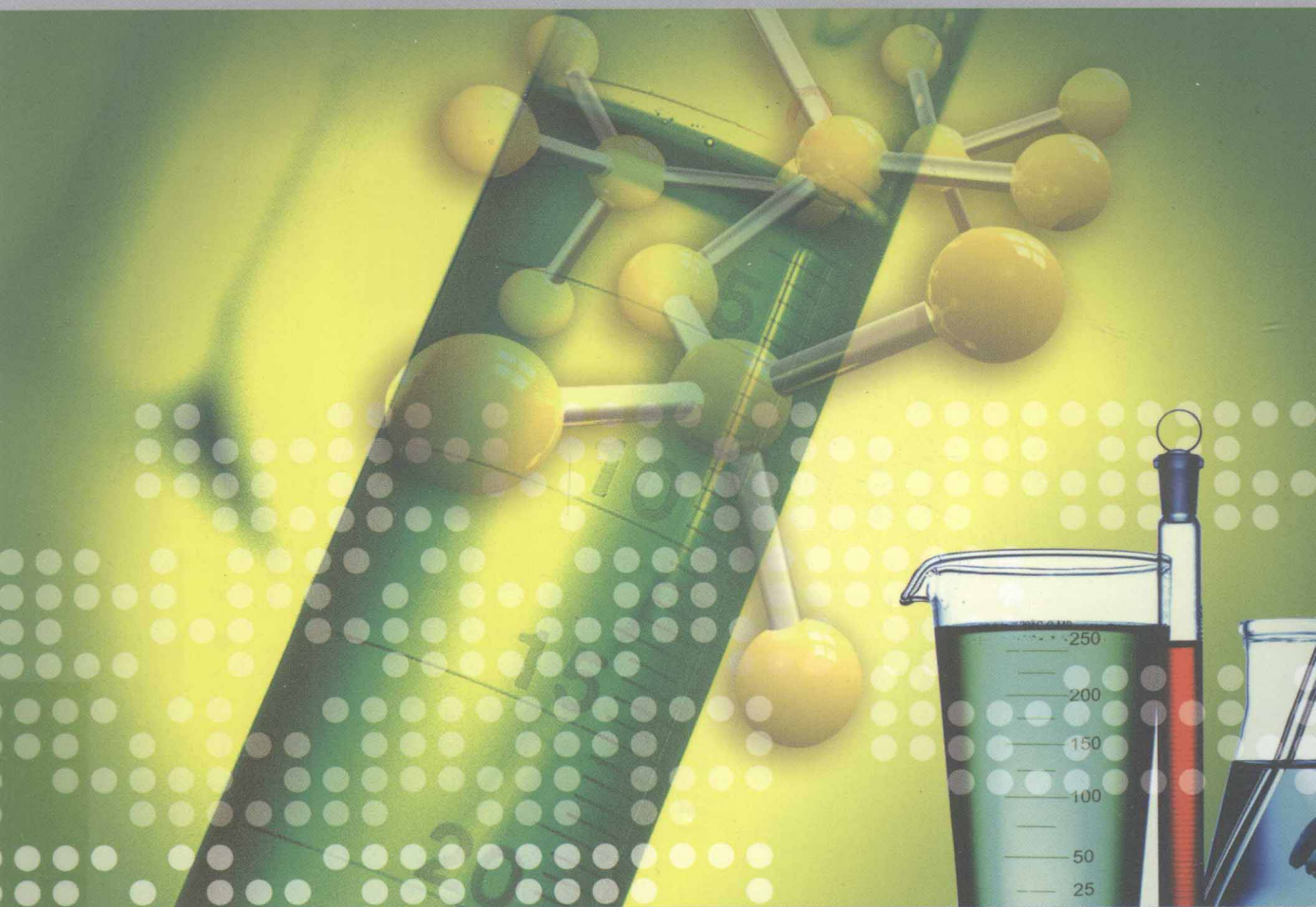


分析化学实验与指导

FENXI HUAXUE SHIYAN YU ZHIDAO

主编 施虹



大连海事大学出版社

分析化学实验与指导

主编 施虹

大连海事大学出版社

© 施虹 2012

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验与指导 / 施虹主编. —大连: 大连海事大学出版社, 2012. 3
ISBN 978-7-5632-2667-2

