

工业分析与检验技能训练

基础练习部分

目录

基础练习一 灭火器的演习操作训练.....	1
基础练习二 马弗炉的基本操作.....	1
基础练习三 抽气过滤装置的安装.....	2
基础练习四 常用洗涤液的配制.....	3
基础练习五 玻璃仪器的洗涤与干燥.....	4
基础练习六 简单玻璃工操作.....	6
基础练习七 等臂双盘电光天平的使用和称量.....	7
基础练习八 不等臂单盘电光天平的使用和称量.....	8
基础练习九 分析天平称量练习.....	10
基础练习十 气体采样.....	11
基础练习十一 水样的采取.....	13
基础练习十二 煤焦试样的采取与制备.....	13
基础练习十三 试样的分解.....	15
基础练习十四 移液管和吸量管的基本操作.....	16
基础练习十五 滴定管的基本操作.....	17
基础练习十六 一般溶液的配制.....	18
基础练习十七 盐酸标准溶液的配制与标定.....	19
基础练习十八 氢氧化钠标准溶液的配制和标定.....	20
基础练习十九 滴定管的校准.....	22
基础练习二十 移液管和容量瓶的校准.....	22

基础练习一 灭火器的演习操作训练

一、目的

- 1、熟悉掌握常用灭火器的外形结构及各部件的作用。
- 2、掌握常用灭火器的操作方法和注意事项。

二、灭火器材及材料

泡沫灭火器、二氧化碳灭火器、干粉灭火器、1211灭火器、燃烧槽（长2m、宽1m、高0.5m）。可燃物：稻草、玉米杆、柴油、木柴。

三、练习内容

1、火场准备

- (1) 在远离建筑物的安全空地上准备好可燃物。
- (2) 将用薄钢板焊制成的燃烧槽放在空地上，倒入少量柴油。

2、灭火操作训练

(1) 基本知识训练 将灭火器提到现场，对照实物说明灭火器的型号、规格、灭火原理、操作方法，使用范围和使用性能等，指出灭火器各组成部件的位置，讲述各部件的作用。

(2) 灭火器操作训练 将火场可燃物点燃，按照各种灭火器的使用方法进行灭火操作训练。

四、注意事项

- 1、使用灭火器时，灭火器的喷嘴不能对人。
- 2、使用二氧化碳灭火器时，手一定要握在喇叭筒的把手上，因为喷出的二氧化碳压力突降，温度也必然降低，手若握在喇叭筒上易被冻伤。
- 3、使用二氧化碳灭火器时，一定要注意安全，因为当空气中的二氧化碳含量高达20~30%时，会使人精神不振，呼吸衰弱，严重时可能因窒息而死亡。
- 4、使用灭火器时要迅速、果断，不遗留残火，以防复燃。扑灭容器内液体燃烧时，不要直接冲击液面，以防燃烧着的液体溅出或流散到外面使火势扩大。

五、思考题

- 1、本次练习所使用的灭火器在构造、灭火剂、灭火原理、应用范围、使用性能、操作方法上有何区别？
- 2、使用泡沫灭火器时为什么不能象干粉灭火器一样直接用肩扛到火场？

基础练习二 马弗炉的基本操作

一、目的

- 1、熟悉马弗炉的基本结构。
- 2、学习掌握瓷坩埚的编号和灼烧。
- 3、掌握马弗炉的操作方法。

二、仪器与试剂

马弗炉、挥发分坩埚、普通坩埚、坩埚架、坩埚钳、0.5~1%三氯化铁（ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ）水溶液（或加有三氯化铁的普通蓝墨水）。

三、练习内容

- 1、了解马弗炉的基本结构

对照实物指出：

- (1) 马弗炉的型号、规格、属于电阻丝式不是硅碳棒式。
- (2) 马弗炉体、温度控制器、热电偶等组成部分的结构、性能及其位置。
- (3) 马弗炉的最高工作温度，常用工作温度，额定电流和额定电压等技术指标。

2、空箱试验

- (1) 调整机械零点，注意所用高温电炉是否使用补偿导线和冷端补偿器，使用时怎样调节机械零点，不使用时又怎样调节机械零点。
- (2) 将控温指针调节至800℃，并检查电流表、电压表指针是否在“零值”。
- (3) 接通电源，打开温度控制器电源开关，检查电炉、温度的、控制器及热电偶能否正常工作。
- (4) 将炉温升到并恒定至800℃，检查控温器能否自动控制温度。

3、瓷坩埚的编号与灼烧

- (1) 用削尖的火柴梗蘸取0.5~1%三氯化铁溶液，在洗净、晾干的普通坩埚、挥发分坩埚的外壁和盖子上编写号码。
- (2) 把已编号的坩埚置于坩埚架上，用长坩埚钳夹住送到已升至800℃的马弗炉口进行预热，然后再推入炉膛中央，在800~950℃的温度下进行第一次灼烧，时间为45分钟左右，如果是新坩埚，需灼烧1小时。
- (3) 灼烧后，关闭电源开关，打开炉门，将坩埚移至炉门口，待红热稍退后，用坩埚钳将坩埚从炉中取出，放在洁净的三角上，或放在洁净的耐火瓷板上，在空气中冷却至红热退去，再将坩埚移入干燥器中，并连续推开干燥器1~2次，然后冷却至室温（约需50~60分钟）。
- (4) 将冷却至室温的坩埚再按上述操作送入800~950℃的马弗炉中，进行第二次灼烧，灼烧时间为20分钟左右，灼烧后，仍按上述操作进行冷却处理。

四、注意事项

- (1) 坩埚灼烧温度应与以后灼烧沉淀或其它物质的温度一致。
- (2) 灼烧普通坩埚时，坩埚盖不能盖严，应留有缝隙，灼烧结束时应立即盖上，灼烧挥发分坩埚时，应盖好坩埚盖。
- (3) 用坩埚钳从炉内取出热坩埚时，坩埚应预冷，且不可触及炉壁，在空气中冷却时间一般为5分钟。
- (4) 温度批示仪上的绿灯亮表示升温，红灯亮表示恒温，在升温过程中，可从炉门中间的圆窗观察炉内坩埚的灼烧情况。

五、思考题

- 1、马弗炉的发热体是什么？炉体外壳与炉膛之间的夹层由什么材料组成？
- 2、和马弗炉配套使用的热电偶的名称是什么？使用热电偶时应注意哪些问题？
- 3、怎样进行马弗炉的升温与恒温操作。

基础练习三 抽气过滤装置的安装

一、目的

- 1、熟悉抽气过滤装置的主要仪器
- 2、掌握抽气过滤装置的组装方法

二、仪器与器材

吸滤瓶、布氏漏斗、安全瓶、水压真空抽气泵、自来水龙头、橡皮管、玻璃弯管等。

三、练习内容

1、选择一个大小适合于吸滤瓶口的橡皮塞子，用选好的钻孔器在预定的位置上钻一个孔，将布氏漏斗的长颈插入，然后把配有布氏漏斗的橡皮塞子塞入吸波瓶口，橡皮塞塞进吸滤瓶的部分一般不超过整个橡皮塞高度的 $1/2$ ，调节布氏漏斗的位置，使布氏漏斗的颈口与吸滤瓶的支管相对。

2、选择两个大小合适于安全瓶口的橡皮塞子，用选好的钻孔器在第一个橡皮塞子的预定位置钻一个孔，将两个制作好的玻璃弯管插入，然后把这两个配有玻璃弯管橡皮塞子分别塞入安全瓶的两个瓶口，同样，橡皮塞子塞入吸滤瓶的部分不超过塞子高度的 $1/2$ 。调节两个玻璃弯管的位置，使较短玻璃弯管管口伸出橡皮塞少许，较长玻璃弯管伸入安全瓶至接近瓶底。

将水压真空抽气泵安装在自来水龙头上，然后按图 所示，从左到右依次安放好吸滤瓶，安全瓶，并用橡皮管把吸滤瓶的支管和安全瓶的短玻璃弯管相连，把安全瓶的长玻璃弯管与水泵相连。

