

化学分析实验

一、分析化学实验课的任务和要求

分析化学是一门实践性很强的学科。分析化学实验课的任务是使学生加深对分析化学基本理论的理解，掌握分析化学实验的基本操作技能，养成严格、认真和实事求是的科学态度，提高观察、分析和解决问题的能力，为学习后继课程和将来从事实际工作打下必要的基础。为了完成上述任务，提出以下要求：

1. 做好预习工作

预习是为做好实验奠定必要的基础的，所以，学生在实验之前，一定要在听课和复习的基础上，认真阅读有关实验教材，明确本实验的目的、任务、有关原理、操作的主要步骤及注意事项，做到心中有数。并写好实验报告中的部分内容，以便实验时及时、准确地进行记录。

2. 在实验过程中

(1) 应手脑并用。在进行每一步操作时，都要积极思考这一步操作的目的和作用，可能出现什么现象等等，并认真细心观察，理论联系实际，不能只是“照方配药”。

(2) 每人都必须备有实验记录本和报告单，随时把必要的数据和现象清楚正确地记录下来。

(3) 应严格地遵守操作程序及注意应注意之处。在使用不熟悉其性能的仪器和试剂之前，应查阅有关书籍或讲义，或请教指导教师。不要随意进行实验，以免损坏仪器、浪费试剂、使实验失败，更重要的是预防发生意外事故。

(4) 自觉遵守实验室规则，保持实验室整洁、安静，使实验台整洁、仪器安置有序，注意节约和安全。

3. 实验完毕后

对实验所得结果和数据，按实际情况及时整理、计算和分析，重视总结实验中的经验教训，认真写好实验报告，按时交给指导老师。及时洗涤、清理仪器，切断（或关闭）电源和水阀。

在作记录和报告时，应注意以下几个问题：

(1) 一个实验报告大体包括下列内容：实验名称、实验日期、实验目的、简要原理、实验主要步骤的简要描述（可用箭头流程式表示）、测量所得数据、各种观察与注解、计算和分析结果、问题和讨论。

其中前五项及记录表格应在实验预习时写好，其余内容则应在实验过程中以及实验结

束时填写。

这几项内容的取舍、繁简，应视各个实验的具体需要而定，只要能符合实验报告的要求，能简化的应当简化，需保留的必须保留。报告示例见后。

(2) 记录和计算必须准确、简明(但必要的数据和现象应记全)清楚 要使别人也容易看懂。

(3) 记录本的篇页都应编号，不要随便撕去。严禁在小片纸上记录实验数据和现象。

(4) 记录和计算若有错误，应划掉重写，不得涂改，绝对不允许私自凑数据。

(5) 在记录或处理分析数据时，一切数字的准确度都应做到与分析的准确度相适应，即记录或计算到第一位可疑数字为止。一般滴定分析的准确度是千分之一至千分之几的相对误差，所以记录或计算到第四位有效数字即可。

二、分析化学实验的一般知识

(一) 实验室注意事项

(1) 遵守实验室各项制度。

(2) 经常保持实验室的整洁和安静，注意桌面和仪器的整洁。

(3) 保持水槽清洁，切勿把固体物品投入水槽中。废纸和废屑应投入废纸箱内，废酸等废液应小心倒入废液缸内，切勿倒入水槽，以免腐蚀下水道。

(4) 爱护仪器，节约试剂、水和电等。

(5) 避免浓酸、浓碱等腐蚀性试剂溅在皮肤、衣服或鞋袜上。用 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等溶样时 操作应在通风橱中进行。通常应把浓酸加入水中 而不要把水加入浓酸中。

(6) 汞盐、氰化物 As_2O_3 、钡盐、重铬酸盐等试剂有毒 使用时要特别小心。氰化物与酸作用放出剧毒的 HCN ！严禁在酸性介质中加入氰化物。

(7) 使用 CCl_4 、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有毒或易燃的有机溶剂时要远离火源和热源，用过的试剂倒入回收瓶中，不要倒入水槽中。

(8) 试剂切勿入口。实验器皿切勿用作食具。离开实验室时要仔细洗手，如曾使用过毒物，还应漱口。

(9) 每个实验人员离开实验室时应关闭水、电、门窗。

(二) 分析用纯水

根据分析的任务和要求的不同，对水的纯度要求也有所不同。一般的分析工作，采用蒸馏水或去离子水即可 超纯物质的分析 则需纯度较高的“超纯水”。在一般的分析实验中，离子选择电极法、配位滴定法和银量法用水的纯度较高。

纯水常用以下两种方法制备：

(1) 蒸馏法：蒸馏法能除去水中的非挥发性杂质，但不能除去易溶于水的气体。同是蒸馏而得的纯水，由于蒸馏器的材料不同，所带的杂质也不同。通常使用玻璃、铜和石英等材料制成的蒸馏器。

(2) 离子交换法：这是应用离子交换树脂分离出水中的杂质离子的方法。因此用此法制得的水通常称为“去离子水”。此法的优点是容易制得大量纯度高的水而成本较低。

(三) 试剂的一般知识

1. 常用试剂的规格

化学试剂的规格是以其中所含杂质多少来划分的，一般可分为四个等级，其规格和适用范围见表 1。

此外，还有光谱纯试剂、基准试剂、色谱纯试剂等。

光谱纯试剂(符号 S.P.) 的杂质含量用光谱分析法已测不出或者其杂质的含量低于某一限度，这种试剂主要用作光谱分析中的标准物质。

基准试剂的纯度相当于或高于保证试剂。基准试剂用作滴定分析中的基准物是非常方便的，可用于直接配制标准溶液。

在分析工作中，选用的试剂的纯度要与所用方法相当，实验用水、操作器皿等要与试剂的等级相适应。若试剂都选用 G.R. 级的，则不宜使用普通的蒸馏水或去离子水，而应使用经两次蒸馏制得的重蒸馏水，所用器皿的质地也要求较高，使用过程中不应有物质溶解，以免影响测定的准确度。

选用试剂时，要注意节约原则，不要盲目追求纯度高，应根据具体要求取用。优级纯和分析纯试剂，虽然是市售试剂中的纯品，但有时由于包装或取用不慎而混入杂质，或运输过程中可能发生变化，或贮藏日久而变质，所以还应具体情况具体分析。对所用试剂的规格有所怀疑时应该进行鉴定。在特殊情况下，市售的试剂纯度不能满足要求时，分析者应自己动手精制。

