

21世纪高等院校教材

上海市高校本科教育高地建设项目

分析化学实验

上海师范大学生命与环境科学学院 组编

黄杉生 主编



科学出版社

www.sciencep.com

21 世纪高等院校教材
上海市高校本科教育高地建设项目

分析化学实验

上海师范大学生命与环境科学学院 组编
黄杉生 主编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书是上海师范大学在上海市高校本科教育高地建设项目中推出的《分析化学》(黄杉生,科学出版社,2008)的配套实验教材。

本书主要包括分析化学实验的基本知识,分析化学实验的仪器及操作和实验部分。实验部分包括基本实验 65 个,内容涉及滴定分析、重量分析、分离分析、紫外-可见分光光度法、红外吸收光谱法、原子吸收光谱法、原子光谱法、分子荧光光度法、电位分析法、库仑分析法、伏安和极谱分析法、气相色谱法、高效液相色谱法、核磁共振波谱法、质谱分析以及部分常用仪器的检验和校准等。为培养学生的独立思考及创新能力,设置了 4 个综合实验。

本书可作为高等理工科和师范院校化学、应用化学、化工、材料、生物、环境等相关专业的本科生教材,也可供相关专业师生、分析测试工作者和自学者参考和阅读。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验 / 黄杉生主编; 上海师范大学生命与环境科学学院组编. —北京: 科学出版社, 2008

(21 世纪高等院校教材·上海市高校本科教育高地建设项目)

ISBN 978-7-03-021488-1

I. 分… II. ①黄…②上… III. 分析化学-化学实验-高等学校-教材 IV. O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 040728 号

责任编辑: 杨向萍 陈雅娴 / 责任校对: 邹慧卿

责任印制: 张克忠 / 封面设计: 耕者设计工作室

科学出版社 出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码: 100717

<http://www.sciencep.com>

三河市明辉印刷有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2008 年 6 月第 一 版 开本: B5 (700×1000)

2008 年 6 月第一次印刷 印张: 14 3/4

印数: 1—4 000 字数: 286 000

定价: 24.00 元

(如有印装质量问题, 我社负责调换〈明辉〉)

前 言

分析化学是获得物质化学成分和结构信息的科学,是研究物理、化学问题的重要手段。分析化学课程是大学化学及相关专业的主要基础课,分析化学实验课是分析化学课程的重要组成部分,它与理论课教学密切配合,使学生掌握分析化学的基础理论、基础知识和基本实验技能。近年来,分析化学实验单独设课,旨在加强训练学生的实验操作能力,培养学生严谨的工作作风和实事求是的科学态度,帮助学生建立起严格的“量”的概念,为今后从事科学研究工作打基础。

本书按照教育部高等学校化学与化工学科教学指导委员会拟订的关于化学、应用化学专业,兼顾师范类专业化学教学基本要求编写。近几年,我们在上海市高校本科教育高地建设过程中,进行分析化学教学内容、课程体系和教学方法的改革,在总结应用化学、化学师范、化工、生物技术等专业的分析化学教学改革实践经验的基础上编写了分析化学系列教材,本书是《分析化学》的配套实验用书。

本书包括分析化学实验的基本知识,分析化学实验的仪器及操作和实验部分。实验部分包括基本实验 65 个,内容涉及滴定分析、重量分析、分离分析、紫外-可见分光光度法、红外吸收光谱法、原子吸收光谱法、原子光谱法、分子荧光光度法、电位分析法、库仑分析法、伏安和极谱分析法、气相色谱法、高效液相色谱法、核磁共振波谱法、质谱分析以及部分常用仪器的检验和校准等。为提高学生综合实验能力,设有综合实验 4 个。

本书将化学分析和仪器分析实验合编,对实验内容进行优化和精选,充分考虑到分析化学将以仪器分析方法为主的发展趋势。这种编排方式有利于学生获得分析化学的整体知识,通过对不同实验方法的学习和比较,学会针对不同分析对象和条件选用不同的分析方法。特别是综合实验的设置,对学生的实际工作能力提出了较高要求,对学生自主创新能力的培养有极大的帮助。

本书由黄杉生任主编,参与编写的有黄杉生、杨海峰、陈兴凡、张雷、郭建宇、文颖、祝宁宁和龙立平(湖南城市学院)。在本书编写过程中,得到了湖南大学张正奇、曾鸽鸣的大力支持;湖南师范大学谢青季教授、湖南大学张正奇教授主审了本书,并提出了许多宝贵意见,在此深表谢意。

