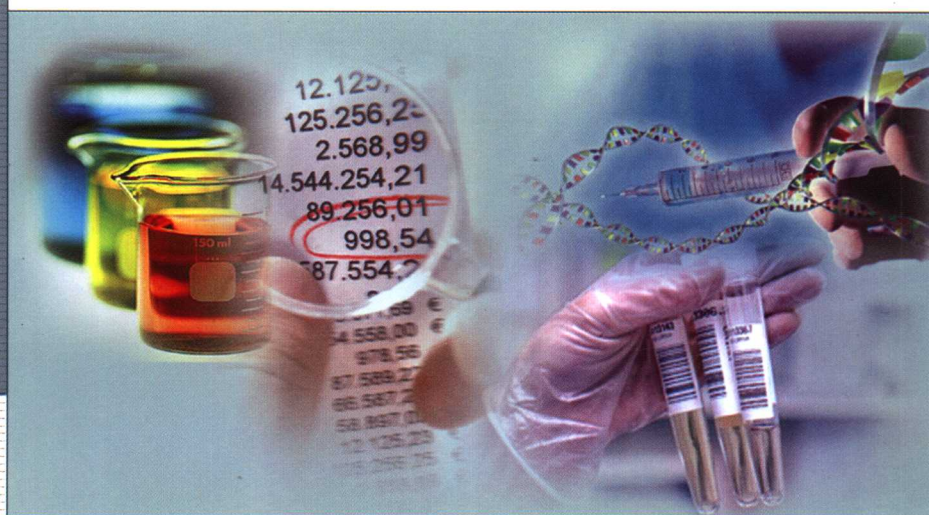


供卫生检验类专业用

全国高等学校配套教材

分析化学 实验

主 编 邹学贤
副主编 高希宝
赵云斌
康维钧



人民卫生出版社

全国高等学校配套教材

供卫生检验类专业用

分析化学实验

主 编 邹学贤

副主编 高希宝 赵云斌 康维钧

编 者 (以姓氏笔画为序)

王学生 (华北煤炭医学院)	杨叶梅 (昆明医学院)
叶怀庄 (浙江大学)	陈雁君 (济宁医学院)
李贵荣 (南华大学)	赵云斌 (华中科技大学)
李 珊 (河北医科大学)	高希宝 (山东大学)
吕春平 (吉林大学)	康学军 (东南大学)
张丽萍 (包头医学院)	康维钧 (河北医科大学)
张海燕 (安徽医科大学)	黄丽英 (福建医科大学)
邵丽华 (山东大学)	曾红燕 (四川大学)
邹学贤 (昆明医学院)	

人 民 卫 生 出 版 社

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验/邹学贤主编. —北京:
人民卫生出版社, 2006. 5
ISBN 7-117-07443-4

I. 分… II. 邹… III. 分析化学-化学实验-教材 IV. 0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 010516 号

分析化学实验

主 编: 邹学贤
出版发行: 人民卫生出版社 (中继线 67616688)
地 址: (100078) 北京市丰台区方庄芳群园 3 区 3 号楼
网 址: [http://www. pmph. com](http://www.pmph.com)
E - mail: [pmph @ pmph. com](mailto:pmph@pmph.com)
邮购电话: 010-67605754
印 刷: 北京市顺义兴华印刷厂
经 销: 新华书店
开 本: 787×1092 1/16 印张: 10
字 数: 256 千字
版 次: 2006 年 5 月第 1 版 2006 年 5 月第 1 版第 1 次印刷
标准书号: ISBN 7-117-07443-4/R·7444
定 价: 15.00 元

著作权所有, 请勿擅自用本书制作各类出版物, 违者必究
(凡属印装质量问题请与本社销售部联系退换)

前 言

本书是全国高等学校卫生检验专业卫生部规划教材《分析化学》(邹学贤主编, 2006, 人民卫生出版社)的配套实验教材。

分析化学是一门实践性很强的学科, 实验课在教学中占有十分重要的地位。在本课程的教学, 许多院校安排的实验课教学时数与理论课相同, 甚至更多。迄今为止, 适用于高等医药院校卫生检验、医学检验及预防医学专业的分析化学实验教材极少, 各校大多自编实验讲义供教学使用, 实验内容及质量参差不齐。2005 年在包头召开的《分析化学》教材编委会上, 与会代表一致认为, 编写一部适用于上述专业的分析化学实验教材是非常必要和迫切的, 并决定与《分析化学》理论课教材同步, 编写配套的实验教材。会上确定了编写原则和编写提纲, 会后分工编写, 初稿完成经编者互审后, 于 2005 年 8 月在昆明医学院召开了定稿会。