I. ①分… II. ①施… III. ①分析化学—化学实验—高等学校—教材 IV. ①O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 030926 号

大连海事大学出版社出版

地址:大连市凌海路 1 号 ~~邮编:116026~~ 电话:0411-84728394 传真:0411-84727996

<http://www.dmupress.com> E-mail: cbs@dmupress.com

大连金华光彩色印刷有限公司印装 大连海事大学出版社发行

2012 年 3 月第 1 版 2012 年 3 月第 1 次印刷

幅面尺寸:185 mm × 260 mm 印张:8

字数:190 千 印数:1~550 册

责任编辑:苏炳魁 版式设计:诚 峰

封面设计:王 艳 责任校对:王桂云

ISBN 978-7-5632-2667-2 定价:19.00 元

内容提要

全书共分四章,内容包括绪论、分析化学实验基本知识、分析化学实验常用仪器简介、分析化学实验,其中有 10 个基础分析实验、4 个仪器分析实验、5 个综合设计性实验,这些实验可供相关专业的学生选做。

本书可供环境工程、材料工程、化工等专业学生作为分析化学实验课的基础训练教材,还为实验指导教师及实验技术人员在实验教学和实验室管理方面提供参考。

前 言

化学实验教学的目的是不只是培养学生的基本实验技能和动手实践能力,更重要的是培养学生的科学思维、创新意识和研究能力。化学实验教材建设是实现这一目的的重要保证。本教材是在上海海事大学海洋环境与工程学院环境工程实验室多年来对环境工程、材料科学与工程等专业学生开设分析化学实验课的基础上,同时充分吸收兄弟院校化学实验教学经验而编写的。

本教材旨在帮助学生建立较完整的分析化学实验知识结构体系,强调给予学生实验方法的指导,提高学生自主学习的能力。本教材的特色是精选实验内容,满足分析化学实验知识系统化和少课时的需要,将实验与实验指导融为一体,便于学生学习。

本教材共四章,内容包括绪论、分析化学实验基本知识、分析化学实验常用仪器简介、分析化学实验。分析化学实验包括基础分析实验、仪器分析实验和综合设计性实验三大类。

第一类基础分析实验,涵盖了酸碱滴定、络合滴定、氧化还原滴定和沉淀滴定的分析原理和内容,同时包括误差理论。通过该部分实验,培养学生掌握分析化学实验的基本操作和基本实验技能,使分析化学实验的基本训练系统化。

第二类仪器分析实验,包括紫外-可见分光光度法、原子吸收分光光度法和气相色谱法实验,通过该类实验,使学生对仪器分析有初步的认识。

第三类综合设计性实验,融多样化教学形式于一体,学生在教师指导下,自行查阅相关资料、自行设计实验方案来完成。该类实验给学生创造了独立分析问题、解决问题的机会,重在科研能力的训练和创新思维的培养。

分析化学实验是化学、化工、机械工程、环境工程及安全工程等专业本科生必修的一门实验课,根据上述实验内容和选择原则,共选编了19个实验,供少课时分析化学实验任课教师根据实验室的具体情况选取。本教材除适合环境工程、材料工程专业学生开设分析化学实验课程的实验教学需要外,还可供相关专业学生学习分析化学实验课程选用,还为实验指导教师及实验技术人员在实验教学和实验室管理方面提供参考。

本书由施虹主编,刘光明主审,在编写过程中参阅了大量的化学、化学实验教材,在此对所参考教材的作者致以诚挚的感谢。在教材编写过程中得到环境工程实验室孙丹、姚鑫、魏芳和杨开亮老师的大力支持,并提出宝贵的意见,在此表示衷心感谢。由于编者水平有限,书中难免有疏漏,诚挚欢迎读者对书中不妥之处提出批评、建议,编者对此表示谢忱。

