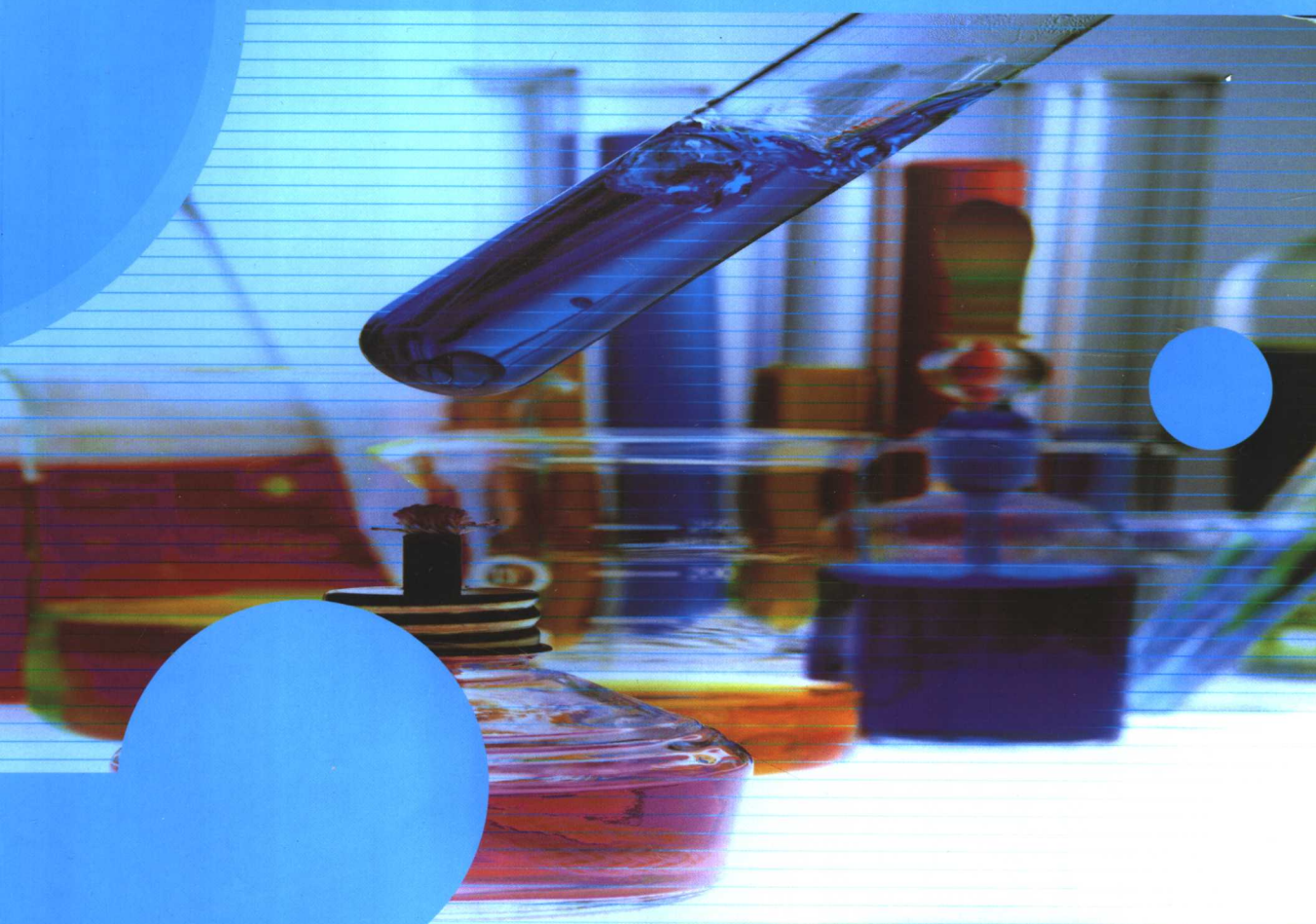


高等学校教材

工业分析化学 实验

张 燮 主编

罗明标 审校



化学工业出版社

高等学校教材

工业分析化学实验

张 燮 主编

罗明标 审校



化学工业出版社

· 北 京 ·

图书在版编目 (CIP) 数据

工业分析化学实验/张燮主编. —北京: 化学工业出版社, 2007. 5

高等学校教材

ISBN 978-7-122-00176-4

I. 工… II. 张… III. 工业分析-化学实验-高等学校-教材 IV. TB4-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2007) 第 038186 号

责任编辑: 何 丽
责任校对: 吴 静

文字编辑: 刘志茹
装帧设计: 张 辉

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

787mm×1092mm 1/16 印张 10 $\frac{3}{4}$ 字数 264 千字 2007 年 5 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: 19.00 元

版权所有 违者必究

前 言

《工业分析化学实验》是理论课《工业分析化学》的配套实验教材，也是我校应用化学专业的工业分析方向和进出口商品检验方向的必修课（专业实验）教材。

本教材的编写原则：（1）作为实验课教材，要有其科学性、系统性和实际可操作性；（2）既要考虑实验内容的广泛性、实际操作能力的训练多样性，循序渐进，做好素质教育和技能培养，又要考虑设计、开发能力的训练。重点放在化学分析技能训练和分析与解决问题能力的培养上。

