



药品



第三章

滴定分析基础知识



实验一

分析天平的称量练习





1.实验目的

- (1) 熟练掌握直接称量法、递减称量法和固定质量称量法的操作方法。**
- (2) 了解分析天平的分类、称量原理、基本构造和性能指标。**
- (3) 掌握分析天平的正确使用方法，做到准确、简明记录实验原始数据。**



2.实验用品

(1) 仪器：托盘天平、分析天平（全机械加码电光天平TG-328A或半机械加码电光天平TG-328B、电子天平）、锥形瓶、称量瓶、表面皿和药匙。

(2) 试剂：化学纯 Na_2CO_3 。



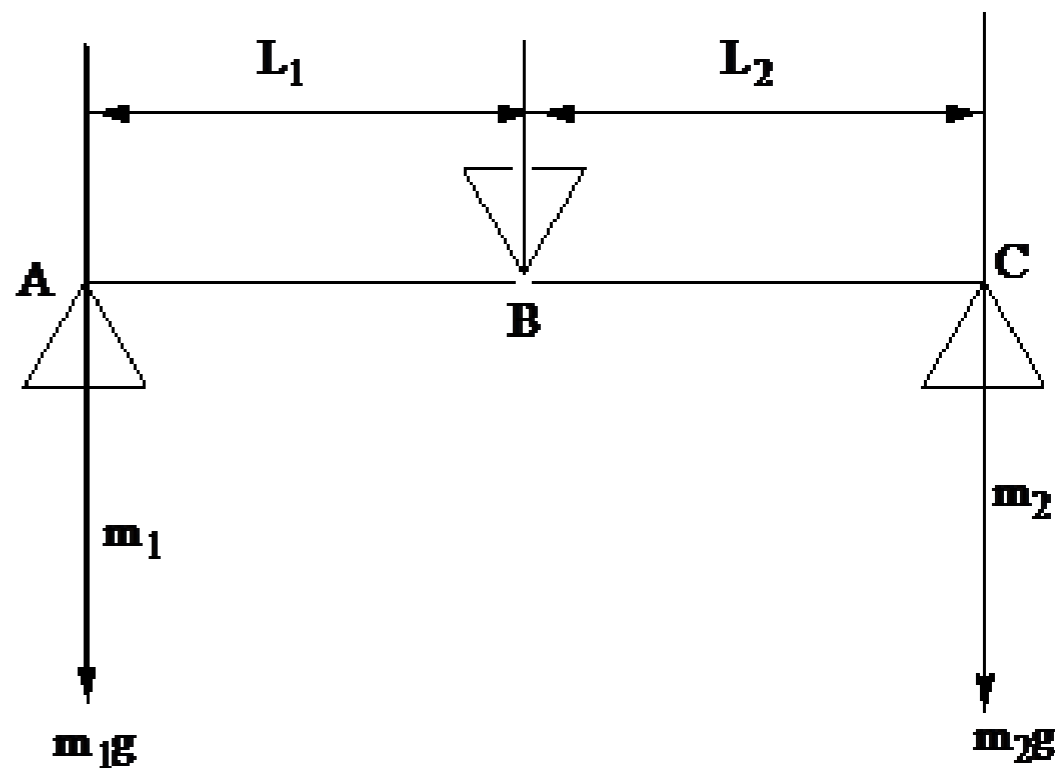
3.实验原理

分析天平是根据杠杆原理设计制作的，天平梁是等臂杠杆，B为支点，A和C为力点，支点B位于AC的中间。假设称量物体质量为 m_1 ，受到地球的引力为 m_1g ，砝码的质量为 m_2 ，受到地球的引力为 m_2g ，梁AB的臂长为 L_1 ，BC臂长为 L_2 。根据杠杆原理可知，当两边受力平衡时，支点两边的力矩相等，即：

