



教育部高职高专规划教材

获中国石油和化学工业优秀教材奖一等奖

CHEMICAL INDUSTRY PRESS

定量化学分析实验

第二版

● 胡伟光 张文英 主编



化学工业出版社

教育部高职高专规划教材

定量化学分析实验

第二版

胡伟光 张文英 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书主要介绍了定量化学分析实验室基础知识、定量化学分析仪器及其基本操作以及实验性污染与环境保护知识。在实验内容的选择上,注意了典型性、综合性和设计性。结合生产、生活实际,编写了有关化工产品、食品、药品、环保等方面的实验内容。在实验分析方法上采用新方法、新标准,为便于基本技能的规范化训练,每章附有职业技能鉴定模拟题。在实验内容后编写了“相关链接”,拓展了学生的知识视野,使教材更具有可读性、新颖性和实用性。

本教材可供高职高专工业分析与检验专业使用,也可供化工类其他专业使用。

图书在版编目(CIP)数据

定量化学分析实验/胡伟光,张文英主编. —2版. —北京:
化学工业出版社,2008.12
教育部高职高专规划教材
ISBN 978-7-122-03803-6

I. 定… II. ①胡…②张… III. 定量分析-化学实验-高等
学校:技术学院-教材 IV. O655-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 151201 号

责任编辑:陈有华 蔡洪伟
责任校对:李 林

文字编辑:向 东
装帧设计:于 兵

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)
印 刷:北京云浩印刷有限责任公司
装 订:三河市前程装订厂
787mm×1092mm 1/16 印张 19¼ 字数 473 千字 2009 年 1 月北京第 2 版第 1 次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:29.80 元

版权所有 违者必究

前 言

本教材自 2004 年出版以来,在全国化工类高职院校的教学中发挥了很好的作用,同时还作为全国石油和化工职业院校学生化学检验工技能大赛的参考教材,受到广大师生的欢迎。该教材 2007 年被评为“中国石油和化学工业优秀教材奖一等奖”。

高等职业教育的深入发展,使工学结合人才培养模式已成为高职办学的必然。实践教学是工学结合人才培养模式的精髓,是教学改革的核心,是培养学生职业综合素质的关键,必须给予高度的重视。

本次教材修订的指导思想是:从培养技术应用型人才的需要出发,进一步突出技术应用能力训练与职业素质培养。从符合职业标准及企业生产实际需要出发,与国家职业技能鉴定相衔接,从而进一步体现高职教学特点。

在保持第一版的系统和基本格局基础上,本次教材修订与第一版相比有如下变化:

1. 为便于学生的职业技能训练和职业技能鉴定,在各章后编写了职业技能鉴定模拟题。
2. 注重内容的科学性和先进性,依据新的国家标准对部分内容进行了更新。
3. 增加了企业分析检验的原始记录样单,有利于学生了解企业分析检验结果的记录内容和形式,体现了与分析检验岗位工作的衔接。
4. 增加了微量滴定管的使用、气体钢瓶的使用等内容。

本教材的第一章、第二章、第三章、第七章由辽宁石化职业技术学院胡伟光修订;第四章、第五章、第六章、第八章由辽宁石化职业技术学院王新修订;第九章、第十章由扬州化工职业技术学院张文英修订。全书由胡伟光统稿。

本书为高职高专工业分析与检验专业教材,也适合高职院校开设相关课程的专业使用,还可作为企业化验人员的学习参考用书。

本教材修订于“十一五”期间,尽管笔者力求在体现高职教育特色上做出了努力,但仍然存在不足之处,肯请各位同仁在使用中多提建议和意见。在此,对多年来一直使用本教材的广大师生表示感谢,并希望继续关注此教材,共同为高职课程改革做出贡献。

编者

2008 年 7 月

第一版前言

依据高等职业教育的主要任务是培养高技能人才的定位,遵循 2003 年 7 月在北京召开的“高职高专工业分析专业国家规划教材工作会议”精神和具体要求,本教材的编写力求做到反映高职教育的特点,突出实用性和实践性,有利于学生综合素质的形成和科学思维方法与创新能力的培养。

在实验内容的选择上突出反映现代工业的发展,体现其“创新性、实用性、综合性、先进性”。紧密联系生产、生活实际,编写了有关化工产品、食品、药品、环境分析方面的实验内容;为使明确分析测试质量保证的重要性,培养学生产品质量意识,本教材对国家标准、行业标准、地方标准、企业标准作了简介;为增强学生环保意识,介绍了实验性污染与实验室“三废”简单无害化处理;加大了设计性实验和综合性实验的比例,旨在培养学生学习能力和知识运用能力,提高学生发现问题、提出问题、分析问题和解决问题的能力。

