



普通高等教育“十三五”规划教材

仪器分析实验

Experiment for Instrument Analysis

卢士香 齐美玲 张慧敏 曹 洁 邵清龙 © 主编



普通高等教育“十三五”规划教材

仪器分析实验

Experiment for Instrument Analysis

卢士香 齐美玲 张慧敏 曹洁 邵清龙 © 主编



北京理工大学出版社

BEIJING INSTITUTE OF TECHNOLOGY PRESS

内 容 简 介

本书共 8 章, 包括实验室的一般知识、电位分析法、库仑分析法、伏安分析法、原子发射光谱法、原子吸收光谱法、原子荧光光谱法、紫外-可见分光光度法、红外光谱法、分子荧光光谱法、气相色谱法、液相色谱法、气相色谱-质谱联用法、液相色谱-质谱联用法、质谱分析法、核磁共振波谱法、粉末 X-射线衍射法、设计实验、实验数据计算机处理和模拟。共编入基本实验 34 个、设计实验题目 10 个。书中扼要介绍了相关实验涉及的原理、相关仪器及使用方法。书中附录列出了分析化学常用的常数、参数等。

本书可作为普通高等学校及师范院校的化学、生物、医学等相关专业的本科生仪器分析实验教材, 也可供从事分析、检验工作的科技人员参考。

版权专有 侵权必究

图书在版编目 (CIP) 数据

仪器分析实验/卢士香等主编. —北京: 北京理工大学出版社, 2017. 1

ISBN 978-7-5682-3449-8

I. ①仪… II. ①卢… III. ①仪器分析-实验-高等学校-教材 IV. ①O657-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 297804 号

出版发行 / 北京理工大学出版社有限责任公司

社 址 / 北京市海淀区中关村南大街 5 号

邮 编 / 100081

电 话 / (010) 68914775 (总编室)

(010) 82562903 (教材售后服务热线)

(010) 68948351 (其他图书服务热线)

网 址 / <http://www.bitpress.com.cn>

经 销 / 全国各地新华书店

印 刷 / 三河市华骏印务包装有限公司

开 本 / 787 毫米 × 1092 毫米 1/16

印 张 / 11.5

字 数 / 267 千字

版 次 / 2017 年 1 月第 1 版 2017 年 1 月第 1 次印刷

定 价 / 32.00 元

责任编辑 / 钟 博

文案编辑 / 钟 博

责任校对 / 周瑞红

责任印制 / 王美丽

图书出现印装质量问题, 请拨打售后服务热线, 本社负责调换

前言

分析化学是表征和测量的科学,包括化学分析和仪器分析。仪器分析方法与化学分析方法相比,发展更快。仪器分析方法及其内容迅速增加,其重要性日益突出。仪器分析已成为各高等院校化学类及其相关专业的公共基础课程。仪器分析实验是仪器分析课程的重要组成部分,本书介绍了常见分析仪器的使用方法和应用。仪器分析实验课程的主要目的是通过仪器分析实验,使学生加深对有关仪器分析方法基本原理的理解,掌握常见分析仪器的基本构造、使用方法和其在分析测试中的应用,仪器分析实验的基本知识和技能;让学生学会正确地使用分析仪器,合理地选择实验条件,正确处理数据和表达实验结果;培养学生严谨求是的科学态度,科技创新和独立工作的能力,利用分析仪器手段分析解决问题和正确处理实验结果、数据等的能力。

本书力求反映理工科的特色,努力联系工程、社会和生活实际,实现基础与前沿、经典与现代的有机结合,以实验特有的应用性和创造性激发学生的想象力和创造力,培养学生从事科学研究的能力和综合实践能力。

首先,本书介绍了仪器分析实验的基础知识,包括实验室规章、实验用水的规格和制备、常用玻璃器皿的洗涤、化学试剂与试样的准备等内容。其次,本书重点介绍了常用的仪器分析方法原理、仪器结构与原理和实验内容,主要包括电位分析法、库仑分析法、伏安分析法、原子发射光谱法、原子吸收光谱法、原子荧光光谱法、紫外-可见分光光度法、红外光谱法、分子荧光光谱法、气相色谱法、液相色谱法、气相色谱-质谱联用法、液相色谱-质谱联用法、质谱分析法、核磁共振波谱法、粉末X-射线衍射法等。

