



职业技能鉴定培训教程

化学检验工系列

化学检验工 高级技师

化学工业职业技能鉴定指导中心 组织编写
张永清 主编 丁敬敏 副主编 黄一石 主审

● 依据国家职业标准

● 紧密结合生产实际

● 面向国家职业资格培训

 化学工业出版社



职业技能鉴定培训教程

化学检验工系列

化学检验工 高级技师

化学工业职业技能鉴定指导中心 组织编写

张永清 主 编

丁敬敏 副主编

黄一石 主 审



化学工业出版社

· 北京 ·

化学检验工(分析工)高级技师培训和考核的重点在技能的创新和科学的管理方面。本书主要包括有机化合物的定性、定量分析;分析测试方法的建立、分析检验中干扰因素的消除和新仪器设备的验收,以及如何开展培训和指导工作;在管理方面介绍了新实验室的设置和建立,如何保证检验工作的质量,开展检验工作的比对试验,产品标准制定的程序等知识。

本书既可以作为化学检验工(分析工)高级技师的培训教材,又可作为检验分析工作者的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

化学检验工 高级技师/张永清主编,丁敬敏副主编.
—北京:化学工业出版社,2007.7
职业技能鉴定培训教程(化学检验工系列)
ISBN 978-7-122-00781-0

I. 化… II. ①张…②丁… III. 化工产品-检验-技术培训-教材 IV. TQ075

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 096036 号

责任编辑:李玉晖 赵丽霞
责任校对:洪雅姝

文字编辑:刘志茹
封面设计:于兵

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
印 装:北京云浩印刷有限责任公司
720mm×1000mm 1/16 印张14½ 字数266千字 2007年8月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:24.00 元

版权所有 违者必究

前言

分析工是化工行业技术工人的主要工种之一。分析工工作技术含量高,岗位责任重。分析检验结果的准确性和可靠性,直接影响到企业正常运行、产品质量和生产效益,甚至人员生命安全。为推行国家职业资格制度,促进高技能人才快速成长,劳动和社会保障部颁布了《国家职业标准·化学检验工》。按照《中华人民共和国职业分类大典》对化学检验工的定义,分析工等15个工种归入化学检验工。

根据国家职业标准的要求,结合行业技术工人培训和技能鉴定的实际情况,化学工业职业技能鉴定指导中心组织编写了《职业技能鉴定培训教程(化学检验工系列)》。本套教程经劳动和社会保障部职业培训教材工作委员会备案,被劳动保障部培训就业司推荐为行业职业教育培训规划教材。教程与化学工业职业技能鉴定指导中心开发的技能鉴定题库配套,可以满足石油化工、化肥、医药、涂料、焦化、高分子等行业化学检验工学习、培训、考核的需求,促进相关工种职业技能鉴定工作的规范化开展。题库包括理论知识题库和操作技能题库,已进入试运行阶段。

根据行业特点及基础知识的相关性,配合题库的设计,本套培训教材分为基础知识和专业技能两大部分。

基础知识部分以分析方法为主线进行编写,基本知识、原理结合分析方法组织内容,包括《化学检验工 初级》《化学检验工 中级》《化学检验工 高级》《化学检验工 技师》和《化学检验工 高级技师》。为便于读者备考,这5个分册中收录了化学检验工职业技能鉴定题库鉴定细目表的部分内容,可供读者参考。

专业技能部分以化工行业的各专业和主要分析项目为主线,按照模块方式等级编写,包括《无机化工分析》《有机化工分析》《石油化工分析》《溶剂试剂分析》《水质分析》《化肥分析》《农药分析》《催化剂分子筛分析》《药品分析》《涂料分析》《焦化分析》《生化分析》《金属材料分析》《塑料分析与测试》等14个分册。这些分册依据《国家职业标准·化学检验工》对各等级操作技能水平的要求,对职业标准中未能涉及的专业按照行业的实际情况进行了扩展。教材中的每个项目内容包括:项目名称、分析对象;采用的方法和参照的标准;药品、仪器;操作步骤;注意事项及技巧;数据处理和允差;适用范围等。对部分分析项目给出了评分标准,既可以用于技能鉴定实际操作考试,也可以在日常工作中参考。