为拓展学生的知识视野,在实验内容后编写了“相关链接”,使教材更具有可读性、新颖性和实用性。

本书的内容与《定量化学分析》教材完美衔接,力求做到理论联系实际,让使用本教材的教师、学生感到得心应手。

另外,最新国家标准 GB/T 601—2002 中规定了分析中所用标准滴定溶液的制备方法。本书为学生用书,考虑试剂用量、环境保护及对学生能力培养等因素,本书中标准滴定溶液的制备选用比较成熟的方法,不一定完全按照国家标准进行。但在授课过程中应贯彻新国标。

本书的第一章、第二章、第四章由辽宁石化职业技术学院胡伟光编写;第三章、第八章、第九章、第十章由扬州化工职业技术学院张文英编写;第五章由内蒙古化工职业学院孙喜平编写;第六章、第七章由吉林工业职业技术学院王桂芝编写。全书由胡伟光、张文英负责统稿,由常州工程职业技术学院黄一石主审。本教材在编写过程中,得到了有关领导及同志们的支持和帮助,在此,一并表示感谢。

高等职业技术教育是《2003~2007 年教育振兴行动计划》的主要组成部分,伴随着高等教育的跨越式发展,我国高等职业教育事业迅速发展,改革不断深入,思路日益清晰,办学方向更加明确,质量不断提高。本教材的编写在体现高职教育的特色上,我们虽然做了一些尝试和努力,但此项改革毕竟是一项较为复杂的工作,必须坚持不断地探索和实践。限于编者的水平和时间仓促,疏漏和不足在所难免,衷心希望同行和读者批评、指正。

编者

2004 年 4 月

目 录

第一章 绪论	1
一、课程的性质、任务和作用	1
二、课程的内容	1
三、课程的基本要求	1
四、工业产品的质量标准	2
五、实验性污染与“三废”简单的无害化处理	5
六、实验预习方法	6
职业技能鉴定模拟题	7
第二章 定量化学分析实验室基础知识	9
第一节 实验室安全知识	9
一、实验室安全守则	9
二、实验室灭火常识	10
三、实验室意外事故的一般处理	10
第二节 实验室用水	11
一、分析用水的级别和用途	11
二、分析用水的制备	11
三、分析用水的规格	12
四、分析用水的检验	12
五、分析用水的贮存	13
第三节 化学试剂及有关知识	13
一、化学试剂的分类	13
二、化学试剂的选用	15
三、化学试剂的保管	15
第四节 常用制冷剂 and 干燥剂	16
一、制冷剂	16
二、干燥剂	16
第五节 定量分析中的常用器皿	17
一、玻璃仪器	17
二、其他非金属器皿	19
三、金属器皿	20

第六节 玻璃仪器的洗涤技术	21
一、洗涤剂种类、选用及配制	21
二、玻璃仪器的洗净标准	23
三、洗涤方法及几种定量分析仪器的洗涤	23
第七节 气体钢瓶的常用标记及使用注意事项	24
一、气体钢瓶的种类和标记	24
二、使用气体钢瓶的注意事项	24
三、气体钢瓶的操作方法	25
第八节 实验数据记录、实验报告书写及实验结果表达	25
一、实验数据的记录	26
二、实验报告的书写	26
三、分析结果的表达	27
四、企业分析检验记录单样例	28
职业技能鉴定模拟题	29
第三章 定量化学分析仪器和基本操作	36
第一节 分析天平	36
一、分析天平的种类和构造原理	36
二、双盘半机械加码电光天平	37
三、双盘全机械加码电光天平	42
四、单盘电光天平	42
五、电子天平	44
六、天平的计量性能与质量检验	46
七、称量方法	50
八、称量误差分析	52
九、分析天平的安装调试	53
实验一 直接称量法练习	55
实验二 差减称量法练习	56
实验三 固定质量称量法练习	57
实验四 液体样品的称量练习	58
实验五 分析天平主要性能的检定	59
实验六 试样称量及分析天平性能的检定（考核实验）	60
第二节 滴定分析仪器与基本操作	61
一、滴定管	61
二、容量瓶	67
三、移液管和吸量管	68
四、滴定分析仪器的校准	70
实验七 滴定分析仪器基本操作	74
实验八 滴定终点练习	76
实验九 酸碱体积比测定	78
实验十 滴定基本操作（考核实验）	79

