、Mn、Pb、Cu、B、Si等，至于适于称量的氧化物其生成法约有以下几种：

#### 1. 由氢氧化物分解





## 2. 易分解的金属鹽



## 3. 伴有氧化作用的



Fe、Al为在生物体与土壤中常見的元素，但生成氫氧化物时具有膠体的特性，在处理上要注意此特點而操作。

## 二、測定方法

吸取試液25ml，加热近沸(为防止水解已加有2N HNO<sub>3</sub> 3—5ml)一滴滴地加入10% (約6N)NH<sub>4</sub>OH液直到嗅到明显的氨气为止。随即加入近沸热水70—100ml左右，靜置5分鐘左右，把透明液体用傾瀉法倒入已准备好的濾器上(选用黑帶或紅帶的濾紙——濾孔比較疏松)而沉淀尽量留在燒杯里，用含电解質(2%N H<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>液)的热水每次20—30ml冲洗沉淀，溶液澄清后又傾于濾器上，如此進行3—4次，至過濾液用呈硝酸性的AgNO<sub>3</sub>液，檢查无Cl<sup>-</sup>反应为度。将沉淀連濾紙裹好，放入已称量的坩堝中，先在电爐上進行烘乾与炭化，最后送至高温爐中在700—900°C下灼燒1/2—1小时，待冷取出，在干燥器中充分冷却后称量，以要时再燒一次以求恒重。

## 三、記錄及計算

試料液体積——ml

坩堝及Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>重

坩堝重

Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>重

由于 1M Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>含2M Fe

則 W克Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>含Fe x克

$$x = W \times \frac{2\text{Fe}}{\text{Fe}_2\text{O}_3}$$

$$\therefore \text{Fe含量} = \frac{\text{Fe}_2\text{O}_3 \text{重} \times \frac{2\text{Fe}}{\text{Fe}_2\text{O}_3}}{\text{試液体積}} \text{克/毫升}$$

[註]所用FeCl<sub>3</sub>液濃度在0.25N左右即可。

# 实验四 酸、碱标准液的配制和比較

## 一、說明

自然界存在的液体一般具有一定酸度或鹼度，因之可用已知濃度的碱液或酸液加以測定，主要利用了VN=VN这一公式，但已知濃度的酸或碱并不能直接配制出來，本实验即在通过溶液配制，让大家对标准液有一定的認識。

## 二、配制手續

1. 近似0.1N HCl溶液的配制：1升0.1N HCl液含有3.646克HCl，首先称出多少体積濃HCl才含有3.646克HCl，按課本書末附錄中强酸和强碱比重一覽表中，很清楚地看到比重1.19的鹽酸含有約38% HCl (有时在藥瓶上亦已标明) 由此可得下列比例。

100克HCl溶液含有38克HCl  
 x克HCl溶液含有3.646克HCl

$$X = \frac{100 \times 3.646}{38} = 9.6 \text{ 克HCl}$$

將所求得的HCl重量折合酸的體積

$$V = \frac{9.6}{1.19} = 8.1 \text{ 毫升}$$

要配500毫升0.1N HCl用量碱半，所以用小量筒取4—4.5毫升的濃HCl，倒入干淨的500毫升量瓶中，首先稀釋到450毫升，搖動量瓶，使它充分均勻后，再稀釋至刻度，用時倒入500毫升且玻塞小口瓶中，瓶外貼好標籤，注明藥品的名稱和大約的濃度，以及本人的姓名，以資識別。

## 2. 近似0.1N NaOH溶液的配制：

NaOH由于易从空气中吸收CO<sub>2</sub>，所以总是含有Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>，有这种雜質存在時進行滴定，同一种酸在用甲基橙和用酚酞为指示剂，就会產生不同的用量。

根据上面所述，首先將NaOH的小块置于燒杯中，用小量蒸餾水洗滌2—3次，每次將水傾去并換新鮮的一份，此時大部分复蓋在NaOH小块上的Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>便被洗去。

經過上述操作后，用予先准备为鉗取NaOH用的夾鉗（玻璃棒）將已洗滌干淨NaOH小块送入予先称量过的表面皿或燒杯中，尽量快速地在粗台平上称取須需的NaOH量，配制成6N液按VN=VN公式配500毫升0.1N液，需6NCOH液8.5ml，加入500ml量瓶中，加水至刻度混勻，注入另一具軟木（橡皮）塞乾淨的小口瓶子里，貼好標籤，以备应用。