本册为《化学检验工 高级技师》。对高级技师培训的重点在技能的创新和科学的管理方面的知识。本书的结构与国家职业标准的职业功能模块一致，内容围绕技能要求和相关知识展开。本书主要内容包括有机化合物的定性、定量分析；着重介绍了分析测试方法的建立、分析检验中干扰因素的消除和新仪器设备的验收，以及如何开展培训和指导工作；在管理方面介绍了新实验室的设置和建立，如何保证检验工作的质量，开展检验工作的比对试验，产品标准制订的程序等相关知识。在编写过程中注重了教程内容与题库的衔接和技术的实用性。

本书第1章由袁骥、张永清编写，第2章由李亚秋、张永清、李雯编写，第3章由丁敬敏编写，第4章由丁敬敏、王秀萍编写，第5章和第6章由张永清编写。全书由张永清统稿，黄一石主审。

由于编者水平有限，加之时间仓促，书中的不当之处在所难免，敬请专家、读者批评指正。

编 者

2007年6月

1 检验与测定	1
1.1 有机化合物定性分析	1
1.1.1 有机元素定性分析	1
1.1.1.1 钠熔法	1
1.1.1.2 氧瓶燃烧法	6
1.1.2 官能团检验	8
1.1.2.1 烯烃的检验	8
1.1.2.2 炔烃的检验	10
1.1.2.3 芳烃的检验	11
1.1.2.4 卤代烃的检验	13
1.1.2.5 醇类化合物的检验	16
1.1.2.6 酚的检验	21
1.1.2.7 醚的检验	23
1.1.2.8 羰基类化合物的检验	24
1.1.2.9 羧酸的检验	30
1.1.2.10 羧酸衍生物的检验	31
1.1.2.11 胺基类化合物的检验	34
1.1.3 经典有机未知物定性分析与现代有机未知物定性分析对比	38
1.1.3.1 经典有机未知物定性分析的一般步骤	38
1.1.3.2 现代有机未知物定性分析剖析方法简介	40
1.2 有机定量分析	41
1.2.1 概述	41
1.2.1.1 有机定量分析的特点	41
1.2.1.2 有机定量分析的基本方法	42
1.2.1.3 改进和建立有机官能团定量分析方法的途径	51
1.2.2 烯基化合物的测定	54
1.2.2.1 概述	54
1.2.2.2 氯化碘-乙酸溶液加成法	54
1.2.3 羟基的测定	58
1.2.3.1 概述	58

1.2.3.2 乙酸酐乙酰化法	58
1.2.3.3 邻醇羟基的测定	66
1.2.4 醛和酮的测定	71
1.2.4.1 概述	71
1.2.4.2 盐酸羟胺-三乙醇胺肟化法	71
1.2.4.3 二硝基苯肼法	74
1.2.4.4 亚硫酸钠加成法	76
1.3 解决检验技术难题	77
1.3.1 检验中干扰物质的排除	77
1.3.1.1 干扰的定义、种类	77
1.3.1.2 消除干扰的方法	78
1.3.2 检验中准确度的保证	89
1.3.2.1 抽样代表性的保证	89
1.3.2.2 检测方法的保证	90
1.3.2.3 化学试剂的保证	90
1.3.2.4 器皿的保证	93
1.3.2.5 分析仪器设备的保证	96
1.3.2.6 实验室环境的保证	101
1.3.2.7 分析人员操作技能的保证	102
1.4 新仪器设备的验收	103
1.4.1 验收仪器设备的一般程序	103
1.4.1.1 了解、熟悉仪器所需要的环境条件	103
1.4.1.2 仪器设备开箱、安装	104
1.4.1.3 仪器设备的调试	104
1.4.1.4 仪器设备的验收	104
1.4.1.5 仪器设备档案的建立	104
1.4.2 验收报告的编写	104
1.4.3 验收仪器设备实例	104
复习思考题	107
2 技术管理与创新	108
2.1 文献检索	108

