

第四章 化学实验基本操作

4.1 实验室用水的规格、制备及检验方法

4.1.1 实验用水规格及技术指标

分析化学实验用水是分析实验质量控制的一个因素，关系空白值、分析方法的检出限，尤其是微量分析对水质有更高的要求。分析者对用水级别、规格应当了解，以便正确选用。分析化学实验对水的质量要求较高，既不能直接使用自来水或其他天然水，也不应一律使用高纯水，而应根据所做实验对水质的要求选用适当规格的纯水，并对特殊要求的水质进行适当的处理后才可使用。一般情况下，分析实验室最常见的是蒸馏水。在蒸馏水中，电解质几乎完全除尽，同时，不溶解胶体物质、有机物、细菌、 SiO_2 等也降低到最低程度。

我国已颁布了分析实验用水规格和试验方法的国家标准，该标准参照了广泛使用的国际标准。国家标准中规定了分析实验用水的级别、技术指标、制备方法及检验方法。

表 4-1 各类方法制备纯水杂质含量 $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$

杂质元素	自来水	二次蒸馏水	混床离子交换水	石英亚沸蒸馏水
Ag	<1	1.0	0.01	0.002
Ca	>10,000	50.0	1.0	0.08
Cd	-	-	<1.0	0.005
Cr	40	-	<0.1	-
Cu	30	5.0	0.2	0.02
Fe	200	0.1	0.2	0.01
Mg	8,000	8.0	0.3	0.05
Na	10,000	1.0	1.0	0.09
Ni	<10	1.0	<0.1	0.06
Pb	<10	5.0	0.1	0.003
Sn	<10	5.0	<0.1	0.02
Ti	10	-	<0.1	0.01
Zn	100	10.0	<0.1	0.04

表 4-2 分析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
可氧化物质 (以 (O) 计) / $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	-	< 0.08	< 0.4
蒸发残渣 (105℃ $\pm$ 2℃) / $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	-	≤ 1.0	≤ 2.0
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
---	--------	--------

—*:表示在此条件下，无法检测。

表 4-2 中所列的技术指标可满足一般分析实验的要求。实际工作中，若有的实验对水还有特殊的要求，则还要检验有关的项目。

电导率是纯水质量的综合指标。一级和二级水的电导率必须“在线”(即将测量电极安装在制水设备的出水管道内)测量。纯水在贮存和与空气接触过程中，由于容器材料中可溶解成分的引入和吸收空气中的 CO_2 等杂质，都会引起电导率的改变。水越纯，其影响越显著，一级水必须临用前制备，不宜存放。在实践中人们往往习惯于用电阻率衡量水的纯度，若以电阻率来表示，则上述一、二、三级水的电阻率应分别等于或大于 $10\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 、 $1\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 、 $0.2\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 。

可见纯水并不是不含杂质，只是其所含杂质质量极微小而已。随着制备纯水的方法不同及所用材料不同，其所含杂质的种类和含量也不同。采用铜蒸馏器制得的水，显然含微量的 Cu^{2+} 离子；用玻璃蒸馏器制得的水，则含微量的 Na^+ 、 SiO_3^{2-} 离子等；离子交换法或电渗析法制备的水，常含有少量微生物和某些有机物等。

4.1.2 纯水的制备

(1) 一级水制备

可用二级水经过石英设备蒸馏或离子交换混合床处理后，再经 $0.2\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤来制取。一级水主要用于有严格要求的分析实验，包括对微粒有要求的实验，如高效液相色谱分析用水。

(2) 二级水制备

可用离子交换或多次蒸馏等方法制取。二级水主要用于无机痕量分析实验，如原子吸收光谱分析、电化学分析实验等。

(3) 三级水制备

可用蒸馏、去离子(离子交换及电渗析法)或反渗透等方法制取。三级水用于一般化学分析实验。

制备分析实验室用水的原水应当是饮用水或其他适当纯度的水。

三级水是最普遍使用的纯水，一是直接用于某些实验，二是用于制备二级水乃至一级水。

(4) 蒸馏水制备

由蒸馏法制得的水称蒸馏水。蒸馏水较纯净，适用于一般分析工作。因蒸馏器的材料不同，蒸馏水所带杂质亦不同。蒸馏法只能除去水中非挥发性的杂质。

蒸馏法设备成本低、操作简单，但能耗高、产率低，且只能除掉水中非挥发性杂质。

(5) 去离子水(又称离子交换水)制备

用离子交换树脂处理自来水所获得的水称为去离子水。用此法制备纯水的优点是：操作简便、设备简单、出水量大、成本低。在一般情况下可代替蒸馏水。离子交换处理能除去水中绝大部分盐类、碱和游离酸，但不能除去有机物和非电解质，而且尚有微量树脂溶在水中。要获得既无电解质又无微生物等杂质的纯水，还需要将离子交换水再蒸馏一次。为了消除非电解质的杂质和提高实验室中离子交换树脂的利用率，应以普通蒸馏水代替自来水进行离子交换处理。

(6) 电渗析水制备

电渗析水是在外电场的作用下，利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而使溶质和溶剂分离，从而得到的净化水。此方法除去杂质的效率较低，适用于要求不很高的分

析工作。

与离子交换法相似，电渗析法也不能除掉非离子型杂质，但电渗析器的使用周期比离子交换柱长，再生处理比离子交换柱简单。好的电渗析器所制备的纯水其电阻率可达 $0.2 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm} \sim 0.3 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 。相当于三级水的质量水平。

分析实验中所用纯水来之不易，也较难于存放。要根据不同的情况选用适当级别的纯水。在保证实验要求的前提下，注意节约用水。

在定量化学分析实验中，主要使用三级水，有时需将三级水加热煮沸后使用，特殊情况下也使用二级水。仪器分析实验中主要使用二级水，有的实验还需使用一级水。

注意：本书中各实验（定量化学分析实验）用水除另有注明外，均使用三级水（一次水），仪器分析实验用二级水（二次水）。

4.1.3 纯水的检验方法

通常用水的电阻率或电导率来间接表示水的级别标准。

纯水质量的检验有物理方法和化学方法两类，现仅结合一般分析实验室的要求简略介绍如下：

(1) 电阻率

水的电阻率越高，表示水中的离子越少，水的纯度越高。25℃时，电阻率为 $10 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 的水称为纯水；电阻率大于 $10 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 的水称为高纯水。高纯水应贮存在石英或聚乙烯塑料容器中。

(2) pH 值

用酸度计测定与大气相平衡的纯水的 pH 值，一般应为 6.6 左右。可采用简易化学方法鉴定。取两支试管，在其中各加水 10 mL，于甲试管中滴加 0.2% 甲基红(变色范围 $\text{pH}=4.4 \sim 6.2$) 2 滴，不得显红色；于乙试管中加 0.2% 溴百里酚蓝 (变色范围 $\text{pH}=7.6 \sim 9.6$) 溶液 5 滴，不得显蓝色。

(3) 硅酸盐

取 30 mL 水于一小烧杯中，加入(1:3)硝酸 5 mL、5% 钼酸铵溶液 5 mL，室温下放置 5 min 后，加入 10% 亚硫酸钠溶液 5 mL，观察是否出现蓝色。如呈现蓝色，则硅酸盐超标。

(4) 氯化物

取 20 mL 水于试管中，加 1 滴 1:3 HNO_3 酸化，加入 $0.1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ AgCl 溶液 1~2 滴，如有白色乳状沉淀，则氯化物超标。

(5) Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等金属离子

(a) Cu^{2+} 离子

取 10 mL 水于试管中，加入 1 滴 1:1 HCl ，摇匀，加入 1~2 mL 0.001% 双硫腙及 1~2 mL CCl_4 ， CCl_4 液层中不显浅蓝色或紫色。

(b) Pb^{2+} 离子

10% 柠檬酸，1 mL 10% KCN 溶液，再加入 1 mL 0.001% 双硫腙及 2 mL CCl_4 ， CCl_4 液层中不显粉红色。

(c) Zn^{2+} 离子

取 10 mL 水于试管中，加 5 mL HAc-NaAc 缓冲溶液，加入 0.5 mL 10% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液，摇匀后加入 1 mL 0.001% 双硫腙溶液，不显蓝紫色。

