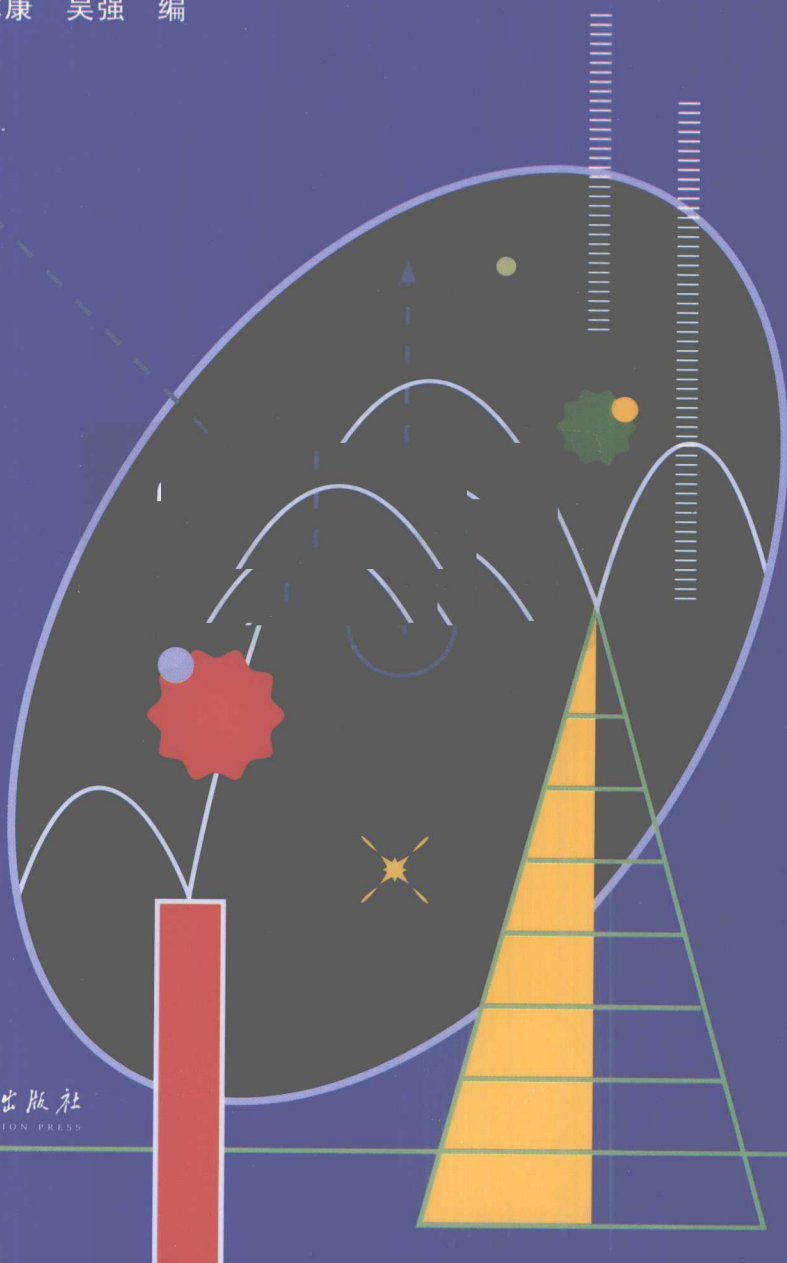


高等学校教材

物理化学实验

Physical Chemistry Experiments

南京大学化学化工学院
邱金恒 孙尔康 吴强 编



高等教育出版社
HIGHER EDUCATION PRESS

高等学校教材

物理化学实验

Wuli Huaxue Shiyan

南京大学化学化工学院

邱金恒 孙尔康 吴强 编



高等教育出版社·北京

HIGHER EDUCATION PRESS BEIJING

内容简介

本书按照教育部高等学校化学类专业教学指导分委员会制订的《化学专业实验教学基本内容》要求编写而成,全书着眼化学学科的发展和实验技术的进步,合理兼顾经典实验与现代实验内容,注重与生产实际、社会实际和相关领域科研成果的联系,旨在培养学生的创新思维和创新能力,实现知识学习、知识运用和知识创新的全面发展。

本书由绪论、实验、基础知识与技术和附录四大部分组成。其中35个实验涵盖了热力学、动力学、电化学、表面性质与胶体化学和结构化学等物理化学分支的内容;基础知识与技术主要介绍了本书实验涉及的实验方法和技术以及仪器的使用方法。

本书可作为综合性大学、师范院校以及工、农、医、生物、环境等相关专业的实验教材,也可供从事相关工作的科技人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

物理化学实验/邱金恒,孙尔康,吴强编. —北京:高等教育出版社,2010.9

ISBN 978-7-04-029811-6

I. ①物… II. ①邱…②孙…③吴… III. ①物理化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①O64-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2010)第150829号

策划编辑 鲍浩波 责任编辑 刘佳 封面设计 赵阳
责任绘图 尹莉 版式设计 马敬茹 责任校对 殷然
责任印制 尤静

出版发行 高等教育出版社
社址 北京市西城区德外大街4号
邮政编码 100120

经销 蓝色畅想图书发行有限公司
印刷 潮河印业有限公司

开本 787×1092 1/16
印张 21
字数 510 000

购书热线 010-58581118
咨询电话 400-810-0598
网址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>
网上订购 <http://www.landracom.com>
<http://www.landracom.com.cn>
畅想教育 <http://www.widedu.com>

版次 2010年9月第1版
印次 2010年9月第1次印刷
定价 31.40元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