2.1.1 分析化学中文文献种类	109
2.1.1.1 期刊	109
2.1.1.2 图书	110
2.1.1.3 科技报告	110
2.1.1.4 学位论文	110
2.1.1.5 会议资料	111
2.1.1.6 专利文献	111
2.1.1.7 技术标准	111
2.1.1.8 技术档案	111
2.1.1.9 产品样本	112
2.1.2 中文文献检索的方法	112
2.1.2.1 中文文献检索的工具	113
2.1.2.2 人工检索的一般方法	116
2.1.2.3 计算机检索的方法	117
2.1.3 文献信息调研	124
2.1.3.1 概述	124
2.1.3.2 文献信息调研的基本方法和步骤	126
2.1.3.3 文献信息分析成果的表达	127
2.2 引进或建立检验方法	129
2.2.1 引进或建立检验新技术的一般程序	129
2.2.1.1 调研工作与选择技术路线	129
2.2.1.2 设计、编写试验方案	130
2.2.1.3 进行条件试验或进行验证	131
2.2.2 总结报告或论文的编写	136
2.2.2.1 论文的一般格式	137
2.2.2.2 论文的写作要求	137
2.2.2.3 总结报告与论文的差别	139
2.3 数理统计的应用	139
2.3.1 一元一次线性回归方法	139
2.3.1.1 一元一次线性回归方程	140
2.3.1.2 一元一次标准工作曲线的线性相关性检验	142

2.3.1.3 例题	143
2.3.2 工作曲线的精密度与置信区间	146
2.3.2.1 工作曲线的精密度与置信区间	146
2.3.2.2 工作曲线中可疑值的检验	146
复习思考题	147
3 培训与指导	149
3.1 培训高级工、技师的教育大纲的编写	150
3.1.1 编写培训大纲的目的和意义	150
3.1.2 编写培训大纲遵循的原则	150
3.1.3 编写培训大纲的主要内容和基本格式	151
3.1.3.1 培训大纲的说明部分	151
3.1.3.2 培训大纲的正文部分	151
3.1.3.3 培训大纲的格式	152
3.1.3.4 实例——三级（高级）化学检验工培训教学大纲	153
3.2 培训计划的编写	157
3.2.1 培训计划的目的是意义	157
3.2.2 培训计划编写的基本格式	157
3.2.3 化学检验工——二级（技师）的培训计划实例	158
3.2.3.1 培训目标	158
3.2.3.2 培训对象	158
3.2.3.3 培训内容	158
复习思考题	159
4 实验室规划设计	160
4.1 质量检验实验室的规划	160
4.1.1 质量检验实验室的功能基本要求	160
4.1.2 质量检验实验室对环境的要求	160
4.2 不同分析实验室的主体设计	161
4.2.1 化学分析室的设计	161
4.2.1.1 化学分析室的形式	161
4.2.1.2 化学分析室的室内布置	161
4.2.1.3 化学实验台的设计	164

4.2.1.4	化学分析室的其他条件	171
4.2.1.5	化学实验室的室内装饰	171
4.2.2	仪器分析实验室的设计	172
4.2.2.1	仪器分析实验室的要求	172
4.2.2.2	仪器分析实验室的组成	173
4.2.2.3	仪器分析实验室的平面布置	174
4.2.2.4	仪器分析室的室内装修	177
4.2.3	辅助实验室的设计	178
4.2.3.1	高温室	178
4.2.3.2	溶液配制室	178
4.2.3.3	气瓶贮藏室	179
4.2.3.4	制样室	179
4.2.4	实验室配套设施的设计	179
4.2.4.1	水、电、气、照明的设计	179
4.2.4.2	实验室“三废”处理的设计	182
4.3	中间控制分析方案的编制	184
4.3.1	中间控制分析的特点	184
4.3.1.1	分析定位	184
4.3.1.2	分析方法	184
4.3.1.3	控制指标	184
4.3.1.4	分析频次和准确度	185
4.3.1.5	时效性	185
4.3.2	分析方案编制要点	185
4.3.2.1	查阅资料	185
4.3.2.2	试验验证	185
4.3.2.3	最佳实验条件的确定	186
4.3.3	中间控制分析点的设置	186
4.3.3.1	乙酸酐生产的中间控制分析方案	186
4.3.3.2	合成氨生产工艺流程	188
4.3.4	中间控制分析方案示例	188
4.3.4.1	中间控制分析方案编制要求	188