本书共 20 章, 64 个实验, 内容包括分析化学实验基础知识(第 1 章)、化学分析法实验(第 2~6 章)、仪器分析法实验(第 7~19 章)及样品分析的实验设计(第 20 章)。遵循打好基础、与时俱进、扩大知识面、增加选择性、加强学生动手能力培养的原则, 实验项目均与理论课密切配合, 大部分从参编院校目前开设的教学实验中挑选。实验内容以基础化学分析和仪器分析实验为主, 适当增加了现代仪器分析实验内容, 如 ICP-AES 法、原子荧光光谱法、流动注射分析法、化学发光法、GC-MS 法、LC-MS 法等实验; 考虑到各院校实验条件的差异, 每章均有几个实验可供选择, 有的可作为示教实验。最后一章样品分析的实验设计在完成部分分析化学基本实验教学后进行, 目的是培养学生独立思考、应用所学知识分析问题、解决问题的能力。

教材中每个实验的最后有思考题, 引导学生思考, 加深对本实验的理解; 为了使用方便, 并使本教材有相对独立性, 书末列出附录。

本书可作为高等医药院校卫生检验、医学检验及预防医学等专业本科教材、也可作为药学专业和相关专业教材及检验技术人员参考。

本书在编写过程中, 得到了参编院校领导和有关部门的大力支持和帮助, 人民卫生出版社给予指导, 在此一并致谢。

书中疏漏和错误之处, 恳请专家和读者批评指正。

邹学贤

2005 年 9 月

目 录

第一章 分析化学实验基础知识	1
第一节 实验室规则及安全知识	1
一、实验室安全守则	1
二、气体钢瓶及使用注意事项	1
三、化学烧伤急救常识	2
四、防火与灭火常识	3
第二节 化学试剂及其使用规则	4
一、化学试剂的级别	4
二、化学试剂的选用	4
第三节 实验室用水的规格、制备及检验方法	4
第四节 实验数据的记录、处理及实验报告	5
一、实验数据的记录	5
二、实验数据的处理	6
三、实验报告	6
第五节 玻璃器皿的洗涤	6
一、常用洗涤剂的配制和使用	7
二、玻璃仪器洗涤法	7
三、玻璃器皿的干燥	9
第六节 容量器皿的使用	9
一、移液管的使用	9
二、吸量管的使用	10
三、定量及可调移液管	11
四、微量进样器	11
五、滴定管	12
六、容量瓶	14
七、量筒及量杯	14
八、容量仪器的校准	15
第二章 重量分析法	16
实验一 分析天平的称量练习	16
实验二 氯化钡中结晶水的测定 (挥发重量法)	18
实验三 乳粉中脂肪含量的测定 (萃取重量法)	19

第三章 酸碱滴定法	21
实验一 盐酸和氢氧化钠标准溶液的配制与标定	21
实验二 食醋中总酸度的测定	23
实验三 混合碱中 NaOH、Na ₂ CO ₃ 含量的测定	24
实验四 铵盐中氮量的测定	25
第四章 配位滴定法	27
实验一 EDTA 标准溶液的配制与标定	27
实验二 水的总硬度测定	28
实验三 铅、铋混合溶液中 Pb ²⁺ 、Bi ³⁺ 含量的连续测定	30
第五章 氧化还原滴定法	32
实验一 Na ₂ S ₂ O ₃ 标准溶液的配制与标定	32
实验二 维生素 C 的含量测定	33
实验三 漂白粉有效氯的测定	34
实验四 过氧化氢的含量测定 (高锰酸钾法)	35
第六章 沉淀滴定法	37
实验一 AgNO ₃ 、NH ₄ SCN 标准溶液的配制与标定	37
实验二 氯化物中氯含量的测定	38
第七章 电位分析法	41
实验一 用 pH 计测定溶液的 pH 值	41
实验二 氟离子选择性电极法测定水样中氟离子	43
第八章 电导及库仑分析法	46
实验一 电导法测定水质纯度	46
实验二 电导滴定法测定盐酸-醋酸混合液中盐酸、醋酸含量	47
实验三 电导法测定土壤中可溶性盐分的总量	49
实验四 库仑滴定法测定微量砷	50
第九章 伏安法和电位溶出分析法	53
实验一 单扫描示波极谱法测定水中锌	53
实验二 极谱催化波测定天然水中铜	54
实验三 阳极溶出伏安法测定水中微量镉	55
实验四 微分电位溶出法测定尿中铅	57
第十章 紫外及可见分光光度法	60
实验一 分光光度计性能检定	60

