

南京航空航天大学“十二五”规划教材

无机化学实验

(第二版)

高明慧 编著



科学出版社

无机化学实验

Inorganic Chemistry Experiments

(第二版)

(Second Edition)

高明慧 编著

科学出版社

北京

内 容 简 介

《无机化学实验》(第二版)是南京航空航天大学“十二五”第二批规划教材建设项目。本书在第一版的基础上进一步完善、充实和更新,全书共分6章,35个实验和8个附录。各学校可根据具体课程情况选择安排实验内容,其中有些实验可供学生课余作为演示性、开放性、设计性和研究性实验选做,意在开拓学生的视野和扩大学生的知识面,有助于强化学学生综合素质、创新意识和思维能力的培养。

本书可作为高等院校化学、化学工程与技术、材料科学与工程、核科学与技术、环境科学和生物医学工程等专业的无机化学实验教材或大学普通基础化学实验教材,也可供相关教师和实验人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

无机化学实验/高明慧编著.—2版.—北京:科学出版社,2015.12
ISBN 978-7-03-046560-3

I. ①无… II. ①高… III. ①无机化学—化学实验—高等学校—教材
IV. ①O61-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 288569 号

责任编辑:黄 海 / 责任校对:何艳萍

责任印制:张 倩 / 封面设计:许 瑞

科学出版社出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

大厂书文印刷有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2015年12月第二版 开本:787×1092 1/16

2015年12月第三次印刷 印张:14

字数:350 000

定价:39.00元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

第二版前言

《无机化学实验》(第二版)坚持以高等学校无机化学理论课程基本要求为依据,实验内容紧紧围绕配合理论课程,充分体现了理工科化学类专业的特点。实验原理能全面准确地阐述本学科的先进理论与概念,充分吸收本学科国内外前沿研究成果,科学系统地归纳本学科知识点的相互联系与发展规律。

第一章绪论增加了许多化学实验必备的基础知识,目的是让学生掌握一些实验技能,并进行强化训练。将第一版相应实验中穿插介绍的仪器设备使用方法移至前面,作为第二章单独章节“实验常用仪器设备使用方法”,同时又增加介绍了一些新型仪器设备,有利于学生提前预习。第三章~第六章共35个实验,保留经典实验内容,并开发新的实验内容。增加了记录原始实验数据的表格,同时对第一版中章节名称和一些实验名称进行了修订。新增的8个实验都是我校多年实验教学中选用或试用过的内容,教学效果好,深受老师和学生的好评。附录一“元素的相对原子质量”修订为2011年最新版,再增加两个附录,附录七“酸碱指示剂”和附录八“常用缓冲溶液的配制”。

编写本教材的宗旨是加强实验教学环节,提高学生动手能力,增强学生创新意识,激发学生求知欲望和探索精神,使学生处于实验课的主体地位。本教材在编排方式和实验内容选择上力求做到以下五点:

(1) 每个实验从目的、原理、步骤(每种药品用量)到最后注意事项都是根据编者十多年的教学实践经验编写,所以内容详细,讲解透彻,学生看了思路清晰。特别对学生易混淆的概念和常犯的错误都进行了详细说明,这样更有利于学生养成良好的实验预习习惯,提前了解实验关键,避免实验失败。

(2) 实验内容的选择紧紧配合理论课程,力求具有代表性。增加一个常数测定实验,三个物质制备实验,四个综合性实验。这样既加强无机化学基本理论和实验技能的训练,又提高学生的综合研究能力,激发学生的学习兴趣,有效地提高了教学质量,更有利于培养学生的学习能力、实践能力和创新能力,同时为后续实验课程奠定坚实的基础。

(3) 原有的无机化学实验多以验证式为主,学生不太感兴趣。本教材力求少一些验证式,多一些与人类生活和环境保护密切相关的实验内容,以调动学生的主观能动性,启迪学生思维,体现现代化学的应用性和趣味性,把实验课作为实践尝试和探索知识的机会。

