

821242

341

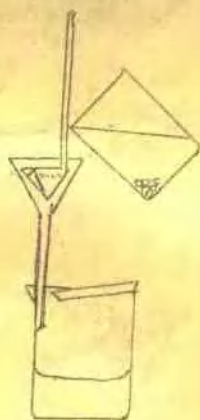
沃格氏《无机定量分析教程》

7/3241

化学实验室常用仪器 及基本操作技术

沃格氏 著

裴瑛 译



41

7/3241

821242

341

7/3241

裴璞同志用近两年时间翻译科技名著《沃格氏无机定量分析教程》一书
书中的第四部分：滴定分析法和重量分析法。和第三章：化验室常用
仪器及基本操作技术。并自费印刷赠送给有关学校、厂矿等单位。希
能对四化尽微薄之力。

书中错误之处请予指正。正确部分欢迎选用。

中共大邑县委办公室

一九八七年九月

化验室中常用仪器及基本操作技术

III、1、前 言

天 平

2、分析天平

3、分析天平的基本特点

4、良好状态天平必备的条件

5、砝码、质量的基准

9、双刀单盘天平

7、顶部载重天平

8、电子分析天平

9、其它类型天平

10、小心地使用分析天平

11、称量中误差

具刻度的玻璃器皿

12、容量单位

13、温度标准

14、具刻度的玻璃器具

15、容量瓶

16、吸管

17、滴管

18、称量滴管

19、活塞式滴管

20、量筒

化验室用水

21、水的纯化

22、洗瓶

常用分析器皿

23、玻璃器皿 陶瓷器皿 塑料器皿

24、金属器皿

25、加热用具

26、干燥器和干燥吸收器

27、搅拌器具

28、过滤用器具

29、称量瓶

试剂和标准溶液

30、试剂

31、物质的纯化

32、标准溶液的制备和储存

基本操作技术

3 3、分析用物质的制备

3 4、样品的称量

3 5、样品的溶解

3 6、沉淀操作

3 7 过滤操作

3 8、滤纸

3 9、过滤用纸浆

4 0、古氏坩埚

4 1、具有固定瓷板的坩埚

4 2、沉淀的清洗

4 3、过滤技术

4 4、沉淀的灼烧和干燥

4 5、坩埚孔板

4 6、苏理格尔氧气瓶元素分析法

译 后 记

第三章 化验室中常用仪器及基本操作技术

III, 1、前言。在本章中将叙述有关分析操作中常用的仪器和基本的技术。对于将成为熟悉这些技术的初学者是很重要的。要熟练地掌握仪器的各个部分、养成清洁的习惯,培养有序地进行工作、并遵守以下几条规定将对工作非常有用。

1、工作台必须保持清洁。一个合用的抹布是必备的,以便及时地除去溅出的固体或化学液体。

2、所有的玻璃器皿必须认真地清洁,(见本章1.4节)如果曾经放置过一段时间的器皿,再次使用之前必须用蒸馏水或去离子水清洗。容器外部可用专用的线布擦干。为此,线布也要经常清洗,但不能用于擦洗容器内部。

3、决不容许工作台表面的仪器放置得杂乱无章。所有因特殊操作而相关的器皿必须放在一起;以免在重复测定时产生混乱。仪器不是急用的要关闭,下一步需要使用的仪器,可以放在工作台的后面。

4、为了以后操作而保留的溶液、沉淀、滤液等等,盛放的容器上面必须贴上标签,以便让众多的内容物易于区别。容器必须复

盖好，以免落入灰尘。需临时贴标签的，可用一种石墨铅笔直接划在玻璃上。比贴标签更好，贴标签是用于较长久时才用。

5、试剂瓶不允许放在工作台上。在用后应立即放回试剂架上

6、必须认识到。在正常的工作中测定工作必须重复做一次。

7、A 4 型硬壳笔记本作为实验观测的记录本。每次测定都要做一次记录。要记上测定的日期。用两页作为实验观察的记录。其余记录测定方法、叙述和测定的有关特点。在实验记录本中每页划条垂线，使每页分成两部；以便将重复测定的记录并排地记录下来。记录还包括分析结果的计算和恰当地评述结果达到的准确度。

