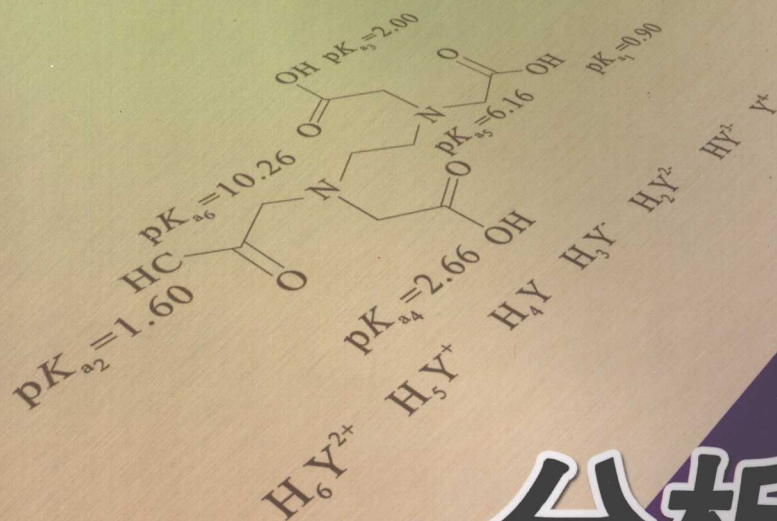


高等学校理工科基础化学“十一五”规划教材



分析化学实验

靳素荣 主编
王志花



武汉理工大学出版社

高等学校理工科基础化学“十一五”规划教材

分析化学实验

靳素荣 王志花 主编

武汉理工大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/靳素荣,王志花主编. —武汉:武汉理工大学出版社,2009.8
ISBN 978-7-5629-2768-6

I. 分… II. ①靳… ②王… III. 分析化学-化学实验-高等学校-教材 IV. 0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 154199 号

内容提要

本书共六章,包括分析化学实验基本要求、分析化学实验基本常识、定量分析仪器和基本操作、定量分析实验、综合实验、计算机在分析化学实验中的应用等内容。涵盖了酸碱滴定、络合滴定、氧化还原滴定、沉淀滴定、重量分析法、光度分析法、电位分析法和色谱分析法等实验。全书内容精练,许多实验内容与生活环境相结合,每类实验可供灵活选择使用。

本书可作为高等学校工科类各专业的分析化学基础实验课教材,也可供从事分析测试工作的科技人员参考。

出版发行:武汉理工大学出版社(武昌珞狮路 122 号 邮编:430070)

<http://www.techbook.com.cn> 理工图书网

印 刷:荆州市鸿盛印务有限公司

开 本:787×1092 1/16

印 张:10

字 数:250 千字

版 次:2009 年 8 月第 1 版

印 次:2009 年 8 月第 1 次印刷

印 数:1—3000 册

定 价:15.00 元

凡购本书,如有缺页、倒页、脱页等印装质量问题,请向出版社发行部调换。

本社购书热线电话:(027)87394412 87397097 87383695

前 言

分析化学是人们获得物质化学组成和结构信息的科学,是工科众多专业的重要基础课程,在高素质人才培养中起着重要的、不可替代的作用。通过分析化学实践环节的训练,可以使學生巩固和加深对理论知识的理解,了解分析化学的研究方法和手段,掌握分析化学的基本操作技能,培养学生的创新意识和创新能力。

根据工科分析化学实验教学的基本要求,编者在多年分析化学实验教学改革和教学研究取得的成果基础上编写了全书。旨在夯实基础、贴近实际、拓展视野,并注重培养学生的创新能力和独立工作能力。

本书主要内容包括以下几个方面:

(1)分析化学实验基本知识和定量分析基本操作。便于学生正确地、熟练地掌握分析化学的基本操作,掌握基本知识,了解现代分析技术。

(2)基础实验。加强学生实验基本技能的训练,巩固和加深对所学理论知识的理解和应用,培养学生实事求是的科学态度和认真细致的工作作风,提高学生分析问题、解决问题的能力。

(3)综合性和设计性实验。在学生掌握了基本操作和实验技能的基础上,培养学生独立解决问题和进行科学研究的能力。

(4)英文实验。培养学生阅读外科技文献的能力。

(5)计算机在分析化学实验中的应用。培养学生用计算机处理数据、解决实际问题的能力。

参加本书编写的有武汉理工大学靳素荣(分析化学实验基本要求、分析化学实验基本常识)、王志花(定量分析仪器和基本操作、氧化还原滴定法实验、沉淀滴定法实验、仪器分析实验)、李美娟(英文实验)、蔡宏伟(综合性和设计性实验、计算机在分析化学中的应用实验),湖北工业大学周开梅(分析天平实验、酸碱滴定法实验),武汉科技大学曾艳(络合滴定法实验、重量分析法实验)。由靳素荣、王志花统稿,集体讨论后定稿。

本书承蒙陈永熙教授、张诗英教授审阅,提出了许多宝贵的意见和建议。在编写过程中得到了相关学校的大力支持,参考了国内外出版的有关教材、教学资料,在此一并表示感谢!