本书包括仪器分析实验34个,设计实验题目10个。使用本教材时可根据专业要求和实验条件对内容进行取舍。

参加本书编写的教师有卢士香、赵天波、齐美玲、张慧敏、曹洁、邵清龙。全书由卢士香整理定稿,由赵天波、齐美玲审阅。感谢赵天波在教

材编写过程中给予的指导和帮助。北京理工大学化学学院分析化学系的许多教师先后参与本实验课程的教学，对本教材的建设作出了许多贡献，在此深表感谢。

由于编写水平有限，书中的错误和不妥之处在所难免，诚恳地希望读者批评指正，以便再版时修正。

编 者

2016 年 9 月于北京理工大学

目 录

CONTENTS

第一章 仪器分析实验的基本知识	001
1.1 仪器分析实验的基本要求	001
1.1.1 仪器分析实验的教学目的	001
1.1.2 仪器分析实验的基本规则	001
1.1.3 仪器分析实验的操作规则	002
1.2 实验报告和实验数据处理	003
1.2.1 评价分析方法和分析结果的基本指标	003
1.2.2 实验报告	003
1.2.3 实验数据及分析结果的表达	003
1.3 分析实验室的安全规则	004
1.4 玻璃仪器的洗涤、干燥和存放	005
1.4.1 玻璃仪器的洗涤	005
1.4.2 洗净的玻璃仪器的干燥和存放	007
1.5 分析试样的采集、制备及处理	007
1.5.1 试样的采集	007
1.5.2 试样的制备	009
1.5.3 试样的分解	009
第二章 电化学分析实验	012
2.1 电位分析法	012
2.2 库仑分析法	013
2.2.1 控制电位库仑分析法的特点及应用	013
2.2.2 恒电流库仑分析法的基本原理	014
2.2.3 库仑滴定法的基本装置	014
2.3 伏安分析法	015
2.3.1 基本原理	015
2.3.2 基本过程	016

2.3.3 分类	016
2.3.4 影响溶出峰电流的因素	017
2.3.5 操作条件的选择	017
2.4 电位分析中的电极	017
2.4.1 指示电极	017
2.4.2 参比电极	020
2.5 上海雷磁 PHS-3B 型 pH 计的使用	023
2.5.1 仪器的工作原理	023
2.5.2 操作步骤	023
2.5.3 仪器的维护	025
2.5.4 电极的使用及维护	025
实验 2.1 用电位分析法测定水溶液的 pH 值	026
实验 2.2 啤酒总酸的测定	031
实验 2.3 乙酸的电位滴定分析及其解离常数的测定	032
实验 2.4 用电位滴定法测定水中氯离子的含量	034
实验 2.5 用氟离子选择电极测定饮用水中的氟	037
实验 2.6 用库仑分析法测定砷	041
实验 2.7 铁氰化钾和菲珉的循环伏安行为	043
实验 2.8 用阳极溶出伏安法测定水样中的痕量铜和镉的含量	047
第三章 分子光谱分析实验	051
3.1 紫外-可见分光光度法	051
3.2 红外吸收光谱法	052
3.2.1 原理	052
3.2.2 样品的制备	053
3.3 荧光光谱法	054
实验 3.1 用邻二氮菲分光光度法测定铁	055
实验 3.2 用分光光度法测定邻二氮菲-铁(Ⅱ)配合物的组成和稳定常数	058
实验 3.3 不同极性溶剂中苯及苯的衍生物紫外吸收光谱的测定	060
实验 3.4 合金钢中铬、锰的定性分析	061
实验 3.5 有机物红外光谱的测绘及结构分析	064
实验 3.6 用荧光分析法测定饮料中的奎宁	065
第四章 原子光谱分析实验	067
4.1 原子发射光谱分析法	067
4.1.1 原理	067
4.1.2 原子发射光谱仪的组成	067
4.1.3 光谱定性定量分析	069
4.2 原子吸收光谱分析法	071
4.2.1 火焰原子吸收光谱法	071
4.2.2 非火焰原子吸收光谱法	073