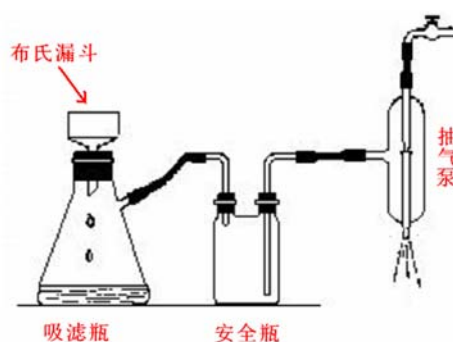


图 1-1 抽气过滤装置

四、注意事项

1、安装在吸波瓶上的橡皮塞子不宜过小，否则，在吸滤时，整个橡皮塞子被吸进吸滤瓶而不易取出。

2、安全瓶的长管接水泵，短管接吸滤瓶，不得按错。布氏漏斗的颈下口应与吸滤瓶的支管相对，便于吸波。

五、思考题

- 1、布氏漏斗的颈下口为什么要和吸滤瓶的支管相对？
- 2、安全瓶的长管为什么不能和吸滤瓶的支管相接？

基础练习四 常用洗涤液的配制

一、目的

- 1、熟悉溶解、加热、转移、稀释等基本操作
- 2、练习托盘天平、量筒等仪器的使用方法
- 3、了解一般溶液的配制方法，掌握常用洗涤液的配制

二、仪器与试剂

仪器：托盘天平，研钵，250ml烧杯、20ml、100ml量筒，200ml棕色试剂瓶，250ml试剂瓶，250ml磨口瓶，500ml塑料瓶，酒精灯，石棉网，铁三角，玻璃棒等。

试剂： $K_2Cr_2O_7$ （工业用），浓硫酸（1.84）， $KMnO_4$ （分析纯），NaOH（分析纯），浓盐酸（1.19），95%乙醇（分析纯）

三、练习内容

1、配制铬酸洗涤液

称取研细的工业用 $K_2Cr_2O_7$ 5.0g，置于250ml烧杯中，加入10ml蒸馏水，加热使其溶解。冷却后，慢慢加入82ml浓硫酸，边加入边搅拌，并注意观察铬酸洗涤液的颜色，配好后倒入250ml磨口瓶中，盖好瓶盖，贴好标签，备用。

2、配制碱性高锰酸钾洗涤液

称取4.0g高锰酸钾，放于250ml烧杯中，再称取氢氧化钠10.0g，放于同一烧杯中，量取100ml蒸馏水，分次加入并不断搅拌，使高锰酸钾和氢氧化钠充分溶解，将溶解部分小心地移入200ml棕色瓶中，如此反复操作，直至高锰酸钾全部溶解为止，再用蒸馏水反复冲洗烧杯，并将冲洗液一并倒入棕色试剂瓶中，至烧杯内壁无红紫色，最后用剩余的蒸馏水稀释到100ml，盖紧瓶塞，摇匀，贴好标签，备用。

3、配制碱—乙醇洗涤液

称取60.0g氢氧化钠，置于250ml烧杯中，加入60ml蒸馏水，搅拌，溶解后倾入500ml塑料瓶中，再用95%乙醇稀释至500ml，盖紧瓶盖，摇匀，贴好标签，备用。

4、配制（1:1）盐酸溶液

量取100ml蒸馏水，倒入250ml烧杯中，慢慢加入100ml浓盐酸，搅匀后小心地移入250ml试剂瓶中，盖紧瓶盖，贴好标签，备用。

四、注意事项

1、配制铬酸洗液时，必须将浓硫酸慢慢加入重铬酸钾的水溶液中，绝不能将重铬酸钾水溶液倒入浓硫酸中。

2、配制碱性高锰酸钾洗液时，一定要使固体高锰酸钾完全溶解，最好使用煮沸并冷却的蒸馏水，以除去水中的还原性杂质。

3、使用浓硫酸和浓碱液时，必须注意安全，以免灼伤。碱—乙醇洗液若保存在玻璃试剂瓶中，必须配制橡皮塞子，并尽可能地避免用玻璃瓶长期存放。

五、思考题

1、为什么不能将重铬酸钾的水溶液倒入浓硫酸？

2、为什么碱性高锰酸钾洗液要保存在棕色瓶中，并配制橡皮塞子？

3、配制碱—乙醇洗涤液时，为什么必须先在烧杯内溶解氢氧化钠？

基础练习五 玻璃仪器的洗涤与干燥

一、目的

1、熟悉合成洗涤剂和铬酸洗涤液的使用性能

2、掌握玻璃容器和玻璃量器的洗涤及干燥操作

二、仪器与试剂

仪器：烧杯，三角烧瓶，圆底烧瓶，细口试剂瓶，滴瓶，酸式滴定管，碱式滴定管，移液管，对应形状毛刷若干。

三、练习内容

（一）玻璃仪器的洗涤与干燥

1、洗涤

（1）用水刷洗 分别用对应形状的毛刷蘸水刷洗烧杯、锥形瓶、圆底烧瓶、试剂瓶、滴瓶等，冲去可溶物质，刷去附着在容器壁上的尘土和难溶物质。

（2）用合成洗涤剂刷洗

- ①用热水将合成洗涤剂配成溶液。
- ②把用水刷洗过的玻璃仪器内的水倒净。
- ③用毛刷蘸取合成洗涤剂的热溶液，将用水洗过的各种玻璃仪器的内外壁再仔细刷洗一遍。
- ④用自来水冲洗上述玻璃容器的内外壁，直至没有微小的洗涤剂液滴留下为止。
- ⑤最后用蒸馏水再冲洗2~3次，每次的蒸馏水用量，采取少量多次的原则，将洗净的仪器倒置时，器壁上不应挂一滴水珠。

2、干燥

(1) 烘干 把洗净的烧杯、烧瓶、锥形瓶等玻璃容器的水控净，口向上置于温度为105~110℃的电热恒温干燥箱中恒温干燥1小时，烘干后冷却至室温备用。

(2) 晾干 把洗净的试剂瓶，滴瓶等玻璃容器倒置控净水分，置于无尘的干燥处，任其自然晾干，或放在具有透气孔的玻璃柜内进行自然干燥。

(二) 玻璃量器的洗涤

1、酸式滴定管的洗涤

(1) 滴定管若无明显的油污，可直接用自来水冲洗，或者用滴定管刷蘸取合成洗涤剂热溶液刷洗，然后再用自来水和蒸馏水冲洗干净。

(2) 若滴定管内有油污不易洗净时，可用铬酸洗液洗涤，洗涤时先把酸式滴定管内的水分控净，关闭活塞，倒入10~15ml铬酸洗液，两手平端滴定管，边转动边向管口倾斜，直到洗涤布满滴定内壁为止，竖起后，打开活塞，将洗液放回原瓶中，若油污严重，可倒入温热洗液浸泡一段时间，放回洗液后，先用自来水冲洗干净，再用蒸馏水冲洗3~4次，倒置于滴定管架上，洗净的滴定管管壁应完全被水均匀地润湿而不挂水珠。

2、碱式滴定管的洗涤

碱式滴定管的洗涤方法与酸式滴定管基本相同，但要注意铬酸洗液不能直接接触橡皮管，否则橡皮管易变硬损坏，为此，可先把碱式滴定管的尖嘴部分取掉，橡皮管及玻璃珠仍留在滴定管上，然后将滴定管倒置，并立于装有铬酸洗液的烧杯中，再把滴定管上端的橡皮管连接在抽水泵上，打开抽水泵，轻挥玻璃珠，待洗液徐徐上升到接近胶管处停止，让洗液浸泡一段时间后，将洗液放回原瓶中，然后用自来水把滴定管冲洗干净，再用蒸馏水淋洗3~4次，倒置于滴定管架上备用。

3、移液管和吸量管的洗涤

先用自来水冲洗一次，再用铬酸洗涤液洗涤。操作方法是以右手持移液管或吸量管上端，并将其下端插入洗液中，左手拿洗耳球，将拇指或食指放在洗耳球上方，先把球内空气放出，再把洗耳球尖端接在移液管或吸量管的上管口，慢慢松开左手手指，将洗液吸入管内，直至上升到刻度以上部分，等待片刻后，将洗液放回到原瓶中，如果吸量管需要在洗液中浸泡较长时间时，应准备一个高型玻璃筒或大量筒，筒底铺些玻璃毛，筒内装满铬酸洗液，将吸量管直立筒中，筒口用玻璃片盖上，浸泡一段时间后，取出吸量管，沥尽洗液，然后用自来水和蒸馏水依次冲洗干净，置于洁净的移液架上备用，洗净的移液管和吸量管内壁不应沾挂水珠。