由于编写时间仓促,编者水平有限,书中错漏和不妥之处在所难免,敬请读者批评指正。

编 者

2009年7月

目 录

1	分析化学实验基本要求	(1)
2	分析化学实验基本常识	(3)
2.1	纯水的制备及检验	(3)
2.2	化学试剂	(4)
2.3	实验室安全常识	(5)
2.4	实验数据的记录、处理和实验报告	(5)
3	定量分析仪器和基本操作	(7)
3.1	分析天平	(7)
3.2	滴定分析仪器与基本操作	(11)
3.3	重量分析基本操作	(20)
3.4	紫外及可见分光光度计	(27)
3.5	酸度计	(29)
3.6	原子吸收分光光度计	(31)
3.7	气相色谱仪	(33)
4	定量分析实验	(36)
实验 1	分析天平称量练习	(36)
实验 2	滴定分析基本操作练习	(39)
实验 3	容量器皿的校准	(42)
实验 4	碱标准溶液浓度的标定	(45)
实验 5	食用白醋中 HAc 含量的测定	(47)
实验 6	片剂中乙酰水杨酸含量的测定	(49)
实验 7	有机酸摩尔质量的测定	(52)
实验 8	酸标准溶液浓度的标定	(54)
实验 9	工业纯碱中总碱度的测定	(56)
实验 10	EDTA 标准溶液的配制和标定	(58)
实验 11	自来水硬度的测定	(61)
实验 12	铅、铋含量的连续测定	(63)
实验 13	水泥熟料中铁、铝含量的测定	(65)
实验 14	过氧化氢含量的测定	(68)
实验 15	重铬酸钾-无汞盐法测定铁矿石中铁含量	(70)
实验 16	水泥生料中 Fe_2O_3 含量的测定(铝片还原法)	(72)
实验 17	硫代硫酸钠标准溶液的配制及标定	(74)
实验 18	胆矾($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)中铜的测定	(77)
实验 19	溴酸钾法测定工业苯酚的纯度	(79)

实验 20	高锰酸钾法测定补钙制剂中钙含量	(81)
实验 21	可溶性氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	(83)
实验 22	银盐中银含量的测定(佛尔哈德法)	(85)
实验 23	可溶性硫酸盐中硫的测定	(87)
实验 24	邻二氮菲吸光光度法测定铁	(89)
实验 25	紫外光谱法测定水样中苯酚含量	(92)
实验 26	溶液 pH 值的测定	(94)
实验 27	离子选择性电极法测定水中的氟	(97)
实验 28	原子吸收分光光度法测定自来水中钙、镁含量	(100)
实验 29	对二甲苯的气相色谱分析	(102)
实验 30	萘、联苯、菲的高效液相色谱分析	(104)
实验 31	Potassium Fluosilicate Volumetric Method for the Determination of SiO_2 Content in Cement Clinker	(106)
实验 32	Determination of Aluminum and Magnesium in the Gastropine	(108)
实验 33	Determination of Glucose Content in Glucose Injection (Iodometric Titration Method)	(111)
实验 34	Measuring the Amount of Lead and Cadmium Released from Domestic Ceramic Using AAS	(113)
5	综合实验	(117)
实验 1	草酸合铜酸钾的制备和组成测定	(117)
实验 2	水质综合分析(设计实验)	(119)
实验 3	水泥生料系统分析	(121)
6	计算机在分析化学实验中的应用	(125)
实验 1	利用 Excel 处理实验数据	(125)
实验 2	酸碱溶液 pH 值的计算及滴定曲线的绘制(Matlab)	(130)
实验 3	电位分析多次标准加入法的迭代回归计算(Matlab)	(134)
附录		(137)
附录 1	常用浓酸浓、碱溶液的密度和浓度	(137)
附录 2	常用洗涤剂的配制和应用	(137)
附录 3	常用缓冲溶液的配制	(138)
附录 4	常用基准物质的干燥条件和应用	(139)
附录 5	常用指示剂及配制	(140)
附录 6	常用化合物的相对分子质量(M_r)表	(142)
附录 7	相对原子质量(A_r)表	(143)
附录 8	常用分析化学术语(汉英对照)	(145)
附录 9	学生用定量分析实验仪器清单	(151)
参考文献		(152)

1 分析化学实验基本要求

分析化学实验是分析化学课程的重要组成部分,是一门实践性很强的学科。学生通过实验达到以下目的:

(1)加深对分析化学基本概念和基本理论的理解,将所学的分析化学理论知识用于指导实验,提高实验能力。

(2)正确、熟练地掌握分析化学实验的基本操作技能,逐步培养自己独立从事科学研究工作的能力。

(3)培养学生严谨的工作作风和实事求是的科学态度,树立严格的“量”的概念。

为达到上述教学目的,要求学生在分析化学实验课中做到以下几点:

(1)课前认真做好预习。通过预习了解每个实验的基本原理,熟悉操作步骤及注意事项,测定结果的计算方法,实验中的误差来源。作好预习报告,未作预习者不得进行实验。

(2)集中精力做好实验。实验中要求仔细观察、认真思考,学会利用所学理论解释实验现象,分析产生误差的原因。

(3)保持实验台面整洁。学生到实验室后,可利用上课前的时间将实验要用的仪器准备好,并整齐地摆放在实验台上。实验进行时,也要始终保持实验台面的整洁,将仪器及所需要的试剂摆放整齐有序。

(4)实事求是地、认真地做好实验记录。所有实验数据,尤其是各种测量的原始数据,必须及时记录在专用的实验记录本上,不得记在其他任何地方,不得涂改原始实验数据。

(5)认真写好实验报告。实验报告一般包括实验题目、日期、实验目的、实验原理、仪器与试剂、实验步骤、原始记录、实验结果(列出计算公式)。简要地用文字和化学反应方程式说明方法及原理,必要时画出实验装置图,简明扼要地写出实验步骤,把实验数据用文字、表格或图形表示出来,并根据实验要求计算出分析结果。最后对实验教材上的思考题及实验中观察到的现象进行讨论和分析,以提高自己分析问题和解决问题的能力。

(6)遵守实验室的各项制度。注意节约使用试剂、滤纸、纯水与自来水、电等。实验结束后,应马上清洗自己使用过的玻璃器皿,整理实验台面,并把自己用过的试剂、仪器归位。离开实验室前,要进行安全检查,认真清扫实验室,最后检查水电等开关是否关好,关好门窗后,方可离开实验室。

学生实验成绩的评定通常包括下列内容:预习情况及实验态度;实验操作技能;实验结果的精密度和准确度;有效数字的表达;实验报告的书写和实验结果的讨论。克服片面追求实验结果而忽视实验操作的倾向。

此外,对仪器分析实验还有以下基本要求:

(1)实验前须认真做好预习,了解有关分析方法及仪器结构的基本原理、仪器的主要组成部分和它们的简单工作过程。

(2)掌握各种分析方法的实验技术及正确使用仪器的方法。未经教师的允许不得随意改变操作参数,更不得更换、拆卸仪器的零件。

(3)学会根据分析方法的特点及试样的情况选择最合适的分析方法及最佳测试条件。

(4)掌握有关分析方法的分析步骤和对测试数据进行处理的方法。

(5)维护好实验室的仪器设备,每次实验完毕后,要把仪器复原,罩好防尘罩。如发现仪器工作异常,要及时报告并做好记录,由教师及实验室工作人员进行处理。

2 分析化学实验基本常识

2.1 纯水的制备及检验

分析化学实验中所用的水必须是纯水,应根据分析的任务和要求不同,合理地选用不同规格的纯水。

2.1.1 纯水的规格

在国家标准(GB6682—2008)中,规定了实验室用水的级别及主要技术指标(见表 2-1)。在实际工作中,有些实验对水还有特殊的要求,有时还要对 Cl^- 、 Ca^{2+} 、 Fe^{3+} 离子及细菌等进行检验。

表 2-1 实验室用水的级别及主要技术指标

指标名称	一级	二级	三级
pH 值范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)($\text{ms}\cdot\text{m}^{-1}$)	≤ 0.01	≤ 0.10	≤ 0.50
吸光度(254nm,1cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	—
可溶性硅(以 SiO_2 计)($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	≤ 0.01	≤ 0.02	—

2.1.2 纯水的制备

实验室制备纯水常用以下方法:

(1)蒸馏法

自来水在蒸馏器中加热气化,水蒸气冷凝得到蒸馏水。此法设备成本低、操作简单,能除去水中非挥发性杂质,但溶解在水中的气体杂质并不能完全除去。

(2)离子交换法

此法是用离子交换树脂分离水中杂质离子的方法,制备的纯水称为去离子水。目前多采用阴、阳离子交换树脂的混合床装置制备纯水。去离子效果好、制备水量大、成本低,但不能除去水中非离子型杂质,所以去离子水中常含有微量的有机物。

(3)电渗析法

电渗析法是在直流电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过,去除离子型杂质。该法也不能去除非离子型杂质,且去除离子能力不如离子交换法,仅适用于要求不是很高的分析工作中。