(4) 每个实验后面都有注意事项,是每个实验的重点和成功关键。每个实验的设计都有创新,富有新意,目的是让学生使用一本好教材并使之得到应用和推广。

(5) 为学生设计了记录原始实验数据的表格,这样学生做实验时直接将实验数据填

入表格，老师检查实验结果时一目了然、清清楚楚。

感谢科学出版社黄海编辑一直给予的关注和指导，并提出了许多宝贵的意见。

由于编者水平有限和撰写时间仓促，不妥和错误之处在所难免，诚请同行专家和读者批评指正。

编著者

2015年4月

于南京航空航天大学

第一版前言

全书以无机化学理论课程的教学要求为依据,由 6 章正文 28 个精选实验和 7 个附录组成。实验内容的选取都紧紧围绕并配合无机化学理论课程,充分体现了应用化学专业的特点。6 章正文按照绪论、基本化学原理及常数的测定、基础无机化学实验、元素及其化合物的性质、无机化合物的制备、综合型与设计型实验的顺序编写。第一章绪论,简单介绍了无机化学实验的目的、学习方法和实验室的基本知识,重点阐述了实验数据处理和实验基本操作的方法,内容不多,但全部都是精华。第二章至第六章精选了 28 个实验,通过这些实验的训练,可以加深学生对无机化学基本理论和基本概念的理解,培养学生实事求是和科学严谨的态度。附录一至附录七分别为元素的相对原子质量、常用酸碱试剂的浓度与密度、酸与碱的解离常数、化合物的溶度积常数、配合物稳定常数、标准电极电势和特种试剂的配制,附录中的数据准确全面,能满足学生的需求。

编写本书的理念来自于教学实验改革,富有特色、富有创意、富有成效是本书的宗旨。本书层次分明,语言流畅,条理清楚,注重素质教育,具有启发性。本书凝聚了作者多年从事无机化学实验教学的经验和成果,对精选的 28 个实验,作者从配试剂开始都进行了认认真真的试做,并写出了实验报告,所以每个实验从原理、步骤、现象、结果到最后的注意事项,甚至添加每种药品的用量都是作者多年的实践经验总结,尤其是对学生易混淆、不清楚的地方和常犯的错误都作了交代。本书旨在帮助学生进行预习和开展实验,启迪思维,从而养成良好的实验习惯和体味实验的关键所在,为今后的学习、工作以及从事科学研究打下坚实的基础。

本书每个实验的设计都有很多创新,每个实验都有特色,很有新意。

由于作者学术水平有限和编写时间仓促,不周及不当之处在所难免,恳请同行专家批评指正。

作者

2011 年 1 月

于南京航空航天大学

目 录

第二版前言

第一版前言

第一章 实验基础及操作技术	1
第一节 无机化学实验目的、学习方法和要求	1
一、无机化学实验目的	1
二、无机化学实验学习方法	1
三、无机化学实验要求	2
第二节 实验室安全	3
一、实验室安全防护措施	3
二、实验室灭火的紧急措施	4
三、实验室常见伤害的急救处理	4
第三节 实验室“三废”处理	5
一、废气处理	5
二、废液处理	5
三、固体废物处理	6
四、国外实验室污染治理现状	6
第四节 玻璃仪器	6
一、玻璃仪器的分类	7
二、玻璃仪器的洗涤	7
三、玻璃仪器的使用方法	8
第五节 化学试剂	15
一、试剂的质量规格和用途	15
二、试剂的使用和保存	16
第六节 水	17
一、实验室用水的质量要求	17
二、实验室用水的制备	18
三、实验室用水的质量检验	18
四、特殊要求的实验用水	18
第七节 重量分析操作技术	18
一、沉淀	18
二、过滤	19
三、洗涤	21

四、干燥	22
五、灼烧	22
六、称重	22
第八节 滤纸规格和型号	23
第九节 蒸发和浓缩、结晶和重结晶	24
一、蒸发和浓缩	24
二、结晶和重结晶	25
第十节 质量保证和质量控制	26
一、误差	26
二、名词解释	28
三、有效数字和数值计算	30
第二章 实验常用仪器设备使用方法	34
一、TG328B 半自动电光分析天平	34
二、FA1604 型电子天平	37
三、pHS-3C 型酸度计	38
四、可见-紫外分光光度计	39
五、DDS-307 型电导率仪	43
六、SWC-Ⅱ 数字贝克曼温度计	45
七、DP-AW 精密数字压力计	47
八、KWL-08 可控升降温电炉和 SWKY 数字控温仪	48
九、WZZ-2B 型自动旋光仪	49
十、SDC-Ⅱ 数字电位差综合测试仪	50
第三章 物质基本性质及常数测定	52
实验一 Zn 和 CuSO ₄ 反应热的测定	52
实验二 摩尔气体常数 R 的测定	55
实验三 固体氯化铵标准摩尔生成焓的测定	58
实验四 (NH ₄) ₂ S ₂ O ₈ 与 KI 化学反应速率和活化能测定	62
实验五 醋酸标准溶液浓度标定和解离常数测定	66
实验六 分光光度法测定碘化铅溶度积常数	71
实验七 银氨配离子配位数和稳定常数测定	73
第四章 物质及元素化合物性质	77
实验八 解离平衡和缓冲溶液	77
实验九 配位化合物性质和沉淀溶解平衡	79
实验十 电化学基础——氧化还原反应	83
实验十一 s 区元素(碱金属和碱土金属)	86
实验十二 p 区元素 I (卤素和氧族元素)	88
实验十三 p 区元素 II (硼族、碳族和氮族元素)	92
实验十四 主族金属元素(锡、铅、铋、铊)	96