本教材内容选择与编排上考虑到不同行业工业分析的不同对象编排了六章。第一章绪论，介绍专业实验的目的要求及它与本专业开设的其他课的关系；工业分析化学实验的基础知识和安全知识。第二章水质分析，选择天然水、饮用矿泉水、用水与污水中主要常见组分测定方法，计 16 个实验。第三章金属材料分析，安排了钢铁分析和铝及铝合金分析实验 14 个。第四章岩石矿物、土壤、工业原料分析，安排了常见组分和铀、钍、稀土、金等微量组分分析，共 21 个实验。第五章化工产品分析，安排了无机和有机化工产品检验中 10 个项目的 12 个实验。第六章食品分析，安排了食品中 18 个项目以上的 13 个实验。全书所选编的 76 个实验，涵盖了重量法、滴定法、分光光度法、荧光光度法、红外吸收法、火焰光度法、原子吸收分光光度法、薄层色谱法、高效液相色谱法、等离子体发射光谱法、电化学分析法等。在教学内容安排上，实验可分为三部分，一部分为工业分析方向和商品检验方向的必做实验；第二部分为不同专业方向的选做实验；第三部分为综合实验和设计性实验的参考内容。这样编排虽然篇幅大了些，但为不同行业的相关专业选用本教材提供了条件。

本教材第一、三章由张燮编写，第二章由彭雪娇编写，第四章由刘淑娟编写，第五、六章由牛建国编写。全书由张燮统稿，罗明标审校。

由于编者水平所限，书中不妥之处，望读者批评指正。

编者

2007 年 2 月

于东华理工学院

目 录

第一章 绪论	1
第一节 导言	1
一、专业实验与本专业开设的其他课程的关系	1
二、专业实验的目的和要求	1
三、教材中使用的有关名词术语	2
第二节 工业分析实验室基础知识	3
一、玻璃仪器	3
二、其他器皿	9
三、工业分析实验室用水	12
四、化学试剂	14
五、实验室的分类及设计要求	18
六、实验室的管理	20
第三节 工业分析实验室安全知识	22
一、防止中毒、化学灼伤、割伤	22
二、防火、防爆	22
三、灭火	23
四、化学毒物及中毒的救治	23
五、实验室安全守则	26
第二章 水质分析	28
实验一 化学需氧量的测定(一)——重铬酸钾法	28
实验二 化学需氧量的测定(二)——库仑滴定法	30
实验三 五日生化需氧量的测定——碘量法	32
实验四 天然水中碳酸盐和重碳酸盐的测定——酸碱滴定法	36
实验五 水中氯化物的测定——硝酸银滴定法	37
实验六 水中硫酸盐的测定——硫酸钡比浊法	39
实验七 水中钙和镁的测定——EDTA 滴定法	40
实验八 水中钾和钠的测定——火焰光度法	42
实验九 水中总铬的测定——二苯碳酰二肼光度法	43
实验十 水中六价铬的测定——二苯碳酰二肼光度法	45
实验十一 水中可溶性硅酸的测定——硅钼黄光度法	46
实验十二 水中硒的测定——二氨基萘荧光法	47
实验十三 水中矿化度的测定——重量法	49
实验十四 水中硝酸盐氮的测定——二磺酸酚光度法	51
实验十五 天然水中细菌总数的检验方法	52
综合实验 天然水中 K、Na、Ca、Mg、Fe、Mn 的连续测定——原子吸收光谱法	54
第三章 金属材料分析	57

实验十六	钢铁中碳的测定——燃烧-气体体积法	57
实验十七	钢铁中硫的测定——燃烧-碘酸钾滴定法	60
实验十八	钢铁中碳硫的联合测定——高频引燃-红外吸收法	62
实验十九	钢铁中磷的测定——磷钼蓝光度法	64
实验二十	钢铁中硅的测定——硅钼蓝光度法	66
实验二十一	钢铁中锰的测定——高碘酸钠(钾)氧化光度法	68
实验二十二	钢铁中硅、锰、磷的连续测定——分光光度法	69
实验二十三	铝及铝合金中铝的测定——氟化物置换-EDTA 滴定法	71
实验二十四	铝及铝合金中镁的测定——铜试剂分离-EDTA 滴定法	73
实验二十五	铝及铝合金中锌的测定——PAN 光度法	74
实验二十六	铝合金中锰的测定——过硫酸铵氧化-高锰酸盐光度法	75
实验二十七	铝及铝合金中铜的测定——草酰二酰肼光度法	76
实验二十八	铝及铝合金中钙的测定——火焰原子吸收光谱法	78
综合实验	碳钢及低合金钢的系统分析	80
第四章	岩石矿物土壤及工业原料分析	86
实验二十九	二氧化硅的测定(一)——动物胶凝聚重量法	86
实验三十	二氧化硅的测定(二)——氟硅酸钾沉淀分离——酸碱滴定法测定 SiO_2	87
实验三十一	三氧化二铝的测定——氟化物置换-EDTA 滴定法	89
实验三十二	总铁的测定——EDTA 滴定法	91
实验三十三	亚铁的测定—— $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 滴定法	92
实验三十四	氧化钾和氧化钠的测定——火焰光度法	93
实验三十五	氧化钙和氧化镁的测定——EDTA 滴定法	95
实验三十六	二氧化钛的测定——二安替比林甲烷光度法	97
实验三十七	氧化锰的测定——银盐-过硫酸铵氧化法	98
实验三十八	五氧化二磷的测定——磷钼蓝光度法	99
实验三十九	电感耦合等离子体发射光谱法同时测定钙、镁、钾、钠	100
实验四十	H_2O^- 的测定——重量法	101
实验四十一	H_2O^+ 的测定——重量法	102
实验四十二	灼烧减量的测定——重量法	103
实验四十三	高含量铀的测定—— $\text{Fe}(\text{II})$ 还原-钼酸铵滴定法	104
实验四十四	微量铀的测定(一)——TRPO 萃取分离-5-Br-PADAP 光度法	107
实验四十五	微量铀的测定(二)——离子交换分离-偶氮胂Ⅲ光度法	109
实验四十六	微量钍的测定——离子交换分离-偶氮胂Ⅲ光度法	111
实验四十七	微量稀土总量的测定——PMBP-苯萃取分离-偶氮氯膦-mN 光度法	114
实验四十八	痕量金的测定—— P_{350} 微色谱柱分离-硫代米蚰酮光度法	115
设计性实验	工业原料或废渣的系统分析	118
第五章	化工产品分析	119
实验四十九	无机化工产品中氯化物的测定——汞量法	119
实验五十	肥皂和洗涤剂中 EDTA(络合剂)含量的测定——硫酸铜滴定法	122
实验五十一	洗衣粉中活性氧含量的测定——高锰酸钾滴定法	123
实验五十二	电镀用硫酸铜的测定——硫代硫酸钠滴定法	124