限于编者的水平,书中的缺点与错误在所难免,恳请专家和读者批评指正。

编 者

2008 年 1 月于上海师范大学

目 录

前言

第 1 章 分析化学实验室基本知识	1
1.1 分析实验室守则	1
1.2 实验室安全规则	2
1.3 分析实验室用水的制备	3
1.3.1 分析实验室用水的规格	3
1.3.2 水纯度的检查	4
1.3.3 水纯度分析结果的表示	4
1.3.4 各种纯水的制备	4
1.4 常用玻璃器皿的洗涤	5
1.4.1 洗涤方法	5
1.4.2 常用洗液的配制	7
1.5 化学试剂	7
1.5.1 化学试剂的级别	7
1.5.2 试剂的保存和使用	8
1.5.3 常用试剂的提纯	9
1.6 分析试样的准备和分解	11
1.6.1 分析试样的准备	11
1.6.2 试样的保存	13
1.6.3 试样的分解	13
1.7 特殊材料的使用	14
1.7.1 铂、金和银	14
1.7.2 碳	15
1.7.3 汞	15
1.7.4 石英和玛瑙	16
1.7.5 聚四氟乙烯	16
1.7.6 坩埚材料	16
1.8 气体钢瓶的使用及注意事项	16
1.8.1 常用气体钢瓶的国家标准	16
1.8.2 使用钢瓶时注意事项	18

第2章 化学分析法	20
2.1 质量与滴定分析仪器基本操作	20
2.1.1 分析天平	20
2.1.2 滴定分析仪器与基本操作	27
2.2 滴定分析基本操作实验	35
实验 2.1 分析天平称量练习	35
实验 2.2 滴定分析基本操作练习	38
实验 2.3 容量仪器的校准	40
2.3 酸碱滴定实验	43
实验 2.4 食用白醋中 HOAc 浓度的测定	43
实验 2.5 工业纯碱总碱度测定	45
实验 2.6 有机酸摩尔质量的测定	47
实验 2.7 硫酸铵肥料中含氮量的测定	48
实验 2.8 磷酸的电位滴定	50
实验 2.9 蛋壳中碳酸钙含量的测定	54
实验 2.10 非水滴定法测定 α -氨基酸含量	55
2.4 络合滴定实验	57
实验 2.11 EDTA 的标定	57
实验 2.12 自来水总硬度的测定	59
实验 2.13 EDTA 滴定法连续测定铋和铅	61
实验 2.14 铝合金中铝含量的测定	62
2.5 氧化还原滴定实验	64
实验 2.15 过氧化氢含量的测定	64
实验 2.16 水样中化学耗氧量 COD 的测定	66
实验 2.17 铁矿石中全铁含量测定	68
实验 2.18 间接碘量法测定铜合金中铜的含量	70
实验 2.19 直接碘量法测定水果中抗坏血酸的含量	73
实验 2.20 高锰酸钾间接滴定法测定补钙制剂中钙含量	75
实验 2.21 溴酸钾法测定苯酚	76
2.6 沉淀滴定实验	78
实验 2.22 莫尔法测定氯化物中氯含量	78
实验 2.23 福尔哈德法测定氯化物中氯含量	80
第3章 电化学分析法	82
3.1 电位分析法	82
实验 3.1 用氟离子选择性电极测定水中微量 F^-	83