4、容量瓶的洗涤

用铬酸洗涤液洗涤容量瓶时，先将瓶内水分控净，然后倒入铬酸洗液10~20ml，盖严瓶塞，边转动边向瓶口倾斜，至洗液布满容量瓶的全部内壁，放置片刻，将洗液倒回原瓶中，依次用自来水和蒸馏水冲洗干净备用。

四、注意事项

- (1) 用滴定管刷刷洗滴定管时，毛刷顶端铁丝不应碰击滴定管内壁，以免划伤内壁。
- (2) 使用洗耳球吸取铬酸洗涤液时，不要将洗液吸入球内，以免腐蚀。使用铬酸洗涤

液进，要注意安全，防止灼伤。

五、思考题

- 1、为什么玻璃量器不宜使用去污粉刷洗？
- 2、为什么玻璃量器不宜采用加热烘干的方法干燥？

基础练习六 简单玻璃工操作

一、目的

- 1.练习切割、弯曲玻璃管(棒)
- 2.掌握酒精喷灯的使用、简单玻璃工的基本操作
- 3.制作滴管、搅拌棒、玻璃钉。

二、仪器与试剂

酒精喷灯（连续使用时间一般不超过30分钟），玻璃管(棒)各1根，小砂轮，石棉网，火柴，95%酒精，烧杯，湿抹布

三、练习内容

- 1、玻璃管（棒）的清洗和切割
- 2、玻璃管（棒）的弯曲
- 3、滴管制作

四. 操作步骤

（一）切割

- 1、朝固定位置的同一方向锉（稍深）
- 2、两大拇指顶住锉痕背后，轻轻向前推，同时朝两边拉。

（二）弯曲

- 1、氧化焰加热（离喷口1cm），加热长度约5cm。
- 2、两手速度均匀一致地旋转。
- 3、玻璃管（棒）软化后移出火焰弯曲。
- 4、两手水平持着着力，顺势弯曲，否则出现瘪痕或纠结。
- 5、退火处理。

（三）制作玻璃钉和搅拌棒

1、制作玻璃钉：（1）将玻璃棒一端烧软至红热；（2）往桌上石棉网上按，注意不可用力过猛。

2、制作搅拌棒：（1）将玻璃棒一端烧软（45度角倾斜）；（2）转动烧至平滑即可。

（四）制作滴管

- 1、切割玻璃管15~20cm，中端垂直火焰加热。
- 2、玻璃管受热软化，移出火焰，水平拉长至直径2~3mm止。
- 3、冷却，截断中间细的部分。
- 4、倾斜45度角加热另一端，变软后往石棉网上垂直接压，使变凸起。
- 5、冷却，套橡皮头。

五、注意事项

- 1、练习玻璃工基本操作时，必须穿戴工作服，夏季操作时，不准赤膊或穿短裤。
- 2、放在工作台上的半成品或成品若不知冷热，不得直接用手去拿，应先用手接近物件，如无热的感觉时，方可直接拿取。初学者则容易疏忽，常被烫伤。

3、拉玻璃管时，就其管壁应尽量拉得厚一些，太薄易断裂划破手指。

五、思考题：

1、切割、弯曲玻璃管（棒）和拉制毛细管时应注意的问题有哪些？

2、玻璃管（棒）加工完毕后为什么要退火？

3、用三角锉截断玻璃管（棒）时，为什么只能向一个方向锉，而不能来回锉？

基础练习七 等臂双盘电光天平的使用和称量

一、目的

1、熟悉天平各部件的名称和作用

2、掌握天平零点和灵敏度的测定方法

3、掌握称量操作，能进行准确称量

二、仪器与器材

半自动双盘电光天平或全自动双盘电光天平、称量瓶、坩埚、托盘天平、50ml小烧杯。

三、练习内容

1、天平的检查

(1) 检查天平的横梁、吊耳、称盘、环码等部件是否处于正常的位置，指数盘内外圈是否对准零位。

(2) 检查天平称盘，底板及其它部件是否清洁，变色硅胶是否呈蓝色，砝码是否齐全对号，若称盘和底板有灰尘或污物，应清除干净，若变色硅胶呈粉红色，就能予以更换。

(3) 检查天平是否处于水平位置，若水准气泡不在圆圈中心，应用两个垫脚螺丝将水准气泡调节在圆圈的中心位置。

2、熟悉天平的构造和砝码组合

(1) 对照实物指出天平的各部件名称、作用以及所处的位置。

(2) 打开砝码盒，认识砝码，熟悉砝码的面值及在砝码盒内的正确位置以及砝码的组合形式。熟悉用指数盘加减环码的方法及指数盘上的读数。

(3) 接通电源，轻轻转动旋钮，开启天平，观察天平指针的摆动情况，投影屏上微分标尺的移动情况和大小分度值。

3、天平零点的测定

测定天平的零点时，若微分标尺上的零线恰好与投影屏上的标线重合或者零点在 $\pm 0.2\text{mg}$ 范围内，可记录零点的读数。重复测定2~3次，取其平均值。若投影屏上的标线与微分标尺上的零线不重合，零点也不在 $\pm 0.2\text{mg}$ 范围内，则应根据零点相关大小，分别用平衡螺母或零点微调杆来调整，直至微分标尺上的零线对准投影屏上的标线或者零点在 $\pm 0.2\text{mg}$ 范围内为止。

4、天平灵敏度的测定

测定并调整好天平的零点后，在开平左盘放一个校准过的 10mg 砝码（或游码），开启天平，测定其平衡点，两值之差即为空载的灵敏度。若微分标尺移至98~102个分度范围内，即灵敏度在 $10 \pm 0.2\text{格/mg}$ 之间，可记录灵敏度读数，重复2~3次，取其平均值。若天平的灵敏度不在 $10 \pm 0.2\text{格/mg}$ 范围内，应用重心铰进行调整，使之符合要求，但调整灵敏度后，必须重新测定和调正零点，然后再复测灵敏度，如此反复操作，直至灵敏度和零点都符合规定为止。

5、称量练习

(1) 测定并调节天平的零点，重复2~3次，取其平均值。

(2) 将称量瓶放入天平左盘，关好左边侧门，估计或用托盘天平粗称称量瓶的质量，在天平右盘加入砝码和环码，按称量操作程序测定天平的平衡点，重复2~3次，取其平均值。

(3) 计算称量瓶的质量，准确到0.1mg，与教师核对称量结果。

(4) 按相同的称量操作程序，分别称出坩埚和50ml小烧杯的质量。

四、原始记录和数据处理

天平编号：

测定日期：

1、天平的空载时灵敏度测定

次数	1	2	3	平均值
零点	+0.1	+0.1	0.0	+0.1
平衡点 (10mg)	+10.1	+10.0	+10.1	+10.1
空载灵敏度	$10.1-0.1/\text{mg}=10\text{格}/\text{mg}$			
空载分度值	0.1mg/格			

2、称量瓶质量 (g)

次数	1	2	3	平均值
零点	-0.0001	-0.0001	-0.0001	-0.0001
平衡点	+0.0032	+0.0032	+0.0032	+0.0032
砝码质量	$10+3+1+1+0.53=14.5300$			
称量瓶质量	$14.5300+0.0032+0.0001=14.5333$			

3、坩埚质量 (g)

次数	1	2	3	平均值
零点				
平衡点				
砝码质量				
坩埚瓶质量				

4、50ml小烧杯质量 (g)

次数	1	2	3	平均值
零点				
平衡点				
砝码质量				
烧杯瓶质量				

五、思考题

- 1、什么叫天平的零点、平衡点、灵敏度和分度值？
- 2、在加减砝码、环码或取放称量物时为什么必须关闭天平？
- 3、是否分析天平的灵敏度越高，其称量的准确度就越高？
- 4、称量物体试重时，微分标尺向着负数方面移动，表示物体重不是砝码重？

