

军队卫生学检验讲义

Jundui Weishengxue Jianyan Jiangyi

(饮水、饮食和空气卫生部分)

沈阳军区后勤部军事医学研究所

一九七四年十二月

T 523/57/11

毛主席语录

思想上政治上的路线正确与否是决定一切的。

备战、备荒、为人民。

把医疗卫生工作的重点放到农村去。

应当积极地预防和医治人民的疾病，推广人民的医药卫生事业。

什么工作都要搞群众运动，没有群众运动是不行的。



为全体军民服务

目 录

第一章 总论	1
第一节 试剂配制	1
一、分析天平的应用	2
二、体积的量度与标准溶液的配制	8
第二节 比色分析法在卫生分析中的应用	37
一、比色分析法的基本原理	37
二、比色分析方法	40
三、光电比色法与分光光度法	43
四、双硫踪在比色分析中的应用	52
第三节 分析方法的选择与数据处理	66
一、分析方法的选择	66
二、分析结果的表示与数据处理	69
第二章 水质检验方法	75
第一节 水样的采集、保存与分析步骤	76
一、水样的采集与保存	76
二、分析项目的确定	78
三、现场及实验室测定的步骤	79
第二节 水质理化分析方法	79
一、温度	79
二、臭	80
三、味	83
四、色	83
五、透明度	86
六、混浊度	87
七、总固体	89
八、氢离子浓度 (pH值)	91
九、酸度	99
十、硷度	101
十一、总硬度	103
十二、钙	111
十三、镁	112
十四、硫酸盐	112

十五、氯化物	115
十六、氟化物	118
十七、碘化物	121
十八、铁	124
十九、锰	128
二十、锌	129
二十一、铜	130
二十二、蛋白性氮	132
二十三、氨氮	135
二十四、亚硝酸盐氮	138
二十五、硝酸盐氮	141
二十六、耗氧量	145
二十七、溶解氧	149
二十八、生化需氧量	153
二十九、汞	154
三十、铬	159
三十一、砷	161
三十二、铅	165
三十三、镉	167
三十四、硒	169
三十五、钡	171
三十六、硫化氢及硫化物	172
三十七、氰化物	176
三十八、磷酸盐	180
三十九、酚类	182
四十、油质	186
四十一、有机磷农药	189
四十二、有机氯农药	199
四十三、三硝基甲苯	206
四十四、木质素	206
四十五、尿素	207
四十六、吡啶碱	208
四十七、合成洗涤剂	209
四十八、芳香伯胺	211
四十九、漂白粉有效氯	212
五十、需氯量	214
五十一、余氯量	215
第三节 水中卫生细菌检验法	218

一、水中细菌总数的测定	218
二、水中大肠杆菌的测定	222
第三章 食品卫生检验	226
第一节 营养调查	226
一、膳食调查	226
二、热能消耗量调查	233
三、营养缺乏病检查	235
四、体重检查	237
五、体液检验	237
(一) 血、尿中总抗坏血酸测定	237
(二) 尿中硫胺素测定	240
(三) 尿中核黄素测定	242
第二节 食物中几种常见营养成分分析	243
一、水分测定	243
二、蛋白质测定	244
三、脂肪测定	246
四、淀粉测定	246
五、还原型抗坏血酸测定	249
六、核黄素测定	250
七、胡萝卜素测定	251
第三节 食品卫生检验	254
一、食品的基本卫生要求	254
(一) 食品原料的卫生要求	254
(二) 食品生产过程的卫生要求	255
(三) 食品储运过程的卫生要求	255
(四) 食品销售的卫生要求	255
二、食品感官检查	255
(一) 猪肉的感官检查	256
(二) 鱼的感官检查	257
(三) 鸡蛋的感官检查	258
(四) 罐头的感官检查	258
三、食品化学检验	259
(一) 样品的采集与保存	259
(二) 鱼、肉类食品的化学检验	260
(三) 咸肉的化学检验	263
(四) 罐头食品的化学检验	264
(五) 食用油脂的化学检验	268
第四节 常见毒物检验	270