实验 3.2	用氯离子选择性电极测定微量 Cl^-	85
实验 3.3	氯离子选择性电极的选择性系数的测定	89
实验 3.4	氟离子选择性电极测定氢氟酸离解常数	93
实验 3.5	乙酸的电位滴定分析及其离解常数的测定	96
实验 3.6	H_2SO_4 和 H_3PO_4 混合酸的电位滴定	99
3.2	极谱与伏安法	102
3.2.1	极谱法	102
3.2.2	溶出伏安法	103
实验 3.7	单扫描极谱法测定铜	103
实验 3.8	循环伏安法确定电极过程	105
实验 3.9	微量钼的极谱催化波测定	108
实验 3.10	阳极溶出伏安法测定水样中的铜和镉含量	110
实验 3.11	双指示电极电流滴定法测定铜	113
3.3	库仑分析法	115
实验 3.12	库仑滴定法标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液	116
实验 3.13	库仑滴定法测定六价铬	118
实验 3.14	库仑滴定法测定微量肼	120
第 4 章	原子光谱分析法	123
4.1	原子吸收分光光度法	123
实验 4.1	原子吸收分光光度法测定自来水中钙和镁的含量	123
实验 4.2	原子吸收分光光度法测定黄酒中微量铜和镉	127
实验 4.3	火焰原子吸收法测定钙片中钙含量	130
4.2	原子发射光谱法	133
实验 4.4	原子发射光谱检测黄铜中的杂质	134
第 5 章	分子光谱	140
5.1	紫外分光光度法	140
实验 5.1	有机化合物紫外吸收光谱的溶剂效应	141
实验 5.2	紫外吸收光谱鉴定物质的纯度	143
实验 5.3	紫外吸收光谱测定蒽醌粗品中蒽醌的含量和摩尔吸光系数	145
5.2	可见光分光光度法	147
实验 5.4	用二苯胺可见分光光度法测定 DNA 的含量	147
实验 5.5	茜素红 S 分光光度法测定血清白蛋白	149
实验 5.6	邻二氮菲分光光度法测定微量铁	150
实验 5.7	过硫酸铵氧化法测定黄铜中的微量锰	154
实验 5.8	铝的二元与三元配合物的某些性质及其比较	156

5.3 红外吸收光谱分析	160
实验 5.9 薄膜法制样的聚乙烯和聚苯乙烯膜的红外吸收光谱	161
实验 5.10 KBr 晶体压片的苯甲酸红外吸收光谱	163
实验 5.11 液膜红外吸收光谱法测定间、对二甲苯的含量	166
第 6 章 核磁共振谱法	170
实验 6.1 乙苯、乙酸乙酯、苯甲酸乙酯和未知物的核磁共振谱 (^1H 核) 的测定	173
第 7 章 质谱法	178
实验 7.1 正己烷、十八烷酸甲酯、对氯甲苯和未知试样的质谱测定	178
第 8 章 分离分析方法	185
8.1 气相色谱实验	185
实验 8.1 填充色谱柱的制备	185
实验 8.2 填充色谱柱的柱效测定	189
实验 8.3 气相色谱柱的 $H-u$ 曲线的绘制	192
实验 8.4 纯物质对照气相色谱定性鉴定化合物	194
实验 8.5 定量校正因子的测定	196
实验 8.6 气相色谱归一化法测定混合气中丙烷、异丁烷和丁烷含量	198
实验 8.7 气相色谱内标法测定邻二甲苯中的杂质	200
8.2 高效液相色谱法	203
实验 8.8 高效液相色谱柱效能的测定	204
实验 8.9 对羟基苯甲酸酯类混合物的反相高效液相色谱测定	207
实验 8.10 离子色谱法测定水样中 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 PO_4^{3-} 、 Br^- 、 NO_3^- 和 SO_4^{2-}	210
实验 8.11 高效液相色谱法测定复方阿司匹林	215
第 9 章 综合实验	219
实验 9.1 酸碱滴定方案设计	219
实验 9.2 配位滴定方案设计	221
实验 9.3 氧化还原滴定方案设计	222
实验 9.4 循环伏安法研究镀层储氢性能	224
参考文献	227

第 1 章 分析化学实验室基本知识

1.1 分析实验室守则

(1) 实验前应认真预习,并写好预习报告。预习报告内容包括:实验目的要求、基本原理、简单的实验步骤及实验中注意事项。实验前做好详细的实验安排,对将要进行的实验做到心中有数。

(2) 要爱护仪器设备,对不熟悉的仪器设备应先仔细阅读仪器使用说明书或操作规程,听从教师指导。未经允许切不可随意动手,以防损坏仪器设备。

(3) 实验过程中不要大声说话,正确操作,细心观察,认真、如实记录,周密思考。要遵守实验室安全规则,保持室内整洁,特别要随时保持实验台面干净、整齐。废纸等杂物要丢入废物缸内。注意节约使用水、电和煤气等。

(4) 实验记录应如实反映实验的情况,通常应按一定格式用钢笔或圆珠笔书写。所有的原始数据都应及时、准确地记录在实验卡上,不要等到实验结束后才补记,更不要将原始数据记录在草稿本、小纸片或其他地方。培养实事求是的科学态度,不凭主观意愿删去不满意的数据,更不得随意涂改数据。若数据记录错了,可将错误数据轻轻划一道杠,将正确数据记在旁边,不可乱涂、乱改或用橡皮擦拭。不允许随意拼凑、更改原始数据。