4.3.4.2	裂化稀乙酸的分析——总酸含量的测定	190
4.3.4.3	化学耗氧量 (COD) 测定	190
4.3.5	过程分析简介	191
4.3.5.1	自动取样和样品处理	191
4.3.5.2	过程分析仪器	192
4.3.5.3	过程分析信息处理	192
复习思考题		192
5	技术交流	193
5.1	组织质量分析会议	193
5.1.1	召开质量分析会议的目的和意义	193
5.1.2	会议的一般程序	193
5.1.3	会议通知的书写要求	194
5.1.3.1	通知的标题	194
5.1.3.2	正文	194
5.1.3.3	署名和日期	194
5.1.4	开好会议的注意事项	195
5.1.4.1	会议的准备工作	195
5.1.4.2	会议的组织工作	195
5.1.4.3	会议讨论 (议论) 时的引导	195
5.1.4.4	做好记录	195
5.1.4.5	抓好会议精神的落实和贯彻	195
5.2	参与比对试验	196
5.2.1	比对试验的目的和意义	196
5.2.2	比对试验的种类和方式	196
5.2.2.1	测量比对	197
5.2.2.2	实验室间检测比对	197
5.2.2.3	分割样品检测比对	197
5.2.2.4	已知值检验的比对	197
5.2.2.5	部分过程检测的比对	197
5.2.2.6	定性比对试验	197
5.2.3	比对试验数据的处理与分析	198

5.2.3.1	定值的确定	198
5.2.3.2	能力统计量的计算	198
5.3	编写质量分析报告	201
5.3.1	编写质量分析报告的目的和意义	201
5.3.2	质量分析报告的一般内容	202
5.3.2.1	概况	202
5.3.2.2	分析	202
5.3.2.3	结论	202
5.3.2.4	建议	202
5.3.3	写好质量分析报告的注意事项	202
	复习思考题	203
6	标准的制订	204
6.1	标准制订的原则	204
6.1.1	贯彻国家的有关方针、政策、法律和法规	204
6.1.2	合理利用国家资源, 推广科学技术成果	204
6.1.3	充分考虑使用要求, 维护消费者利益	204
6.1.4	保障安全和人体健康, 保护环境	205
6.1.5	积极采用国际标准和先进国家的标准, 促进对外贸易	205
6.2	标准制订的程序	205
6.2.1	组织标准制订工作组, 编制工作方案	206
6.2.2	标准草案的编制	206
6.3	标准的主要构成与内容	206
6.3.1	前言	207
6.3.2	范围	207
6.3.3	规范性引用文件	207
6.3.4	技术要求	207
6.3.5	试验方法	207
6.3.6	检验规则	208
6.3.7	包装、标识、贮运	208
6.3.7.1	包装	208
6.3.7.2	标识	208

6.3.7.3 贮运	208
6.3.8 安全提示	208
6.4 标准的审查	209
复习思考题.....	209
附录1 化学检验工理论知识鉴定要素细目表（部分）	210
附录2 化学检验工一级（高级技师）技能操作考核内容结构表	214
附录3 化学检验工技能操作鉴定要素细目表（部分）	215
附录4 化学检验工一级（高级技师）技能操作考核试题名称（部分）	216
参考文献.....	217

