



实验室基础知识 及安全



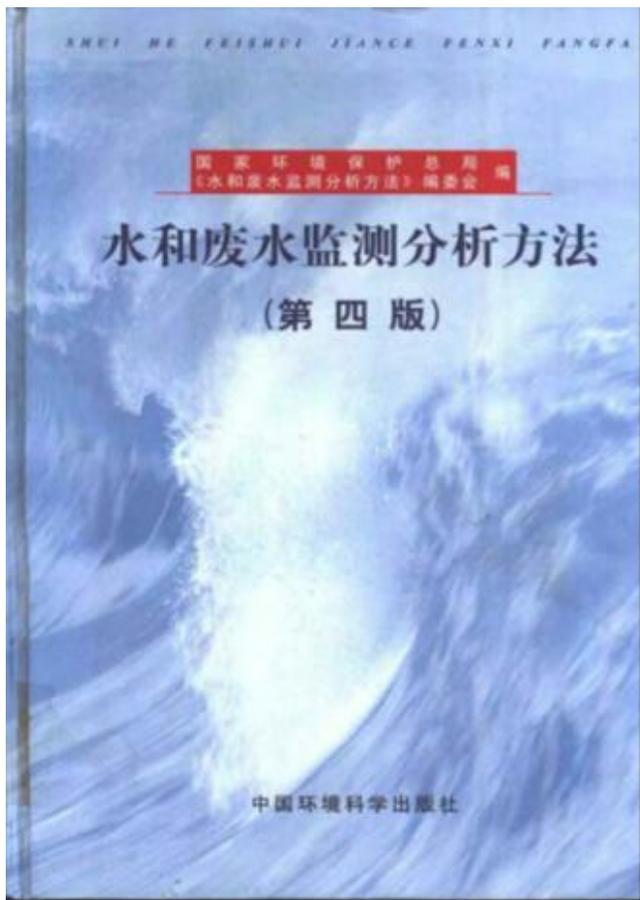
实验室用水



实验用水的要求(GB6682-2008分析实验用水规格和试验方法)

名称	一级	二级	三级
PH值范围 (25℃)	-	-	5.0-7.5
电导率 (25℃) ,mS/m	≤ 0.01	≤ 0.10	≤ 0.50
可氧化物质[以 (O) 计], mg/L	-	≤ 0.08	≤ 0.40
吸光度 (254nm,1cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	-
蒸发残渣 (105±2℃) , mg/L	-	≤ 1.0	≤ 2.0
可溶性硅[以 (sio2) 计], mg/L	≤ 0.01	≤ 0.02	-

实验室用水



第四章 实验室纯水的制备	49
一、实验室纯水的质费要求	49
(一) 外观与等级	49
(二) 质量指标	49
(三) 影响纯水质量的因素	50
二、实验室纯水的质量检验	50
(一) pH 值测定	50
(二) 电导率的测定	50
(三) 可氧化物检验	51
(四) 吸光度测定	51
(五) 二氧化硅测定	51
三、特殊要求的实验用水	51
(一) 不含氯的水	51
(二) 不含氨的水	51
(三) 不含二氧化碳的水	52
(四) 不含酚的水	52
(五) 不含砷的水	52
(六) 不含铅(重金属)的水	52
(七) 不含有机物的水	52
四、纯水的制备	52
(一) 蒸馏法	52
(二) 去离子水	53
(三) 亚沸蒸馏法制取超纯水	56
(四) 电渗析法	56

制备：蒸馏法、离子交换法、电渗析法、组合法 以及特殊要求的实验用水制备。

三级水：蒸馏法或离子交换法，用于一般的化学分析。

二级水：多次蒸馏法或离子交换法，用于无机痕量分析，如原子吸收光谱分析。

一级水：二级水经过石英设备蒸馏器或离子交换混合床处理后，在经过0.2um微孔滤膜过滤。用于高效液相色谱分析。

实验室用水



贮存

各级用水均使用密闭的、专用**聚乙烯容器**。三级水也可使用密闭、专用的玻璃容器。

各级水在贮存期间，其沾污的主要来源是容器可溶成分的溶解、空气中的二氧化碳和其它杂质。因此，**一级水不可贮存，使用前制备**。二级水、三级水可适量制备，分别贮存在**预先经同级水清洗过的相应容器中**。

实验室用水



特殊要求的实验用水

∅**无氯水**：加入**亚硫酸钠**（ Na_2SO_3 ）等还原剂将自来水中的余氯还原为氯离子，用附有缓冲球的全玻璃蒸馏器（以下各项中的蒸馏均同此）进行蒸馏制取。检验：硝酸存在时，硝酸银检验无沉淀



∅**无氨水**：向水中加入硫酸至 $\text{pH} < 2$ ，使水中各种形态的氨或者胺最终都转变成**不挥发的盐类**，收集溜出液即得（注意：避免实验室内空气中含有氨而重新污染，应在无氨气的实验室进行蒸馏）。

另，还可以加入阳离子树脂摇晃得到无氨水

实验室用水



特殊要求的实验用水

∅**无CO₂水**：将蒸馏水或去离子水煮沸至少10min（水多时），或使水量蒸发10%以上（水少时），加盖放冷即可。

∅**无酚水**：加碱蒸馏法：加入**氢氧化钠（NaOH）**至水的pH > 11（可同时加入少量高锰酸钾溶液使水呈紫红色），使水中酚生成不挥发的酚钠后进行蒸馏制得。

∅**无有机物水**：将**碱性高锰酸钾**溶液加入水中再蒸馏，在再蒸馏过程中应始终保持水中高锰酸钾的紫红色不得消退，否则应及时补加高锰酸钾。

化学试剂



试剂的质量规格

等级		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
	中文标识	保证试剂 优级纯	分析试剂 分析纯	化学纯 化学纯	化学用 实验试剂	
	符号	G. R	A. R	C. R	L. R	B. R C. R
	标签颜色	绿色	红色	蓝色	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	--	--	
应用范围	杂质含量低, 适用于精密科研和分析	杂质含量低, 适用于一般科研与分析	杂质含量较高, 适用于一般分析及制备	杂质含量较高, 适用于一般化学制备	适用于生物化学分析及化学制备	