物料号 29811-00

前 言

物理化学实验是高等学校化学与化工类专业本科生的必修课程,也是化学实验教学的重要组成部分。

南京大学化学系(化学化工学院)历来十分重视实验教学。由邱金恒、孙尔康、吴强重新整理、修改和编写的《物理化学实验》就是我校化学系(化学化工学院)物理化学教研室从事物理化学实验教学的几代同仁们长期积累的成果。徐维清、武传昌、顾良证、岳瑛等老师曾为物理化学的教学和教材建设作出了很大的贡献。早在1981年,顾良证、武传昌、岳瑛、孙尔康、徐维清曾编写并出版了《物理化学实验》一书。随着实验教学改革的深入,1997年,孙尔康、徐维清、邱金恒在原书的基础上重新出版了《物理化学实验》一书。又过去十余年,科学技术的发展日新月异,实验教学的改革继续深入,尽管经典实验内容变化不大,但实验方法和实验教学仪器都有了较大的发展和变化,由科研成果转化的新的实验教学内容也有了补充;又由于新老交替,实验教学的教师队伍也发生了变化,促使了本书应运而生。本书除保持了前两书的基本特色和风貌外,在教学内容、实验方法和仪器设备上有较大的变化,修改、删减了部分原实验并增加了部分新实验,同时按照经典实验与学科前沿相结合、基本实验方法与现代实验方法相结合、常规仪器实验与智能化仪器实验相结合进行编写。本书还加强了实验的讨论部分,尽可能对一个实验内容的几种不同实验方法进行讨论,以扩大学生的知识面并为对进一步实验感兴趣的学生提供拓展空间。在讨论部分还增加了物理化学实验在生产、生活实际和科学研究方面的应用实例,以激发学生自主实验的兴趣。

本书由孙尔康、邱金恒拟定编写大纲。除实验十六由许波连编写,实验三十四和实验三十五由陈兆旭编写外,其余实验由邱金恒、吴强二人分工整理编写。全书最后由孙尔康、邱金恒统稿定稿。

南京大学化学化工学院丁维平教授对实验教材建设和本书的编写给予了大力的支持,张剑荣教授和侯文华教授提出了很好的建议并给予支持。本书在编写过程中还得到了高卫工程师、易敏工程师和徐铮工程师,以及参与物理化学实验教学的老师们的许多帮助。在出版过程中得到了高等教育出版社的大力支持和帮助。在此一并对他们表示衷心的感谢。

由于我们的水平有限,书中的错误在所难免,敬请专家、同行和广大读者予以指正。

编者

2010年2月于南京大学

目 录

I	绪论	1			
	一	物理化学实验的目的、要求和注意事项	1		
	二	物理化学实验室安全知识	2		
	三	物理化学实验中的误差及数据的表达	11		
II	实验		25		
	热力学部分		25		
	实验一	液体饱和蒸气压的测定——静态法	25		
	实验二	凝固点降低法测相对分子质量	29		
	实验三	燃烧热的测定	31		
	实验四	溶解热的测定	36		
	实验五	挥发性二组分系统 $T-x$ 图的绘制	40		
	实验六	二组分简单共熔系统相图的绘制	44		
	实验七	三液系(三氯甲烷-醋酸-水)相图的绘制	46		
	实验八	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 在空气中脱水过程的差热分析(DTA)测定	52		
	实验九	TG/DSC-MS 联用技术测定 $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 热分解过程及动力学计算	54		
	实验十	用分光光度法测定弱电解质的解离常数	58		
	实验十一	气相反应平衡常数的测定	62		
	实验十二	气相色谱法测定无限稀释溶液的活度系数	65		
	动力学部分		71		
	实验十三	蔗糖水解速率常数的测定	71		
	实验十四	乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定	74		
	实验十五	流动法测定 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 小球催化剂乙醇脱水的催化性能	78		
	实验十六	纳米 TiO_2 光催化降解甲基橙	83		
	实验十七	BZ 振荡反应	87		
	电化学部分		93		
	实验十八	离子迁移数的测定	93		
	实验十九	电导的测定及其应用	98		
	实验二十	电动势的测定及其应用	100		
	实验二十一	电动势法测定化学反应的热力学函数	104		
	实验二十二	电势-pH 曲线的测定及其应用	106		
	表面性质与胶体化学部分		111		
	实验二十三	溶液中的吸附作用和表面张力的测定	111		
	实验二十四	固体比表面积的测定	120		
	实验二十五	胶体电泳速度的测定	131		
	实验二十六	黏度法测定高聚物相对分子质量	135		

