

化验员 基本操作与实验技术

柯以侃 周心如 编著
王崇臣 王淑俊

化学工业出版社

·北京·

定价：23.00元

前 言

本书是为工作在各行各业生产第一线化验室和各级质检部门的化验员以及分析检验专业的学生编写的,介绍分析化验基本操作和实验技术的实用的指导性书籍。

当前分析检验技术已发生了根本性变化,新技术、新方法和新仪器层出不穷。化验员需要掌握的基本操作和实验技术已不仅是传统意义上的所谓“老三件”(滴定管、移液管和容量瓶)的操作方法和普通分析仪器的使用。为进一步提高化验员的技术水平,以适应新的形势,在化学工业出版社和责任编辑的提议下编写了本书。

全书共有 11 章,其中包括:化验室操作技术基础;化验室常用设备的使用、定量化学分析基本操作;采样、样品前处理及分离、纯化等基本操作与实验技术;电化学分析、原子吸收光谱分析、紫外可见吸收光谱分析、红外吸收光谱分析、气相色谱和高效液相色谱分析基本操作和实验技术等。

本书在编写过程中,力求遵循以下原则:

(1) 书中全面介绍了完成整个分析过程所包括的取样、样品前处理、干扰组分分离及测定等各个步骤需要掌握的基本操作和实验技术,测定技术既包括经典的化学分析基本操作,又重点介绍了当前广泛使用的分析仪器的使用方法,以及仪器的维护保养、检定、故障分析和排除等。编写中尽可能使本书的内容涵盖面宽一些,以满足工作在各行各业的化验员的需要。

(2) 书中尽可能多介绍一些目前受到广泛重视的、有良好的应用前景的新的操作技术和方法,如微波制样技术、微波萃取、固相萃取、固相微萃取、导数光谱技术及傅里叶变换红外光谱技术等。使化验员能面对日益复杂的分析任务。

(3) 本书介绍的内容有助于规范基本操作和提高仪器的操作能力。化学分析的基本操作已有一套较规范的操作规程,但至今仍有些不同的看法,如对滴定速度的掌握问题。书中介绍的操作规程尽量符合国家相关标准的规定与要求。另外,目前各类分析仪器的型号众多,更迭十分频繁,不同型号的同一种仪器操作方法亦不相同。为此,在介绍仪器的操作方法时不针对某种具体的型号,而是介绍每类仪器操作的基本过程和原则以及相关的注意事项,希望读者在此基础上,能借助于仪器的操作说明书独立完成仪器的操作,以达到融会贯通适应使用各类仪器的目的。

(4) 仪器的检定工作是保证仪器正常使用和测定数据准确的必要环节。本书在编写时尽可能介绍国家颁布的各类仪器检定的最新标准,使化验员具备仪器检定的

初步能力。

分析化学是一门实践性极强的基础技术学科，在培养化验员的过程中，要特别重视基本操作和实验技术的训练，希望本书能有助于化验员操作技能的提高，本书可作为化验工作人员的自学参考书，也可供相关专业和培训班的教学和参考之用。本书由北京化工大学柯以侃（第二、七、八章）、周心如（第一、三、五、九、十章）、王淑俊（第六章）和北京建筑工程学院王崇臣（第四、十一章）编写，全书由柯以侃统稿。

本书在出版过程中得到了化学工业出版社的支持和本书责任编辑的指导，在此，对他们及所引文献的所有作者一并致谢。

由于编者水平所限，不足之处在所难免，恳请读者批评指正。

编著者

2008年3月

目 录

第一章 化验室操作技术基础	1
第一节 玻璃仪器及其他器具的使用	1
一、常用玻璃仪器及使用	1
二、石英玻璃仪器	11
三、瓷器和非金属材料器皿的使用	12
四、贵金属及其他的金属坩埚	13
五、塑料制品的使用	14
六、移液器的使用	15
第二节 分析实验室用水	18
一、实验室用水的分级、储存及检验方法	18
二、实验室用水的制备方法	21
第三节 分析天平和称量操作	23
一、天平的分类、准确度级别及选用	23
二、单盘天平使用、保养及故障排除	25
三、电子天平使用、保养及故障排除	28
四、称量方法	30
五、称量操作注意事项	32
六、天平的检定	32
七、砝码及砝码的检定	37
第四节 化学试剂	39
一、化学试剂的分类、分级和包装	39
二、标准物质	42
三、化学试剂的性质及使用方法	45
四、化学危险品的存放和保管	53
第五节 溶液制备	54
一、溶液组成及溶液稀释	54
二、溶液制备方法	57
参考文献	67
第二章 定量化学分析基本操作与实验技术	69
第一节 滴定分析仪器及其使用	69