4.3 原子荧光光谱分析法 (Atomic Fluorescence Spectrometry, AFS)	074
4.3.1 原子荧光的类型	074
4.3.2 原子荧光光度计	075
4.3.3 原子荧光分析方法操作规程	076
4.3.4 参数设定	076
4.3.5 检出限与相对标准偏差测定	077
4.3.6 测量中的注意事项	077
实验 4.1 用火焰光度法测定水中钾、钠的含量	078
实验 4.2 河底沉积物中重金属元素的原子发射光谱半定量分析	082
实验 4.3 合金材料的电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP - AES)全分析	086
实验 4.4 用火焰原子吸收法测定水中钙和镁的含量	090
实验 4.5 用石墨炉原子吸收光谱法测定水中的微量铅	092
实验 4.6 水中痕量砷、汞的原子荧光光谱分析	093
第五章 色谱分析实验	096
5.1 气相色谱法	096
5.1.1 气相色谱法的基本原理	096
5.1.2 操作条件的选择	097
5.1.3 分离条件的选择	098
5.2 高效液相色谱法	102
5.2.1 液相色谱法的基本原理	102
5.2.2 液相色谱仪的基本组成	103
实验 5.1 气相色谱法中色谱柱的评价与分离条件的测试	104
实验 5.2 用气相色谱法测定食用酒中的乙醇含量	107
实验 5.3 气相色谱定性定量分析	109
实验 5.4 高效液相色谱柱效能的评定	111
实验 5.5 用高效液相色谱法测定人血浆中扑热息痛的含量	112
实验 5.6 用毛细管区带电泳法测定碳酸饮料中的防腐剂	114
实验 5.7 用离子色谱法测定地表水中的痕量阴离子	115
实验 5.8 用凝胶色谱法(GPC)测定高分子聚合物的分子量分布	117
实验 5.9 用氨基酸全自动分析仪测定牛奶中的 16 种氨基酸	122
第六章 其他仪器分析实验	125
实验 6.1 用高分辨质谱法确定化合物的结构	125
实验 6.2 用核磁共振波谱法测定化合物的结构	128
实验 6.3 用气相色谱-质谱法分析食用油的成分	131
实验 6.4 用液相色谱-质谱法分离鉴定药物	133
实验 6.5 粉末 X-射线光谱法	135
第七章 设计实验	139
第八章 实验数据的计算机处理和模拟	141
8.1 电位滴定终点的确定	141

8.2 一元线性回归分析	143
8.3 拉格朗日 (Lagrange) 插值法	145
附录	147
附录 1 弱酸及弱碱在水溶液中的解离常数 (25℃)	147
附录 2 标准电极电位及条件电位 (V, vs SHE)	149
附录 3 一些参比电极在水溶液中的电极电位 (V, vs SHE)	154
附录 4 不同温度的 $\Delta E(\text{mV})/\Delta \text{pH}$	154
附录 5 缓冲溶液	155
附录 6 市售酸碱试剂的含量及密度	156
附录 7 常用干燥剂	156
附录 8 理论纯水的电导率 (K_p, t) 及其换算因素 (a_t^*)	157
附录 9 红外光谱的 8 个重要区段	157
附录 10 一些基团的振动与波数的关系	158
附录 11 部分元素的光谱线	159
附录 12 气相色谱常用固定液	160
附录 13 气相色谱中的常用载体	162
附录 14 液相色谱常用流动相的性质	163
附录 15 反相液相色谱常用固定相	163
附录 16 一些气体和蒸气的导热系数	164
附录 17 一些化合物的相对校正因子和沸点	165
附录 18 常用氘代试剂中残余质子的化学位移 (化学位移值相对 TMS)	165
附录 19 化合物的摩尔质量	166
附录 20 有机化合物中一些常见元素的精确质量及其天然丰度	170
实验索引	171
参考文献	173
元素周期表	175

第一章

仪器分析实验的基本知识

1.1 仪器分析实验的基本要求

1.1.1 仪器分析实验的教学目的

仪器分析实验是仪器分析课程的重要组成部分。它是学生在教师的指导下,以分析仪器为工具,亲自动手获得所需物质的化学组成、结构和形态等信息的教学实践活动。仪器分析实验可使学生加深对有关仪器分析方法基本原理的理解,掌握仪器分析实验的基本知识和技能;可使学生会正确地使用分析仪器、合理地选择实验条件、正确地处理数据和表达实验结果;可培养学生严谨求是的科学态度、科技创新和独立工作的能力。