(5) 实验报告一般应包括以下内容:

(i) 姓名。

(ii) 实验项目、日期。

(iii) 实验目的与要求,简要原理及主要实验步骤。

(iv) 实验数据原始记录。

(v) 结果处理,包括图、表、计算公式及实验结果。

(vi) 实验总结。

(6) 实验结束后,应立即把玻璃器皿清洗干净,仪器复原,填好仪器使用登记卡,整理好实验台面,把当天的实验卡交给教师,并按规定时间及时递交实验报告。

(7) 值日生应认真打扫实验室,关好水、电、煤气、窗、门后,方可离开实验室。

1.2 实验室安全规则

(1) 不得在实验室内吸烟、进食。

(2) 浓酸和浓碱具有腐蚀性，配制溶液时，应将浓酸注入水中，而不得将水注入浓酸中。

(3) 从瓶中取用试剂后，应立即盖好试剂瓶盖。绝不可将取出的试剂或试液倒回原试剂或试液贮存瓶内。

(4) 无用的或沾污的试剂要妥善处理，固体弃于废物缸内，无环境污染的液体用大量水冲入下水道。

(5) 要特别小心使用汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品。使用氰化物时不能使其接触酸，否则产生 HCN，剧毒！氰化物废液应倒入碱性亚铁盐溶液中，使其转化为亚铁氰化铁盐，再倒入下水道中。 H_2O_2 能腐蚀皮肤。接触化学药品后应立即洗手。

(6) 将玻璃管、温度计或漏斗插入塞子前，用水或适当的润滑剂将其润湿，并用毛巾包好，操作时两手不要分得太开，以免玻璃管折断划伤手。

(7) 闻气味时应用手小心地把气体或烟雾扇向鼻孔嗅闻。取浓氨水、HCl、 HNO_3 、 H_2SO_4 和 HClO_4 等易挥发的试剂时，应在通风橱内操作。开启瓶盖时绝不可将瓶口对着自己或他人的面部。夏季开启瓶盖时，最好先用冷水冷却。如不小心溅到皮肤上或眼内，应立即用水冲洗，然后用 5% 碳酸氢钠溶液（酸腐蚀时）或 5% 硼酸溶液（碱腐蚀时）冲洗，最后用水冲洗。

(8) 使用易燃的有机溶剂（乙醇、乙醚、苯、丙酮等）时，一定要远离火焰和热源。用后应将瓶塞盖紧，置于阴凉处保存。

(9) 下列实验应在通风橱内进行：

(i) 制备或反应产生具有刺激性、恶臭或有毒的气体，如 H_2S 、 NO_2 、 Cl_2 、 CO 、 SO_2 、 Br_2 、HF 等。

(ii) 加热或蒸发 HCl、 HNO_3 、 H_2SO_4 或 H_3PO_4 等溶液。

(iii) 溶解或消化试样。

(10) 如果发生化学灼伤，应立即用大量水冲洗皮肤，同时脱去污染的衣服；眼睛受化学灼伤或异物入眼，应立即将眼睛睁开，用大量水冲洗，至少持续冲洗 15 min；如果发生烫伤，可在烫伤处涂抹黄色的苦味酸溶液或烫伤软膏。严重者应立即送医院治疗。

(11) 加热或进行激烈反应时，实验人员不得离开。

(12) 使用电器设备时应特别小心，切不可用湿手开启电闸和电器开关。不得使用漏电的仪器，以免触电。

(13) 使用精密仪器时,要严格遵守操作规程,仪器使用完毕后,将仪器各部分旋钮恢复到原来的位置,关闭电源,拔去电源插头。

(14) 发生事故时,要保持冷静,立即采取应急措施,首先切断电源、气源等,防止事故扩大,并报告教师,必要时尽快拨打急救电话。

1.3 分析实验室用水的制备

分析实验室用于配制溶液的水都必须先经过纯化。按分析实验的要求不同,对水质纯度的要求也不同,应根据具体要求,采用不同方法制备纯水。

一般实验室用的纯水有蒸馏水、二次蒸馏水、去离子水、无二氧化碳蒸馏水、无氨蒸馏水等。

1.3.1 分析实验室用水的规格

根据中华人民共和国国家标准 GB 6682—1992《分析实验室用水规格及试验方法》的规定,分析实验室用水分为三个级别:一级水、二级水和三级水。分析实验室用水应符合表 1.1 所列规格。