实验十一 滴定分析仪器的校准	82
第三节 重量分析仪器和基本操作	84
一、沉淀重量法概述	84
二、沉淀重量法的操作	85
实验十二 氯化钡含量的测定	93
职业技能鉴定模拟题	96
第四章 酸碱滴定法	100
第一节 酸碱标准滴定溶液的制备	100
实验十三 盐酸标准滴定溶液的配制与标定	100
实验十四 氢氧化钠标准滴定溶液的配制与标定	103
第二节 酸碱滴定法的应用	104
实验十五 烧碱中 NaOH、Na ₂ CO ₃ 含量的测定 (双指示剂法)	105
实验十六 铵盐中氮含量的测定 (甲醛法)	107
实验十七 饼干中 Na ₂ CO ₃ 、NaHCO ₃ 含量的测定	108
实验十八 阿司匹林药片中乙酰水杨酸含量的测定	110
实验十九 蛋壳中碳酸钙含量的测定	111
实验二十 硼酸纯度的测定 (强化法)	112
实验二十一 二氧化硅含量测定 (氟硅酸钾滴定法)	113
实验二十二 食醋中总酸度的测定 (设计实验)	115
实验二十三 醋酸钠含量的测定 (非水滴定)	116
职业技能鉴定模拟题	117
第五章 配位滴定法	122
第一节 标准滴定溶液的制备	122
实验二十四 EDTA 标准滴定溶液的配制与标定	122
第二节 配位滴定法的应用	124
实验二十五 自来水总硬度的测定 (钙镁含量的测定)	125
实验二十六 钙制剂中钙含量的测定	127
实验二十七 铝盐中铝含量的测定	128
实验二十八 保险丝中铅含量的测定	130
实验二十九 铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定	131
实验三十 镍盐中镍含量的测定	133
职业技能鉴定模拟题	134
第六章 氧化还原滴定法	138
第一节 标准滴定溶液的制备	138
实验三十一 KMnO ₄ 标准滴定溶液的配制与标定	138
实验三十二 K ₂ Cr ₂ O ₇ 标准滴定溶液的配制与标定	140
实验三十三 硫代硫酸钠标准滴定溶液的配制与标定	142
实验三十四 碘标准滴定溶液的配制与标定	144
实验三十五 KBrO ₃ -KBr 标准滴定溶液的制备	146
第二节 氧化还原滴定法的应用	147

实验三十六	过氧化氢含量的测定	147
实验三十七	绿矾中 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 含量的测定	149
实验三十八	水中化学耗氧量的测定 (KMnO_4 法)	150
实验三十九	氯化钙中钙含量的测定	152
实验四十	软锰矿中二氧化锰含量的测定	153
实验四十一	植物油氧化值的测定	155
实验四十二	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 法测定硫酸亚铁铵中亚铁含量	156
实验四十三	铁矿石中铁含量的测定 (无汞法)	157
实验四十四	水中化学耗氧量的测定 ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 法)	159
实验四十五	漂白粉中有效氯的测定	162
实验四十六	维生素 C 片中抗坏血酸含量的测定	163
实验四十七	硫化钠总还原能力的测定	165
实验四十八	注射液中葡萄糖含量的测定 (碘量法)	166
实验四十九	胆矾中 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 含量的测定	168
实验五十	食盐中含碘量的测定	169
实验五十一	过氧乙酸含量的测定	171
实验五十二	苯酚含量的测定	173
实验五十三	胱氨酸含量的测定	175
实验五十四	药品 FeSO_4 含量的测定 (设计实验)	177
职业技能鉴定模拟题		177
第七章 沉淀滴定法		183
第一节 标准滴定溶液的制备		183
实验五十五	AgNO_3 标准滴定溶液的配制与标定	183
实验五十六	NH_4SCN 标准滴定溶液的配制与标定	185
第二节 沉淀滴定法的应用		187
实验五十七	水中氯离子含量的测定 (莫尔法)	187
实验五十八	酱油中 NaCl 含量的测定 (福尔哈德法)	188
实验五十九	碘化物纯度的测定 (法扬斯法)	190
实验六十	石灰石中钙含量的测定 (设计实验)	191
职业技能鉴定模拟题		192
第八章 重量分析法		194
实验六十一	氯化钡中结晶水含量的测定	194
实验六十二	面粉中灰分含量的测定	195
实验六十三	复混肥料中钾含量的测定	196
实验六十四	硫酸镍中镍含量的测定	198
实验六十五	铝盐中铝含量的测定	200
职业技能鉴定模拟题		202
第九章 定量分析中常用的分离方法		205
实验六十六	纯铜中铋的共沉淀分离与测定	205
实验六十七	光度法测定环境水样中微量铅——萃取分离	207