一、移液管和吸量管	69
二、容量瓶	73
三、滴定管	75
第二节 滴定分析仪器的校准	80
一、绝对校准法	80
二、相对校准法	81
三、滴定管、移液管和容量瓶绝对校准的操作步骤	82
四、移液管、容量瓶相对校正步骤	83
五、温度改变时溶液体积的校准	84
第三节 重量分析基本操作与实验技术	84
一、样品的溶解	84
二、沉淀	85
三、过滤和洗涤	85
四、沉淀的干燥和灼烧	90
参考文献	91
 第三章 化验室常用设备的使用	93
第一节 电热设备	93
一、电炉、电热板和电热套	93
二、电热恒温干燥箱和培养箱	94
三、真空干燥箱	97
四、电热恒温水(油)浴箱	99
五、高温炉	100
第二节 制冷设备及空气调节器	102
一、冷藏冷冻箱(电冰箱)	102
二、空气调节器	105
第三节 电动设备	107
一、电动离心机	107
二、电动搅拌器	108
三、磁力搅拌器	110
四、振荡器	110
第四节 超声清洗设备	111
一、概述	111
二、超声波清洗机的使用方法	112
第五节 微波制样设备	113
一、微波制样概述	113
二、微波制样的原理及特点	113

三、微波消解的设备	114
四、微波消解的操作方法	116
五、微波萃取的原理及设备	117
六、微波萃取的操作方法	118
第六节 仪器分析辅助设备	119
一、空气压缩机	119
二、真空泵	120
三、气体钢瓶及减压阀	122
四、净化空气发生器(全自动空气源)	126
五、氢气发生器	127
六、氮气发生器	129
七、氢空一体机和氮氢空一体机	131
参考文献	132
 第四章 分离和纯化基本操作与实验技术	133
第一节 挥发分离法	133
一、升华	133
二、常压蒸馏	136
三、亚沸蒸馏	138
四、减压蒸馏	139
五、水蒸气蒸馏	141
六、分馏	142
第二节 沉淀与共沉淀分离法	144
一、直接沉淀法	144
二、均相沉淀分离法	145
三、共沉淀分离法	147
第三节 溶剂萃取	150
一、液-液萃取分离操作	150
二、固体试样的萃取	152
第四节 固相萃取和固相微萃取	153
一、固相萃取的装置	153
二、固相萃取的固定相	156
三、固相萃取操作过程	156
四、固相微萃取方法	158
第五节 离子交换分离法	162
一、离子交换树脂	162
二、离子交换分离操作方法	164

第六节 色谱分离法	165
一、柱色谱	166
二、薄层色谱法	168
三、纸色谱	174
第七节 重结晶	177
一、选择溶剂	177
二、重结晶装置	179
三、重结晶操作	179
第八节 其他分离方法概述	182
一、膜分离法	182
二、浮选分离法	184
三、超临界流体萃取	186
参考文献	189
 第五章 电化学分析法基本操作与实验技术	191
第一节 概述	191
一、电化学分析法简介	191
二、电化学分析法的特点及应用	192
第二节 电位分析法	192
一、参比电极和指示电极	192
二、直接电位法	197
三、电位滴定法	205
第三节 电导分析法	208
一、电导分析法概述	208
二、电导率仪及其使用方法	208
三、电导分析方法	211
第四节 库仑分析法	212
一、库仑分析法概述	212
二、微库仑分析原理	213
三、微库仑仪的使用	214
四、卡尔-费休库仑法测定微量水	215
参考文献	216
 第六章 原子吸收光谱分析法基本操作与实验技术	217
第一节 概述	217
一、原子吸收光谱分析法简介	217
二、原子吸收光谱分析法特点及应用范围	217