结构化学部分	141	第四章 溶液的黏度、密度、酸度、折光率、旋光度、相对介电常数、吸光度测定技术及仪器	231
实验二十七 摩尔折射度的测定	141	4.1 液体黏度的测定	231
实验二十八 偶极矩的测定	143	4.2 密度的测定	234
实验二十九 磁化率的测定	147	4.3 酸度的测定	236
实验三十 X射线衍射法测定晶胞常数——粉末法	154	4.4 折射率的测定	239
实验三十一 HCl 气体的红外光谱	161	4.5 旋光度的测定	242
实验三十二 核磁共振法测定水溶液中反应的平衡常数及反应速率常数	167	4.6 相对介电常数的测定	246
实验三十三 氧化锌纳米材料的制备与表征	173	4.7 吸光度的测定	248
实验三十四 甲烷生成热和燃烧热的理论计算	176	第五章 电化学测量技术及仪器	252
实验三十五 $\text{H}\cdot + \text{CH}_4 \rightleftharpoons \text{H}_2 + \text{CH}_3\cdot$ 和 $\text{D}\cdot + \text{CH}_4 \rightleftharpoons \text{HD} + \text{CH}_3\cdot$ 反应动力学参数的计算	181	5.1 电导的测定及仪器	252
III 基础知识与技术	185	5.2 原电池电动势的测定	256
第一章 热效应测量技术及仪器	185	5.3 常用电气仪表	260
1.1 温度的测定	185	第六章 流动法实验技术及仪器	268
1.2 温标	186	6.1 流体的加料方式	268
1.3 温度计	192	6.2 流体的稳压	270
1.4 热效应的测定方法	202	6.3 气体流量的测定	271
第二章 温度的控制技术	205	6.4 流量计的校正	273
2.1 常温控制	205	第七章 热分析实验技术及仪器	275
2.2 高温控制	209	7.1 差热分析法(DTA)	275
2.3 低温控制	213	7.2 差示扫描量热法(DSC)	279
第三章 压力的测定技术及仪器	216	7.3 热重法(TG 和 DTG)	282
3.1 压力的简单介绍	216	第八章 X射线衍射实验(粉末法)技术及仪器	286
3.2 常用测压仪表	217	8.1 X射线的产生及其性质	286
3.3 气压计	219	8.2 X射线衍射仪	287
3.4 真空技术简介	223	8.3 实验条件的选择	288
		8.4 物相分析	291
		8.5 PDF卡片的使用说明	291
		第九章 气相色谱实验技术及仪器	295
		9.1 气相色谱仪的基本组成	295

9.2	气相色谱法的基本原理	296	10.2	几种重要的质谱离子峰 ...	310
9.3	定性分析和定量分析	297	10.3	定性和定量分析	311
9.4	操作技术	301	IV	附录	313
第十章	质谱实验技术及仪器	305		物理化学实验常用数据表	313
10.1	质谱仪的基本组成	305		主要参考文献	324

I 绪 论

一 物理化学实验的目的、要求和注意事项

1.1 物理化学实验的目的

- (1) 通过物理化学实验,巩固并加深对物理化学相关理论和概念的理解。
- (2) 掌握物理化学实验的基本方法和相关实验技术;了解常用仪器的构造原理并掌握其使用方法;了解近代大型仪器的功能及其在物理化学中的应用。
- (3) 通过物理化学实验培养学生的创新思维、创新精神和创新能力,通过实验积累从而培养科学研究的综合能力。
- (4) 培养学生努力探索、求真、求实和勤俭节约的科学精神和优良品质。

1.2 实验前的准备

- (1) 准备预习报告一本。
- (2) 对实验内容及有关的参考资料进行仔细阅读,认真写好实验预习报告。预习要求做到明确实验目的,理解实验原理,清楚实验步骤和相关注意事项,同时可设计要测定的实验数据的记录表格等。
- (3) 正式实验前,由指导教师检查学生对实验的预习程度,准备工作是否完成。须经指导教师许可后方可开始进行实验。

1.3 实验注意事项

- (1) 首先核对仪器和药品试剂,对不熟悉的仪器及设备,应仔细阅读说明书,请教指导教师。仪器安装完毕,需经指导教师检查,方能开始实验。
- (2) 特殊仪器需向教师领取,完成实验后归还。
- (3) 实验内容、实验条件和仪器操作应按教材进行,如有更改意见,须与指导教师进行讨论,经指导教师同意后方可实行。
- (4) 公用仪器及试剂瓶不要随意变更原有位置,用毕要随即放回原处。
- (5) 实验时要集中注意力,认真操作,仔细观察,积极思考。实验数据要及时如实详细地记录在报告本上,不得涂改和伪造。如有记错可在原数据上画一杠,再在旁边记下正确值,要养成良好的记录习惯。
- (6) 实验过程如遇到问题要独立思考,设法解决。实在有困难者则请指导教师帮助解决。

(7) 实验完毕后,将实验数据交给指导教师检查。

1.4 实验报告

(1) 须在规定时间内独立完成实验报告,交给指导教师。

(2) 实验报告内容包括实验目的、实验原理、实验步骤、原始数据、数据处理及图解、结果与结论以及问题讨论。

(3) 问题讨论是实验报告中很重要的一项,要有针对性地对实验中所观察到的重要现象、实验原理、实验方法、仪器的设计和使用以及误差来源等进行讨论,不要求面面俱到,也可以对实验提出改进的意见。

(4) 实验报告经指导教师批阅后,如认为有必要重做者,应在指定的时间补做。不经指导教师许可不得任意补做实验。

1.5 实验室规则

(1) 实验时应遵守操作规程,遵守安全守则,保证实验安全进行。

(2) 遵守纪律,不迟到,不早退,实验过程保持室内安静,不做与实验无关的事情。

(3) 使用水、电、煤气、药品试剂等都应本着安全与节约的原则。

(4) 未经指导教师允许不得乱动精密仪器,使用时要爱护仪器,如发现仪器损坏,立即报告指导教师并查明原因。

(5) 实验过程应随时保持实验室整洁干净,火柴杆、纸张等废物应丢入废物桶内,不能随地乱丢,更不能丢入水槽,以免堵塞下水管道。化学废液和固体化学废物应倒入指定收集容器。

(6) 个人实验完毕应将玻璃仪器洗净,把实验桌打扫干净,把公用仪器、试剂、药品整理好,最后做好仪器使用记录。集体实验结束后,由值日生负责打扫整理实验室,检查水、煤气、门窗是否关好,电闸是否关掉,以保证实验室的安全。最后经指导教师同意后,才能离开实验室。

实验室规则是人们长期从事化学实验工作的总结,它是保持良好的实验环境和工作秩序、防止意外事故、顺利做好科学实验的保证。遵守实验室规则是每一个实验工作者必须具备的专业素质。