1.1.2 仪器分析实验的基本规则

(1) 仪器分析实验所使用的仪器一般都比较昂贵,同一实验室不可能购置多套同类仪器,仪器分析实验通常采用大循环方式组织教学。因此,学生在实验前必须做好预习工作,仔细阅读仪器分析实验教材,了解分析方法和分析仪器工作的基本原理,仪器主要部件的功能、操作程序和注意事项。

(2) 学会正确使用仪器。要在教师的指导下熟悉和使用仪器,要勤学好问,未经教师允许不得随意开动或关闭仪器,更不得随意旋转仪器按钮、改变仪器的工作参数等。详细了解仪器的性能,防止损坏仪器或发生安全事故。应始终保持实验室的整洁和安静。

(3) 在实验过程中,要认真地学习有关分析方法的基本要求。要细心观察实验现象、仔细记录实验条件和分析测试的原始数据;学会选择最佳实验条件;积极思考、勤于动手,培养良好的实验习惯和科学作风。

(4) 爱护仪器设备。实验中如发现仪器工作不正常,应及时报告教师处理。每次实验结束,应将所用仪器复原,清洗好使用过的器皿,整理好实验室。

(5) 认真写好实验报告。实验报告应简明扼要,图表清晰。实验报告的内容包括实验名称、完成日期、实验目的、方法原理、仪器名称及型号、主要仪器的工作参数、主要实验步骤、实验数据或图谱、实验中出现的现象、实验数据处理和结果处理、问题讨论等。认真写好实验报告是提高实验教学质量的一个重要环节。

1.1.3 仪器分析实验的操作规则

1. 认真预习

实验前应准备一本预习报告本,认真预习,并作好预习报告。预习报告应简明扼要。

预习的内容包括:实验目的、实验原理、操作步骤、主要的仪器、药品用法及用量以及实验中的注意事项等。预习时,针对实验原理部分,应结合理论知识相关内容,广泛查阅参考资料,真正做到实践与理论融会贯通;针对操作步骤中初次接触的操作技术,应认真查阅实验教材中相关的操作方法,了解这些操作的规范要求,保证实验中操作的规范,注重基本操作的规范化培养。

预习是做好实验的前提和保证,预习工作可以归纳为如下三点:

(1) 认真阅读实验教材、有关参考书及参考文献,做到:

①明确实验目的,掌握实验原理及相关计算公式;熟悉实验内容、主要操作步骤及数据的处理方法;提出注意事项,合理安排实验时间,使实验有序、高效地进行。

②预习(或复习)仪器的基本操作和使用。

(2) 查阅手册和有关资料,并列出实验中出现的化合物的性能和物理常数。

(3) 在阅读实验教材、有关参考书及参考文献和查阅手册和有关资料的基础上认真写好预习报告。

2. 爱护仪器

要爱护仪器设备,对初次接触的仪器(尤其是大型分析仪器),应在了解其基本原理的基础上,仔细阅读仪器的操作规程,认真听从老师的指导。未经允许不可私自开启设备,以防损坏仪器。

3. 注意安全

严格遵守实验室安全规则,熟悉并掌握常见事故的处理方法。保持室内整洁,保证实验台面干净、整齐。将火柴梗、废纸等杂物丢入垃圾筐,要节约使用水、电等。

4. 遵守纪律

严格遵守实验纪律,不缺席,不早退,有事要请假,并跟老师约好时间,另行补做。每次实验应提前 10 min 进实验室。保持室内安静,不要大声谈笑,不要到处乱走,禁止在实验室嬉闹。

5. 严谨实验

(1) 认真听取实验前的课堂讲解,积极回答老师提出的问题。进一步明确实验原理、操作要点、注意事项,仔细观察老师的操作示范,保证基本操作规范化。

(2) 按拟定的实验步骤操作,既要大胆又要细心,仔细观察实验现象,认真测定数据。每个测定指标至少要做 3 个平行样。有意识地培养自己高效、严谨、有序的工作作风。

(3) 对观察到的现象和数据要将其如实记录在预习报告本上,做到边实验、边思考、边记录。不得用铅笔记录,原始数据不得涂改或用橡皮擦拭,如记错可在原数据上划一横杠,再在旁边写上正确值。