一、毒物概述	270
(一) 发生中毒的一般原因	270
(二) 中毒的一般症状	270
(三) 毒物的分类	272
(四) 毒物检材的采取	272
(五) 一般检查	272
(六) 动物试验	273
二、挥发性毒物	273
(一) 挥发性毒物的分离	273
(二) 氢氰酸及氰化物	275
(三) 氯仿	276
(四) 蚁醛	277
(五) 甲醇	278
(六) 乙醇	278
(七) 酚及来苏儿	279
(八) 硝基苯	280
三、非挥发性有机毒物	280
(一) 非挥发性有机毒物的提取	282
(二) 非挥发性有机毒物的检验	284
四、金属毒物	294
(一) 有机质破坏法(检材处理)	294
(二) 金属毒物的预试验	296
(三) 砷	297
(四) 汞	298
(五) 钡	300
(六) 铬	302
五、有机磷毒物	302
(一) 有机磷预试验	303
(二) 1605	303
(三) 1059	305
(四) 3911	306
(五) 4049	307
(六) 敌百虫	308
六、几种常见的其他毒物	309
(一) 亚硝酸盐	309
(二) 盐卤	310
(三) 磷化锌	311
(四) 安妥	312

第四章 空气卫生分析	314
第一节 空气中粉尘测定	314
一、关于粉尘的基本知识	314
二、粉尘浓度的测定	315
三、粉尘计数与分散度的测定	321
四、粉尘中游离二氧化矽测定	323
第二节 空气中有害物质测定	325
一、二氧化硫	335
二、三氧化硫和硫酸	338
三、氟化氢	339
四、一氧化碳	340
五、氧化氮	349
六、硫化氢	351
七、氟化氢及氟化物	352
八、氯	354
九、氨	356
十、汞	357
十一、铅	358
十二、四乙基铅	360
十三、苯	361
十四、甲苯	363
十五、二甲苯	364
十六、三硝基甲苯	366
十七、汽油	367
十八、丙烯腈	368
十九、1 6 0 5	370
二十、1 0 5 9	372
第三节 空气组成成分的测定	373
一、空气中氧、二氧化碳测定	374
二、二氧化碳简易测定法	378
三、二氧化碳测定器法	381
第四节 空气中卫生细菌的测定	383
一、细菌总数的测定	384
二、链球菌数的测定	387
附录	388
一、实验室的一般规则	388
二、水质分析室所需仪器设备表	389
三、水质分析室所需试剂表	394

四、原子量表	393
五、主要试剂分子量及当量表	393
六、毫克/升与毫克当量/升互换表	401
七、常用酸等的当量浓度表	401
八、单位换算表	402
九、四位对数表	403

第一章 总 论

军队卫生学是卫生学的一个分科，是研究平、战时外界环境因素对部队人员健康的影响，阐明卫生要求与部队平、战时卫生保障措施的一门科学。众所周知，人类就是与自然界不断地斗争中生存下来的，而外界环境因素作用于人类机体时，包括有利与有害的两个方面，它所涉及的范围和内容是极其广泛而复杂的。

二十世纪，特别是二十世纪五十年代以来，自然界环境因素对人类的影响已不仅仅是第一环境问题，或原生环境问题，例如疾病的流行和某些地方病的发生等；而且，又增加了第二环境问题，或次生环境问题。也就是说，由于资本主义制度的腐朽性和战后资本主义工业的恶性发展，盲目地排放“三废”，污染和破坏了人类环境，造成了社会公害，严重地威胁着人类的健康与生命。

所以，军队卫生学就必须采取多种多样的研究方法，诸如检验的方法、调查的方法和临床的方法等等，以探索环境因素对人体的影响，保障部队人员健康。

卫生检验方法就是军队卫生学的研究方法之一，它是运用物理的、化学（包括电化学）的、生物、微生物的实验方法，探索某些外界环境因素的作用、意义以及卫生学措施之效果的一门科学。

实践经验证明：在现代条件下，要做好部队卫生保障工作，检验军医必须学会独立地进行水、空气和食品的物理性质、化学成分等的分析化验，并且依靠感官指标和分析结果，作出正确的评价和必要的决定。

本讲义着重介绍饮水、饮食和空气等部队常用的卫生分析方法。兹将这三方面分析所涉及的共同问题叙述于后。

第一节 试 剂 配 制

卫生分析中所用的化学试剂，根据国产试剂规格分为四级：一级为保证试剂，简称G.R，用作基准物质。二级为分析纯，简称A.R，作一般分析或要求较高的分析时使用。三级为化学纯，简称C.P，作一般要求较低的分析用。四级为实验试剂，简称L.R，纯度较低，分析中很少使用。当然，我们也可根据测定中的具体要求，允许使用的杂质限量，确定采用何级试剂。