二 物理化学实验室安全知识

化学是一门以实验为基础的科学。认识实验安全的重要性,树立安全实验的意识,掌握实验安全的基本知识,是一个化学工作者必须具备的素质,是保证化学实验顺利和成功的保证,也是人身财产安全以及环境安全的保证。

每一类化学实验室都有其特点。本章仅就基础物理化学实验的相关内容,介绍物理化学实验室的安全知识。

2.1 实验室安全用电

人体通过 50 Hz 的交流电 1 mA 就有感觉,10 mA 以上会使肌肉收缩,25 mA 以上则感觉呼吸困难,甚至停止呼吸,100 mA 以上则使心脏的心室产生颤动,以致无法救活。因此使用电器设备时须注意防止触电的危险。实验室安全用电有以下注意事项。

(1) 操作电器时,手必须干燥,因为手潮湿时电阻显著变小,易于引起触电。

(2) 一切电源裸露部分都应配备绝缘装置,电源开关应有绝缘盒,电线接头必须包以绝缘胶布或套胶管。所有电器设备的金属外壳应接地线。

(3) 已损坏的接头或绝缘不好的电线应及时更换,不能直接用手触摸绝缘不好的通电电器。

(4) 修理或安装电器设备时,必须先切断电源。

(5) 不能用试电笔试高压电。

(6) 每个实验室都有规定允许使用的最大用电负荷,每路电线也有规定的限定用电负荷,超过时会使导线发热着火。导线不慎短路也容易引起事故。控制负荷超载的简便方法是按限定用电负荷使用熔断片(保险丝)。

(7) 电线接头间要接触良好、紧固,避免在振动时产生电火花。电火花可能会引起实验室的燃烧与爆炸。

(8) 禁止高温热源靠近电线。

(9) 电动机械设备使用前应检查开关、线路、安全地线等各部设备零件是否完整妥当,运转情况是否良好。

(10) 严禁使用湿布擦拭正在通电的设备、电门、插座、电线等,电器设备上和电线线路上严禁潮湿。

(11) 实验室的电器设备和电路不得私自拆卸及任意进行修理,也不能自行加接电器设备和电路,必须由专门的技术人员进行操作。

(12) 每个实验室都有电源总闸。停止工作时,必须把电源总闸关掉。

(13) 多台大功率的电器设备要分开电路安装,每台电器设备有各自的熔断片。有人受到电伤害时,要立即用不导电的物体把电线从触电者身上挪开,切断电源,把触电者转移到空气新鲜的地方进行人工呼吸,并迅速与医院联系。

(14) 使用动力电时,应先检查电源开关、电动机和设备各部分是否良好。如有故障,应先排除,方可接通电源。

(15) 启动或关闭电器设备时,必须将开关扣严或拉妥,防止似接非接状况。使用电子仪器设备时,应先了解其性能,按操作规程操作,若电器设备发生过热现象或出现糊焦味时,应立即切断电源并查明原因。

(16) 电源或电器设备的保险丝烧断时,应先查明烧断原因,排除故障后,再按原负荷选用合适的保险丝进行更换,不得随意加大或用其他金属线代替。

(17) 实验室内不应有裸露的电线头;电源开关箱内,严禁堆放物品,以免触电或燃烧。

(18) 要警惕实验室内发生电火花或静电,尤其在使用可能构成爆炸混合物的可燃性气体时,更需注意。如遇电线走火,切勿用水或导电的酸碱泡沫灭火器灭火,应切断电源,用沙子或二氧化碳灭火器灭火。

(19) 养成实验结束及时关闭仪器电源,最后离开实验室时关闭实验总电源和照明电源的习惯。

2.2 实验室高压气瓶常识及其安全使用

1. 高压气瓶与减压阀

气瓶是高压容器,瓶内装有高压气体,要承受搬运、滚动等外界的作用力。其质量要求严格,材料要求高,常用无缝合金或锰钢管制成的圆柱形容器。气瓶壁厚 5 ~ 8 mm,容量 12 ~ 55 m³不等。底部呈半球形,通常还装有钢质底座,便于竖放。气瓶顶部有启闭气门(即开关阀),气门侧面接头(支管)上有连接螺纹,用于连接减压阀。用于可燃性气体的应为左旋螺纹,非可燃性气体的为右旋螺纹。这是为杜绝把可燃性气体压缩到盛有空气或氧气的气瓶中的可能性,以及防止偶然把可燃性气体的气瓶连接到有爆炸危险的装置上去。

各类气瓶容器必须符合中华人民共和国劳动部劳锅字 E1989 - 12 号文件中关于“气瓶安全监察规程”的规定。气瓶上须有制造钢印标记和检验钢印标记。制造钢印标记有气瓶制造单位代号、气瓶编号、工作压力(MPa)、实际质量(kg)、实际容积(L)、瓶体设计壁厚(mm)、制造单位检验标记和制造年月、监督检验标记和寒冷地区使用气瓶标记。检验钢印标记有检验单位代号、检验日期、下次检验日期等。

由于气瓶内的压力一般很高,而使用所需压力往往较低,单靠启闭气门不能准确、稳定地调节气体的放出量。为了降低压力并保持稳定压力,就需要装上减压阀。不同的气体有不同的减压阀。不同的减压阀,外表涂以不同颜色加以标识,与各种气体的气瓶颜色标识一致。必须注意的是:用于氧的减压阀可用于装氮或空气的气瓶上,而用于氮的减压阀只有在充分洗除油脂之后,才可用于氧气瓶上。