(4) 实验中要勤于思考,仔细分析。如发现实验现象或测定数据与理论不符,应尊重实验事实,并认真分析和检查原因,也可以做对照实验、空白实验或自行设计实验来核对。

(5) 实验结束后,应立即把所用的玻璃仪器洗净,将仪器复原,填好使用记录,清理

好实验台面。将预习报告本交给老师检查,确定实验数据合格后,方可离开实验室。

(6) 值日生应认真打扫实验室,关好水、电、门、窗后方可离开实验室。

实验操作规则是保证良好的工作环境和秩序,防止意外事故发生的准则,人人都要遵守。要在实验中有意识地培养自己的动手能力、独立解决问题的能力以及良好的工作作风。

1.2 实验报告和实验数据处理

1.2.1 评价分析方法和分析结果的基本指标

一个好的分析方法应该具有良好的检测能力,易获得可靠的测定结果,有广泛的适用性。此外,操作方法应尽可能简便。检测能力用检出限表征,测定结果的可靠性用准确度和精密度表示,适用性用标准曲线的线性范围和抗干扰能力来衡量。一个好的分析结果应随机误差小,又没有系统误差。

1.2.2 实验报告

做完实验仅是完成实验的一半,更重要的是进行数据整理和结果分析,把感性认识提高到理性认识。要求做到:

(1) 认真、独立完成实验报告。对实验数据进行处理(包括计算、做图),得出分析测定结果。

(2) 将平行样的测定值或测定值与理论值进行比较,分析误差。

(3) 对实验中出现的问题进行讨论,提出自己的见解,对实验提出改进方案。

实验报告应包括:

(1) 实验题目、完成日期、姓名、合作者。

(2) 实验目的、简要原理、所用仪器、试剂及主要实验步骤。

(3) 实验数据及计算结果,实验的讨论。

(4) 解答实验思考题。

(5) 原始实验数据记录。

报告中所列的实验数据和结论,应组织得有条理,合乎逻辑,还应表达得简明正确,并附上应有的图表。

1.2.3 实验数据及分析结果的表达

1. 列表法

列表法具有直观、简明的特点。实验的原始数据一般均以此方法记录。列表需标明表名。表名应简明,但又要完整地表达表中数据的含义。此外,还应说明获得数据的有关条件。表格的纵列一般为实验号,而横列为测量因素。记录数据应符合有效数字的规定,并使数字的小数点对齐,以便于数据的比较分析。

2. 图解法

图解法可以使测量数据间的关系表达得更为直观。许多测量仪器使用记录仪记录所获得

的测量图形,利用图形可以直接或间接地求得分析结果。

1) 利用变量间的定量关系图形求得未知物含量

定量分析中的标准曲线,就是以自变量浓度为横坐标,应变量即各测定方法相应的物理量为纵坐标,绘制标准曲线。对于欲求的未知物浓度,可以由它测得的相应物理量值从标准曲线上查得。

2) 通过曲线外推法求值

分析化学测量中常用间接方法求测量值。如对未知试样可以通过连续加入标准溶液,测得相应方法的物理量变化,用外推作图法求得结果。在氟离子选择电极测定饮用水中氟的实验中,可使用格式图解法求得氟离子含量。

3) 求函数的极值或转折点

实验中常需要确定变量之间的极大、极小、转折等,通过图形表达后,可迅速求得其值。如光谱吸收曲线中,求得峰值波长及它的摩尔吸光系数;滴定分析中,通过滴定曲线上的转折点求得滴定终点等。

4) 图解微分法和图解积分法

如利用图解微分法来确定电位滴定的终点,在气相色谱法中,利用图解积分法求色谱峰面积。

3. 分析结果的数值表示

报告分析结果时,必须给出多次分析结果的平均值以及它的精密度。注意数值所表示的准确度与测量工具、分析方法的精密度一致。报告的数据应遵守有效数字规则。重复测量试样,平均值应报告出有效数字的可疑数。当测量值遵守正态分布规律时,其平均值为最可靠值和最佳值,它的精密度优于个别测量值,故在计算不少于四个测量值的平均值时,平均值的有效数字位数可增加一位。一项测定完成后,仅报告平均值是不够的,还应报告这一平均值的偏差。在多数场合下,偏差值只取一位有效数字,只有在多次测量时,才取两位有效数字,且最多只能取两位有效数字。用置信区间来表达平均值的可靠性更可取。

1.3 分析实验室的安全规则

在仪器分析化学实验中,经常使用有腐蚀性的易燃、易爆或有毒的化学试剂,大量使用易损的玻璃仪器和某些精密分析仪器,实验过程中也不可避免用电、水等。为确保实验的正常进行和人身及设备安全,必须严格遵守实验室的安全规则:

(1) 实验室内严禁饮食、吸烟,一切化学药品禁止入口,实验完毕须洗手;水、电位用后应立即关闭;离开实验室时,应仔细检查水、电、门、窗是否均已关好。

(2) 了解实验室消防器材的正确使用方法及放置的确切位置,一旦发生意外,能有针对性地扑救。实验过程中,门、窗及换风设备要打开。

(3) 使用电气设备时应特别细心,切不可用潮湿的手去开启电闸和电器开关。凡是漏电的仪器不可使用,以免触电。

(4) 使用精密分析仪器时,应严格遵守操作规程,仪器使用完毕,将仪器各部分复原,并关闭电源,拔去插头。

(5) 浓酸浓碱具有腐蚀性,尤其是用浓 H_2SO_4 配制溶液时,应将浓酸缓缓注入水中,

而不得将水注入酸中,以防止浓酸溅在皮肤和衣服上。使用浓 HNO_3 、 HCl 、 H_2SO_4 、氨水时,均应在通风橱中操作。

(6) 使用四氯化碳、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时,一定要远离火源和热源。使用完毕,将试剂瓶塞好,放在阴凉(通风)处保存。低沸点的有机溶剂不能直接在火焰或热源上加热,而应在水浴上加热。

(7) 热、浓的高氯酸遇有机物常易发生爆炸,使用汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品时应特别小心。

(8) 储备试剂、试液的瓶上应贴有标签,严禁非标签上的试剂装入试剂瓶。自试剂瓶中取用试剂后,应立即盖好试剂瓶盖。决不可将已取出的试剂或试液倒回试剂瓶中。

(9) 将温度计或玻璃管插入胶皮管或胶皮塞前,用水或甘油润滑,并用毛巾包好再插,两手不要分得太开,以免实验器具折断划伤手。

(10) 加热或进行反应时,人不得离开。

(11) 保持水槽清洁,禁止将固体物、玻璃碎片等扔入水槽,以免造成下水道堵塞。

(12) 发生事故时,要保持冷静,针对不同的情况采取相应的应急措施,防止事故扩大。

1.4 玻璃仪器的洗涤、干燥和存放

1.4.1 玻璃仪器的洗涤

分析化学实验中所使用的器皿应洁净。其内外壁应能被水均匀地润湿,且不挂水珠。在分析工作中,洗净玻璃仪器不仅是一个必须做的实验前的准备工作,也是一个技术性的工作。仪器洗涤是否符合要求,对化验工作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)有不同的仪器洗净要求。

分析实验中常用的烧杯、锥形瓶、量筒、量杯等一般的玻璃器皿,可用毛刷蘸去污粉或合成洗涤剂刷洗,再用自来水冲洗干净,然后用蒸馏水或去离子水润洗3次。

滴定管、移液管、吸量管、容量瓶等具有精确到度的仪器,可采用合成洗涤剂洗涤。其洗涤方法是:将配制0.1%~0.5%浓度的洗涤液移入容器中,浸润、摇动几分钟,用自来水冲洗干净后,再用蒸馏水或去离子水润洗3次,如果未洗干净,可用铬酸洗液洗涤。

光度法用的比色皿,是用光学玻璃制成的,不能用毛刷洗涤,应根据不同情况采用不同的洗涤方法。常用的洗涤方法是,将比色皿浸泡于热的洗涤液中一段时间后冲洗干净。注意:比色皿不可用铬酸洗液清洗。

仪器的洗涤方法很多,应根据实验要求、污物性质、沾污的程度来选用。一般说来,附着在仪器上的脏物有尘土和其他不溶性杂质、可溶性杂质、有机物和油污,针对这些情况可分别用下列方法洗涤。

1. 刷洗

用水和毛刷刷洗,除去仪器上的尘土及其他物质,注意毛刷的大小,形状要适合,如洗圆底烧瓶时。毛刷要作适当弯曲才能接触到全部内表面,脏、旧、秃头毛刷需及时更换,以免戳破、划破或沾污仪器。