实验十五 d区元素 I (铬、锰、铁、钴、镍)	99
实验十六 d区元素 II (铜、银、锌、镉、汞)	104
第五章 物质分离分析与提纯制备	108
实验十七 常见混合阴离子的分离和鉴定	108
实验十八 常见混合阳离子的分离和鉴定	113
实验十九 纸色谱法分离鉴定 Cu^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Co^{2+} 和 Ni^{2+}	120
实验二十 植物色素的提取和薄层色谱分析	123
实验二十一 粗盐提纯和纯度检验	125
实验二十二 硫酸铜和硫酸锌制备及质量鉴定	127
实验二十三 粗硫酸铜提纯和等级检验	132
实验二十四 硫酸亚铁铵制备和质量鉴定	135
实验二十五 三草酸合铁(III)酸钾制备和配离子组成测定	138
实验二十六 过氧化钙的制备和含量测定	142
第六章 综合性、设计性和研究性实验	145
实验二十七 饮用水总硬度的测定(配位滴定法)	145
实验二十八 饮用水氯化物的测定	148
实验二十九 高锰酸盐指数的测定	153
实验三十 化学需氧量的测定(重铬酸钾法)	157
实验三十一 水样中挥发酚的测定(4-氨基安替比林萃取分光光度法)	160
实验三十二 水样及气样中甲醛的测定(乙酰丙酮分光光度法)	162
实验三十三 水泥熟料中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定	168
实验三十四 石灰石(鸡蛋壳)中钙含量的测定	174
实验三十五 洗衣粉中聚磷酸盐含量的测定(双指示剂酸碱滴定法)	180
主要参考文献	183
附录	184
附录一 元素的相对原子质量	184
附录二 实验室常用酸碱试剂密度、浓度和含量	185
附录三 酸、碱解离常数	186
附录四 微溶化合物溶度积常数	191
附录五 配合物稳定常数	192
附录六 标准电极电势表	202
附录七 酸碱指示剂	211
附录八 常用缓冲溶液的配制	212

第一章 实验基础及操作技术

第一节 无机化学实验目的、学习方法和要求

一、无机化学实验目的

无机化学实验是无机化学理论教学不可缺少的重要组成部分，也是无机化学课程学习的一个重要环节。学生通过独立地实验操作、实验现象观察、实验数据记录与处理、实验结果分析、实验报告撰写等各方面的训练而获得感性认识，以加深、验证和巩固对无机化学基本概念与基本理论的理解。使学生正确地掌握无机化学实验的基本操作技能，学会观察实验现象，正确地使用分析仪器测量实验数据，正确地处理所得数据和表达实验结果，掌握无机化合物提纯、制备和含量测定。一方面培养学生创新意识以及独立思考、分析问题和解决问题的能力，另一方面培养学生实事求是、严谨认真的科学态度和优良的实验素质，为后续课程的学习和独立从事科研工作能力的培养打下坚实的基础。

二、无机化学实验学习方法

无机化学实验要求学生独立完成实验任务，并达到实验教学大纲要求，因此实验效果与正确的学习态度和学习方法密切相关，其学习方法包括下面 3 个环节。

(一) 预习

预习是实验前必须完成的准备工作，是做好实验的前提，但是，这个环节往往没有引起学生的足够重视，学生甚至不预习就进实验室，对实验目的、原理和内容不清楚，结果浪费时间和药品，还有可能损坏仪器设备。为了确保实验质量，实验前任课教师要检查每个学生的预习情况，对没有预习或预习不合格者，任课教师有权不让学生参加本次实验，学生应听从教师的安排。预习应达到下面 6 点要求：