实验五十三	工业硫酸锰的测定——硫酸亚铁铵滴定法	126
实验五十四	氯化钾的测定——四苯硼酸钠重量法	127
实验五十五	硫酸铵的测定(一)——蒸馏法	129
实验五十六	硫酸铵的测定(二)——甲醛法	131
实验五十七	工业用尿素中铁含量的测定——邻菲罗啉分光光度法	132
实验五十八	有机化工产品酸值的测定——酸碱滴定法	134
实验五十九	有机化工产品中皂化值和酯含量的测定——酸碱滴定法	135
设计性实验	化工产品中主要成分和杂质分析	136
第六章	食品分析	137
实验六十	食品中铝的测定——铬天青 S 比色法	137
实验六十一	食品中糖精钠的测定——高效液相色谱法	138
实验六十二	食品中黄曲霉毒素 B ₁ 的测定方法	140
实验六十三	食品中苏丹红的检测——液相色谱法	144
实验六十四	果汁饮料中总酸度的测定——酸碱滴定法	146
实验六十五	食品中镉的测定(一)——碘化钾-甲基原子吸收法异丁酮萃取	147
实验六十六	食品中镉的测定(二)——二硫脲-乙酸丁酯萃取原子吸收光谱法	149
实验六十七	食品中镉的测定(三)——不经分离的石墨炉原子吸收光谱法	151
实验六十八	食品中亚硝酸盐的测定——盐酸萘乙二胺法	152
实验六十九	食品中氟的测定——离子选择电极法	154
实验七十	饮料中维生素 C 的测定——直接碘量法	156
综合性实验	食品中多元素的测定——原子吸收光谱法	158
设计性实验	食品中有效成分和有害成分分析	163
参考文献		165

第一章 绪 论

第一节 导 言

《工业分析化学实验》是一门实践性专业课程，是和专业理论课密切联系、加深对理论课的理解和掌握，完成专业培养计划对学生的素质教育和专业技能训练必不可少的教学环节。为此，每一位学生都必须明确专业实验的目的和要求，了解本课程与其他课程之间的联系，认真按要求做好每一次实验。

一、专业实验与本专业开设的其他课程的关系

工业分析化学实验作为一门实践性强的专业课程，首先与专业理论课《工业分析》、《商品检验概论》、《环境监测》有着十分密切的联系。专业理论课是专业实验的理论基础。因此在学习专业实验课的过程中一定要不断学习专业理论课知识，并用它来指导实验，分析与解决实验过程中遇到的各种现象与问题。

同时，专业实验是建立在无机化学实验、有机化学实验、分析化学实验、仪器分析实验等基础课和专业基础课实验基础上。要充分运用基础化学和仪器分析实验中学到的知识和技能来解决专业实验中的问题。

专业实验是本专业实验课教学中最后一门综合性的实验课，其内容安排包括指定实验、选做实验和设计性实验等，要通过实验综合培养学生各种操作技能和严谨的实事求是作风，学会应用理论知识解决实际问题的方法，提高分析与解决问题的能力，为生产实习、毕业实习、毕业论文及将来工作打下良好的基础。

因此，专业实验在本专业实践性教学环节和专业能力培养中具有承前启后的作用。

二、专业实验的目的和要求

工业分析和商品检验两个方向的专业实验内容，包括水质分析、金属材料分析、岩矿分析、化工产品分析和食品分析等。要求学生通过本课程的学习，了解工业分析和商品检验的全过程及其特点，熟悉样品的采集、制备和预处理的主要方法，熟练掌握干法和湿法分解样品方法，沉淀分离、溶剂萃取、柱色谱分离等分离富集方法以及有关项目测定方法的原理和实验技术；培养熟练的化学分析操作技能和严谨的工作作风；学习分析问题和解决问题的方法。

为了上好每一堂实验课，使实验达到预期目的，要求每个学生必须做到以下要求。

① 实验前，必须认真预习实验教材，理解实验原理，理解并熟悉操作步骤，找出实验关键，了解每种试剂与操作的作用，熟悉仪器原理和操作方法，了解所用器皿的性质及其使用注意事项，写出预习报告。