编 者
2012年1月



目 录

第一章 绪论	(1)
第一节 实验目的和意义	(1)
第二节 实验室规则	(1)
第三节 实验安全及意外事故的处理	(2)
第四节 气体钢瓶的使用注意事项	(7)
第五节 绿色化学	(8)
第二章 分析化学实验基本知识	(10)
第一节 实验用水	(10)
第二节 化学试剂	(12)
第三节 试纸的使用	(13)
第四节 溶液的配制	(14)
第五节 数据处理与统计	(16)
第六节 实验预习和实验报告	(18)
第七节 实验成绩评定	(20)
第三章 分析化学实验常用仪器简介	(22)
第一节 常用玻璃仪器简介	(22)
第二节 常用玻璃仪器的洗涤和干燥	(22)
第三节 常用仪器的使用	(24)
第四节 电光仪器的使用	(31)
第四章 分析化学实验	(46)
第一节 基础分析实验	(46)
实验一 食用醋中醋酸含量的测定	(46)
实验二 混合碱中碳酸钠和碳酸氢钠含量的测定	(50)
实验三 缓冲溶液的配制及 pH 的测定	(55)
实验四 自来水总硬度的测定	(59)
实验五 混合液中铜、锌含量的测定	(65)
实验六 铅、铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的连续测定	(68)
实验七 直接碘量法测定维生素 C	(70)
实验八 可溶性氯化物中氯含量的测定——莫尔 (Mohr) 法	(74)



实验九 可溶性氯化物中氯含量的测定——佛尔哈德(Volhard)法	(77)
实验十 土壤中硫酸根含量的测定	(79)
第二节 仪器分析实验	(82)
实验十一 邻二氮菲吸光光度法测定微量铁	(82)
实验十二 火焰原子吸收分光光度法测定自来水中的钙	(86)
实验十三 石墨炉原子吸收法测定土壤中铅、镉	(89)
实验十四 气相色谱法测定酒中乙酸乙酯	(93)
第三节 综合设计性实验	(96)
实验十五 高锰酸钾法测定钙制剂中的钙含量——氧化还原滴定法综合设计实验	(96)
实验十六 重铬酸钾法测定试样中二价和三价铁含量——氧化还原滴定法综合设计实验	(97)
实验十七 含铬(VI)废液的处理与测定——比色法综合设计实验	(97)
实验十八 船舶压载水中活性磷酸盐的测定	(98)
实验十九 原子吸收法测定船舶压载水中的铜离子	(100)
附 录	(101)
1. 常用仪器的规格、用途及注意事项	(101)
2. 常用酸、碱的密度和浓度	(105)
3. 定性分析试液配制方法	(105)
4. 常用基准物质的干燥条件和应用范围	(107)
5. 标准溶液的配制和标定	(107)
6. 特殊试剂的配制	(110)
7. 缓冲溶液	(111)
8. 某些氢氧化物沉淀和溶解时所需的 pH	(112)
9. 常用各种指示剂	(112)
10. 弱酸、弱碱的解离常数	(115)
11. 金属—常见无机配体配合物的稳定常数	(117)
12. 金属—乙二胺四乙酸(EDTA)配合物的稳定常数	(118)
13. EDTA 的值 $\lg\alpha_{Y(H)}$	(118)
参考文献	(119)



第一章 绪论

第一节 实验目的和意义

化学是一门研究物质性质及其变化规律的科学。化学学科迅猛发展,为相关学科的发展提供了知识基础。因此,化学无论是作为基础学科,还是作为其他学科的基础,是任何其他学科所无法代替的,几乎渗透到现代社会的所有领域。化学已成为环境工程、安全工程及材料科学等专业的重要基础课程。

化学是一门实验科学。许多化学理论和规律都源自实验,同时,这些理论和规律的应用也要通过实验来验证。因此,化学实验教学在培养未来从事与化学学科相关的工作者的大学教育中占有相当重要的地位。

分析化学实验是高等院校化学及相关专业学生入学后最先接触的实验课之一,尤其对环境工程专业而言,是学好其他化学实验课程的前提和基础。通过实验,学生可以直接获得测定物质组成、结构和含量的方法,加深对分析化学基本知识和基本理论的理解和掌握,并运用这些知识和理论指导实验,同时有助于后续课程的学习和毕业论文阶段的实验指导。

本实验课程分基础分析实验、仪器分析实验和综合设计性实验。通过基础分析实验,学生可以了解确定物质组成、含量和结构的各种分析方法;正确和熟练地掌握常用仪器的使用、基本操作和技能;掌握常见基准试剂和指示剂的使用;掌握常用的滴定方法,确立严格的“量”的概念,并学会运用误差分析理论正确处理实验数据。