1. 认真阅读实验教材和有关参考资料。
2. 明确实验目的、了解实验原理、熟悉实验内容和步骤，做到心中有数。
3. 预习有关的基本实验操作、仪器构造和使用方法、实验注意事项。
4. 估计实验中可能发生的现象和预期结果。
5. 掌握实验数据的处理方法和计算公式。

6. 写出预习报告。预习报告是进行实验的依据，因此预习报告应简明扼要，包括简要的原理、主要的实验步骤(用框图或箭头表示)、设计一个记录实验现象和数据的原始表格。

(二) 实验

实验是培养学生独立工作和思维敏锐能力的重要环节，必须认真、独立完成。应做到以下 3 点要求：

1. 按照实验教材上规定的方法、步骤、试剂用量和加入顺序，认真操作，仔细观察实验现象，耐心等待，一丝不苟，如实而详细地将实验现象和数据记录在预习报告中。不能随意涂改实验数据，更不能只拣“好”的实验数据，这是养成良好科学学习惯的必备素质，对深入了解实验内容和发现问题大有益处。

2. 在实验中如遇到实验现象或结论与理论不相符合，力求自己解决。首先认真分析操作过程，检查试剂是否加错、试剂浓度是否正确、是否严格按照书上的顺序操作。自己实在解决不了，为了正确说明问题，应在教师指导下重做或补充进行某些实验，养成自觉探究、解决问题的习惯。

3. 养成良好的实验习惯，遵守实验室安全守则。整个实验过程都应始终保持桌面布局合理、环境整齐和清洁。实验结束后，每个学生首先清洗自己用过的玻璃仪器，摆放好试剂架上的试剂瓶和其他物品，整理并擦干净实验台面上的分析仪器，最后清洁桌面、地面和水槽，经指导老师检查合格后再离开实验室。

(三) 实验报告

实验报告是每次实验的记录、概括和总结，它反映了学生的学习态度、知识水平和实验操作能力，必须及时、独立、严肃、认真地如实填写完成。合格的实验报告应包括以下 5 部分内容：

1. 实验目的和简要的实验基本原理。

2. 实验内容或步骤。要求简明扼要，采用表格、框图、符号等形式来清晰明确地表示，千万不能全盘抄书。

3. 实验现象和数据记录。实验现象要表达正确，数据记录要根据所用分析仪器的精密密度，保留正确的有效数字。绝不允许主观臆造或抄袭其他同学，若经发现，当次实验按不及格处理。

4. 给予简明解释、结论和数据处理。化学现象的解释最好写出主要反应方程式，另加文字简要叙述。结论要精练、完整和表达清晰。若数据处理使用图表，图表要规范合理，最后数据计算结果要遵守有效数字和数值计算规范。

5. 问题讨论。对实验中遇到的问题提出自己的看法，或分析实验产生误差的原因，或对实验方法、实验内容等提出改进，或写出自己的心得体会。此项内容的评分作为实验附加分的依据。

三、无机化学实验要求

1. 实验前认真预习实验内容，弄清实验目的、原理、步骤、试剂药品性质、仪器使用方法和实验注意事项，并撰写预习报告。提前 10 分钟进实验室，在指定位置进行实验，离开实验室必须经老师允许。

2. 遵守实验室安全守则, 接受老师指导。翔实而准确地记录实验现象和数据, 实验过程中应始终保持实验室整洁和安静, 做到有条不紊、节约药品、爱护仪器和注意安全。损坏仪器要按规定及时赔偿, 不准在实验室内吃东西和喝水, 实验过程中应防止有腐蚀性、有毒试剂溅到皮肤上, 如出现意外要及时处理。

3. 实验结束后将自己记录的实验现象和数据交实验老师检查。打扫实验室卫生, 将实验操作台、试剂瓶、试剂架等整理打扫干净, 待老师检查合格后才能离开实验室。

4. 按时交实验报告, 实验报告格式要规范或按老师的要求写, 文字简明, 结论明确, 书写认真, 最好能写出自己的独特见解作为实验报告的亮点。

第二节 实验室安全

为加强安全教育和管理工作, 实验室应将我国公布的各有关条例和规定经常向学生进行宣传教育, 使学生熟知各项规章的内容和要求, 并能使用所备的各种安全消防器材, 做到常备不懈。实验中时时都要接触水、火和电, 各种有机和无机化学试剂, 以及易燃易爆、有腐蚀性和剧毒的化学药品, 因此, 实验室和学生的安全是非常重要的, 决不能麻痹大意。实验前一定要预习, 充分了解每次实验中所用到的化学药品的性能以及可能存在的各种各样的危险。实验过程中要集中精力, 将安全放在首要位置, 经常保持警惕, 消灭各种不安全的因素和隐患, 并及时妥善地处理所发生和发现的各种意外事故, 把损失降低到最小程度。