预习报告内容：实验原理、简要操作步骤、主要试剂及其配制方法，并完成教师布置的预习作业题。

对于设计性实验，学生必须按教师提出的要求，广泛查阅资料，并将资料加以整理分析后，提出自己的实验方案提纲，经教师审查批准后，写出具体实验操作方案作为预习报告。

② 实验过程中,要做好实验工作安排,尽可能使分析流程设计及工作安排合理化、做到紧张而不忙乱,快而准;要细心操作、仔细观察,善于发现和解决实验中出现的各种现象和问题,并及时作出必要的记录(注意:必须有专门的原始记录本,或与预习报告合为一本,不能使用零星纸张);要正确操作仪器,如实地、正确地读取和记录实验数据(实验过程中对已记下的实验数据要纠正、修改时,要在原数据上划一道线,将改正表据写在旁边);要尊重指导教师的指导,遵守实验操作规程和实验室规章制度;注意做好器皿清洗工作和保持台面整洁;注意节约试剂和用水;保持实验室整洁、安静;切实注意安全。

③ 实验后,要及时处理实验数据,认真总结实验成果并按要求撰写出实验报告。

在数据处理中,要按规定取舍实验数据和对数字进行运算及修约;要用图或表直观表述的,既要写出原始数据,又要按要求制作出规范化的图或表。

实验报告的内容及要求是:简明扼要地写出实验方法提要,写出实验数据处理方法及结果,大胆讨论实验中的问题和解释实验过程中遇到的重要的正常与异常现象,并对实验课教学提出意见和建议。

三、教材中使用的有关名词术语

本教材中每个实验的内容分为方法原理(原理或方法提要)、仪器试剂、分析步骤(操作步骤、操作手续)、结果计算、附注(注释、讨论)、思考题六部分。

方法原理和方法提要是相近而又不同的两个概念。方法原理一般是指分析方法的测定部分的基本原理,包括重要化学反应式及结构式、关键的实验条件等,可以不包括试样分解、分离富集原理。而方法提要是分析方法的全过程提要描述,可以定性描述原理,不写化学反应式。本教材编写中两者均用,未统一,目的在于让同学理解两者的含义。

仪器试剂部分,仪器只列出大型仪器或特殊仪器,普通仪器(天平、分光光度计等)和玻璃仪器一般不列出,以节省篇幅。化学试剂则全部列出,并写明标准溶液和主要试剂配制方法。

分析步骤(操作手续、操作步骤)是实验过程必须严格遵守的实验程序,光度分析方法还附有工作曲线绘制步骤。这里要特别强调的是工作曲线(校准曲线、校正曲线)和标准曲线的相近与区别。相似的是两者均为吸光度对浓度的曲线;不同的是标准曲线是按测定部分(不包括试样分解、分离富集等预处理)操作制得,而工作曲线制作过程与试样分析全过程操作一致(包括试样分解、分离富集等预处理过程)。工业分析实验使用的是工作曲线。

结果计算有的列出计算公式,有的未列出计算公式(较简单的由学生自行确定计算公式),一般不写出计算公式的由来。结果表示形式,对固体试样一般用质量分数(即质量百分含量)表示,固体试样中微量组分用 $\mu\text{g/g}$ 表示;气体和液体试样用浓度表示,即 g/L 或 mg/L 。教材中结果计算有的单列一目,有的附在分析步骤后。

附注(或称注释、讨论)是对本实验方法中基本原理或操作中某些环节作进一步的解释或说明,以帮助学生理解和掌握实验方法。

思考题是学生预习实验教材、准备实验必须理解和把握的重要问题,也可以作为预习的作业题。

实验教材所涉及的其他术语如下。

① 岩石、矿物、土壤等无机固体非金属试样,除特殊规定外,均应在称样前于 $105\sim 110^\circ\text{C}$ 烘干,称样精确到小数点后第四位。

② 分析试剂。除特殊注明者外,一般为“二级试剂”(分析纯)。配制标准溶液一般为

“一级试剂”（优级纯），特殊的用基准试剂或色谱纯或光谱纯试剂。

③ 分析用水，除特殊注明外，均为一次蒸馏水，或离子交换水。

④ 标准溶液标定至少平行 4 份，相对误差不大于 0.3%。

⑤ 分析方法中未注明浓度的常用试剂，均为出厂的原始浓度。

⑥ 分析方法中所用的溶液，除特别指明某种溶剂外，均为水溶液。比例溶液是用容量比浓度表示的溶液，即液体试剂相互混合或用溶剂（大多为水）稀释时的表示方法。如任何一种液体溶剂的体积（前项）与水的体积（后项）之比。

⑦ 重量法中“称至恒重”表示前后两次称量之差不超过±0.2mg。

⑧ 方法中“空白试验”是指与试样同时进行的试验，除不含分析试样外，所采用的分析手续、试剂用量与试样完全一致。

第二节 工业分析实验室基础知识

一、玻璃仪器

（一）仪器玻璃

实验室中大量使用玻璃仪器，是因为玻璃具有一系列可贵的性质，如它有很高的化学稳定性、热稳定性，有很好的透明度、一定的机械强度和良好的绝缘性能等。玻璃原料来源方便，并可以用多种方法按需要制成各种不同形状的产品。用于制作玻璃仪器的玻璃称为“仪器玻璃”，用改变玻璃化学组成的方法可以制作出适应各种不同要求的仪器玻璃。