2.1.3 纯水的检验方法

纯水的检验有物理方法(如测定电导率或电阻率)和化学方法两类。纯水检验的项目主要

有电导率或电阻率、pH 值、硅酸盐、氯化物及某些金属离子(如 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Ca^{2+} 及 Mg^{2+})等。

2.2 化学试剂

2.2.1 化学试剂的规格

化学试剂的规格是以其中所含杂质的含量划分的,其等级和适用范围见表 2-2。

表 2-2 化学试剂级别与适用范围

试剂级别	中文名称	英文符号	标签颜色	适用范围
一级	优级纯(保证试剂)	GR	绿色	精密分析和科学研究实验
二级	分析纯	AR	红色	一般分析和科学研究实验
三级	化学纯	CP	蓝色	一般化学实验
	生化试剂	BR 或 CR	咖啡色、黄色或其他颜色	生物化学与医学化学实验
	实验试剂	LR	棕色	纯度较低,用于一般化学实验

化学试剂除表中几个等级外,还有基准试剂、光谱纯试剂及色谱纯试剂等。基准试剂相当于或高于优级纯试剂,专作滴定分析的基准物质,用以确定未知溶液的准确浓度或直接配制标准溶液。光谱纯试剂(符号 SP)的杂质含量用光谱分析法测不出或杂质的含量低于某一限度,主要用于光谱分析中的标准物质,但光谱纯试剂不能作为化学分析中的基准物质。色谱纯试剂是进行色谱分析时使用的标准试剂,在色谱条件下只出现指定化合物的峰,不出现杂质峰。

2.2.2 化学试剂的使用

在分析工作中,所选用试剂的纯度和级别要与所用的分析方法相当。根据分析对象的组成、含量的高低,对分析结果准确度的要求和分析方法的灵敏度、选择性等合理地选用相应级别的试剂。化学分析实验常使用分析纯化学试剂,仪器分析实验一般用分析纯、优级纯或专用试剂。在满足实验要求的前提下,选用试剂时要注意节约,就低不就高。使用试剂时应注意:

(1)试剂在存放和使用过程中应注意保持清洁,取下的瓶塞不允许任意放置,应倒放在实验台面上。试剂取用后应立即盖好瓶塞,防止试剂污染和变质。

(2)取用固体试剂时,应用洁净、干燥的小勺,多取的试剂不允许倒回原瓶中。取用强碱性试剂后的药勺应立即洗净,以免腐蚀。

(3)所有试剂瓶上应有明显的标签,并注明试剂名称、规格及配制日期。

(4)试剂的浓度及用量按要求使用,不应过多或过浓。

(5)根据试剂性质妥善保管化学试剂。氧化剂、还原剂必须密闭,避光保存。易侵蚀玻璃而影响试剂纯度的试剂(如氢氟酸、苛性碱等)应保存在塑料瓶或涂有石蜡的玻璃瓶中。易挥发的试剂应低温存放,易燃、易爆试剂应存放在避光、阴凉通风的地方,且要有安全措施。相互容易作用的试剂应分开存放。剧毒试剂要妥善保管,并由专人负责。

2.3 实验室安全常识

实验室安全包括人身安全及实验室仪器、设备的安全。在分析化学实验中,经常会使用各种化学试剂和玻璃仪器及气、水、电等。为此必须防止化学药品中毒,操作过程中的烫伤、割伤、腐蚀等人身安全事故和燃气、高压电源、易燃易爆化学品可能引起的火灾、爆炸等事故,实验者必须严格遵守实验室安全规则。

(1)实验室内禁止吃东西、吸烟;切勿以实验用容器代替水杯、餐具使用,防止化学试剂入口;实验结束后必须洗手。

(2)使用如汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品时要特别小心,废物、废液不可乱扔、乱倒,要回收或加以特殊处理。

(3)使用浓酸、浓碱及其他具有强烈腐蚀性的试剂时,要防止溅在皮肤及衣服上。易挥发的有毒及强烈腐蚀性的液体和气体,要在通风橱中操作。如果浓酸、浓碱溅到身上应立即用清水冲洗,溅到实验台或地面上时要用水稀释后擦掉。

(4)使用可燃性有机试剂时,要远离火焰及其他热源,敞口操作并有挥发时应在通风橱中进行。用后盖紧瓶塞,存放阴凉处。低沸点、低闪点的有机溶剂不得在明火或电炉上直接加热,而应在水浴或电热套中加热。

(5)实验过程中万一着火,不要惊慌,应首先切断电源及燃气源,并根据起火原因进行针对性灭火。酒精及其他可溶于水的液体着火时,可用水灭火;汽油、乙醚等有机溶剂着火时,用沙土灭火,此时绝对不能用水,否则反而扩大燃烧面;电器着火时,不可用水冲,以防触电,应用干冰或干粉灭火器;衣服着火时切忌奔跑,而应就地躺下滚动,或用湿衣服在身上抽打灭火。

