**化学分析仪器操作技巧汇总**

一、玻璃仪器的洗涤

洗涤方法概括起来有下面几种：

1、用水刷洗：可以洗去可溶性物质，又可使附着在仪器上的尘土等洗脱下来。

2.用去污粉或合成洗涤剂刷洗：能除去仪器上的油污。

3. 用浓盐酸洗：可以洗去附着在器壁上的氧化剂，如二氧化锰。

4. 铬酸洗液：

将8g研细的工业K2Cr2O7加入到温热的100mL浓硫酸中小火加热，切勿加热到冒白烟。边加热边搅动，冷却后储于细口瓶中。

洗液有强腐蚀性，勿溅在衣物、皮肤上。铬酸洗液有强酸性和强氧化性，去污能力强，适用于洗涤油污及有机物。当洗液颜色变成绿色时，洗涤效能下降，应重新配制。

5. 含KMnO4的NaOH水溶液：

将10gKMnO4溶于少量水中，向该溶液中注入100mL10％NaOH溶液即成。该溶液适用于洗涤油污及有机物。洗后在玻璃器皿上留下MnO2沉淀，可用浓HCl或Na2SO3溶液将其洗掉。

6. 盐酸-酒精（1∶2）洗涤液：

适用于洗涤被有机试剂染色的比色皿。比色皿应避免使用毛刷和铬酸洗液。

洗净的仪器器壁应能被水润湿，无水珠附着在上面。

用以上方法洗涤后的仪器，经自来水冲洗后，还残留有Ca2+、Mg2+等离子，如需除掉这些离子，还应用去离子水洗2～3次。

二 、化学试剂的取用

1. 固态试剂的取用

固态试剂一般都用药匙取用。药匙的两端为大小两个匙，分别取用大量固体和少量固体。试剂一旦取出，就不能再倒回瓶内，可将多余的试剂放入指定容器。

液态试剂的取用

液态试剂一般用量筒量取或用滴管吸取。下面分别介绍它们的操作方法。
①量筒量取

量筒有5，10，50，100和1000mL等规格。取液时，先取下瓶塞并将它放在桌上。一手拿量筒，一手拿试剂瓶（注意别让瓶上的标签朝下），然后倒出所需量的试剂。最后斜瓶口在量筒上靠一下，再使试剂瓶竖直，以免留在瓶口的液滴流到瓶的外壁。

②滴管吸取

先用手指紧捏滴管上部的橡皮乳头，赶走其中的空气，然后松开手指，吸入试液。

将试液滴入试管等容器时，不得将滴管插入容器。滴管只能专用，用完后放回原处。一般的滴管一次可取1mL，约20滴试液。

如果需要更准确地量取液态试剂，可用后面介绍的仪器——滴定管和移液管等。

三、加热方法

1.酒精灯

酒精易燃，使用时注意安全，用火机点燃，而不要用另外一个燃着的酒精灯来点火，这样做，会把灯内的酒精洒在外面，使大量酒精着火引起事故。酒精灯不用时，盖上盖子，使火焰熄灭，不要用嘴吹灭。盖子要盖严，以免酒精挥发。

当需要往灯内添加酒精时，应把火焰熄灭，然后借助于漏斗把酒精加入灯内，加入酒精量为1/2～1/3壶）。

2.酒精喷灯 使用方法：

①添加酒精

 加酒精时关好下口开关，灯内贮酒精量不能超过酒精壶的2/3。

②预热

 预热盘中加少量酒精点燃，预热后有酒精蒸气逸出，便可将灯点燃。若无蒸气，用探针疏通酒精蒸气出口后，再预热，点燃。

③调节

 旋转调节器调节火焰。

④熄灭

 可盖灭，也可旋转调节器熄灭。

喷灯使用一般不超过30min。冷却，添加酒精后再继续使用。

3.水浴

当要求被加热的物质受热均匀，而温度不超过100℃时，先把水浴中的水煮沸，用水蒸气来加热。水浴上可放置大小不同的铜圈，以承受各种器皿。

使用水浴时应注意以下4点：

①应尽量保持水浴的严密。

②当不慎把铜质水浴中的水烧干时，应立即停止加热，等水浴冷却后，再加水继续使用。

③注意不要把烧杯直接泡在水浴中加热，这样会使烧杯底部因接触水浴锅的锅底受热不均匀而破裂。

④注意不要把烧杯直接泡在水浴中加热，这样会使烧杯底部因接触水浴锅的锅底受热不均匀而破裂。

在用水浴加热试管，离心管中的液体时，常用的水浴是250mL烧杯。内盛蒸馏水（或去离子水），将水加热至沸。

4、油浴和沙浴

当要求被加热的物质受热均匀，温度又需高于100℃时，可使用油浴或沙浴。用油代替水浴中的水，即是油浴。沙浴是一个铺有一层均匀的细沙的铁盘。先加热铁盘，被加热的器皿放在沙上。若要测量沙浴的温度，可把温度计插入沙中。