表 1 试剂规格和适用范围

等级	名 称	英文名称	符 号	适用范围	标签标志
一级品	优级纯 (保证试剂)	guarantee reagent	G. R.	纯度很高，适用于精密分析 工作和科学研究工作	绿 色
二级品	分析纯 (分析试剂)	analytical reagent	A. R.	纯度仅次于一级品，适用于 多数分析工作和科学研究工作	红 色
三级品	化学纯	chemical pure	C. P.	纯度较二级差些，适用于一 般分析工作	蓝 色
四级品	实验试剂 (医用)	laboratorial reagent	L. R.	纯度较低，适用作实验帮助 试剂	棕色或其他 颜色
	生物试剂	biological reagent	B. R. 或 C. R.		黄色或其他 颜色

2. 取用试剂应注意事项

(1) 取用试剂时应注意保持清洁。瓶塞不许任意放置，取用后应立即盖好，以防试剂被其他物质沾污或变质。

(2) 固体试剂应用洁净干燥的小勺取用。取用强碱性试剂后的小勺应立即洗净，以免腐蚀。

(3) 用吸管吸取试剂溶液时，决不能用未经洗净的同一吸管插入不同的试剂瓶中吸取试剂

(4) 所有盛装试剂的瓶上都应贴有明显的标签，写明试剂的名称、规格及配制日期。千万不能在试剂瓶中装入不是标签上所写的试剂。没有标签标明名称和规格的试剂，在未查明前不能随便使用。书写标签最好用绘图墨汁，以免日久褪色。

(5) 在分析工作中，试剂的浓度及用量应按要求适当使用，过浓或过多，不仅造成浪费，而且还可能产生副反应，甚至得不到正确的结果。

实验一 分析天平与称量

一、目的要求

(1) 了解分析天平的结构，熟悉砝码组合。

(2) 学会正确使用天平。

(3) 掌握直接称量和减量称量的方法。

二、基本原理

分析天平是定量分析中最重要的仪器之一，每一项定量分析工作都直接或间接地需要使用天平。常用的分析天平有阻尼天平、半自动电光天平、全自动电光天平、单盘电光天平、微量天平和电子天平等。这些天平的构造和使用方法上虽有些不同，但基本原理是相同的。

1. 分析天平的原理 构造

各类分析天平都是根据杠杆原理设计制造的。

(1) 电光天平的构造 图 1-1 为半自动电光分析天平结构示意图。

天平梁：是天平的主要部件。多用质轻坚固、膨胀系数小的铝铜合金制成，起平衡和承载物体的作用。梁上装有三个棱形的玛瑙刀，其中一个装在正中的称为中刀或支点刀，刀口向下。另外两个与中刀等距离的分别安装在梁的两端，称为边刀或承重刀，刀口向上。三个刀口必须完全平行且位于同一水平面上。

支柱和水平泡：支柱是金属做的中空圆柱，下端固定在天平底座中央，支撑着天平梁。在支柱上装有水平泡，借螺旋脚调节天平放置水平。

指针和感量螺丝：指针固定在梁的正中，下端的后面有一块刻有分度的标牌，借以观察天平梁倾斜程度。指针上装有感量螺丝，用来调节梁的重心，以改变天平的灵敏度。

吊耳和天平称盘：吊耳挂在两个边刀上，下面挂有称盘。通常左盘放被称物，右盘放砝码。

空气阻尼器：由两个特制的金属圆筒构成，外筒固定在支柱上，内筒比外筒略小，悬于吊耳钩下，两筒间隙均匀，没有磨擦。当梁摆动时，左右阻尼器的内筒也随着上下移动，使筒内外空气的压力一致，便产生抵制膨胀和压缩的力，即产生抑制梁摆的力。这样利用筒内空气阻力使之很快停摆达到平衡，以加快称量速度。

⑥ 盘托和升降枢：为了使天平盘在不载重时稳定，或在称量时防止梁倾斜过度，故在盘

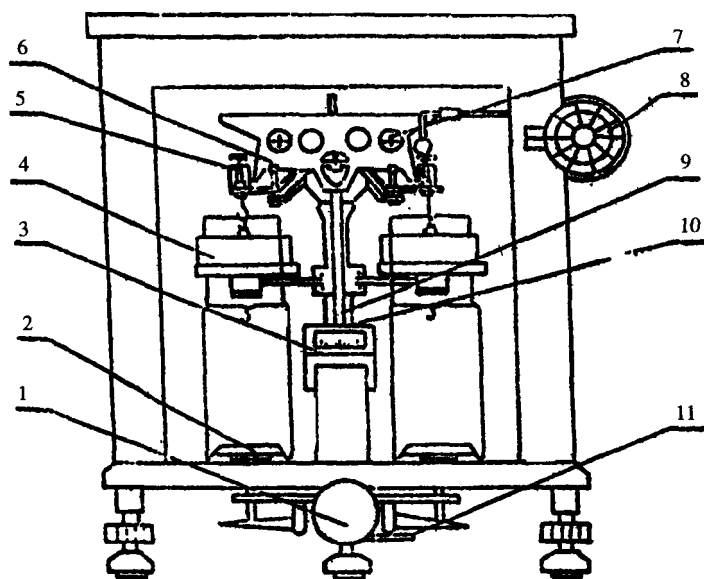


图 1-1 半自动电光天平

1—升降旋钮；2—称盘；3—投影屏；4—空气阻尼器；5—玛瑙刀；6—天平梁；
7—平衡螺丝；8—机械加码器；9—指针；10—立柱；11—金属拉杆

下装有盘托 为了使天平梁支撑起来进行称量 应用旋钮控制升降枢 将梁托起进行称量。

⑦ 平衡螺丝：在梁的上部两端各装有一个平衡螺丝，用来调节天平的零点。

⑧ 天平箱 它起保护天平的作用 同时在称量时 减少外界温度、空气流动、人的呼吸等的影响。箱下装有三只脚，前面两个是供调整天平水平位置的螺旋脚，三只脚都放在垫脚中。

⑨ 砝码：每台天平都附有一盒配套的砝码。为了便于称量，砝码大小有一定的组合规律 通常采取 5、2、2^{*}、1 系统的组合 也有 5、3、2、1 系统组合的 并按固定的顺序放在砝码盒中。面值相同的砝码（或称名义质量相同的砝码），它们之间的重量有微小的差重，所以面值相同的砝码上均打有标记以示区别。1g 以上的砝码用铜合金或不锈钢制成；1g 以下用园形砝码（环码）通过指数盘带动操纵杆自动地将环码加上或取下。环码安装在天平的右侧刀口上方 大都按 1、1^{*}、2、5 的方式组合。另一个是光学读数装置，即在指针的一端装有一个透明的微分标尺 后面用灯光照射 标尺经透镜放大 10~20 倍 再由反射镜反射到投影屏上。通过光学系统将指针偏移的程度放大在投影屏上 直接读出 10mg 以下的重量。