实验二	邻二氮菲分光光度法测定铁的含量	62
实验三	亚硝酸盐含量的测定	65
实验四	废水中酚的测定	67
实验五	维生素 B ₁₂ 注射液的定性鉴别及含量测定	69
第十一章	分子荧光分析法	71
实验一	荧光分光光度计主要技术指标的检定	71
实验二	荧光光度法测定红细胞中游离原卟啉含量	73
实验三	荧光法测定尿中维生素 B ₁	75
第十二章	原子吸收分光光度法	78
实验一	原子吸收光谱法分析条件的选择	78
实验二	火焰原子吸收光谱法测定人发中铜和锌	80
实验三	石墨炉原子吸收光谱法测定酱油中铅和镉	82
实验四	流动注射氢化物发生原子吸收光谱法测定血清中硒	84
实验五	流动注射冷原子吸收光谱法测定发中汞	86
第十三章	电感耦合等离子体原子发射光谱法	89
实验一	电感耦合等离子体原子发射光谱法测定水中镉离子含量	89
实验二	电感耦合等离子体原子发射光谱法测定人发中微量 Cu、Pb、Zn 含量	91
实验三	ICP-AES 法同时测定尿液中 17 种元素的含量及方法学评价	93
第十四章	化学发光分析法	96
实验一	化学发光法测定水中三价铬	96
实验二	化学发光法测定食品中的绿原酸	97
实验三	化学发光法测定污水中的苯酚及其条件实验的选择	98
第十五章	原子荧光分析法	101
实验一	氢化物发生原子荧光光谱法测定食品中的砷	101
实验二	氢化物发生原子荧光光谱法测定水中的硒	103
第十六章	薄层色谱法	106
实验一	薄层色谱法定性分析食用合成色素	106
实验二	薄层色谱扫描法测定苯甲酸和山梨酸含量	108
第十七章	气相色谱法	110
实验一	气-液色谱填充柱的制备	110
实验二	气相色谱仪的使用和性能检查	111
实验三	气相色谱内标法测定蒸馏酒中乙酸乙酯含量	113

实验四	气相色谱外标法测定六六六和滴滴涕含量	115
实验五	气相色谱-质谱联用测定尿样中类固醇兴奋剂	116
实验六	气相色谱-质谱联用法测定蔬菜中有机磷农药残留量	118
第十八章	高效液相色谱法	121
实验一	高效液相色谱法测定食品中糖精钠	121
实验二	高效液相色谱法测定饮料中的咖啡因	122
实验三	高效液相色谱法测定食品中维生素 C	124
实验四	高效液相色谱-质谱联用测定蜂蜜中氯霉素的残留量	125
实验五	高效液相色谱-质谱联用法测定水中五氯酚残留量	127
第十九章	离子色谱分析法	131
实验一	离子色谱法测定水样中氟、氯、亚硝酸根、磷酸根、溴、硝酸根和硫酸根 离子的含量	131
实验二	离子色谱法同时测定水中 SO_4^{2-} 、 Cl^- 、 F^- 、 NO_3^- 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 九种离子	134
实验三	离子色谱流动注射电导法测定过氧化氢条件参数的选择	135
第二十章	样品分析的实验设计	138
附录		141
附录一	元素相对原子质量表 (1999)	141
附录二	常用式量表	142
附录三	常用基准物的干燥及应用	144
附录四	标准缓冲溶液的 pH (0~95℃)	144
附录五	常用缓冲溶液的配制	145
附录六	常用指示剂	146
附录七	原子吸收分光光度法中常用的分析线	149

第一章

分析化学实验基础知识

第一节 实验室规则及安全知识

一、实验室安全守则

分析化学实验室中有时需使用腐蚀性、易燃易爆或具有毒性的化学试剂，必须十分重视实验室安全问题，加强防范工作，避免突发事件的发生。分析化学实验室的安全主要包括预防化学药品中毒、操作过程中的烫伤、腐蚀、割伤等人身安全和燃气、易燃易爆化学品、高压气体、高压电源等可能产生的火灾、爆炸事故的发生。学生应接受必要的安全教育，熟悉事故发生时应采取的应急措施。在实验过程中，应严格遵守以下安全守则：

1. 实验室内严禁吸烟、饮食，切忌用实验容器代替水杯、餐具使用，一切化学药品严禁入口。实验中应注意不用手摸脸、眼等部位。
2. 安全使用水、电、煤气，用后立即关闭。
3. 洗液、强酸、强碱等具有强烈的腐蚀性，使用时应特别注意。稀释浓硫酸时，应将浓硫酸慢慢地注入水中（绝不能将水倒入硫酸中！），要边加边搅拌，发现温度过高时，应降温冷却后再继续稀释。有刺激性、有毒或恶臭气体产生的操作，应在通风橱中进行。装过强腐蚀性、易爆或有毒药品的容器，应由操作者及时洗净。
4. 使用剧毒药品（如氰化物、三氧化二砷、升汞等）时，要特别小心不能随意倒入水槽，应回收处理，操作结束后，必须仔细洗手。
5. 禁止随意混合各种试剂药品，以免发生意外事故。
6. 使用易燃有机试剂（如乙醚、乙醇、苯、丙酮等）时，要远离火源和热源；加热易燃试剂时，必须用水浴、油浴、砂浴，或用电热套，绝不能用明火。如果加热温度有可能达到被加热物质的沸点，则必须加入沸石，以防爆沸。
7. 废弃物品（废弃液）应放在指定的废物筒（缸）内，不得随意乱扔。
8. 实验完毕，应将实验台面整理干净，洗净双手，关闭水、电、气、门、窗，征得指导教师同意后方可离开实验室。

二、气体钢瓶及使用注意事项

气体钢瓶是存储压缩气体或液化气体的高压容器。实验室中常用它直接获得各种气体。钢瓶是用无缝合金钢或碳素钢管制成的圆柱形容器，器壁很厚，一般最高工作压力为 15MPa。使用时为了降低压力并保持压力平稳，必须装置减压阀，各种气体钢瓶的减压阀不能混用。使