1 检验与测定

1.1 有机化合物定性分析

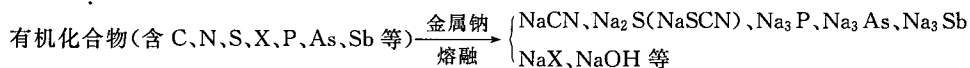
与无机化合物不同,大多数有机化合物中所含元素非常有限,但组成的化合物却千差万别,这就给有机分析带来许多要求和问题。目前有机分析主要沿着两条途径发展,一是以现代科技发展前沿为代表的,用原子吸收光谱、X射线衍射、电子探针和电子能谱等仪器进行样品的元素组成分析;用红外光谱、紫外光谱、拉曼光谱、质谱、核磁共振波谱和联机分析等仪器进行有机化合物分子结构分析的现代仪器分析方法。另一是用氧瓶燃烧、钠熔元素定性、溶度分组、官能团定性和官能团定量的经典分析方法。在这里重点介绍有机经典定性分析方法,对现代仪器分析方法以表格的形式列在本章的最后面,供读者参考。

1.1.1 有机元素定性分析

对于有机分析来说,必须特别考虑一些在无机分析中不会遇到的问题。由于大多数有机物不溶于水,且元素间以共价键形式结合,因此大多鉴定反应均呈负现象。为此需要研究如何将不溶于水的有机共价型化合物,转化成易溶于水的离子型化合物的方法。一般转化的方法有钠熔法、氧瓶燃烧法等^①。

1.1.1.1 钠熔法

(1) 方法原理 钠熔法是利用钠的还原性,将有机化合物分解成相应无机物的一种分解试样的手段,反应如下



(2) 操作步骤 用试管夹夹住一支盛有大约 50mg 金属钠的 10mL 干燥试管,用小火在试管底部加热至钠蒸气充满试管底部时,迅速加入 20~30mg 试样(试液约 3 滴,固体试样约一角匙尖),强热 2~3min,趁热将试管浸入到盛有

^① 本书除另有说明外,均使用分析纯试剂、水溶液;所使用的水应符合 GB/T 6682 中三级水规定;所用各种溶液按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 配制。无机试剂的百分比浓度均为质量分数。有机试剂中若是固-液溶液,则浓度为质量分数;若是液-液溶液,则浓度为体积分数。常用玻璃仪器及一般仪器设备不再叙述。

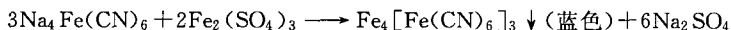
10mL 水的小烧杯中, 试管底部会发生破裂 (不破者可轻敲裂)。将试液煮沸、冷却、过滤, 除去炭粒和碎玻璃, 滤渣用 5mL 水洗涤二次, 合并洗涤液得约 15mL 无色或浅黄色母液, 供进行氮、硫、卤素等元素的鉴定用。

(3) 元素定性检验

① 氮元素的检验。氮元素的定性检验方法有普鲁士蓝法、乙酸铜-联苯胺法, 现介绍如下。

a. 普鲁士蓝试验。

② 方法原理: 钠熔法中氮元素生成 NaCN, 再与硫酸亚铁及三氯化铁在碱性溶液中生成蓝色沉淀, 表示试样中有氮元素。反应式如下

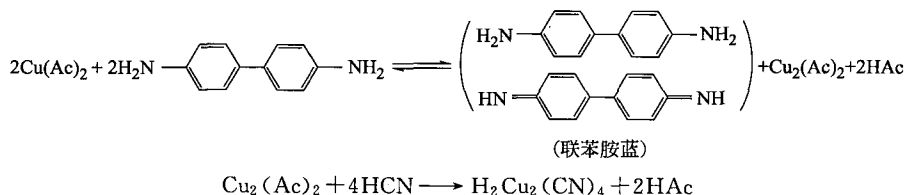


③ 检验步骤: 取 2mL 试液于试管中, 加 5 滴 5% 硫酸亚铁溶液、5 滴 10% 氢氧化钠溶液和 2 滴 30% 氟化钾溶液, 将混合溶液煮沸 0.5min, 冷却后加 3mol/L 硫酸溶液调至氢氧化铁沉淀溶解止, 再滴加 2 滴 5% 三氯化铁, 若溶液有蓝色沉淀析出, 则表示原试液中含氮 (实际上是检验 CN^- 是否存在)。