(2) 单盘电光天平的构造：单盘天平的构造如图 1-2 所示。它与以上所介绍的分析天平稍有不同，属于不等臂天平，天平只有一个称盘，盘上部悬挂天平最大载重的全部砝码。梁的另一端，由重锤和阻尼器与天平盘平衡。称量时，将称量物放在盘内，减去与物体等量的砝码，使天平恢复平衡。减去的砝码的重量就是称量物的重量，它的数值大小直接反映在天平前方的读数器上，10mg 以下重量仍由投影屏上读出。此种天平由于被称物和砝码都在同一盘上称量，不受臂长不等的影响 并且由于总是在天平最大负载下称量 因此 天

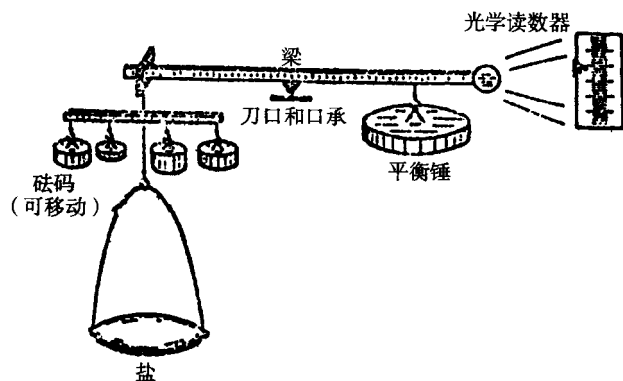


图 1-2 单盘天平结构原理图

平的灵敏度基本不变，所以是比较精密的一种天平。

(3) 电子天平：电子天平是天平中最新发展的一种，目前应用的主要有顶部承载式和底部承载式电子天平。最初研制的电子天平是顶部承载式。顶部承载式电子天平是根据电磁力补偿工作原理制造的，它是采用石英管梁制得的，此梁可保证天平具有极佳的机械稳定性和热稳定性。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减码装置。称量时，横梁围绕支承钢丝偏转，传感器输出电信号，经整流放大反馈到力矩线圈中，使横梁反向偏转恢复零位。此力矩线圈中的电流能被放大并模拟质量数字显示。

电子天平较机械天平价格昂贵，但是它称量快速、简便。把物体放到称量盘上后，几乎立即就能用数字显示出质量。它还可与打印机、计算机、记录仪等联用，以获得连续的可靠的打印记录。

2. 天平的性能

天平作为精密的衡量仪器，必须具有适当的灵敏度、准确性、稳定性和不变性等性能。

(1) 天平的灵敏度：天平的灵敏度一般是指天平盘上增加 1mg 所引起的指针在读数标牌上偏移的格数，灵敏度 E 的单位为分度 / mg，在实际工作中，常用灵敏度的倒数来表示天平的灵敏程度，即

$$S = \frac{1}{E} (\text{mg/分度})$$

S 称为天平的分度值，也称感量，单位为毫克 / 分度。因此，分度值是使天平的平衡位置产生一个分度变化时所需要的重量值 (毫克数)，可见分度值越小的天平其灵敏度越高。例如某天平的灵敏度为 2.5 分度 / mg，则该天平的分度值为：

$$S = \frac{1}{E} = \frac{1}{2.5} = 0.4 (\text{mg/分度})$$

天平灵敏度的测定：零点的测定，接通电源，慢慢开动天平，在不载重情况下，检查投影屏上标尺的位置，若零点与投影屏上的标线不重合，可拨动旋钮下面的扳手，挪动一下投影屏的位置，使其重合，若相差较大，则可借平衡螺丝调整使其重合，即为电光天平的

零点。

灵敏度的调节：电光天平是由光幕直接读出毫克以下的重量，所以必须在使用前调节其灵敏度使每1分度恰为0.1mg为此先调节零点在天平的左盘上放一个校准过的10mg圈码启动天平标尺应移至 100 ± 2 分度范围内，则分度值为 $10\text{mg}/100\text{分度} = 0.1\text{mg}/\text{分度}$ 。通过由光学系统放大的分度数，可直接读出10mg以下的重量并准确至0.1mg。如果标尺移动的分度数超出 100 ± 2 范围，则应调节其灵敏度，使之符合要求。

当载重时，天平的灵敏度随载重的增加而减小。必要时，可制作灵敏度曲线，即分别测定空载和载重为5g、10g、20g、30g、40g、50g时相应的灵敏度，然后以灵敏度为纵坐标，载重量为横坐标，绘出灵敏度曲线。

(2) 天平的准确性：天平的准确性系指天平的等臂性而言。对一架完好的天平，虽不能要求其两臂长完全相等，但两臂长之差应符合一定的要求（长度差值相对于臂长不超过1/40000），以控制天平不等臂所引起的误差不超过一定的程度。

影响天平准确性的因素：设天平两臂长分别为a和b，两臂长的差值 $a - b = \delta$ ，若两臂载重分别为P、P+m则推得公式：

$$e = \frac{\delta}{b} P$$

由上式可知，天平不等臂性产生的误差e与天平载重P成正比，即载重愈大，误差愈大。同时，e与 δ/b 也成正比， δ/b 绝对值愈小，误差e也愈小。

天平的等臂性是会变动的。对新出厂的天平，一般要求它在最大载荷下由等臂性引起的指针摆动偏移不超过标牌3个最小分度。但一般称量常比最大载荷小很多，因此这一误差会减小到不足估计的程度。所以天平检定规程里规定在使用中对普通标牌的天平可允许有6个最小分度的变化，对电光天平允许由不等臂性引起的误差不超过9个最小分度。

用等臂天平称量时，由于天平不等臂引起的误差是难免的，这种误差属于系统误差。在精密衡量中可采用替代法称量，以抵消其误差。这种称量方法是在天平左盘置一固定质量的重物，右盘加上砝码使之与它平衡，然后在右盘上放上待称量的物体，再逐渐减除砝码，重新使之平衡，减少的砝码质量即为待测物体的质量。因为衡量只在一盘上进行，另一盘中质量只为平衡用，所以抵消了不等臂性的误差。目前设计制造的单盘天平，就是利用这一原理进行称量的，单盘天平属于不等臂天平。

天平两臂在受热不均匀时，臂长将发生改变。这时如果物体放在臂短的一边，得出的质量要比实际质量小；反之，得出的质量比实际质量为大。设横梁两臂的温度差为 0.5°C ，横梁用铝合金制造重90g，则称量20g的物体时所引入的称量误差约为0.5mg，可见天平两臂的不均匀受热，不容忽视。