(6)使用自来水后应及时关闭闸门,遇停水时要立即关闭闸门。一定要保持水槽清洁,不能把毛刷、抹布扔在水槽中,禁止将固体物及滤纸等扔进水槽内,以免造成下水道堵塞。

2.4 实验数据的记录、处理和实验报告

2.4.1 实验数据的记录

在分析化学实验过程中,要准确测量物理量,同时正确地记录所测定的数据。为此学生应有专门的实验记录本或专用实验报告册记录实验数据。不允许将实验数据记录在单页纸、书上、手上等。实验过程中应及时、准确地记录各种测量数据和实验现象。切忌掺杂个人主观因素,绝不能拼凑和伪造数据。

记录测量所得数据时,要如实反映测量的准确度,注意有效数字的保留,数字中只保留一位可疑数字。用分析天平称量时,应记录至0.0001g,滴定管和吸量管的读数应记录至0.01 mL。

实验记录中的每一个数据都是测量的结果,所以,重复观测时,即使数据完全相同,也应准确记录下来。在记录数据时,应尽量用表格形式。实验过程中如发现数据测错、记录错误或算错而需要改动时,可将该数据用一横线划去,并在其上方写上正确数字。

2.4.2 分析数据的处理

定量分析实验中,一般平行测定 3~5 次。为了衡量分析结果的精密度,一般用相对平均偏差来表示。

如 3 次测量结果的算术平均值为

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3}{3}$$

平均偏差为

$$\bar{d} = \frac{|x_1 - \bar{x}| + |x_2 - \bar{x}| + |x_3 - \bar{x}|}{3}$$

相对平均偏差为

$$\bar{d}_r = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\%$$

2.4.3 实验报告

实验完毕后,应根据实验现象及实验数据记录进行整理,用专门实验报告册及时、认真地写出实验报告。定量分析实验报告的参考格式如下:

实验编号 _____

实验名称 _____

(1)实验目的

(2)实验原理 简要地用文字和化学反应方程式说明。如对于滴定分析,通常有标定和滴定反应方程式、基准物质和指示剂的选择、标定和滴定的计算公式等。

(3)主要仪器和试剂 列出实验中所需要使用的主要试剂和仪器。

(4)实验步骤 简要地写出实验步骤。

(5)实验数据及处理 将实验数据列成相应表格表示出来,表格中包括原始测量数据、分析结果及偏差处理。

(6)问题讨论 包括实验教材中的思考题和对实验中观察到的现象及产生的误差等进行分析和讨论。

3 定量分析仪器和基本操作

3.1 分析天平

分析天平是定量分析中最重要的精密衡量仪器之一。了解分析天平的构造,正确地进行称量,是完成定量分析工作的基本保证。常用的分析天平有半自动电光天平、全自动电光天平、单盘电光天平和电子天平等。各种分析天平在构造和使用方法上虽然有些不同,但其构造的基本原理是相同的。这里主要对半自动电光天平和电子天平的构造原理和使用规则加以介绍。

3.1.1 半自动电光天平的构造

半自动电光天平是根据杠杆原理制造的,如图 3-1 所示。

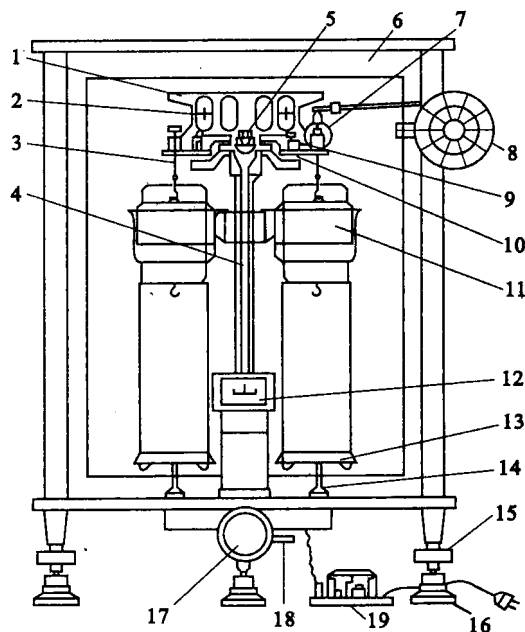


图 3-1 半自动电光天平

- 1—天平横梁;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—托梁架;11—阻尼筒;12—投影屏;
13—称盘;14—盘托;15—螺旋足;16—垫足;17—升降旋钮;18—拨杆;19—变压器

它的主要部件是天平横梁,天平横梁是由铝合金制成的。横梁上装有三个三棱的玛瑙刀,其中一个装在横梁中间,刀口向下,称为中刀或支点刀。另两个与支点刀等距离的玛瑙刀安装在横梁的两端,刀口向上,称为承重刀。三个刀口的棱边完全平行,并处于同一水平面上。玛瑙刀口的角度和刀锋的完整程度直接影响天平质量,故应特别注意保护刀口。在加减砝码和