特殊用途的“高纯试剂”如基准试剂、色谱纯试剂、光谱纯试剂等。

基准试剂的纯度相当于或高于优级纯试剂，可作为滴定分析法的基准物质，也可用于直接配制标准溶液。

色谱纯试剂指在高灵敏度下或10⁻¹⁰g下无杂质峰来表示。

光谱纯试剂专门用于光谱分析，它是以光谱分析时出现的干扰谱线的数目及强度来衡量。

化学试剂



试剂、试液的存放

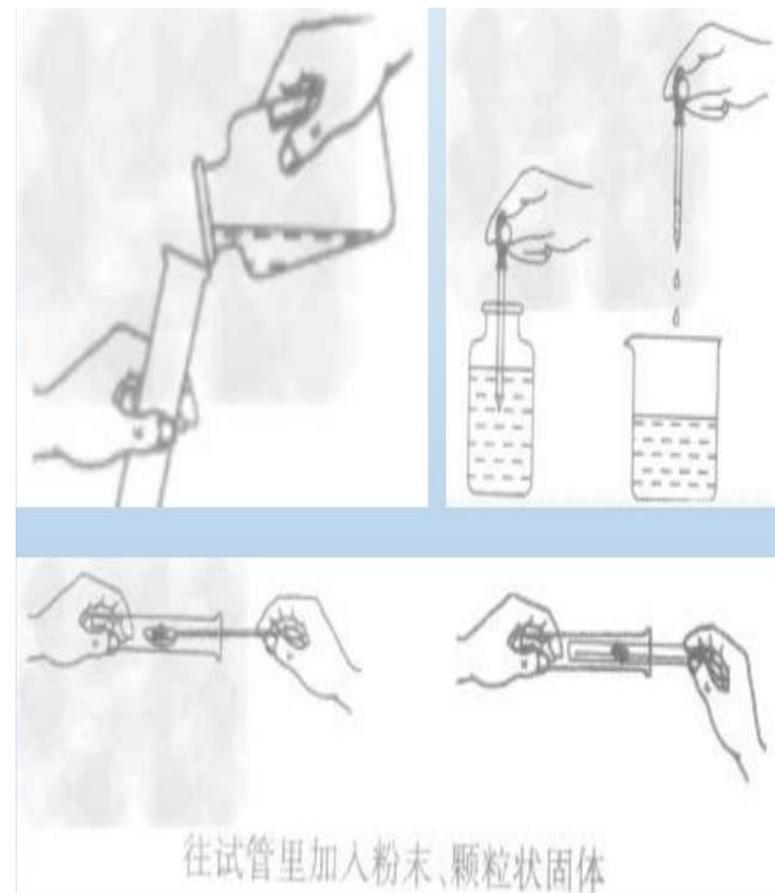
- (1) 液体试剂通常存放于细口瓶中，固体试剂则存放于广口瓶中；盛液体的瓶盖通常为磨口的，但碱性很强的试剂（如氢氧化钠、氢氧化钾、浓氨水等）应放在橡皮塞的瓶中
- (2) 见光会逐渐分解的试剂
- (3) 容易侵蚀玻璃的试剂
- (4) 吸水性强的试剂
- (5) 相互作用的试剂
- (6) 剧毒试剂
- (7) 此外，每个试剂瓶上都要贴上标签，标明试剂的名称、规格、浓度、配制日期。

化学试剂



试剂的取用

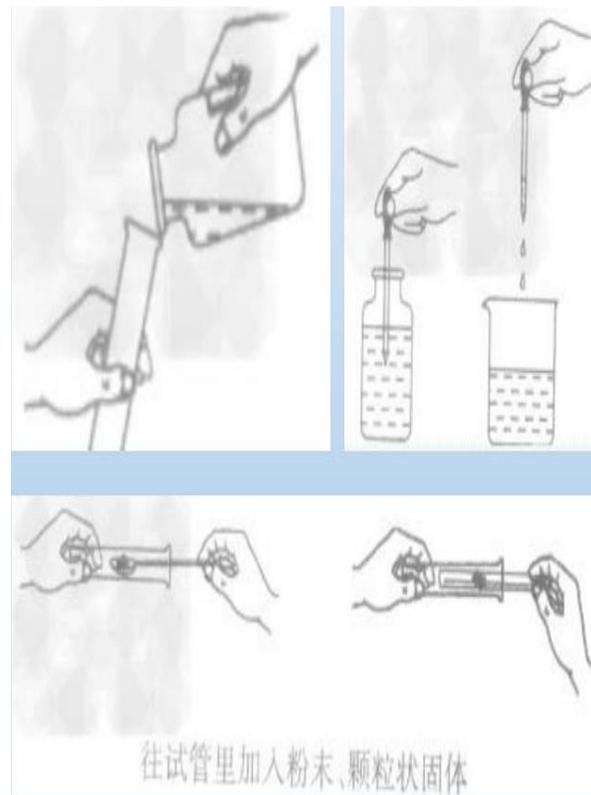
- (1) 试剂的取用应根据节约的原则，按实验要求，选用不同规格的试剂。
- (2) 在某些要求较高的化学分析实验中，要考虑试剂的等级，注意**生产厂家、产品批号**等，必要时做**专项检验和对照实验**。
- (3) 试剂瓶上标签要完整、清晰，应标明试剂的**名称、规格、质量、浓度、配制日期**等，标签脱落，应照原样贴好。
- (4) 取液体试剂只准倾出使用，不得在试剂瓶中直接吸取，倒出的试剂不可再倾回原瓶中。
- (5) 取用固体试剂时应遵守“**只出不回、量用为出**”的原则，倾出的试剂有余量者不得倒回原瓶。



化学试剂

试剂的取用

- Ø 吸取试液的吸管应预先洗净、控干。
- Ø 同时取用相同容器盛放的几种试液，特别是当两人以上在同一台实验台操作时，应注意防止盖错瓶塞，造成交叉污染。
- Ø 试液瓶内液面以上的内壁，常有水汽凝成的成片水珠，用前应振摇混均水以保证试液的浓度准确。
- Ø 每次取用试液后应随即盖好瓶塞，**不能**为省事而使试液瓶口在整个分析操作过程中**长时间敞开**。
- Ø 已经污染、变质或失效的试液应处理，以免与新配试液混淆
- Ø 试液在使用或保存过程中，**试液瓶附近不放置加热设备**。
- Ø 贮有试液的容器放在**试液橱内**或**无阳光直射**的试液架上。



玻璃仪器



(1) 容器类：玻璃容器主要指实验室用于贮存和运送物料、以及容纳物质在其中进行化学反应的各种玻璃器皿。它们包括**试剂瓶、洗瓶、烧杯（锥形和球形）、试管、比色管**等，根据各自的性能和要求，采用相应的软质或硬质玻璃材料制作，并具有各种形状、颜色和规格。



