

第一章 分析化学实验基础知识

1.1 分析化学实验课的目的和要求

分析化学实验是工业分析专业及与化学相关的其他专业的重要的基础课程之一，它与分析化学理论课教学紧密结合，相辅相成，却又是一门独立的课程。

学生通过本课程的学习，可以加深对分析化学基础理论的理解，正确并较熟练地掌握分析化学实验基本操作，学习分析化学实验的基本知识，提高观察、分析和解决问题的能力，培养实事求是的科学态度和认真细致的工作作风，为学习后续课程打下良好的基础。

学生通过本课程的学习，可以深入地了解：同一物质的化学组成的研究可以有各种不同的分析方法，同一分析方法可以研究不同物质中的同一成分，而相同的分析方法其条件不同时可以得到不同的现象和结果；因而可激发学生进行创造性的思维，努力通过实践去认识事物的客观规律，从而培养学生的创新精神和提高学生的实践能力，为将来从事科学研究打下良好的基础。

学生学习分析化学实验课应达到下述目的：

(1) 加深和分析化学基础理论的理解 加深‘实践出真知’的认识 克服重理论轻实践的倾向。

(2) 正确和熟练地掌握分析化学实验的基本操作，提高观察、分析和解决问题的实际动手能力。

(3) 学习分析化学实验的基本知识 严格树立准确‘量’的概念 养成良好的实验习惯，严谨的科学态度和实事求是的工作作风。

(4) 学会独立自主地利用前人的工作成果，设计新的实验方案，培养创新精神和独立工作能力。

为达上述目的，要求学生做到：

(1) 实验前认真预习、领会实验的目的和基本原理，了解实验步骤和注意事项，做到心中有数，有条不紊地做好实验。

(2) 实验前根据实验内容，先写实验报告的部分内容，划好表格，查好有关数据，以便实验时及时、准确地记录实验现象和有关数据，并进行数据处理。

(3) 实验时要严格按照规范操作进行，仔细观察现象，及时记录，并运用所学理论知识解释实验现象，研究实验中的问题。

(4) 认真填写好实验报告，对于实验中出现的现象和问题进行认真讨论。

(5) 遵守实验室规则和实验室安全、卫生要求，听从指导教师安排，保持实验台面和整个实验室的整洁。

1.2 定量分析的过程及分析结果的表示方法

1.2.1 定量分析的过程

定量分析的过程通常包括以下几个步骤：

(1) 取样 分析时必须取出含有被分析物质的代表性的试样。不同的物质、物质的不同状态其取样方法各不相同，一般是从被分析物质中取出大量的试样，经多次缩分获得少量的具有代表性的分析试样。若所取试样的组成没有代表性，则分析测试结果是毫无意义的。

(2) 试样的储存与制备 在处理和保存试样的过程中，应防止试样被污染、吸附损失、分解、变质等等。应根据不同物质、物质的不同状态及生化特征等选择合适的处理和保存条件。对于固体试样，一般须处理成溶液，因此，必须选择合适的试样分解方法将欲测组分转化成溶液之后再进行测定。

(3) 消除干扰 试样中若有干扰被测组分分析测定的其他组分存在，通常先考虑用掩蔽的方法消除其干扰，如若达不到消除干扰的效果，则必须采用适当的分离方法将干扰组分除去。

(4) 选择分析方案和测定 根据被测组分的含量、性质和对分析结果准确度的要求及共存组分的情况，选择合适的分析方案和测定仪器，精心组织分析测定过程。

(5) 分析结果的统计处理 根据分析测定方案中有关的化学反应的定量关系,测定的有效数据及试样的质量,计算试样中被测组分的含量,并进行适当的统计处理,对分析结果进行合理的评价。