实验六十八	离子交换法制备纯水	210
实验六十九	离子交换法测定 NaNO_3 纯度	212
实验七十	离子交换法分离钴、镍及配位滴定法测定	213
实验七十一	铜、铁、钴、镍的纸色谱分离法	216
实验七十二	纸色谱法分离氨基酸	219
实验七十三	污水中油的测定	221
职业技能鉴定模拟题		223
第十章	化学分析综合实验	225
第一节	化学分析综合实验的目的要求	225
第二节	化学分析综合实验的内容	225
实验七十四	食盐卫生标准的分析方法 (GB/T 5009.42—2003)	225
实验七十五	氯化钙的分析 (参照 HG/T 2327—92)	234
实验七十六	水泥的分析 (参照 GB/T 176—1996)	238
实验七十七	复混肥料的分析	256
实验七十八	铁矿石的分析	262
附录		289
附录一	常用酸碱的密度和浓度	289
附录二	常用缓冲溶液的配制	289
附录三	常用基准物质的干燥条件和应用	290
附录四	常用指示剂	290
附录五	化合物式量表	292
附录六	国际单位制的基本单位	295
附录七	国家选定的非国际单位制的法定计量单位	295
参考文献		296

第一章 绪 论

一、课程的性质、任务和作用

化学分析是一门以实验为基础的科学，对于《工业分析与检验》专业，它属于职业技术课程，又是该专业的核心课程。化学分析也是化工类专业重要的必修基础课程。

本门课程的任务是学习定量化学分析基本操作技术，通过学习和训练，养成良好的实验习惯和实事求是的科学态度，形成良好的实验室工作作风，使学生的科学思维方式以及分析问题、解决问题的能力和职业素质得到提高，最终能运用化学分析的基本理论和操作技术独立完成无机产品的全分析任务。

分析化学是化工生产、农、林、水产、畜产品加工、食品加工、动植物生长发育过程中以及科学研究工作中不可缺少的检测工具。常常被称作国民经济的“先行官”，工农业生产的“眼睛”，科学研究的“参谋”。可见该课程是一门与国民经济紧密相连并为国民经济服务的重要课程。

二、课程的内容

定量化学分析实验教材介绍了分析实验室的基础知识（实验室安全知识；玻璃仪器的洗涤技术；产品质量标准；实验室用水的制备及检验；化学试剂的分类、选用及保存），滴定分析基本操作技术，重量分析基本操作技术和常用的分离技术。

教材中的设计性实验，旨在使学生能够运用学过的定量化学分析知识和操作技能解决生产生活中的实际问题，提高知识的运用能力和分析问题、解决问题的能力；化学分析综合实验，旨在使同学们所学的基本理论知识和基本技能得到全面的运用和训练，能独立完成无机产品全分析的任务。

三、课程的基本要求

实验过程是学生手脑并用的实践过程，为了通过训练达到熟练掌握基本操作技术，并能完成实际分析任务的目的，对学习本门课程提出以下要求。

① 做好实验预习。本课程的应知、应会内容直接与职业技能鉴定和分析工作岗位应用相接轨，应用性很强。因此，要学好分析化学，必须高度重视实验课的学习和训练，否则，将不能胜任今后分析岗位的工作。要按要求做好每一次的实验，实验前的预习是关键。预习过程是知其然，知其所以然的必要思考；是克服实验中“照方抓药”现象的良医；是打有把握之仗的战前准备。预习时要全面思考实验原理及实验步骤中的有关问题，并写好预习报告。

② 在实验过程中，要手脑并用。注意不断修正自己的操作，使实验操作规范化，提高实验技能。同时，要积极思考实验每一步操作的目的，要知其然，也要知其所以然。注意理论联系实际，克服只是“照方配药”的不良学习习惯。

③ 应严格地遵守操作程序，理解实验注意事项。在使用不熟悉其性能的仪器和试剂之前，应查阅有关书籍或请教指导教师，不要随意进行实验，以免损坏仪器、浪费试剂，使实

验失败,更重要的是预防发生意外事故。

④ 自觉遵守实验规则,保持实验室整洁、安静和仪器安置有序,注意节约使用试剂和蒸馏水,尤其要注意安全。

⑤ 实验能力是长时间实验室训练结果的综合表现,不能急于求成,学习要经得住失败,失败并不可怕,重要的是善于总结实验中的成败,树立信心,不断进取。只要努力就会进步,只有不断进步,才会成功。

⑥ 实验完毕后,要及时洗涤、清理仪器,切断(或关闭)电源,水阀和气路,打扫实验室卫生。

⑦ 对实验所得的结果和数据,要及时进行整理、计算和分析,认真书写实验报告。要求字迹清晰,内容完整,页面设计美观,注意不断提高实验报告书写的质量。并要求将实验的思考题、对实验结果的分析及体会一并写入实验报告中。