烧杯



锥型瓶



平底烧瓶



园底烧瓶



玻璃仪器

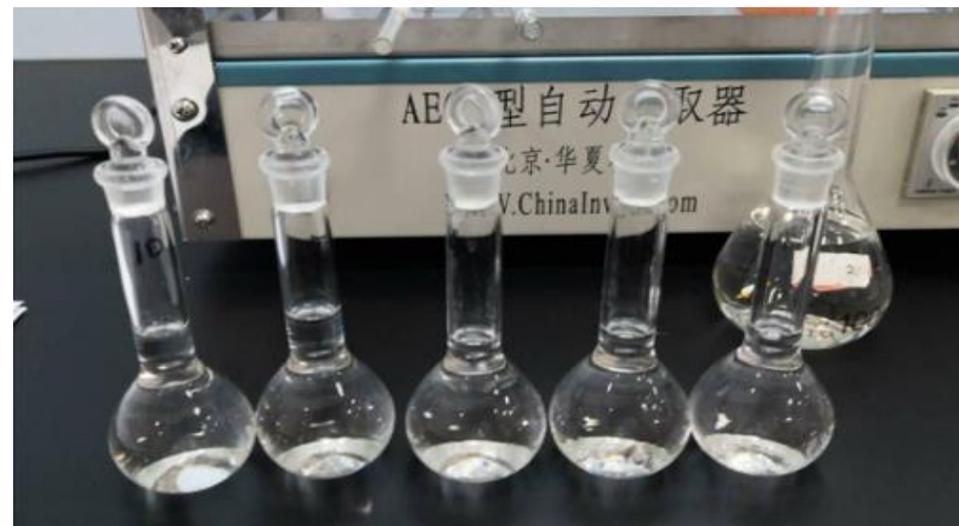
(2) 量器类：水质实验室的玻璃量器是指用于计量（量入或量出）液体体积的一类器皿，不宜在火上直接加热。

1.量筒和量杯

2.容量瓶

3.吸量管又称移液管，是做精确量出用的量器，有分度吸管和单标线（大度）吸管两种。

4 滴定管 容量分析中的基本测量仪器，有常量和微量两个等级，也是量出式量器。



量杯和量筒



量杯和量筒是一种精度**要求不太高**的量取液体体积的度量仪器。

一般容量有5mL、10mL、25mL、50mL、100mL、250mL、500mL、1000mL等,可根据需要选用,切勿用大容量的量杯和量筒量取小体积,这样会使精度下降。

量取液体时,应让量筒放平稳,且停留15秒以上待液面平静后,使视线与量筒(杯)内液体的弯月面最低处保持水平,偏高或偏低都会因读数不准而造成较大的误差。

一般来讲,量筒比量杯精度高一些。

移液管

用于准确移取一定体积溶液的量出式量器。移液管是一种量出式仪器，只用来测量它所放出溶液的体积。常用规格 (ml) :1, 2, 5, 10, 25, 50, 100ml等。

移液管

型式

刻度吸管

材质

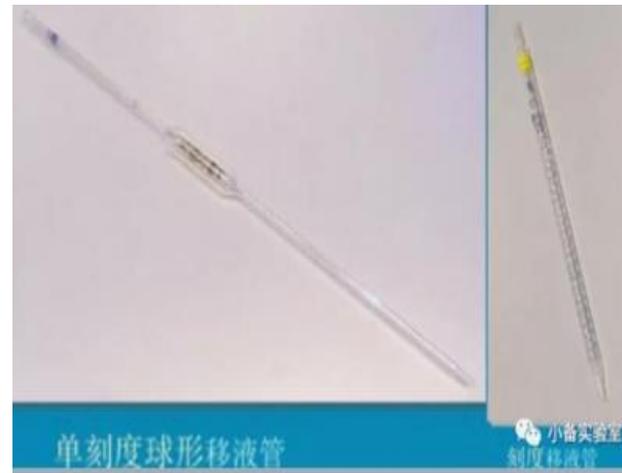
玻璃材质

非玻璃材质

准确度等级

A级

B级



移液管的使用

使用前:

首先要选择量程与移液管类型，再检查移液管标记、准确度等级、刻度标线位置、完好度等，并用滤纸擦拭外表面。

润洗吸液:

用右手(左手)的拇指和中指捏住移液管的上端，将管的下口插入欲吸取的溶液中，插入不要太浅或太深，一般为10~20mm处，太浅会产生吸空，把溶液吸到洗耳球内弄脏溶液，太深又会在管外沾附溶液过多。

左手(右手)拿洗耳球，接在管的上口把溶液慢慢吸入，先吸入该管容量的1/3左右,用右手(左手)的食指按往管口，取出横持平握，并转动管子使溶液接触到刻度以上部位，以置换内壁的水分，然后将溶液从管的下口放出并弃去置于废液烧杯中，如此反复洗2-3次后，即可吸取溶液至刻度以上10-20mm，立即用右手(左手)的食指按住管口



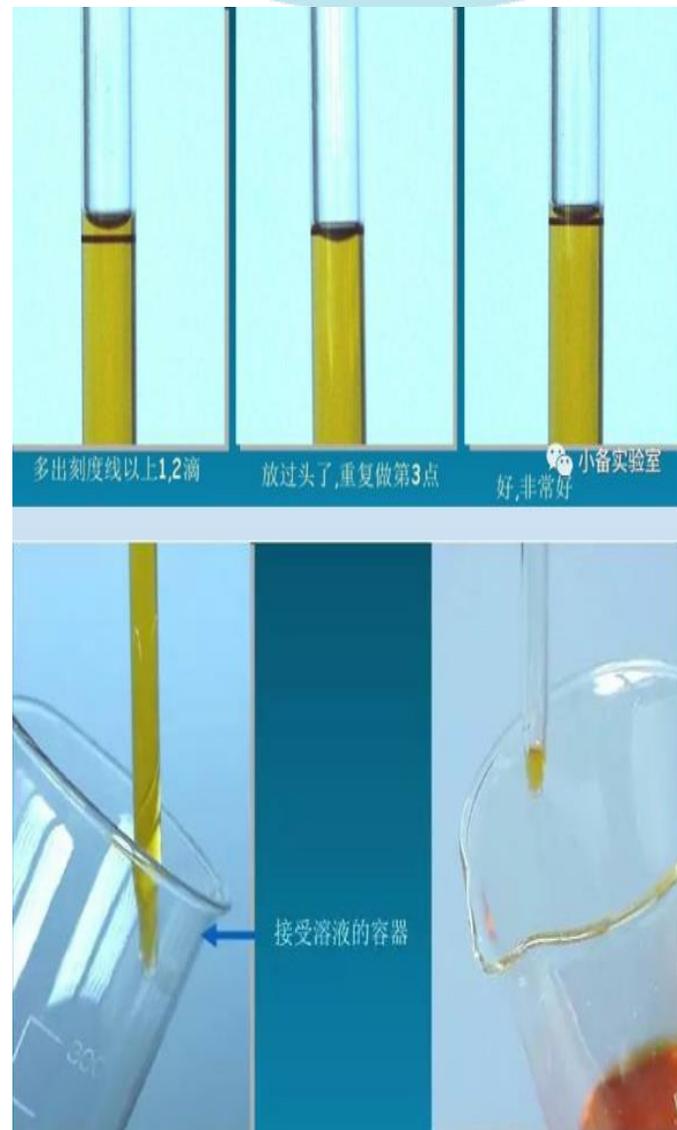
移液管的使用

吸液后调节液面:

将移液管向上提离开液面，管的末端靠在盛溶液器皿的内壁上，管身直立，略微放松食指时可微微转动吸管）使管内溶液慢慢从下口流出，看刻度时，应将刻度与眼睛平行，直至溶液的弯月面底部与标线相切，立即用食指压紧管口。将尖端的液滴靠壁去掉，移出移液管，用滤纸将外壁的液体擦掉，插入承接溶液的器皿中。

放出溶液:

承接溶液的器皿是锥形瓶，应使锥形瓶倾斜 30° ，移液管直立，管下端紧靠锥形瓶内壁，稍松开食指，让溶液沿瓶壁慢慢地自然流下，流完后管尖端接触瓶内壁约10-15秒后，再将移液管移去，残留在管末端的少量溶液，**不可用外力强使其流出**，因校准时已考虑了末端保留的溶液的体积。



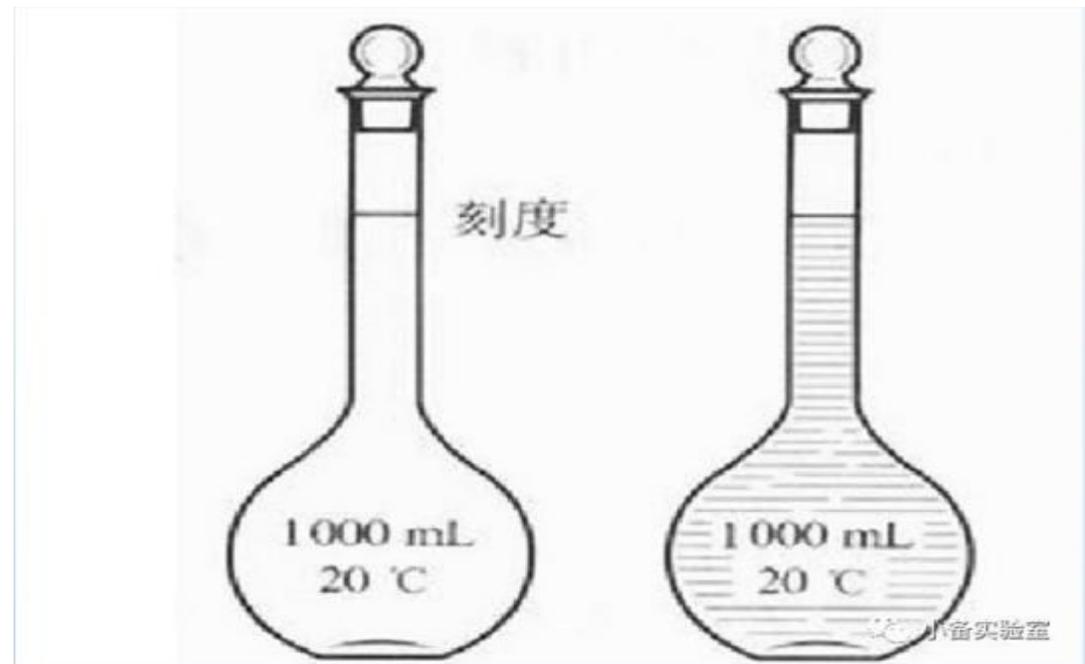
容量瓶

主要用于准确地配制**一定摩尔浓度的溶液**。

它一般是一种细长颈、梨形（1-2ml为锥形）的平底玻璃瓶，配有玻璃磨口塞（或塑料塞）；瓶颈上刻有标线，当瓶内液体在所指定温度下（ 20°C ）达到标线处时，其体积即为瓶上所注明的容积数。

一种规格的容量瓶**只能量取一个量**。

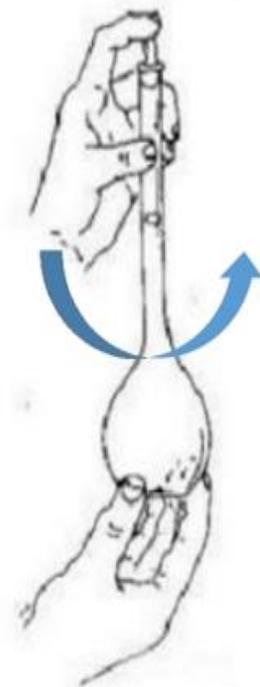
常用的容量瓶有100、250、500、1000 毫升等多种规格。



容量瓶的使用

使用前检查瓶塞处是否漏水。
在容量瓶内装入半瓶水，塞紧瓶塞，用右手食指顶住瓶塞，另一只手五指托住容量瓶底，将其**倒立**（瓶口朝下），观察容量瓶是否漏水。若不漏水，将瓶正立且将瓶塞旋180°后，**再次倒立**，检查是否漏水，若两次操作，容量瓶瓶塞周围皆无水漏出，即表明容量瓶不漏水。经检查不漏水的容量瓶才能使用。（左图）

过程中**不得将玻璃磨口塞放在桌面上**，以免玷污或弄错。（可将磨口塞系在瓶颈上，注意细绳稍短于瓶颈，使用过程中不要接触瓶颈）
（右图）



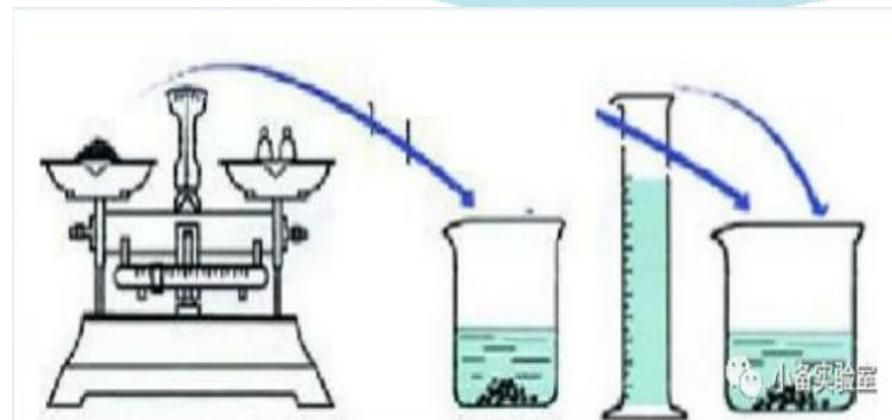
容量瓶的使用

(2) 洗涤：

使用前容量瓶都要洗涤。
先用洗液洗，再用自来水冲洗，最后用蒸馏水洗涤干净（直至内壁不挂水珠为洗涤干净）

(3) 固体物质的溶解：

把准确称量好的固体溶质放在干净的烧杯中，用少量溶剂溶解（如果放热，要放置使其降温到室温）。然后把溶液转移到容量瓶里，转移时要用玻璃棒引流。方法是将玻璃棒一端靠在容量瓶颈内壁上，注意不要让玻璃棒其它部位触及容量瓶口，防止液体流到容量瓶外壁上。