5. 电加热

在实验室中还常用电炉、电加热套、管式炉和马弗炉等电器加热。加热温度的高低可通过调节外电阻来控制。管式炉和马福炉都可加热到1000℃左右。

四、溶液与沉淀的分离

溶液与沉淀的分离方法有3种：倾析法、过滤法和离心分离法。

倾析法

当沉淀的密度较大或结晶的颗粒较大，静置后能沉降至容器底部时，可用倾析法进行沉淀的分离和洗涤。
 具体作法是把沉淀上部的溶液倾入另一容器内，然后往盛着沉淀的容器内加入少量洗涤液，充分搅拌后，沉降，倾去洗涤液。如此重复操作3遍以上，即可把沉淀洗净，使沉淀与溶液分离。

过滤法

分离溶液与沉淀最常用的操作方法是过滤法。过滤时沉淀留在过滤器上，溶液通过过滤器而进入容器中，所得溶液叫做滤液。过滤方法共有3种：常压过滤、减压过滤和热过滤。

1）常压过滤

 此法最为简便和常用，使用玻璃漏斗和滤纸进行过滤。

按照孔隙的大小，滤纸可分为快速、中速和慢速3种。快速滤纸孔隙最大。

过滤时，先把圆形滤纸或四方滤纸折叠成4层（方滤纸折叠后还要剪成扇形）。然后将滤纸撕去一角，放在漏斗中。滤纸的边缘应略低于漏斗的边缘。用水润湿滤纸，并使它紧贴在玻璃漏斗的内壁上。这时如果滤纸和漏斗壁之间仍有气泡，应该用手指轻压滤纸，把气泡赶掉，然后向漏斗中加蒸馏水至几乎达到滤纸边。这时漏斗颈应全部被水充满，而且当滤纸上的水已全部流尽后，漏斗颈中的水柱仍能保留。如形不成水柱，可以用手指堵住漏斗下口，稍稍掀起滤纸的一边，向滤纸和漏斗间加水，直到漏斗颈及锥体的大部分全被水充满，并且颈内气泡完全排出。然后把纸边按紧，再放开下面堵住出口的手指，此时水柱即可形成。在全部过滤过程中，漏斗颈必须一直被液体所充满，这样过滤才能迅速。

过滤时应注意以下几点：调整漏斗架的高度，使漏斗末端紧靠接受器内壁。先倾倒溶液，后转移沉淀，转移时应使用搅棒。倾倒溶液时，应使搅棒指向3层滤纸处。漏斗中的液面高度应低于滤纸高度的2/3。

如果沉淀需要洗涤，应待溶液转移完毕，用少量洗涤剂倒入沉淀，然后用搅棒充分搅动，静止放置一段时间，待沉淀下沉后，将上方清液倒入漏斗，如此重复洗涤两三遍，最后把沉淀转移到滤纸上。

2）减压过滤

 此法可加速过滤，并使沉淀抽吸得较干燥，但不宜过滤胶状沉淀和颗粒太小的沉淀，因为胶状沉淀易穿透滤纸，颗粒太小的沉淀易在滤纸上形成一层密实的沉淀，溶液不易透过。

循环水真空泵使吸滤瓶内减压，由于瓶内与布氏漏斗液面上形成压力差，因而加快了过滤速度。安装时应注意使漏斗的斜口与吸滤瓶的支管相对。

布氏漏斗上有许多小孔，滤纸应剪成比漏斗的内径略小，但又能把瓷孔全部盖没的大小。用少量水润湿滤纸，开泵，减压使滤纸与漏斗贴紧，然后开始过滤。
当停止吸滤时，需先拔掉连接吸滤瓶和泵的橡皮管，再关泵，以防反吸。为了防止反吸现象，一般在吸滤瓶和泵之间，装上一个安全瓶。