同学们:在实际的分析工作中,由于小小的疏忽,就会造成实验的失败,错误的分析数据还会给生产造成损失。同学们知道“细节决定成败”的道理吧,所以希望你们要努力学习,刻苦训练,在技术上要精益求精,树立工作责任意识,为继续学习和将来做一名合格的分析人员奠定良好的基础。只有这样,才能训练掌握化学分析操作技术,成为品质优秀、作风踏实、技能过硬的专业人才,成为企业的骨干力量。

四、工业产品的质量标准

1. 标准的基本知识

(1) 标准的基本概念 标准是对重复性事物和概念所做的统一规定,是以科学、技术和实践经验的综合成果为基础,经有关方面协商一致,由主管机构批准,以特定形式发布,作为共同遵守的准则和依据。

统一是标准的本质。标准的统一是建立在各方协商一致基础之上的。有的标准是具有强制性的,有关各方面必须严格遵守。标准的统一是相对的,不同级别的标准在不同的范围内统一,不同类别的标准从不同角度、不同侧面进行统一。但这种统一并不意味着全部统死。统一只是一个限定的范围,有时在标准中规定几种可供选择的情况,但这只是一定条件下的统一。标准的作用在于科学地、合理地、有效地统一。如果客观事物不需要这种统一,标准就失去了存在的意义。

(2) 标准的分级 标准可以根据其协调统一的范围及适用的范围不同而分为不同级别的标准,这就是标准的分级。国际上有两级标准,即国际标准和区域性标准。我国的标准分为四级,即国家标准、行业标准、地方标准、企业标准。

① 国家标准。需要在全国范围内统一的技术要求制定的标准。由国务院标准化行政主管部门制定,统一编号,国务院标准行政主管部门和工程建设主管部门联合发布,分为强制性标准和推荐性标准。

② 行业标准。对没有国家标准而又需要在全国某个行业范围内统一的技术要求所制定的标准。在行业标准中,也分为强制性标准和推荐性标准。行业标准是由该标准的归口部门组织制定,并由该部门统一审批、编号、发布。

③ 地方标准。对没有国家标准和行业标准而又需要在省、自治区、直辖市范围内统一要求所制定的标准。地方标准也有强制性标准和推荐性标准。地方标准由省、自治区、直辖市标准化行政主管部门统一编制计划、组织制定、审批、编号和发布。

④ 企业标准。对企业范围内需要协调、统一的技术要求、管理要求和工作要求所制定的标准。企业标准由企业制定，由企业法人代表或法人代表授权的主管领导批准、发布，由法人代表授权的部门统一管理。

国际标准、行业标准和地方标准中的强制性标准，企业必须严格执行。推荐性标准，企业一经采用也就具有了强制的性质，因此应严格执行。

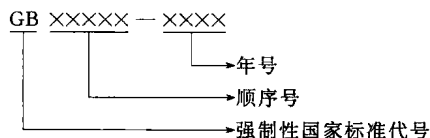
(3) 标准的代号和编号

① 国家标准的代号与编号

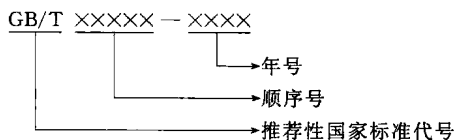
a. 国家标准的代号。强制性国家标准的代号为“GB”；推荐性国家标准的代号为“GB/T”。

b. 国家标准的编号。国家标准的编号由国家标准的代号，国家标准发布的顺序号和国家标准发布的年号构成。1995 年及以后的标准年号由四位数构成，1995 年以前的标准年号由两位数构成。

强制性国家标准编号：



推荐性国家标准编号：

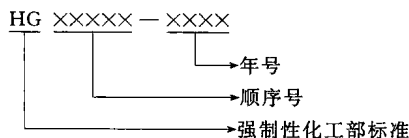


② 行业标准的代号与编号

a. 强制性行业标准的代号与编号。

各行业标准的代号由国务院标准化行政管理部门规定，有 28 个行业标准代号，其中化工行业为 HG。

编号由行业标准的代号、标准顺序号及标准年号组成。与国家标准编号就是区别在代号上。例原化工部的标准：



b. 推荐性标准加 T（例如 HG/T）。

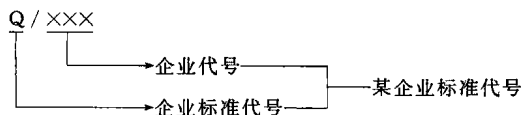
③ 地方标准的代号与编号

a. 强制性地方标准的代号由汉语拼音“DB”加上省、自治区、直辖市行政区划代码前两位数再加斜线组成，再加“T”，则组成推荐性地方标准代号。例如，吉林省代号 220000，吉林省强制性地方标准代号 DB22，推荐性标准代号 DB22/T。