卫生分析中所需器皿应根据要求选择。一般而论，试剂瓶及容器最好使用硬质玻璃。因为一般的软质玻璃有较强的吸附力，并有钠等离子溶入试剂或水中。若所储试剂和样品对玻璃有侵蚀性时，应改用塑料瓶。塑料瓶还有不被碰破和冻裂的优点。

所用器皿在应用之前必须进行彻底清洗。因为器皿的洁净是取得良好分析结果的基本保证。清洗的方法可根据情况采用合成洗涤剂、重铬酸钾——硫酸洗涤液和有机溶剂等。

洗涤液的配制：于2升硬质烧杯内放入100克工业用重铬酸钾，配成饱和溶液，再

把粗制的浓硫酸徐徐倒入溶液内，并用玻璃棒不停搅拌，直至总体积至1升为止。这种棕色液体具有强烈的氧化能力。

洗涤液经过相当时间的反复使用后，所含的硫酸浓度和重铬酸盐的氧化力不断下降，因此，作用的能力会逐渐减退。此时可加入适量的浓硫酸来帮助恢复酸的强度。若使用过久，或受到强还原性物质污染，以致整个液体变为绿色时，则其中绝大部分的高价铬化合物已被还原为低价的硫酸铬，在这种情况下，洗涤液就不再具有氧化力。

玻璃器皿在用洗涤液浸泡前，应先用清水冲洗1~2次，并将仪器上附带的橡皮圈取下，把凡士林等油状物擦去，将水沥干，以免过多地消耗洗涤液。用洗涤液浸泡过的仪器，要先用自来水，后用蒸馏水彻底洗净。

采用中性洗衣粉洗涤玻璃器皿也可以取得很好的洗涤效果，并且使用方便，不腐蚀衣物。

当器皿内壁吸附金属离子时，可用盐酸或硝酸洗涤。

配制试剂以及一般的分析项目中，均用普通蒸馏水。但普通蒸馏水中可能含有二氧化碳、挥发性酸、氨、微量金属离子等。蒸馏器和玻璃容器也可能有微量物质溶入，所以在进行灵敏度较高的测定时，往往须将蒸馏水作特殊处理。

制备无二氧化碳蒸馏水的最简便的方法是将普通蒸馏水煮沸数分钟，冷却即可。制备无氨蒸馏水可将普通蒸馏水加氢氧化钠煮沸数分钟。但最常用的是将蒸馏水加足量硫酸及少量高锰酸钾重蒸。

将水通过阳离子和阴离子交换剂也可以制备纯度很高的纯水。用离子交换剂制取纯水比用蒸馏法方便，而且不需热源。但此法不能去除某些有机污染物。如果将蒸馏水再通过离子交换柱，可以制得高纯度的水。这种方法应用很广。

当用重蒸馏法制取高纯度蒸馏水时，应尽可能采用硬质全玻璃蒸馏器，因为一般常用的铜蒸馏釜常会使每升蒸馏水中含有数十微克的铜离子。

蒸馏水的纯度通常可用一般化学方法检验。例如检验有无氯化物、氨及其他微量金属。电导测定可表示蒸馏水的纯度。当电导度为0.1微欧姆时，则此水已很洁净。但是电导度不能表示有机物的污染程度。

现将试剂配制中有关分析天平的应用、体积的量度与标准溶液的配制方法叙述于后。

一、分析天平的应用：

卫生分析是定量分析的具体应用。其任务是精密而准确地测定样品中元素和化合物的含量。这就要求在进行卫生分析时，必须进行精密而准确地称量。因此，分析天平的应用是卫生分析实验室的基本功之一。通常应用的1/10,000的分析天平，在称量不超过200克的重物时，其准确度可达0.0001克；而精密称量时所应用的1/100,000的分析天平，在称量不超过20克重物时，其准确度可达0.00001克。因此，分析天平是卫生分析中广泛应用的仪器之一。

(一) 分析天平的构造：

分析天平是根据杠杆作用的原理制造的（见图1）。它的最重要的部分是天平横梁。天平横梁是个等臂的杠杆，装有垂直的长的指针，以便观察天平的摆动情况。为了

计算天平的摇摆程度，靠近指针下，在天平的主柱上装有一个刻度标尺。标尺的正中央刻度为零，在零的左右均刻以分度。当天平的横梁在水平位置或天平平衡时，指针应在刻度标尺的零点或近于零点处。