第二节 原子吸收分光光度计	218
一、原子吸收分光光度计的基本结构	218
二、原子吸收光谱仪的主要部件	219
第三节 原子吸收分光光度计操作技术	234
一、原子吸收分光光度计的工作环境及仪器安装	234
二、原子吸收分光光度计的操作方法	236
第四节 原子吸收分光光度计的日常维护、检定和常见故障的排除	240
一、原子吸收分光光度计的日常维护和保养	240
二、原子吸收分光光度计的检定	241
三、原子吸收分光光度计使用中常见故障及其排除	246
第五节 原子吸收光谱定量分析基本操作与实验技术	247
一、分析试样的制备	247
二、原子吸收分析最佳条件的选择	250
三、原子吸收光谱分析中的干扰及其消除方法	253
四、原子吸收光谱定量分析方法	258
参考文献	260
 第七章 紫外可见吸收光谱法基本操作与实验技术	261
第一节 概述	261
一、紫外可见吸收光谱法简介	261
二、紫外可见吸收光谱法特点及应用范围	261
第二节 紫外可见分光光度计	262
一、紫外可见分光光度计结构概况	262
二、仪器的主要部件	264
第三节 紫外可见分光光度计操作技术	270
一、紫外可见分光光度计工作环境及仪器安装	270
二、紫外可见分光光度计的操作方法	271
第四节 紫外可见吸收光谱定性分析基本操作和实验技术	275
一、定性分析的一般步骤	275
二、定性鉴定中的常用方法	277
第五节 紫外可见分光光度计的日常保养维护、检定和常见故障	277
一、仪器的日常保养、维护	277
二、紫外可见分光光度计的技术指标及检定方法	278
三、仪器故障诊断与排除方法	282
第六节 紫外可见吸收光谱定量分析基本操作与实验技术	284
一、标准溶液和样品的制备	284
二、测量条件的选择	285

三、显色条件的选择	287
四、紫外可见吸收光谱分析定量方法	287
参考文献	295
第八章 红外吸收光谱法基本操作与实验技术	297
第一节 概述	297
一、红外吸收光谱法简介	297
二、红外吸收光谱法特点及应用范围	298
第二节 红外光谱仪	298
一、红外光谱仪的基本结构	298
二、仪器的主要部件简介	299
第三节 红外光谱仪操作技术	301
一、红外光谱仪工作环境及仪器安装	301
二、傅里叶变换红外光谱仪的一般操作步骤	303
三、红外光谱数据的处理	304
第四节 红外光谱样品制备技术	307
一、固体样品的制备技术	308
二、液体样品的制备技术	312
三、气体样品的制备技术	316
四、特殊样品的制备技术	318
第五节 红外光谱仪的日常管理、检定和常见故障排除	325
一、红外光谱仪的日常管理和维护	325
二、傅里叶变换红外光谱仪的技术指标及检定方法	326
三、红外光谱仪常见故障及其排除方法	331
第六节 红外吸收光谱定量分析基本操作与实验技术	331
一、峰高和峰面积的测量	331
二、定量分析中的样品制备技术	334
三、定量分析计算方法	337
参考文献	339
第九章 气相色谱法基本操作与实验技术	341
第一节 概述	341
一、气相色谱法简介	341
二、气相色谱法特点及应用范围	341
三、气相色谱法术语和参数	342
第二节 气相色谱仪器	345
一、气相色谱仪的基本结构	345

二、气相色谱仪各部件介绍	347
第三节 气相色谱操作技术	350
一、气相色谱仪工作环境和仪器安装要求	350
二、气相色谱仪的安装	350
三、气相色谱仪操作方法	351
四、微量注射器进样操作技术	352
五、气相色谱填充柱	353
六、气相色谱毛细管柱	356
七、气相色谱检测器操作技术	363
第四节 气相色谱仪的检定和常见故障排除方法	369
一、气相色谱仪的检定	369
二、气相色谱仪故障原因和排除方法	373
第五节 气相色谱定量分析方法	376
一、气相色谱定量方法的选择	376
二、建立气相色谱定量分析方法的一般要求	377
三、影响气相色谱定量分析准确度的因素与对策	378
参考文献	379
第十章 高效液相色谱法基本操作与实验技术	381
第一节 概述	381
一、高效液相色谱法简介	381
二、高效液相色谱法的特点和应用范围	381
三、液相色谱法术语和参数	382
第二节 高效液相色谱仪器	382
一、液相色谱仪的基本结构	382
二、高效液相色谱仪各部件介绍	383
第三节 高效液相色谱仪器操作方法	390
一、液相色谱仪工作环境和仪器安装要求	390
二、液相色谱仪的安装	390
三、液相色谱仪操作方法	391
第四节 高效液相色谱方法	393
一、高效液相色谱方法的分类	393
二、高效液相色谱方法简介	393
第五节 固定相和流动相	395
一、液相色谱固定相	395
二、液相色谱流动相	396
第六节 高效液相色谱系统和分离条件的选择	399