b. 地方的编号由地方标准代号、地方标准顺序号和年号 3 部分组成。

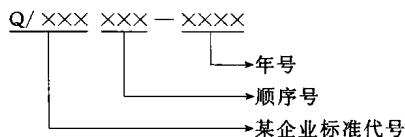
④ 企业标准的代号与编号

a. 企业标准代号为“Q”。某企业的企业标准的代号由企业标准代号 Q 加斜线，再加企业代号组成，即：



企业代号可用汉语拼音字母或阿拉伯数字或两者兼用组成。

b. 企业标准编号。企业标准编号由该企业的企业标准代号、顺序号和年号 3 部分组成，即：



2. 化工企业贯彻标准的意义

标准具有科学性、民主性。它的产生是将科学研究的成就和技术进步的成果同实践中的先进经验相结合，经过分析、比较、选择以后再加以综合纳入标准，从而使标准具有科学性。标准所反映的不只是局部的、片面的经验，也不是局部的利益，而是同科研、生产供销、消费者方面和有关人员进行认真的讨论，充分协商，最后从全局利益出发作出规定，从而使标准具有民主性。从产品标准中的质量指标的确定就足以说明标准的这一特性。产品的质量指标的确定是将我国工业产品的实物质量按照国际先进水平、国际一般水平和国内一般水平 3 个档次，相应的划分为优等品、一等品、合格品 3 个等级。GB/T 12707—91《工业产品质量分等原则》规定如下。

优等品：质量指标必须达到国际先进水平，且实物质量水平与国外同类产品相比达到近 5 年内的先进水平。

一等品：质量指标必须达到国际一般水平，且实物质量水平达到国际同类产品的一般水平。

合格品：按我国一般质量水平标准（国家标准、行业标准、地方标准、企业标准、）组织生产，实物质量水平必须达到相应标准要求。

从上述质量指标的规定可以看出，在化工企业生产经营活动中，只有按标准组织生产，才能保证优质、高产、低消耗，提高工作效率及企业管理水平，增加经济效益。

从另一方面看，随着科学技术的发展，化学工业在国民经济中的比例越来越大，对标准化要求的程度越来越高。我们制定的任何标准不可能完美无缺，只有不断地参加实施标准的实践活动，才能不断地提高制定标准的水平。所以说标准的实施是评价标准水平的依据；只有通过贯彻实施才能发挥标准的作用，推动科学进步和企业的发展，也只有通过标准的实施不断积累数据，才能发现标准中存在的问题，才能确定标准修改的内容和方法，修订原有标准，由新的水平更高的标准来代替。可使标准水平由低级向高级螺旋式地不断发展。

3. 制定的产品标准和分析方法标准的组成

产品标准由三大部分组成：概述部分、正文部分、补充部分。每部分包含内容如下。

(1) 概述部分 包括封面与首页；目次；产品标准名称；引言。

(2) 正文部分 包括主题内容与适用范围；引用标准；术语、符号、代号、产品分类；技术要求；检验规则；标志、包装、运输、贮存；其他。

(3) 补充部分 包括附录；附加说明。

分析方法标准一般由方法原理概述；试剂或材料的要求；实验仪器、设备及其要求；试

样及其制备；实验条件；实验程序；实验结果的计算和评定；精密度与允许差等项组成。

五、实验性污染与“三废”简单的无害化处理

人们在科研、生产和生活过程中，将废物随意排入大气、水体或土壤中，便可对自然环境产生一定的污染。当污染达到一定程度时，就会降低自然环境原有的功能和作用，进而直接或间接地对人类和其他生物产生影响或危害。通常人们将导致环境污染或造成生态环境破坏的物质称为环境的污染物。

由于科学研究的领域无限广阔，因此涉及的实验性污染物也就非常多。20 世纪以来，全世界有 1000 万种合成的化合物问世。目前，每年将近有 1000~2000 种新的化学品产生。另外，企业、学校的实验室也会产生化学污染物。所有化学品都有一定的毒性，有些具有潜在毒性的化学品，十亿分之几的浓度即可对人的健康造成危害。

由于实验室排放的化学污染物总量不是很大，一般没有专门的处理设施，而被直接排到生活废物中，往往出现局部浓度过大，导致危害严重的后果。因此，对实验室排放的化学污染物的处理，必须引起高度重视。作为分析人员，除了要了解化学物质的毒性，正确使用和贮存化学试剂外，还要了解对实验室“三废”进行简单无害化处理的方法。