一、实验室安全防护措施

1. 实验室内不宜存放过多的易燃物品。实验结束及时销毁残存的易燃易爆物品。

2. 灼热物品不得直接放在实验台上。倾注或使用易燃易爆物品时, 附近不得有明火。不用具磨口塞的玻璃瓶贮存易爆物品, 以免启闭玻璃塞时因摩擦引起爆炸。

3. 洗液、浓酸、浓碱具有强腐蚀性, 应避免溅落在皮肤、衣服和书本上, 更应防止溅入眼睛里。

4. 能产生有刺激性或有毒气体(如 H_2S 、 Cl_2 、 SO_2 等)的实验应在通风橱内进行。有机溶剂(如苯、丙酮、乙醚等)易燃, 使用时要远离火源, 最好在通风橱内进行操作。

5. 加热、浓缩液体时要十分小心。加热试管时, 不要将试管口对着自己或别人, 也不要俯视正在加热的液体, 以免液体溅出。浓缩液体时, 特别是有晶体出现之后, 要不停地搅拌, 不得擅自离开, 应注意实验室内通风以免蒸气浓度过高。

6. 当需要借助于嗅觉判别气体时, 决不能用鼻子直接对着试剂瓶口或试管口嗅闻气体, 应用手轻拂气体, 把少量气体扇向自己再闻。更不允许用手直接拿取固体药品。

7. 有毒试剂(如氰化钾、汞盐、铅盐、钡盐、重铬酸钾等)不得入口或接触伤口, 也不能随便倒入下水道, 应统一回收处理。必须充分了解实验反应和所用化学试剂的特性。在不了解化学药品性质时, 禁止任意混合各种试剂药品, 以免发生意外事故。严禁使用无标签试剂。

8. 实验完毕, 应将实验室整理干净, 检查水、电、气等是否关闭, 洗净双手后才能

离开实验室。实验室所有药品、仪器不得带出室外。实验室内严禁吸烟、饮食和打闹。

二、实验室灭火的紧急措施

(一) 防止火势蔓延

为防止火势扩散和蔓延,必须首先切断电源,熄灭各种加热设备,迅速移走周围可燃物品,关闭一切通风装置,减少空气流通。

(二) 立即扑灭火焰

设法隔绝火源周围空气,降温至低于可燃物的着火点。根据火势大小采取有效措施及时扑灭火焰。火势较小时,可用湿抹布、石棉布、灭火毯或沙子灭火。对于大火,则应根据燃烧物的性质使用不同方法和灭火器灭火。

三、实验室常见伤害的急救处理

(一) 常见化学灼伤的急救处理

1. 烫伤。切忌用水冲洗,可在烫伤处涂抹烫伤药,不要把烫的水泡挑破,严重者送医院治疗。

2. 酸伤。先用大量水冲洗,然后用5%碳酸氢钠溶液或稀氨水冲洗,再用清水冲洗,然后以氧化镁、甘油(1:2)糊剂外涂。

3. 碱伤。先用大量水冲洗,然后用2%醋酸溶液或4%硼酸溶液冲洗,再用清水冲洗,然后以3%硼酸溶液湿敷或5%~10%硼酸软膏外涂。

(二) 常见外伤的急救处理

实验室应备有急救箱,以便发生事故时进行现场应急处理。首先挑出伤口异物,然后涂上红药水或紫药水,再用纱布包扎,必要时送医院诊治。

(三) 常见中毒的急救处理

1. 吸入溴蒸气、氯气、氯化氢、硫化氢、一氧化碳等有毒气体后,应立即将患者脱离实验室,转移到空气新鲜的地方,严重者速送医院治疗。

2. 误吞毒物,最常用的急救方法是给中毒者先服催吐剂如肥皂水,或给予面粉和水、鸡蛋白、牛奶、食用油等缓和刺激,然后刺激患者喉部以促使呕吐,并立即送医院治疗。若有毒物质溅入眼睛或皮肤上,都要用大量水冲洗。

(四) 触电的急救处理

触电患者能否获救,主要取决于是否采用了正确的急救方法和及时的急救。发生触电事故时,应迅速切断电源,如不能切断电源,应用非导体(如干木棍、竹竿、干布带等)挑开电线或戴上绝缘橡皮手套,使触电者尽快脱离电源,切不可用手去拉触电者。若触电者有肌肉痉挛、紧握电线很难解脱的现象,应设法使触电者离开地面,如自脚下插