一、高效液相色谱分离系统的选择	399
二、高效液相色谱分离条件的选择	400
第七节 高效液相色谱柱	400
一、高效液相色谱柱的类型	400
二、高效液相色谱柱的评价	401
三、高效液相色谱柱的使用	402
四、高效液相色谱柱的保存、清洗和再生	403
五、液相色谱柱使用中出现的问题和解决方法	404
六、色谱柱的维护	406
第八节 高效液相色谱检测器操作技术	406
一、紫外-可见光检测器	406
二、二极管阵列检测器	409
三、示差折光检测器	410
四、荧光检测器	411
五、蒸发光散射检测器	414
六、电化学检测器	415
第九节 高效液相色谱仪的检定、维护和常见故障排除方法	416
一、液相色谱仪的检定	416
二、高效液相色谱仪的维护保养	418
三、高效液相色谱仪故障和排除方法	420
四、高效液相色谱安全要求	423
第十节 高效液相色谱方法的建立和方法论证	424
一、建立高效液相色谱方法的一般步骤	424
二、HPLC 定量分析方法的验证	427
三、高效液相色谱定量分析的误差来源	428
参考文献	429
第十一章 样品前处理操作技术	431
第一节 采样	431
一、概述	431
二、固体样品的采集与制备	433
三、液体样品的采集与制备	441
四、气体样品的采集和处理	448
五、生物样品的采集与制备	458
第二节 样品前处理	461
一、概述	461
二、无机物的前处理——溶解和熔融	463

三、有机试样的分解和样品制备	466
四、生物样品的预处理	469
五、微波消解样品预处理技术	474
六、超声波萃取	474
第三节 样品溶液的浓缩和试样的干燥	475
一、样品溶液的浓缩	475
二、试样干燥	478
参考文献	483

第一章 化验室操作技术基础

第一节 玻璃仪器及其他器具的使用

一、常用玻璃仪器及使用

(一) 常用玻璃仪器

玻璃具有很高的化学稳定性、热稳定性、良好的透明性和绝缘性能，在化验室中大量使用。制作玻璃仪器的玻璃称为“仪器玻璃”，玻璃的化学组成不同，其理化性能不同，表 1-1 列出了仪器玻璃的化学组成、性质及用途。

表 1-1 仪器玻璃的化学组成、性质及用途

玻璃种类	通称	化学组成/%						线膨胀系数 /K ⁻¹	耐热急变温差 /℃	软化点 /℃	主要用途
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	B ₂ O ₃	Na ₂ O K ₂ O	CaO	ZnO				
特硬玻璃	特硬料	80.7	2.1	12.8	3.8	0.6	—	22×10 ⁻⁷	>270	820	制作耐热烧器
硬质玻璃	九五料	79.1	2.1	12.5	5.7	0.6	—	44×10 ⁻⁷	>220	770	制作烧器产品
一般仪器玻璃	管料	74	4.5	4.5	12	3.3	1.7	71×10 ⁻⁷	>140	750	制作滴管、吸
量器玻璃	白料	73	5	4.5	13.2	3.8	0.5	73×10 ⁻⁷	>120	740	管及培养皿等 制作量器等

特硬玻璃和硬质玻璃是高硼硅酸盐玻璃，热稳定性高，耐酸、耐水性能好，适于制作烧器。玻璃不耐碱和氢氟酸的腐蚀。碱性溶液不能储于玻璃容器中，更不能加玻璃磨口塞，应储于聚乙烯等塑料容器中。氢氟酸及含氟的盐类或反应生成如上产物的溶液同样不能储存在玻璃容器中。

表 1-2 列出了常用玻璃仪器的名称、规格、用途及使用注意供选购及使用参考。

表 1-2 常用玻璃仪器的名称、规格、用途及使用注意

名 称	规 格	主 要 用 途	使 用 注 意
(1)烧杯	容量/mL: 1; 5; 10、15、25、50、100、250、400、500、600、1000、2000	配制溶液、溶样等	加热时应置于石棉网上,使其受热均匀,一般不可烧干