用钢瓶时必须注意下列事项:

1. 按照钢瓶外表油漆颜色、字样等正确识别气体种类 (参见表 1-1-1), 切勿误用, 以免造成事故。

表 1-1-1 常见气体钢瓶的颜色与标记

钢瓶名称	外表颜色	字样	字样颜色	横条颜色
氧气瓶	天蓝	氧	黑	
氢气瓶	深绿	氢	红	红
氮气瓶	黑	氮	黄	棕
纯氩气瓶	灰	纯氩	绿	
氦气瓶	灰	氦	白	
压缩空气瓶	黑	压缩空气	白	
乙炔气瓶	白	乙炔	红	
二氧化碳气瓶	黑	二氧化碳	黄	黄

2. 运输、贮存和使用钢瓶时, 注意勿使钢瓶与其它坚硬物体碰撞, 或烈日暴晒, 或靠近高温, 以免引起钢瓶爆炸。钢瓶应定期安全检查, 过期钢瓶应及时退役报废。

3. 可燃气体钢瓶严禁靠近明火, 与明火相距不小于 10m, 否则必须采取有效的保护措施。采暖期间, 气瓶与暖气片距离不小于 1m。

4. 钢瓶最好放在远离实验室的小房内, 房间应注意通风, 照明灯及电气通风装置均应防爆。钢瓶应牢固固定, 防止滚动或跌倒。

5. 若两种钢瓶的气体接触后可引起燃烧或爆炸, 则这两种钢瓶不能放在一起。

6. 使用钢瓶时, 应缓缓打开钢瓶上端之阀门, 不能猛然打开, 也不能将钢瓶内的气体全部用完, 一般要保持 0.05MPa 以上的残余压力, 可燃气体应保留 0.2~0.3MPa 或更高。

三、化学烧伤急救常识

在分析化学实验室中可能遇到割伤、烫伤、化学烧伤、炸伤等意外情况, 必须先作紧急处置, 再根据情况及时送医院治疗。

若遇到化学烧伤, 要立即用大量流水冲洗, 消除皮肤上的化学药品, 并针对有害药品的性质, 采用相应的药剂处理 (表 1-1-2)。

表 1-1-2 常见化学烧伤急救处理

灼烧物质	急救处理方法
强碱类	立即用大量水冲洗, 再用 2% HAc 溶液冲洗
强酸类	先用大量水冲洗, 再用饱和 NaHCO_3 溶液冲洗
溴 (Br)	用 25% $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ + 松节油 + 95% 乙醇 (1:1:10 体积) 混合液处理
磷 (P)	先用 1% CuSO_4 溶液洗净残余的磷, 再用 0.1% KMnO_4 湿敷, 外涂保护剂, 包扎。 不可将创伤面暴露于空气或涂抹油质类药
铬酐 (Cr_2O_3)	先用大量水冲洗, 再用 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 溶液漂洗

如果眼睛被灼伤,可用洗瓶流水冲洗(不要让水流直射眼球,也不要揉眼)。水洗后,如为碱灼伤,再用20%硼酸淋洗;如为酸灼伤,则用3% NaHCO_3 淋洗。

四、防火与灭火常识

化学实验室中不仅经常使用易燃、易爆、自燃以及强氧化剂等类药品,而且有时需进行加热、灼烧、蒸馏等实验操作,存在着火的可能。因此要了解和掌握有关防火、灭火的知识和技术。

1. 防火

- (1) 对易燃、易爆、自燃、强氧化剂等类药品,一定要妥善保存。
- (2) 进行加热、灼烧、蒸馏等试验时,要严格遵守操作规程。
- (3) 使用易挥发可燃试剂(如乙醚、丙酮、乙醇等)时,要尽量防止其挥发,要保持室内通风良好。绝不能在明火附近倾倒、转移这类易燃溶剂。
- (4) 易燃气体(如甲烷、氢气等)钢瓶,绝不要直接放在室内使用,要放在室外。
- (5) 要定期检查电器设备、电源线路是否正常。要遵守安全用电规程,防止因电火花、短路、超负荷引起线路起火。
- (6) 室内必须配置灭火器材。灭火器材固定放置在便于取用的地点,并要定期检查其性能。

2. 灭火

(1) 一旦发现起火,一定要保持沉着、冷静,千万不要惊慌。应立即切断电源和燃气源,扑灭火源,移走可燃物。针对着火源的性质,采取相应的灭火措施。

(2) 如为普通可燃物,如纸张、书籍、木器械等着火,可用砂子、湿布、石棉布等盖灭。衣服着火时,应立即离开实验室(绝不要慌张、乱跑),可用厚衣物、湿布包裹压灭,或躺倒滚灭,或用水浇灭。

若在敞口容器中燃烧,如油浴着火,可用石棉布盖灭,但绝不能用水!