1.2.2 分析结果的表示方法

试样的存在形态不相同,其分析结果的表示方法也不一样。

(1) 固体试样 固体试样的分析结果,最常用的表示方法是质量分数表示法,即被测组分的质量 $m(B)$ 与试样质量 $m(s)$ 之比 通常情况下,采用百分比 百分含量 表示。

$$w(B) = \frac{m(B)}{m(s)} \times 100 \quad (1)$$

(2) 液体试样 液体试样的分析结果,因试样的密度通常为未知数,故最常用的表示方法是以质量浓度来表示,即被测组分的质量 $m(B)$ 与试样体积 $V(s)$ 之比 通常情况下 被测组分的质量为 g 表示 而试样体积用 L 表示。

$$\rho(B) = \frac{m(B)}{V(s)} \quad (2)$$

(3) 气体试样 气体试样的分析结果的表示方法与液体试样的表示方法基本相同,有所区分的是,被测组分的质量以 g 表示 而试样体积用 dm^3 表示。

$$\rho(B) = \frac{m(B)}{V(s)} \quad (3)$$

在某些情况下,也用体积分数表示。

1.3 分析结果的数据处理

在实际工作中,分析结果的数据处理是非常重要的。分析工作者仅做 1~2 次测定不可能提供可靠的信息,也不会被人们所接受。因此,在科学研究和实验工作中,应该对试样进行多次平行测定,直至获得足够的数据,然后进行统计处理。

对分析结果的要求比较高的情况下,其数据处理包括下述六个步骤:

(1) 将分析测定的分析结果按大小进行排列,用 Q 检验法检验有无

离群值，并将离群值舍弃，如某分析工作者平行测定 6 次，其分析结果大小排列如下：

测定次数	1	2	3	4	5	6
分析结果 ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)	0.1020	0.1022	0.1023	0.1025	0.1026	0.1035

$$Q_1 = \frac{0.1022 - 0.1020}{0.1035 - 0.1020} = \frac{0.0002}{0.0015} = 0.06$$

$$Q_2 = \frac{0.1035 - 0.1026}{0.1035 - 0.1020} = \frac{0.00092}{0.0015} = 0.6$$

由 Q 值表可知 当设定值 $Q(0.90)$ 时 $Q_2 > Q(\text{表值})$, $Q_1 < Q(\text{表值})$ 故 0.1035 为离群值，必须舍去。

表 1-1 不同置信水平舍弃离群值的 Q 值表

测量次数 n	3	4	5	6	7	8	9	10	∞
$Q(0.90)$	0.94	0.76	0.64	0.56	0.51	0.47	0.44	0.41	0.00
$Q(0.95)$	0.98	0.85	0.73	0.64	0.59	0.54	0.51	0.48	0.00
$Q(0.99)$	0.99	0.93	0.82	0.74	0.68	0.63	0.60	0.57	0.00

(2) 求出所有保留值的平均值 $\bar{x}$ ：

$$\bar{x} = \frac{0.1020 + 0.1022 + 0.1023 + 0.1025 + 0.1026}{5} = 0.1023$$

(3) 求出平均偏差 $\bar{d}$ ：

$$\bar{d} = \frac{|0.0003| + |0.0001| + |0.0002| + |0.0003|}{5} = 0.0002$$

(4) 求出标准偏差 S ：

$$S = \sqrt{\frac{(0.0003)^2 + (0.0001)^2 + (0.0002)^2 + (0.0003)^2}{5-1}} = 0.0004$$

(5) 求出变异系数 $CV\%$ ：

$$CV\% = \frac{0.0004}{0.1023} \times 100 = 0.3$$

(6) 求出置信水平为 95% 时的置信区间：

$$\mu = 0.1023 \pm \frac{2.57 \times 0.0003}{\sqrt{5}} = 0.1023 \pm 0.0003$$

表 1-2 t 分布值表

实验次数 n	自由度(f) $n-1$	置 仪 水 平				
		50%	90%	95%	99%	99.5%
2	1	1.00	6.31	12.71	63.66	127.3
3	2	0.82	2.92	4.30	9.93	14.09
4	3	0.76	2.35	3.18	5.84	7.45
5	4	0.74	2.13	2.78	4.60	5.60
6	5	0.73	2.02	2.57	4.03	4.77
7	6	0.72	1.94	2.45	3.71	4.32
8	7	0.71	1.90	2.37	3.50	4.03
9	8	0.71	1.86	2.31	3.36	3.83
10	9	0.70	1.83	2.26	3.25	3.69