天平

III, 2. 分析天平。对于一个分析化学家来说，天平是很重要的工具，基本原理和设备的基本部件必须了解。这是很重要的。

传统的自由摆动，等臂化学天平现已少有使用，随着技术的发展而增多的各式天平和今天使用的分析天平（见本章6节）的基本特点必须进行讨论。一台天平具有一个坚硬的横梁BC。横梁上有中心支点“(A)”和等长的两臂；横梁两端配有的棱形刀口上支持着悬挂的天平盘。（图III. 1）假设将一个质量为m的物体置于天平的左盘；指针P（与横梁相联的）将偏向右方。要使指针恢复其原有位置。用砝码加在右盘上，使平衡恢复。这里运用的杠杆原理： $F_1 \times d_1 = F_2 \times d_2$

这里的 和 分别是左、右方棱形刀口上承受的作用力 d_1 和 d_2

分别是横梁两端刀口与中央棱形刀口之间的距离，因为天平是等臂的，故 $d_1 = d_2$ ， $F_1 = F_2$ 现在原有的力 F_1 和 F_2 分别是作用于左盘和右盘上的重力，或按另外的形式表示如下：

$$F_1 = M_1 g \text{ 和 } F_2 = M_2 g$$

这里的 M_1 和 M_2 分别是左盘和右盘上的物质（或物质的量）而 g 是由于重力而产生的加速度，严格地说， F_1 和 F_2 是两个盘上的真重量。

但是：

$$\frac{F_1}{F_2} = \frac{M_1 g}{M_2 g} = \frac{M_1}{M_2}$$

即，两力之间的比率与被重力作用的两个盘上物体质量之间的比率相等。在定量分析中我们感兴趣的仅仅是物体的总量即它的质量：即是说物体中的质量与 g 无关。在任何地方砝码都是与质量成比例的。因此，习惯上质量成为重量的同义语。严格地说，分析天平测量的是质量而不是重量。虽然，当 M_1 的重量与 M_2 相等后，指针由偏转而恢复到原有的位置。事实上，如果 M_2 被调整到接近相等点但稍微小于 M_1 时，可以将指针由零位偏转后的位置，即已知 M_1 和 M_2 之间的差值用偏转的格数来加以计算。指针偏转所表示的相应的重量可以用砝码校正，即，从偏转的格数推导出相应的重量并加入到 M_2 中。于是 M_1 等于 M_2 加上指针偏转相应的重量。

3. 分析天平的基本特点。横梁必须很轻，但同时又十分坚硬，以便不至于在载重时弯曲：通常用的材料为铝合金，但近来改进而采用钛合金，悬挂诸点（支点 A 和载盘刀口 B 和 C ）是用人造宝石制成，而每个刀口朝向一个用相同材料做成的板状平面，当横梁越肉停止时，刀口和平面之间被轻轻地分离开来。

指针与横梁的中心相连。支撑横梁的支柱下面有一标尺，指针在其上移动；一个微小的可移动的螺丝连接在指针的上部，它用于调整天平的重力中心点。横梁的两端通常也装配有调节螺丝，以便调整横梁两边（包括相连的天平盘）轻微的不平衡，从而使其得到校正。横梁上附有刻度为100等分的标尺，能调整少于 10^{-4} 的重量，方法是借助于一个用黄金或铂丝制成的游码，游码被弯曲成跨立的形状，骑在横梁的表尺刻度上，用一特制的钩子，钩上游码在表尺上移动。

通常认为天平是按照它的能力区分为以下等级：“分析”天平能称量150~200g，灵敏度 0.1mg （见本章4节）；“半微量”天平能称量75~100g，灵敏度 0.01mg ；“微量”天平能称量10~30g，灵敏度 0.001mg 。