$$m_1gL_1 = m_2gL_2$$

$$\text{B为AC的中点: } L_1 = L_2$$

$$\text{故 } m_1 = m_2$$



● 杠杆原理



4.天平的分类



● 全机械加码电光天平

● 半机械加码电光天平

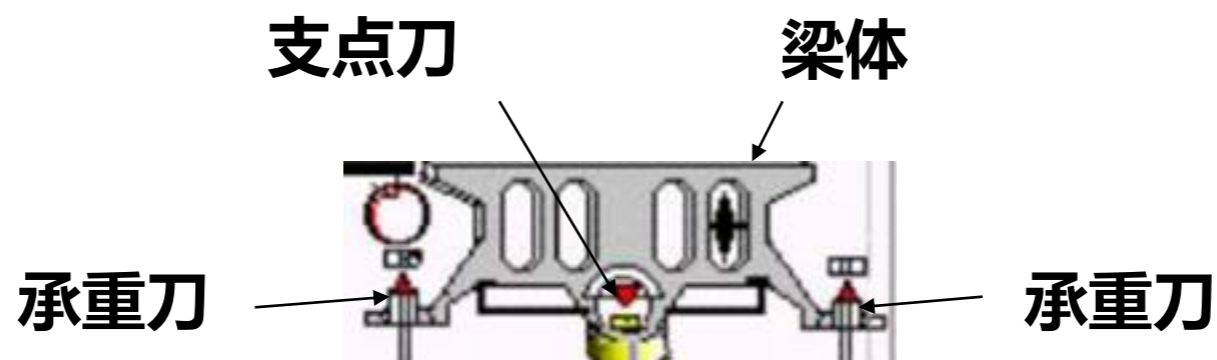
● 电子天平



5.基本结构

以全机械加码电光天平（TG-328A型）为例

(1) 天平梁：包括梁体、三棱体（玛瑙刀）、平衡调节螺丝、重心调节螺丝、指针、吊耳、阻尼器、天平盘八部分。其中玛瑙刀有3个，装在梁正中的称为支点刀，起着天平梁的支点作用；装在两边的称为称重刀，起着着力点作用。3个刀口的棱边相互平行，3个刀口均在同一水平面上，两个承重刀口到支点刀口的距离相等。刀口越锋利，刀口与刀承接触时的摩擦越小，天平的灵敏度就越高。因此在开启或关闭天平时要做到轻、缓，以减少刀口的磨损。





5.基本结构

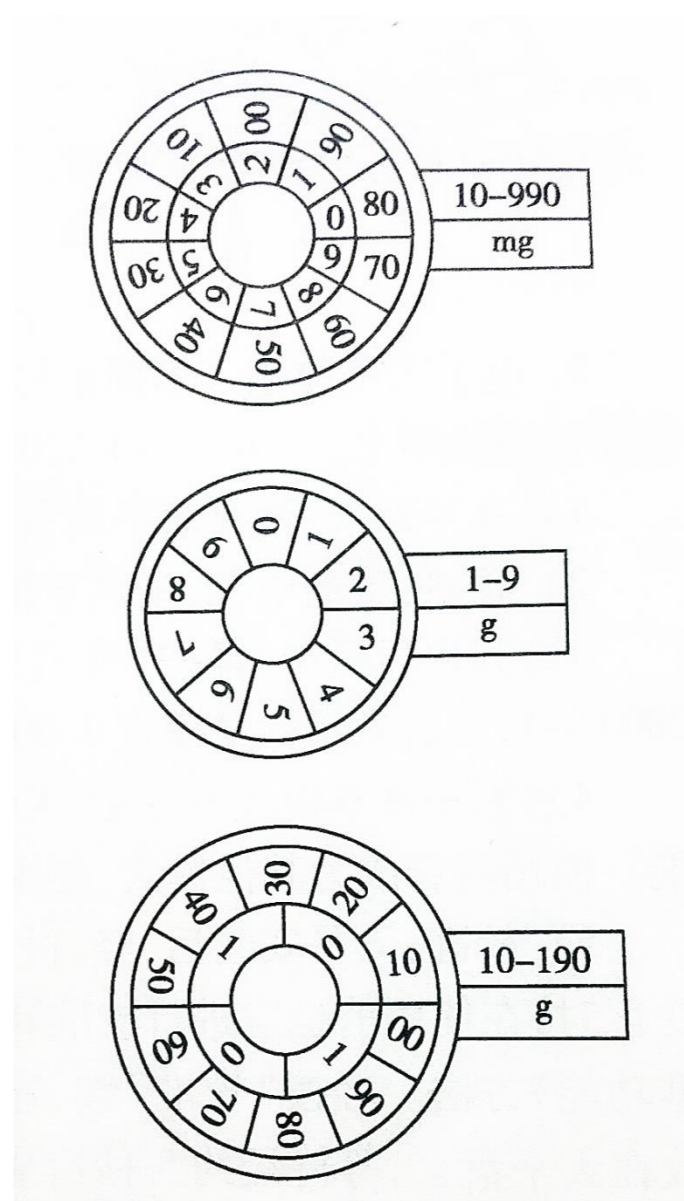
(2) 天平柱：包括柱体本身、刀承、翼翘板、气泡水平仪、升降枢纽和盘托六部分。其中升降枢纽是升降联动的控制钮，通过升降枢杠杆可以控制翼翘板和盘托的升降，以达到启动与休止天平的目的。顺时针转动升降枢纽时，翼翘板下降，天平梁和吊耳下降，3个刀口与刀承接触，同时盘托下降，天平梁自由摆动，天平处于“开启”状态，此时在光幕上可以看到微分标尺上的刻度；反时针转动升降枢纽时，翼翘板上升，天平梁上的所有部件由翼翘板和支柱支撑，各刀口均离开刀承，同时盘托上升托住天平盘，天平进入“休止”状态。为了减少刀口与刀承的磨损，切不可接触未休止的天平，转动升降枢纽时要轻、慢，以保护刀口。