续表

名 称	规 格	主 要 用 途	使 用 注 意
(2) 三角烧瓶 (锥形瓶)	容量/mL: 50、100、250、 500、1000	加热处理试样和容量 分析滴定	除有与上相同的要求外,磨口 三角瓶加热时要打开塞,非标准 磨口要保持原配塞
(3) 碘瓶	容量/mL: 50、100、250、 500、1000	碘量法或其他生成挥 发性物质的定量分析	同三角烧瓶
(4) 圆(平)底 烧瓶	容量/mL: 250、500、1000 可配橡皮塞号: 5~6、6~ 7、8~9	加热及蒸馏液体;平底 烧瓶又可自制洗瓶	一般避免直接火焰加热、隔石 棉网或各种加热套、加热浴加热
(5) 圆底蒸馏 烧瓶	容量/mL: 30、60、125、250、 500、1000	蒸馏;也可作少量气体 发生反应器	同圆底烧瓶
(6) 凯氏烧瓶	容量/mL: 50、100、300、500	消解有机物质	置石棉网上加热,瓶口方向勿 对向自己及他人
(7) 洗瓶	容量/mL: 250、500、1000	装纯水洗涤仪器或装 洗涤液洗涤沉淀	玻璃制的带磨口塞;也可用锥 形瓶自己装配;可置石棉网上加 热;聚乙烯制的不可加热
(8) 量筒	容量/mL: 5、10、25、50、100、 250、500、1000、2000 量出式,量入式	粗略地量取一定体积 的液体用	沿壁加入或倒出液体
(9) 量杯	只有量出式,其余同量筒	同量筒	同量筒
(10) 容量瓶(量 瓶)	容量/mL: 5、10、25、50、100、 200、250、500、1000、2000, A 级、B 级 量入式,无色,棕色	配制准确体积的标准 溶液或被测溶液	非标准的磨口塞要保持原配; 漏水的不能用;不能用直接火加 热,可水浴加热
(11) 滴定管	容量/mL: 5、10、25、50、100, A 级、B 级 无色、棕色,量出式 酸式,碱式(或聚四氟乙烯活 塞)	容量分析滴定操作	活塞要原配;漏水的不能使用; 不能加热;不能长期存放碱液;碱 管不能放与橡皮作用的标准溶液
(12) 座式滴 定管	容量/mL: 1、2、5、10 量出式, A 级、B 级	微量或半微量分析滴 定操作	只有活塞式;其余注意事项同 滴定管
(13) 自动滴 定管	滴定管容量 25mL, 储液瓶 容量 1000mL, 量出式, A 级、 B 级	自动滴定;可用于滴定 液需隔绝空气的操作	除有与一般的滴定管相同的要 求外,注意成套保管,另外,要配 打气用双连球
(14) 移液管(单 标线吸量管)	容量/mL: 1、2、5、10、15、20、 25、50、100 量出式, A 级、B 级	准确地移取一定量的 液体	
(15) 分度吸 量管	容量/mL: 0.1、0.2、0.25、0.5、 1、2、5、10、25、50, A 级、B 级 完全流出式、不完全流出式	准确地移取各种不同 量的液体	同移液管
(16) 称量瓶	扁型: 容量 /mL 10 15 30	扁型用作测定水分或 在烘箱中烘干基准物;高 型用于称量基准物、样品	不可盖紧磨口塞烘烤,磨口塞 要原配
	瓶高 /mm 25 25 30		
	直径 /mm 35 40 50		
	高型: 10 20		
	40 50		
	25 30		