以上 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 的检出限量为 0.1 ppm。

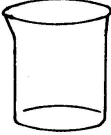
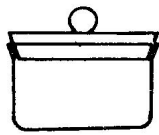
洗涤时用蒸馏水应注意节约，采用少量多次的原则，可使用较少的蒸馏水，达到较好的洗涤效果。

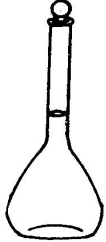
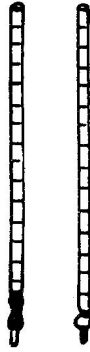
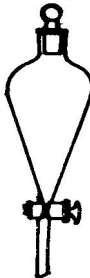
另一种简易检验金属离子的方法为：取 25 mL 水于小烧杯中，加入 1 滴 0.2% 铬黑 T 指示剂，5 mL pH=10 的氨性缓冲溶液，如呈蓝色，说明 Fe^{3+} 、 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等金属阳离子含量甚微，水合格；如呈紫红色，则水不合格。

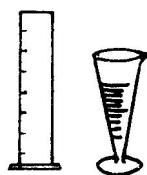
4.2 常用玻璃器皿的洗涤和干燥

4.2.1 定量分析实验常用器皿介绍

表 4-3 定量分析实验常用器皿介绍

名 称	规格表示方法	一般用途及性能	使用注意事项
 烧 杯	1. 玻璃品质：硬质或软质。 2. 容积 (mL)。	反应容器，可以容纳较多的反应物。	1. 硬质烧杯可以加热至高温，但软质烧杯要注意勿使温度变化过于剧烈。 2. 加热时放在石棉网上，不应直接加热。
 烧 瓶	1. 玻璃品质：圆底和平底。 2. 容积 (mL)。	反应容器，在需要长时间加热时用。	加热时放在石棉网上，不能直接用火加热，应避免骤热骤冷。
 锥 形 瓶	1. 玻璃品质：硬质或软质。 2. 容积 (mL)。	反应容器，摇荡方便，口径较小，因而能减少反应物的蒸发损失。	同烧杯。
 称 量 瓶	1. 玻璃品质。 2. 上口有磨口塞。 3. 分高形和扁形两种。	1. 精确称量试样和基准物。 2. 质量小，可直接在天平上称量。	称量瓶盖要密合。
	1. 玻璃品质。 2. 在一定温度时以刻度的容积 (mL) 表示。	吸取一定量准确体积的液体时用。	1. 不能加热或烘干。 2. 将吸取的液体放出时，管尖端剩余的液体不得吹出，如刻有“吹”字的要把剩余部分吹出。

移液管		1. 玻璃品质。 2. 规格：一定温度下的容积 (mL)。例 20℃ 1000mL。	配制标准溶液。	1. 不能盛热溶液或加热或烘烤。 2. 磨口塞必须密合并且要避免打碎，遗失和互相搞混。
容量瓶		1. 玻璃品质。 2. 所容的最大容积 (mL) 表示。 3. 分酸式 (玻璃活塞) 或碱式 (橡皮管)，酸式有无色和棕色两种。		
碱式滴定管		1. 玻璃品质。 2. 口径 (cm) 表示。(如直径 9cm)。	1. 滴定时用。 2. 用以取得准确体积的液体时用。	1. 小心酸式滴定管的玻璃活塞，避免打碎，遗失或相互搞混。 2. 用滴定管时要洗净，液体下流时，管壁不得有水珠悬挂，滴定管的活塞下部也要充满液体，全管不得留有气泡。
酸式滴定管		1. 玻璃品质。 2. 口径 (cm) 表示。(如直径 9cm)。	1. 用作烧杯等容器的盖子。 2. 用来进行点滴反应。 3. 观察小晶体及结晶过程。	1. 不能加热。 2. 用作烧杯盖子时，表面皿的直径应比烧杯直径略大些。
表面皿		1. 玻璃品质。 2. 以口径 (cm) 表示。 3. 分长颈与短颈两种。	1. 过滤用。 2. 引导液体或粉末状固体入小口容器中时用。	1. 不能用火直接加热。 2. 用时放在漏斗架上，漏斗颈尖端必须紧靠盛接液的容器壁。
漏斗		1. 玻璃品质。 2. 容积 (mL)。 3. 分长颈与短颈两种。 4. 形状有球形，梨形，管形等。	1. 连续加料。 2. 分离两互不相溶的液体。 3. 萃取实验。	1. 不能盛热溶液。 2. 磨口活塞必须密合，并要避免打碎，丢失或互相搞混。 3. 萃取时，震荡初期应放气数次，以免漏斗内压力过大。
分液漏斗				



量筒 量杯

- | | | |
|------------------------|-----------|--------------|
| 1. 玻璃品质。 | 量度液体的体积。 | 1. 不能用作反应容器。 |
| 2. 以所能量度的最大容积 (mL) 表示。 | (不是十分准确的) | 2. 不能加热或烘烤。 |

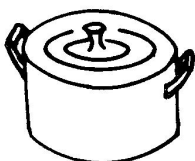


坩 埚

- | | | |
|------------------------------|-------------|----------------------------|
| 1. 瓷质、铁、银、镍、铂、刚玉、石英。 | 灼烧固体时，能耐高温。 | 1. 灼烧时放在泥三角上，直接用火加热。 |
| 2. 规格：以容积 (mL) 表示，常用者为 30mL。 | | 烧热的坩埚避免骤冷或溅水。 |
| 铁质或铜合金，表面常镀镍、铬。 | 夹取坩埚或坩埚盖。 | 3. 烧热时只能用坩埚钳夹取，不能放在桌面上。 |
| | | 夹取热坩埚时，应先将夹子尖端预热，免得坩埚骤冷破裂。 |



坩 埚 钳



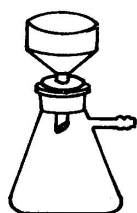
水 浴 锅

- | | | |
|----------------|------------------|----------------------|
| 1. 铜质或铝质。 | 用于间接加热，也可用于控温实验。 | 1. 防止锅内水分蒸干。 |
| 2. 口径 (cm) 表示。 | | 2. 加热时水量不宜太多，以防沸腾溢出。 |



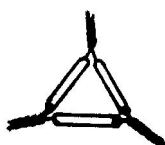
玻璃砂心坩埚

- | | | |
|-------------------|---------------------|----------------------------|
| 1. 玻璃品质。 | 用于过滤定量分析中只需低温干燥的沉淀。 | 1. 只能在低温下干燥和烘烤最高不得超过 500℃。 |
| 2. 以滤板直径 (cm) 表示。 | | 2. 避免碱液和氢氟酸腐蚀，不宜浆状沉淀过滤。 |
| 3. 滤板号。 | | 3. 常与吸滤瓶配合使用。 |



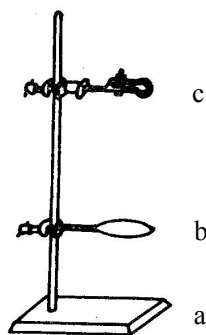
布氏漏斗和吸滤瓶

- | | | |
|--------------------------|------------|--------------------|
| 1. 布氏漏斗：瓷质，以直径 (cm) 表示。 | 吸滤较大量固体时用。 | 1. 过滤前，先抽气，再倾注溶液。 |
| 2. 吸滤瓶：玻璃品质，以容积 (mL) 表示。 | | 2. 过滤洗涤完后，先由安全瓶放气。 |



泥 三 角

- | | | |
|---------------------|-----------------|--|
| 1. 泥质。 | 坩埚或小蒸发皿加热时的承受器。 | 1. 避免猛烈敲击使泥质脱落。 |
| 2. 以泥三角每边长 (cm) 表示。 | | 2. 选择泥三角时，要使搁在其上的坩埚所露出的上部不超过本身高度的三分之一。 |
| | | 3. 灼热的泥三角不要滴 |



铁台 (a)，铁圈 (b)，和铁夹 (c)

铁质。

- a. 铁台以高度 (cm) 表示。
- b. 铁圈或铁环 (以直径 (cm) 表示)。
- c. 铁夹 (自由夹以大小表示)。

固定反应器用，铁圈也可用作泥三角的承架。

上冷水。

1. 不能用铁台，铁圈，铁夹等敲打其他硬物，以免打断。
2. 用铁夹固定反应容器时不能夹得太紧，以免夹破仪器。

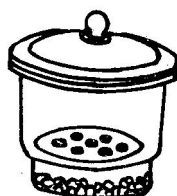


蒸发皿

1. 瓷质。
2. 以口径大小 (cm) 或容积 (mL) 表示。
3. 分有柄和无柄。

蒸发液体时用。

1. 热的蒸发皿应避免骤冷骤热或溅水。
2. 可以直接加热。



保干器
(干燥器)