1. “三废”的处理

化工分析过程中产生的废气、废液、废渣大多数是有毒物质，有些是剧毒物质或致癌物质，必须经过处理才能排放。

少量有毒气体可以通过排风设备排出室外，被空气稀释。毒气量大时经过吸收处理后排出；氧化氮、二氧化硫等酸性气体用碱液吸收；可燃性有机毒物于燃烧炉中借氧气完全燃烧。

较纯的有机溶剂废液可回收再用。含酚、氰、汞、铬、砷的废液要经过处理达到“三废”排放标准才能排放。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；高浓度含酚废水用乙酸丁酯萃取，重蒸馏回收酚；含氰化物的废液用氢氧化钠调至 pH 为 10 以上，再加入 3% 的高锰酸钾使 CN^- 氧化分解； CN^- 含量高的废液由碱性氧化法处理，即在 pH 为 10 以上加入次氯酸钠使 CN^- 氧化分解。

含汞盐的废液先调至 pH 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，生成的硫化铁将水中悬浮物硫化汞微粒吸附而共沉淀。排出清液，残渣用焙烧法回收汞，或再制成汞盐。

铬酸洗液失效，浓缩冷却后加高锰酸钾粉末氧化，用砂芯漏斗滤去二氧化锰后即可重新使用。废洗液用废铁屑还原残留的 Cr(VI) 到 Cr(III)，再用废碱或石灰中和成低毒的 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 沉淀。

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

含铅镉废液，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，加入硫酸亚铁作为共沉淀剂。

混合废液用铁粉法处理，调节 pH 为 3~4，加入铁粉，搅拌 0.5h，加碱调 pH 至 9 左右，继续搅拌 10min，加入高分子混凝剂，混凝后沉淀，清液排放，沉淀物以废渣处理。

2. 有机溶剂的回收

分析中用过的有机溶剂可以回收利用。

(1) 废乙醚溶液 置于分液漏斗中, 用水洗一次, 然后中和, 用 0.5% 高锰酸钾洗至紫色不褪, 再用水洗, 用 0.1%~0.5% 硫酸亚铁铵溶液洗涤, 除去过氧化物再用水洗, 用氯化钙干燥, 过滤, 分馏, 收集 33.5~34.5℃ 馏分。

(2) 乙酸乙酯废液 先用水洗几次, 再用硫代硫酸钠稀溶液洗几次, 使其褪色, 之后用水洗几次, 蒸馏, 用无水碳酸钾脱水, 放置几天, 过滤后蒸馏, 收集 76~77℃ 馏分。

氯仿废溶剂、乙醇废溶液、四氯化碳废溶液等都可以通过水洗废液再用试剂处理, 最后通过蒸馏收集沸点左右馏分, 最终得到被回收的溶剂。经过回收的溶剂可以再使用, 这样既经济又减少了污染。

3. 废料销毁

在分析过程中, 出现的固体废物不能随便乱放, 以免发生事故。如能放出有毒气体或能自燃烧的危险废料, 不能丢进废品箱内和排进废水管道中。不溶于水的废弃化学药品禁止丢进废水管道中, 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, 要收集于特殊废品箱内处理。

六、实验预习方法

养成实验预习习惯, 掌握实验预习方法, 提高实验预习质量, 全方位地理解实验目的、原理、测定条件、实验仪器的选择等内容是学好本门课程的关键。

① 首先要通读实验内容, 了解实验的目的、任务和要求。

② 针对实验原理复习相关的理论知识, 明确被测物质的性质及选择测定方法的依据。理解测定方法、滴定方式、测定条件、指示剂选择的依据和终点现象。例如: 甲醛法测定铵盐中氮含量的实验, 从实验原理中就可以找出以下问题加以思考。

a. 为什么不能用直接法测定铵盐中的 NH_4^+ ?

b. 实验中甲醛的作用是什么? 甲醛是否需要过量, 为什么?

c. 为什么要选择酚酞作指示剂? 在化学计量点时, 溶液的 pH 如何计算?

d. 为什么要使用中性甲醛溶液? 如若不使用中性溶液对实验结果有何影响?