基础练习八 不等臂单盘电光天平的使用和称量

一、目的

- 1、熟悉不等臂天平的构造，学会测定天平的零点
- 2、掌握称量方法，能进行正确的称量

二、仪器与器材

不等臂单盘电光天平，托盘天平，称量瓶，坩埚，50ml小烧杯等。

三、练习内容

1、天平的检查

- (1) 检查天平的吊耳、称盘、砝码等部件是否处在正常位置。
- (2) 检查天平的称盘、底板及其它部件是否清洁，若有灰尘或污物，应清除干净。
- (3) 检查天平是否处于水平位置，必须时应用底脚螺丝进行调整。
- (4) 将减码数字窗口和微读数字窗口的数字调节到“零”位。

2、熟透天平的构造

- (1) 对照实物指出天平各组成部分的名称、作用、及所处正确位置。
- (2) 指出天平底部面板上各操作手钮及其它控制部件的名称、性能、位置及操作方法。
- (3) 接通电源，开启天平，观察投影屏上微分标尺的移动情况，熟悉微分标尺的读数。

3、测定天平的零点

开启天平，测定天平的零点，使投影屏微分标尺上的“00”刻线位于黑双线中间正中位置。

4、称量练习

- (1) 测定并调节天平的零点，重复2~3次，取其平均值。
- (2) 在天平关闭的情况下，将称量瓶放在称盘中央，估计或用托盘天平粗称称量瓶的大致质量，将停动手钮向后旋转30°，在天平“半开”的情况下进行减码，按使用规则和称量操作程序测定的平衡点，重复2~3次，取其平均值。
- (3) 计算称量瓶的质量，精确到0.1mg。
- (4) 按相同的称量操作程序称出坩埚和小烧杯的质量。

四、原始记录 and 数据处理

天平编号：

测定日期：

1、称量瓶的质量 (g)

次数	1	2	3	平均值
零点				
平衡点				
砝码质量				
称量瓶质量				

2、坩埚质量 (g)

次数	1	2	3	平均值
零点				
平衡点				
砝码质量				
坩埚瓶质量				

3、50ml小烧杯质量 (g)

次数	1	2	3	平均值
零点				
平衡点				
砝码质量				
烧杯瓶质量				

五、思考题

- 1、怎样测定不等臂单盘天平的零点？
- 2、为什么要在天平处于半开状态时进行减码操作？
- 3、不等臂单盘天平和等臂双盘天平相比较，其性能有哪些优越的地方？

基础练习九 分析天平称量练习

一、目的

- 1、掌握直接称量法、固定质量称量法和递减称量法
- 2、练习并熟练掌握分析天平的基本操作和常用称量方法
- 3、培养准确、整齐、简明记录实验原始数据的习惯

二、仪器和用品

托盘天平、半机械电光分析天平、电子天平、表面皿、称量瓶、纸条、烧杯， $K_2Cr_2O_7$ 。

三、称量练习

1、直接称量法练习

该法一般用于称量某一不吸水，在空气中性质稳定固体（如坩埚、金属、矿石等）的准确质量，称量时将被称量物直接放入分析天平中，称出其准确质量。

在半机械电光分析天平（或电子天平）中称出空瓶（瓶身+瓶盖）的准确质量，将称量结果记录在表中。

直接法称量练习结果记录表

	空称量瓶（瓶身+瓶盖）的质量（g）
托盘天平称得的值	
分析天平称得的值	

2、固定质量称量法练习

该法一般用于称取某一固定质量的试样（一般为液体或固体的粉末，且不吸水，在空气中性质稳定）。称量时先在分析天平上称出干净的器皿（一般为称量瓶、烧杯、坩埚、表面皿等）的准确质量，再将分析天平增加固定质量的砝码后，往天平的器皿中加入略少于固定质量的试样，再轻轻震动药匙使试样慢慢撒入器皿中，直至其达到应称质量的平衡点为止。

在半机械电光分析天平（或电子天平）中称出3份 $K_2Cr_2O_7$ 样品，每份 $0.5000 \pm 0.0001g$ ，将称量结果记录于表中

固定质量称量练习结果记录表

记录项目	1	2	3
称样皿质量（ m_0 , g）			
称样皿质量+试样（ m_1 , g）			
试样质量（ m , g）			

3、递减称量法练习

该法多用于称取易吸水、易氧化或易与 CO_2 反应的物质，要求称取物的质量不是一个固定质量，而只要符合一定的质量范围即可，称量时首先在托盘天平上称出称量瓶的质量，再将适量的试样装入称量瓶中，在托盘天平上移出其质量，然后放入分析天平中称出其准

准确质量 m_1 (如果是用电子天平, 可不使用托盘天平, 而直接在电子天平上称出准确质量)。取出称量瓶, 移至小烧杯或锥形瓶上方, 将称量瓶倾斜, 用称量瓶盖轻敲瓶口上部, 使试样慢慢落入容器中, 当倾出的试样已接近所需要的质量时, 慢慢地将瓶竖起, 再用称量瓶盖轻敲瓶口上部, 使黏在瓶口的试样落在称量瓶中, 然后盖好瓶盖, 将称量瓶放回天平盘上, 称出其质量, 如果这时倾出的试样质量不足, 则继续按上法倾出, 直至合适为止, 称得其质量 m_2 , 如此继续进行, 可称取多份试样。两次质量之差即为倾出的试样质量。

第一份试样质量= m_1-m_2

第二份试样质量= m_2-m_3

.....

在半机械电光分析天平上用该法称出3份 $K_2Cr_2O_7$ 样品, 每份0.3~0.4g, 将称量结果记录于表中。

称量瓶和试样的质量 (g)	试样序号	试样质量 (g)
$m_1=$		
$m_2=$	1	$m_1- m_2=$
$m_3=$	2	$m_2- m_3=$
$m_4=$	3	$m_3- m_4=$

四、思考题

1、用分析天平称量的方法有哪几种, 直接称量法、固定称量法和递减称量法各有何优缺点, 在什么情况下选用何种称量方法?

2、在实验中记录的有效数字是几位, 为什么?

基础练习十 气体采样

一、目的

1、熟悉气体取样容器的结构和使用方法

2、掌握气体的采样方法

二、仪器与试剂

仪器: 吸气瓶, 吸气管, 双链球, 流水抽气泵, 水准瓶, 弹簧夹, 橡皮塞, 橡皮管, 直角玻璃弯管, 带活塞玻璃弯管。

试剂: 1% HCl 的 $NaCl$ 饱和溶液或2% H_2SO_4 的 Na_2SO_4 饱和溶液。

二、练习内容

(一) 常压气体的采样

1、用吸气瓶采样

按图3-32组装吸气瓶装置, 在吸气瓶内装入适量封闭液, 用橡皮管将气样瓶与采样阀(或采样管)连接起来。然后开启采样阀, 按吸气瓶取样的操作方法采取适量气体, 将气样瓶及导气管充分转换后, 重复取样操作, 采取需要量的气样。

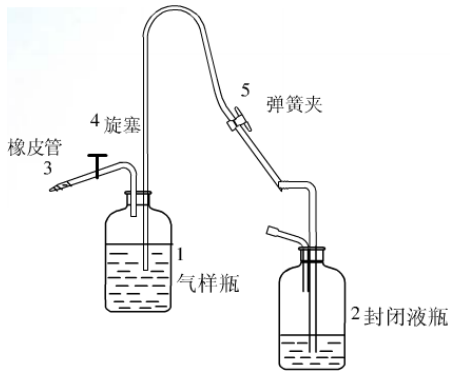


图 3-1 吸气瓶

2、用吸气管采样

按图3-33组装吸气管装置并装入适量封闭液，用橡皮管将气样管与采样阀连接起来，然后开启采样阀，按吸气管取样操作方法采取适量气体，充分置换气样管与导气管，重复取样操作，采取需要量的气样。