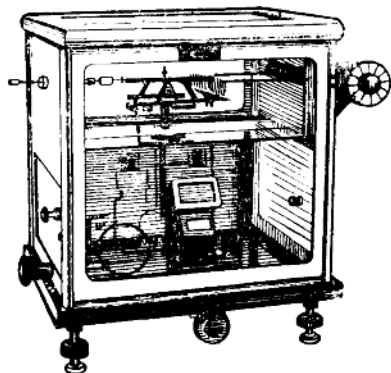


图1 分析天平

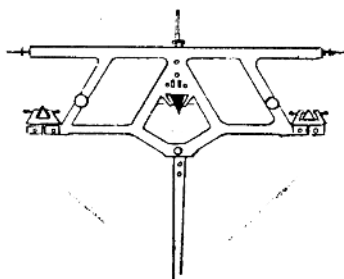


图2 天平横梁示意图

天平的横梁（见图2）一般用非磁性的特殊合金制成。上面装有三只玛瑙刀。横梁两端各装一只刀锋向上的玛瑙刀，正中装有一只刀锋向下的玛瑙刀。此刀锋即为横梁的支点。支点刀置于固定在支柱（见图3中5）上支承板的玛瑙支点刀承上（见图4中1）。悬挂在横梁两端的托盘（16）借带承重刀的吊钩（6）挂在承重刀上。

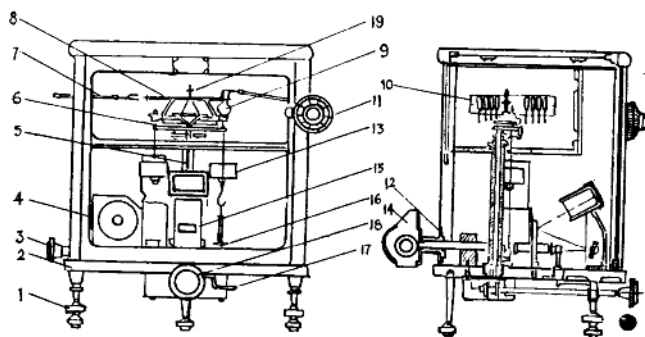


图3 分析天平结构

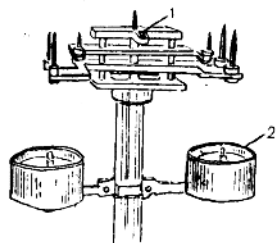


图4 分析天平支柱

1. 刀承 2. 阻尼器架

天平固定在轻金属制的底板（2）上，底板的下面，后方有一固定脚，前方可供调整水平用的两个调整脚（1）。空气阻尼器（13）是金属圆筒制成，固定在阻尼器架上。它能减少横梁的摆动时间，提高工作效率。

为了使玛瑙刀的刀锋不致因横梁及天平盘的重量而磨钝，在天平上特别装有一个休止器。天平静止时，即用休止器支持横梁与天平盘。休止器用升降钮（18）开动。升降钮多安装在天平座底下的正中央处（有的安装在旁边）。

光学投影装置（15）固定在底板正前方，能很方便的进行读数。精密天平具有游标，故能精密地读出0.001毫克。

操纵机械加码(11)的内外两指数盘安装在天平的侧面上方。它可变换环形砝码由1毫克到99毫克的称量范围。

精密天平在砝码指数盘的对侧下方安装有机电送料装置(3)，能使被称物从推窗(4)送入或取出，从而把气流对天平影响减到最低限度。一般天平则有侧窗，可打开侧窗口送入或取出被称物和砝码。

天平的零点调整可通过平衡调整器(7)来拧动横梁左侧的平衡铰。较小的调整可用拨杆(17)来转动光学平板。天平感量的调整可拧动后面的感量铰(19)，使其上下移动进行调整。

天平的后面(也有装在前面的)有一插板(12)，抽起后便于清除天平内部尘埃。

(二) 分析天平的安装与调整:

精密的天平宜安装在固定的天平室内。天平室的温度一般为 $20\pm 2^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度为50—30%。天平室要远离震源，放置天平的专用台基应有防震措施。并且要防止阳光直接照射天平台。