称量过程中,绝不允许开启天平操作,一定要将天平横梁托起。

横梁的两端装有两个平衡螺丝,用来粗调天平的零点。在横梁的正中间装有垂直的指针,用以指示平衡位置。支点刀的后上方装有重心螺丝,用以调整天平的灵敏度。

在两个秤盘上方装有空气阻尼器,此阻尼器由铝制圆筒形套盒组成,外盒固定在天平支柱上,内盒比外盒略小,两盒间隙均匀,不应有摩擦。当启动天平时,内盒应能自由地上下移动,由于盒内空气阻力作用,使天平横梁能尽快地停摆而达到平衡。

每台天平都附有一盒配套的砝码。1g 以上的砝码用铜合金或不锈钢制成,装在砝码盒里,取用砝码时要用镊子夹取。1g 以下的砝码加减由机械加码装置(即通过转动指数盘加减圈码)来完成。

电光天平是在阻尼天平的基础上发展而成的。同阻尼天平相比,主要是增加了两个装置:一个是机械加码装置;另一个是光学读数装置。机械加码装置是通过转动指数盘加减圈状砝码(俗称圈码)的装置。大小砝码全部是由指数盘操纵而自动加减的,称为全自动电光分析天平,其常用的型号为 TG328A。1g 以下的砝码是由指数盘操纵而自动加减的,称为半自动电光分析天平,其常用的型号为 TG328B。

电光天平的光学读数系统示意图如图 3-2 所示,光源发出的光线经聚光后,照射到天平指针下端的微分标牌上,再经过放大,由反射镜反射到投影屏上,由于天平指针的偏移程度被放大到投影屏上,所以能准确地读出 10mg 以下的重量。微分标牌偏移一大格,相当于 1mg;偏移一小格,相当于 0.1mg。

电光天平一般可称量至 0.1mg,最大载荷为 100g 或 200g。

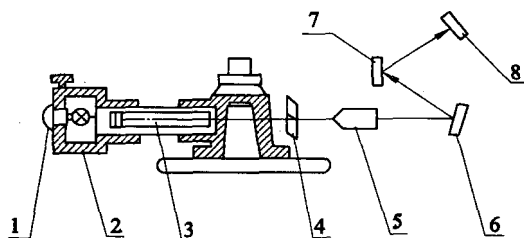


图 3-2 电光天平光学读数系统示意图

1—光源灯座;2—照明筒;3—聚光管;4—微分标牌;5—放大镜;6,7—反射镜;8—投影屏

3.1.2 半自动电光天平的使用方法

使用分析天平时要认真、仔细,遵守“分析天平使用规则”。

(1)称量前取下天平罩,叠好后放在天平箱上。检查天平是否处于水平状态,用小毛刷刷去天平盘上和天平箱内的灰尘。然后接通电源,调节天平零点。

(2)把称量物放在左盘中央(有些天平自动加码装置在左边,则称量物应放在右盘中),关上天平左门。按照“由大到小,中间截取,逐级试重”的原则加减砝码。直到增加 1g 太重,减少 1g 又太轻时,即关上天平边门。转动外层指数盘,试加圈码,直到增加 100mg 太多,减少 100mg 太轻时,转动内层指数盘试加圈码,直到微分标尺在光幕上均匀移动时,开足升降旋钮,确定平衡点(平衡点是指天平在载重时,处于平衡状态时指针所偏移的位置),然后读取称量物的重量。例如,右盘中砝码为 11g,外层指数盘指在 700mg,内层指数盘指在 10mg,光幕上是 4.2mg,则物体的重量是:

$$W = 11 + 0.7000 + 0.0100 + 0.0042 = 11.7142\text{g}$$

(3)在使用过程中,要特别注意保护玛瑙刀口。将物体或砝码放在天平盘上或由盘上取出时,一定要预先把天平梁托住;转动升降旋钮时,要小心缓慢,以免损坏刀口。

(4)不得把热的或过冷的物体放入天平盘内称量,因温度差异太大将引起空气产生定向流动,造成错误的称量结果。太热或太冷的称量物必须先放在干燥器中放置一定时间,使其温度达到室温时方可称量。

(5)有腐蚀性(如酸、碱等)或潮湿的物体不能直接放在天平上称量,应放在称量瓶或其他适当的容器中称量。

(6)在做同一实验时,所有称量应使用同一台天平和同一盒砝码,这样可以减免称量的系统误差。

(7)称量完毕后,关上升降旋钮,取出称量物,将砝码夹回砝码盒内,把指数盘转动至零位,用软毛刷刷干净天平箱内部,关上天平两侧门,罩上天平罩,切断电源,并在天平使用登记本上登记。