(3) 天平的稳定性：天平梁在平衡状态受到扰动后能自动回到初始平衡位置的能力，称为天平的稳定性。天平不仅要有一定的灵敏度，而且要有相当的稳定性，才能完成准确的称量。灵敏度和稳定性是相互矛盾的两种性质。对天平的灵敏度和稳定性两者都要兼顾到，才能使它处于最佳状态。

天平的稳定性主要与天平梁的重心和支点的位置以及天平梁上一个支点刀刃和两个重

点刀刃在平面上的距离有关。

在一般情况下，天平的稳定性是通过改变天平的重心，即移动感量铈来调节的。重心离支点愈远，天平愈稳定。

(4) 天平的不变性：天平的不变性是指天平在同一个质量差的作用下，各次平衡位置相重合不变的性能。

在同一台天平上使用同一组砝码，多次称量同一重物，实际上不可能得到绝对完全重合的结果，一般称量结果都存在着微小的差异，这差异称为示值变动性。

示值变动性是指在不改变天平平衡状态的情况下，多次开关天平，天平平衡位置的重复性、稳定性只与天平横梁的重心位置有关，示值变动性不仅与横梁重心有关，还与湿度、气流、震动以及横梁的调整状态等因素有关，一台天平的准确度除与灵敏度有关外，还与其变动性有关系。因此，只有在保证变动性不超过允许范围的前提下提高灵敏度，才能保证天平的准确度，单纯提高灵敏度是无意义的。示值变动性以毫克表示，一般允许范围是 $0.1 \sim 0.2\text{mg}$ 。

示值变动性的测定 连续数次 一般是 $3 \sim 5$ 次 测定天平的零点 L_0 与载重时的停点 L 按下式计算天平的最大变动性：

空盘天平最大变动性 $= (L_{0\text{最大值}} - L_{0\text{最小值}}) \times \text{空盘分度值}$

载重天平最大变动性 $= (L_{\text{最大值}} - L_{\text{最小值}}) \times \text{载重分度值}$

3. 称量的一般程序和方法

(1) 取下天平罩，叠好后平放在天平箱右后方的台面上或天平箱的顶上。

(2) 称量时 操作者面对天平端坐 记录本放在胸前的台面上 存放和接受称量物的器皿放在天平箱左侧，砝码盒放在右侧。

(3) 称量开始前应作如下检查和调整：

(a) 了解待称物体的温度与天平箱里的温度是否相同。如果待称物体曾经加热或冷却过，必须将该物体放置在天平箱近旁相当时间，待该物体的温度与天平箱里的温度相同后再进行称量。盛放称量物的器皿应保持清洁干燥。

(b) 察看天平秤盘和底板是否清洁。秤盘上如有粉尘，可用软毛刷轻轻扫净，如有斑痕脏物，可用浸有无水酒精的麂皮轻轻擦拭。底板如不干净，可用毛笔拂扫或用细布擦拭。

(c) 检查天平是否处于水平位置。若气泡式水准器的气泡不在圆圈的中心，用手旋转天平底板下的两个垫脚螺丝，以调节天平两侧的高度直至达到水平为止。使用时不得随意挪动天平的位置。

(d) 检查天平的各个部件是否都处于正常位置（主要察看的部件是横梁、吊耳、秤盘、环码等）如发现异常情况 应报告教师处理。

(4) 确定和调节天平零点：电光天平标牌上的零线如与投影屏上的标线不重合，可拨动升降枢下面的拨杆使其对准，如使用拨杆或零点旋扭仍不能调至零时，可细心调节位于横梁上的平衡螺丝（电光天平一般调节横梁左边的螺丝）直至微分标牌上零线对准投影屏上的标线为止。

至此，各种准备工作已完毕，天平处于工作状态，可以开始称量。

(5) 试重：将被称物体放入左盘并关好左边门。估计被称物体的大致质量，在右盘放入稍大于被称物体质量的砝码，开始试重。在试重过程中，为了尽快达到平衡，选取砝码应遵循“由大至小，中间截取，逐级试验”的原则。试加砝码时应半开天平进行试验。对于电光天平，要记住“指针总是偏向轻盘，标牌投影总是向重盘方向移动”。这样就能迅速判断左右两盘孰轻孰重。

(6) 读数与记录：称量的数据应立即用钢笔或圆珠笔记录在原始数据记录本上，不能用铅笔书写，也不得记录在零星纸片上和其它物品上。记录砝码数值时应先照砝码盒里的空位记下，然后按大小顺序依次核对秤盘上的砝码，若已称完，可同时将其放回砝码盒空位。对于组合砝码，可一次读取总的数值，但最好再重读一遍。

(7) 称量结束后应使天平恢复原状；具有机械挂砝码装置的天平，读数后应将各个指数盘转回零位。电光天平应切断电源，再检查一遍横梁是否托起，有无物品遗留在秤盘上或天平箱里。然后关好所有天平门，将砝码盒放到天平箱顶部的玻璃板上；用布罩罩好天平；将坐凳放回原位。方可离开天平室。

4. 称样的方法

在分析化学实验中，称取试样经常用到的方法有：指定质量称样法、递减称样法及直接称样法。

(1) 指定质量称样法：在分析化学实验中，当需要用直接法配制指定浓度的标准溶液时，常常用指定质量称样法来称取基准物质。此法只能用来称取不易吸湿的，且不与空气中各种组分发生作用的、性质稳定的粉末状物质，不适用于块状物质的称量。

具体操作方法如下：首先调节好天平的零点，用金属镊子将清洁干燥的深凹型小表面皿（通常直径为 6cm，也可以使用扁型称量瓶）放到左盘上，在右盘加入等重的砝码使其达到平衡。再向右盘增加约等于所称试样质量的砝码（一般准确至 10mg 即可），然后用小牛角勺向左盘上表面皿内逐渐加入试样，半开天平进行试重。直到所加试样只差很小质量时（如用电光天平称量，此量应小于微分标牌满标度，通常为 10mg），便可以开启天平。极其小心地以左手持盛有试样的牛角勺，伸向表面皿中心部位上方约 2~3cm 处，用左手拇指、中指及掌心拿稳牛角勺，以食指轻弹，最好是摩擦牛角勺柄，让勺里的试样以非常缓慢的速度抖入表面皿（如图 1-3 所示）。这时眼睛既要注意牛角勺，同时也要注意微分标牌投影屏，待微分标牌正好移动到所需要的刻度时，立即停止抖入试样。注意此时右手不要离开升降枢。