入干木板、用干布或衣服将其提起使离开地面。把触电者转移到空气新鲜、流通的平坦地方，松开衣带，使其全身舒展，必要时进行人工呼吸和心脏按压，并尽快请医生前来抢救。

第三节 实验室“三废”处理

实验室实际上是一个典型的小型污染源，尤其是城区和居民区附近的实验室对环境危害特别大。因为很多实验室的下水道与居民的下水道相通，实验中产生的污染物常有腐蚀性、剧毒性和致癌性物质的存在，这类污染物直接通过下水道排放会形成交叉污染，最后流入河中或者渗入地下，危害人体健康和安全，所以“三废”处理是实验室工作的重要组成部分。实验室的污染物种类复杂、品种多、毒害大，应根据具体情况，分别制订处理方案。污染物的一般处理原则是：分类收集、存放，分别集中处理。尽可能采用废物回收或固化、焚烧处理。在实际工作中选择合适的方法进行检测，尽可能减少废物量、减轻污染。最终废弃物排放应符合国家有关环境排放标准。

一、废气处理

产生少量有毒气体的实验应在通风橱内进行，通过排风设备排到室外，避免污染室内空气。通风橱排气口应保证对外排气不影响附近居民的身心健康，排气口朝向应避免居民点并有一定的高度，使之易于扩散。产生毒气量大的实验必须备有吸收或处理装置，如二氧化碳、氮氧化物、二氧化硫、氯气、硫化氢、氟化氢等可用导管通入碱液中，使其大部分被吸收后再排出，一氧化碳可点燃转化成二氧化碳，可燃性有机废液可在燃烧炉中通入氧气使之完全燃烧。

二、废液处理

1. 低浓度含酚废液加次氯酸钠或漂白粉使酚氧化为二氧化碳和水。高浓度含酚废液用乙酸丁酯萃取，重新蒸馏回收酚。

2. 浓度较稀的氰化物废液，先用氢氧化钠溶液调节 pH 在 10 以上，再加入 3% 的高锰酸钾使氰化物氧化分解。氰化物含量高的废液用碱性氧化法处理，即调节 pH 在 10 以上再加入次氯酸钠使氰化物氧化分解。

3. 含汞盐的废液先调节 pH 在 8~10，加入过量硫化钠，使其生成硫化汞沉淀，再加入共沉淀剂硫酸亚铁，硫酸亚铁将水中的悬浮物硫化汞微粒吸附而共沉淀，排除清液，残渣再制成汞盐或深埋。但需注意的是该操作一定要在通风橱内进行。

4. 铬酸洗液如失效变绿，可浓缩冷却后加入高锰酸钾粉末氧化，用砂芯漏斗滤去二氧化锰沉淀后即可重新使用。失效的废洗液用废铁屑还原残留的 Cr^{6+} 为 Cr^{3+} ，再用废碱液中和成低毒的 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 沉淀。

5. 含砷废液中加入氧化钙，调节 pH 为 8，生成砷酸钙和亚砷酸钙沉淀，或调节 pH 在 10 以上，加入硫化钠与砷反应，生成难溶、低毒的硫化物沉淀。

6. 含铅、镉的废液,用消石灰将 pH 调至 8 ~ 10,使 Pb^{2+} 、 Cd^{2+} 生成 $\text{Pb}(\text{OH})_2$ 和 $\text{Cd}(\text{OH})_2$ 沉淀,再加入硫酸亚铁作为共沉淀剂,产生的残渣深埋于地下。

7. 综合废水处理。互不作用的废液混合后可用铁粉处理,调节 $\text{pH}=3 \sim 4$,加入铁粉,搅拌 30 分钟,再用碱调节 $\text{pH} \approx 9$,继续搅拌 10 分钟,加入高分子混凝剂进行沉淀。排放清液,沉淀物按废渣处理。