(3) 若火热较大,除及时报警外,可用灭火器扑救。常用灭火器的类型及使用范围如表1-1-3所列。

表 1-1-3 常用灭火器

灭火器类型	主要成分	适用范围
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 NaHCO_3	一般物质着火。有机溶剂、油类着火
二氧化碳灭火器	CO_2	电器、贵重仪器、设备、资料着火。小范围的油类、忌水化学药品着火
四氯化碳灭火器	CCl_4	电器着火
干粉灭火器	NaHCO_3 、润滑剂、防潮剂	油类、有机物、遇水燃烧的物质着火
1211 灭火器	CF_2ClBr	精密仪器、电器着火

(4) 水虽是常用的灭火材料,但在化学实验室起火时,若要用水,应十分慎重。因为有的化学药品比水轻,会浮于水,随水流动,反而可能扩大火势;有的药品能与水反应(如金属钠),引起燃烧,甚至爆炸,导致灾上加灾。所以,除非确知用水无害时,尽量不要用水。

(5) 电器起火,不可用水冲,应当用四氯化碳灭火器灭火。

(高希宝)

第二节 化学试剂及其使用规则

一、化学试剂的级别

常用化学试剂根据纯度一般可分为四个级别，此外，还有生物试剂、基准试剂和专用试剂（如电子纯、光谱纯、色谱纯）等。如表 1-2-1 所示

表 1-2-1 常用试剂规格与适用范围

级别	名称	代号	标签颜色	适用范围
一级	优级纯	G. R.	绿色	精密分析实验
二级	分析纯	A. R.	红色	一般分析实验
三级	化学纯	C. P.	蓝色	一般化学实验
四级	实验试剂	L. R.	棕色或其它颜色	辅助试剂（现已很少见）

二、化学试剂的选用

化学试剂的纯度越高，价格越贵，高纯试剂和基准试剂的价格比一般试剂高数倍甚至数十倍，在分析工作中，所选用试剂纯度应与分析目的、分析方法和检测对象的含量相适应。在满足实验要求的前提下，应注意节约，试剂级别就低不就高。试剂的选择应注意以下几点：

1. 常量分析（如滴定分析）宜选用分析纯试剂，仪器分析实验一般使用优级纯、分析纯或专用试剂，痕量分析则要选用高纯试剂。
2. 试剂在存放和使用过程中应保持清洁，取下的瓶盖应倒放在实验台面上，用后立即盖好，防止污染和变质。
3. 固体试剂应用清洁、干燥的小勺取用，多取的试剂不许倒回原瓶中。取用强碱性试剂后的小勺应立即洗净，以免腐蚀。
4. 氧化剂、还原剂必须密闭，避光保存。
5. 易挥发试剂应低温保存，易燃、易爆试剂应贮存于避光、阴凉、通风处，并有安全措施。
6. 剧毒试剂要专门妥善保管，并有取用记录。
7. 所有试剂瓶上的标签应完好、可辨。

（高希宝）

第三节 实验室用水的规格、制备及检验方法

分析化学实验室对水的质量要求较高，分析任务和要求不同，对水的纯度要求也不相同，因此应根据所做实验对水质的要求合理地选用适当规格的纯水。

1. 实验室用水的规格 参照国际标准（ISO-3696-1987），我国颁布了“分析实验室用水

规格和试验方法”的国家标准 (GB-6682-92), 该标准规定了分析实验室用水的级别、技术指标、制备方法及检验方法。国家标准将分析实验室用水分为一级、二级和三级, 不同级别有不同的技术指标, 其中电导率是纯水的综合指标, 但在实际应用时人们习惯于用电阻率衡量水的纯度, 若用电阻率表示, 上述一、二、三级水的电阻率分别大于或等于 $10\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 、 $1\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 、 $0.2\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

2. 制备方法 制备分析实验室用水的原水应当是饮用水或其它适当纯度的水。制备纯水的方法有蒸馏法、离子交换法、反渗透法、超滤技术及微孔过滤及紫外光氧化等方法。目前国内外厂商先后推出多种纯水超纯水设备, 可供选用, 这些设备整合了离子交换、反渗透、超滤和超纯去离子技术, 能达到分析化学实验室对水纯度的要求。

3. 纯水的检验 国家标准 GB-6682-92 中规定了分析实验室用水的技术指标, 主要有 pH 值范围、电导率、电阻率、可氧化物质、吸光度、可溶性硅及蒸发残渣等, 其检验方法有物理方法和化学方法。由于电导率是纯水质量的综合指标, 所以一般分析实验室主要用电导率仪测定纯水的电导率或电阻率, 用以评价纯水的质量, 其测定方法将在第八章实验一“电导法测定水质的纯度”中介绍。

4. 纯水的合理选用 分析实验室所用纯水来之不易, 并且难以存放, 在保证实验要求的前提下, 要节约用水。水的纯度越高, 成本越高, 保存越困难, 因为纯水在贮存和与空气接触过程中, 由于容器材料中可溶性物质的引入和吸收空气中的 CO_2 等杂质, 使水的纯度降低, 电导率增大, 一级水必须临用前制备, 不宜存放, 高纯水应保存在石英容器中。

在分析化学实验中, 应根据不同情况选用不同级别的纯水。一般化学分析实验用三级水即可; 无机痕量分析实验, 如原子吸收光谱分析、电化学分析可选用二级水; 一级水主要用于有严格要求的分析实验, 如超微量分析、高效液相色谱分析等实验。