容量瓶的使用

(4) 淋洗：

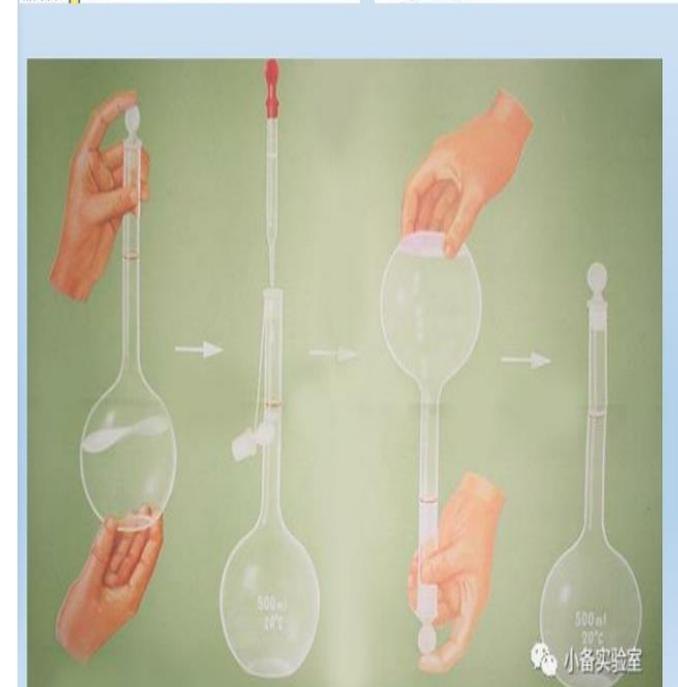
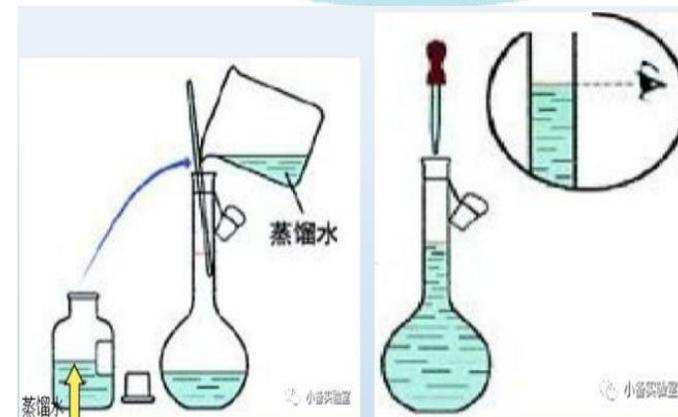
为保证溶质能全部转移到容量瓶中，要用溶剂少量多次洗涤烧杯，并把洗涤溶液全部转移到容量瓶里。转移时要用玻璃棒引流。

(5) 定容：

继续向容量瓶内加入溶剂直到液体液面离标线大约1厘米左右时，应改用滴管小心滴加，最后使液体的弯月面与标线正好相切。若加水超过刻度线，则需重新配制。

(6) 摇匀：

盖紧瓶塞，用**倒转和摇动**的方法使瓶内的液体混合均匀。静置后如果发现液面低于刻度线，这是因为容量瓶内极少量溶液在瓶颈处润湿所损耗，所以并不影响所配制溶液的浓度，**故不要在瓶内添水**，否则，将使所配制的溶液浓度降低。



滴定管



用途：滴定管是为了放出不确定量液体的容量仪器。

分类：酸式；碱式

滴定管

酸式滴定管（下部带有磨口玻璃活塞）

特点：只能用来盛放酸性、中性或氧化性溶液。
不能盛放碱液，磨口玻璃活塞会被碱类溶液腐蚀，放置久了会粘连住。

碱式滴定管（下端连接橡皮软管，内放玻璃珠，橡皮管下端再连尖嘴玻璃管）

特点：盛放碱液和非氧化性溶液。
不能盛放酸性或氧化性溶液，避免腐蚀橡皮管。

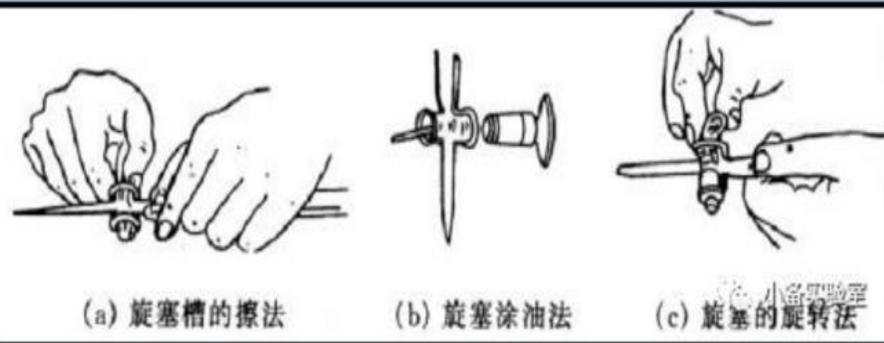
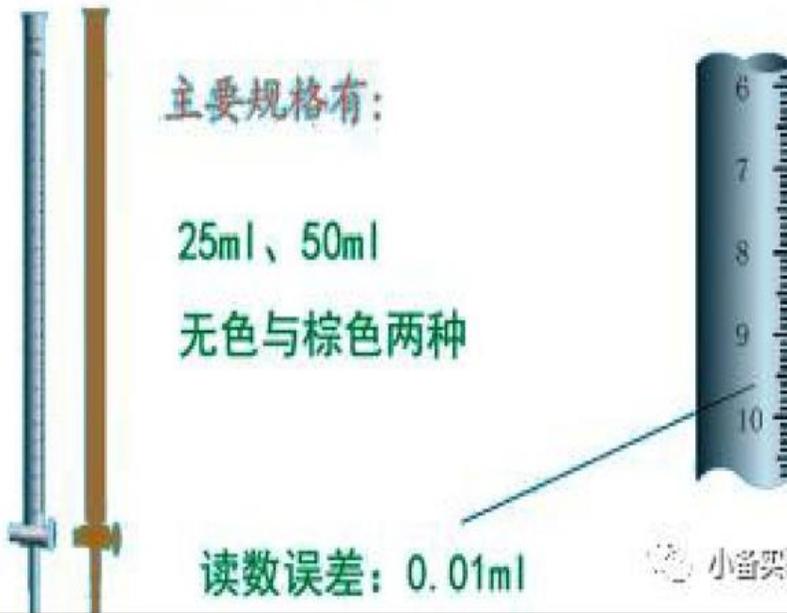
酸式滴定管的使用