在装卸减压阀时,必须注意防止气瓶支管接头的丝扣滑牙,以致减压阀装旋不牢而漏气或被高压射出。卸下的减压阀要注意轻放,妥善保存,避免撞击、震动,不要放在有腐蚀性物质的地方,并防止灰尘落入表内以致阻塞失灵。

高压气体每次用毕,先关闭气瓶气门,然后放尽减压阀内的气体,最后将调压螺杆旋松,否则弹簧长期受压,将使减压阀压力表失灵。

2. 气瓶内装气体的分类

(1) 压缩气体。临界温度低于 -10 ℃ 的气体经加高压压缩后,仍处于气态者称为压缩气体,如氧、氮、氢、空气、氩、氦等气瓶的气体。这类气体钢瓶设计压力大于 12 MPa,称为高压气瓶。

(2) 液化气体。临界温度 ≥ 10 ℃ 的气体经加高压压缩,转为液态并与其蒸气处于平衡状态者称为液化气体,如二氧化碳、氧化亚氮、氨、氯、硫化氢等。

(3) 溶解气体。单纯加高压压缩可能会产生分解、爆炸等危险的气体,必须在加高压的同时,将其溶解于适当溶剂中,并由多孔性固体填充物所吸收。在 15 ℃ 以下压力达 0.2 MPa 以上者称为溶解气体,如乙炔。

3. 高压气体钢瓶的颜色和标志

高压气体钢瓶的颜色和标志见表 I - 2 - 1。

表 I - 2 - 1 高压气体钢瓶的颜色和标志

气瓶名称	表面涂料颜色	字样	字样颜色	横条颜色	气瓶名称	表面涂料颜色	字样	字样颜色	横条颜色
氧气瓶	天蓝	氧	黑	—	氯气瓶	草绿 (保护色)	氯	白	白
氢气瓶	深绿	氢	红	红	氟气瓶	棕	氟	白	—
氮气瓶	黑	氮	黄	棕	氖气瓶	褐红	氖	白	—
氩气瓶	灰	氩	绿	—	丁烯气瓶	红	丁烯	黄	黑
压缩空气瓶	黑	压缩空气	白	—	氧化亚氮气瓶	灰	氧化亚氮	黑	—
石油气体瓶	灰	石油气体	红	—	环丙烷气瓶	橙黄	环丙烷	黑	—
硫化氢气瓶	白	硫化氢	红	红	乙烯气瓶	紫	乙烯	红	—
二氧化硫气瓶	黑	二氧化硫	白	黄	乙炔气瓶	白	乙炔	红	—
二氧化碳气瓶	黑	二氧化碳	黄	—	氟氯烷气瓶	铝白	氟氯烷	黑	—
光气瓶	草绿 (保护色)	光气	红	红	其他可燃性气体气瓶	红	(气体名称)	白	—
氨气瓶	黄	氨	黑	—	其他非可燃性气体气瓶	黑	(气体名称)	黄	—

4. 几种压缩可燃性气体和助燃性气体的性质及安全使用

(1) 乙炔。乙炔气瓶是将颗粒活性炭、木炭、石棉或硅藻土等多孔性固体填充物填充在气瓶内,再将丙酮掺入,通入乙炔气使之溶解于丙酮中,直至 15 °C 时压力达 1.52 MPa。

乙炔是极易燃烧、爆炸的气体。含有 7% ~ 13% 乙炔的乙炔 - 空气混合物和含有大约 30% 乙炔的乙炔 - 氧气混合物最易爆炸。在未经净化的乙炔内可能含有少量的磷化氢(PH_3)。磷化氢的自燃点很低,气态磷化氢在 100 °C 时就会自燃,而液态磷化氢甚至不到 100 °C 就会自燃。因此,当乙炔中含有空气时,有磷化氢存在就可能引起乙炔 - 空气混合物的起火爆炸。乙炔和铜、银、汞等金属或盐接触,会生成乙炔铜(CuC_2)和乙炔银(Ag_2C_2)等易爆炸物质。因此,凡供乙炔用的器材(管路和零件)都不能使用银和铜的合金。乙炔和氯、次氯酸盐等化合物相遇会发生燃烧和爆炸。因此,乙炔燃烧着火时,绝对禁止使用四氯化碳灭火器。

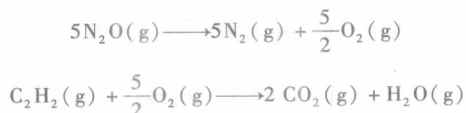
乙炔气瓶应放在通风良好处,不能存放于实验室大楼内,应存于大楼外另建的储瓶室内,室温要低于 35 °C。原子吸收法使用乙炔时,要注意预防回火,管路上应装阻止回火器(阀)。在开启乙炔气瓶之前,要先供给燃烧器足够的空气,再供乙炔气。关气门时,要先关乙炔气,后关空

气。当乙炔气瓶内压力降至 0.3 MPa 时,须停止使用,另换一瓶。

(2) 氢气。氢气为易燃气体,其密度小,易从微孔漏出,而且它的扩散速度快,易与其他气体混合。氢气和空气混合物的爆炸极限为 4.1% ~ 7.5% (氢的体积分数)。氢气燃烧速率比烃类化合物气体快,常温、常压下燃烧速率约为 $2.7 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ 。检查氢气导管、阀门是否漏气时,必须采用肥皂水检查法,绝对不能采用明火检查。存放氢气瓶处要严禁烟火。

(3) 氧化亚氮。也称笑气,具有麻醉兴奋作用,因此使用时要特别注意通风。液态氧化亚氮在 20 ℃ 时的蒸气压约 5 MPa。氧化亚氮受热分解为氧和氮的混合物,是助燃性气体。