在平行测定次数比较少,且分析结果的要求不非常严格的情况下,分析结果的数据处理可只进行 2)、(4)、(5)项处理。

1.4 分析化学实验课成绩的评定

学生分析化学实验课学习成绩的评定是根据学生的培养目标和教学大纲要求而定 对化学、医药学、生物学类专业学生的要求相对要比冶金、选矿类专业学生的要求要高。任课教师可视具体情况参照下述两种评定方法进行灵活掌握。

课堂学习成绩,对分析化学实验课来说并不是非常重要的,重要的是学生通过实验,掌握各种分析方法和技能,提高自己的观察、分析和解决问题的能力,提高自己的实际动手能力,培养自己的创新精神。

对于设计性实验与自拟方案实验,成绩评定包括以下几个方面:

(1)文献查阅及归纳整理。对于设计性实验,这方面的要求比其他实验要高;而对于其他实验只要有这方面的内容就可以了。

(2)方案的内容和格式是否符合该实验的要求;

(3)方案的思路是否清晰,考虑是否全面,技术是否成熟;

(4)方案中原理的正确性,方案的新颖性与可行性,对于其他实验,学生必须根据方案进行实验,用实验结果证明其可行性;

(5)方案的文字叙述情况,如概念是否正确、文字是否简洁,语言是否顺畅,有效数字是否规范等等。

对于一般实验成绩的评定应根据下述项目进行量化评定:

(1)实验前的预习情况。凡未进行预习的学生一律不得进行实验。指导教师应在实验前必须检查学生预习情况,根据预习是否认真,是否写好部分实验报告并列好有关记录表格,给予评分,实验成绩评分权重为 0.10。

(2)实验态度和遵规守纪情况。凡迟到 20 min 进实验室者,一律不得进行实验;对于实验不认真,态度不端正,不听从指导教师安排或有违反实验室规则和课堂纪律者,此项成绩记零分或酌情扣减,实验成绩评分权重为 0.20。

(3)实验操作技术是否正确和规范情况。实验课的目的之一就是使学生正确地、规范地掌握基本实验操作技术,指导教师应不厌其烦地示范,辅导学生进行操作,对于屡教不改的或明知故犯的学生,应扣减此项成绩,实验成绩评分权重为 0.20。

(4)实验结果的准确度、精密度和有效数字的表达情况。凡抄袭他人数据和实验结果者,本次实验课记零分,并不准重做。一次实验不可能有很好的准确度和精密度,指导教师应在评分时应注意这种情况,在一定的范围之内可以不扣分,结果相差太大,且精密度亦不好者,应令其重做。此项成绩的评定,应综合考虑实验态度,实验操作技术的情况进行扣减,此项实验成绩评分权重为 0.25。

(5)实验报告的撰写情况。实验报告中的原始记录必须经指导教师签字后才有效,凡涂改原始记录者,本次实验课记零分,并不准重做。撰写实验报告应做到字迹工整,数据可靠,图表正确,条理清楚,语言顺畅,指导教师据此进行评分,实验成绩评分权重为 0.15。

(6)实验台面的整洁情况。实验工作台面的整洁与否,是衡量实验

者是否具有良好的实验习惯和严谨的工作作风的一个重要方面,指导教师应该对学生有明确的要求并加以考察,给予恰当的评分,实验成绩评分权重为 0.10。

以上为单个实验课的成绩评定指标。

对于实验课的总评分,除考虑各个实验课成绩之外,应考虑增加基本实验操作技术考试和基本实验知识书面考试,进行综合评分。

1.5 纯水的制备与检验

1.5.1 纯水的概念

在分析化学实验中,根据具体任务及要求的不同,对水的质量也有不同的要求,对于一般性的分析工作,采用蒸馏水或去离子水即可;而对于超纯的物质的分析或有特别要求的分析,则要求使用纯度更高的“高纯水”。