规格：主要有25ml和50ml，无色和棕色两种

(1) 准备：

1. 将酸式滴定管装满纯化水，把它垂直夹在滴定管架上，放置5分钟。
2. 观察管尖处是否有水滴滴下，活塞缝隙处是否有水渗出。
3. 若不漏，将活塞旋转180°，静置5分钟，再观察一次，无漏水现象即可使用。
4. 检查发现漏液的滴定管，必须重新装配，直至不漏，滴定管才能使用。
5. 取下活塞，用滤纸将活塞及塞座擦干净。
6. 用手指蘸少量凡士林，在活塞两端沿圆周各涂极薄的一层，把活塞径直插入塞。

一、酸式滴定管



酸式滴定管的使用

(2) 使用：

1. 检漏合格的滴定管，需用**纯化水洗涤3-4次**。
2. 往滴定管中加入溶液
3. 在加满溶液之前，应先用少量此种溶液洗滴定管数次，以**除去滴定管内残留的水分**，确保溶液的浓度不变。
- 4 倒入溶液时，关闭活塞，用**左手大拇指和食指与中指**持滴定管上端无刻度处，右手拿住细口瓶往滴定管中倒入溶液，让溶液沿滴定管内壁。



碱式滴定管的使用

(1) 准备：

- 1 将碱式滴定管装满纯化水直立5min，若管尖处无水滴滴下即可使用。
- 2 检查发现漏液的碱式滴定管，必须重新装配，直至不漏，滴定管才能使用。
- 3 玻璃珠太小，溶液易漏出，并且玻璃珠易于滑动；
- 4 若太大，则放出溶液时手指会很吃力，极不方便。

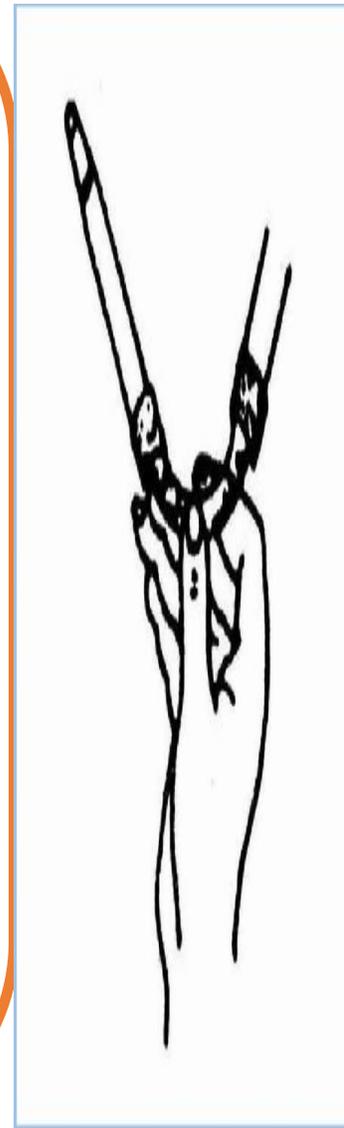
(2) 使用：

- 1 检漏合格的滴定管，需用纯化水洗涤3—4次。
- 2 滴定管中加入溶液
- 3 操作同向酸式滴定管加入溶液的方法。

洗涤：应注意玻璃珠下方的洗涤。左手拇指和食指放在稍高于玻璃珠所在的位置，并使橡皮管向上弯曲，

- 4 排尽气泡后，加入溶液使之在“0”刻度以上，再调节液面在0.00刻度处，备

(如液面不在0.00ml时，则要记下初读数。)



滴定管的使用

滴定操作

- 1 滴定通常在锥形瓶中进行，锥形瓶下垫一**白瓷板**做背景，右手拇指、食指和瓶底离瓷板约2-3cm。调节滴定管高度，使其下端伸入瓶口约1cm。
- 2 右手按前述方法操作滴定管，**右手运用腕力摇动锥形瓶**，使其向同一方向作圆周运动，边滴加溶液边摇动锥形瓶。
- 3 在整个滴定过程中，**左手一直不能离开活塞**任溶液自流。
- 4 摇动锥形瓶时，要注意勿使溶液溅出，勿使瓶口碰滴定管口，也不要使瓶底碰白瓷板，不要前后振动。
- 5 在滴定开始时，无变化，滴定速度可稍快，一般为10ml/min，
- 6 滴落点周围出现暂时性的颜色变化。在离滴定终点较远时，颜色变化立即消失。
- 7 临近终点时，变色可以暂时扩散到全部溶液
- 8 此时，应改为滴1滴，摇几下。等到必须摇2-3次后，颜色变化才完全消逝时，表示离终点已经很近。
- 9 微微转动活塞使溶液悬在出口管嘴上形成半滴，但未落下，用锥形瓶内壁将其沾下。
- 10 然后将瓶倾斜把附于壁上的溶液洗入瓶中，再摇匀溶液。
- 11 如此反复直到刚刚出现达到终点时出现的颜色而又不消逝为止。一般**30s内不再变色即到达滴定终点**。
- 12 **滴定完毕，弃去滴定管内剩余的溶液，不得倒回原瓶。**
- 13 用自来水、纯化水冲洗滴定管，并装入纯化水至刻度以上，用一小玻璃管套在管口上