2. 用合成洗涤剂洗涤

洗涤时先将器皿用水湿润,再用毛刷蘸少许去污粉或洗涤剂,将仪器内外洗刷一遍,然后用水边冲边刷洗,直至干净为止。

3. 用铬酸洗液洗涤

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(必要时可用洗液浸泡),然后将洗液倒回原装瓶内以备再用。再用水冲洗器皿内残存的洗液,直至干净为止。热的洗液的去污能力更强。洗液主要用于洗涤被无机物沾污的器皿,它对有机物和油污的去污能力也较强,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、强氧化性和强腐蚀性,使用时要注意以下几点:

(1) 洗涤的仪器不宜有水,以免稀释洗液而失效。

(2) 洗液可以反复使用,用后倒回原瓶。

(3) 洗液的瓶塞要塞紧,以防吸水失效。

(4) 洗液不可溅在衣服、皮肤上。

(5) 洗液的颜色由原来的深棕色变为绿色,即表示 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_4$ 已还原为 $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$,失去氧化性,洗液失效而不能再用。

4. 用酸性洗液洗涤

(1) 粗盐酸可以洗去附在仪器壁上的氧化剂(如 MnO_2)等大多数本溶于水的无机物。因此,在刷子刷洗不到或洗涤不宜用刷子刷洗的仪器,如吸管和容量瓶等情况下,可以用粗盐酸洗涤。灼烧过沉淀物的瓷坩埚可用盐酸(1:1)洗涤。洗涤过的粗盐酸能回收继续使用。

(2) 盐酸-过氧化氢洗液适用于洗去残留在容器上的 MnO_2 ,例如过滤 KMnO_4 用的砂芯漏斗可以用此洗液刷洗。

(3) 盐酸-酒精洗液(1:2)适用于洗涤被有机染料染色的器皿。

(4) 硝酸-氢氟酸洗液是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沾附。其常温下储存于塑料瓶中,洗涤效率高,清洗速度快,但对油脂及有机物的清除效力差。其对皮肤有强腐蚀性,操作时需加倍小心。该洗液对玻璃和石英器皿有腐蚀作用,因此,精密玻璃仪器、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。

5. 用碱性洗液洗涤

碱性洗液适用于洗涤油脂和有机物。因它的作用较慢,一般要浸泡 24 h 或用浸煮的方法。

1) 氢氧化钠-高锰酸钾洗液

用此洗液洗过后,器皿上会留下二氧化锰,可再用盐酸洗。

2) 氢氧化钠(钾)-乙醇洗液

此洗液洗涤油脂的效力比洗涤有机溶剂的效力高,但不能与玻璃器皿长期接触。使用碱性洗液时要特别注意,碱液有腐蚀性,不能溅到眼睛上。

6. 超声波清洗

超声波清洗是一种新的清洗方法,其主要是利用超声波在液体中的空化作用。液体在超声波的作用下,液体分子时而受拉,时而受压,形成一个个微小的空腔,即所谓“空化

泡”。由于空化泡的内外压力相差悬殊，在空化泡消失时其表面的各类污物就被剥落，从而达到清洗的目的，同时，超声波在液体中又能加速溶解作用和乳化作用，因此超声波清洗质量好、速度快，尤其对于采用一般常规清洗方法难以达到清洁度要求，以及几何形状比较复杂且带有各种小孔、弯孔和盲孔的被洗物件，效果更为显著。市售 CQ-250 型超声波清洗器对分析实验室的玻璃仪器的清洗效果很好。使用时将被洗件悬挂在处于工作状态的清洗液中，清洗干净即可取出。

1.4.2 洗净的玻璃仪器的干燥和存放

洗净的玻璃仪器可用以下方法干燥和存放：

(1) 烘干。洗净的玻璃仪器可放入干燥箱中烘干，放置容器时应注意平放或使容器口朝下。

(2) 烤干。烧杯或蒸发皿可置于石棉网上烤干。

(3) 晾干。洗净的玻璃仪器可置于干净的实验柜或仪器架上晾干。

(4) 用有机溶剂干燥。加一些易挥发的有机溶剂到洗净的容器中，将容器倾斜转动，使器壁上的水和有机溶剂相互溶解、混合，然后倾出有机溶剂，少量残存在器壁上的有机溶剂很快会挥发，从而使容器干燥。如用吹风机或氮气流往仪器内吹风，则干燥得更快。