3）热过滤

为保证滤纸与漏斗密合，第二次对折时先不要折死，把滤纸展开成锥形，用食指把滤纸按在玻璃漏斗（漏斗应干净而且干燥）的内壁上，稍微改变滤纸的折叠程度，直到滤纸与漏斗密合时为止，此时可把第二次折边折死。

某些物质在溶液温度降低时，易成结晶析出，为了滤除这类溶液中所含的其他难溶性杂质，通常使用热滤漏斗进行过滤，防止溶质结晶析出。过滤时，把玻璃漏斗放在铜质的热滤漏斗内，热滤漏斗内装有热水以维持溶液的温度。

（3）离心分离

当被分离的沉淀的量很小时，可把沉淀和溶液放在离心管内，放入电动离心机（图1-25）中进行离心分离。使用离心机时，将盛有沉淀的离心试管放入离心机的试管套内，在与之相对称的另一试管套内也放入盛有相等体积水的试管，然后缓慢起动离心机，逐渐加速。停止离心时，应让离心机自然停止。

五、移液管、容量瓶和滴定管

 1. 移液管

移液管用来准确地量取一定体积的溶液。它是中间有一膨大部分（称为球部）的玻璃管，管颈上部刻有一标线。此标线是按放出的体积来刻度的。常见的有5，10，25，50mL等数种，最常用的是25mL的移液管。
另一种移液管带有刻度，叫做吸量管，可量取吸量管以内的试液体积。
移液管的吸液步骤：

①拇指及中指握住移液管标线以上部位；

②将移液管下端适当伸入液面，太深或太浅会使外壁沾上过多的试液或易吸空；

③将洗耳球对准移液管上端，吸入试液至标线以上约2cm，迅速用食指代替洗耳球堵住管口；

④取出移液管并靠在盛液容器内壁，然后缓慢转动移液管，使标线以上的试液流至标线；

⑤将移液管迅速放入接受容器中。

移液管的放液步骤：

①使接受容器倾斜而移液管直立；

②出口尖端接触容器壁；

③松开食指，使试液自由流出；

④移液管上写明吹时，需将管中的试液全部吹出。

2.容量瓶

容量瓶是一个细颈梨形的平底瓶，带有磨口塞。颈上有标线表明在所指温度下（一般为20℃），当液体充满到标线时，瓶内液体体积恰好与瓶上所注明的体积相等。

容量瓶是为配制准确浓度的溶液用的。常和移液管配合使用。以把某种物质分为若干等份。通常有25，50，100，250，500，1000mL等数种规格，本实验中常用的是100和250mL的容量瓶。

在使用容量瓶之前，要先进行以下两项检查：

1）容量瓶容积与所要求的是否一致。

2）为检查瓶塞是否严密，不漏水。在瓶中放水到标线附近，塞紧瓶塞，使其倒立2min，用干滤纸片沿瓶口缝处检查，看有无水珠渗出。如果不漏，再把塞子旋转180°，塞紧，倒置，试验这个方向有无渗漏。这样做两次检查是必要的，因为有时瓶塞与瓶口，不是在任何位置都是密合的。

合用的瓶塞必须妥为保护，最好用绳把它系在瓶颈上，以防跌碎或与其他容量瓶搞混。

用容量瓶配制标准溶液时，先将精确称重的试样放在小烧杯中，加入少量溶剂，搅拌使其溶解（若难溶，可盖上表皿，稍加热，但必须放冷后才能转移）。沿搅棒用转移沉淀的操作将溶液定量地移入洗净的容量瓶中，然后用洗瓶吹洗烧杯壁5～6次，按同法转入容量瓶中。当溶液加到瓶中2/3处以后，将容量瓶水平方向摇转几周（勿倒转），使溶液大体混匀。然后，把容量瓶平放在桌子上，慢慢加水到距标线1cm左右，等待1～2min，使粘附在瓶颈内壁的溶液流下，用滴管伸入瓶颈接近液面处，眼睛平视标线，加水至弯月面下部与标线相切。立即盖好瓶塞，用一只手的食指按住瓶塞，另一只手的手指托住瓶底，注意不要用手掌握住瓶身，以免体温使液体膨胀，影响容积的准确（对于容积小于100mL的容量瓶，不必托住瓶底）。随后将容量瓶倒转，使气泡上升到顶，此时可将瓶振荡数次。再倒转过来，仍使气泡上升到顶。如此反复10次以上，才能混合均匀。