在制备纯水的过程中,常常会因所使用的器具而使纯水中带有某些不可避免的杂质,采用铜蒸馏器制备的纯水,往往含有较多的 Cu^{2+} 离子;采用玻璃蒸馏器制备的纯水,则常含有 Na^+ 、 SiO_3^{2-} 等杂质;而采用离子交换或电渗析法制备的纯水,常含有微生物和某些有机物质等。因此,绝对纯的纯水是没有的。在实际工作中,可以根据不同的任务和要求适当地选用制备方法,以满足实验用水的需要。

在空气中由于 CO_2 可溶于水因而纯水的 pH 值小于 7.0,一般为 6 左右,特殊情况下应煮沸赶走 CO_2 之后使用。

1.5.2 纯水的制备方法

(1) 蒸馏法

目前使用的有玻璃、铜、石英等蒸馏器,蒸馏只能除去水中有挥发性的杂质,而溶解在水中的气体并不能除去。

一般性的分析工作用一次蒸馏水即可,若需更纯净的水则可将一次蒸馏水重新蒸馏(重蒸馏一般用石英蒸馏器或硬质玻璃蒸馏器)获得二次蒸馏水,一般蒸馏水的杂质含量见表 1-3。

表 1-3 蒸馏水中杂质含量

蒸馏器	杂 质 含 量(ppb)				
	Cu	Zn	Mn	Fe	Mo
铜	10	2	1	2	2
石英	0.5	0.04	0.1	0.02	0.001

(2) 离子交换法

离子交换法制备纯水是利用阴、阳离子交换树脂上的 OH^- 和 H^+ 分别与天然水中的阴、阳离子进行交换，将水中的杂质离子滞留在交换树脂上，达到纯化水的目的。

离子交换法制取的纯水称为去离子水。目前多采用阴、阳离子交换树脂（见表 1-5 “常用离子交换树脂牌号性能表”）的混合床装置来制备纯水，其优点是制水量大、成本低、去杂质离子能力强，其缺点是设备及操作较复杂，不能除去非电解质（如有机物）杂质，而且尚有微量树脂溶在水中，一般去离子水中杂质含量见表 1-4。

表 1-4 去离子水中杂质含量

杂质	Cu	Zn	Mn	Fe	Mo	Mg	Ca	Sr	Ba	Pb	Cr	Co	Ni	Sn Si Ag
含量(ppb)	<0.002	0.05	<0.02	0.02	0.02	2	0.2	<0.06	0.006	0.02	0.02	<0.002	0.002	可检出

(3) 电渗析法

电渗析法制备纯水是在离子交换技术的基础上发展起来的一种方法，它是在外电场的作用下，利用阴、阳离子交换膜对天然水中离子的选择性透过使溶质与水分离，从而达到净化水的目的。此法除去杂质的效率较低，水质质量差，制备的水只适用于一些要求不太高的分析工作。