III. 4、良好状态天平必备的条件。良好状态天平必备的条件可以概述如下。

（A）天平必须具有良好的重现性或精密度。精密度可用术语解释为标准误差，即称量一系列相同质量的物体的标准误差，精密度是由天平自身性能和使用时周围环境以及操作人员的技巧决定的。天平周围的环境必须不受震动和空气流以及腐蚀气体等的干扰。天平结构必备的条件是（1）横梁双臂必须等长，（2）横梁必须是坚硬的不致因负重而弯曲，（3）三支裸露的刀口应处于相同的平面之上而

且彼此平行。

(B) 天平必须是稳定的，即是说横梁在摆动后，必须回复到水平位置。这可用调整重力中心点的方法来得到。

(C) 天平必须灵敏度良好。即称量一般负载时，很容易地检测出 $0.1m_g$ 的重量。我们可以解释天平的灵敏度是当加入一已知的微小重量时，横梁摆动的角度为 α ，此角度是由超过的重量所引起的，天平臂长为 d ，横梁重量为 w ，横梁重力中心点和支撑点之间的距离为 h ，用数学的方式表示如下（见参考1）。

$$\tan \alpha = \frac{wd}{wh}$$

横梁摆动的角度等于指针偏转的角度。而后者又是与指针摆动时静止的两点之间摆动的刻度数值成正比例的，刻度标尺位于横梁下面。这样导致直接去解释灵敏度的意义。即，天平灵敏度是用 $1m_g$ 的砝码使指针由静止点（或平衡点）摆动的刻度数值来表示的。

一个理想的天平是无摩擦和具有一个完全坚硬的横梁。以至在天平负重时灵敏度不受影响。虽然，大多数天平会由于负重增加而出现灵敏度降低。而灵敏度的变化提供了天平能够承受的最大安全负重的判据。这判据是：不要将更重的物体，即重量使灵

敏度的最大值降为原有数值的40%^的物体置于天平盘上。

III. 5、砝码。质量的基准。用一个等臂天平测定一个物体的质量，必须使用一系列基准物质，术语称为砝码，对于科学研究而言是应用的国际公制重量体系，质量的基准是国际标准千克，它是于1887年用铂合金制成的。保存在巴黎附近的国际度量衡局（IBWM）标准千克可靠的复制品保存在世界各国适当而负责的官方机构中，作为科研机构计量用的第二种标准，在进行对比较正时使用。几乎应用于全世界实验室中的质量单位是以克为单位，它可以解释为国际标准千克质量的千分之一。

通常制定的分析砝码，包括以下重量：克数100、50、30、20、10、5、3、2、1；毫克数500—100和50—10仍采用相同的5、3、2、1序列。其它的序列，如5、2、1、1或5、2、2、1也曾用过，但使用重量相同的砝码是不提倡的。制定的砝码包括游码，（见本章3节）对10⁻⁶g以下的砝码改用游码。1g以上的砝码是由无磁性的镍—铬合金（80%镍，20%铬），或奥氏体不锈钢制成：有时使用^黄铜片是不令人满意的。克以下砝码由相同的合金或不锈的金属如金和铂制成。在摄取此等砝码时是使用一种包有象牙尖头的镊子，它平时存放在砝码盒内的一个格子中。一组砝码在实验室使用之前应进行校正，最好每年校正一次：校正是由每组中的一块砝码和标准砝码组中相应的一块砝码来

进行比较，此标准砝码组是国际公认的机构，即大不列颠国家物理实验室认可的。如果此组标准砝码不合用时，可将此作为相互校准比较之用，细节见参考 3 所述。

在赫丁登 (Jeddington) 的国家物理实验室仅仅承认一个等级的砝码，即 A 级砝码，此种 A 级砝码允许的公差如下： 100 g ， 0.5 mg ； 50 g ， 0.25 mg ； 30 g ， 0.15 mg ； 20 g ， 0.1 mg ； 10 g — 100 mg ， 0.05 mg ； 50 — 10 mg ， 0.02 mg 。