8. 有机溶剂的回收。实验用过的有机溶剂有些可以回收。回收有机溶剂通常先在分液漏斗中洗涤,将洗涤后的有机溶剂进行蒸馏或分馏处理加以精制、纯化。整个回收过程应在通风橱中进行。回收所得有机溶剂纯度较高,可供实验室重复使用。如乙醚:将乙醚废液置于分液漏斗中,先用水洗一次,中和后用 0.5%高锰酸钾溶液洗至紫色不褪,再用水洗,接着用 0.5% ~ 1%硫酸亚铁溶液洗涤,以除去过氧化物。水洗后用氯化钙干燥、过滤、蒸馏,收集 $33.5 \sim 34.5^\circ\text{C}$ 馏分使用。其他废液:如氯仿、乙醇、四氯化碳等都可以通过水洗后再用试剂处理,最后通过蒸馏收集沸点附近的馏分,得到可再用的溶剂。

三、固体废物处理

实验中出现的固体废弃物不能随便乱扔,以免发生事故。能放出有毒气体或能自燃的危险废物不能丢进废品箱内或排入下水管道中。不溶于水的固体废弃物不能直接倒入垃圾桶,必须将其在适当的地方烧掉或用化学方法处理成无害物。碎玻璃和其他有棱角的锐利废料,不能丢进废纸篓内,应收集于特殊废品箱内处理。

四、国外实验室污染治理现状

在国外有专门的实验室废弃物处理站来集中收集处理,实验室废弃物集中处理站的管理严格、规范,安全环保意识极强。专门地点集中,专门房间、专门容器存放,专门人员管理,严格分区、分类,集中送特殊废品处理场处理。各种废弃物由各实验室分类上交后,处理站要对上交来的废弃物称重后将信息存入计算机,再分类放到规定地方。例如,报废放射源、废机油、废化学试剂、化学合成“三废物”、化学品废弃容器等都分类存放。废弃物集中处理站设施完备、先进,安全可靠。为防止集中后的地下渗漏二次污染,设计时将处理站地下全部用水泥整体浇注。危险化学品、放射源存放在专门房间,有安全监控、排风系统。废弃物集中处理站的费用由政府每年的经费预算中列支。另外,可回收废品被出售后所得资金则用于废弃物集中处理站的进一步发展。

第四节 玻璃仪器

玻璃化学性质稳定,抗腐蚀能力强,易于洗涤,因此,实验室最基本的仪器多由玻璃制作。

一、玻璃仪器的分类

(一) 容器类

玻璃容器指实验室中用以贮存和运送物料,以及容纳物质在其中进行化学反应的各种玻璃器皿。如试剂瓶、烧杯、烧瓶(锥形和球形)、试管和比色管等。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。

(二) 量器类

玻璃量器指用于计量(量入或量出)液体体积的一类器皿。如滴定管、分度吸管、容量瓶、量筒和量杯。玻璃量器不宜在火上直接加热。

(三) 其他常用玻璃仪器

1. 冷凝管。用于和其他仪器配套组装,在蒸馏或回流中起冷凝作用。水冷式冷凝管按其内管形状可分为球形、蛇形和直形三种。蛇形冷凝管冷凝面积最大,适用于将沸点较低的物质由蒸气冷凝成液体。直形冷凝管冷凝面积最小,适用于冷凝沸点较高的物质。球形冷凝管则两种情况下均可选用,更经常用于回流的实验操作。空气冷凝管是一支单层的长形玻璃管,用于冷凝沸点在 150°C 以上的液体蒸气。

2. 干燥器。既可用于冷却和存放已烘干的样品、试药和称量瓶,又可用于保存需要防潮的小型贵重仪器。干燥器是一个可严密封盖的厚壁玻璃圆缸。内部用带孔瓷板分隔成上下两层,上层存物,下层放置干燥剂。常用的干燥剂有无水氯化钙、硅胶和无水过氯酸镁等。玻璃盖和器体接触的磨砂平面上涂凡士林以保证其密封性。

3. 漏斗。普通玻璃漏斗主要用于过滤介质的支持,使固相和液相物质分开。根据使用的目的和要求,漏斗可分为:①短颈漏斗,用于一般过滤操作;②长颈漏斗,利用长颈易于形成的连续液柱可提高过滤速度,多用于重量分析;③筋纹漏斗,用于皱折形滤纸过滤,这样能加大过滤面积,加快过滤速度,常用于处理重结晶的热溶液等;④砂芯漏斗,其砂芯滤板由烧结玻璃料制成,可以过滤酸液和用酸类处理,也叫耐酸漏斗。

4. 分液漏斗。用于两种不相混溶的液体分层分离。根据漏斗体的外形可分为直筒形、球形(梨形)和锥形等。

5. 酒精灯。供实验室简单加热使用。用毕加帽灭火,不得用嘴吹灭,灯内添加酒精以满 $2/3$ 为宜。点灯时用火柴或打火机引燃,不得将两灯相触点火,以免喷出酒精酿成火灾。