1.5.3 纯水水质的检验

纯水的检验有物理方法（测定水的电阻率）和化学方法两类，根据一般分析实验室工作的要求，检验纯水通常有以下几个项目：

表 1-5 常用离子交换树脂牌号性能表

应用特点	树脂	结构	交联/%	出售型式	水分/%	交换量 毫克当量			耐温 (最高) /°C	使用 范围 pH	转型 范围 /%	生产 单位	国外树脂牌号	
						g	mL	mm					美 国	英 国
强酸性	001×7	SA		Na	45~55	4.2	1.8	0.3~1.2	100(H) 120(Na)	1~14	Na→H 8~10	南开大学	Amberlite IR-120 Dowex 50	Zeokarb 215 Zerolit
	001×7×7	SA		Na	37~41	4.2	2.0	0.3~1.2	100(H) 120(Na)	1~14	Na→H 2~3			
	001×2 (原为 735)	SA	2	Na	75~85	4.5		0.3~1.2				上海树脂厂	Nalcite HCR Nalcite I-16 Permutit Q Ionac 240	Zerolit 225 Zerolit 325 Zerolit 425 Zerolit SRC
	001×7 (原为 732)	SA	7	Na	45~55	4.2		0.3~1.2						
弱酸性	110	AA		H	50~60	12	4	0.3~1.2	100	70~75	H→Na 5~14	南开大学	Amberlite IRC-50 Bio-Rad 70	Zeokarb 226 Zeokarb 236 Zerolit 236
	112×1 (原为 724)	MA		H	60	≥9.0		0.3~0.85			H→Na 150~190	上海树脂厂		
大孔强酸性	D001-CC	MR, SA		Na	50~60	4.0	1.6	0.2~0.6	100(H) 120(Na)	1~14	Na→H 8~10	南开大学	Amberlite 200 Amberlite 252 Amberlvsat 15	Zerolit S-1104 Zerolit S-625 Zerolit S-925
	D51	MR, SA		Na	50~60	4.0	1.4	0.3~1.2	100(H) 120(Na)	1~14	Na→H 5~8			
	D151	MR, AA		H	50~60	8.0	3	0.3~1.2	100	5~14	H→Na 75~80	南开大学	Amberlite IRC-84 Permutit 216 Dowex CGR-2	
大孔弱酸性	D152	AA		H	50~60	8.0	3.0	0.3~1.2	100	5~14	H→Na 90~95			
	201×4	SBI		Cl	55~65	3.8	1.0	0.3~1.2	40(OH) 100(Cl)	1~14	Cl→OH 25~30	南开大学	Amberlite IRA-400 Amberlite CG-400 Amberlite IRA-401 Dowex I	DeAcidite FF DeAcidite IP DeAcidite SRA DeAcidite 61-62
强碱性	201×7	SBI		Cl	40~50	3.0	1.3	0.3~1.2	40(OH) 100(Cl)	1~14	Cl→OH 18~22			

(1) 电阻率

水的电阻率越高,表示水中的离子越少,水的纯度越高。25℃时,电阻率为 $1 \times 10^6 \sim 10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水称为纯水,电阻率大于 $10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水称为高纯水。高纯水应贮存在石英或聚乙烯容器中。各级水的电阻率见表 1-6。

表 1-6 各种水的电阻率

水的类型	电阻率(25℃) / $\Omega \cdot \text{cm}$	水的类型	电阻率(25℃) / $\Omega \cdot \text{cm}$
自来水	~1900	混合床离子交换水	~ 12.5×10^6
一次蒸馏水(玻璃)	~ 3.5×10^5	28次蒸馏水(石英)	~ 16×10^6
三次蒸馏水(石英)	~ 1.5×10^6	绝对水(理论最大电阻率)	18.3×10^6

(2) pH 值

(a) 用酸度计测定与大气相平衡的纯水的 pH 值,一般为 6 左右。

(b) 采用简易化学方法检定时,取两支试管,各加入 10 mL 水,在其中一支中滴加 2 滴 0.2% 甲基红(变色范围 pH 4.4~6.2),不显红色;在另一支试管中滴加 5 滴 0.2% 溴百里酚蓝(变色范围 pH 6.0~7.6),不显蓝色。

(3) 硅酸盐

取 30 mL 水于一小烧杯中,加入 5 mL 1+3 HNO_3 , 5 mL 5% 钼酸铵溶液,室温下放置 5 min 后,加入 5 mL Na_2SO_3 溶液,不显蓝色。

(4) 氯化物

取 20 mL 水于试管中,加 1 滴 1+3 HNO_3 酸化,加 1~2 滴 0.1 mol/L AgNO_3 溶液,不出现白色乳状物。

(5) Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等金属离子。

(a) Cu^{2+} 离子

取 10 mL 水于试管中,加入 1 滴 1+1 HCl 摇匀,加入 1~2 mL 0.001% 双硫腙及 1~2 mL CCl_4 , CCl_4 液层中不显浅蓝色或紫色。

(b) Pb^{2+} 离子

取 10 mL 水于试管中,加入 1~2 mL 10% 柠檬酸,1 mL 10% KCN 溶液,再加入 1 mL 0.001% 双硫腙,2 mL CCl_4 , CCl_4 液层不显粉红色。