3.1.3 电子天平工作原理

电子天平是最新一代的天平,可分为上皿式和下皿式电子天平。秤盘在支架上面的为上皿式,秤盘吊挂在支架下面的为下皿式。目前广泛使用的是上皿式电子天平。它是根据电磁力补偿工作原理,采用石英管梁制得的。石英管梁可保证天平具有极佳的机械稳定性和热稳定性。在此梁上固定着电容传感器和力矩线圈,横梁一端挂有秤盘和机械加码装置。称量时,横梁围绕支承偏转,传感器输出电信号,经整流放大反馈到力矩线圈中,然后使横梁反向偏转恢复到零位,此力矩线圈中的电流被放大且经过模拟数字装置转换为数字,显示被称物质的质量。

电子天平可用于直接称量,全程不需砝码,具有自动调零、自动校准、自动去皮、超载指示和自动显示等功能,可与打印机、计算机联用,进一步扩展其功能,如统计称量的最大值、最小值、平均值及标准偏差等。由于电子天平具有机械天平无法比拟的优点,虽然其价格较高,但也会逐步取代机械天平,广泛地应用于各个领域。

3.1.4 电子天平的使用方法

(1)水平调节 观察水平仪,如水平仪气泡偏移,需调整水平调节脚,使气泡位于水平仪中心。

(2)预热 接通电源,预热规定时间后,开启显示器进行操作。

(3)开启显示器 轻按“ON”键,显示器全亮,约2s后,显示天平的型号,然后显示称量模式,即“0.0000”。

(4)天平基本模式的选定 天平通常为“通常情况”模式,并具有断电记忆功能。使用时若改为其他模式,使用后一旦按“OFF”键,天平即恢复“通常情况”模式。其他设置可按使用说明书进行操作。

(5)校准 天平安装后,第一次使用前,应对天平进行校准。因存放时间较长、位置移动、环境变化或为获得精确测量值,天平在使用前都应进行校准操作。

(6)称量 按“TAR”键,显示为“0.0000”后,置被称物于秤盘上,等数字稳定即显示器左下角的“0”标志消失后,读取称量物的质量值。读数时应关上天平门。

(7)去皮称量 按“TAR”键清零,置容器于秤盘上,天平显示容器质量,再按“TAR”键,显示“0.0000”,即去除皮重。再置称量物于容器中,或将被称物逐步加入容器中直至达到所需质量,待显示器左下角的“0”消失,这时显示的即是称量的净质量。

(8)称量结束后,按“OFF”键关闭显示器,切断电源。

3.1.5 称量方法

根据不同的称量对象及称量要求,采用相应的称量方法。称取试样的方法通常有直接称量法、固定质量称量法、递减称量法。

(1)直接称量法

此法用于称量一物体的质量。如称量某一小烧杯的质量,用干净的塑料薄膜或纸条套住小烧杯,放在天平盘中,直接在天平上读出烧杯质重。

(2)固定质量称量法(增重法)

此法用于称量不易吸水,在空气中稳定的粉末状或小颗粒试样,不适用于块状物质的称量。称样时,根据不同试样可采用小烧杯、表面皿和称量纸等容器进行称样。

固定质量称量法操作如图 3-3 所示。将试样放在已知质量的清洁而干燥的表面皿或称量纸上,称取一定量的试样,称好的试样必须定量的由表面皿或称量纸等容器直接转入接收容器中。称量时若不慎加入试剂超过指定质量,应先关闭升降旋钮(使用半自动电光天平时),再用牛角勺取出多余试样,直至试样质量达到指定质量为止。严格要求时,取出的多余试剂应弃去,不放回原试剂瓶中。操作时不能将试剂散落在天平盘容器以外的地方。

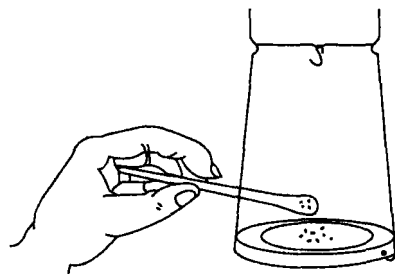


图 3-3 固定质量称量法样品加入方法

(3)递减称量法

此法常用于称量易吸水、易氧化或易与空气中 CO_2 反应的物质。将适量试样装入称量瓶中,盖上瓶盖,用清洁的纸条叠成纸带套住称量瓶,左手拿住纸带尾部把称量瓶放到天平秤盘的中间(见图 3-4),准确称出称量瓶及瓶内试样的总质量。然后取出称量瓶,将称量瓶放在接收容器上方,右手用纸片包住