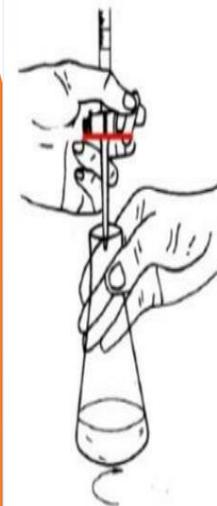


图 4.7 酸式滴定管的操作



图 4.8 碱式滴定管的操作



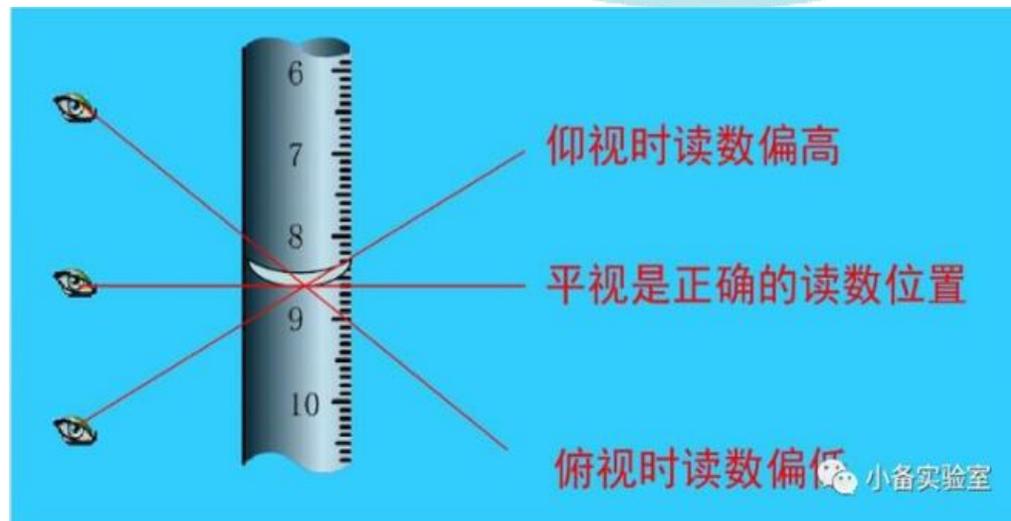
滴定管的使用

读数操作

- 1 滴定开始前和滴定终了都要读取数值
- 2 读数时可将滴定管夹在滴定管夹上，也可以从管夹上取下，用右手拇指和食指捏住滴定管上部无刻度处，使管自然下垂，两种方法都应使滴定管保持垂直。
- 3 在滴定管中无色或浅色溶液的弯液面下缘比较清晰，易于读数，读数时，使弯液面的最低点与分度线上边缘的水平面相切，视线与分度线上边缘在同一水平面上，以防止视差。
- 4 颜色太深的溶液，如高锰酸钾、碘化物溶液等，弯液面很难看清楚，可读取液面两侧的最高点，此时视线应与该点成水平。

注意事项

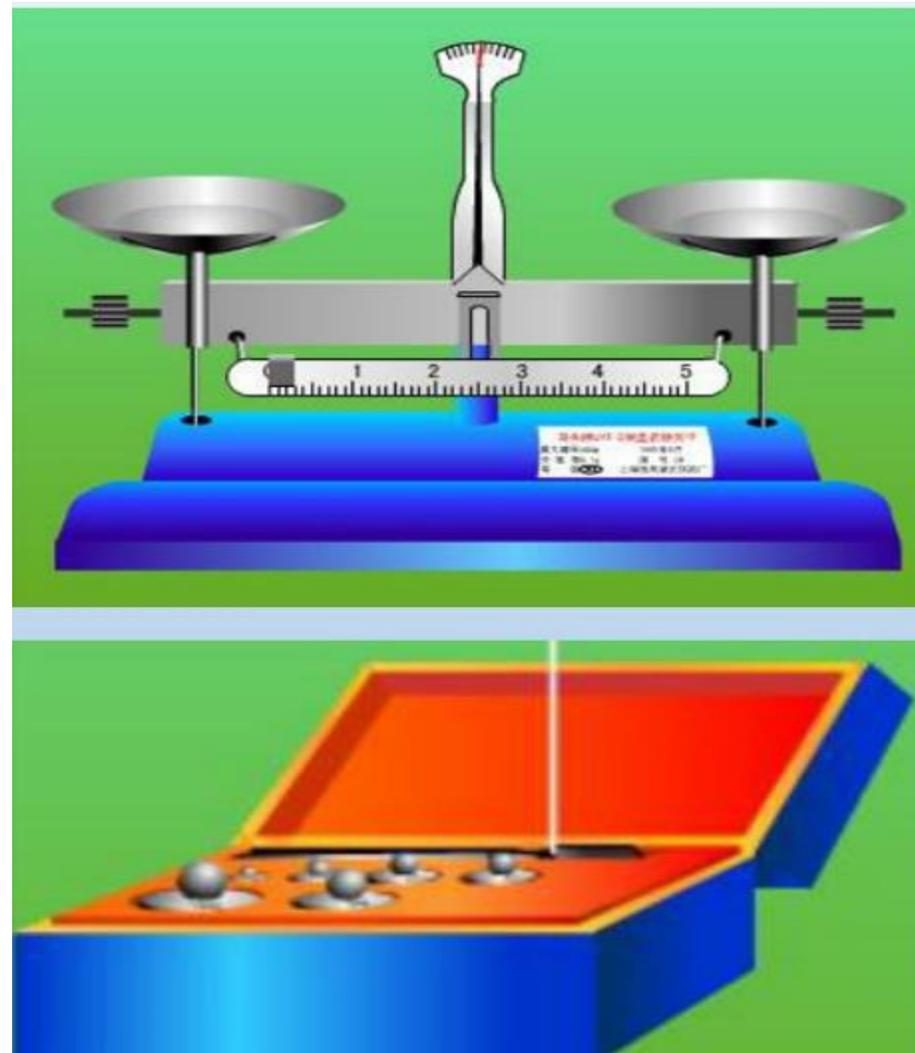
1. 初读数与终读数应采用同一读数方法
2. 刚刚添加完溶液或刚刚滴定完毕，不要立即调整零点或读数，而应等 0.5-1分钟，以使附着的溶液流下来，使读数准确可靠，读数须准确至0.01ml。
3. 读取初读数前，若滴定管尖悬挂液滴时，应该用锥形瓶内壁将液滴沾去。在读取终读数前，如果出口管尖悬有溶液，此次读数不能取用。



天平

托盘天平

- ◆ 又称台秤，操作简便快速，称量大，但称量精度不高，一般能称准到**0.1g**或**0.01g**，可用于精确度要求不高的称量。
- ◆ 托盘天平主要由天平横梁、支承横梁的天平座、放置称量物和砝码的秤盘、平衡螺杆、平衡螺母、指针、刻度盘、刻度标尺及游码组成。
- ◆ 托盘天平根据其最大载荷可分为100g、200g、500g、1000g、2000g等五种规格