此步操作必须十分仔细，若不慎多加了试样，只能关闭升降枢，用牛角勺取出多余的试样，再重复上述操作直到合乎要求为止。然后，取出表面皿，将试样直接转入接受器。

操作时应注意：

加样或取出牛角勺时，试样决不能失落在秤盘上。开启天平加样时，切忌抖入过多的试样，否则会使天平突然失去平衡。

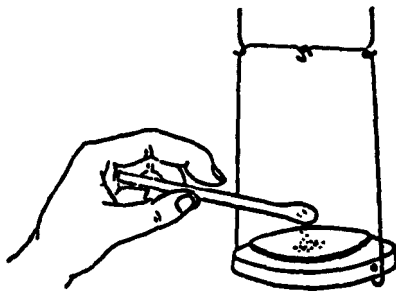


图 1-3

称好的试样必须定量地由表面皿直接转入接受器。若试样为可溶性盐类，沾在表面皿上的少量试样粉末可用蒸馏水吹洗入接受器。

(2) 递减(差减)称样法：称取试样的量是由两次称量之差求得的，一般称样都采用此法。

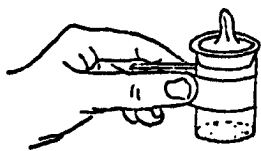


图 1-4

操作方法如下：用手拿住表面皿的边沿，连同放在上面的称量瓶一起从干燥器里取出。用小纸片夹住称量瓶盖柄，打开瓶盖，将稍多于需要量的试样用牛角勺加入称量瓶，盖上瓶盖。用清洁的纸条叠成约 1cm 宽的纸带套在称量瓶上，左手拿住纸带尾部。(见图 1-4)把称量瓶放在天平左盘的正中位置，选取适量的砝码放在右盘上使之平衡，称出称量瓶加试样的准确质量(准确到 0.1mg)记下砝码的数值。左手仍用原纸带将称量瓶从天平盘上取下，拿到接受器的上方，右手用纸片夹住瓶盖柄，打开瓶盖，但瓶盖也不离开接受器上方。将瓶身慢慢向下倾斜，这时原在瓶底的试样逐渐流向瓶口。接着，一面用瓶盖轻轻敲击瓶口内缘，一面转动称量瓶使试样缓缓倒入接受容器内，待加入的试样量接近需要量时(通常从体积上估计或试重得知)，一边继续用瓶盖轻敲瓶口，一边逐渐将瓶身竖直，使粘在瓶口附近的试样落入接受容器或落回称量瓶底部。然后盖好瓶盖，把称量瓶放回天平左盘，取出纸带，关好左边门，准确称其质量。两次称量读数之差即为倒入接受容器里的第一份试样质量。若称取三份试样，则连续称量四次即可。

操作时应注意：

若倒入的试样量不够时，可重复上述操作，如倒入的试样量大大超过所需量，则只能弃去重作。

盛有试样的称量瓶除放在表面皿和秤盘上或用纸带拿在手中外，不得放在其他地方，以免沾污。

套上或取出纸带时，不要碰着称量瓶口，纸带应放在清洁的地方。

粘在瓶口上的试样应尽量处理干净，以免粘到瓶盖上或丢失。

要在接受容器的上方打开瓶盖，以免可以粘附在瓶盖上的试样失落它处。

递减称样法比较简便、快速、准确，在分析化学实验中常用来称取待测样品和基准物，是最常用的一种称量法。倾样操作见图 1-5。

(3) 直接称样法：对某些在空气中没有吸湿性的试样或试剂，如金属、合金等，可以用直接称样法称样。即用牛角勺取试样，放在已知质量的清洁而干燥的表面皿或硫酸纸上，一次称取一定质量的试样，然后将试样全部转移到接受容器中。

放在空气中的试样通常都含有湿存水，其含量随试样的性质和条件而变化。因此，不论用上面哪种方法称取试样，在称量前均必须采用适当的干燥方法将其除去。

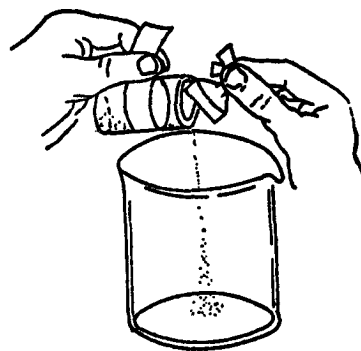


图 1-5 倾样操作

对于性质稳定不易吸湿的试样，可将试样薄薄地铺在表面皿或蒸发皿上，然后放入烘箱在指定温度下干燥一定时间，取出后放在干燥器里冷却，最后转移至磨口试剂瓶里备用。盛样试剂瓶通常存放在不装干燥剂的干燥器里。经过干燥处理的试样即可放入称量瓶，用递减法称量。称取单份试样也可使用表面皿。

对于易潮解的试样，可将试样直接放在称量瓶里干燥，干燥时应把瓶盖打开，干燥后把瓶盖松松地盖住，放入干燥器中，放在天平箱近旁冷却。称量前应把瓶盖稍微打开一下立即盖严，然后称量。需要特别指出的是，由于这类试样很容易吸收空气中的水分，故不宜采用递减称样法连续称量，一个称量瓶一次只能称取一份试样，并且，倒出试样时应尽量把瓶中的试样倒净，以免剩余试样再次吸湿而影响准确性。因此，要求最初加入称量瓶里的试样量，尽可能接近需要量。整个称量过程进行要快。如果需要称取两份试样，则应用两个称量瓶盛试样进行干燥。

这种“一个称量瓶一次只称取一份试样”的方法是在要求较高的情况下才采用。

对于含结晶水的试样，如果在除去湿存水的同时，结晶水也会失去的话，则不宜进行烘干。此时所得分析结果应以“湿样品”表示。受热易分解的试样也应如此。

三、分析天平的称量练习

(一) 仪器和试样

分析天平和砝码，台秤和砝码，小烧杯（25ml 或 50ml）2 只，称量瓶 1 只，试剂或试样（因初次称量宜采用不易吸潮的结晶状试剂或试样）

(二) 操作步骤

1. 准备 2 只洁净、干燥并编有号码的小烧杯，先在台秤上粗称其质量（准确到 0.1g），记在记录本上。然后进一步在分析天平上精确称量；准确到 0.1mg。（为什么？）

2. 取一只装有试样的称量瓶，粗称其质量，再在分析天平上精确称量，记下质量为 W_1 g。然后自天平中取出称量瓶，将试样慢慢倾入上面已称出质量的第一只小烧杯中。倾样时，由于初次称量缺乏经验，很难一次倾准，因此要试称，即第一次倾出少一些，粗称此量，根据此质量估计不足的量（为倾出量的几倍），继续倾出，然后再准确称量，设为 W_2 g，则 $(W_1 - W_2)$ 即为试样的质量。例如要求称量 0.2 ~ 0.4g 试样，若第一次倾出的量为 0.15g，（不必称准至小数点后第四位。为什么？）则第二次应倾出相当于或加倍于第一次倾出的量，其总量即在需要的范围内。第一份试样称好后，再倾第二份试样于第二只烧杯中，称出称量瓶加剩余试样的质量，设为 W_3 g，则 $(W_2 - W_3)$ 即为第二份试样的质量。