(c) Zn^{2+} 离子

取 10 mL 水于试管中,加入 5 mL $\text{HAc}-\text{NaAc}$ 缓冲溶液,加入 0.5 mL 10% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液,摇匀后加入 1 mL 0.001% 双硫腙溶液,不显蓝紫色。

以上 Cu^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Pb^{2+} 的量少于 $1\text{ }\mu\text{g}/10\text{ mL}$ 均可检验出来(检出限量 $< 0.1\text{ ppm}$)。

另一种简易检验金属离子的方法为:取 25 mL 水于小烧杯中,加入 1 滴 0.2% 铬黑 T 指示剂、5 mL $\text{pH}=10$ 的氨性缓冲溶液,如呈蓝色,说明 Fe^{3+} 、 Cu^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等阳离子含量甚微,水合格;如呈紫红色,则水不合格。

1.6 化学试剂的规格与取用方法

1.6.1 化学试剂的规格

化学试剂是纯度较高的化学制品,根据其杂质含量多少的不同,而分成不同的等级,我国化学试剂的规格与标志及某些国家化学试剂相应的规格与标志见表 1-7。

实际工作中,若遇到级别不明的化学试剂,通常只能作为“三级”(化学纯)试剂使用,必要时需进行提纯。

生物化学中使用的特殊试剂,纯度表示和化学中一般试剂表示也不相同。例如,蛋白质类试剂,经常以含量表示,或以某种方法(如电泳法等)测定的杂质含量来表示。再如酶,它是以每单位时间酶解多少物质来表示其纯度,以酶活力来表示的。

此外,还有些作为特殊用途的所谓“高纯试剂”,如“色谱纯”试剂,是指在高灵敏度下以 10^{-10} g 下无杂质峰来表示的;“光谱纯”试剂,是指在光谱分析中出现的干扰谱线的数目和强度来衡量的,往往含有该试剂各种氧化物,不能认为是化学分析的基准试剂;“放射化学纯”试剂,是以在放射性测定时出现干扰的核辐射强度来衡量的;而“MOS”试剂是“金属-氧化物-半导体”试剂的简称,是电子工业专用的化学试剂。

表 1-7 化学试剂等级对照表

等级次序		1	2	3	4	5
我国化学试剂等级标志	级别	一级	二级	三级	四级	生物试剂
	中文标志	保证试剂	分析试剂	化学纯	化学用	
		优级纯	分析纯	纯	实验试剂	
	符号	G. R	A. R	C. R	L. R	
	标签颜色	绿色	红色	蓝色	棕色等	黄色等
美、英、德等国通用等级与符号		G. R	A. R	C. P		
前苏联等级与符号		化学纯 X. Ч	分析纯 Ч. Д. А	纯 Ч		
应用范围		杂质含量低,用于精密科研和分析	杂质含量低,适用于一般科研和分析	杂质含量较高,用于一般工业分析及制备	杂质含量较高,用于一般化学制备	生物化学分析及化学制备

分析工作者必须对化学试剂标准有一个明确的认识,做到合理使用化学试剂,既不超规格造成浪费,又不随意降低规格而影响分析结果的准确度,在一般的日常分析工作中通常要求选用‘A. R’级的分析纯试剂。

1.6.2 化学试剂的取用方法

(1) 液体试剂的取用

(a) 用滴管移取液体试剂时,必须保持滴管垂直,避免倾斜,切忌倒立,防止液体流入乳胶头内而将试管弄脏。滴加试剂时,滴管的尖端不可以接触容器内壁,应在被滴加液面的上方将试剂缓缓滴入;也不能将滴管放在原瓶以外的地方,避免被沾污。

(b) 用移液管或吸量管移取试剂时必须保持管体垂直插入试剂的中部(不得接触容器底部)吸取试剂,待试剂超过刻线即可,防止试剂吸入吸耳球;吸取过程中应注意液面的变化,防止“吸空”。试剂转移至另一容器中时,管尖应对着容器上部内壁,让容器倾斜盛接试剂,管尖不要与内壁接触移液管只能放在架子上不得随意放置它处以免沾污。