天平在安装前应首先清扫洁净。操作者戴白色细线手套。先将中隔板玻璃及前隔板玻璃和金属板从天平中取出，再从横梁包装盒内取出横梁，用左手拿着横梁上部感量螺丝，随着用右手沿着反时针方向转动升降钮(18)使起升装置(6)下降，将横梁倾斜放入(此时要特别注意保护玛瑙刀)，跟随着沿顺时针方向转动升降钮，使起升装置完全上升，而由装有玛瑙轴尖的三个支肖承托横梁，而支点刀刃与刀承间为一均匀的透光缝隙。再将两边的悬挂零件，如吊钩、样盘、阻尼筒等按左“·”右“..”标记，悬挂在天平横梁两边支肖上，而在承重刀刃与刀承间呈现出稍小于支点刀缝的均匀缝隙。各部件安装好后，最后装上灯光(14)，接上电源，向前后移动灯光，使射出光源充满投影窗。

天平安装后校正水平，在天平室内应安放24小时，然后进行使用前的校准工作。

1. 零点的调整:

较大的零点校正，可用平衡调整器(7)转动横梁左侧的平衡铰，较小的零调可由拨杆(17)来转动光学平板，使零点刻线与固定标线重合。同时，可移动放大镜进行调焦来校准投影刻线。在调整时应注意光轴同心性，以免影响投影的明晰。

2. 感量的调整:

在无负荷和全负荷时，在秤盘上放1毫克的标准砝码，微量标牌的投影刻度应移动 100 ± 1 个分度。若感量高，应下降感量铰，反之应提升感量铰。

3. 投影的调整:

射影不清可移动放大镜的前后位置。在移动时注意光轴同心性。投影不正可转动反射镜的滚花手钮或转动聚光镜进行调整。

4. 摆动自由性:

当开动天平后，横梁摆动2~3次应能静止下来，如摆动突然停止或幌动，则应仔细检查指针及阻尼器等摆动零件是否发生摩擦，各部分安装是否正确可靠，托盘摩擦是否适度。并可取出托盘调整高度。

5. 天平的维护:

天平不同砝码组内之砝码不能随便调换。若发现天平机械部件有任何损坏与不正常

时，在未消除故障前应停止使用，请对天平有经验的人来修理。

经常使用的天平每隔半年应请计量检定机关进行检定。

(三) 分析天平的使用方法

1. 天平室规则：

(1) 进入天平室后应保持肃静。除称量所需的药品、仪器及记录本外，不得带入其他物品。

(2) 必须使用指定的天平和砝码进行称量，并且用一架天平完成全部测定。

(3) 要求称量到万分之一克时，才使用分析天平。一般粗略的称量要用上皿天平。在进行精密称量时，应首先在一般天平上称量后，再用半微量或微量天平称量。各种天平的适用范围见表1。

表1 各种天平的适用范围

	台 秤	例行天平	分析天平	半微量天平	试金天平	微量化学天平
感 量	0.1克	1或5毫克	0.1毫克	0.01毫克	0.01毫克	1微克
最大载重	500克或以上	100—1,000克	100或200克	20或50克	0.5克	20或30克

(4) 天平室应与实验室分开并应保持干燥、光线充足，窗户应向北开，以免日光直射。天平室温度应很稳定，并应避免天平两侧温度不同（如不应把天平放在热源旁边或使天平一侧正对窗户）。安放天平的台基及台面均应用水泥做成，以尽量避免震动。

(5) 天平使用之先，要检查机械状态和砝码等有无缺损。用完后立即恢复原状并检点砝码等，一切无误后填写使用登记。

(6) 不得在天平室内打开装有腐蚀性液体（如溴、浓盐酸、浓硝酸、发烟硫酸等）或挥发性固体（如碘、萘、苯酚等）的称量瓶。称量这种物质时，不得在天平室内进行转移。

(7) 天平内应保持清洁、干燥。干燥剂宜常检查，及时更换。

2. 称量规则：

(1) 轻轻取下天平罩，折好后放在天平的右后方。称量者面对天平正中，端坐。

(2) 称量前应先做如下检查：

① 称量物与天平室、天平箱内的温度是否相同。若称量物曾加热或冷却过，则必须将该物放置在天平室内，待该物体的温度与室内温度一致后方可进行称量。

② 天平箱内部（主要是底部和天平盘）是否清洁。天平盘上如有灰尘，可用软毛刷轻轻扫净。天平箱的底板如不干净，可用不落纤维的清洁软布擦拭。

③ 天平位置是否水平。天平都附有气泡水准仪或铅垂线，如果发现不平，应调整天平底座螺丝，使天平达到水平。

④ 天平各部是否都处在应有位置。

(3) 测定天平零点。零点应在标尺中央左右一小格范围内。测定时，注意天平各门都应完全关闭，而后轻轻打开升降枢，使天平自由摆动，求出零点。

若系无空气阻尼装置的长摆天平，其零点的测定方法如下：小心地放下休止器，使横梁慢慢摆动，第一次往复的摆动算作是偶然的，不予计算。从第二次往复摆动开始，记下每次指针从零点往左和往右摆动的偏差。记录时，在一方面记录是偶数，另一方面