二、玻璃仪器的洗涤

玻璃仪器清洁与否直接影响实验结果的准确性和精密性,因此,必须十分重视玻璃仪器的洗涤。洗涤方法概括起来有以下3种。

1. 用水刷洗。用于洗去水溶性物质,同时洗去附着在仪器上的灰尘等。
2. 用去污粉、洗衣粉或合成洗涤剂刷洗。用于清洗形状简单,能用刷子直接刷洗的

玻璃仪器，如烧杯、试剂瓶、锥形瓶等一般的玻璃仪器。去污粉由碳酸钠、白土和细沙等混合而成。将要洗涤的玻璃仪器先用少量水润湿，再用刷子蘸些去污粉擦洗。利用碳酸钠的碱性除油污，白土的吸附作用和细沙的摩擦作用增强了对玻璃仪器的洗涤效果。玻璃仪器经擦洗后，用自来水冲掉去污粉颗粒，再用蒸馏水荡洗 3 遍，以除去自来水带来的杂质离子。

3. 用洗液洗涤。主要用于清洗不易或不应直接刷洗的玻璃仪器，如吸管、容量瓶等，也可用于清洗长久不用的玻璃仪器或刷子刷不掉的污垢等。先用洗液浸泡 15 min 左右，再用自来水冲净残留在器壁上的洗液，最后用蒸馏水润洗 3 遍。洗液有强酸性氧化剂洗液（即传统常规铬酸洗液）、碱性高锰酸钾洗液、纯酸洗液、纯碱洗液、有机溶剂、RBS 洗剂（北美地区化学实验室普遍使用，代替铬酸洗液）。实验室传统常规洗液由重铬酸钾和硫酸配制而成，重铬酸钾在酸性溶液中形成多重铬酸钾，有很强的氧化能力，对玻璃侵蚀作用小，洗涤效果好，但六价铬能污染水质，应注意废液处理。

铬酸洗液的配制：称取 10 g 工业纯 $K_2Cr_2O_7$ 于 500 mL 烧杯中，用少许水加热溶解，放冷。在不断搅拌下慢慢地加入 200 mL 工业纯浓硫酸，因二者混合时大量放热，所以硫酸不能加得太快，以防止因激烈放热而发生危险。配好后放冷，将其贮存在磨口细口试剂瓶中。

铬酸洗液为暗红色液体，氧化能力很强。贮存洗液应随时盖好试剂瓶的盖子，以免吸收空气中水分而逐渐析出 CrO_3 ，降低洗涤效果。洗液若变为墨绿色说明已失效，不宜再用，应倒入废液桶中，绝不能倒入下水道，以免腐蚀金属管道。不要认为铬酸洗液是万能的，能洗去任何污垢，如被 MnO_2 污染的玻璃仪器用铬酸洗液是无效的，可用草酸、盐酸或酸性 Na_2SO_3 等还原剂来洗涤。如玻璃仪器沾有碘，可用碘化钾溶液、热的稀氢氧化钠溶液或硫代硫酸钠溶液浸泡片刻除去。分光光度分析中使用的比色皿，不能用毛刷刷洗，可用盐酸-乙醇浸泡、润洗。

洗净的玻璃仪器器壁应能被水均匀润湿而无条纹和水珠附着在上面，倒置时也不留水珠和油花，否则需重新洗涤。洗净的玻璃仪器绝不能用纸或抹布擦干，以免脏物或纤维留在器壁上而污染玻璃仪器。玻璃仪器应倒置在干净的仪器架上，切不能倒置在实验台上。玻璃仪器经蒸馏水冲净后，残留水分用指示剂检查应为中性。洗净后的玻璃仪器应立即干燥，干燥方法有控干、烘干、吹干和烤干，每次实验都应使用清洁干燥的玻璃仪器。

三、玻璃仪器的使用方法

（一）量筒和量杯

量筒和量杯是实验室常用的度量液体体积的容量仪器。读取体积时，要使视线与仪器内液面保持水平，读取与弯月面最低点水平相切的刻度，视线偏高或偏低都会造成误差，如图 1-1 所示。量筒或量杯不能用作精确测量，只能用来测量液体的大致体积。不要用大量筒计量小体积，也不要用小量筒多次量取大体积的液体，否则会引起较大的误差。量筒是厚壁容器，绝不能用来加热或量取热的液体，也不能在其中溶解物质、稀释和混