在华盛顿的国家标准局承认以下的砝码精密等级：

M 级。用于高精度的研究工作中的对比标准。它需要在一段时间里有高度的恒定性。

S 级。用于工作中的参比标准或作精密分析砝码。

S—1 级。作为日常分析工作中的精密分析砝码之用。

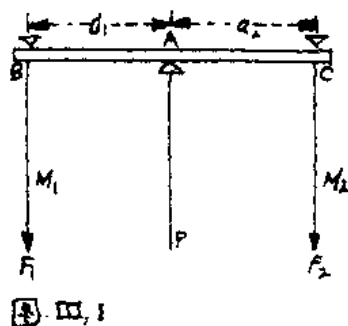
J 级。用于微量天平的微重标准。

必须再次强调（参考本章 2 节）曾经讨论过的“砝码”严格地说指的是质量：有些实验室至今仍采用“质量箱”表，但大多数分析工作者无疑地仍一直沿用“砝码”。

III. 6. 双刀单盘天平。普通的天平如本章 2 节曾叙述过的。这些天平曾得到许多改进的型式；其中主要的改进是提高称量的速度，但也出现其它有益的改进，J. T. 司多克¹关于分析天平的发展的叙

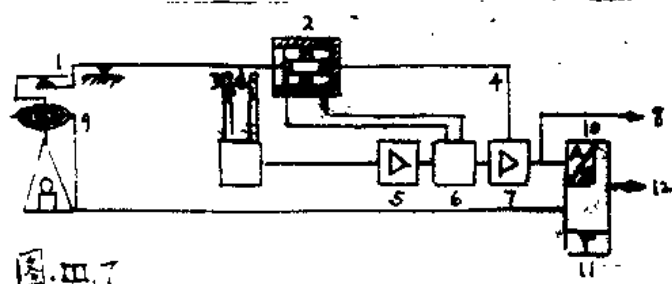
述是有意义的。其中重要的发展是由E·麦特勒于1946年设计的双刀单盘天平如图Ⅲ、3所示

Ⅲ 7. 顶部载重天平。最初研制的是一种能迅速称量大约1公斤以内重量，其精确度约为 $0.1g$ 的顶载天平，现在已成为实验室中必不可少的设备，一些略有区别的型式可以称重 $5kg$ 以上。其精确度约为 $0.1g$ ，称重在 $200g$ 以上的，精确度为 $0.01g$ 甚至 $0.001g$ 更为灵敏的型式必须具有某些屏蔽装置，以防护天平免受气流干扰，此类的标准天平（Oertling 型，TD30）表示如图Ⅲ、6。



此类天平称重可达 $1\text{r}\frac{1}{2}$ ，移动砝码可达 $100\frac{1}{2}$ 由天平前侧的一个旋钮来控制，选择的重量出现在仪器前光学读数盘上，余下砝码（数十克，数克或十分之几克）同样出现在相同的光学读数盘上，并获得一个与天平横梁相连的标线的放大图象。这种天平配有一个特别的刀口悬挂系统，并具有一个磁力阻尼以减少横梁的摆动，经常配有一个配衡体装置，以得到更快的称量速度，当去称量一个给定数量的物质时是非常有用的。

Ⅱ，8. 电子分析天平。随着近代设计方面的发展，将双刀单盘天平克以下的砝码改为电子计数体系来进行操作。这种体系的原理，如图Ⅱ. 7所示。刻度盘操作砝码（数十克或几克）的增减按通常



图Ⅱ.7

取代的原则进行：选择的砝码是用电操作（9）来拉出并用数字显示器（10）显示出来。克以下小数后的数字是用电传感器（3）来进行，传感器对横梁的移动作出反应，并由放大器（5）输送出来，由此在补偿系统（2）产生一种电流，此电流使原为保持横梁平衡之用的磁场增强；增强磁场所需电流的大小与被测物质重量是成比例的。这个信息同样地传送到显示器（10）上，并由相连的复印装置完整的将重量自动地记录下来。

'Gravitrone'是一种新型的顶载天平,由国际电子有限公司生产,它包括一些不可移动的部件,一个物体放置于天平的顶部进行称量,藉助一个与固态电路相连接的转换器:将物体的重量由双管数字显示器显示出来。