记录是奇数（如一方面记三次；另一方面记两次数）。天平的指针离零点的偏差不应太大或太小，也就是说，指针在零点任何一方的偏差度都不应小于3或大于7。否则应升起休止器，再小心地降下它，复使天平摆动。

当把指针在天平一方的偏度大约记下三次或五次，另一方记下两次或四次后，再分别算出指针在每一方偏差的算术平均数，然后从大偏差值减去小偏差值，并以二除其差数，所得结果即相当于天平零点。

零点的约略计算

指针在左方的偏差值	指针在右方的偏差值
6.0	5.0
5.5	4.5
5.0	
平均数=5.5	平均数=4.7

从大偏差值减去小偏差值，再被二除，结果得0.4。因此，零点的位置即在自刻度尺零往左之0.4处。

如天平零点和刻度零点相差很大（ $>2 \sim 3$ 刻度）则需运用平衡砣，调整天平零点。

（4）称量时应遵守下列规则：

- ① 分别由左侧门和右侧门取放称量物与砝码。不宜打开正门。
- ② 称量的样品或试剂都不得直接放在天平盘上，应放在清洁干燥的容器中，最合适的容器是称量瓶。凡需先经过干燥后才能称量的被称物，均须放在称量瓶中干燥，而后进行称量。
- ③ 砝码盒应放在天平右侧。不得随意拿动，也不得放在手里或其他地方。
- ④ 必须用镊子按大小依次取换砝码。将最大的砝码放在盘的正中，小砝码放在大砝码的周围。一切砝码都不要反置、倒置或重叠。
- ⑤ 取砝码时，以右手持镊子夹其细颈，或夹住其向上卷起的角。绝对禁止用手直接拿砝码。称量后把镊子放在砝码盒内，不能放在其它地方。
- ⑥ 加减砝码时，必须完全关闭升降枢，使天平处于休止状态。开关升降枢时应用左手，动作要轻，必须在指针接近标尺中心时才能完全关闭升降枢。

使用有自动加码装置的天平时，应轻轻转动刻度盘。增减游码时，天平箱所有门都应关闭，以免指针的摆动受空气流动的影响。

⑦ 称量结果应立即记在记录本上，不得记在其它地方。其读数方法如图5。读作15582.435毫克，或15.582435克。

在任何情况下，所称物品不得超过天平的最大载重量。称量容器的尺寸也不应太大。

（5）称量后要作好如下事项：

- ① 在记录称量结果时，应根据砝码盒

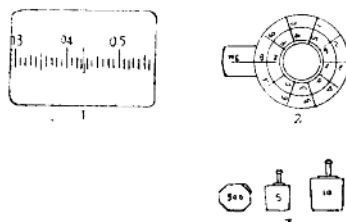


图5 读数示意图

1. 刻度标尺 2. 刻度盘 3. 砝码

内的空穴和自动加码转盘所指示的数据，将重量记下，然后再由盘中依砝码大小的顺序将砝码取下，直接放回盒中原位，将自动加码之转盘回复到“0.00”。在取下砝码和回复转盘的同时与原做的记录核对一遍，以免发生错误。

② 检查天平梁是否架起，有无物品遗留在天平盘上或天平箱中，电源是否拔下，而后，关闭天平箱，罩好布罩。同时将砝码盒盖好，平拿平放回原位。

③ 填写分析天平使用登记。

3. 称量时应注意的问题：

(1) 称取多份不易潮解的样品时，应按下列方法进行：

样品必须先经干燥。若样品已烘干，取出后应放在干燥器中，轻轻地盖好称量瓶盖。干燥器放在天平箱的旁边，冷却到与天平等温。称量之前把瓶盖稍微打开一下，马上盖严，用纸条叠成两三层厚的纸带，套在称量瓶上。手拿住纸条（图6）将称量瓶放在天平的左盘上正中处，然后，在右盘上依次增减砝码，直到相差不到10毫克为止。在开始增减大砝码时，放好砝码，不要把升降枢完全打开，否则会因两臂相差过多，损害天平。只要在放好砝码后，轻轻拧开升降钮少许，就可看出哪一方过重。在增减游码时必须完全打开。调整好砝码后，再轻轻的依次转动环码刻度盘，以各相应数值下的横线对正箭头（不能放在两个数字中间）。转动加码转盘时要观察环码是否已骑在横杆上。