容量瓶不能久贮溶液，尤其是碱性溶液会侵蚀瓶壁，并使瓶塞粘住，无法打开。容量瓶不能加热。

滴定管

滴定管是用来准确放出不确定量液体的容量仪器。是用细长而均匀的玻璃管制成的，管上有刻度，下端是一尖嘴，中间有节门用来控制滴定的速度。
滴定管分酸式和碱式两种，前者用于量取对橡皮管有侵蚀作用的液态试剂；后者用于量取对玻璃有侵蚀作用的液体。

滴定管容量一般为50mL，刻度的每一大格为1mL，每一大格又分为10小格，故每一小格为0.1mL。

酸式滴定管的下端为一玻璃活塞，开启活塞，液体即自管内滴出。使用前，先取下活塞，洗净后用滤纸将水吸干或吹干，然后在活塞的两头涂一层很薄的凡士林油（切勿堵住塞孔）。装上活塞并转动，使活塞与塞槽接触处呈透明状态，最后装水试验是否漏液。

碱式滴定管的下端用橡皮管连接一支带有尖嘴的小玻璃管。橡皮管内装有一个玻璃圆球。用左手拇指和食指轻轻地往一边挤压玻璃球外面的橡皮管，使管内形成一缝隙，液体即从滴管滴出。挤压时，手要放在玻璃球的稍上部。如果放在球的下部，则松手后，会在尖端玻璃管中出现气泡。

必须注意，滴定管下端不能有气泡。快速放液，可赶走酸式滴定管中的气泡；轻轻抬起尖嘴玻璃管，并用手指挤压玻璃球，可赶走碱式滴定管中气泡。

酸式滴定管不得用于装碱性溶液，因为玻璃的磨口部分易被碱性溶液侵蚀，使塞子无法转动。

碱式滴定管不宜于装对橡皮管有侵蚀性的溶液，如碘、高锰酸钾和硝酸银等。

仪器洗涤

移液管、容量瓶、滴定管要求容积精确，一般不用刷子机械地刷洗，其内壁的油污最好是用浓硫酸-重铬酸钾洗液来清洗，分别介绍如下：

移液管：

在上口套上一段橡皮管，用洗耳球将洗液吸入管中超过刻线部分，用夹子夹住，直立浸泡一定时间（也可用洗耳球将洗液吸入管中，用手指堵住上口，平握移液管，不断转动，直到洗液浸润全部内壁），将洗液放回原瓶。

容量瓶：

小容量瓶可装满洗液浸泡一定时间。容量大的容量瓶则不必装满，注入约1/体积洗液，塞紧瓶塞，摇动片刻，隔一些时间再摇动几次即可洗净。

滴定管：

可注入10mL洗液，两手平握滴定管不断转动，直到洗液把全部管浸过，然后将洗液由上口或尖嘴倒回原贮存瓶中。若上法不能洗净，需将洗液装满滴定管浸泡。

上述仪器用洗液浸泡后，都需要先用自来水冲洗掉洗液。此时应对着光亮检查一下是否油污已被洗净，内壁水膜是否均匀。如果发现仍有水珠，则应再用洗液浸泡再检查，直到彻底洗净为止。

最后用去离子水（或蒸馏水）洗去自来水。去离子水每次用量约为被洗仪器体积的1/3即可，一般洗2～3次。

对于移液管和滴定管，最后还要用待装入的溶液洗涤2～3次。

读数

下面以滴定管为例加以说明。在滴定管中的溶液由于附着力和内聚力的作用，形成一个弯月面，弯月面下常有一虚影，此虚影与读数无关。读数时，视线应在弯月面下缘最低处的同一水平位置上，以避免视差。因为液面是球面，眼睛位置不同会得到不同的读数。对于常用的50mL滴定管，读数应到0.01mL。

颜色太深的溶液，如碘溶液、高锰酸钾溶液，弯月面很难看清楚，而液面最高点较清楚，所以常读取液面最高点，读时应调节眼睛的位置，使之与液面最高点前后在同一水平位置上。

对于移液管、容量瓶（包括量筒）的读数方法，可从滴定管读数方法类推，不再一一介绍。