5.基本结构

(3) **天平箱**：包括玻璃外罩、机械加码装置（指数盘）、底板和天平脚。其中机械加码装置安装在天平箱的左侧，分别用来加减10~190g、1~9g和10~990mg的环码，它由指数盘、联动控制环码升降的加码钩和骑放环码的横杆三部分组成，环码按照一定顺序（一般的是5、2、1、1排列）放在天平梁左侧的加码钩上，转动指数盘，相对应的环码便落在横杆上，从指数盘上可以直接读出所加的环码质量。

如右图所示的读数为12.08g。



● 指数盘

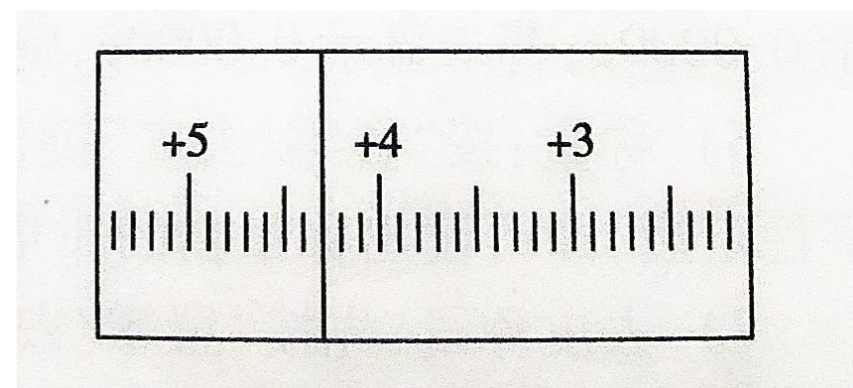


5.基本结构

(4) 光学投影装置：光学投影装置设置在天平的底座上，由光源发出的光经透镜、放大镜、小反射镜、大反射镜等，最后反射在光幕上，光幕上有一微分刻度标尺，称量时根据微分标尺读取10mg以下的质量。

TG-328A型全机械加码电光天平的微分标尺中间为0，两边各刻有10个大格和100个小格。左边的10个大格为1~10mg（正值），右边的大格为-10~-1mg（负值）。称量时按先大后小的顺序试加砝码，读取光幕读数时应取正值（自右向左读取），并精确至0.1mg。

如右图所示的读数为4.3mg。



● 微分标尺



6. 性能指标

(1) 灵敏性：分析天平的灵敏性通常用灵敏度或分度值来表示。灵敏度是指在天平的某一盘上增加1mg的质量，指针平衡点移动的小格数，移动的格数越多，灵敏度越高，单位是格/毫克。分度值（又称为感量）是指指针在微分标尺上移动1个小格时所需相当的质量，单位是毫克/格。同一台天平的灵敏度（ S ）与分度值（ E ）互为倒数关系，即 $S=1/E$ 。TG-328A型和TG-328B型分析天平的灵敏度均为10小格/毫克，分度值为0.1毫克/格。