1. 厚玻璃制。
2. 以口径 (cm) 表示。
3. 尚有真空干燥器可抽气减压。

1. 定量分析时用。
2. 盛需保持干燥的仪器物品。

1. 干燥剂不要放得太满。
2. 保干器的身与盖间应均匀涂抹一层凡士林。
3. 灼烧过的物品放入保干器前温度不能过高。
4. 打开盖时应将盖向旁边推开，搬动时应用手指按住盖，避免滑落而打碎。
5. 干燥器内的干燥剂要按时更换。

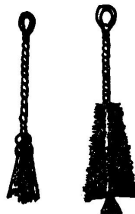


研钵

1. 有瓷质厚玻璃和玛瑙。
2. 以口径 (cm) 表示。

研磨细料。

只能研磨不要敲打。

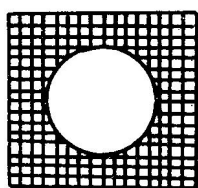


毛刷

1. 柄为铁质。
2. 以大小表示。

洗刷一般玻璃仪器时用。

1. 洗刷玻璃器皿，应小心勿使刷子顶部的铁丝撞穿器皿底部。
2. 刷子不应与酸特别是洗液接触。

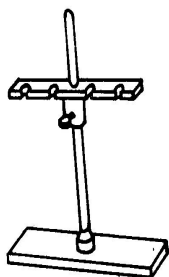


石棉网

1. 铁线，石棉。
2. 面积大小。

加热玻璃容器时垫在玻璃容器底部，使加热均匀。

1. 不能随意仍丢，以免损坏石棉。
2. 不能浸水弄湿。



漏斗架

- | | | |
|--------------------|---------|-------------|
| 1. 木制。 | 过滤时承接漏斗 | 固定漏斗板时，不要把它 |
| 2. 有螺丝可固定于铁架或木架子上。 | 用。 | 倒放。 |



洗瓶

- | | | |
|-------------------------|---------------|--------------|
| 1. 塑料和玻璃两种。 | 用蒸馏水洗涤沉淀和容器用。 | 1. 不能装自来水。 |
| 2. 规格：用容积(mL)表示，如500mL。 | | 2. 塑料洗瓶不能加热。 |



碘瓶

- | | | |
|---------------|--------|--------------------------------|
| 1. 玻璃品质。 | 用于碘量法。 | 1. 塞子及瓶口边缘磨口勿擦伤，以免产生漏隙。 |
| 2. 以容积(mL)表示。 | | 2. 滴定时打开塞子，用蒸馏水将瓶口及塞子上的碘液洗入瓶内。 |

4.2.2 容器的洗涤

1. 容器的洗涤方法

分析化学实验室经常使用玻璃容器和瓷器，用不干净的容器进行实验时，往往由于污物和杂质的存在而得不到准确的结果，所以容器应该保证干净。

洗涤容器的方法很多，应根据实验的要求、污物的性质和沾污的程度加以选择。

一般来说，附着在仪器上的污物有尘土和其他不溶性物质、可溶性物质、有机物质及油污等。针对这些情况，可采用下列方法：

- (1) 用水刷洗：用自来水和毛刷刷洗容器上附着的尘土和水溶物。
- (2) 用去污粉（或洗涤剂）和毛刷刷洗容器上附着的油污和有机物质。若仍洗不干净，可用热碱液洗。容量仪器不能用去污粉和毛刷刷洗，以免磨损器壁，使体积发生变化。
- (3) 用还原剂洗去氧化剂如二氧化锰。
- (4) 进行定量分析实验时，即使少量杂质也会影响实验的准确性。这时可用洗液清洗容量仪器。洗液是重铬酸钾在浓硫酸中的饱和溶液。（5g 粗重铬酸钾溶于 10 mL 热水中，稍冷，在搅拌下慢慢加入 100 mL 浓硫酸中就得到铬酸洗液，简称洗液）。

实验中常用的烧杯、锥形瓶、试管、表面皿、试剂瓶等一般的玻璃仪器，先用自来水冲洗，再用去污粉或肥皂水刷洗，接着用自来水冲洗。若未洗净，可根据污垢的性质选用适当的洗液洗涤，再用自来水冲洗干净。最后用蒸馏水润洗 2~3 次。

带刻度的容器如容量瓶、吸量管、滴定管等，为了保证容积的准确性，不宜用毛刷刷洗；光度法中的比色皿是用光学玻璃制成的，也不能用毛刷刷洗。它们均应视其污垢性质选用适

当的洗液(如稀硝酸)洗涤，用自来水冲洗干净后，最后用蒸馏水润洗 2~3 次。

已洗净的容器壁上，不应附着不溶物或油污。这样的器壁可以被水完全润湿。检查是否洗净时，将容器倒转过来，水即顺着器壁流下，器壁上只留下一层既薄又均匀的水膜，而不应有水珠。

注意，用布或纸擦拭已洗净的容器非但不能使容器变得干净，反而会将纤维留在器壁上，沾污了容器。

洗涤时用蒸馏水应注意节约，采用少量多次的原则，可使用较少的蒸馏水，达到较好的洗涤效果。既节约，又提高了效率。

2. 常用洗涤剂

(1) 铬酸洗液

铬酸洗液是含有饱和 $K_2Cr_2O_7$ 的浓硫酸溶液。铬酸洗液具有强氧化性和强酸性，适于洗涤无机物和部分有机物。洗液具有很强的去污能力，洗涤时往容器内加入洗液，其用量为容器总容积的 1/3，然后将容器倾斜，慢慢转动容器，使容器的内壁全部为洗液润湿，然后将洗液倒入原来瓶内，再用水将洗液洗去。如果用洗液将容器浸泡一段时间或者将其加热 ($70\sim 80^\circ C$) 后，使用效果最好，但要注意温度过高容易造成玻璃量器等由软质玻璃材料制造的器皿发生破裂。使用铬酸洗液时应注意以下几点：

- ① 使用洗液前最好先用水或去污粉将容器洗一下。
 - ② 使用时要尽量避免将水引入洗液，故使用洗液前应尽量把容器内的水去掉(稀释后会降低洗涤效果)，以免将洗液稀释。
 - ③ 洗液用后应倒入原瓶内，可重复使用。过度稀释的洗液可在通风柜中加热蒸掉大部分水后继续使用。
 - ④ 不要用洗液去洗涤具有还原性的污物(如某些有机物)，这些物质能把洗液中的重铬酸钾还原为硫酸铬(洗液的颜色则由原来的深棕色变为绿色)。已变为绿色的洗液不能继续使用。
 - ⑤ 洗液具有很强的腐蚀性，会灼伤皮肤和破坏衣物。如果不慎将洗液洒在皮肤、衣物和实验桌上，应立即用水冲洗。
 - ⑥ 因重铬酸钾严重污染环境，应尽量少用洗液。凡是能够用其他洗涤剂进行洗涤的仪器，都不要用铬酸洗液。在本书的实验中，铬酸洗液只用于容量瓶、移液管、吸量管和滴定管的洗涤。用上述方法洗涤后的容器还要用水洗去洗涤剂，并用蒸馏水再洗涤三次。
- 必须指出，洗液并不是万能的，对不同的污染应采用不同的洗涤方法。例如，被 $AgCl$ 沾污的器皿，用洗液洗涤是无效的，此时可用 $NH_3\cdot H_2O$ 或 $Na_2S_2O_3$ 洗涤。又如被 MnO_2 沾污的器皿，应用 $HCl-NaNO_2$ 的酸性溶液洗涤。

(2) 合成洗涤剂

这类洗涤剂主要是去污粉、洗洁精等。一般的器皿都可以用它们洗涤，可有效地除去油污及某些有机化合物。洗涤时，在器皿中加入少量的洗涤剂和水，然后用毛刷反复刷洗，再用水冲洗干净。