③ 在每一项实验中, 给出了试样的称取范围, 预习时要明确该范围是如何确定的, 要预先进行计算。

④ 为熟悉实验步骤, 可按实验步骤的顺序用箭头流程法表示, 简要描述书写, 便于记忆。

⑤ 预习时, 教材中的思考题要思考, 还要学会从实验内容的字里行间发现问题, 这也是一种能力。如加入每种试剂的作用是什么? 对实验条件的理解 (温度、酸度); 对滴定速度为什么要提出要求? 对于量器的选择也不能忽视, 何时选用移液管, 何时选用量筒要明确; 终点指示剂发生颜色变化的原因是什么? 实验中哪些环节能引入误差? 都要在预习时进行思考。不清楚的问题同学之间可互相讨论, 互相交流, 不能解决的问题可以在课堂中解决。

⑥ 对实验结果的计算, 要弄清楚其含义。对不同的滴定方式, 标准溶液消耗量多少, 对测定结果的影响是不同的。如莫尔法测定 Cl^- 含量, 采用 AgNO_3 标准溶液直接滴定 Cl^- , 当 AgNO_3 标准溶液比正常情况下消耗多时, 则测定结果偏高; 而福尔哈德法测定 Cl^- 含量, 采用的是返滴定方式, 当 KSCN 标准溶液比正常情况下消耗多时, 则导致测定结果偏低。

由此可见, 掌握实验预习思考方法是学好理论知识和实验技能、形成学习能力的重要途径。

职业技能鉴定模拟题

一、判断题

1. 经安全生产教育和培训的人员可上岗作业。()
2. 认真负责, 实事求是, 坚持原则, 一丝不苟地依据标准进行检验和判定是化学检验工的职业守则内容之一。()
3. 质量检验工作人员应坚持持证上岗制度, 以保证检验工作的质量。()
4. 化验室人员必须具有扎实的专业知识, 熟练的专业技能。()
5. 国际标准是世界各国进行贸易的基本准则和基本要求, 我国《标准化法》规定: “国家必须采用国际标准”。()
6. 《中华人民共和国标准化法》于 1989 年 4 月 1 日发布实施。()
7. 《中华人民共和国质量法》中所称的产品是指经加工、制作, 用于销售的产品。()
8. 化学检验工职业道德的基本要求包括: 忠于职守、钻研技术、遵章守纪、团结互助、勤俭节约、关心企业、勇于创新等。()
9. 分析工作者只需严格遵守采取均匀固体样品的技术标准的规定。()
10. 质量体系只管理产品质量, 对产品负责。()
11. 产品质量水平划分为优等品、一等品、二等品和三等品四个等级。()
12. ISO 的定义是为进行合格认证工作而建立的一套程序和管理制度。()
13. 我国的标准等级分为国家标准、行业标准和企业标准三级。()
14. 按照标准化的对象性质, 一般可将标准分成为三大类: 技术标准、管理标准和工作标准。()
15. GB 2946—92, 其中 GB 代表工业标准。()
16. 国际标准代号为“ISO”, 我国国家标准代号为“GB”。()
17. 我国国家标准的代号是 GB ××××—××××。()
18. 中华人民共和国强制性国家标准的代号是 GB/T。()
19. 标准和标准化都是为在一定范围内获得最佳秩序而进行的一项有组织的活动。()
20. GB 3935.1—1996 定义标准化为: 为在一定的范围内获得最佳程序, 对活动或其结果规定共同的和重复使用的规则、导则或特性文件。该文件经协商一致制定并经一个公认机构的批准。()
21. GB/T、ISO 分别是强制性国家标准、国际标准的代号。()
22. 标准化工作的任务是制定标准、组织实施标准和对标准的实施进行监督。()
23. 标准要求越严格, 标准的技术水平越高。()
24. ISO 是世界上最大的国际标准化机构, 负责制定和批准所有技术领域的各种技术标准。()
25. 企业标准一定要比国家标准要求低, 否则国家将废除该企业标准。()

二、选择题

1. 有关汞的处理错误的是 ()。
 - A. 汞盐废液先调节 pH 至 8~10 加入过量 Na_2S 后再加入 FeSO_4 生成 HgS 、 FeS 共沉淀再作回收处理
 - B. 洒落在地上的汞可用硫黄粉盖上, 干后清扫
 - C. 实验台上的汞可采用适当措施收集在有水的烧杯中
 - D. 散落过汞的地面可喷洒 20% FeCl_2 水溶液, 干后清扫
2. IUPAC 是指下列哪个组织 ()。
 - A. 国际纯粹与应用化学联合会
 - B. 国际标准组织
 - C. 国家化学化工协会
 - D. 国家标准局
3. 我国的法定计量单位主要包括 ()。
 - A. 我国法律规定的单位
 - B. 国际单位制单位和国家选用的其他计量单位
 - C. 我国传统的计量单位
 - D. 国际单位制单位和我国传统的计量单位
4. 国家标准有效期一般为 () 年。
 - A. 2
 - B. 3
 - C. 5
 - D. 10