玻璃的化学成分主要是 SiO₂、CaO、Na₂O、K₂O。引入 B₂O₃、Al₂O₃、ZnO、BaO 等可使玻璃具有不同的性质和用途。表 1-1 列出了各种仪器玻璃的化学组成、性质及用途。

从表 1-1 中可以看出，特硬玻璃和硬质玻璃含 SiO₂ 和 B₂O₃ 较高，均属于高硼硅酸盐玻璃一类。它们具有较高的热稳定性，在化学稳定性方面耐酸、耐水性能好，耐碱性能稍差。一般仪器玻璃和量器玻璃为软质玻璃，其热稳定性及耐腐蚀性稍差。

表 1-1 仪器玻璃的化学组成、性质及用途

玻璃名称	通称	化学组成(w)/%						线胀系数	耐热(急变)温差/℃	软化点/℃	主要用途
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	B ₂ O ₃	R ₂ O(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	—	32×10 ⁻⁷	≥270	820	制作烧器类耐热产品
硬质玻璃	九五料	79.1	2.1	12.5	5.7	0.6	—	(41~42)×10 ⁻⁷	≥220	770	制作烧器类及各种玻璃
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、吸管及培养皿等
量器玻璃	白料	73	5	4.5	13.2	3.8	0.5	73×10 ⁻⁷	≥120	740	制作量器等

玻璃的化学稳定性较好，但并不是绝对不受侵蚀，而是其受侵蚀的程度符合一定的标准。因玻璃被侵蚀而有痕量离子进入溶液中，与玻璃表面吸附溶液中的待测离子反应，是微量分析要注意的问题。氢氟酸能很强烈地腐蚀玻璃，故不能用玻璃仪器进行含有氢氟酸的实

验。碱液特别是浓的或热的碱液对玻璃明显地腐蚀。储存碱液的玻璃仪器如果是磨口仪器,还会使磨口粘在一起无法打开。因此,玻璃容器不能长时间存放碱液。

石英玻璃属于特种仪器玻璃,其理化性能与玻璃有同有异,它具有极其优良的化学稳定性和热稳定性,但价格较贵。石英制品在实验室中也占有重要的地位,将在后面讲述。

(二) 常用玻璃仪器

实验室所用到的玻璃仪器种类很多,不同专业的实验室还会用到一些特殊的玻璃仪器,这里主要介绍一般通用的玻璃仪器及一些磨口玻璃仪器的知识。常用玻璃仪器的名称、规格和用途见表 1-2。

表 1-2 常用玻璃仪器的名称、规格和用途

名 称	规 格	主 要 用 途	使 用 注 意
(1) 烧杯	容量/mL: 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
(2) 锥形瓶(三角烧瓶)	容量/mL: 50、100、250、500、1000	加热处理试样和容量分析滴定	除有与烧杯相同的要求外,磨口锥形瓶加热时要打开塞,非标准磨口要保持原配塞
(3) 碘量瓶	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	同锥形瓶
(4) 圆(平)底烧瓶	容量/mL: 250、500、1000; 可配橡皮塞: 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仪器及沉淀	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
(8) 量筒 (9) 量杯	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	沿壁加入或倒出溶液,不能加热
(10) 容量瓶	容量/mL: 5、10、25、50、100、250、500、1000、2000; 量入式; 无色、棕色	配制标准溶液加液体试剂	不能在其内直接配制溶液,不能用于量取含氟化物的溶液
(11) 滴定管	容量/mL: 5、10、25、50、100 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; 不能长期存入碱液; 碱管不能放与橡皮作用的标准溶液
(12) 座式滴定管、微量滴定管	容量/mL: 1、2、5、10; 量出式	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	自动滴定,可用于滴定液需隔绝空气的操作	除有与一般滴定管相同的要求外,注意成套保管,要配打气用双连球
(14) 移液管(标线吸量管)	容量/mL: 1、2、5、10、15、20、25、50、100; 量出式	准确地移取一定量的液体	不能加热或量取热溶液; 不能用于含氟化物溶液的量取
(15) 刻度吸量管	容量/mL: 0.1、0.2、0.25、0.5、1、2、5、10、25、50; 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

续表

名 称	规 格	主要用途	使用注意
(16)称量瓶	扁形： 容量/mL 瓶高/mm 直径/mm 10 25 35 15 25 40 30 30 50 ... 高形： 10 40 25 20 50 30	扁形用作测定水分或在烘箱中烘干基准物；高形用于称量基准物、样品	不可盖紧磨口塞烘烤，磨口塞要原配
(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	细口瓶用于存入液体试剂；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放出大量热量的溶液；磨口塞要保持原配；不要长期存入碱性溶液，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/mm 50、60、75；管长/mm 150 短颈：口径/mm 50、60；管长/mm 90、120，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	不可直接用火加热
(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	硬质试管用于试管反应；离心试管可在离心机中借离心作用分离溶液和沉淀	硬质玻璃制成的试管可直接用火焰加热，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	目视比色、光度分析	不可直接用火加热，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，以免磨伤透光面
(23)吸收管	波氏 全长/mm: 173、233；多孔滤板吸收管 185，波片 1#	吸收气体样品中的被测物质	通过气体的流速要适当；两只串联使用；磨口塞要原配；不可直接用火加热；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，蛇形管用于冷凝低沸点液体蒸气，空气冷凝管用于冷凝沸点低于 150℃ 的液体	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、艾氏、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	不可直接用火加热，直径要略大于所盖容器