(3) 盐酸-乙醇溶液

将化学纯的盐酸和乙醇按 1:2 的体积比进行混合。此洗涤液主要用于洗涤被染色的吸收池、比色管、吸量管等。洗涤时最好是将器皿在此液中浸泡一定时间，然后再用水冲洗。

(4) 盐酸

化学纯的盐酸与水以 1:1 的体积比进行混合，此液为还原性强酸洗涤剂，可洗去多种金属氧化物及金属离子。

(5) 氢氧化钠-乙醇溶液

将 120 g NaOH 溶于 150 mL 水中，再用 95% 的乙醇稀释至 1L，此液主要用于洗去油污及某些有机物。用它洗涤精密玻璃量器时，不可长时间浸泡，以避免腐蚀玻璃。影响量器精度。

4.2.3 容器的干燥

可以用加热的方法来干燥容器：

(1) 烘干：洗净的一般容器可以放入恒温箱内烘干，放置容器时应注意平放或使容器口朝下。

(2) 烤干：烧杯或蒸发皿可置于石棉网上用火烤干。

也可在不加热的情况下干燥容器：

(1) 晾干：洗净的容器可倒置于干净的实验柜内或容器架上晾干（倒置后不稳定的容器如量筒则不宜这样做）。

(2) 吹干：可用吹风机将容器吹干。

(3) 用有机溶剂干燥：有些有机溶剂可以和水相溶，最常用的是酒精，在容器内加入少量酒精，将容器倾斜转动，器壁上的水即与酒精混合，然后倾出酒精和水。留在容器内的酒精挥发，而使容器干燥。往仪器内吹入空气可以使得酒精挥发更快一些。

带有刻度的量器不能用加热方法进行干燥，加热会影响这些容器的精密度，也可能造成破裂。

4.3 试剂及其取用方法

4.3.1 试剂的分类

一般实验室所用的化学试剂分为三级：优级纯、分析纯、化学纯。此外，根据特殊的工作目的，还有一些特殊的纯度标准。例如光谱纯、萤光纯、半导体纯等。取用时应按不同的实验要求选用不同规格的试剂。例如一般无机实验用三级试剂即可，分析实验则需取用纯度较高的二级甚至一级试剂。

分析化学实验所用试剂一般分下面几种：

(1) 一般试剂

一般试剂是实验室普遍使用的试剂，指示剂也属一般试剂。见表 4-4。

(2) 标准试剂

标准试剂是衡量其他物质化学量的标准物质试剂，是严格控制主体含量的试剂。

(3) 高纯试剂

高纯试剂其主体含量与优级纯相当，杂质含量比优级纯、标准试剂均低。高纯试剂多属于通用试剂，如 Na_2CO_3 等。

(4) 专用试剂

专用试剂是指具有特殊用途的试剂。各类仪器分析法所用试剂如色谱分析标准试剂、

紫外及红外光谱纯试剂、核磁共振波谱分析专用试剂等。

表 4-4 一般实验室化学试剂等级对照表

级别	一级品	二级品	三级品
中文名称	优级纯	分析纯	化学纯
英文符号	G.R	A.R.	C.P
标签颜色	绿色	红色	蓝色
一般用途	精密分析实验	一般分析实验	一般化学实验

4.3.2 试剂的保管和选用

选用试剂应综合考虑对分析结果的准确度要求、所选方法的灵敏度、选择性、分析成本和对测定有无干扰等几个方面。高纯试剂和基准试剂价格比一般试剂要高许多倍，例如若分析方法对 Fe^{3+} 要求高，在溶样、配制溶液时，应选优级纯盐酸，因为盐酸的各级试剂差别主要在 Fe^{3+} 杂质含量。通常滴定分析配制标准溶液用分析纯试剂；仪器分析一般使用专用试剂或优级纯试剂；而微量、超微量分析应选用高纯试剂。

试剂保管不善或取用不当，极易变质和沾污。这在分析化学实验中往往是引起误差甚至造成失败的主要原因之一。因此，必须按一定的要求保管和取用试剂。

(1) 使用前，要认清标签。取用时，不可将瓶盖随意乱放，应将瓶盖反放在干净的地方。固体试剂应用干净的牛角勺取用，用毕后立即将牛角勺洗净，晾干备用。液体试剂一般用量筒取用。倒试剂时，标签朝上，不要将试剂泼撒在外，多余的试剂不应倒回试剂瓶内，取完试剂随手将瓶盖盖好，切不可“张冠李戴”，以防沾污。

(2) 装盛试剂的试剂瓶都应贴上标签，写明试剂的名称、规格、日期等。不可在试剂瓶内装入与标签不符的试剂，以免造成差错。标签脱落的试剂，在未查明前不可使用。

(3) 使用标准溶液前，应将试剂充分摇匀。

(4) 易腐蚀玻璃的试剂，如氟化物、苛性碱等应保留在塑料瓶或涂有石蜡的玻璃瓶中。

(5) 易氧化的试剂(如氯化亚锡、低价铁盐)、易风化或潮解的试剂(如 AlCl_3 、无水 Na_2CO_3 等)，应用石蜡密封瓶口。

(6) 易受光分解的试剂，如 KMnO_4 、 AgNO_3 等，应用棕色瓶盛装，并保存在暗处。

(7) 易受热分解的试剂、低沸点的液体和易挥发的试剂，应保存在阴凉处。

(8) 剧毒试剂如氰化物、三氧化二砷、二氯化汞，应妥善保管和安全使用。

4.3.3 取用试剂规则

为了达到准确的实验结果，取用试剂时应遵守以下规则，以保证试剂不受污染和不变质：

(1) 试剂不能与手接触。

(2) 要用洁净的药勺，量筒或滴管取用试剂，绝对不准用同一种工具同时连续取用多种试剂。取完一种试剂后，应将工具洗净(药勺要擦干)后，方可取用另一种试剂。

(3) 试剂取用后一定要将瓶塞盖紧，不可放错瓶盖和滴管，绝不允许张冠李戴，用完后将瓶放回原处。

(4) 已取出的试剂不能再放回原试剂瓶内。

另外取用试剂时应本着节约精神，尽可能少用，这样既便于操作和仔细观察现象，又能得到较好的实验结果。

固体粉末试剂可用洁净的牛角勺取用。要取一定量的固体时，可将固体放在纸上或表面皿上在台秤上称量。要准确称量时，则用称量瓶在天平上进行称量。液体试剂常用量筒量取。量筒的容量为：5 mL、10 mL、50 mL、500 mL 等数种，使用时要把量取的液体注入量筒中，使视线与量筒内液体凹面的最低处保持水平，然后读出量筒上的刻度，即得液体的体积。如需少量液体试剂则可用滴管取用，取用时应注意不要将滴管碰到或插入接收容器的壁上或里面。

4.4 加热方法

4.4.1 加热用的仪器

实验中一般使用的加热用设备有煤气灯、电炉、电热板等。

(1) 煤气灯的使用

煤气灯的式样众多，但构造原理基本相同，如图（4-1）所示。它由灯座 2 和金属灯管 1 两部分组成，金属管下部有螺旋可与灯座相连，其下有几个圆孔为空气入口 4。螺旋金属管既可完全关闭也可不同程度地开启圆孔，以调节空气的进入量。灯座侧面有煤气的入口 5，可用橡皮管把它和煤气的气门相连，将煤气导入灯内。灯座下面有一螺旋针 3（有的煤气灯是在侧面），用以调节煤气的进入量。将它向下旋转时，灯座内进入煤气的孔道放大，煤气的进入量即增加。火焰的调节：先旋转金属管使圆孔关闭，点着火柴，打开煤气门，然后将煤气点着，调节煤气门或灯座下的螺旋针使火焰保持适当高度。这时若煤气燃烧不完全，火焰呈黄色（系碳粒发光所产生的颜色），温度不高，这种火焰称为还原焰。旋转金属杆，适当调节空气进入量的大小，可使煤气燃烧完全。这种火焰称为正常火焰，它分为三层，如图（4-2）所示。表 4-5 将其分别描述如下：

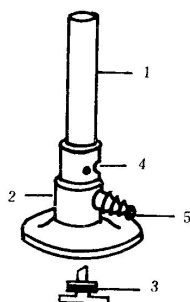


图 4-1 煤气灯



图 4-2 正常火焰

表 4-5 正常火焰的各个区域

区域	名 称	火焰颜色	温 度	燃烧反应
a	—	—	最 低	煤气、空气、进行混合
b	还原焰	淡 蓝	较 高	燃烧不完全
c	氧化焰	淡 紫	最高（800~900℃）	燃烧完全