(2) 稳定性：指处于平衡状态的天平梁被轻轻扰动后，指针离开平衡点后仍能自动回到原位的性能。天平稳定的条件是天平梁的重心在支点下方，重心越低天平越稳定，但灵敏度也随之降低。所以调节重心调节螺丝时，要同时兼顾天平的灵敏性与稳定性。



6. 性能指标

(3) 示值变动性：指天平空载或载重后，在不改变天平状态的情况下，多次开关天平时，指针平衡点的重复再现性。示值变动性常用于衡量称量结果的可靠程度，示值变动越小，称量结果的可靠性越大。根据GB/T 4168-1992国家标准的规定，机械天平的示值变动性不得大于微分标尺上的1个分度值。影响示值变动性的因素有天平的水平位置、称量时的温度、气流的变化等。

(4) 不等臂性：理论上认为，等臂天平的支点刀到两个承重刀的距离应该是相等的，但实际上并不完全相等，由此而引起的称量误差称为不等臂误差。根据GB/T 4168-1992国家标准的规定，分析天平的不等臂误差不得超过3个分度值（一般规定分析天平的两臂长度之差不得超过十万分之一），在定量分析中称量范围一般为几克至几毫克，所以不等臂误差可以忽略不计。



7.电子天平及其使用

以FA-2004N型为例

- (1) **水平调节**: 调整水平调节螺丝, 使水泡位于水平仪中心。
- (2) **预热**: 接通电源, 预热至规定时间。
- (3) **开启显示屏**: 请按“开机”键, 约2钟后显示屏显示天平的型号 (即---2004--), 然后显示称量模式0.0000g。
- (4) **基本模式的选定**: 天平显示的一般为“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, 使用后轻按“关机”键, 天平即可恢复“通常情况”模式。



7.电子天平及其使用

(5) 校准：天平安装后，经过校准后才能使用（若天平存放时间较长、位置移动、环境变化时，在使用前也应进行校准）。FA2004N天平采用外校准（有的电子天平具有内校准功能）方法。轻按“校准”键，显示屏显示“CAL-200”，此时把“200g”标准校正砝码放在天平盘上，等待经约5秒后显示屏显示200.0000g。移去校准砝码后，显示屏应显示0.0000g；若未显示0.0000g，则再按“置零/去皮”键清零，重复以上校准操作。

(6) 称量：按“置零/去皮”键，显示屏显示0.0000g后，将称量物置于天平盘上，待数字稳定后，即可读出称量物的质量。



7.电子天平及其使用

(7) 去皮称量：先按“置零/去皮”键清零，然后将容器（如称量瓶、小烧杯等）放在天平盘上，显示屏显示容器质量，再按“置零/去皮”键，显示0.0000g，即去皮重。再将称量物置于容器中（若称量物为粉末状或液体，则应逐步加入容器中直至达到所需的质量），待显示屏数值稳定后，即是称量物的净质量。待天平盘上的所有物品移出后，显示屏显示负值，再按“置零/去皮”键，则显示0.0000g。

(8) 称量完毕：同一实验的多次称量的间隙，不需按“置零/去皮”键关闭显示屏，待实验全部结束后，关闭显示屏，关闭电源。若短时间内还使用天平，也不必切断电源，这样可省去预热时间。



8.称量前准备

(1) 接通电源。

(2) 一般性检查

- ①检查天平是否处于水平，气泡式水平仪的气泡是否处于水平仪中间的圆环内，若不水平用天平脚的升降螺丝调节至水平。
- ②检查天平的各个部件是否正常，如横梁、吊耳的位置，砝码和环码的数目及位置，指数盘是否指在零位等。
- ③检查天平盘与地板是否清洁，如有粉尘可用软毛刷清扫干净。
- ④检查天平箱内的干燥剂（变色硅胶）是否失效，若失效（红色）则换上干燥的硅胶（蓝色）。