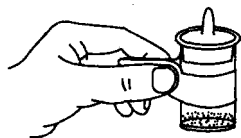


图 3-4 递减称量法称量瓶拿法

瓶盖柄打开瓶盖,使称量瓶倾斜,用称量瓶盖轻轻敲击瓶口上部,使试样慢慢落入容器中(注意不要让试样洒落在容器外),如图 3-5 所示。当倾出的试样已接近所要称的质量时(可从体积大小估计或试重后得知),边用称量瓶盖轻轻敲击瓶口上部,边将称量瓶身竖直,使黏附在瓶口

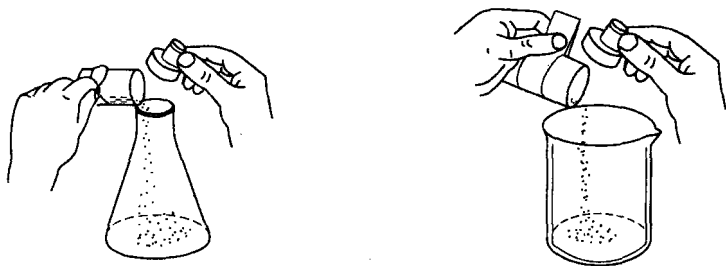


图 3-5 从称量瓶中敲取试样示意图

的试样落入称量瓶或接收容器中,然后盖好瓶盖,将称量瓶放回天平盘中,准确称量其质量。两次称量质量之差即为试样的质量。按上述方法连续递减,可称取多份试样。

3.2 滴定分析仪器与基本操作

体积测量的误差是容量分析中误差的主要来源。一般来讲,体积测量的误差要比称量误差大。体积测量如果不够准确,其他操作步骤即使做得正确,也是徒劳的。因为分析结果的准确度在一般情况下是由误差最大的因素决定的。因此,为了使分析结果能符合所要求的准确度,必须正确掌握容量器皿的使用。

在滴定分析中,滴定管、容量瓶、移液管和吸量管是准确测量溶液体积的量器。量器分为量出式量器和量入式量器。量出式量器(量器上标有 Ex)如滴定管、移液管和吸量管等,用于测量从量器中排出液体的体积;量入式量器(量器上标有 In)如容量瓶,用于测量量器中所容纳液体的体积。

3.2.1 滴定管

滴定管是滴定时可准确测量滴定体积的玻璃量器。滴定管的管身是用细长且内径均匀的玻璃管制成,上面刻有均匀的分度线,线宽不超过 0.3mm。常用的滴定管是 50mL 和 25mL,它们的最小刻度为 0.1mL,读数可估计到 0.01mL。此外还有容积为 10mL、5mL、2mL 和 1mL 的半微量或微量滴定管,最小刻度为 0.05mL、0.01mL 或 0.005mL。滴定管一般分为两种:一种是下端带有玻璃旋塞的酸式滴定管(图 3-6(a)),用于盛放酸类溶液或氧化性溶液。另一种是碱式滴定管(图 3-6(b)),用于盛放碱类溶液,其下端连接一段乳胶管,内放一玻璃珠,以控制溶液的流速,乳胶管下端再连接一个尖嘴玻璃管。凡是能与乳胶管反应的氧化性溶液,如 KMnO_4 、 I_2 等,不能装入碱式滴定管中。

3.2.1.1 滴定前酸式滴定管(简称酸管)的准备

(1)使用前,首先应检查玻璃旋塞转动是否灵活,然后检查是否漏水。试漏的方法是先先将旋塞关闭,在滴定管内充满水,将滴定管夹在滴定管架上,放置 2min,观察管口及旋塞两端是否有水渗出。然后将旋塞旋转 180° ,再如前检查,如果漏水应重新涂油(起密封和润滑作用)。若出口管尖被油脂堵塞,可将其插入热水中温热片刻,然后打开旋塞,用洗耳球在滴定管上部挤压、鼓气,使管内的水快速流下,将软化的油脂冲出,油脂排出后关闭旋塞。涂凡士林后滴定管应进行充分地清洗。根据沾污的程度,可采用下列清洗方法:

①用自来水清洗。

②用滴定管刷蘸合成洗涤剂刷洗,但铁丝部分不得碰到管壁。

③用前面方法不能洗净时,可用铬酸洗液洗涤。加入 5~10mL 洗液于酸管中,双手平端滴定管两端,直至洗液布满全管。转动滴定管时,将管口对着洗液瓶口或烧杯口,以防洗液外流。然后,打开旋塞,将洗液从出口管放回原瓶中。必要时也可加满洗液浸泡一段时间。

无论用哪种方法清洗后,都必须用自来水清洗干净,再用蒸馏水荡洗三次,每次用水 10mL 左右,将滴定管放平,转动洗涤内壁,并打开旋塞洗涤管尖部分,放尽洗涤液。洗净后的滴定管内壁应完全被水均匀润湿而不挂水珠。如内壁不是均匀润湿而挂了水珠,则应重新洗涤。