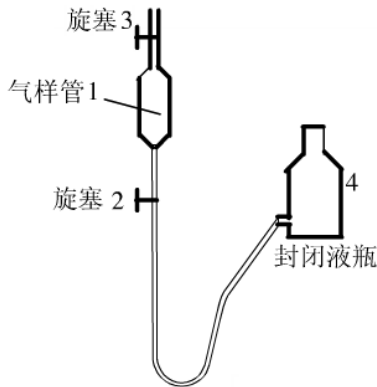


图 3-2 吸气管

3、用双链球从大气中采样

在双链球胶皮管上连接一个球胆，在采样位置反复挤压吸气球，被采气体经贮气球进入球胆中，将球胆充分转换后，重复操作，采取适量的气样。

4、用流水抽气泵采样

按图3-34组装流水抽气法取样装置，用橡皮管将吸气管与采样阀接通，再用橡皮管把流水抽气泵与自来水龙头接通，开启采样阀，按流水抽气泵减压法操作采取气样。

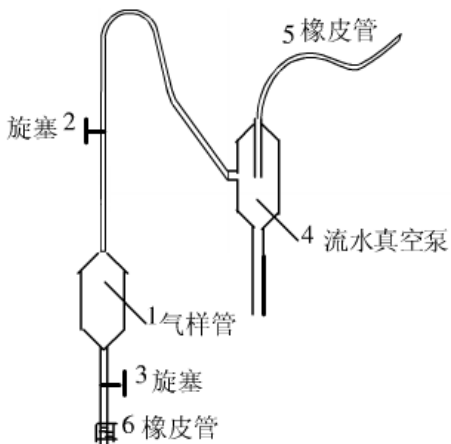


图 3-3 流水抽气泵法采样装置

(二) 正压气体采样

1、用球胆采样

在球胆入口下配一附有弹簧夹的橡皮管，通过橡皮管将球胆与采样阀连接起来，打开弹簧夹，开启采样阀，采取适量气体，充分置换球胆，采取需要量的气体。

2、用气袋采样

用真空泵抽出气袋内的空气，关闭气袋进出口旋塞，用橡皮管把气袋与采样阀连接起来，开启气袋旋塞和采样阀，采取适量的气体，将气袋充分置换后，再采取需要量的气样。

四、思考题

- 1、什么是常压气体，正压气体和负压气体？
- 2、用吸气瓶和吸气管怎样采取常压气体？
- 3、在怎样的情况下用流水抽气泵减压法采取气样？
- 4、采样时为什么必须用样气充分置换气样容器？
- 5、怎样用球胆采取正压气样？

基础练习十一 水样的采取

一、目的

- 1、熟悉水样的采取装置的构造
- 2、掌握水样的采取方法

二、采样装置

水样采集瓶

三、练习内容

1、从塘水或池水中采样

用水样采集瓶按其操作方法在塘水或池水中采取水样

2、从河水或井水中采样

从河水中采样时，应观察河水的流速，选择流速最大的地方作为采样点，按水样采集瓶的操作方法在采样点采取表层水样。从井水中采样时，按水样采集瓶的操作方法采取全液层水样。

四、思考题

- 1、采样结束后，为什么要迅速盖紧瓶塞，并且不得留有气泡？
- 2、用水样采集瓶怎样采取一定深度液层的试样和全液层的试样？
- 3、在中等河流中采样时，为什么要采取流速最大部位的表层水？

基础练习十二 煤焦试样的采取与制备

一、目的

- 1、练习从商品煤堆中采取煤样的方法
- 2、熟悉平均煤样的制备过程

二、仪器与器材

盛样桶、舌形铲、破碎机、分样器、厚钢板、手锤、网孔内径为25mm及13mm的筛网、标准分样筛、500ml磨口玻璃广口瓶。

三、练习内容

1、从商品煤堆中采样

根据煤量的大小，按规定方法确定应采子样的数目，按煤堆的不同形状，将子样数目均匀地分布在煤堆顶部及斜面上，底部采样点应距离地面0.5m，按表3-2确定每个子样的最小质量，然后再按从物料堆中采样的操作方法，在各采样点上用舌形铲取规定量的子样，置于盛样桶中。

2、分析煤样的制备

分析煤样的制备过程如图3-35所示，即

- (1) 将采得的所有子样倒在一起，混合成一个原始平均试样；
- (2) 对于水分不大的煤样可用破碎机一次破碎至粒度小于3mm，然后再用缩分器缩分出100g，装于样品瓶中，贴好标签，称量后送分析室测定煤样的全水分。

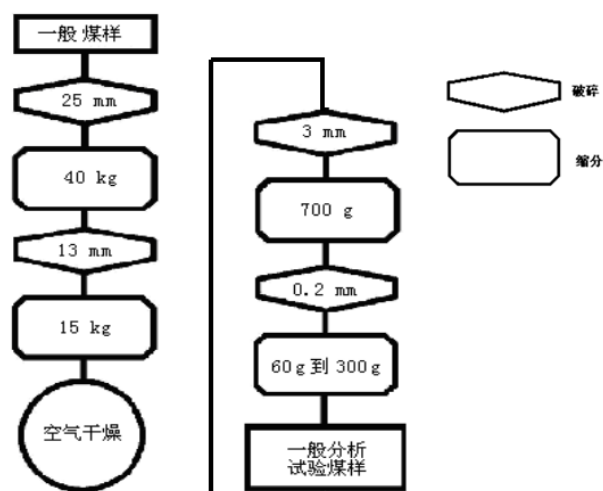


图 3-4 一般分析试验煤样制备程序

(3) 对于水分太大的，不能顺利通过破碎机和缩分器的煤样，可进行人工破碎，当破碎至粒度小于13mm时，混匀后摊平，按图3-36所示的九点法缩分出200g煤样，装于样品瓶中密封，贴标签，称量，送分析室测定全水分。

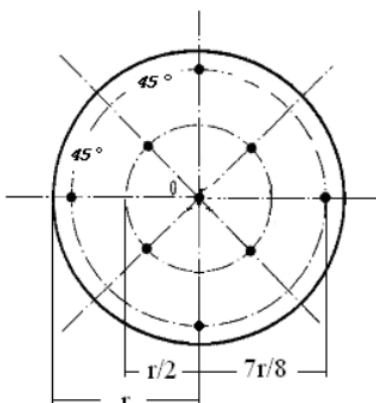


图 3-5 九点取样法

(4) 将粒度小于3mm的煤样经破碎、筛分、掺合、缩分的重复操作，制备成粒度为0.2mm，质量为100g的分析煤样，再将分析煤样置于浅瓷盘中，在室温下进行自然干燥，然后装入样品瓶中，供分析使用，煤样的装入量不得超过样品瓶容积的3/4。

四、思考题

1、什么叫破碎、筛分、掺合及缩分？

- 2、什么是标准分样筛？分样筛的规格以什么表示？
- 3、怎样用堆锥法掺合煤样？怎样用四分法、棋盘法、九点法缩分煤样？
- 4、怎样制备测定全水分煤样。

基础练习十三 试样的分解

一、目的

- 1、熟悉各种分解试样的方法
- 2、掌握分解试样的原则
- 3、练习试样的分解操作和溶（熔）剂的选择

二、仪器与试剂

仪器：高温炉，电热板，电热恒温水浴锅，分析天平，瓷坩埚，坩埚钳，酒精灯，万用电炉，250ml 烧杯，100ml、250ml 容量瓶，250ml 锥形瓶，量筒，钳坩埚等。

试剂：HCl (1+1)，30% H_2O_2 ， HNO_3 (1+1)，浓 HCl，浓 HNO_3 ，NaOH (固)，NaF (固)， $Na_2CO_3-KNO_3$ 混合熔剂 (12:1)， $H_2SO_4-H_3PO_4-H_2O$ 混合酸 (1:1:1)。

三、练习内容

(一) 金属及其合金试样的分解

1、铜及铜合金试样的分解

(1) 以HCl+ H_2O 溶样 准确称取试样1g，置于250ml烧杯中，加入40ml HCl (1+1) 溶液，7~10ml 30% H_2O_2 ，溶解完全后煮沸1分钟，除去过量的 H_2O_2 ，冷却，移入250ml容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

(2) 以 HNO_3 溶解 准确称取0.2~2.0g，置于250ml烧杯中，加入20ml HNO_3 (1+1) 溶液，加热溶解后，移入250ml容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

2、铝及铝合金试样的分解

(1) 酸溶法 准确称取试样0.1g，置于250ml烧杯中，加入浓HCl 10~15ml，为了使溶液澄清，可滴加30% H_2O_2 溶液，待剧烈反应缓和后，加热蒸发至近干，冷却，用水溶解盐类物质，移入100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