进行实验一般都用氧化焰来加热。温度的高低可用调节火焰的大小来控制。如果空气或煤气的进入量调节得不合适时，会产生不正常的火焰，如图（4-3）所示。当空气的进入量很大或煤气和空气的进入量都很大时，火焰窜出煤气灯出口而临空燃烧，这种火焰称临空

火焰。它只在点燃的瞬时产生，当火柴熄灭时，火焰也立即熄灭。当空气的进入量很大，煤气的进入量很小，或者中途煤气的供应突然减少时，都会使煤气在金属管内燃烧，在管口有细长的火焰，这种火焰称侵入火焰，也不能持久。产生侵入火焰时，常使金属灯管烧得很热，此时切勿用手摸金属管，以免烫伤。遇到产生临空火焰和侵入火焰时，应将煤气门关闭，重新点燃和调节火焰。

煤气中含有大量一氧化碳，会使人中毒，因此使用煤气灯时务必防止中毒，不用时一定要将煤气门关闭。如遇漏气，应停止实验，检查煤气灯是否漏气。如果漏气，则设法修理。



图 4-3 几种火焰

(2) 电炉：电炉种类很多，通常实验室用的是电炉丝型。电炉丝是由镍铬合金制成的，根据用电量大小，有 500W、800W、1000W、2000W 等数种。电炉的优点是加热面积大，受热均匀，温度可以控制，因此在实验室广泛使用。使用时需注意防止电路短路，小心触电，不要把热物品溅在电炉丝上，以免电路损坏。

(3) 电热板：电热板和电炉使用方法大体相同，它比电炉受热更均匀，烧杯等一些器皿可直接放在上面加热。

4.4.2 液体的加热

(1) 直接加热：适用于在较高温度下可分解的溶液或纯液体，一般将装有液体的器皿放在石棉网上用煤气灯（或电炉）加热。

(2) 在水浴上加热：适用于 100℃ 以上易分解或易挥发燃烧的溶液或纯液体。

(3) 在沙浴上加热：一般要求在 100~400℃ 之间受热均匀者宜用沙浴加热。

4.4.3 液体的蒸发和浓缩

和液体的加热一样，根据液体的热稳定性，可分别采取直接加热、水浴加热和沙浴加热蒸发。为了加快蒸发速度，除适当提高温度外，还需扩大蒸发面积。蒸发容器常用蒸发皿。在进行蒸发时，蒸发皿内所盛液体的量不要超过其总容量的 2/3。

4.5 台秤的使用

台秤用于粗略的称重，能称准至 0.1g，有如图（4-4）所示。台秤带有刻度尺的横梁架在台秤座上，横梁左右两个盘子，横梁的中部上面有指针。根据指针在标尺摆动情况，可看出台秤的平衡状态。称量前，要先测定台秤的零点（即未放称量物时，台秤的指针在标尺上指示的位置）。零点最好在标尺的中央附近，如果不是，可用调节螺丝调节。称量时，把称量物放在左盘，砝码放在右盘。添加 10g 以下的砝码时，可移动游码，当最后的停点（即称量物品时的平衡）与零点符合时（可偏差 1 小格以内），砝码的质量就是称量的质量。

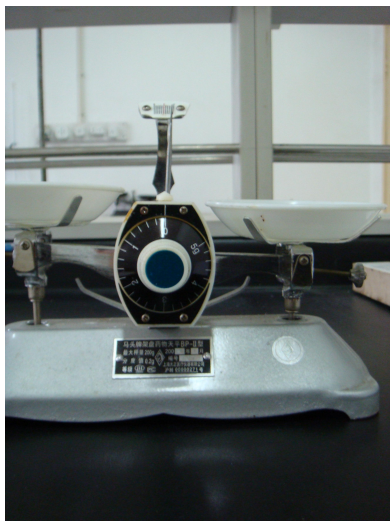


图 4-4 台秤与砝码

- | | |
|---------|-------|
| 1. 调节螺丝 | 4. 标尺 |
| 2. 刻度尺 | 5. 指针 |
| 3. 左右托盘 | 6. 游码 |

称量时必须注意以下几点：

- (1) 称量物要放在纸片或表面皿上，不能直接放在托盘上，潮湿的或具有腐蚀性的药品则要放在玻璃容器内称量；
- (2) 不能称热的东西；
- (3) 称量完毕后，应将砝码放回砝码盒中，把刻度尺上的游码移至刻度“0”处。使台秤的各部分恢复原状；
- (4) 应经常保持台秤的整洁。

4.6 分析天平和称量

分析天平是定量分析中最重要的仪器之一。开始做分析工作之前必须熟悉如何正确使用分析天平，因为称量的准确度对分析结果有很大的影响。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、微量天平等。这些天平在结构和使用方法上虽有些不同，但基本原理是相同的。除电光天平外，电子天平也是常用的分析天平。

4.6.1 天平室规则

(1) 分析天平是精密仪器，需安装在专门的天平室内使用。天平室应远离震源、热源，并与产生腐蚀性气体的环境隔离。室内应清洁无尘。室内以 $18\sim 26^{\circ}\text{C}$ 为宜，且应相对稳定。室内保持干燥，相对湿度一般不要大于 75%。

(2) 天平必须安放在牢固的水泥台上，有条件时台面可铺橡皮布防滑、减震。天平安放的位置应避免阳光直射，并应悬挂窗帘挡光，以免天平两侧受热不均、横梁发生形变或使天平箱内产生温差，形成气流，从而影响称量。

(3) 不得在天平室里存放或转移挥发性、腐蚀性的试剂（如浓酸、强碱、氨、溴、碘、苯酚及其他有机试剂等）。如欲称量这些物质，宜用玻璃密封容器进行称量。

(4) 称量是一项非常细致的工作，天平室里应保持肃静，不得喧哗。与称量无关的物品不要带入天平室。

(5) 不得带潮湿的器皿进入天平室。需要称取水溶液时，应盛入密封性好的容器（如细颈比重瓶，称量滴定管等）称量，且应尽量缩短称量时间。

4.6.2 天平使用规则

(1) 称量前，必须用软毛刷清扫天平。然后检查天平是否水平，并检查和调整天平的零点。

(2) 使用过程中要特别注意保护玛瑙刀口。起落升降枢纽应缓慢，不得使天平剧烈振动。取放物体、加减砝码和移动游码时，都必须把天平梁托起，以免损坏刀口。

(3) 天平的前门不得随意打开，它主要供装卸、调节和维修用。称量过程中取放物体，加减砝码只能打开天平的左门及右门。称量物和砝码要放在天平盘的中央，以防盘的摆动。化学试剂和试样不得直接放在盘上，必须盛在干净的容器中称量。对于具有腐蚀性气体或吸湿性的物质，必须放在称量瓶或适当密闭的容器中称量。

(4) 取放砝码必须用镊子夹取，严禁用手拿取，以免被沾污。砝码由大到小逐一取放在天平盘上。砝码用完后要放回砝码盒中。电光天平自动加码时，也应由大到小一档一档慢慢地加，防止砝码跳落、互撞。

(5) 经常保持砝码的清洁，使用前以专用的软刷拂去可能沾附在砝码表面上的灰尘。砝码只在使用时才由盒中取出，且只允许放在称盘上，不用时应整齐地放在砝码盒中相应的孔穴里。砝码盒应随时盖好，以防灰尘落入。

(6) 称量的数据应及时写在记录本上，不能记在纸片上或其他地方。

(7) 称量完毕，托起天平，取出物体和砝码。电光天平应将指数盘还原，切断电源，关好天平门，最后盖上防尘罩。

(8) 称量的物体必须与天平箱内的温度一致，不得把热的或冷的物体放进天平称量。为了防潮，在天平箱内放有吸湿用的干燥剂（如硅胶、无水氯化钙等）。

(9) 天平的载重绝对不能超过天平的最大负载。在同一次实验中，应使用同一台天平和同一盒砝码。

4.6.3 分析天平的构造原理

天平是根据杠杆原理制成的。如图（4-5）、图（4-6）所示。设杠杆为 A 、 B 、 C （分析天平的横梁）， B 为支点，力点分别在两端 A 和 C 上。两端所受的力分别为 P 和 Q ，当达到