续表

名 称	规 格	主 要 用 途	使 用 注 意
(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
(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

(三) 玻璃仪器的洗涤方法

在分析工作中,洗净玻璃器皿不仅是一个实验前必须做的准备工作,也是一项技术性的工作。仪器洗涤是否符合要求,对分析结果的准确度和精密度均有影响。不同分析工作(如工业分析、一般化学分析、微量分析等)有不同的仪器洗净的要求。

1. 洗涤仪器的一般步骤

(1) 水刷洗 准备一些用于洗涤各种形状仪器的毛刷,如试管刷、烧杯刷、瓶刷等。首先用毛刷蘸水刷洗仪器,用水冲去可溶性物质及刷去表面黏附的灰尘。

(2) 用低泡沫洗涤剂刷洗 用低泡沫洗涤剂和水摇动,必要时可加入滤纸碎块,或用毛刷刷洗,温热的洗涤剂去油能力更强,必要时可短时间浸泡。去污粉因含有细砂等固体摩擦物,有损玻璃,一般不要使用。冲净洗涤剂,再用自来水洗 3 遍。

将滴管、吸量管、小试管等仪器浸于温热的洗涤剂水溶液中,在超声波清洗机液槽中洗数分钟,洗涤效果更佳。

洗净的仪器倒置时,水流出后器壁应不挂水珠。至此再用少量纯水涮洗仪器 3 次,洗去自来水带来的杂质,即可使用。

2. 各种洗涤剂的使用

针对仪器沾污物的性质,采用不同洗涤剂通过化学或物理作用能有效地洗净仪器。几种常用的洗涤剂见表 1-3。要注意在使用各种性质不同的洗液时,一定要把上一种洗涤剂除净后再用另一种,以免相互作用,生成的产物更难洗净。

洗涤剂的使用要考虑能有效地除去污染物,不引进新的干扰物质(特别是微量分析),又不腐蚀器皿。强碱性洗液不应在玻璃器皿中停留超过 20min,以免腐蚀玻璃。

铬酸洗液因毒性较大尽可能不用,近年来多以合成洗涤剂、有机溶剂等来去除油污,但有时仍要用到铬酸洗液,故也列入表内。

3. 砂芯玻璃滤器的洗涤

表 1-3 几种常用的洗涤液

洗涤液及其配方	使用 方 法
(1)铬酸洗涤(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	用于除去器壁上残留的油污,用少量洗液涮洗或浸泡一夜,洗液可重复使用 洗涤废液经处理解毒后方可排放
(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 常法洗净的仪器浸于纯酸洗液中 24h
(4)碱性洗液 氢氧化钠 10%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
(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 30g/L 的高锰酸钾溶液和 1mol/L 的氢氧化钠的混合溶液	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,再用浓盐酸或草酸洗液、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
(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,也可用于清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

① 新的滤器使用前应以热的盐酸或铬酸洗液边抽滤边清洗,再用蒸馏水洗净。可正置或倒置用水反复抽洗。

② 针对不同的沉淀物采用适当的洗涤剂先溶解沉淀,或反置用水抽洗沉淀物,再用蒸馏水冲洗干净,在 110℃烘干,升温 and 冷却过程都要缓慢进行,以防裂损。然后保存在无尘的柜或有盖的容器中,若不然积累的灰尘和沉淀堵塞滤孔很难洗净。表 1-4 列出洗涤砂芯滤板的洗涤液可供选用。

表 1-4 洗涤砂芯玻璃滤器常用的洗涤液

沉淀物	洗 涤 液
AgCl	(1+1)氨水或 10%Na ₂ S ₂ O ₃ 水溶液
BaSO ₄	100℃浓硫酸或用 EDTA-NH ₃ 水溶液
汞渣	(3%EDTA 二钠盐 500mL 与浓氨水 100mL 混合)加热近沸
有机物质	热浓 HNO ₃
脂肪	铬酸洗液浸泡或温热洗液抽洗
细菌	CCl ₄ 或其他适当的有机溶剂
	化学纯浓 H ₂ SO ₄ 5.7mL、化学纯 NaNO ₃ 2g、纯水 94mL 充分混匀,抽气并浸泡 48h 后以热蒸馏水洗净

4. 吸收池（比色皿）的洗涤

吸收池（比色皿）是光度分析中最常用的器件，要注意保护好透光面，拿取时手指应捏住毛玻璃面，不要接触透光面。

玻璃或石英吸收池在使用前要充分洗净，根据污染情况，可以用冷的或温热的（40～50℃）含阴离子表面活性剂的碳酸钠溶液（2%）浸泡，可加热 10min 左右。也可用硝酸、重铬酸钾洗液（测铬和紫外区测定时不用）、磷酸三钠、有机溶剂等洗涤。对于有色物质的污染可用 HCl（2mol/L）-乙醇（1+1）溶液洗涤。用自来水、实验室用纯水充分洗净后倒立在纱布或滤纸上控去水，如急用，可用乙醇、乙醚润洗后用吹风机吹干。