(邹学贤)

第四节 实验数据的记录、处理及实验报告

在分析化学实验中, 为了使测量结果准确可靠, 不仅要严格按照操作规程认真进行实验, 得出准确的数据, 而且还要正确记录和处理分析数据, 关于分析测量中的误差和分析数据的处理及分析结果的表示已在分析化学理论课中介绍, 这里仅具体介绍在分析化学实验中如何记录、处理实验数据并写出实验报告。

一、实验数据的记录

正确记录实验数据应注意以下几方面:

1. 应有专门的实验记录本, 标上页码, 不得撕掉其中任何一页。绝不允许将数据记在单页纸或小纸片上, 也不允许随意记在教材(讲义)或任何地方。

2. 应及时、准确而清楚地记录实验过程中的各种测量数据及其所有现象。记录实验数据时, 应有严谨的科学态度, 实事求是, 绝不允许弄虚作假, 随意拼凑或伪造数据。

3. 记录测量数据时, 应注意有效数据的取舍, 用分析天平称量时, 要求记录至 0.0001g ; 滴定管或吸量管的读数, 应记录至 0.01ml ; 用分光光度计测定溶液的吸光度时, 如吸光度值

在 0.6 以下, 应记录至 0.001, 大于 0.6 时, 则要求记录至 0.01。

4. 实验得到的每一个数据, 都是测量结果, 重复测量时, 得到的数据, 即使完全相同, 也应记录下来。

5. 实验过程中涉及到的各种特殊仪器的型号和标准溶液的浓度也应及时记录。

6. 对数据的记录, 可用一定的表格形式, 这样更为清楚、直观; 文字记录应简明扼要, 整齐清洁。

7. 在实验过程中, 若发现数据记错、算错而需要更正时, 可将该数据用一横线划去, 并在其上方写上正确的数字。

二、实验数据的处理

1. 可疑值的取舍 分析化学实验中, 得到一组数据后, 若其中某一数值离群较远时, 这一数值称为可疑值, 可疑值是保留还是舍弃, 可用 Q 检验法和 G 检验法进行处理。

2. 对于某项平行测定的一组结果 $x_1, x_2, \dots, x_n$, 除计算出平均值 $\bar{x}$ 外, 还应计算测量结果的标准差 s 和相对标准偏差 RSD , 有时还应计算置信区间。用 s 和 RSD 评价分析结果的精密度。

3. 分析结果的含量大于 1%、小于 10% 时, 用 3 位有效数字表示; 含量大于 10% 时, 则用 4 位有效数字表示。

三、实验报告

实验完成后, 应及时认真写出实验报告, 分析化学实验报告的内容一般包括以下几个部分:

1. 实验名称和实验日期。

2. 实验原理 简要地用文字和化学反应式说明测试方法的原理。

3. 实验步骤 简要地用文字、流程图描述实验过程。

4. 实验记录及数据处理 用文字、表格、图形, 将实验数据及其处理、分析结果、实验误差表示出来。

5. 问题讨论 将实验中观察到的现象和实验教材中的思考题, 进行讨论和分析, 提高分析问题和解决问题的能力。

(邹学贤)

第五节 玻璃器皿的洗涤

在化学分析工作中, 玻璃器皿的洗涤是一项非常重要的操作。玻璃器皿清洁与否能直接影响实验结果的准确度与精密度, 因此, 必须十分重视玻璃器皿的洗涤。洗涤过程中不仅要去除污垢, 同时还不能引进任何干扰物质, 所以应根据分析的要求、污物的性质和玷污的程度选用适当的洗涤方法。

实验室常用肥皂、合成洗涤剂、去污粉、洗液和有机溶剂等清洗玻璃器皿。肥皂、洗涤剂等于清洗的方法简单、能用刷子直接刷洗的玻璃器皿, 如烧杯、试剂瓶、锥形瓶等; 洗液主要用

于清洗不易或不应直接刷洗的玻璃器皿，如移液管、容量瓶、比色管等。此外，也可用洗液洗涤长久不用的玻璃器皿以及刷子刷不下的污垢，利用它与污物起化学反应，氧化破坏有机物而除去污垢。

一、常用洗涤剂的配制和使用

1. 铬酸洗液 这是一种化学实验室的传统常规洗液，由重铬酸钾与硫酸配制而成。称 20g 工业品重铬酸钾置于 40ml 水中加热使其溶解，放冷。缓缓加入 360ml 工业浓硫酸（注意不能将重铬酸钾溶液加入硫酸中！），边加边用玻璃棒搅拌。因二者混合时大量放热，故硫酸不可加得太快，注意防止因剧烈放热而发生意外。配好后放冷，装入试剂瓶中备用。

贮存洗液应随时盖好器皿的盖子，以免吸收空气中水分而逐渐析出 CrO_3 ，降低洗涤效果。新配制的洗液呈暗红色，氧化能力很强；经长期使用或吸收过多水分时即变成墨绿色，表明已经失效，不宜再用。