(c) 用量筒或量杯移取试剂时应将量筒平放在桌上右手握住试

剂瓶，使试剂标签朝上，以瓶口靠住容器壁，缓缓倾出所需液体。

(2) 固体试剂的取用

(a) 固体试剂要用干净的药匙取用。药匙应洗涤干净并用吸水纸擦拭干净，取用试剂后，一定要将试剂瓶盖严并放回原处，药匙亦要洗净擦干放好。

(b) 取一定质量的固体试剂时，可将其放在干净的表面皿（或纸）上，在台秤上称取。要准确称取一定量固体试剂时，可在分析天平上用直接法或差减法称取；具有腐蚀性的固体试剂不得放在纸上称取，更不能直接放在天平盘上称取；易受潮的固体试剂，只能放在称量瓶中用差减法称取。

1.7 分析化学中玻璃仪器的洗涤

1.7.1 玻璃仪器器皿的洗涤

应用于分析化学实验中的玻璃器皿，必须仔细洗净。经洗净的玻璃器皿，其内壁应被水均匀润湿而无水的条纹，且不挂水珠。

实验中常用的烧杯、锥形瓶、量杯等一般玻璃器皿，可用毛刷蘸去污粉或合成洗涤粉刷洗，再用自来水冲净，然后用蒸馏水或去离子水润洗 2~3 次。

滴定管、移液管、吸量管、容量瓶等具有精确刻度的仪器洗涤时应更加小心，通常用以下的方法洗涤：

滴定管如无明显油污时，可直接用自来水冲洗；若有油污，则在滴定管中倒入铬酸洗涤液（注意，别溅在手和衣服上），将滴定管横过来（注意，别让活塞掉下来），两手平端滴定管转动直至洗涤液布满全管（碱式滴定管应先将橡皮管卸下，用橡皮乳头套在滴定管底部，然后再倒入洗涤液进行洗涤），然后将洗涤液倒回洗涤液瓶中，用自来水冲洗干净，污染严重的滴定管，可竖直倒入铬酸洗涤液浸泡数小时后，再用自来水冲洗。

容量瓶用水冲洗后，如还不干净，可倒入铬酸洗涤液充分摇动或浸泡，再用自来水冲洗干净，但不得使用瓶刷刷洗。

移液管、吸量管可吸取铬酸洗涤液进行洗涤。若污染严重，可将它们放在高型玻璃筒或大量筒内用铬酸洗涤液浸泡，再用自来水冲洗干净。

光度法使用的比色皿，是由光学玻璃或石英玻璃制成的，不得用毛刷刷洗（切记！）通常视沾污的情况，选用 HCl - 乙醇、合成洗涤剂浸泡后，用自来水冲洗干净。

上述玻璃仪器洗好后，将用过的洗涤液倒回原瓶贮存备用，仪器用自来水冲洗干净后，必须用蒸馏水或去离子水润洗 2 ~ 3 次。

1.7.2 常用洗涤液的配制

(1) 铬酸洗涤液的配制

在台秤上称取 10 g 工业纯 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 或 $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 置于 400 mL 烧杯中，以少量水（约 20 mL）加热使之溶解，冷却后再慢慢加入 200 mL 工业硫酸，边加边搅拌（注意：切不可将水加入硫酸中），配好的洗涤液呈深棕色，冷却后，贮存在磨口塞小口瓶中密塞备用，使用时防止被水稀释。

铬酸洗涤液具有很强的氧化性与腐蚀性，使用时切不可溅在皮肤和衣服上。

铬酸洗涤液可除去通常情况下的污垢，但并非万能，对于像 MnO_2 等污垢就无能为力。

(2) NaOH - KMnO_4 洗涤液

在台秤上称取 10 g KMnO_4 于 250 mL 烧杯中，加少量水使之溶解，向该溶液中慢慢加入 100 mL 10% NaOH 溶液，混匀后贮存于带橡皮塞的玻璃瓶中备用。