通过仪器分析实验,学生可以掌握现代分析仪器的分析方法,了解学科发展的前沿。

通过综合设计性实验,学生由提出问题、查阅资料、设计方案、动手实验、观察现象、测定数据,然后加以正确处理和总结,并把实验结果正确表达出来,学生可以全面系统地学习化学实验的全过程。综合培养学生动手、观察、查阅、记忆、思维、想象和表达等能力,从而使具备分析问题、解决问题的独立工作能力,使学生具备从事科学研究的初步能力。

总之,通过分析化学实验,学生能够养成严谨、实事求是的科学态度,树立勇于开拓的创新意识,提高综合素质,为后续化学课程的学习、参加工作和开展科学研究打下坚实的基础。

第二节 实验室规则

分析化学实验室规则能保持正常的实验环境和工作秩序,防止意外事故发生。遵守实验室规则是做好实验的前提和保障,同学们必须严格遵守。

1. 实验前一定要做好预习和实验准备工作,明确实验目的,了解实验的基本原理、方法和注意事项。
2. 遵守纪律,不迟到、不早退,保持肃静,不准大声喧哗,不得随意走动。



3. 实验时集中精神、认真操作、仔细观察、积极思考,认真做好实验数据记录,不准随意涂改数据。

4. 爱护国家财产,小心使用仪器和实验设备,注意节约使用水和电。实验中要使用自己领用的仪器,不得随意动用他人的仪器,如有损坏,必须及时登记补领。

5. 实验仪器应整齐地摆放在实验台上,保持台面的清洁。实验中产生的废纸等应倒入垃圾箱内,废液必须小心倒入废液缸内。

6. 按规定量取药品,注意节约。取药品时要小心,以防洒落在实验台上。药品自瓶中取出后不能放回原瓶中。称取药品后,应及时盖好瓶盖,放在指定的地方,不得擅自移动药品的位置。

7. 使用精密仪器时,必须严格按照操作规程进行操作,操作前仔细阅读仪器操作规程,避免损坏仪器。如发现仪器有故障,应立即停止使用,报告指导教师,及时排除故障。

8. 加强环境保护意识,采取积极措施,减少有毒气体和废液对大气、水和环境的污染。产生有毒气体的实验应在通风橱内进行。

9. 实验完成后,应将自己所用仪器洗净并整齐摆放在实验台抽屉内,清洁实验台,公用仪器使用完毕后应洗净,放回原处。指导教师检查完毕并签字后,方可离开实验室。

10. 实验结束后,值日生负责打扫和整理实验室,关闭水、电,并关上窗户。经教师检查合格后,方可离开实验室。

第三节 实验安全及意外事故的处理

安全是化学实验室中永恒的话题。在分析化学实验室中安全主要包括两个方面:实验室的公共安全(防火、防爆炸、防室内毒气)和实验者自身安全(防玻璃割伤、划伤;防试剂烧伤、腐蚀;防仪器、设备烫伤、击伤等)。

在进行实验室设计建造时,设计者已经充分考虑到了实验室的公共安全问题。因此作为学生,进入实验室进行实验之前,首先要熟悉整个实验中心的建筑环境以及所在实验室的环境。以下的这些场景要素是必须特别注意的:各楼层及所在实验室的紧急出口位置;消防栓、实验室灭火器、石棉布摆放位置;紧急淋浴器的地点、实验室洗眼器的安装位置(图 1-1);实验室的总电源控制柜的位置;燃气总阀、供水总阀的位置等。

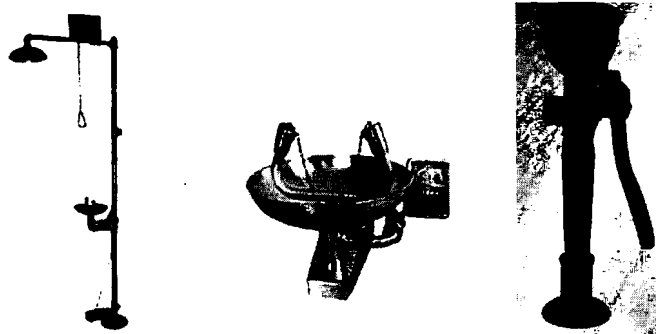


图 1-1 紧急淋浴器与洗眼器



在分析化学实验中经常会接触到各种化学物质,例如,易燃溶剂、易燃易爆的气体 and 药品、有毒药品、腐蚀性药品等,这些药品如果使用不当,就有可能造成爆炸、起火、中毒、灼伤等事故。此外,煤气、酒精灯、电炉以及电气设备等使用处理不当也会造成着火、爆炸、触电、漏水等事故。但是,只要实验者集中注意力,严格执行操作规程,加强安全措施,这些事故都是可以预防和避免的。因此,实验者必须特别重视实验安全,绝不能麻痹大意。