表 1.1 分析实验室用水规格

项 目	一 级	二 级	三 级
pH 范围 (25℃)	—*	—	5.0~7.5
电导率 (25℃), $\kappa/\text{ms} \cdot \text{m}^{-1}$	≤ 0.01	≤ 0.10	≤ 0.50
可氧化物质以 O 计, $\rho_{\text{O}}/\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	—	≤ 0.08	≤ 0.4
吸光度, 254nm, 1 cm 光程, A	≤ 0.001	≤ 0.01	—
蒸发残渣 (105±2)℃, $\rho_{\text{B}}/\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	—	≤ 1.0	≤ 2.0
可溶性硅以 SiO_2 计, $\rho_{\text{SiO}_2}/\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	≤ 0.01	≤ 0.02	—

* 难以测定,不作规定。

有严格要求的分析实验(包括对颗粒有要求的实验)用一级水,如高效液相色谱用水。一级水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 μm 微孔滤膜过滤来制取。

无机痕量分析等实验用二级水,如原子吸收光谱分析用水。二级水可用多次蒸馏或离子交换等方法制取。

一般化学分析实验用三级水。三级水可用蒸馏或离子交换等方法制取。

为了保持实验室使用的蒸馏水的纯净,蒸馏水瓶要随时加塞,专用虹吸管内外均应保持干净。蒸馏水瓶附近不要存放浓 HCl、 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 等易挥发试剂,以防污染。通常用洗瓶取蒸馏水。

普通蒸馏水保存在玻璃容器中,去离子水保存在聚乙烯塑料容器中。用于痕

量分析的二次亚沸石英蒸馏水等高纯水，则需要保存在石英或聚乙烯塑料容器中。

1.3.2 水纯度的检查

国家标准 GB 6682—1992 所规定的检查水的纯度试验方法是法定的水质检查方法。根据各实验室分析任务的要求和特点，对实验用水也经常采用如下方法进行一些项目的检查：

(1) 酸度。要求纯水的 pH 为 6~7。检查方法是在两支试管中各加 10 mL 待测水，向一支试管中加 2 滴 0.1% 甲基红指示剂，若不显红色，即为合格；另一支试管中加 5 滴 0.1% 溴百里酚蓝指示剂，若不显蓝色，即为合格。

(2) 硫酸根。取 2~3 mL 待测水放入试管中，加 2~3 滴 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸酸化，再加 1 滴 0.1% 氯化钡溶液，放置 15 h，应无沉淀析出。

(3) 氯离子。取 2~3 mL 待测水，加 1 滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硝酸酸化，再加 1 滴 0.1% 硝酸银溶液，不应产生混浊。

(4) 钙离子。取 2~3 mL 待测水，加数滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氨水使溶液呈碱性，再加饱和草酸铵溶液 2 滴，放置 12 h，应无沉淀析出。

(5) 镁离子。取 2~3 mL 待测水，加 1 滴 0.1% 鞣酐黄及数滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钠溶液，如有淡红色出现即有镁离子，如呈橙色则合格。

(6) 铵离子。取 2~3 mL 待测水，加 1~2 滴奈斯勒试剂，如呈黄色则有铵离子。

(7) 游离二氧化碳。取 100 mL 待测水注入锥形瓶中，加 3~4 滴 0.1% 酚酞溶液，如呈淡红色，表示无游离二氧化碳；如为无色，可加 $0.1000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钠溶液至淡红色，1 min 内不褪色即为终点，计算可得游离二氧化碳的含量。注意，氢氧化钠溶液用量不能超过 0.1 mL。

1.3.3 水纯度分析结果的表示

通常有以下几种表示方法：

(1) 毫克 $\cdot \text{L}^{-1}$ ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)，表示每升水中含有某物质的质量 (mg)。

(2) 微克 $\cdot \text{L}^{-1}$ ($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)，表示每升水中含有某物质的质量 (μg)。

(3) 硬度，我国采用 1 L 水中含有 10 mg 氧化钙作为硬度的单位 1 度，这和德国标准一致，所以有时也称作 1 德国度。

1.3.4 各种纯水的制备

1. 蒸馏水

将自来水在蒸馏装置中加热汽化，再将蒸汽冷凝便得到蒸馏水。由于杂质离

子一般不挥发,因此蒸馏水中所含杂质比自来水少得多,可达到三级水的指标,但少量金属离子、二氧化碳等杂质未能除尽。

2. 二次石英亚沸蒸馏水

将蒸馏水进行重蒸馏,并在准备重蒸馏的蒸馏水中加入适当的试剂以抑制某些杂质的挥发,例如,用甘露醇抑制硼的挥发,用碱性高锰酸钾破坏有机物并防止二氧化碳蒸出等。二次蒸馏水一般可达到二级水指标。第二次蒸馏通常采用石英亚沸蒸馏器,由于它是在液面上方加热,液面始终处于亚沸状态,可使水蒸气带出的杂质减至最低。