平衡状态时，支点两边的力矩相等，即

$$Q \times AB = P \times BC$$

如果 B 正好是 A 、 B 、 C 的中点，则 $AB = BC$ ，也就是天平的两臂的长度相等，此时若 P 代表砝码的质量， Q 代表物体的质量，即 $P = Q$ 。

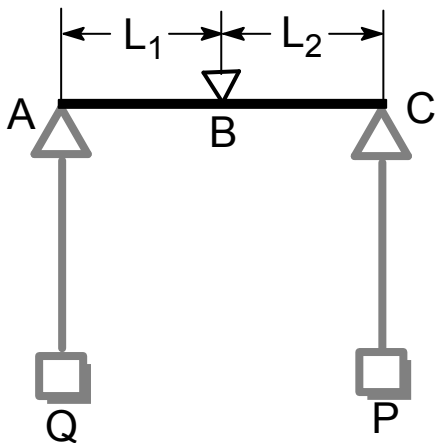


图 4-5 等臂天平原理

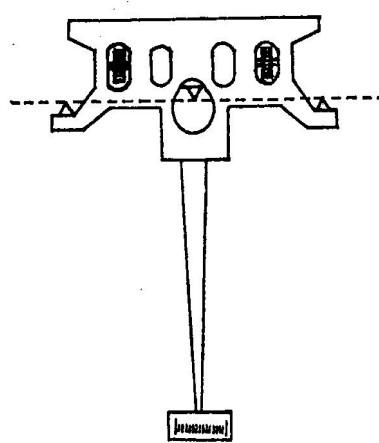


图 4-6 等臂天平横梁

1. 半自动电光天平

天平的外形和结构如图（4-7）所示。天平的横梁是天平的主要构件，一般由铝铜合金制成。三个玛瑙刀等距离安装在梁上，梁的两边装有两个平衡螺丝，用来调整横梁的平衡位置，梁的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。

图 4-7 TG328B 型分析天平

1. 横梁 2. 平衡陀 3. 吊耳 4. 指针 5. 支点刀 6. 框罩
7. 圈形砝码 8. 指数盘 9. 支力销 10. 折叶 11. 阻尼内筒 12. 投影屏
13. 称盘 14. 盘托 15. 螺旋脚 16. 垫脚 17. 升降旋钮 18. 投影屏调节杆

天平正中是立柱，安装在天平底板上。柱的上方嵌有一块玛瑙平板，与支点刀口相接触。柱的上部装有能升降的托梁架，关闭天平时托住天平横梁，使刀口与玛瑙平板脱离接触。柱的两侧装有空气阻尼器的外筒。

吊耳，吊耳的平板下面嵌有光面玛瑙，与力点刀口接触，使吊钩、称盘及阻尼器内筒能自由摆动。

空气阻尼器，由两个特制的铝合金圆筒构成，外筒固定在立柱上，内筒挂在吊耳上。两筒间隙均匀，没有摩擦，开启天平后，内筒能自由上下运动，由于筒内空气阻力的作用使天平横梁很快停摆而达到平衡。

称盘，两个称盘分别挂在两个吊耳上，左盘称物，右盘放砝码。

吊耳、称盘、空气阻尼器每台天平都具有两个，分别挂在横梁的两端，安装时要分左右配套使用，所以都刻有“1”、“2”标记。

读数装置，指针下端装有微分标尺，光源通过光学系统将微分标尺上的刻度线放大，再反射到影光屏上，从屏上看到标尺的投影，中间为零，左负右正，屏中央有一条垂直刻线，标尺投影与该线重合处为天平的平衡位置，天平座下面有一拨杆，可将影屏在小范围内移动，以调节天平的零点。

升降旋钮，位于天平底座的正中，连接托梁架、盘托和光源，是天平的开关。开启天平时，顺时针旋转旋钮，托梁架下降，梁上的三个刀口与各自相应的玛瑙平板接触，吊钩及称盘自由摆动，同时电源接通，影屏上显出标尺的投影，天平开始工作。关闭旋钮，托梁架上升，托住横梁、吊耳和称盘，刀口和玛瑙平板离开，光源切断，天平停止工作。

天平脚，天平底座下面有三个脚，前面两个，后面一个是固定的。前面两个可以转动，使天平的底座可以升高降低，调节天平的水平位置。天平立柱的后上方装有气泡水平仪，用来指示天平的水平位置。

机械加码装置，转动圈码指数盘，可使天平横梁右端吊耳上加 10~990 mg 圈码。指数盘上刻有圈码的质量值，内层为 10~90 mg 组，外层为 100~900 mg 组。

天平底座上面立柱的两边有两个盘托，使称量结束时，称盘尽快停止摆动。

砝码，每台天平都有一盒配套使用的砝码，盒内装有 1、2、2、5、10、20、20、50、100 g 的三等砝码共 9 个。标称值相同的砝码，其实际质量可能有微小的差异，所以分别用单点“•”或单星“*”、双点“••”或双星“**”作标记以示区别。

2. 单盘电光天平

单盘天平与上面所介绍的分析天平稍有不同。单盘天平中只有一个天平盘，它挂在天平梁的一臂上，同时所有的砝码也都挂在盘的上部。另一臂上装有固定的重锤和阻尼器，使天平保持平衡状态。称量时采取减码式，将称量物放在盘内，必须减去与称量物重量相同的砝码，才能使天平恢复平衡。显而易见，减去的砝码的重量就是称量物的重量。

单盘天平有机械加码和光学读数装置，加减砝码全部用旋钮控制，所以称量物体时，简便快速。而且灵敏度不受负载变化的影响，尽管盘上的载重不同，但臂上的载重不变，因此，天平的灵敏度不变。此外，单盘天平增减砝码在同一臂上，可以消除一般分析天平由于两臂的不等长而引起的称量误差。

4.6.4 天平的灵敏度

1. 天平灵敏度的表示方法

天平的灵敏度通常是指在天平的一个盘上增加 1mg 重量时所引起指针偏转的程度，以分刻度/毫克表示。指针偏转程度越大，天平的灵敏度越高。如图（4-9）所示，设天平的臂长为 L （即梁长的一半）， G 为梁的重心， G' 为天平梁偏移后的重心位置， d 为重心 G 或 G' 与支点 O 之间的距离， W 为梁重， m 为增加的一个小重量， P 为称盘重。当天平为空盘时，则指针位于 OD 处，如在右盘上增加一个小的重量 m 时，指针偏移至 OD' 位置，横梁由 OA 偏斜至 OA' ，其偏斜角度为 α 。根据杠杆原理，支点右边的力矩等于支点左边的两力矩之和，即

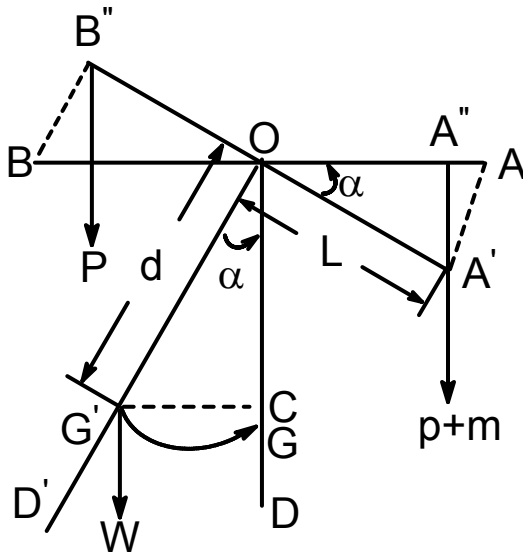


图 4-9 天平力矩示意图

$$\begin{aligned}
 & (P+m) \times OA'' = (P \times OB'') + (W \times CG') \\
 \text{因 } & OA'' = OB'' \text{ 故 } m \times OA'' = W \times CG' \\
 & OA'' = OA' \cdot \cos \alpha = L \cdot \cos \alpha \\
 & CG' = OG' \cdot \sin \alpha = d \cdot \sin \alpha \\
 \text{因此, } & m \cdot L \cdot \cos \alpha = W \cdot d \cdot \sin \alpha \\
 \text{即 } & \frac{\sin \alpha}{\cos \alpha} = \frac{m \cdot L}{W \cdot d} = \tan \alpha \quad (4-1)
 \end{aligned}$$