且, 9. 其它类型的天平。其它类型天平介绍如下:

A. 扭力悬挂天平。此类天平的标准横梁被两根相当细长而平行的横杆代替,两根杆被金属带拉紧并固定在金属支持物上,三个金属支持物被用于:两个装配在横梁装置两端,此两端均载着天平盘,另一个在中央支持着全部装置的重置。这里没有刀口磨痕,更不需要对横梁进行制动,称量将快速地进行。

B. 扭力天平。如果拉紧一根细小的金属线或纤维,使水平的横梁与金属线的中点相接触。如果将重量置于横梁的一端,于是金属线被拉向下方,金属线经受一个扭力而弯曲,与金属线一端相连接着刻度盘,用手调整刻度使横梁重新恢复到原有的水平位置。刻度盘自身是曾用已知重量的砝码校正过的,因此在称重时能直接读数。

这是微分天平的使用原理,如Defling G of 型,它的扭力系统是由石英纤维材料制成的可称量至 0.0001mg 。

C. 电平衡天平。此类名称的天平,如Cahn电平衡天平加入一个重量于天平的一边而引起的天平横梁移动。能够用一种电

磁力来加以抵消，在天平的右角上，有一个与天平支点相连的金属线圈。这个线圈装配在两个永久磁铁之间，一个位于上方，一个位于下方，如果电流通过线圈，由于电磁力相互作用，给横梁施加一个扭矩。再用一个电位计来进行调整电流直至横梁恢复到零位为止。电位计的刻度是直接用量来划分度数的；灵敏度可达到 $0.1 \sim 0.02 \mu\text{g}$ 。

III. 第 10. 小心地使用天平。无论使用何种类型的天平（单盘或双盘）都必须注意使用的状况。以下数点必须小心地注意到。

1、天平必须安装在稳定的天平台上，天平台避免受到可能的机械震动。理想的天平台是用石板固定在砖柱之上，砖柱又建立在土地上或实验室地板下面的土地上。当必须进行保护时，可在牢固的操作台上铺上一层减震的材料，如橡皮或软木，再将天平置于其上；设计的天平防震桌可应用于大多数实验室中。安装天平的房子应与实验室分离开来。以便避免实验室中的烟雾，并注意天平的位置不要受到气流影响和阳光直射。

天平必须水平。为此必须用校平螺旋去调整天平底部的酒精水平气泡。

2、当天平未使用时，必须将横梁升起来，以便保护刀口裸露的平面。天平的侧门必须尽可能保持关闭状态。

3、打开天平时，横梁必须缓慢地降落。

4、被测物体的温度，必须在称量前达到要求达到的温度。天平侧边的气流可能会带来误差。被称物体如曾加热，必须让其充分冷却后再称量。天平室需要达到的温度应保持的时间，随着被称量物体的种类而变化；但一般保持30~40分钟已足够了。

5、被称物体必须经常置于天平盘的中心部位，如果是双盘天平，砝码也应置于同样位置。

6、无刻度盘载重天平取放砝码时，应使用镊子。

7、当从盘上加减砝码或物体时，必须开起横梁制动装置，以避免损害刀口。同理也应用于单盘天平上取、放砝码，除非是处于预称位置。

8、加减外部砝码应尽可能快，称量时要关闭侧门。全刻度盘操作单盘天平在物体放入盘上后，门窗也要尽快关闭。

9、不要将化学物品或可能损害天平的物品直接放在天平盘上称量，必须置于合适的容器中称量如小烧杯，称量瓶或坩埚、表面皿等。液体的或挥发性的或吸潮的固体进行称量时，事先应置于全封闭的容器中。如具塞称量瓶。

10、天平不可超载称量（见本章4节（c））。

11、称毕后，盘上不应存放有任何物品，如果任何物质突然溅在天平盘上或天平的底板上时，必须立刻除去，用驼毛刷反复地轻轻刷掉汇集的粉末。