(2) 碱溶法 准确称取试样0.25g于250ml塑料杯中，加入固体NaOH 4g，水15ml于沸水浴中加热溶解，待试样全溶后，加入30% H_2O_2 溶液10滴，继续加热煮沸1分钟，除去过量的 H_2O_2 ，用流水冷却后，移入250ml容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

(二) 矿石试样的分解

1、铁矿试样的分解

(1) 硫磷混合酸溶样 准确称取0.5g铁矿样于250ml锥形瓶中，加入硫磷混合酸15ml，再加入0.5g NaF，用小火加热，并不断地摇动锥形瓶，使矿样完全溶解。

(2) 盐酸—氟化钠溶样 准确称取0.5 g铁矿样于250ml烧杯中，用水润湿，加入0.5gNaF，20ml浓盐酸，于低温电热板上加热溶解，直至残渣变为白色 (SiO_2) 时，试样则完全溶解。

(3) 碱熔法 准确称取铁矿样0.5g，置于预先加有8g $Na_2CO_3-KNO_3$ 混合熔剂的镍坩埚中，充分拌匀，再覆盖一层溶剂，置于高温炉中，升温至750℃，并保持30分钟，取出后冷却至室温，将熔块移入250ml烧杯中，用热水洗净坩埚，将洗涤液并入烧杯中，再加水50ml，加热煮沸数分钟，同时捣碎溶块，如果出现绿色的锰酸根，加几滴乙醇并煮沸还原，冷却后移入100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

2、磷矿试样的分解

(1) 碱熔法 准确称取1~1.5g试样, 放入盛有约4g经熔融并冷却的NaOH的镍坩埚或银坩埚中, 上面再覆盖约4gNaOH, 然后将坩埚置于高温炉中, 先在低温处慢慢地加热熔融, 不规则逐渐升高温度到600~700℃, 继续熔融10分钟, 待熔融物呈均匀暗红色流体时, 停止加热, 转动坩埚, 使熔融物均匀地附在坩埚壁上, 冷却至温热, 置于250ml烧杯中, 加入70~100ml沸水, 立即盖上表面皿。待熔融物脱落后, 以少量水冲洗表面皿, 用热水及盐酸溶液洗净坩埚, 将洗涤液并入烧杯内, 在不断地搅拌下, 立即加入30ml浓盐酸, 加热煮沸至溶液清亮, 冷却至室温后, 定量转入250ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

(3) 酸溶法 准确称取1~1.5g试样, 置于250ml烧杯中, 用少量水润湿后, 加入20~25ml浓盐酸和7~9ml浓H₂SO₄, 盖上表面皿, 混匀, 在电热板或砂浴上缓慢加热煮沸30分钟, 取下烧杯, 冷却至室温后, 定量转入容量瓶中, 用水稀释到刻度, 摇匀。

四、思考题

- 1、用酸溶法分解试样时, 常用的溶剂有哪些?
- 2、用碱溶法分解试样时, 常用的溶剂有哪些?
- 3、用熔融法分解试样时, 常用的溶剂有哪些?
- 4、什么为半熔法? 常用的半熔混合剂有哪些?
- 5、选择分解试样的方法和溶(熔)剂时, 应注意哪些问题?

基础练习十四 移液管和吸量管的基本操作

一、目的

掌握移液管和吸量管的洗涤和操作方法

二、仪器与试剂

仪器: 25ml移液管1支, 250ml烧杯1个, 250ml容量瓶1个, 玻璃棒1支, 250ml锥形瓶1个, 5ml和1ml吸量管各1支, 洗耳球1个, 吸水纸等。

试剂: 铬酸洗涤液

三、练习内容

1、移液管的使用

(1) 洗涤 按移液管的洗涤操作方法, 用铬酸洗液将移液管洗涤至内壁和下部的内壁不挂水珠为止。

(2) 吸取溶液(以水代替) 先用吸水纸将移液管尖端内外的水吸净, 再用待吸溶液将移液管淋洗2~3次, 然后用洗耳球分别吸取溶液到移液管标线以上, 立即用稍带润湿的右手食指按住移液管的上口。

(3) 调节液面 将移液管提离液面, 使管尖紧靠容量瓶内壁, 用右手食指控制其上管口, 使管内溶液从下口流出, 直至管内溶液弯月面的最低点与标线相切, 用食指按紧管口, 取出移液管, 插入接受容器锥形瓶中。

(4) 放出溶液 使锥形瓶倾斜, 移液管直立, 管下端紧贴锥形瓶内壁, 放开食指, 让溶液自然地流下, 待液面下降至管尖后停留15秒, 再取出移液管。

2、吸量管

(1) 洗涤 将5ml和1ml吸量管用铬酸洗液洗涤后, 再用自来水和蒸馏水冲洗干净, 使其内外壁上被均匀润湿而不挂水珠。

(2) 吸取溶液(以水代替) 用吸水纸将吸量管尖端内外壁的水吸净, 再用烧杯内的待吸溶液将吸量管淋洗3次, 然后用洗耳球吸取溶液至吸量管最上面的标线以上, 用右手食

指迅速按住管口。

(3) 调节液面 将吸量管提离液面，管尖端紧靠烧杯内壁，用右手食指控制上管口，使管内液面平衡下降，直至管内溶液的弯月面与最上面的标线相切，用食指按紧管口，取出吸量管，插入锥形瓶中。

(4) 放出溶液 如欲量取2.5ml或0.5ml溶液时，使锥形瓶倾斜，吸量管直立，管尖紧贴锥形瓶内壁，用食指控制管口，使管内溶液从下口流出，直至2.5ml吸量管内溶液的弯月面与2.5ml的刻度线相切，1ml吸量管内的液面与0.5ml的刻度线相切时，用食指按紧管口，将吸量管移去。

四、思考题

- 1、移取溶液前，为什么必须用欲取溶液将移液管或吸量管淋洗几次？
- 2、吸取溶液时，为什么要随时注意容器中待吸溶液液面和移液管尖的位置？
- 3、放出溶液时，为什么当管内液面下降到管尖后再等15秒钟才能取出移液管？
- 4、用移液管吸取溶液时，为什么通常不能把残留在管尖内的少量溶液吹出？

基础练习十五 滴定管的基本操作

一、目的

掌握滴定管的洗涤和操作方法

二、仪器与试剂

仪器：50ml酸式滴定管1支，50ml碱式滴定管1支，250ml锥形瓶1个，250ml烧杯1个，滴定架1台，凡士林等。

试剂：0.1%甲基红酒精溶液，铬酸洗涤液。

三、练习内容

1、酸式滴定管基本操作

(1) 洗涤（略）

(2) 涂油 取下活塞，按涂油操作方法在活塞上涂一层凡士林，然后将活塞径直插入活塞孔中，向同一方向旋转活塞柄，直至活塞和活塞孔上的凡士林油膜均匀、透明、无有纹络，活塞转动灵活且不漏水为止。

(3) 试漏 按照酸式滴定管试漏的操作方法检查滴定管的活塞处是否漏水，若无漏水现象，且活塞转动灵活，即可使用，否则，应将活塞取出，重新涂油。

(4) 装溶液 将试剂瓶内的标准溶液（以水代替）摇匀，用此溶液将滴定管淋洗3次，然后把试剂瓶内的标准溶液（水）直接倒入滴定管中，直至管内液面上升到“0”刻度以上。

(5) 赶气泡 先检查滴定管尖端内和活塞孔中是否有气泡，若有气泡，则按酸式滴定管赶气泡的操作方法将气泡排除，使溶液充满尖嘴管。

(6) 调零 排除气泡后，再加入标准溶液至“0”刻度以上，然后调节液面在0.00ml刻度处，备用。

(7) 滴定 将滴定管垂直地夹在滴定管架上，用左手控制滴定管活塞转动以及溶液的流出速度，右手握持锥形瓶，按酸式滴定管滴定的操作方法，一边摇一边滴定，直至准确到达滴定终点为止，即管内液（水）面下降到20ml刻度左右。