原子吸收法进行高熔点或难熔盐化合物的元素测定时,需用氧化亚氮 - 乙炔火焰以获得较高的温度,其化学反应为



在上述过程中,氧化亚氮分解为含氧 33.3% 和含氮 66.7% 的混合物,乙炔即借其中的氧燃烧。

在氧化亚氮 - 乙炔火焰中发生的反应比一般火焰要复杂。燃烧时,千万要注意防止从原子吸收分光光度计中喷雾室的排水阀吸入空气,否则会引起爆炸。

(4) 氧气。氧气是强烈的助燃气体,纯氧在高温下尤其活泼。当温度不变而压力增加时,氧气可与油类物质发生剧烈的化学反应而引起发热自燃,产生爆炸。例如,工业矿物油与 3 MPa 以上气压的氧气接触就能产生自燃。因此,氧气瓶一定要严防同油脂接触,减压阀及阀门绝对禁止使用油脂润滑。氧气瓶内绝对不能混入其他可燃性气体,或误用其他可燃性气体气瓶来充灌氧气。氧气瓶一般是在 20 ℃、15 MPa 气压条件下充气的。氧气瓶的压力会随温度的增加而增高,因此要禁止气瓶在强烈阳光下暴晒,以免瓶内压力过高而发生爆炸。

5. 高压气瓶安全使用常识

(1) 气瓶必须存放于通风、阴凉、干燥、隔绝明火、远离热源、防暴晒的房间内,要有专人管理。气瓶上要有醒目的标志,如“乙炔危险,严禁烟火”等字样。可燃性气体气瓶一律不得进入实验室内。严禁乙炔气瓶、氢气瓶和氧气瓶、氯气瓶储放在一起或同车运送。

(2) 使用气瓶时要直立固定放置,防止倾倒。

(3) 气瓶搬运前一定要事先戴上气瓶安全帽,以防不慎摔断瓶嘴发生爆炸事故。钢瓶身上必须具有两个橡胶防震圈。乙炔瓶严禁横卧滚动。搬运气瓶要用专用气瓶车,要轻拿轻放,防止摔掷、敲击、滚滑或剧烈震动。

(4) 高压气瓶首次使用前要经耐压试验,此后应定期进行检验。

(5) 气瓶的减压阀要专用,安装时螺扣要上紧,至少旋进 7 圈螺纹,不得漏气。开启高压气瓶时,操作者应站在气瓶口的侧面,动作要慢,以减少气流摩擦,防止产生静电。

(6) 乙炔等可燃性气体气瓶不得放置在橡胶等绝缘体上,以利于静电释放。

(7) 氧气瓶及其专用工具严禁与油类物质接触,操作人员也不能穿戴沾有各种油脂或油污的工作服和工作手套等。

(8) 氢气瓶等可燃性气体气瓶与明火的距离不应小于 10 m。

(9) 瓶内气体不得全部用尽,一般应保持 0.2 ~ 1 MPa 的余压。

2.3 实验室灭火常识

(1) 扑灭火源。一旦发生火情,应临危不惧、冷静沉着,及时采取灭火措施,防止火势蔓延。当即切断现场电源并关闭一切易燃、易爆气体,移开可燃性物体,用湿布或石棉布覆盖火源灭火。如火势较猛,应根据具体火情使用合适的灭火器灭火,并立即与有关部门联系请求救援。

(2) 电线或电器设备起火时,应先切断电源总开关,再用四氯化碳灭火器灭火,严禁用水或泡沫灭火器对燃烧的电线灭火。

(3) 如衣服着火,应立即用湿布、石棉布或毯子之类物品蒙盖在着火者身上灭火;如着火面积较大,可躺在地上打滚。切忌慌张乱跑,避免气流流向着火的衣服,再使火焰增大。

(4) 加热样品或实验过程中小范围起火时,应立即拔去电插头,关闭总电闸和煤气,用湿布或石棉布扑灭明火。液体和固体化学品着火时,千万不可用水灭火,应用消防砂、泡沫灭火器或干粉灭火器灭火。精密仪器着火,应用四氯化碳灭火器灭火。实验室着火不宜用水灭火。

(5) 火灾的分类及可使用的灭火器如表 I - 2 - 2 所示。常用灭火剂的种类及特点如下:

表 I - 2 - 2 火灾的分类及可使用的灭火器

分类	燃烧物质	可使用的灭火器	注意事项
A类	木材、纸张、棉花	水、酸碱灭火器和泡沫灭火器	
B类	可燃性液体,如石油化工产品、食品油脂	泡沫灭火器、二氧化碳灭火器、干粉灭火器、1211 灭火器	
C类	可燃性气体,如煤气、石油液化气	1211 灭火器、干粉灭火器	用水、酸碱灭火器、泡沫灭火器均无作用
D类	可燃性金属,如钾、钠、钙、镁等	干砂土 7150 灭火器	禁止用水及酸碱灭火器、泡沫灭火器。二氧化碳灭火器、干粉灭火器、1211 灭火器均无效

① 四氯化碳、1211 灭火剂均属卤代烷灭火剂,遇高温时可形成剧毒的光气,使用时要注意防毒。但它们有绝缘性能好、灭火后在燃烧物上不留痕迹,不损坏仪器设备等特点,适用于扑灭精密仪器、贵重图书资料和电线等的火情。