续表

名 称	规 格	主 要 用 途	使 用 注 意
(17)试剂瓶、细口瓶、广口瓶、下口瓶	容量/mL: 30、60、125、250、500、1000、2000、10000、20000 无色、棕色	细口瓶用于存放液体试剂;广口瓶用于装固体试剂;棕色瓶用于存放见光易分解的试剂	不能加热;不能在瓶内配制在操作过程中放出大量热量的溶液;磨口塞要保持原配;不要长期存放碱性溶液,暂时存放时应使用橡皮塞
(18)滴瓶	容量/mL: 30、60、125 无色、棕色	装需滴加的试剂	同试剂瓶
(19)漏斗	长颈:口径 50mm、60mm、75mm;管长 150mm 短颈:口径 50mm、60mm;管长 90mm、120mm,锥体均为 60°	长颈漏斗用于定量分析,过滤沉淀;短颈漏斗用作一般过滤	不可直接火加热
(20)分液漏斗	容量/mL: 50、100、250、500、1000 玻璃活塞或聚四氟乙烯活塞	分开两种互不相溶的液体;用于萃取分离和富集;制备反应中加液体(多用球形及滴液漏斗)	磨口旋塞必须原配,漏水的漏斗不能使用;不可加热
(21)试管 普通试管 离心试管	容量/mL: 试管 10、20,离心试管 5、10、15 带刻度、不带刻度	离心试管可在离心机中借离心作用分离溶液和沉淀	硬质玻璃的试管可直接在火焰上加热,但不能骤冷;离心管只能水浴加热
(22)比色管	容量/mL: 10、25、50、100 带刻度、不带刻度,具塞、不具塞	光度分析	不可直接火加热,非标准磨口塞必须原配;注意保持管壁透明,不可用去污粉刷洗,以免磨损透光面
(23)吸收管	波氏 全长/mm: 173、233 多孔滤板吸收管 185,滤片 1#	吸收气体样品中的被测物质	通过气体的流量要适当;两只串联使用;磨口塞要原配;不可直接火加热;多孔滤板吸收管吸收效率较高,可单只使用
(24)冷凝管	全长/mm: 320、370、490 直形、球形、蛇形,空气冷凝管	用于冷却蒸馏出的液体,蛇形管适用于冷凝低沸点液体蒸气,空气冷凝管用于冷凝沸点 150℃ 以上的液体蒸气	不可骤冷骤热;注意从下口进冷却水,上口出水
(25)抽气管	伽氏、爱氏、改良式	上端接自来水笼头,侧端接抽滤瓶,射水造成负压,抽滤	不同样式甚至同型号产品抽力不一样,选用抽力大的
(26)抽滤瓶	容量/mL: 250、500、1000、2000	抽滤时接收滤液	属于厚壁容器,能耐负压;不可加热
(27)表面皿	直径/mm: 45、60、75、90、100、120	盖烧杯及漏斗等	不可直接火加热,直径要略大于所盖容器
(28)研钵	厚料制成:内底及杆均匀磨砂 直径/mm: 70、90、105	研磨固体试剂及试样等用;不能研磨与玻璃作用的物质	不能撞击;不能烘烤
(29)干燥器	直径/mm: 150、180、210 无色、棕色	保持烘干或灼烧过的物质的干燥;也可干燥少量样品	底部放变色硅胶或其他干燥剂,盖磨口处涂适量凡士林;不可将红热的物体放入,放入热的物体后要时时开盖以免盖子跳起

续表

名 称	规 格	主 要 用 途	使 用 注 意
(30)蒸馏水蒸馏器	烧 瓶 容 量/mL: 500、1000、2000	制取蒸馏水	防止暴沸(加素瓷片);要隔石棉网用火焰均匀加热或用电热套加热
(31)砂芯玻璃漏斗(细菌漏斗)	容量/mL:35、60、140、500 滤板 1#~6#	过滤	必须抽滤;不能骤冷骤热;不能过滤氢氟酸、碱等;用毕立即洗净
(32)砂芯玻璃坩埚	容量/mL:10、15、30 滤板 1#~6#	重量分析中烘干需称量的沉淀	同砂芯玻璃漏斗
(33)标准磨口组合仪器	磨口表示方法:上口内径/磨面长度,单位为 mm 长颈系列: $\phi 10/19$ 、 $\phi 14.5/23$ 、 $\phi 19/26$ 、 $\phi 24/29$ 、 $\phi 29/32$...	有机化学及有机半微量分析中制备及分离	磨口处无须涂润滑剂;安装时不可受歪斜压力;要按所需装置配齐购置

(二) 玻璃仪器的洗涤方法

1. 一般玻璃仪器的洗涤方法

不同的分析工作有不同的仪器洗净要求，我们以一般定量化学分析为主介绍仪器的洗涤方法。量器洗涤要求更为严格。

① 先用机械方法除去玻璃仪器上的污染物，如用毛刷刷洗，或加入水摇动(必要时可加入滤纸碎片)，油或油类物质可选用适当的溶剂去除，然后注入低泡沫洗涤剂刷洗或用力摇晃，用自来水冲洗，直至洗涤液全部冲净，最后用纯水冲洗3次。洗净的玻璃仪器倒置时内壁应均匀润湿，不挂水珠。

② 如内壁仍不够清洁，可针对污染物性质，选择表 1-3 中的洗涤液洗涤，注意：上一种洗涤液去除后方可加入下一种洗涤液，强碱性洗涤液不应在玻璃仪器中停留超过 20min，以免腐蚀玻璃。