3. 分别称出两个“小烧杯 + 试样”的质量，记为 W_4 和 W_5 。

4. 结果的检验

(1) 检查 $W_1 - W_2$ 是否等于第 1 只小烧杯中增加的质量； $W_3 - W_4$ 是否等于第 2 个小烧杯中增加的质量；如不相等，求出差值，要求称量的绝对差值小于 0.5mg。

(2) 再检查倒入小烧杯中的两份试样的质量是否合乎要求（即在 0.2 ~ 0.4g 之间）

(3) 如不符合要求，分析原因并继续再称。

四、实验报告示例

实验一 分析天平的称量练习

- (一) 实验日期： 年 月 日
- (二) 方法摘要：用减量法称取试样 2 份，每份 0.2 ~ 0.4g。
- (三) 数据记录：

记 录 项 目	I	II
(称量瓶 + 试样)的质量 (倾出前)	W_1 17.6549g	W_3 17.3338g
(称量瓶 + 试样)的质量 (倾出后)	W_2 17.3338g	W_4 16.9823g
倾出试样的质量	0.3211g	0.3515g
(烧杯 + 试样)的质量	W_4 28.5730g	W_5 27.7175g
空烧杯的质量	28.2516g	27.3658g
倾出试样的质量	0.3214g	0.3517g
绝对差值	0.0003g	0.0002g

(四) 讨论

讨论的内容可以是实验中发现的问题，情况记要，误差分析，经验教训，心得体会；也可以对教师或实验室提出意见和建议等。

五、思考题

1. 如何表示分析天平的灵敏度？灵敏度太低或太高有什么不好？
2. 为什么天平梁没有托住以前，绝对不许把任何东西放入盘或从盘上取下？
3. 减量法称样是怎样进行的？宜在何种情况下采用？
4. 在称量中如何运用优选法较快地确定出物体的质量？
5. 在称量的记录和计算中，如何正确运用有效数字？

实验二 葡萄糖干燥失重的测定

一、目的要求

1. 通过本实验进一步巩固分析天平的称量操作。
2. 掌握干燥失重的测定方法。
3. 明确恒重的意义。

二、基本原理

应用挥发重量法，将试样加热，使其中水分及挥发性物质逸去后，根据试样所减失的重量计算干燥失重。

三、仪器和试剂

1. 扁称量瓶 (见图 2-1)
2. 分析天平
3. 干燥器 (见图 3-14)
4. 葡萄糖试样

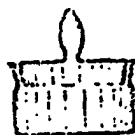


图 2-1 扁称量瓶

四、操作步骤

1. 称量瓶的干燥恒重 将洗净的称量瓶置恒温干燥箱中 打开瓶盖 放于称瓶旁 于 105℃ 进行干燥 取出称瓶 加盖 置于干燥器中冷却 约 30min 至室温 精密称定重量至恒重。

2. 试样干燥失重的测定：取混合均匀的试样 1g 若试样结晶较大 应先迅速捣碎使成 2mm 以下的颗粒) 平铺在已恒重的称量瓶中 厚度不可超过 5mm, 加盖, 精密称定重量。置于燥箱中 开瓶盖 逐渐升温 并于 105 干燥, 直至恒重。根据减失的重量即可计算试样的干燥失重。

$$\text{葡萄糖干燥失重 \%} = \frac{(\text{试样} + \text{称瓶重}) - (\text{干燥后试样} + \text{称瓶重})}{\text{试样重}} \times 100\%$$

五、注意事项

1. 试样在干燥器中冷却时间每次应相同。
2. 称量应迅速, 以免干燥的试样或器皿在空气中露置久后吸潮而不易达恒重。
3. 葡萄糖受热温度较高时可能融化于吸湿水及结晶水中, 因此测定本品干燥失重时, 宜先于较低温度 (60 左右 干燥一段时间 使大部分水分挥发后再在 105 下干燥至恒重。

六、思考题

1. 什么叫干燥失重? 加热干燥适宜于哪些药物的测定?
2. 什么叫恒重? 影响恒重的因素有哪些? 恒重时, 几次称量数据哪一次为实重?

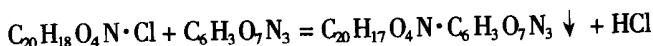
实验三 盐酸黄连素的含量测定

一、目的要求

1. 了解重量法晶形沉淀的条件。
2. 掌握沉淀重量法的基本操作。

二、基本原理

盐酸黄连素为季胺型小檗碱的盐酸盐 ($M_{C_{20}H_{18}O_4N \cdot Cl \cdot 2H_2O} = 407.58g/mol$) 它在冷水中微溶, 在热水中易溶。在酸性条件下, 以三硝基苯酚为沉淀剂, 可形成苦味酸小檗碱沉淀 ($M_{C_{20}H_{17}O_4N \cdot C_6H_3O_7N_3} = 564.56g/mol$)。



经过滤、洗涤、干燥后测定其重量 即可计算 $C_{20}H_{18}O_4N \cdot Cl$ 的含量。

三、试剂

1. 0.1mol/L 盐酸溶液 取盐酸约 9ml 加水适量使成 1000ml 摇匀。
2. 三硝基苯酚试液：三硝基苯酚的饱和水溶液。
3. 三硝基苯酚黄连素饱和溶液：制备纯净的三硝基苯酚黄连素沉淀, 用蒸馏水制备饱和溶液。

四、操作步骤

取本品约 0.2g 精密称定 置 250ml 烧杯中, 加热蒸馏水 100ml 使溶解 加 0.1mol/L 盐

酸溶液 10ml 立即缓缓加入三硝基苯酚饱和溶液 30ml 置水浴上加热 15min 静置 2 小时以上 用已于 100℃ 干燥至恒重的 4 号垂熔玻璃漏斗过滤, 沉淀用三硝基苯酚黄连素的饱和水溶液洗涤 继后用水洗涤三次 每次 15ml, 于 100℃ 干燥至恒重, 精密称定。

$$C_{20}H_{18}O_4N \cdot Cl\% = \frac{m \times 0.6587}{S} \times 100\%$$

式中: m——称量形式质量 (g)

S——试样重 (g)