一、实验室安全守则

为了确保安全,在分析化学实验室中必须做到如下几点:

1. 必须经过安全守则及安全防护知识的学习,方可进入实验室进行实验。
2. 坚决禁止在实验室进食或吸烟,不准把食品带入实验室内,严禁试食化学药品。
3. 指导老师需不定期检查学生对于实验室安全知识的掌握情况。
4. 进出实验室应经指导老师或实验工作人员的同意。
5. 做实验前必须充分预习。“充分预习”不是把讲义抄一遍或看一遍,而是要彻底掌握实验的内容、实验操作过程、实验过程中可能出现的问题及处理。
6. 养成良好的自我保护习惯,做实验时必须穿长袖工作服、戴眼镜,不能光脚穿凉鞋。
7. 严格按照实验操作规程做实验,实验时必须集中精力和注意力,不得在实验室嬉戏、闲聊、听音乐、看其他与实验无关的书籍,擅离自己实验台。
8. 实验开始前应仔细检查仪器是否完好无损,装置是否正确稳妥。
9. 量取强腐蚀性的试剂必须戴防护手套。若要进行可能发生危险的实验,必须事先有针对性地了解和制定预防事故发生的措施。在反应过程中可能产生有毒或有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行。
10. 实验进行时经常注意仪器有无漏气、碎裂,注意反应是否正常进行等情况。
11. 实验中所用药品,不得随意散失、遗弃。对反应中产生有害气体的实验应按规定处理,废弃药品按规定回收处理,以免污染环境,影响身体健康。
12. 充分熟悉实验室内各种安全用具和设备的使用情况,如石棉布、灭火器、沙桶、洗眼器、淋浴器等,注意急救箱等器材的放置地点和使用方法,并加以爱护、定期检查与演练。安全用具及急救药品不准移做他用。
13. 严格遵守化学试剂的领用和管理制度,除特殊原因经有关负责人批准外,不准将化学试剂带出实验室。
14. 实验结束后,应该仔细洗手,以防化学药品中毒。最后离开实验室的人员应检查室内是否存在火灾、爆炸或漏水、漏气的隐患。
15. 如果发生被割伤、烫伤等小型事故,应尽快向指导教师汇报,做初步的处理后,到医院请医生医治。如果在实验过程中突然起火,不要惊慌失措,而应切断电源,用石棉布、湿布等物品将火源盖灭,不可乱用水浇,必要时使用合适的灭火器。

二、危险品的使用

1. 浓酸和浓碱具有强腐蚀性,不要把它们洒在皮肤或衣服上,废酸应倒入废液缸中,但不要向里再倒碱液,以免酸碱中和产生大量的热而产生危险。
2. 强氧化剂(如高氯酸、氯酸钾等)及其混合物(氯酸钾与红磷、碳、硫等的混合物)不能研