## 三、近似濃度酸鹼液的比較

1. 滴定管的准备：用自制的HCl液漂洗酸管（已用蒸餾水漂洗过的）3次，每次只要用3—5毫升，并令酸液由滴定管尖端流出，以除滴定管咀部的空气和水，然后裝滿HCl液，再令它由咀部流出一部分HCl液，除去咀部空隙的部分。

仿上述方法裝好NaOH溶于碱管内，如橡皮部分留有气泡可將橡皮管向上弯曲，使液体自管尖流出少許。

滴定管准备好，靜置三分鐘，就可以精确地讀出兩管内溶液的刻度数，記錄于筆記內。

2. 滴定手續：由碱管放出精确25毫升NaOH液于250毫升三角瓶中，加甲基橙1—2滴稀釋至50毫升，由酸管慢慢地放出HCl液于盛有NaOH液的三角瓶中。同时用右手經常地旋轉三角瓶中的溶液，使它們中和均勻，濾至黃色变成紅色为止，用洗瓶吹出少量的蒸餾水，冲洗瓶在三角瓶內壁的溶液，然后再將三角瓶置于碱管下面，加1滴NaOH液，使它重現黃色，如此反复試之，至加入一小濾HCl液或NaOH液溶液顏色很明顯地由紅色变黃色，或由黃色变紅色，这时候表示終點已达到，最后溶液該变成紅，靜置三分鐘，讀取二管的刻度，并記錄之。

再裝滿兩滴定管，重新再滴定一次，兩次結果相差不得大于千分之二，否則再測定，求得有滿意結果为止。



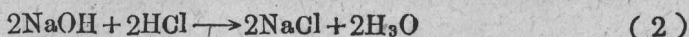
## 实验五 0.1N HCl 液的校准

### 一、说明

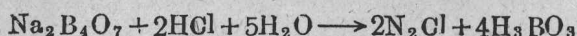
标准HCl液的校准通常是用硼砂或苏打为基准物质来确定，硼砂即四硼酸 $\text{H}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 的钠盐 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ，最为适宜，硼砂在水溶液中会发生水解其反应式如下：



因此它的水溶液呈碱性反应可用酸来滴定，而生成下列的反应。



此时在反应过程中，随着NaOH不断地被化合，水解的平衡向右方移动，大量碱便不断地进入溶液中。这样一直维持到全部盐完全被水解为止，综合上述两式得



从上式中可看出，在反应后正硼酸会聚积在一起，虽然它是弱酸，但有它存在时，等当量点的pH一定小于7，因此在滴定时，祇能取用pH < 7 范围内变色的指示剂，即甲基橙或甲基红，不能用酚酞。

### 二、测定过程

1. 硼砂液的配制：用称瓶利用倾取法在分析天平上称取4.5—5克再结晶过的硼砂（称至小数四位）于100ml的小烧杯内加热蒸馏水使它溶解，放冷，倒入250毫升的洁净的量瓶中，再用蒸馏水洗小烧杯两三次，其溶液也倒入量瓶中，然后用蒸馏水小心滴加至刻度，塞好瓶塞小心地摇动使它均匀。

2. 滴定：用25毫升吸管吸取硼砂溶液25毫升，于250毫升三角瓶内，一次即准备二份，每份硼砂液均加蒸馏水25ml左右，使体积稀释到50毫升左右。各加1—2滴甲基橙，将盛有硼砂液的三角瓶放置在酸滴定管下的白磁板上，慢慢地用左手开启活塞从滴定管中注入要校准的HCl液，同时不断地用右手将三角瓶迴转摇动使液体混和，直到溶液颜色从黄色呈微红色为止。（註）如终点已过，可用NaOH液滴回然后再用HCl液滴定。按同样手续滴定另一份硼砂液，然后按照实验报告表中的计算，算出HCl液的准确规定值。如结果相差太远应再做第三次的滴定。

3. 0.1N NaOH液校准：利用上次实验所求得HCl液与NaOH液的比值，就可计算NaOH液准确的規定值。或则另用一种试剂来校准它。

附註：为了更明确地得到终点，可先作一个空白实验与其比较，空白实验即另取250毫升三角瓶一个，加蒸馏水75毫升，滴入同量甲基橙，再由滴定管滴加HCl至溶液变成很淡而明显的红色，作为终点的比较色。以后在HCl滴定量中减去空白试验所用HCl数即为实用HCl量。