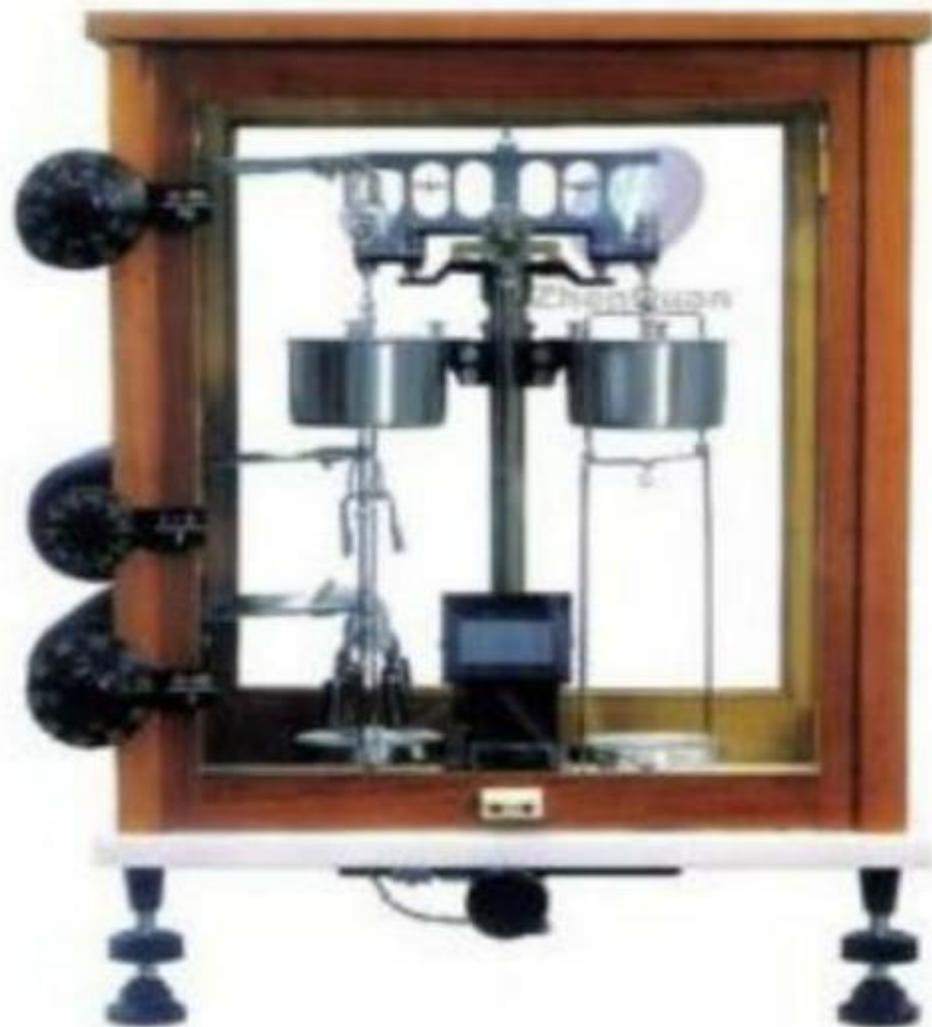


天平

分析天平

1. 电光天平

最常用的电光天平是半自动电光天平和全自动电光天平，两者都是等臂双盘天平。一般能称准至**0.1mg**，适用于精度要求较高的称量。一般实验分析中所用的电光天平的最大载荷为200g，最小分度值为**0.1mg**或**0.05mg**。



天平

分析天平

2.电子天平

电子天平是天平中新发展的一种，其称量快速、简便。规格品种齐全，最大载荷从几十克至几千克，**最小分度值可至0.001mg**。一般实验分析中所用电子天平的最大称量值为100g或200g，**最小分度值为0.1mg**。

电子天平依据电磁力平衡原理。把通电导线放在磁场中，导线将产生电磁力，力的方向可以用左手定则来判定。当磁场强度不变时，力的大小与流过线圈的电流强度成正比。由于重物的重力方向向下，电磁力方向向上，与之相平衡，则通过导线的电流与被称重物体的质量成正比。



天平室



分析用天平是测定物体质量的精密仪器，应安装在**专门的天平室**内使用。

(1) 天平室应保持干燥、明亮但避免阳光的直射，远离热源和震源，室内**温度变化**不能太大，避免有明显的**空气对流**。

(2) 室内禁有水汽和腐蚀性气体进入，不得在室内存放或转移挥发性、腐蚀性的试剂和样品。

(3) 地面最好为水磨石地面，天平台应由混凝土筑成，必要时可在台面铺3mm厚的橡胶垫，用以减震和防滑。

(4) 保持天平室整洁、安静，不放置与称量无关的物品。

天平使用与维护



使用要求：

- (1) 使用天平进行称量操作，应保持安静、专心，操作必须**轻、稳、准**。
- (2) 室内有多架天平时，为减少称量的系统误差，在**同一个项目的分析过程中，应认定使用同一架天平（和砝码）称取标准物或样品**。
- (3) 应根据称量要求的精度和被称物体的质量，选用具有适当分度值和载荷的天平进行称量，称量物体的质量**不应超过天平的最大载荷**。
- (4) 称量完成要及时填写**使用记录**。

维护要求：

- (1) 天平需保持干燥，应及时更换天平箱内的干燥剂。
- (2) 保持天平箱内清洁，随时检查并清除天平秤盘和底板面上的灰尘及撒落的异物。
- (3) 天平应有专人负责管理并建档，凡检定、维修和使用均应登记。
- (4) 凡安装、修理或移动位置后，均应进行计量性能检定。

小备实验室 受控号 ZK-xx-xxxx 实施日期：xxxx 年 xx 月 xx 日

电子天平期间核查记录

检查人：

日期：

天平型号	天平精度		编号			
检测方法	标准砝码校验		砝码编号			
示值误差检查	检查砝码	称量值	示值误差	结论		
1						
2						
3						
4						
5						
重复性检查	1	2	3	4	5	平均值
	S= mg					
结论						
备注	(1) 示值误差评定标准：0g~50g，±0.5mg；50g~200g，±1.0mg。 (2) 重复性计算公式 $S = \sqrt{(\sum (X_i - \bar{X})^2) / 4}$ (3) 重复性评定标准：<0.1mg					
核查人评价						
室主任意见						
技术负责人或代理人意见						

天平使用



称量方法：

天平称量有替代称量法和直接称量法，前者用于砝码检定等，一般实验室分析都用直接称量法。直接称量包括常规称量、指定质量称量和递减称量。

(1) 常规称量：是指所称样品或试剂无严格规定，但需准确称取，一般以“称取约0.5g，称准至0.0001g”记载，即是称取0.51g或0.49g都可以，但要称量准确至小数点后第四位克数，如0.4925。

(2) 指定质量称量：用于称取指定质量的试样。适合于称取某些在空气中无吸湿性的样品或试剂，如用基准物质配制指定浓度的标准溶液或在例行分析中简化工作计算，往往需要称出**某一指定质量**的样品或试剂。

(3) 减量法：适用于称取易吸湿、易氧化或易于空气中二氧化碳反应得试样。如氯化钠，易吸湿，建议采用减量法准确称取。

氯化钠的称量



- (1) 核查天平是否在有效期内
- (2) 检查并天平水平旋钮，使天平保持水平状态
- (3) 清扫天平托盘，保持天平清洁
- (4) 打开天平开关，预热30分钟
- (5) 称量前调节天平的零点
- (6) 经灼烧后的基准试剂氯化钠称量瓶放在天平托盘中央，准确称量称量瓶和基准氯化钠的初重。
- (7) 取出称量瓶至于干净小烧杯上方，打开瓶盖，轻敲瓶口，渐渐倾出需要量的NaCl。
- (8) 再轻敲瓶口，将瓶口试剂落回瓶中，瓶口不留试样。
- (9) 盖好瓶盖，放回天平，准确称得剩余试剂和称量瓶的重量。
及时做好记录，计算两次称量之差，就是称取氯化钠得质量。
- (10) 一次不够，可以多次，次数不宜太多。