磨或撞击,否则易发生爆炸。

3. 银氨溶液放久后会变成氮化银而引起爆炸,因此用剩的银氨溶液应及时处理。

4. 活泼金属钾、钠等不要与水接触或暴露在空气中,应保存在煤油中,用镊子取用。

5. 白磷有剧毒,并能灼伤皮肤,切勿与人体接触。白磷在空气中易燃,应保存在水中。取用时应在水中切割,用镊子夹取。

6. 产生氢气的装置要远离明火。点燃氢气前要检查氢气的纯度。进行产生大量氢气的实验时,应把废气通至室外,并注意室内的通风。

7. 有机溶剂(乙醇、乙醚、苯、丙酮等)易燃,使用时一定要远离明火。用后要把瓶塞塞紧,放在阴凉的地方,最好放入沙桶内。

8. 进行能产生有毒气体(如氟化氢、硫化氢、氯气、一氧化碳、二氧化碳、二氧化硫、溴等)的反应及加热浓盐酸、硝酸、硫酸时,均应在通风橱中进行。

9. 汞易挥发,在人体内会积累起来,引起慢性中毒。可溶性汞盐、铬的化合物、氰化物、砷盐、铋盐、镉盐和钡盐都有毒,不得进入口内或接触伤口,其废液也不能倒入下水道,应统一回收处理。为了减少汞液面的蒸发,可在汞液面上覆盖化学液体:甘油的效果最好,5% $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 溶液次之,水的效果最差。对于溅落的汞应尽量用毛刷蘸水收集起来,撒落过汞的地方可以撒上多硫化钙、硫磺粉或漂白粉,或喷洒药品(如 FeCl_3 浓溶液)使汞生成不挥发的难溶盐,并要扫除干净。

三、预防事故发生

为了很好地预防实验室事故的发生,要做到以下几个方面:

1. 实验室内禁止吸烟、进食,禁止穿拖鞋,进入实验室必须穿工作服。

2. 禁止用手直接取用任何化学药品,使用有毒药品时,除用药匙、量器外,必须戴橡皮手套,实验后马上清洗仪器用具,立即用肥皂洗手。实验过程中严格遵守各种试剂的配制和添加程序;加试剂时,不得俯视容器,以免飞沫溅出引起事故。

3. 用移液管、吸量管移取浓酸、浓碱等有毒液体时,禁止用口吸取,应用吸球或移液器吸取。严禁冒险品尝药品试剂,不得用鼻子直接嗅气体,而是用手轻轻扇动容器口上方的空气,使带有一小部分该气体的气流飘入鼻孔。

4. 在用分液漏斗萃取和洗涤时,必须用两只手分别扣紧分液漏斗的两个塞子,以防漏气或漏出腐蚀性液体伤手,在摇动过程中要不时从旋塞处放气,以免内部压力过大而发生爆炸。

5. 开启储有挥发性液体的瓶塞时必须充分冷却。开启时瓶口必须指向无人处,以免因液体喷溅而遭到伤害。如遇瓶塞不易开启时,必须注意瓶内储物的性质,切不可贸然用火加热或敲瓶塞等。

6. 在进行蒸馏时,容器内不能完全蒸干,同时装置严禁密闭体系操作;另外,蒸馏易燃溶剂时装置切勿漏气,接收器支管应与橡皮管相连,使余气通向水槽或室外。减压蒸馏时,除克氏蒸馏头和冷凝管外,蒸馏的容器和接收容器必须是耐压的圆底烧瓶和梨形瓶。

7. 加热试管里的液体或易爆进的固体时,管口不得对准人,也不得俯视正在加热的液体,以免液体突然溅出引起烫伤。加热的液体总体积不得超过容器体积的三分之二。不耐热的容器,一般不能用于直接加热或盛放太热的液体。

8. 凡需加热到沸腾的溶液必须在加热前加入沸石,以防溶液因过热爆沸而冲出;若发现



未放沸腾石,应立即停止加热,待稍冷后再放,否则会导致液体迅速沸腾,冲出瓶外;如果沸腾过程中停火冷却,随后再加热沸腾需重新添加沸腾石。

9. 使用氢气、乙炔等易燃、易爆气体时,要保持室内空气畅通,严禁明火。并防止由于敲击、摩擦或电气开关等产生的火花,气体装置要远离明火。

10. 易燃有机溶剂在室温时具有较大的蒸气压。当空气中易燃有机溶剂的蒸气达到爆炸极限时,遇到明火即发生燃烧爆炸。而且,有机溶剂蒸气都较空气的密度大,会流至桌面或地面漂移至较远处,或沉积在低洼处。因此,切勿将易燃溶剂倒入废物缸中,更不能用广口容器或敞口容器盛放易燃溶剂,用后要把瓶塞塞紧,放在阴凉的地方,不得靠近火源。

11. 对有可能在操作时存在危险性的实验,操作时要特别小心。如存放强氧化剂时要和有机药品分开;强氧化剂(如氯酸钾)和某些化合物(如氯酸钾与红磷、碳、硫等的化合物)易发生爆炸,保存及使用这些药品时,应特别注意安全。