光度测定前可用柔软的棉织物或纸吸去光学窗面的液珠，将擦镜纸折叠为四层，轻轻擦拭至透明。

5. 特殊的洗涤方法

① 水蒸气洗涤法。有的玻璃仪器，主要是成套的组合仪器，可安装起来，用水蒸气蒸馏法洗涤一定时间。如凯氏微量定氮仪，使用前用装置本身发生的蒸气处理 5min。

② 测定微量元素用的玻璃器皿用 10% HNO₃ 溶液浸泡 8h 以上，然后用纯水冲净。测磷用的仪器不可用含磷酸盐的商品洗涤剂洗。测铬、锰的仪器不可用铬酸洗液、KMnO₄ 洗液洗涤。

测铁用的玻璃仪器不能用铁丝柄毛刷刷洗，测锌、铁用的玻璃仪器酸洗后不能再用自来水冲洗，必须直接用纯水洗涤。

③ 测定分析水中微量有机物的仪器可用铬酸洗液浸泡 15min 以上，然后用水、蒸馏水洗净。

④ 用于环境样品中痕量物质提取的索氏提取器，在分析样品前，先用乙烷和乙醚分别回流 3～4h。

⑤ 有细菌的器皿，可在 170℃ 用热空气灭菌 2h。

⑥ 严重沾污的器皿可置于高温炉中于 400℃ 加热 15～30min。

（四）玻璃仪器的干燥和存放

1. 玻璃仪器的干燥

实验中经常要用到的仪器应在每次实验完毕后洗净备用。用于不同实验的仪器对干燥有不同的要求，一般定量分析中用的烧杯、锥形瓶等仪器洗净即可使用，而用于有机化学实验或有机分析的仪器很多是要求干燥的，有的要求没水迹，有的则要求无水。应根据不同的要求来干燥仪器。

（1）晾干 不急等用的要求一般干燥仪器，可在纯水涮洗后在无尘处倒置控去水分，然后自然干燥。可用带有透气孔的玻璃柜旋转仪器。

（2）烘干 洗净的仪器控去水分，放在电烘箱或红外灯干燥箱中烘干，烘箱温度为 105～120℃，烘 1h 左右。称量用的称量瓶等在烘干后放在干燥器中冷却和保存。砂芯玻璃滤器、带实心玻璃塞的及厚壁的仪器烘干时要注意慢慢升温并且温度不可过高，以免烘裂。玻璃量器的烘干温度不得超过 150℃，以免引起容积变化（GB 12810—1991）。

（3）吹干 急需干燥又不便于烘干的玻璃仪器可以使用电吹风机吹干。

用少量乙醇、丙酮（或最后用乙醚）倒入仪器中润洗，流净溶剂，再用电吹风机吹。开始先用冷风，然后吹入热风至干燥，再用冷风吹去残余溶剂蒸气。此法要求通风好，要防止中毒，并要避免接触明火。

2. 玻璃仪器的保管

在贮藏室里玻璃仪器要分门别类地存放,以便取用。一些仪器的保管方法如下。

(1) 移液管 洗净后置于防尘的盒中。

(2) 滴定管 用毕洗去内装的溶液,用纯水涮洗后注满纯水,上盖玻璃短试管或塑料套管,也可倒置夹于滴定管夹上。

(3) 比色皿 用毕后洗净,先放在垫有滤纸的小瓷盘或塑料盘中,倒置晾干,然后收于比色皿盒或洁净的器皿中。

(4) 带磨口塞的仪器 容量瓶或比色管等最好在清洗前就用小线绳或塑料细套管把塞和管口拴好,以免打破塞子或互相弄混。需长期保存的磨口仪器要在塞间垫一张纸片,以免日久粘住。长期不用的滴定管、分液漏斗要除掉凡士林后垫纸,用皮筋拴好活塞保存。磨口塞间如有砂粒不要用力转动,以免影响其精度。同理,不要用去污粉擦洗磨口部位。

(5) 成套仪器 索氏提取器、气体分析器等成套仪器用完要立即洗净,放在专门的纸盒里保存。

总之,要本着对工作负责的精神,对所用的一切玻璃仪器用完后要清洗干净,按要求保管,养成良好的工作习惯,不要在容器里遗留油脂、酸液、腐蚀性物质(包括浓碱酸)或有毒药品,以免造成后患。

二、其他器皿

(一) 石英玻璃仪器

石英玻璃的化学成分是二氧化硅。由于原料不同,石英玻璃可分为“透明石英玻璃”和半透明、不透明的“熔融石英”。透明石英玻璃理化性能优于半透明石英,主要用于制造实验室玻璃仪器及光学仪器等。由于石英玻璃能透过紫外线,在分析仪器中常用来制作紫外范围应用的光学零件。

石英玻璃的线胀系数很小(5.5×10^{-7}),仅为特硬玻璃的1/5,因此它耐急冷急热,将透明石英玻璃烧至红热,放到冷水里也不会炸裂。石英玻璃的软化温度是1650℃,由于它具有耐高温性能,能在1100℃下使用,短时间可用到1400℃。

石英玻璃的纯度很高,二氧化硅含量在99.95%以上,具有相当好的透明度。它的耐酸性能非常好,除氢氟酸和磷酸外,任何浓度的有机酸和无机酸甚至在高温下都极少和石英玻璃作用。因此,石英是痕量分析用的好材料,在高纯水和高纯试剂的制备中也常采用石英器皿。