由于 α 一般很小，可以认为 $\tan \alpha \approx \alpha$ ，故

$$\alpha = \frac{m \cdot L}{W \cdot d} \quad (4-2)$$

此式是表示天平灵敏度的简易公式，它未包括刀口质量和载重时梁的变形等因素的影响。当 $m = 1$ 毫克时，指针偏移角度 α 称为天平的灵敏度。此时

$$\alpha = \frac{L}{W \cdot d} \quad (4-3)$$

由式(2-3)可知，天平的灵敏度与下列因素有关：

(1) 横梁的重量 W 越大，天平的灵敏度越低。

(2) 天平的臂长 L 越长，灵敏度应该越高。但天平的臂长太长时，横梁的重量增加，并使载重时的变形增大，灵敏度反而降低。

(3) 支点与重心的距离 d 越短，灵敏度越高。同一台天平的臂长和梁重都是固定的，通常只能改变支点到重心的距离来调整天平的灵敏度。如果天平的灵敏度太低，可将重心螺丝与支点的距离缩短；如果天平的灵敏度太高，可将重心螺丝与支点的距离增大。

应该指出，天平的臂在载重时稍向下垂，以致臂的实际长度减少，同时梁的重心也微向下移，故载重后其灵敏度会减小。

天平的灵敏度常用“感量”表示。感量与灵敏度互为倒数关系，即

$$\text{感量} = \frac{1}{\text{灵敏度}} \quad (4-4)$$

电光天平盘上加 10 mg 砝码时，天平的指针偏移 10 格，灵敏度为 1 格/mg。但是读数标尺采用了光学放大，读数可准确至 0.1mg。

2. 天平灵敏度的测定

(1) 零点的测定

接通电源，旋动旋钮，慢慢开动天平，在天平不载重的情况下，检查投影屏上标尺的位置，如零点与投影屏上的标线不重合，可拨动旋钮附近的扳手，挪动一下投影屏的位置，使其重合，若相差较大时，则可旋动平衡螺丝以调节空盘零点的位置。

(2) 灵敏度的测定

开动天平，调节天平的零点使其与投影屏上的标线重合。在天平盘上加一个校准过的 10 mg 砝码，再开动天平，标尺应移至 9.9~10.1 mg 范围内，如不合要求，则应调节灵敏度。

当载重时，天平臂略有变形，灵敏度也有微小的变化。必要时可制作灵敏度校正曲线，即分别测定载重为 0 g, 10 g, 20 g, 30 g, 40 g, 50 g 时相应的灵敏度，并绘制灵敏度曲线。

4.6.5 天平的检查

衡量天平的质量主要有三个指标：感量、变动性和偏差。

1. 感量

天平的感量和灵敏度互为倒数关系。灵敏度太高天平不稳定，灵敏度太低则称量误差大。电光天平要求在天平盘上放一个校正过的 10 mg 砝码时，标尺应移至 9.9~10.1mg 范围内，如不符合要求，则应调节重心螺丝到支点的距离。

2. 变动性

天平载重前后，几次零点变化的最大差值（毫克数），称为天平的变动性，一般为 0.1~0.2 mg。

检查变动性的方法如下：

连续两次测量空盘的零点，载重后再测量两次零点，四次数据中的最大值减去最小值。

例如：测得天平零点为 0.0 mg、+0.1 mg；称重后，再测空盘零点为 -0.1 mg、-0.1 mg，故变动性为 $0.1 - (-0.1) = 0.2$ mg。

3. 偏差

天平的偏差是指由于两臂长度不相等所引起的系统称量误差，可用下列方法检查：

首先调好零点，然后在天平两盘上分别放上表面值相等质量的砝码，打开升降旋钮，读数为 P_1 ，然后将左、右盘的砝码对换，再读数为 P_2 ，则

$$\text{偏差} = \left| \frac{P_1 + P_2}{2} \right| \quad (4-5)$$

因两个表面值相等的砝码并不完全相等，故采用以上置换法测定偏差。分析天平的偏差一般要求小于 0.4 mg。

在实际工作中，由于使用同一台天平进行称量，故此种偏差可以相互抵消。

4.6.6 称量方法

1. 指定重量称量法（固定重量称量法）

在分析化学实验中，当需要用直接配制法配制指定浓度的标准溶液时，常常用指定重量称量法来称取基准物。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：首先调好天平的零点，用金属镊子将清洁干燥的容器（瓷坩埚、深凹型小表面皿）放到左称盘上，在右盘上加入等重的砝码使其达到平衡。再向右盘增加与所称试样量相等的砝码，然后用小牛角勺逐渐加入试样，半开天平进行试重。直到所加试样只差很小重量时，便可以开启天平，极其小心地以左手持盛有试样的牛角勺，伸向容器中心部位上方约 2~3 cm 处，用左手拇指、中指及掌心拿稳牛角勺柄，让勺里的试样以非常缓慢的速度抖入容器中，如图（4-12）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，在重复上述操作直到合乎要求为止。

操作时应注意：

(1) 加样或取出牛角勺时，试样决不能失落在称盘上。开启天平加样时，切忌加入过多的试样，否则会使天平突然失去平衡。

(2) 称好的样品必须定量地转入处理样品的接受器中。

2. 递减（差减）称量法

即称取样品的量是由两次称量之差而求得的。这样称量的结果准确，但不便称取指定重量。

操作方法如下：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在称量

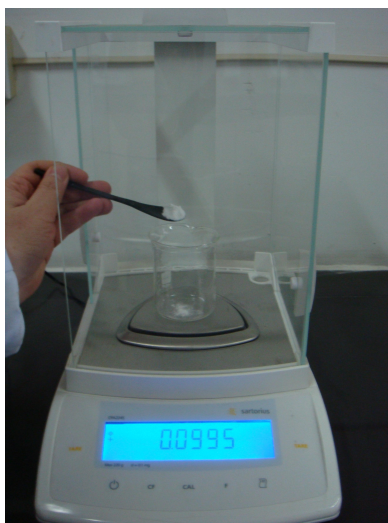


图 4-12 加法和固定称量法操作

瓶上，左手拿住纸带尾部把称量瓶放到天平左盘的正中位置，选用适当的砝码放在右盘上使之平衡，称出称量瓶加试样的准确重量为 $W_1\text{g}$ ，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，右手用纸片包住瓶盖柄打开瓶盖，但瓶盖也不离开接受器上方将瓶身慢慢倾斜。用瓶盖轻轻敲瓶口上部，如图（4-13）所示，使试样慢慢落入容器中。当倾出的试样接近所需要的质量时，一边继续用瓶盖敲瓶口，一边逐渐将瓶身竖直，使粘在瓶口的试样落入接受器或落回称量瓶中。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为 $W_2\text{g}$ 。两次质量之差，就是试样的质量。如此进行，可称取多份试样。

$$\text{第一份试样} = W_1 - W_2 (\text{g})$$

$$\text{第二份试样} = W_2 - W_3 (\text{g})$$



图 4-13 差减法称量操作

操作时应注意：

- (1) 若倒入试样量不够时，可重复上述操作；如倒入试样大大超过所需要数量，则只能弃去重做。
- (2) 盛有试样的称量瓶除放在称盘上或用纸带拿在手中外，不得放在其他地方，以免沾污。
- (3) 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。
- (4) 粘在瓶口上的试样尽量处理干净，以免粘到瓶盖上或丢失。
- (5) 要在接受容器的上方打开瓶盖或盖上瓶盖，以免可能粘附在瓶盖上的试样失落它处。

递减称量法用于称取易吸水、易氧化或易与 CO_2 反应的物质。此称量法比较简便、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。

3. 直接称量法（加法称量）

对某些在空气中没有吸湿性的试样或试剂，如金属、合金等，可以用直接称量法称样。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量的试样。然后将试样全部转移到接受容器中。

4.6.7 天平常见故障的排除

1. 吊耳脱落或偏侧

吊耳脱落，多是由于开、关天平太快引起，将吊耳轻轻地重新放上，就可使用。如吊耳安放不稳，左右偏侧，也会引起脱落。可用尖嘴钳，将横托架末端的小支柱下部的螺丝放松，将小支柱向左或向右移动，再拧紧螺丝后，进行实验，直至不再偏侧为止。如吊耳前后跳动，可用拨棍插入小支柱上部孔中转动，调节至小支柱的高度相同为止。