(5) 吹干。用吹风机或氮气流往仪器内吹风，将仪器吹干，这种方法的干燥速度更快。

(6) 带有刻度的玻璃仪器不能用加热的方法进行干燥，加热会影响这些玻璃仪器的准确度。

1.5 分析试样的采集、制备及处理

分析化学实验的结果能否为质量控制和科学研究提供可靠的分析数据，关键看所取试样的代表性和分析测定的准确性，这两方面缺一不可。从大量的被测物质中选取能代表整批物质的小样，必须掌握适当的技术，遵守一定的规则，采取合理的采样与制备试样的方法。

1.5.1 试样的采集

在分析实践中，常需测定大量物料中某些组分的平均含量。取样的基本要求是有代表性。

对比较均匀的物料，如气体、液体和固体试剂等，可直接取少量分析试样，不需再进行制备。通常遇到的分析对象，从形态来分，不外气体、液体和固体三类，对于不同的形态和不同的物料，应采取不同的取样方法。

1. 固体试样的采集

固体物料种类繁多，性质和均匀程度差别较大。

组成不均匀的物料：矿石、煤炭、废渣和土壤等；组成相对均匀的物料：谷物、金属材料、化肥、水泥等。

对组成不均匀试样，应按照一定方式选取不同点进行采样，以保证所采试样的代表性。

采样点的选择方法有随机采样法、判断采样法、系统采样法等。

取样份数越多越有代表性，但所耗人力、物力将大大增加，应以满足要求为原则。

组成平均试样采取量与试样的均匀程度、颗粒大小等因素有关。通常，试样量可按切乔特经验公式 (Qeqott formula) 计算：

$$m \geq Kd^2 \quad (1-1)$$

式中， m 为采取平均试样的最低重量 (kg)； d 为试样的最大颗粒直径 (mm)； K 为经验常数，可由实验求得，通常 K 值为 0.05 ~ 1。

【例】采集矿石样品，若试样的最大直径为 10 mm， $K = 0.2 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-2}$ ，则应采集多少试样？

解： $m \geq Kd^2 = 0.2 \times 10^2 = 20 (\text{kg})$

答：应采集试样 20 kg。

金属(合金)样品采集：

一般金属经过高温熔炼，组成比较均匀，因此，对于片状或丝状试样，剪取一部分即可进行分析。钢锭和铸铁，由于表面和内部的凝固时间不同，铁和杂质的凝固温度也不一样，因此，表面和内部的组成不很均匀。取样时应先清理表面，然后用钢钻在不同部位、不同深度钻取碎屑混合均匀，作为分析试样。

对于那些极硬的样品，如白口铁、硅钢等，因无法钻取，可用铜锤砸碎之，再放入钢钵内捣碎，然后再取其一部分作为分析试样。

2. 液体试样的采集

常见的液体试样包括水、饮料、体液、工业溶剂等。其一般比较均匀，采样单元数可以较少。

(1) 对于体积较小的物料，可在搅拌下直接用瓶子或取样管取样。

(2) 对于装在大容器里的物料，在贮槽的不同位置和深度取样后混合均匀即可作为分析试样。

(3) 对于分装在小容器里的液体物料，应从每个容器里取样，然后混匀作为分析试样：

对于水样，应根据具体情况，采取不同的方法采样：

① 采取水管中或有泵水井中的水样时，取样前需将水龙头或泵打开，先放水 10 ~ 15 min，然后再用干净瓶子收集水样；

② 采取池、江、河、湖中的水样时，首先根据分析目的及水系的具体情况选择好采样地点，用采样器在不同深度各取一份水样，混合均匀后作为分析试样。

3. 气体试样的采集

常见的气体试样有汽车尾气、工业废气、大气、压缩气体以及气溶物等。需按具体情况，采用相应的方法。

最简单的气体试样采集方法为用泵将气体充入取样容器中，一定时间后将其封好即可。但由于气体储存困难，大多数气体试样采用装有固体吸附剂或过滤器的装置收集。

(1) 固体吸附剂用于挥发性气体和半挥发性气体采样；

(2) 过滤法用于收集气溶胶中的非挥发性组分。

(3) 大气样品的采取，通常选择距地面 50 ~ 180 cm 的高度采样，使其与人的呼吸空气相同。

(4) 测定大气污染物时应使空气通过适当吸收剂，由吸收剂吸收浓缩之后再进行分析。

(5) 对储存在大容器内的气体，因不同部位的密度和均匀性不同，应在上、中、下等