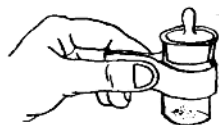


图6 持称量瓶法

称好后，左手仍用纸带把称量瓶从盘上取下，放在容器上方。这时，手拿的方式与图6同。为了便于下一步操作，右手暂时拿一下称量瓶腰（纸带外部），然后再改变左手拿法，使大拇指及食指肚平行拿住纸带（图7），把瓶倾斜至 45° 或更大。右手用另一张纸隔着打开瓶盖，但不要把手指伸进瓶内。此时原在瓶底的样品应慢慢流下，接近瓶口，可以用盖轻轻敲打瓶口上部，然后一方面继续将瓶倾斜，一方面来回转动称量瓶，使样品慢慢流入容器（注意，这时瓶盖仍拿在手上，不要离开容器上方，更不要放在其他地方）。当倾出的样品已接近所需的称量值时，轻轻地将瓶竖起一些，再用盖敲打瓶口上部，使粘在瓶口的样品落下（或落入称量瓶，或落入容器。这一步倾出样品的手续必须在容器正上方进行）。然后盖好瓶盖，



图7 移称量物法

再暂时用右手拿一下称量瓶，把左手改成图6的方式，把称量瓶放回天平盘，再称。根据两次称量结果之差，即可求得所取试样的重量。如果倾出样品不足，可以再按上述操作补加。但若倾出样品过多，则只能弃去，重新再称取，不可将已倾出的样品倾回原称量瓶。如果样品不易倾出，则可以不用上述转动称量瓶使样品流出的方法，而一直用敲打与转动相结合的方法。注意敲打时用力要轻，勿使粉末飞扬，一边敲打一边使瓶口倾斜。取量合适以后，再一边敲打一边将瓶竖起。

(2) 称量易潮解的样品应按下列方法进行：

先在称量瓶中放入要称量的样品，在适当条件下干燥。干燥时应将瓶盖打开。干燥后，将瓶盖轻轻地盖住，放入干燥器中，将干燥器放在天平旁，冷却至与天平等温。称

量前稍微打开并盖，立即盖严。按前述方法称量，倒出样品后再称。在这种情况下，放入的试样量应力求很接近于所需量，因此，把样品全部倾出，第二次只称空瓶。如果残余太多，在打开瓶盖时，会因吸收湿气而改变重量。

(3) 不易潮解或不易与空气中各组分作用的单分样品，可在表面玻璃上称量。先称表面玻璃重，然后用小玻璃勺取样品，加到表面玻璃上。用这种方法称量时，可以根据所需量，在右盘上放好砝码，然后增加左方的样品量，直到与砝码基本平衡以后，再准确称量。注意，只能往表面玻璃上增加样品，不得从表面玻璃上把多余的样品放回原来样品瓶中（可以弃去多余的样品）。这种称量方法总不如用称量瓶好。除不能吸收水和二氧化碳，也不能氧化的样品外，都应放称量瓶中称取。

二、体积的量度与标准溶液的配制

体积的量度与标准溶液的配制也是卫生分析实验室的基本功之一。详述于下：

(一) 体积的量度：

卫生分析中量度体积的基本单位是标准升或毫升。因为容器和溶液的体积都是随着温度的变化而变化，所以，所有体积的测量都是以20℃作为标准温度。我们在实际工作中，无论在任何温度下，规定升是在20℃时能充满1标准升的物质所占的体积。

在卫生分析中，体积的测量必须准确到小数点后四位有效数字。这是因为体积测量时发生的百分误差会使最后的结果产生相同的百分误差。我们若希望得到的结果准确度达0.1%，那么，在测量体积时也必须做到同样的准确度。例如，体积是20~30毫升，测量就必须准确到0.02~0.03毫升。因为这样的准确度以百分计算是：

$$\frac{0.02 \times 100}{20} = 0.1\%$$

显然，假若体积的量度不够准确，那么，以更大的准确度进行以后的操作就是毫无意义的了。因为无论如何分析的误差也不会小于体积测量的误差。

例如，测量20~30毫升，使之与200毫克的物质起作用，倘使体积的测量准确到0.1毫升，即准确度达到 $0.1 \times \frac{100}{20} = 0.5\%$ 。那么，称量被滴定的物质时，使准确度超过1.0毫克就没有意义。因为体积测量的准确度不够高，被滴定物质的测定结果，无论如何也总要有 $\pm 200 \times \frac{0.5}{100}$ 毫克误差。