(8) 读数

① 无色溶液读数 使视线与管内溶液（水）弯月面下缘的最低点相切。

② 深色溶液读数 使视线与管内深色溶液（水+甲基红批示剂）液面两侧的最高点相切。

③ 蓝线衬背滴定管读数 使视线与蓝线上下两尖端相交点在同一水平面上。

④ 借读数卡衬背读数 以黑色读数卡作为背景，读数时视线与黑色弯月面下缘的最低点相切，以白色读数卡作为背景时，使视线与管内液面两侧的最高点相切。

2、碱式滴定管基本操作

(1) 洗涤（略）

(2) 试漏 选择合适的乳胶管和玻璃珠，把碱式滴定管装配好，按碱式滴定管试漏的操作方法，检查滴定管是否漏水，液滴的流出能否灵活控制，如不符合要求，则重新装配。

(3) 将溶液 参照酸式滴定管装溶液的操作方法，分别各三支滴定管装入溶液至“0”刻度以上。第一支滴定管装入无色溶液，以蒸馏水代替，第二支滴定管装入有色溶液，以蒸馏水加甲基红批示剂代替，第三支蓝线衬背滴定管中装入无色溶液，仍以蒸馏水代替。

(4) 赶气泡 对光检查乳胶管和尖嘴管内是否存在气泡，若有气泡，按碱式滴定管赶气泡的操作方法将气泡排除。

(5) 调零 将气泡赶出后，再分别加入标准溶液至“0”刻度以上，重新调节液面在0.00ml刻度处。

(6) 滴定 按碱式滴定管滴定的操作方法，用上述装好溶液的滴定管分别进行滴定，滴定时，左手滴定，右手摇瓶，边滴边摇。直至达到滴定终点（此处管内液面分别下降到20ml刻度左右）。

(7) 读数 按酸式滴定管的读数方法，分别进行各滴定终点的读数，并用黑白读数卡练习无色溶液和有色溶液的读数。要求读到小数后第二位。

四、思考题

1、怎样进行滴定管涂油，试漏操作？

2、装溶液前，为什么要用待装标准溶液将滴定管润洗几次？

3、将溶液时，为什么必须把试剂瓶中的标准溶液直接倒入滴定管中？

4、进行滴定管的读数时，应遵守哪些规则？

基础练习十六 一般溶液的配制

一、目的

掌握溶液浓度的计算方法及溶液的配制方法。

二、仪器与试剂

仪器：量筒（10mL）1个，烧杯（250mL）2个，容量瓶（250ml）2个，托盘天平。

药品： H_2SO_4 （浓），NaCl（固体）。

三、练习内容

1、配制250ml 0.9% NaCl溶液（密度取1g/mL）。

(1) 计算需称取的NaCl质量

$$m_{NaCl} = 0.9\% \times 250 \times 1 = 2.25g$$

(2) 用托盘天平称取1.35gNaCl, 放入洁净的250ml烧杯中, 加适量蒸馏水溶解, 将溶液沿玻璃棒注入250ml容量瓶中, 用少量蒸馏水洗涤烧杯2~3次, 洗涤液也注入到容量瓶中, 然后用蒸馏水加入容量瓶至刻线, 盖好瓶塞, 摇匀, 贴好标签备用。

2、用密度为1.84g/cm³ 98%的浓H₂SO₄配制0.5mol/L的稀H₂SO₄ 250ml。

(1) 计算配制250ml 0.5mol/L的稀H₂SO₄ 溶液需要的浓H₂SO₄的体积。

$$V_{浓H_2SO_4} = \frac{98 \times 0.5 \times \frac{250}{1000}}{1.84 \times 98\%} = 6.8ml$$

(2) 在250ml干净的烧杯中注入大约100ml蒸馏水, 用10ml的量筒量取6.8ml浓H₂SO₄, 沿玻璃棒缓缓注入烧杯中, 并不断搅拌, 用少量蒸馏水洗涤量筒2~3次, 洗涤液也注入烧杯, 用玻璃棒慢慢搅动, 使溶液混合均匀并冷却。

(3) 把冷却到室温的硫酸溶液沿玻璃棒注入250ml容量瓶中, 用少量蒸馏水洗涤烧杯2~3次, 洗涤液也注入到容量瓶中, 然后加入蒸馏水至刻度下5~10ml, 继续将容量瓶冷却到室温, 加蒸馏水至容量瓶刻线, 盖上瓶塞, 摇匀, 贴好标签备用。

四、思考题

- 1、按操作步骤叙述如何配制250ml 0.5mol/L (1/2N₂CO₃) 溶液?
- 2、配制酸碱溶液时, 为什么必须待溶液冷却后方可倒入容量瓶?

基础练习十七 盐酸标准溶液的配制与标定

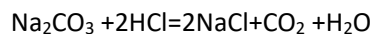
一、目的

- 1、掌握减量法准确称取基准物的方法。
- 2、掌握滴定操作并学会正确判断滴定终点的方法。
- 3、学会配制和标定盐酸标准溶液的方法。

二、原理

由于浓盐酸容易挥发, 不能用它们来直接配制具有准确浓度的标准溶液, 因此, 配制HCl标准溶液时, 只能先配制成近似浓度的溶液, 然后用基准物质标定它们的准确浓度, 或者用另一已知准确浓度的标准溶液滴定该溶液, 再根据它们的体积比计算该溶液的准确浓度。

标定HCl溶液的基准物质常用的是无水Na₂CO₃, 其反应式如下:



滴定至反应完全时, 溶液pH为3.89, 通常选用溴甲酚绿—甲基红混合液或甲基橙作指示剂。

三、仪器及试剂

仪器: 25ml酸式滴定管、烧杯、锥形瓶、玻璃棒、250ml容量瓶, 分析天平。

试剂: 浓盐酸(密度1.19)、无水Na₂CO₃、甲基橙或者溴甲酚绿—甲基红混合液指示剂(量取30ml溴甲酚绿乙醇溶液(2g/L), 加入20ml甲基红乙醇溶液(1g/L), 混匀)。

四、练习内容

(一) 0.1mol/L盐酸标准溶液的配制:

量取2.2ml浓盐酸, 注入250 mL水中, 摇匀。装入试剂瓶中, 贴上标签。

(二) 盐酸标准溶液的标定:

1、标定步骤

准确称取0.19~0.21克 于270~300℃灼烧至质量恒定的基准无水碳酸钠, 称准至

0.0002 g。溶于50mL水中，加2~3滴甲基橙作指示剂，用配制好的盐酸溶液滴定至溶液由黄色变为橙色，加热煮沸2分钟，冷却后继续滴定至溶液呈橙色，记下盐酸溶液所消耗的体积。同时作空白试验。（空白试验即不加无水碳酸钠的情况下重复上述操作。）

2、原始记录

名称	第一份	第二份	第三份	空白试验
倾样前称量瓶+Na ₂ CO ₃ 质量 (g)				
倾样后称量瓶+Na ₂ CO ₃ 质量 (g)				
Na ₂ CO ₃ 质量 (g)				
HCl初读数 (ml)				
HCl终读数 (ml)				
消耗V _{HCl} (ml)				
c _{HCl} (mol/L)				
c _{HCl} (mol/L) 平均值				
平均偏差				

3、计算

$$c_{HCl} = \frac{m \times 1000}{(V_{HCl} - V_0) \times 52.99}$$

式中： m—基准无水碳酸钠的质量， g。

V_{HCl}—盐酸溶液的用量， ml。

V₀—空白试验中盐酸的用量， ml。

52.99—碳酸钠（1/2 Na₂CO₃）摩尔质量， g/mol。

c_{HCl}—盐酸标准溶液的浓度， mol/L。

以上平等测定3次的算术平均值为测定结果。

五、思考题

- 1、用称量法标定盐酸溶液时，基准无水碳酸钠为什么必须进行预处理？
- 2、以甲基橙或溴甲酚绿—甲基红混合液指示剂标定盐酸溶液时，为什么滴定至终点时要加热煮沸赶出CO₂？