采用超声波清洗机，配以合适的洗涤液清洗玻璃仪器，特别是对于不易清洗到的仪器内部、批量的小件仪器清洗效果好，工作效率高，在化验室已得到广泛的应用。

③ 洗净的量器如不立即使用，可储入纯水。

表 1-3 常用的洗涤液

洗涤液及其配方	使 用 方 法
(1)铬酸洗液(尽量不用) 研细的重铬酸钾 20g 溶于 40mL 水中,慢慢加入 360mL 浓硫酸	用于去除器壁残留油污,用少量洗液润洗或浸泡一夜,洗液可重复使用 洗涤废液经处理解毒方可排放
(2)工业盐酸[浓或(1+1)]	用于洗去碱性物质及大多数无机物残渣
(3)纯酸洗液 (1+1)、(1+2)或(1+9)的盐酸或硝酸(除去 Hg、Pb 等重金属杂质)	用于除去微量的离子 常法洗净的仪器浸泡于纯酸洗液中 24h
(4)碱性洗液 氢氧化钠 10%水溶液	水溶液加热(可煮沸)使用,其去油效果较好,注意,煮的时间太长会腐蚀玻璃

续表

洗涤液及其配方	使用 方 法
(5)氢氧化钠-乙醇(或异丙醇)洗液 120g NaOH 溶于 150mL 水中,用 95%乙醇稀释至 1L	用于洗去油污及某些有机物
(6)碱性高锰酸钾洗液 等量的 30g/L 的高锰酸钾溶液和 1mol/L 的氢氧化钠混合	清洗油污或其他有机物质,洗后容器沾污处有褐色二氧化锰析出,再用稀盐酸或草酸洗液、硫酸亚铁、亚硫酸钠等还原剂去除
(7)酸性草酸或酸性羟胺洗液 称取 10g 草酸或 1g 盐酸羟胺,溶于 100mL (1+4)盐酸溶液中	洗涤氧化性物质如洗涤高锰酸钾洗液洗后产生的二氧化锰,必要时加热使用
(8)硝酸-氢氟酸洗液 50mL 氢氟酸、100mL HNO_3 , 350mL 水混合,储于塑料瓶中盖紧	利用氢氟酸对玻璃的腐蚀作用有效地去除玻璃、石英器皿表面的金属离子 不可用于洗涤量器、玻璃砂芯滤器、吸收池及光学玻璃零件 于通风柜中使用,注意安全,必须戴防护手套
(9)碘-碘化钾溶液 1g 碘和 2g 碘化钾溶于水中,用水稀释至 100mL	洗涤用过硝酸银滴定液后留下的黑褐色沾污物,也可用于擦洗沾过硝酸银的白瓷水槽
(10)有机溶剂 汽油、二甲苯、乙醚、丙酮、二氯乙烷等	可洗去油污或可溶于该溶剂的有机物质,用时要注意其毒性及可燃性。 用乙醇配制的指示剂溶液的干渣可用盐酸-乙醇(1+2)洗液洗涤
(11)乙醇、浓硝酸 (不可事先混合!)	用一般方法很难洗净的少量残留有机物可用此法:于容器内加入不多于 2mL 的乙醇,加入 4mL 浓硝酸,静置片刻,立即发生激烈反应,放出大量热及二氧化氮,反应停止后再用水冲洗,操作应在通风橱中进行,不可塞住容器,做好防护

洗涤玻璃仪器注意事项:

① 铬酸洗液毒性大,尽量采用替代品,配制时要戴防护面具和手套,废液不能倒入下水道,要回收进行解毒处理。

② 在微量分析中,洗涤液的选择以不引入干扰物质为准,要按照方法要求选用。

③ 虽然用于制造量器的玻璃的软化点在 500°C 左右。仍建议玻璃量器的烘干温度不得超过 150°C ,以防止其容积发生变化。

2. 烧结玻璃滤器的洗涤方法

新的烧结(砂芯)玻璃滤器使用前应以热盐酸洗涤,然后用水漂洗,以除去外来物质的松散粒子。烧结玻璃滤器使用后应立即洗涤。用水反方向抽洗。如仍未洗净,则需根据残留物质的性质选用表 1-4 的洗涤液洗涤。

3. 特殊要求的洗涤方法

表 1-5 列出了一些特殊工作要求的玻璃仪器的洗涤方法,供参考。