2. 碱性高锰酸钾洗液 将 4g 高锰酸钾溶于少量水中，加入 10% 氢氧化钠至 100ml。这种洗液作用温和，可洗涤有油污的器皿。使用这种洗液后，如果玻璃器壁沾有褐色氧化锰，可用盐酸或草酸洗液洗除。碱性高锰酸钾洗液不应在所洗的器皿中长期存留。

3. 纯酸洗液 根据污垢的性质，如水垢或盐类结垢，可直接用 1+1 盐酸或 1+1 硫酸、10% 以下的硝酸、1+1 硝酸浸泡或浸煮器皿，但加热的温度不宜太高，以免浓酸挥发或分解。适用于洗涤附在容器上的金属（如银、铜等）、铅的盐类和消除荧光物质。

4. 纯碱洗液 纯碱洗液多为 10% 以上的浓氢氧化钠、氢氧化钾或碳酸钠，用于浸泡或浸煮玻璃器皿，煮沸可以加强洗涤效果。但在被洗涤的容器中存留不得超过 20min，以免腐蚀玻璃。

5. 有机溶剂 沾有较多油脂性污物的玻璃器皿，尤其是难以使用毛刷刷洗的小件或形状复杂的玻璃器皿，可用汽油、甲苯、二甲苯、酒精、丙酮、氯仿等有机溶剂浸泡或擦洗。

6. 合成洗涤剂 主要有洗衣粉、洗洁精、洗涤灵等，一般器皿都可以用它们洗涤，可有效地洗去油污及某些有机物。

7. 盐酸-酒精（1+2）洗液 适用于洗涤被有机试剂染色的器皿。

8. 5% 草酸溶液 用数滴浓硫酸酸化，可洗去 KMnO_4 的痕迹。

9. 5%~10% 磷酸三钠溶液 可洗涤油污物。

二、玻璃仪器洗涤法

1. 一般玻璃器皿洗涤步骤 洗涤任何玻璃器皿之前，一定要先将玻璃器皿内原有的内容物倒掉，然后再按下述步骤进行洗涤：

（1）例行洗涤法：例行洗涤也称常法洗涤。一般玻璃仪器经自来水冲刷去尘后，用毛刷蘸肥皂液（洗涤剂）仔细刷净内外表面，尤其应注意容器的磨砂部分和器口边缘处，边用水冲边刷洗至无肥皂液，然后用自来水冲洗 3~5 次，再用蒸馏水充分荡洗 3 次。（若用铬酸洗液，则应将用后的洗液放回原装洗液瓶内）洗净的清洁玻璃器皿壁上应不挂水珠。

洗涤中应按少量多次的原则用水冲洗，每次充分振荡后倾倒干净。凡能使用刷子刷洗的玻璃器皿，都应尽量用刷子蘸肥皂液洗刷。去污粉由碳酸钠、白土、细砂等混合而成的，它可以用于洗涤容器外壁，但不能用于洗刷容器内壁，以免使钙类物质粘附在器壁上不易冲掉，或使

容器内壁产生毛细划痕。

(2) 不便刷洗的玻璃器皿洗涤法：可根据污垢的性质选择不同的洗涤液浸泡或共煮，再按常法用水冲净。洗涤时，先将玻璃器皿内的水沥干，然后往玻璃器皿内加入少量洗液，再斜着缓慢转动，使玻璃器皿的内壁全部被洗液湿润，来回转动几次后，将洗液倒回原瓶回收，可反复使用。有时将玻璃器皿在洗液中浸泡一段时间或用热的洗液进行洗涤，则去污能力更强。接着，仍需先用自来水、蒸馏水冲洗干净。

注意：玻璃器皿洗涤后应防止二次污染。当需要换用另一种洗液时，一定要除尽前一种洗液，以免互相作用，降低洗涤效果，甚至生成更难洗涤的物质。对于用洗液不能溶解的沉淀物，要根据它的化学性质，先用可与它反应的试剂，使其转变为可溶物，再用自来水、蒸馏水冲洗干净。

2. 砂芯滤器的洗涤 古氏坩埚、滤板漏斗及其它砂芯滤器，由于滤片上的孔隙很小，极易被灰尘、沉淀物堵塞，又不能用毛刷刷洗，需选用适宜的洗液浸泡，最后再用自来水、蒸馏水冲洗干净。但玻璃砂芯滤器不能用浓氢氟酸、热浓磷酸和浓碱液做清洗剂，因为它们对玻璃有腐蚀作用，能溶解滤板、改变孔度，以至使滤板脱落或玷污。