该洗涤液适用于洗涤油污及有机物，洗涤后在器皿上留下的 $\text{MnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 沉淀物，可用 HCl - NaNO_2 混合液洗涤除去。

(3) KOH - 乙醇洗涤液

可用 10% KOH 与乙醇（1 + 2）等体积混合后使用。

适合于洗涤油脂或有机物质沾污的器皿。

(4) HCl - 乙醇洗涤液

可用 5% HCl 溶液与乙醇（1 + 2）等体积混合后使用。

适合于洗涤被有色化合物污染的比色皿。

(5) 合成洗涤剂或去污粉

此类洗涤液适合于一般性的污染物的洗涤，最好用热的溶液。洗涤完后注意用自来水冲洗干净。

1.8 实验室安全规则

在分析化学实验中,经常使用腐蚀性的、易燃的、易爆炸的或有毒的化学试剂,大量使用易碎的玻璃仪器和一些精密的分析仪器,经常使用水、电或其他燃料等等。为了保障人身安全,爱护国家财产及保证实验的正常进行,实验时必须十分重视安全工作,严格遵守实验室的安全规则。

(1)实验室内严禁饮食、吸烟,严禁一切化学试剂入口。实验完毕,必须洗手。水、电、燃气使用完毕后应立即关闭。离开实验室前应仔细检查水、电、燃气、门、窗是否均已关好。

(2)严禁用潮湿的手开启电器设备与开关及电闸;不得使用漏电的电器设备仪器;不得随意移动和拨弄实验室内其他非实验用的仪器与设备。

(3)严禁在实验室加热腐蚀性的浓酸、浓碱(如 HNO_3 , H_2SO_4 , HCl , HClO_4 , 氨水、过氧化氢、溴水等)使用时应在通风厨内进行,尽可能戴上橡皮手套和防护眼镜,切勿溅在皮肤和衣服上,如不小心溅在皮肤和衣服上,应立即用大量水冲洗,然后用 5% 碳酸氢钠(对于酸腐蚀)或用 5% 硼酸溶液(对于碱腐蚀)冲洗,最后用蒸馏水冲洗。

(4)严禁用火焰或电炉直接加热易燃易爆的有机溶剂(如 CCl_4 , 乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等等),而应在水浴上加热,使用时应远离火焰和热源,存放时应将瓶塞塞紧,存放在阴凉通风处。

(5)严禁将汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品或含有此类物品的溶液直接倒入下水道或废液缸中,一定要经转化成无毒后(如氰化物与碱性亚铁盐溶液转化为亚铁氰化铁)才能作废液处理。使用时也应格外小心,尤其不能让氰化物与酸接触,否则会生成剧毒的 HCN !

(6)严禁热、浓的 HClO_4 与有机物质接触,用 HClO_4 处理含有机物试样时,应先用浓硝酸将有机物破坏后,再加入 HClO_4 处理,以免 HClO_4 与有机物作用引起燃烧或爆炸,造成事故。

(7)严禁将易爆炸类药品(如高氯酸、高氯酸盐、过氧化氢及高压气体等)与易挥发易燃药品(如乙醚、二硫化碳、苯、酒精、油等低沸点物质)一起存放,亦不得将它们存放在热源附近。

(8)严禁对着自己或他人开启易挥发试剂、冒烟的浓酸浓碱试剂的

瓶塞。夏天 开启此类试剂瓶时 应先将它们在冷水中冷却后 再开启。

(9) 实验过程中若发生意外，应根据具体情况及时处理。如烫伤，可在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤软膏；酒精等可溶于水的物质着火 用水扑灭。汽油、乙醚类有机溶剂着火 用砂土扑灭 电器着火 应先断电 再用 CCl_4 灭火器扑灭 无论发生何种事故 均不得惊慌失措 情况紧急时应及时报警。

(10) 实验室应保持整齐、干净，不得将固体、玻璃碎片等扔在水槽中 不得将废酸、废碱倒入水槽 以免腐蚀下水道。