② 7150 灭火剂的主要成分三甲氧基硼氧六环受热分解,吸收大量热,并在可燃物表面形成氧化硼保护膜,隔绝空气,使火熄灭。

2.4 实验室化学烧伤及玻璃割伤的预防

(1) 腐蚀性刺激药品,如强酸、强碱、浓氨水、氯化氧磷、浓过氧化氢、氢氟酸、冰醋酸和溴水等,取用时尽可能戴上橡胶手套和防护眼镜等。如药品瓶较大,搬运时必须一手托住瓶底,一手拿住瓶颈。

(2) 开启大瓶液体药品时,必须用锯子将封口石膏锯开,禁止用其他物体敲打,以免瓶被打破。要用手推车搬运装酸或其他腐蚀性液体的坛子、大瓶,严禁采用背、扛的方法搬运。要用特制的虹吸管移出危险性液体,并佩戴防护眼镜、橡胶手套和围裙操作。

(3) 稀释浓硫酸时,必须在耐热容器内进行,并且在不断搅拌下,慢慢地将浓硫酸加入水中。绝对不能将水加注到浓硫酸中,这种做法会使产生的热大量集中,使酸液溅射,非常危险。在溶解氢氧化钠、氢氧化钾等发热物质时,也必须在耐热容器中进行。

(4) 取下正在沸腾的水或溶液时,须用烧杯夹夹住摇动后取下,以防突然剧烈沸腾溅出溶液伤人。

(5) 切割玻璃管(棒)及给瓶塞打孔时,易造成割伤。往玻璃管上套橡胶管或将玻璃管插进橡胶塞孔内时,必须正确选择合适的匹配直径,先将玻璃管端面烧圆滑,冷却后用水或甘油湿润管壁及塞孔,并用布裹住手,以防玻璃管破碎时割伤手。把玻璃管插入塞孔内时,必须握住塞子的侧面,不能把它撑在手掌上。

(6) 装配或拆卸玻璃仪器装置以及仪器设备时,要小心地进行,最好佩戴纱手套,防备玻璃仪器破损割手或锋利硬质物件伤手。

(7) 为了预防化学实验过程中实验人员受到化学污染、化学烧伤和化学气体中毒,实验过程必须做到:穿实验服,不穿拖鞋;特殊实验必须佩戴手套、佩戴防护眼镜、口罩或防毒面具;不在实验室抽烟、饮食;离开实验室前必须洗手,不把实验用品带到生活区。

2.5 X射线的安全防护

物理化学实验要用到X射线。X射线被人体组织吸收后,对人体健康是有害的。长期反复接受X射线照射,会导致疲倦、记忆力减退、头痛、白血球降低等症状。一般晶体X射线衍射分析用的软X射线(波长较长、穿透能力较低)比医院透视用的硬X射线(波长较短、穿透能力较强)对人体组织伤害更大。轻者造成局部组织灼伤,如果长时期接触,重者可造成白血球下降、毛发脱落,发生严重的射线病。但若采取适当的防护措施,上述危害是可以预防的。最基本的一条是防止身体各部(特别是头部)受到X射线照射,尤其是受到X射线的直接照射。因此要注意X光管窗口附近用铅皮(厚度在1 mm以上)挡好,使X射线尽量限制在一个局部小范围内,不让它散射到整个房间。在进行操作(尤其是对光)时,应佩戴防护用具(特别是铅玻璃眼镜)。操作人员站的位置应避免直接照射。操作完,用铅屏把人与X光机隔开;暂时不工作时,应关好窗口,非必要时,人员应尽量离开X光实验室。室内应保持良好通风,以减少由于高电压和X射线电离作用产生的有害气体对人体的影响。

2.6 汞中毒的预防

目前物理化学实验室还会接触带汞的仪器,有时也会做带汞的实验。汞是在温度 $-39\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上唯一能保持液态的金属。它易挥发,其蒸气极毒。经常与汞蒸气接触会引起慢性中毒。室温下,在空气中汞的饱和蒸气的含量达 $1.5 \times 10^{-2} \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。若实验人员经常在含汞量达到 $1 \times 10^{-2} \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的空气中活动,就会发生慢性汞中毒。汞能聚积于体内,其毒性是积累性的。如果每日吸入 $0.05 \sim 0.1 \text{ mg}$ 汞蒸气,数月之后就有可能发生汞中毒。

使用汞的实验室应有通风设备,保持室内空气流通,其排风口不设在房间的上部,而设在房间的下部。因为汞蒸气重,多沉积于空间的下部。汞应储存于厚壁带塞的瓷瓶或玻璃瓶中,每瓶不宜放得太多,以免过重使瓶破碎。汞的操作最好在瓷盘中进行,以减少散落机会。为了减少汞的蒸发,降低空气中汞蒸气的含量,通常在汞液面上覆盖一层水或甘油。

对于溅落于台面或地面的汞,应尽可能地拣拾起来。颗粒直径大于 1 mm 的汞可用滴管吸取,或用拾汞片(铜汞齐片)收取(拾汞片制备法:将约 0.2 mm 厚的条形铜片浸入用硝酸酸化过的硝酸汞溶液中,这时汞即镀于铜片上成拾汞片)。把散落的汞全部收拾之后,再撒上多硫化钙、硫黄、漂白粉等任一物质的粉末,或喷洒 20% 三氯化铁溶液,使汞转化成不挥发的难溶盐,干后扫除干净。对于吸附在墙壁上、地板上及设备表面上的汞,可采用加热熏蒸碘的方法除去。离开实验室前关闭门窗,按每平方米 0.5 g 碘的质量,加热熏蒸碘,碘蒸气即可固定散落的汞。