本法检出的最低浓度约为 0.7mg/L。

b. 乙酸铜-联苯胺试验。

④ 方法原理: 钠熔法溶液以稀醋酸酸化后, 加入新配制的乙酸铜-联苯胺试剂, 出现蓝色, 表示试样中有氮元素。反应式如下



⑤ 检验步骤: 取 0.1~0.2mL 试液 (3~5 滴) 于试管中, 加 1 滴 10% 乙酸酸化, 将试管放到试管架上, 沿试管壁小心加入 3~4 滴乙酸铜-联苯胺试剂, 切勿使两溶液混合, 观察两液面交界处, 若有蓝色环生成, 则表示原试液中含氮 (实际上是检验 CN^- 是否存在)。若试液中含有硫离子, 则应先加入 2~3 滴 5% 乙酸铅溶液, 离心分离后, 取上清液再进行检验。

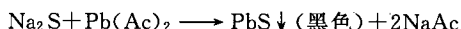
本法检出的最低浓度约为 0.5mg/L。

② 硫元素的检验。硫元素的定性检验方法有硫化铅法、亚硝酰铁氰化钠法, 现介绍如下。

a. 硫化铅试验。

④ 方法原理: 硫离子可与铅离子生成黑色的硫化铅沉淀, 表示试样中有硫

元素。反应式如下

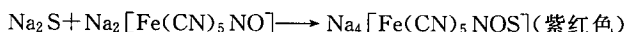


⑤ 检验步骤：取约 2~3 滴试液放入小试管中，滴加 1 滴 1.0mol/L 的乙酸铅溶液，用 6mol/L 的乙酸溶液 2~3 滴调节溶液至弱酸性，若有棕色至黑色的硫化铅沉淀产生，则表示原试液中含硫（实际上是检验 S^{2-} 是否存在）。

本法检出的最低浓度约为 125mg/L。

b. 亚硝酰铁氰化钠试验。

④ 方法原理：硫离子可与亚硝酰铁氰化钠反应生成红紫色的硫亚硝酰铁氰化钠，表示试样中有硫元素。反应式如下

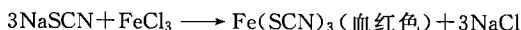


⑤ 检验步骤：取 1 滴试液（碱性）于白色点滴板上，加入 1 滴 1.0% 的亚硝酰铁氰化钠溶液（临时新配制的），若溶液呈紫红色，则表示原试液中含硫（实际上是检验 S^{2-} 是否存在）。

本法检出的最低浓度约为 5mg/L。

c. 同时检验硫和氮的试验。在硫和氮共存时，若钠熔时钠的量不足，则硫和氮会以硫氰根（ SCN^- ）的形式存在，因此在检验试液中不存在氰根（ CN^- ）和硫离子（ S^{2-} ）时，还不一定说明原试样不含硫元素和氮元素，只有通过检验不含硫氰根时，才有可能说明不含硫和氮元素。

④ 方法原理：硫氰根离子与三价铁离子生成血红色的配合物。反应式如下



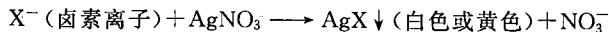
⑤ 检验步骤：取 1 滴试液于白色点滴板上，滴加 1 滴 6mol/L 的盐酸，使溶液呈酸性，再加 1 滴三氯化铁溶液，若溶液显红色，则表示原试液中有 SCN^- 存在。