2. 盘托高低不适当

盘托过高，关闭天平时，称盘向上抬起，有时引起吊耳脱落；盘托过低，关闭天平后，称盘仍自由摆动。可取下称盘，取出盘托，调节盘托下面杆上螺丝的位置以改变盘托高度至合适。

3. 指针跳动

当横梁被托起时，如支点刀的刀口与刀垫间前后距离不等，则开启天平时，会产生指针跳动，可把横托架左臂前的螺丝放松，然后用手捻调节小支柱的高度，直至指针不再跳动。

4. 天平摆动受阻

天平摆动受阻的原因如下：

- (1) 盘托卡住不能下降。取下称盘，取出盘托，用干布或干纸擦净后，涂上机油，再行安装使用。
- (2) 内外阻尼器相碰或有轻微摩擦。
 - ① 检查天平是否处于水平状态；
 - ② 根据“左一右二”的原则，看内阻尼器是否错放；
 - ③ 从天平顶部观察内外阻尼器四周的空隙，如大小不匀，应取下称盘及吊耳，将内阻

尼器转 180° 再试用。

④ 如上述调节无效，可小心地旋松固定外阻尼器的螺丝，从天平顶部观察，以内阻尼器为标准，移动外阻尼器的位置，直至内外阻尼器不再摩擦，拧紧螺丝。

5. 指数盘失灵

先对好指数盘的读数位置，拧紧螺丝。如挂砝码的挂钩起落失灵，则取下指数盘后面的外罩，滴上机油；若有螺丝松脱，则把螺丝拧紧；若指数盘读数与加上的砝码不相符，可松开偏心轮的螺丝，旋转以改变偏心轮的位置后，再将螺丝拧紧。

6. 光学系统的调节

(1) 投影屏上显示标尺位置不对。若标尺在投影屏的位置偏上、偏下或超出投影屏，则可旋动投影屏旁的螺丝，调节反射镜的位置，使标尺恰好落在投影屏上。

(2) 小电珠不亮。首先检查电源，是否是停电或保险丝烧断，再检查天平上所有的焊接点，是否有线头脱落现象。线头无脱落，则检查天平底板上的接触点。正常情况，天平关闭时，两接触点分开，电路不通；当天平开启时，两接触点相碰，电路接通。如以上情况均正常，可检查灯泡和变压器是否损坏。

4.7 滴定分析基本操作

4.7.1 移液管和吸量管

移液管用来准确移取一定体积的溶液。在标明的温度下，先使溶液的弯月面下缘与移液管标线相切，再让溶液按一定方法自由流出，则流出溶液的体积与管上所标明的体积相同^①。吸量管一般只用于量取小体积的溶液。其上带有分度，可以用来吸取不同体积的溶液。但用吸量管吸取溶液的准确度不如移液管。上面所指的溶液均以水为溶剂，若为非水溶剂，则体积稍有不同。

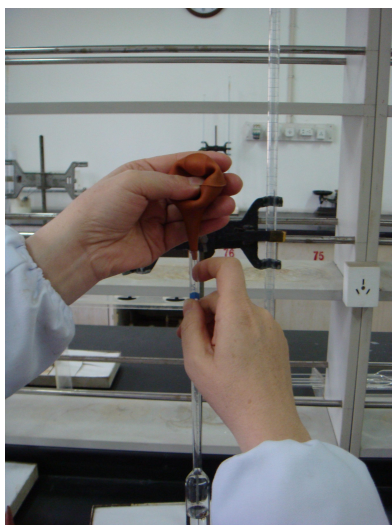
(1) 使用前，移液管和吸量管都应该洗净，使整个内壁和下部的内壁不挂水珠，为此，可先用自来水冲洗一次，再用铬酸洗液洗涤。以左手持洗耳球，将食指和拇指放在洗耳球的上方，右手手指拿住移液管或吸量管管茎标线以上的地方，将洗耳球紧接在移液管口上（图 4-14）。管尖贴在吸水纸上，用洗耳球打气，吹去残留水。然后排除耳球中空气，将移液管插入洗液瓶中，左手拇指或食指慢慢放松，洗液缓缓吸入移液管球部或吸量管约 $1/4$ 处。移去洗耳球，再用右手食指按住管口，把管横过来，左手扶住管的下端，慢慢开启右手食指，一边转动移液管，一边使管口降低，让洗液布满全管。洗液从上口放回原瓶，然后用自来水充分冲洗，再用洗耳球吸取蒸馏水，将整个内壁洗三次，洗涤方法同前，洗过的水也应从上口放出。每次用水量：移液管以液面上升到球部或吸量管全长约 $1/5$ 为度。也可用洗瓶从上口进行吹洗，最后用洗瓶吹洗管的下部外壁。

(2) 移取溶液前，必须用吸水纸将尖端内外水除去，然后用待吸溶液洗三次。方法是：将待吸溶液吸至球部的 $1/5$ 处（尽量勿使溶液流回，以免稀释溶液）。以后的操作，按铬酸洗液洗涤移液管的方法进行，但用过的溶液应从下口放出弃去。

(3) 移取溶液时，将移液管直接插入待吸溶液液面下 $1\sim 2\text{cm}$ 深处，不要伸入太浅，以免液面下降后造成吸空；也不要伸入太深，以免移液管外壁附有过多的溶液。移液时将洗耳球紧接在移液管口上，并注意容器液面和移液管尖的位置，应使移液管随液面下降而下降，

^① 实际上流出溶液的体积与标明的体积会稍有差别。使用时的温度与标定移液管移液体积时的温度不一定相同，必要时可作校正，参见附录 7。

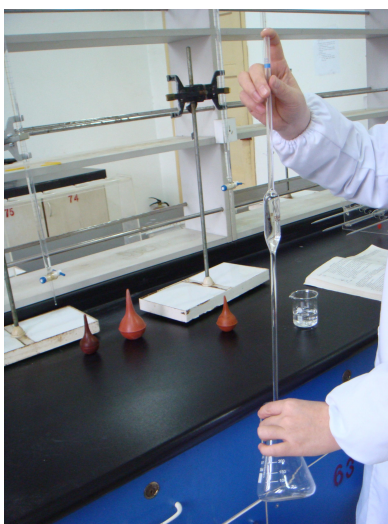
当液面上升至标线以上时，迅速移去洗耳球，并用右手食指按住管口，左手改拿盛待吸液的



(a) 吸液



(b) 移液



(c) 放液

图 4-14 移液操作

容器。将移液管向上提，使其离开液面，并将管的下部伸入溶液的部分沿待吸液容器内壁转两圈，以除去管外壁上的溶液。然后使容器倾斜成约 45° ，其内壁与移液管尖紧贴，移液管垂直，此时微微松动右手食指，使液面缓慢下降，直到视线平视时弯月面与标线相切时，立即按紧食指。左手改拿接受溶液的容器。将接受容器倾斜，使内壁紧贴移液管尖成 45° 倾斜。松开右手食指，使溶液自由地沿壁流下（图 4-14）。待液面下降到管尖后，再等 15 秒钟取出移液管。注意，除非特别注明需要“吹”的以外，管尖最后留有的少量溶液不能吹入接受器中，因为在检定移液管体积时，就没有把这部分溶液算进去。

(4) 用吸量管吸取溶液时，吸取溶液和调节液面至最上端标线的操作与移液管相同。放溶液时，用食指控制管口，使液面慢慢下降至与所需的刻度相切时按住管口，移去接受器。若吸量管的分度刻到管尖，管上标有“吹”字，并且需要从最上面的标线放至管尖时，则在溶液流到管尖后，立即从管口轻轻吹一下即可。还有一种吸量管，分度刻在离管尖尚差 $1\sim 2\text{cm}$ 处。使用这种吸量管时，应注意不要使液面降到刻度以下。在同一实验中应尽可能使用同一

根吸量管的同一段，并且尽可能使用上面部分，而不用末端收缩部分。

(5) 移液管和吸量管用完后应放在移液管架上。如短时间内不再用它吸取同一溶液时，应立即用自来水冲洗，再用蒸馏水清洗，然后放在移液管架上。