0.6587——换算因素

五、思考题

1. 根据什么决定试样应称取的克数? 是否需要正好 0.2g?
2. 0.1mol/L HCl 溶液的作用是什么?
3. 为什么要在热溶液中缓缓加入沉淀剂?
4. 如何检查沉淀作用完全否?
5. 用什么洗涤方法的洗涤效果好?
6. 干燥后为何在干燥器中冷至室温? 冷却时间过长或过短有何缺点?
7. 0.6587 是如何计算得来的。

附重量分析基本操作

1. 沉淀

(1) 沉淀的条件: 样品溶液的浓度 pH 值、沉淀剂的浓度和用量、沉淀剂加入的速度、各种试剂加入的次序、沉淀时溶液的温度等条件要按实验操作步骤严格控制。

(2) 加沉淀剂: 将试样于烧杯中溶解并稀释成一定浓度, 加试剂应沿烧杯内壁或沿玻璃棒加入, 小心操作勿使溶液溅出损失。若需要缓缓加入沉淀剂时, 可用滴管逐滴加入并搅拌。搅拌时勿使玻璃棒碰击烧杯壁或触击烧杯底以防碰破烧杯。若需在热溶液中进行沉淀, 最好在水浴上加热, 用煤气灯加热时要控制温度, 防止溶液暴沸, 以免溶液溅失。

(3) 陈化: 沉淀完毕, 进行陈化时, 将烧杯用表面皿盖好, 防止灰尘落入, 放置过夜或在石棉网上加热近沸 30min 至 1h。

(4) 检查沉淀是否完全 沉淀完毕或陈化完毕后 沿烧杯内壁加入少量沉淀剂 若上层清液出现混浊或沉淀 说明沉淀不完全 可补加适量沉淀剂使沉淀完全。

2. 过滤

(1) 滤纸和漏斗的选择 要用定量滤纸 或无灰滤纸 (灰分在 0.1mg 以下或重量已知) 过滤。滤纸的大小和致密程度由沉淀量和沉淀的性质决定。定量滤纸有快速、中速、慢速三类, 直径有 7cm, 9cm 和 11cm 三种。微晶形沉淀多用 7cm 致密滤纸过滤, 蓬松的胶状沉淀要用较大的疏松的滤纸过滤。

根据滤纸的大小选择合适的漏斗, 放入的滤纸应比漏斗沿低约 1cm, 不可高出漏斗。需要进行灼烧的无机化合物沉淀, 要

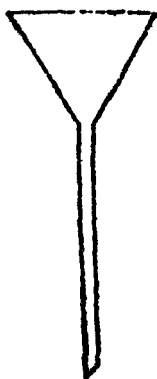


图 3-1 长颈玻璃漏斗

用长颈玻璃漏斗(图 3-1)过滤 对于不需灼烧的有机化合物沉淀,要用微孔玻璃漏斗或微孔玻璃坩埚减压过滤(图 3-2 图 3-3,图 3-4)。



图 3-2 微孔玻璃漏斗



图 3-3 微孔玻璃坩埚

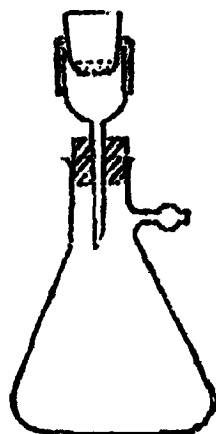


图 3-4 抽滤装置

(2) 滤纸的折迭(图 3-5,图 3-6) 先将滤纸沿直径方向对折成半圆,再根据漏斗角度的大小折迭;若漏斗顶角恰为 60° ,滤纸折成 90° ,展开即成圆锥状其顶角亦成 60° ,放入漏斗中,滤纸恰好贴紧漏斗内壁,无空隙,也不会使滤纸出现皱折。若漏斗角不是 60° ,则第二次使滤纸三层部分紧贴漏斗内壁,可将滤纸外层的上角撕下,并留做擦拭沉淀用。

(3) 滤纸的安放:将折迭好的滤纸放在洁净的尽可能干燥的漏斗中,用手指按住滤纸,加蒸馏水至满,必要时用手指小心轻压滤纸,把留在滤纸与漏斗壁之间的气泡赶出,使滤纸紧贴漏斗并使水充满漏斗颈形成水柱,以增快滤过速度。

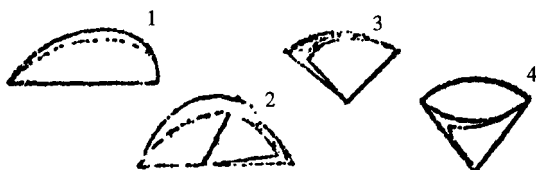


图 3-5 滤纸的折迭方式示意

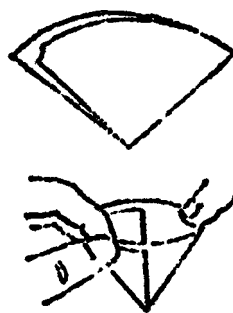


图 3-6 滤纸折迭及安放

(4) 过滤:将漏斗置漏斗架上,接受滤液的洁净烧杯放在漏斗下面,使漏斗颈下端在烧杯沿以下 $3\sim 4\text{cm}$ 处,并与烧杯内壁靠紧。

一般多采用“倾注法”过滤 即待沉淀降于烧杯底部 将上层清液小心倾入漏斗滤纸中,使清液先通过滤纸,尽可能不搅动沉淀,其操作如图 3-7。

一手拿住玻璃棒,使与滤纸近于垂直,玻璃棒位于三层滤纸上方,但不要和滤纸接触。

另一只手拿住盛沉淀的烧杯，烧杯嘴靠住玻璃棒，慢慢将烧杯倾斜，使上层清液沿着玻璃棒流入滤纸中，随着滤液的流注，漏斗中液体的体积增加，至滤液达到滤纸高度的三分之二处，停止倾注，切勿注满滤纸。停止倾注时，可沿玻璃棒将烧杯嘴往上提一小段，扶正烧杯，在未扶正烧杯以前不可将烧杯嘴离开玻璃棒，并注意不让沾在玻璃棒上的液滴或沉淀损失，把玻璃棒放回烧杯内，但勿使玻璃棒靠在烧杯嘴部。

3. 沉淀的洗涤及沉淀的转移

洗涤沉淀一般也采用倾注法。将少量洗涤液注入盛沉淀的烧杯中，充分搅拌洗涤后静置（图 3-8），待沉淀下沉后，倾注上层清液，如此洗涤数次后再将沉淀转移到滤纸上，进行洗涤。