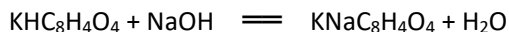
基础练习十八 氢氧化钠标准溶液的配制和标定

一、目的

- 1、掌握用基准邻苯二甲酸氢钾和比较法标定氢氧化钠溶液浓度的方法。
- 2、掌握以酚酞为指示剂判断滴定终点。
- 3、掌握不含碳酸钠的氢氧化钠溶液的配制方法

二、原理

氢氧化钠滴定液是进行容量分析常用的滴定液，采用间接配制法。由于 NaOH 极易吸收空气中的水分和 CO₂，因而市售 NaOH 常含有 Na₂CO₃。由于 Na₂CO₃ 的存在对指示剂的使用影响较大，应设法除去。由于 Na₂CO₃ 在 NaOH 的饱和溶液中不易溶解，因此，通常将 NaOH 配成饱和溶液（含量约为 52%，相对密度约为 1.56），装塑料瓶中放置，待 Na₂CO₃ 沉淀后，量取一定量上清液，稀释至所需配制的浓度，即得。为消除溶解在水中的 CO₂ 的影响，用来配制氢氧化钠滴定液的蒸馏水，应加热煮沸放冷，以除去其中的 CO₂。邻苯二甲酸氢钾标定氢氧化钠滴定液，滴定反应为：



到达化学计量点时，溶液呈弱碱性，可用酚酞作为指示剂。

注意事项：

1. 固体氢氧化钠应在表面皿上或在小烧杯中称量，不能在称量纸上称量。
2. 盛装基准物的 3 个锥形瓶应编号，以免张冠李戴。

三、仪器与试剂

仪器：分析天平，托盘天平(带砝码)，小烧杯，容量瓶(250mL)，碱式滴定管(25mL)，锥形瓶(250mL)，量筒(100mL)，烧杯(500mL)，塑料瓶(250mL)，细口瓶(500mL)，吸量管(25mL)，胶塞，玻璃棒，锥形瓶。

试剂：氢氧化钠(A.R)，邻苯二甲酸氢钾(基准物质)，酚酞指示剂(0.1%乙醇溶液)。

四、练习内容及步骤

1. NaOH 标准溶液的配制

(1) NaOH 饱和溶液的配制 取 NaOH 约 120g，倒入装有 100mL 蒸馏水的烧杯中，搅拌使之溶解成饱和溶液。冷却后，置于塑料瓶中，静置数日，澄清后备用。

(2) NaOH 标准溶液(0.1mol/L)的配制 取澄清的 NaOH 饱和溶液 0.6mL，加新煮沸放冷的蒸馏水 100mL，搅拌摇匀，倒入细口瓶中，密塞，即得。

2. NaOH 标准溶液(0.1mol/L)的标定

称取在 105~110°C 干燥至恒重的邻苯二甲酸氢钾 3.0~3.5g 一份，称至小数点后四位，置于小烧杯中，用新煮沸并冷却的蒸馏水溶解、定容成 250ml 溶液。用 25ml 移液管准确移取此溶液三份，分别置于三支已编号的 250mL 锥形瓶中，加酚酞指示剂 2 滴，用待标定的 NaOH 标准溶液滴定至溶液呈浅红色，在 30s 内不褪色即为终点，记录消耗 NaOH 溶液的体积。

3、数据记录

项目	1	2	3
$m_{\text{邻苯二甲酸氢钾}} / \text{g}$			
NaOH 溶液初读数/ mL			
NaOH 溶液终读数/ mL			
$V_{\text{NaOH}} / \text{mL}$			
$c_{\text{NaOH}} / (\text{mol/L})$			
$\bar{c}_{\text{NaOH}} / (\text{mol/L})$			
相对平均偏差/ %			

4、计算

$$c_{\text{NaOH}} = \frac{c_{\text{邻苯二甲酸氢钾}}}{V_{\text{NaOH}}} \times 25$$

$$= \frac{m_{\text{邻苯二甲酸氢钾}} \times 1000}{M_{\text{邻苯二甲酸氢钾}} \times 250} \times 25 \quad (M_{\text{邻苯二甲酸氢钾}} = 204.22)$$

五、思考题

- 1、配制标准 NaOH 溶液时，用台秤称取固体 NaOH 是否影响浓度的准确度？
- 2、标定时用邻苯二甲酸氢钾比用草酸有什么好处？

基础练习十九 滴定管的校准

一、目的

掌握用称量法校准滴定管的基本原理及基本操作

二、原理

称量滴定管某一刻度范围内所放出的纯水质量，根据该温度时纯水的密度，将纯水的质量换算成20℃时的体积，然后用此值与滴定管的刻度值相比较，可得到滴定管容积的校准值。其换算公式为：

$$V_{20} = \frac{m_t}{\gamma_t}$$

式中 m_t — t ℃时，称得滴定管放出的纯水质量，g；

γ_t — t ℃时，1ml纯水的质量，g，查表3-10；

V_{20} — m_t 克纯水在20℃时的体积，ml。

三、仪器与试剂

仪器：分析天平，烘箱，50ml滴定管1支，50ml具塞锥形瓶1个。

试剂：铬酸洗涤液。

四、练习内容

1、在洗净的50ml滴定管中，装满纯水并调节液面至“0”刻度处，记录水温，然后将50ml具塞锥形瓶洗净，烘干，称其质量，记录数据。

2、从滴定管中以滴定的速度放出10ml纯水（不一定恰好等于10.00ml，但相关也不应大于0.1ml），置于已准确称量过的50ml锥形瓶中，称量锥形瓶与纯水的质量，精确至小数后第二位，记录数据，两次称量之差即为放出纯水的质量。

3、从滴定管中再放出10ml纯水于同一锥形瓶中，按上述操作，再记录读数，称量锥形瓶及纯水的质量，计算第二次放出的纯水质量，如此逐段放出和称量，直到50ml刻度为止。

4、滴定管各段放出纯水质量分别除以表3-10中所示的该温度时纯水的密度，就可以求出滴定管各段在20℃（常温）时的真实容积。

5、滴定管每次放出纯水的体积称表观体积，用滴定管各段的真实容积减去滴定管各段放出的纯水的表观体积，求出滴定管各段的校准值，然后再计算出滴定管的总校准值，用此值来校准滴定后用去溶液的体积。

五、思考题

1、校准滴定管时，为什么锥形瓶和纯水的质量只须准确到0.01g？

2、怎样将不同温度下水或稀溶液的体积换算到20℃时的体积？

基础练习二十 移液管和容量瓶的校准

一、目的

1、掌握用称量法校准容量瓶的方法

2、掌握用相对校准法校准移液管和容量瓶的方法。

二、原理

称量法校准容量瓶的原则是用称得的容量瓶内所容纳的纯水的质量，除以该温度时1ml纯水质量（查表3-10），即得到容量瓶的真实容积，重新刻度，予以校准。

用相对校准法校准移液管和容量瓶的原则是由于移液管和容量瓶经常配套使用，因此，在实际应用时，要求它们容积之间成一定的比例关系。

三、仪器与试剂

仪器：托盘天平1台，250ml容量瓶2个，温度计，250ml烧杯1个，25ml移液管1支，玻璃棒1支，洗耳球及滤纸等。

试剂：铬酸洗涤液。

四、练习内容

1、用称量法校准容量瓶

(1) 用托盘天平称取洁净干燥的250ml容量瓶的质量（称准至0.1g）。

(2) 将250ml烧杯内与室温平衡的蒸馏水沿玻璃棒倒入250ml容量瓶中，直至弯月面下缘的最低点恰好与瓶颈标线相切，用滤纸吸干瓶颈内壁水珠，随即盖紧瓶塞，仔细将瓶外壁擦干，然后再称其质量，两次称量之差即为容量瓶所容纳的纯水质量。

(3) 根据水温，从表3-10中查出该温度时1ml纯水的质量，然后用此值去除容量瓶中所容纳纯水的质量，即可求出该容量瓶的真实容积，用钻石笔将校准的容积刻在瓶壁上，供以后使用。

2、用相对校准法校准移液管和容量瓶

用洁净的25ml移液管吸取蒸馏水至标线，按滴定分析时的操作注入洁净干燥的250ml容量瓶中，如此进行10次，观察瓶颈处水的弯月面下缘是否恰好与标线相切，若不相切，则可依据液面在瓶颈上重新刻一标线，此容量瓶和移液管配套使用时，应以新的标线为准。

五、思考题

- 1、用称量法校准250ml容量瓶时，为什么不用分析天平称量？
- 2、用称量法校准容量瓶时，怎样计算容量瓶的校准值？
- 3、用相对校准法校准后的移液管和容量瓶为什么必须配套使用？
- 4、使用校准后的滴定分析仪器时，为什么还要进行溶液体积的校准？