测量溶液的体积时，可以使用已知容量的玻璃器皿。测量放出的液体体积用滴定管、吸量管和量筒；而测量容纳的液体体积则用容量瓶。现将其使用方法分述如下：

1. 滴定管：滴定管是基本测量器皿，是上面刻有刻度线的细长玻璃管。刻度用来指示从节门流出去的液体体积的毫升数。因此，把整个玻璃管分成若干毫升，每毫升又以十条线再分成十分，一般容量为25或50毫升。半微量分析所用的滴定管容量为2~5毫升，上面有0.02毫升的刻度。此种滴管最好用无活塞的，这样便可除掉因应用活塞所引起的误差。

滴定管在应用之先必须洗涤洁净，同时要认真进行检查。检查酸式滴定管时，把活塞关闭，用水充满至“0”线以上，直立约3分钟，仔细观察有无水滴滴下或由活塞隙

缝渗出。然后将活塞转 180° ，再如此直立2分钟后，观察。若检查碱式滴定管，只需要装水直立2分钟即可。若发现漏水或酸式滴定管活塞转动不灵，则酸式管需拆下活塞涂油，碱式管则需换玻璃珠及橡皮管。在活塞上涂油时，把滴定管活塞上的小橡皮圈取下，再抽出活塞，用干纱布将活塞擦净，再用软布卷成小卷，以其尖端通入活塞槽，来回拉扯布卷，以擦净管槽内壁，再用手指粘少量凡士林（擦在活塞两头）沿圆周各涂一薄层（见图9），但要避免涂得太多，尤其是在孔的近旁。油层要均匀涂满全圈，涂完以后，将活塞直插入槽中（不要转着插），插时活塞孔应与滴定管平行。然后向同一方



图8 滴定管

1. 碱式滴定管 2. 酸式滴定管

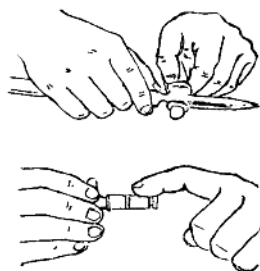


图9 涂油法

向转动活塞，直到从外面观察时全部都透明为止。若发现旋转不灵活或出现纹路，表示涂油不够；若有油从活塞缝隙溢出或被挤入活塞孔，表示涂油太多。遇有这些情况，都必须重新涂油。除上述方法外，也可以只在活塞大头涂油，另用纸卷或牙签粘少量油涂在槽的小口内部（见图10），然后如上转动。转动后，用小橡皮圈（由乳胶管剪下一小段）套在活塞小头的槽上。注意在套橡皮圈时，应该将滴定管放在桌上，一手顶住活塞大头，一手套橡皮圈，以免将活塞顶出。然后再按前曾介绍的方法，检查是否漏水。同时，用自来水和蒸馏水再次洗涤，一般洗3~5次，直洗涤至滴定管装满水后再放出时，内壁全部为一层薄水膜湿润而不挂水珠时为止。滴定管外壁也应清洁。



图10 涂油法

如果酸式滴定管活塞孔或出口管孔被凡士林堵住，则必须清除。如果是活塞孔堵住，可以取下活塞，用细铜丝通出。如果是出口管孔堵塞，则将水充满全管，将出口管浸在热水中。温热片刻后打开活塞，使管内水突然冲下，即把熔化的油带出。如果这样仍然不能除去堵塞物，可以用四氯化碳等有机溶剂浸溶。一切方法都失败时，则取下活塞，用一根24号铜丝或铝丝，由出口管自下向上穿入。穿时动作要轻，遇有堵塞物时不要勉强用力，以免损坏管口。当铜丝上端已进入活塞槽时，将滴定管平放桌上，用一根玻璃棒从活塞槽的小口伸入，把铜丝顶出活塞槽的大口（见图11）。然后取一细玻璃棒（直径约3毫米）放在伸出的铜丝旁边，把铜丝绕在玻璃棒上使成螺旋形，取去玻璃