为了提高洗涤效率，可采用‘少量多次’的方法洗涤，即每次用少量洗涤液，以淹没沉淀为度，多洗几次，可得到良好的洗涤效果，同样量的洗涤液分多次洗涤比分少次洗涤效

果高。这种方法称为‘少量多次’洗涤原则。

经过几次倾注洗涤后，进行沉淀的定量转移，即将沉淀全部转移到滤纸上，进行最后的洗涤。

在烧杯中加入少量洗涤液，其量应不超过滤纸体积的 $\frac{2}{3}$ ，用玻璃棒将沉淀充分搅起，立即将沉淀混悬液一次倾入滤纸中，这一转移操作最易引起沉淀损失，要十分小心。然后用洗瓶吹洗烧杯内壁，冲下玻璃棒和烧杯壁上的沉淀，再充分搅起沉淀进行倾注转移，经数次操作可将沉淀全部转移到滤纸上。但玻璃棒和烧杯内壁可

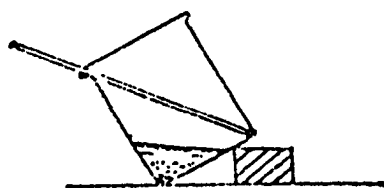


图 3-8 静置沉淀

能仍附着少量沉淀，为使沉淀转移干净，可用撕下的滤纸角（或沉淀帚，图 3-9）擦拭玻璃棒后，将滤纸角放入烧杯中，用玻璃棒推动滤纸角使附着在烧杯内壁的沉淀松动，把滤纸角放入漏斗中，如图 3-10 所示方法将沉淀转移到滤纸中。用左手拿住烧杯，玻璃棒横放在烧杯上，使玻璃棒下端靠在烧杯嘴的凹部略伸出一些，以食指按住玻璃棒，烧杯嘴向着漏斗倾斜，玻璃棒下端指向滤纸三层部分，右手持洗瓶（无洗瓶可用滴管），用吹出的液流冲洗烧杯内壁，这时烧杯内残存的沉淀便随液流沿玻璃棒流入滤纸中，注意不要使洗涤液过多，以防超过滤纸高度，造成沉淀的损失。



图 3-9 沉淀帚

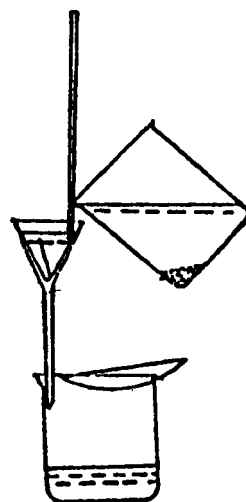


图 3-7 倾注法过滤

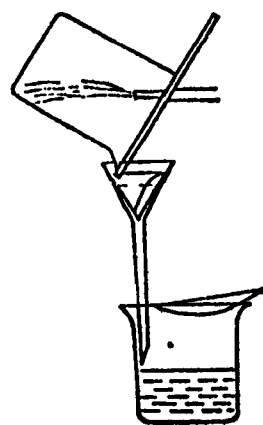


图 3-10 沉淀转移操作

沉淀全部转入漏斗后，在滤纸上进行最后洗涤，以除尽全部杂质（图 3-11）。用洗瓶吹出的液流冲洗沉淀。并使沉淀集中于滤纸锥体最下部，再吹入洗涤液，每次都要沥尽方可吹入第二次洗涤液，这样经过多次洗涤（一般 10 次左右），直至检查无杂质为止。

4. 沉淀的干燥与灼烧

(1) 坩埚的准备；将坩埚洗净拭干后用架盘天平称粗重。坩埚可用高温炉或煤气灯灼烧至恒重。但灼烧空坩埚的条件应与灼烧沉淀的条件一致。

用煤气灯灼烧时，将坩埚放在泥三角上（图 3-12），用氧化焰加热。先用小火预热坩埚，再加大火焰灼烧，一般

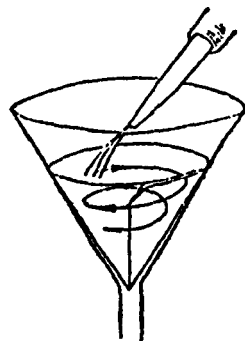


图 3-11 在滤纸上洗涤沉淀

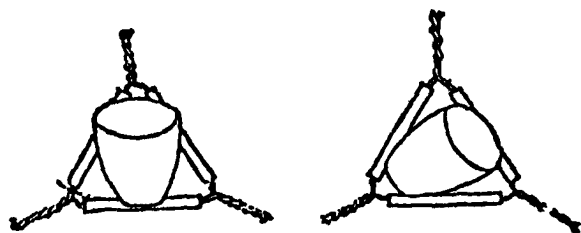


图 3-12 坩埚在泥三角上的位置



图 3-13 坩埚钳的放置

从红热开始约经 30min 撤火，待红热退去后 1~2min 用坩埚钳将在火焰上微热的坩埚夹住，放在干燥器中，移天平室冷却至室温称量。坩埚钳嘴要保持洁净，用后将弯嘴向上放在台面上（图 3-13）嘴不可向下放。

将热坩埚放入干燥器中，要用手握住干燥器盖，不时地将盖微微推开，以放出热空气，然后再盖好干燥器。

坩埚冷却一定时间后进行称量。可先放好预称粗重的砝码于天平盘上，慢慢推开干燥器盖，用坩埚钳夹取坩埚，放于天平盘上称量，记录所称坩埚的重量。再按同法加热灼烧，放置，称量。

若两次称量之差不超过规定值（一般 $\pm 0.3\text{mg}$ ）为恒重，以轻者为恒重坩埚的重量。

(2) 干燥器的使用：干燥器是一种保持物品干燥的玻璃器皿（图 3-14），内盛干燥剂，使物品不受外界水分的影响，常用于放置坩埚或称量瓶等。干燥器内有一带孔的白瓷板，瓷板下面放干燥剂，但不要放得太多，否则会沾污放在瓷板上的物品。

干燥器盖边的磨砂部分应涂上一层薄薄的凡士林，这样可以使盖子密合而不漏气。由于涂有凡士林，开启干燥器时，应同时用拇指按住其盖，以防滑落而打碎。

干燥剂的种类很多，有无水氯化钙、变色硅胶、无色硅胶、无水硫酸钙、高氯酸镁等。浓硫酸湿润的浮石也是较好的干燥剂。各种干燥剂都具有一定的蒸气压，因此在干燥器内并非绝对干燥，只是湿度较低而已。

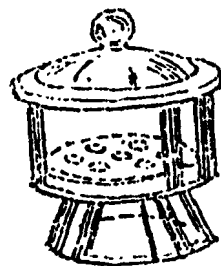


图 3-14 干燥器