3. 去离子水

去离子水是将自来水或普通蒸馏水通过离子树脂交换柱后所得到的水。一般将水依次通过阳离子树脂交换柱、阴离子树脂交换柱、阴阳离子树脂混合交换柱而制得。这样制得的水纯度比蒸馏水纯度高,质量可达到二级或一级水指标,但对非电解质及胶体物质无效,同时会有微量的有机物从树脂中溶出,因此,根据需要可将去离子水进行重蒸馏以得到高纯水。

市场上有很多离子交换纯水器出售。

4. 特殊用水

1) 无氨水

(1) 每升蒸馏水中加 25 mL 5% 的氢氧化钠溶液,煮沸 1 h,然后用前述的方法检查氨离子。

(2) 每升蒸馏水中加 2 mL 浓硫酸,经重蒸馏后即可得无氨蒸馏水。

2) 无二氧化碳蒸馏水

煮沸蒸馏水至原体积的 $\frac{3}{4}$ 或 $\frac{4}{5}$,隔离空气,冷却,贮存于连接碱石灰吸收管的瓶中,其 pH 应为 7。

3) 无氯蒸馏水

在硬质玻璃蒸馏器中将蒸馏水煮沸蒸馏,收集中间馏出部分,便得到无氯蒸馏水。

1.4 常用玻璃器皿的洗涤

1.4.1 洗涤方法

分析化学实验中使用的器皿要洁净,因而在使用前必须对器皿充分洗涤。常用的洗涤方法如下:

(1) 刷洗。用水和毛刷刷洗，除去器皿上的污渍和其他不溶性、可溶性杂质。

(2) 用去污粉、肥皂、合成洗涤剂洗涤。器皿用水湿润后，用毛刷蘸少许去污粉和洗涤剂，将器皿内外洗刷一遍，然后用水边冲边刷洗，直至干净为止。

(3) 用洗液洗涤。被洗涤器皿尽量保持干燥，倒少许洗液于器皿内，转动器皿使其内壁被洗液浸润或用洗液浸泡器皿，然后将洗液倒回原装瓶内以备再用（若洗液的颜色变绿，则另作处理）。再用水冲洗器皿内残留的洗液直至干净为止。如用热的洗液洗涤，则去污能力更强。

洗液适用于洗涤被无机物沾污的器皿，对有机物和油污也有较强的去污能力，常用来洗涤一些口小、管细等形状特殊的器皿，如吸管、容量瓶等。

洗液具有强酸性和强氧化性，对衣服、皮肤、桌面、橡皮等有腐蚀作用，使用时要特别小心。

(4) 用酸性洗液洗涤。根据器皿中污物的性质，可直接使用不同浓度的硝酸、盐酸和硫酸对器皿进行洗涤或浸泡，并可适当加热。

(i) 浓盐酸（粗）洗液。附着在器皿上的二氧化锰等氧化剂可以用粗浓盐酸洗除。大多数不溶于水的无机物也可以用它来洗。灼烧过沉淀的瓷坩埚，可用 1 : 1 盐酸洗涤后再用洗液洗。

(ii) 硝酸-氢氟酸洗液。洗涤玻璃器皿和石英器皿的优良洗涤剂，可以避免杂质金属离子的粘附。洗涤效率高，清洗速度快，但对油脂及有机物的清除效率差。对皮肤有很强的腐蚀性，操作时应戴手套。若沾到皮肤上，应立即用大量水冲洗。硝酸-氢氟酸洗液对玻璃和石英器皿有腐蚀作用，精密玻璃量器、标准磨口仪器、活塞、砂芯漏斗、光学玻璃、精密石英部件、比色皿等不宜用这种洗液洗涤。常温下使用，贮存于塑料瓶中。

(5) 用碱性洗液洗涤。适用于洗涤油脂和有机物。清洗速度较慢，一般要浸泡 24 h 或用浸煮的方法。使用碱性洗液时要特别注意，由于碱液有腐蚀性，要防止溅到眼睛上。