8.称量前准备

(3) 检查并调节天平零点：空载时开启天平，待天平稳定后，观察微分标尺上的“0”是否与光幕上的标线重合，如不重合，可转动天平箱底板下的调零杆使之重合；如用调零杆不能调至重合时，则须关闭天平，调节天平横梁上的平衡调节螺丝直至重合，再重复开启天平检查零点是否正常（一般要求在“0” \pm 1小格范围内即为正常）。



9. 称量方法

(1) 直接称量法：直接称量法主要用于称取固体物品的质量，或一次称取一定质量的样品。被称量物品的性质应稳定，在空气中不易吸湿或挥发。

操作步骤：

- ①调零点：用调平螺丝和调零杆将分析天平调至平衡，并调至零点。
- ②粗称：在托盘天平上称取被称物品（称量瓶）的质量。
- ③精称：将被称物品（称量瓶）放在分析天平的右盘上，根据粗称的质量，转动天平左侧指数盘加“克”以上的环码；之后轻轻开启天平，观察微分标尺移动的情况，微分标尺总是向重盘方向移动，由此判断环码的加减；再使用指数盘试加“克”以下的环码来调整平衡；达到平衡时光幕标线应在微分标尺的0~10mg刻度范围内。



9. 称量方法

④记数：被称物品的质量（称量瓶）（g）=指数盘所示质量+光幕所示质量。

若称的是样品，则将分析天平调零后，先粗称盛放样品所用的器皿的质量（如称量瓶、小烧杯等），再精称器皿（如空称量瓶、小烧杯等）的质量 m_1 ；然后粗称器皿加样品的总质量，再精称器皿加样品的总质量 m_2 。所称样品的质量为：样品的质量（g）= $m_2 - m_1$

半机械加码电光分析天平（TG-328B型）的直接称量法与上述操作程序基本相同，区别在于被称量物放在分析天平的左盘，而在右盘放置“克”以上的砝码（按照“先大后小，大砝码在盘中间，小砝码在大砝码周围”的原则），“克”以下的砝码则由安装在右上方的机械加码装置指数盘加减，被称物品的质量（g）=砝码质量+指数盘所示质量+光幕所示质量。



9. 称量方法

(2) 递减称量法：递减称量法是利用每两次称量之差，求得被称物质的质量。称量时不需调零点，定量分析中称取多份样品或基准物质时常用该方法。将样品装在带盖的称量瓶中进行称量，可称取易吸湿、易氧化、易与二氧化碳反应的样品。递减称量法称取样品的质量一般在指定的范围内（一般要求在 $m \pm m \times 10\%$ 范围内）。

递减称量法称取固体样品 Na_2CO_3 约0.2g样品3份（每一份的质量范围在0.18~0.22g），操作步骤：

①粗称：在洁净、干燥的称量瓶内加入适量 Na_2CO_3 样品（一般情况下加入的样品质量应略大于3份样品的总质量），然后再托盘天平上称量装了 Na_2CO_3 样品的称量瓶的总质量。



9. 称量方法

②精称 m_1 ：将上述装了 Na_2CO_3 样品的称量瓶放在分析天平的右盘上，根据粗称的质量，转动分析天平左侧指数盘加“克”以上的环码；再使用指数盘试加“克”以下的环码来进行平衡（达到平衡时光幕标线应在微分标尺的0~10mg刻度范围内），记录被称物品（称量瓶与样品）的质量 m_1 ，关闭天平。

③倾出样品：取出称量瓶，移到事先准备好的洁净锥形瓶的上方，打开称量瓶盖，用瓶盖轻轻敲击倾斜的称量瓶口外缘，使样品慢慢落入锥形瓶内。操作时，勿使样品撒落在锥形瓶外面。敲出适量的样品后，用瓶盖轻轻敲击瓶口使称量瓶缓缓直立，使沾在瓶口的样品落回到称量瓶内，盖好瓶盖。

④精称 m_2 ：将称量瓶放回到天平的右盘上，从左侧指数盘上减去环码质量（应为本次称量范围的下限，如精称 m_1 读数为8.3456g，减去0.18g，即将环码调至8.16g）。