3. 特殊要求的洗涤方法 一些实验对玻璃器皿的洗涤有特殊要求，在使用常规方法洗净后，还需作特殊处理。

(1) 滴定分析用的移液管、滴定管，洗净后需用即将移取或盛装的溶液润洗，以保证该试剂浓度不至改变。

(2) 凯氏微量定氮仪的全部定氮装置在使用前，每次都需用蒸气处理 5min 以上，借蒸气带走玻璃表面上所吸附的气体，以减少由于吸附氮的存在而产生的实验误差。

(3) 某些痕量分析玻璃器皿可在洗净后用优级纯的 $1+1\text{HCl}$ 或 HNO_3 浸泡后再用高纯水洗净，以除去极微量的杂质离子。

4. 超声波清洗器和自动洗瓶机的使用

(1) 超声波清洗器

工作原理：超声波在液体中传播时的声压剧变使液体发生强烈的空化和乳化现象，每秒钟产生数百万计的微小空化气泡，这些气泡在声压作用下急速地大量产生，并不断地猛烈爆破，产生强大的冲击力和负压吸力，使顽固的污垢剥离，并可将细菌、病毒杀死，具有清洗、脱气、混匀、提取、细胞破碎等用途。

最基本组成是：超声波发生器、换能器和清洗水槽。目前市场上供应的超声波清洗器种类较多，容量大小从 0.6~20L 不等，可带有定时和功率强弱选择功能，使用方便。

当用超声波清洗器洗涤玻璃器皿时，应先将器皿内容物倒掉，并用自来水初步清洗，然后浸没在超声波清洗液内清洗。玻璃器皿内应充盈洗涤液体，避免局部“干超”以至器皿破裂。

超声波洗涤玻璃器皿具有以下优点：①无孔不入：由于超声波作用是发生在整个液体内部，所有能与液体接触的物体的表面都能被清洗，尤其适宜形状复杂、缝隙多的物件。②无损洗涤：传统的人工或化学清洗常会产生机械磨损或化学腐蚀，而用超声波正确清洗却不会使物体引起丝毫损伤。

(2) 自动洗瓶机：目前国外一些厂家已经开发出一系列自动洗瓶机。自动洗瓶机利用循环水流冲击、蒸气熏蒸、高温热水冲洗、纯水清洗、干燥等工序，通过程序化控制，可将人们从枯燥、繁琐、大量的实验室玻璃器皿清洗工作中解放出来，但目前价格昂贵。

自动洗瓶机一般为内外不锈钢结构，分移动式、立式及柜式，具有多种支架设计，可以满足不同规格器皿的洗涤，同时配备透明窗和内部照明装置，便于随时观察洗涤过程。

三、玻璃器皿的干燥

大多数的化学分析操作中，要求使用的玻璃器皿是干燥的。常用玻璃器皿的干燥方法有晾干、烘干、烤干、吹干等。

晾干：适用于不急用的、要求一般干燥的玻璃器皿，如烧杯、锥形瓶和容量玻璃器皿等。将洗净的玻璃器皿倒置在滤纸、干净架子或专用橱内，自然滴水、晾干，或用吹风机以冷风将水分吹走。

烘干：适用于须将所沾水分排去的玻璃器皿，如试管、试剂瓶等，但不得用于量器类。将洗净的玻璃器皿置于烘箱（105~120℃）内烘 1h，厚壁玻璃器皿、实心玻璃塞应缓慢升温。

烤干：适用于亟待使用的试管、烧杯、蒸发皿等。将试管倾斜，管口向下，用火火焰从尾部逐渐向口部烘烤，见不到水珠后，将管口向上赶尽水气。烧杯、蒸发皿等可置于石棉网上用小火烤干。

吹干：适用于要求快速干燥的玻璃器皿。在洗净的玻璃器皿中加入易挥发的有机溶剂（如酒精、酒精+丙酮、先酒精后乙醚）后倾出，并用吹风机按热风-冷风顺序吹干。注意室内通风、防火、防毒。

常用的化学瓷器的洗涤、干燥与玻璃器皿基本相似，但它还可采用高温净化干燥的方法，即在 500~800℃ 高温电炉中灼烧。这不仅是烘干，而且还要烧去器皿上的污物或不易洗掉的结垢（玻璃器皿切不可用此法）。这种高温灼烧还常用于器皿质量要求不变的重量分析中，在这种情况下器皿要求编号，书写号码的方法是：在普通蓝墨水中加入少许钴盐或铁盐，蘸此墨水写在器皿上，待晾干后，于 500~800℃ 的高温炉中灼烧 0.5h 即可。

(张海燕)

第六节 容量器皿的使用

移液管、吸量管、滴定管、容量瓶、微量进样器等，是分析化学实验中测量溶液体积的常用仪器。它们在制造时校正所标的刻度有两种含义，一是指“排出”体积（TD），另一种是指“盛装”体积（TC）。容量瓶是指 TC 体积，滴定管和移液管是 TD 体积。它们的正确使用是分析化学实验的基本操作技术之一。各种量具在使用前都必须合理选择，必要时要经过计量认证，嘴、口有破损的不能使用。在此，简要地介绍这些量器的规格及使用方法。

一、移液管的使用

移液管是用于准确量取一定体积溶液的量出式玻璃量器，有各种不同的规格，如 50ml、25ml、15ml、10ml、2ml、1ml 等。它的中部有一膨大部分（称为球部），球部的上部和下部均为较细窄的管径，管颈上部刻有标线，如图 1-6-1 所示，此标线的位置是由放出纯水的体积所决定的。

用移液管或吸量管吸取溶液之前，必须用少量待吸的溶液荡洗内壁 2~3 次，以保证溶液