(i) 氢氧化钠-高锰酸钾洗液。用此洗液洗涤后的器皿上会留下二氧化锰，需再用盐酸洗涤。

(ii) 氢氧化钠（钾）-乙醇洗液。洗涤油脂的效力高于有机溶剂，但不能与玻璃器皿长期接触。

(6) 有机溶剂洗液。用于洗涤油脂类、单体原液、聚合体等有机污物。应根据污物性质选择适当的有机溶剂，常用的有三氯乙烯、二氯乙烯、苯、二甲苯、丙酮、乙醇、乙醚、三氯甲烷、四氯化碳、汽油、醇醚混合液等。一般先用有机溶剂洗两次，用水冲洗后再用浓酸或浓碱洗液洗，最后用水冲洗。如果洗不干净，可先用有机溶剂浸泡一定时间，再如上依次处理。

此外，还可以根据污物性质选择适当的试剂洗涤。例如，要洗去氯化银沉淀，

可用氨水；去除硫化物沉淀，可用盐酸和硝酸；10%硫代硫酸钠溶液可去除衣服上碘斑；硫酸亚铁的酸性溶液可去除高锰酸钾溶液残留在器壁上的棕色污斑。

不论用上述哪种方法洗涤器皿，洗后都必须用自来水冲洗，再用蒸馏水或去离子水荡洗三次。洗涤干净的器皿其内壁应只留下一薄层均匀的水膜，壁上不挂水珠，否则必须重洗。

1.4.2 常用洗液的配制

(1) 铬酸洗液。将5 g 重铬酸钾用少量水润湿，慢慢加入80 mL 粗浓硫酸，搅拌以加速溶解。冷却后贮存在磨口试剂瓶中，防止吸水而失效。

(2) 硝酸-氢氟酸洗液。含氢氟酸约5%、硝酸20%~35%，由100~120 mL 40%氢氟酸、150~250 mL 浓硝酸和650~750 mL 蒸馏水配制而成。洗液出现混浊时，可用塑料漏斗和滤纸过滤。洗涤能力降低时，可适当补充一些氢氟酸。

(3) 氢氧化钠-高锰酸钾洗液。4 g 高锰酸钾溶于少量水中，用10%氢氧化钠溶液稀释至100 mL。

(4) 氢氧化钠-乙醇溶液。120 g 氢氧化钠溶解在120 mL 水中，再用95%的乙醇稀释至1 L。

(5) 硫酸亚铁酸性洗液。含少量硫酸亚铁的稀硫酸溶液，此液不能久置，久置后会因 Fe^{2+} 氧化而失效。

(6) 醇醚混合物。乙醇和乙醚等体积混合。

1.5 化学试剂

1.5.1 化学试剂的级别

试剂的纯度显著影响分析结果的准确度，不同的分析工作对试剂纯度的要求也不相同。因此，必须了解试剂的分类标准，以便正确使用试剂。

表1.2是我国化学试剂等级标志与某些国家化学试剂等级标志的对照表。

表1.2 化学试剂等级标志对照表

质量 级序	我国化学试剂等级标志				德、美、英等通 用等级和符号	原苏联等 级和符号
	级别	中文标志	符号	瓶签颜色		
1	1级品	优级纯	G. R.	绿色	保证试剂, G. R.	化学纯, ХЛЛ
2	2级品	分析纯	A. R.	红色	分析纯, A. R.	分析纯, урА
3	3级品	化学纯	C. P., P.	蓝色	化学纯, C. P.	纯, ч
4	4级品	实验试剂	L. R.	棕色		
5		生物试剂	B. R., C. R.	黄色等		

优级纯试剂宜用作基准物质和精密分析；分析纯试剂的纯度略低于优级纯试剂，宜用作大多数分析工作；化学纯试剂适用于一般分析工作和分析化学教学工作；实验试剂纯度较低，在分析化学中一般用作辅助试剂。另外，还有一些特殊用途的所谓高纯试剂。例如，“光谱纯”试剂，其杂质低于光谱分析法的检测限；“色谱纯”试剂是在最高灵敏度时以 10^{-10} g 下无杂质峰来表示的；“超纯试剂”用于痕量分析和一些科学研究工作，这种试剂的生产、贮存和使用都有一些特殊要求。

指示剂纯度往往不太明确，除少数标明“分析纯”、“试剂四级”外，经常只写明“化学试剂”、“企业标准”或“部颁暂行标准”等。常用的有机溶剂也常等级不明，一般只可作“化学纯”试剂使用，必要时进行提纯。