本法检出的最低浓度约为 5mg/L。

③ 卤元素（X 表示）的检验。

a. 氯、溴、碘离子的检验。

④ 方法原理：在除去可能存在的氢氰酸、硫氰酸和硫化氢后，氯、溴、碘离子与银离子生成白色沉淀（表示有氯元素）或黄色沉淀（表示有溴或碘元素），则表示有卤素元素存在。反应式如下



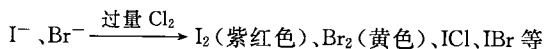
⑤ 检验步骤：取 0.5mL 试液放入 5mL 试管中，滴加 2~3 滴 6mol/L 的盐酸酸化后，在通风柜中煮沸 1~2min，以除去可能存在的氢氰酸、硫氰酸和硫化氢，然后滴加 1 滴 0.1mol/L 硝酸银溶液。若有白色浑浊或沉淀生成，表示原溶液有氯离子存在；若沉淀带黄色，则表示原试液有溴离子或碘离子存在，也可能

这三种离子同时存在。

b. 氯、溴、碘离子的分别检验。

① 溴、碘离子的分别检验——氯水法。

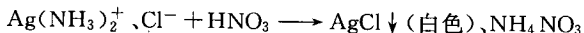
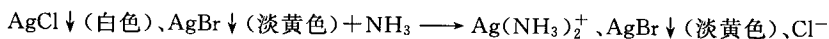
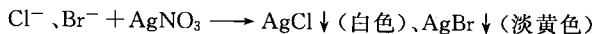
i. 方法原理：新生的氯气能将溴（或碘）离子氧化成黄色的溴（或紫红色的碘），反应式如下



ii. 检验步骤：取 1mL 试液于 10mL 试管中，滴加 2~3 滴 6mol/L 的盐酸酸化后（如有氮、硫元素，应在通风柜中煮除），加 1mL 四氯化碳，逐滴滴加新制氯水，并用力振荡，观察四氯化碳层，若下层呈紫红色，则表示原试液有碘离子存在；若只呈黄色，则表示原试液中只有溴离子存在，而不含碘离子；当上述溶液呈紫红色时，应继续往上述溶液滴加新制氯水，并用力振荡，继续观察四氯化碳层，如四氯化碳层溶液颜色由紫红色变成黄色或红棕色，则表示原试液中还有溴离子存在；如四氯化碳层溶液颜色不变，则表示原试液只有碘离子存在。

② 氯、溴离子的分别检验。

i. 方法原理：试液酸化后，加入硝酸银溶液，若生成白色或黄色沉淀，表示有氯元素或氯和溴元素存在，加氨水后 AgCl 的白色沉淀溶解，而 AgBr 的淡黄色沉淀不溶解。反应式如下



ii. 检验步骤：取 1mL 试液于 10mL 试管中，滴加 2~3 滴 6mol/L 的盐酸酸化后（如有氮、硫元素，应在通风柜中煮除），滴加 0.1mol/L 硝酸银溶液至不继续沉淀为止。离心分离弃去上清液，往沉淀中滴加 0.5mol/L 的 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}-\text{Ag}(\text{NH}_3)_2\text{NO}_3$ 溶液 2~3 滴，搅拌，离心分离，取上清液置于另一支 5mL 试管中。若试管中还有沉淀，可用 0.5mol/L 的 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}-\text{Ag}(\text{NH}_3)_2\text{NO}_3$ 溶液 2~3 滴再处理一遍，若还有沉淀，则表示原试液中有溴离子存在；若无沉淀，则表示原试液中无溴离子存在；往 5mL 试管中滴加浓硝酸 1~2 滴，若试管中有白色沉淀析出，则表示原试液中有氯离子存在；若无白色沉淀析出，则表示原试液中无氯离子存在。

③ 氟离子的检验——锆茜素法。

i. 原理：在除去氯、溴、碘及硫等离子的溶液中加入锆茜素溶液，试液由紫红色变为黄色，表示试样中有氟元素存在，反应式如下