9. 称量方法

再开启天平，观察光幕内的标尺移动方向，若迅速移动向右边则表明右边重，则关闭天平，取出称量瓶继续倾出样品，直至平衡为止，记录称量数据 m_2 ；若光幕内标尺迅速移向左边，则表明左边重，即倾出的样品超出所需样品低限，此时再按照称量范围的上限减砝码或环码，直至平衡为止，倾出样品的质量为 $P = m_1 - m_2$ 。如超重，则该份样品应弃去，另重称。

再重复上述操作步骤，即可称出第2、第3份样品的质量。由上述操作可以看出该方法的优点是称量时不需要调零，并且称取多份样品时可连续称量，从而缩短了称量时间。

计算称取的3份 Na_2CO_3 样品的质量 (g) 分别为：

$$P_1 = m_1 - m_2$$

$$P_2 = m_2 - m_3$$

$$P_3 = m_3 - m_4$$



9.称量方法



● 称量瓶的拿法



● 从称量瓶中敲出试样的方法

- ❗ 递减法称量时，拿取称量瓶的原则是避免手指直接接触器皿，除用塑料薄膜外也可用洁净的纸条包裹或者用“指套”“手套”拿称量瓶，以减少称量误差。



9. 称量方法

(3) 固定质量称量法：在分析化学实验中，当需要用直接法配制指定浓度的溶液时，常用固定质量称量法。该方法要求称量的样品为在空气中性质稳定、不易吸湿的粉末状物质。

用固定质量称量法称取样品 Na_2CO_3 1份（质量为0.2450g）的操作步骤：

- ①粗称：在托盘天平上称取干燥、洁净的表面皿的质量。
- ②精称 m_1 ：在分析天平上准确称取表面皿的质量，记录数据 m_1 （假设表面皿的质量为12.3243g），并关闭天平。
- ③精称 m_2 ：根据 m_1 与所要称量的 Na_2CO_3 质量的和，改变指数盘的质量（ $12.3243\text{g} + 0.2450\text{g} = 12.5693\text{g}$ ，即指数盘所示质量之和由原来的 $10\text{g} + 2\text{g} + 320\text{mg}$ 改为 $10\text{g} + 2\text{g} + 560\text{mg}$ ），并记下停点数据（应为9.3mg）。



9.称量方法

然后用药匙将少量样品 Na_2CO_3 慢慢加到表面皿上（宁少勿多），轻轻开启天平，若天平右盘轻，则关闭天平继续加入少量样品；若开启天平后光幕标线离停点很近，则将天平开启至全开，用药匙取极少量样品，用指尖轻弹药匙，使样品落下，直至光幕标线与标尺上的9.3mg刻度线重合（一般允许 $\pm 0.3\text{mg}$ 的误差），记录数据 m_2 （应为12.5693g），关闭天平；若天平右盘重，则应弃去重称。

称取的样品的质量为：

$$m = m_2 - m_1 = 12.5693\text{g} - 12.3249\text{g} = 0.2450\text{g}$$



10. 结束工作

关闭天平，取出被称物体（称量瓶或表面皿）并归位，将砝码、镊子放入盒内原位置，指数盘数值恢复到“000”，关闭电源，套上防尘套，填写仪器使用记录本。



11. 注意事项

- (1) 称量前要认真仔细地检查天平各部件的位置是否正常，干燥剂是否合格，砝码、镊子是否丢失。
- (2) 读数时应将天平侧门关闭，天平开启至全开状态。正确读数，数据应读准至以克为单位的小数点后第4位。
- (3) 分析天平上称量的所有数据要及时、准确地记录在原始记录本上，不能随意涂改、丢失。
- (4) 取用称量瓶时要用干燥、洁净的纸套套住称量瓶（或戴上干燥、洁净的手套拿称量瓶），不能用手直接拿称量瓶，以免产生称量误差。
- (5) 要爱护天平，操作时应做到轻、慢、稳，天平未达到平衡时不要全开启天平；调节调平螺丝、重心调节器螺丝、加减砝码或环码、取放称量物时必须休止天平。
- (6) 实验结束后要做好天平的复位工作，套上防尘罩，做好仪器使用登记。



药品

第三章 滴定分析基础知识

THANKS

谢谢观看