生物化学中使用的特殊试剂的纯度表示方法与化学中一般试剂的纯度表示方法不同。例如，蛋白质类试剂常以含量表示，或以某种方法（如电泳法等）测定杂质含量来表示；酶的纯度是以单位时间内以能酶解多少底物来表示，是用活力来表示的。

1.5.2 试剂的保存和使用

若试剂保存不善或使用不当，则极易变质和沾污，在分析实验中这往往是引起误差甚至造成实验失败的主要原因之一。因此，必须按一定的要求保管和使用试剂。

(1) 使用前，要认明标签；取用时，应将盖子反放在干净的地方，不可将瓶盖随意乱放，取用固体试剂时要用干净的药匙，用毕立即洗净，晾干备用。取用液体试剂一般用量筒，倒试剂时试剂瓶标签朝上，不要将试剂泼撒在外面，多余的试剂不应放回试剂瓶内，取完试剂立即将瓶盖盖好，切不可“张冠李戴”，以防沾污。

(2) 盛试剂的试剂瓶都要贴上标签，标明试剂的名称、规格、日期等，不可在试剂瓶中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。标签最好用碳素墨水书写，以保持字迹长久，标签的四周要剪齐，并贴在试剂瓶的 $2/3$ 处，以使其整齐美观。

(3) 取用标准溶液前，应把试剂充分摇匀。

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

(5) 保存氯化亚锡、低价铁等易氧化的试剂和易风化或潮解的试剂（如 AlCl_3 、无水 Na_2CO_3 、 NaOH 等）时应用石蜡密封瓶口。

(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、二氯化汞等）必须特别妥善保管和安全使用。

1.5.3 常用试剂的提纯

利用仪器分析法进行痕量或超痕量测定时，对试剂有特殊要求。例如，单晶硅的纯度在 99.9999% 以上，杂质含量不超过 0.0001%，分析这类高纯物质时，必须使用高纯度的试剂；甲醇或乙腈在高效液相色谱法中经常被用作流动相，要求其中不含芳烃，否则会干扰测定。对于这些实验，市售的试剂即使是优级纯的也必须进行适当的提纯处理。

在试剂提纯过程中，要除去所有杂质是不可能的，也没有必要，只需要针对分析的某种特殊要求，除去其中的某些杂质即可。例如，光谱分析中所使用的“光谱纯”试剂，仅要求所含杂质低于光谱分析法的检测限。因此，对于已适宜某种用途的试剂，也许完全不适用另一些用途。

蒸馏、重结晶、色谱、电泳和超离心等技术是常用的试剂提纯方法。

几种常用的溶剂或熔剂的提纯方法如下：

1. 盐酸

盐酸用蒸馏法或等温扩散法提纯。盐酸形成恒沸化合物，恒沸点为 110℃，因此借助于蒸馏便能够获得恒沸组成的纯酸。蒸馏器需用石英蒸馏器，取中段馏出液。等温扩散法提纯盐酸的步骤如下：

在直径为 30 cm 的干燥器中（玻璃干燥器须在内壁涂一层白蜡防止沾污）加入 3 kg 盐酸（优级纯），在瓷托板上放置盛有 300 mL 高纯水的聚乙烯或石英容器，盖好干燥器盖，在室温下放置 7~10 天，取出后即可使用。盐酸浓度为 $9\sim 10\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ，铁、铝、钙、镁、铜、铅、锌、钴、镍、锰、铬、锡的含量在 2×10^{-9} 以下。

氨水也可以用等温扩散法提纯。

2. 硝酸

硝酸恒沸化合物的恒沸点在 120.5℃，因此它能够用蒸馏法提纯。

提纯步骤如下：在 2 L 硬质玻璃蒸馏器中放入 1.5 L 硝酸（优级纯），控制电炉温度进行蒸馏，馏速为 $200\sim 400\text{mL}\cdot\text{h}^{-1}$ ，弃去初馏分 150 mL 后，收集中间馏分 1 L。将得到的中间馏分 1 L 放入 2 L 石英蒸馏器中。将石英蒸馏器固定在石蜡浴中进行蒸馏，控制馏速为 $100\text{mL}\cdot\text{h}^{-1}$ ，初馏分 75 mL 弃去，收集中间馏分 800 mL。铁、铝、钙、镁、铜、铅、锌、钴、镍、锰、铬、锡的含量