石英玻璃不能耐氢氟酸的腐蚀,磷酸在150℃以上也能与其作用,强碱溶液包括碱金属碳酸盐也能腐蚀石英,在常温时腐蚀较慢,温度升高腐蚀加快。因此,石英制品应避免用于上述场合。

在化验室中常用的石英玻璃仪器有石英烧杯、坩埚、蒸发皿、石英比色皿、石英舟、石英管、石英蒸馏水蒸馏器等。因其价格昂贵,应与玻璃仪器分别存放及保管。

不许带进杂质的操作中常使用玛瑙研钵,如发射光谱分析等。玛瑙是天然二氧化硅的一种,它的硬度很大,与很多药品都不能作用。使用时不可用力敲击,用后洗净。可用少量稀盐酸洗或用少许食盐研磨。玛瑙研钵不可加热,可以自然干燥或低温(60℃)慢慢烘干。

(二) 其他非金属器皿

瓷制器皿能耐高温,可在高至1200℃的温度下使用,耐化学腐蚀性也比玻璃好,瓷制品比玻璃坚固,且价格便宜,在实验室中经常要用到。涂有釉的瓷坩埚灼烧后失重甚微,可

在重量分析中使用。瓷制品均不耐苛性碱和碳酸钠的腐蚀,尤其不能在其中进行熔融操作,用一些不与瓷作用的物质,如 MgO 、炭粉等作为填垫剂,在瓷坩埚中用定量滤纸包住碱性熔剂熔融处理硅酸盐试样,可部分代替铂制品。

常用的瓷制器皿及非金属材料器皿见表 1-5。

表 1-5 常用的瓷制器皿及非金属材料器皿

名 称	规 格	一 般 用 途
瓷蒸发皿	涂釉,容量/mL:15、30、60、100、250...	蒸发液体、熔融石蜡,用于标签刷蜡等
瓷坩埚	涂釉,容量/mL:10、15、20、25、30、40...	灼烧沉淀及高温处理试样,高形用于隔绝空气条件下处理试样
研钵	除研磨面外均上釉,直径/mm:60、100、150、200	研磨固体试剂
布氏漏斗	上釉,直径/mm:51、67、85、106...	上铺 2 层滤纸用抽滤法过滤
玛瑙研钵	同“研钵”	研磨硬度大及不允许带进杂质的样品

难熔氧化物的坩埚,如主要成分是氧化铝的刚玉坩埚或主要成分为二氧化锆等氧化锆坩埚,可使用的温度更高。二氧化锆坩埚能耐过氧化钠的腐蚀。

热解石墨是在高温、低压、氮气下,由碳氢化合物裂解制成的。热解石墨坩埚致密、有金属光泽、渗透性小,易清洗,能耐 800°C 高温,如外套一个瓷坩埚能耐 1000°C 高温。它能耐除高氯酸以外的一切强酸(包括王水),耐中、低温下强碱作用、耐过氧化钠和高温熔盐的腐蚀,使用寿命长,可以代替一些贵金属坩埚使用。

塑料制品在实验室的应用日益增多,由于塑料具有一些特有的物理和化学性质,在实验室中可以作为金属、木材、玻璃等的代用品。某些塑料耐酸碱腐蚀性好,可应用于不能使用玻璃的场合。

聚乙烯可分为低密度、中密度和高密度聚乙烯,其软化点为 $105\sim 125^{\circ}\text{C}$ 。聚乙烯的最高使用温度为 70°C ,耐一般酸、碱腐蚀,能被氧化性酸慢慢侵蚀。常温下不溶于一般的有机溶剂中,但与脂肪烃、芳香烃和卤代烃长时间接触,能溶胀。

等规聚丙烯可在 $107\sim 121^{\circ}\text{C}$ 下连续使用。除强氧化剂外与大多数介质均不起作用。

由于聚乙烯及聚丙烯耐碱和耐氢氟酸的腐蚀,常用来代替玻璃试剂瓶储存氢氟酸、浓氢氧化钠溶液及一些呈碱性的盐类(如硫化物、硅酸钠等)。但要注意浓硫酸、硝酸、溴、高氯酸可以与聚乙烯和聚丙烯作用。

聚四氟乙烯也是热塑性塑料,色泽白,有蜡状感觉,耐热性好,最高工作温度为 250°C ,除熔融态钠和液态氟外能耐一切浓酸、浓碱、强氧化剂的腐蚀,在王水中煮沸也不起变化,在耐腐蚀性上可称为塑料“王”。聚四氟乙烯的电绝缘性好,并能切削加工。

聚氯乙烯所含杂质多,一般不用于储存纯水和试剂。

化验工作中使用的塑料制品主要有聚乙烯烧杯、漏斗、量杯、试剂瓶、洗瓶和实验室用纯水储存桶等。聚四氟乙烯烧杯和坩埚均有产品,可用作氢氟酸处理样品的容器。有不锈钢外套的聚四氟乙烯坩埚在加压加热(一般要求低于 200°C)处理矿样和消解生物材料方面得到应用。聚四氟乙烯使用温度不可超过 250°C ,超过此温度即开始分解,在 415°C 以上急剧分解,放出极毒的全氟异丁烯气体。

塑料对各种试剂有渗透性,因而不易洗干净。它们吸附杂质的能力也较强,因此,为了避免交叉污染,在使用塑料瓶储存此类溶液时,应实行专用。