三氯化铁及碘对金属有腐蚀作用,用其处理汞时要注意对精密仪器的保护。

2.7 实验室环境污染控制

化学实验会产生“三废”(废液、废气、废渣),科学和合理地解决“三废”的收集、处理和排放问题,是保障生命健康安全需要,是环境保护和可持续发展的需要。

不同化学反应涉及的化学反应物和产物不同,产生的“三废”中所含的化学物质及其毒性也不同,数量也有较大差别。实验室产生的“三废”的排放必须遵守我国环境保护的有关规定。

1. 废气

在实验室进行可能产生有害废气的操作时,都应在有通风装置条件下进行,如加热酸、碱溶液和有机物的硝化、分解等都应于通风装置中进行。原子光谱分析仪的原子化器部分都产生金属的原子蒸气,必须有专用的通风装置把原子蒸气抽出室外。汞的操作室必须有良好的全室通风装置,其通风口通常在墙的下部。实验室排出的废气量较少时,一般可由通风装置直接排至室外,但排气口必须高于附近屋顶 3 m。少数实验室若排放毒性大且量较多的气体,可参考工业废气处理办法,在排放废气之前,采用吸附、吸收、氧化、分解等方法进行预处理。

2. 废液

化学实验室产生的废液绝不能直接排入下水道。必须分类接收,集中存放,定期处理。对于无机酸类废液,可先收集于陶瓷缸或塑料桶中,然后以过量的碳酸钠或氢氧化钙水溶液中和,或用废碱中和,中和后用大量水冲稀排放。对于氢氧化钠、氨水类废碱液,应用稀废酸中和后再用大量水冲稀排放。

对于含有毒金属的废液,如含汞、砷、镉、铋等离子的废液,含氟含氰废液以及有机类废液,应用瓶分装,定期送至国家认可的化学废液废物处理部门作安全处理。

3. 废渣

化学实验室产生的有害固体废渣的量通常是不多的,但也不能将为数不多的废渣作为生活垃圾处理。必须分类收集,定期送至国家认可的化学废液废物专业部门作安全处理。

2.8 化学实验室的一般急救规则

(1) 普通轻度烧伤,可用清凉剂擦于创伤处,并包扎好;略重的烧伤可视烧伤情况立即送医院处理;遇有休克的伤员应立即通知医院前来抢救、处理。

(2) 化学烧伤时,应迅速解脱衣服,首先清除残存在皮肤上的化学药品,然后用水多次冲洗,同时视烧伤情况立即送医院救治或通知医院前来救治。

(3) 眼睛受到任何伤害时,应立即请眼科医生诊断。但化学灼伤时,应分秒必争,在医生到来前即抓紧时间,立即用蒸馏水冲洗眼睛,冲洗时必须用细水流,而且不能直射眼球。

(4) 小的创伤可用消毒镊子或消毒纱布把伤口清洗干净,并用3.5%的碘酒涂在伤口周围,包扎好。若出血较多时,可用压迫法止血,同时处理好伤口,扑上止血消炎粉等药,较紧地包扎好即可。较大的创伤或者动、静脉出血,甚至骨折时,应立即用急救绷带在伤口出血部上方扎紧止血,用消毒纱布盖住伤口,立即送医院救治。但止血时间长时,应每隔1~2h放松一次,以免肢体缺血坏死。

(5) 对中毒者的急救主要在于把患者送往医院或医生到达之前,尽快将患者从中毒物质区域中移出,并尽量弄清致毒物质,以便协助医生排除中毒者体内毒物。如遇中毒者呼吸停止,心脏停搏时,应立即施行人工呼吸、心脏按摩,直至医生到达或送到医院为止。

(6) 有人触电时应立即切断电源或设法使触电人脱离电源;患者呼吸停止或心脏停止跳动时应立即施行人工呼吸或心脏按摩。特别注意出现假死现象时,千万不能放弃抢救,要尽快送往医院救治。

常见化合物烧伤的急救或治疗方式见表 I - 2 - 3。

表 I - 2 - 3 常见化合物烧伤的急救或治疗方式

化学试剂种类	急救或治疗方式
碱类:氢氧化钠(钾)、氨、氯化钙、碳酸钾	立即用大量水冲洗,然后用2%乙酸溶液冲洗,或撒敷硼酸粉,或用2%硼酸水溶液洗。如为氧化钙灼伤,可用植物油涂敷患处
碱金属氰化物、氢氰酸	先用高锰酸钾溶液冲洗,再用硫化铵溶液冲洗
溴	用1体积25%氨水+1体积松节油+10体积95%乙醇的混合液处理
氢氟酸	先用大量冷水冲洗直至伤口表面发红,然后用5%碳酸氢钠溶液洗,再以甘油与氧化镁(2:1)悬浮液涂抹,再用消毒纱布包扎;或用冰镇乙醇溶液浸泡
铬酸	先用大量水冲洗,再用硫化铵稀溶液漂洗
黄磷	立即用1%硫酸铜溶液洗净残余的磷,再用0.01%高锰酸钾溶液湿敷,外涂保护剂,用绷带包扎
苯酚	先用大量水冲洗,然后用(4+1)70%乙醇-氯化铁($1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$)混合溶液洗
硝酸银	先用水冲洗,再用5%碳酸氢钠溶液漂洗,涂油膏及磺胺粉
酸类:硫酸、盐酸、硝酸、乙酸、甲酸、草酸、苦味酸	先用大量水冲洗,然后用5%碳酸钠溶液冲洗
硫酸二甲酯	不能涂油,不能包扎,应暴露患处让其挥发

2.9 化学实验室安全设施

(1) 楼层有消火栓和安全撤离通道。

(2) 实验室备有医药箱,箱内必备药品有纱布、棉签、胶布、创可贴、医用酒精棉球、云南白药、碘酒、红药水、红花油、烫伤膏等。