12. 使用有毒药品时应认真操作,妥善保管,不许乱放。实验中所有剧毒物质应有专人负责收发,并向使用者提出必须遵守的操作规程。实验后的有毒残渣必须经过妥善和有效的处理,不准乱丢。

13. 使用电器时,应防止人体与电器导电部分直接接触,不能用湿手接触电插头。为了防止触电,装置和设备的金属外壳等都应连接地线。实验后切断电源,再将连接电源的插头拔下。

四、意外事故的处理

化学实验中,使用的药品种类繁多,多数属易燃、易挥发、毒性和腐蚀性物品,实验中又多采用电炉、酒精灯等加热手段,大大增加了实验的潜在危险性。若操作不慎,极易发生着火、中毒、灼伤、爆炸、触电、漏水等事故。但如果做好防护措施,掌握正确的防护规程,以上诸事故均可完全避免。一旦遇到事故应立即采取适当措施并报告教师,如有受伤者,应简单处理后立即送往相应医院。

1. 失火

对易燃物保存不合理,使用不恰当,加热过程违反操作规程等原因,常会发生失火事故。一旦发生了火灾,应保持沉着冷静,并采取各种相应措施。首先,应立即切断电源,熄灭附近所有的火源,并移开附近的可燃物质,如有防火布或耐热板可立即用于隔离火源,然后根据燃烧物品的性质采取不同的灭火方法。

(1) 固体物品着火时,可用防火布覆盖燃烧物并撒上细沙或用水扑灭。如果火焰不是很大,使用二氧化碳灭火器最为方便。

(2) 油浴和有机溶剂等液体着火时,可用防火布覆盖燃烧物并撒上细沙。应设法使液体不流散以防火焰蔓延。不溶于水,相对密度又比水小的液体(如苯、乙醚、汽油等)燃烧时,切勿用水扑灭。

(3) 身上或衣服上着火时,不要到处乱跑,必须迅速用厚布盖住身体,或者及时躺在地上打滚(以免火焰烧向头部)直至火完全熄灭,或者迅速脱掉着火衣物并把火熄灭,或者用自来水冲淋。

(4) 电器着火时,应立即切断电源,并选择合适的方法扑灭火苗,或者使用二氧化碳灭火器或干粉灭火器,切忌用泡沫灭火器。



2. 割伤

割伤时,要先取出伤口中的玻璃或固体物,再用消毒棉棒把伤口清理干净,或用蒸馏水洗干净后,涂碘酒或紫药水等抗菌药类,用消毒纱布包扎,防止感染。

3. 烫伤

一旦被火焰、蒸汽等烫伤时,立即将伤处用大量水冲洗,以迅速降温避免深度烧伤。对轻微烫伤,可用高锰酸钾溶液湿润伤口至皮肤变为棕色,然后涂上鞣酸油膏、烫伤膏、獾油或香油。

4. 灼伤

加热固体、液体时,应防止热物进出容器烫伤皮肤,尤其是眼睛。如果由于不慎或其他原因烫伤皮肤,可用大量自来水反复冲洗,再用5%高锰酸钾溶液润湿伤处,或用苏打水洗涤,然后擦上烫伤药膏或凡士林并用纱布包扎。

(1)酸灼伤:酸灼伤皮肤立即用大量水洗,以免深度烧伤,再用3%~5%的碳酸氢钠溶液或稀氨水冲洗,最后再用水洗。擦干后涂些烫伤药膏,或急救后送医疗单位。酸溅入眼内,用1%碳酸氢钠溶液,严禁用稀氨水。

(2)碱灼伤:碱灼伤皮肤立即用大量水洗,再用1%~2%硼酸溶液(或20g/L的乙酸溶液)清洗,最后用水清洗。严重时同上处理。如果碱溅入眼内,用硼酸溶液洗后再用水洗。

(3)溴灼伤:被溴灼伤后的伤口一般是不易愈合的,必须严加防范。凡用溴时,都必须预先配制好适量的20%的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液备用。一旦有溴沾到皮肤上,立即用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液冲洗,再用大量水冲洗干净,然后涂上鱼肝油软膏,包上消毒纱布后就医。

(4)氢氟酸和氟化物:一旦接触对体会造成严重的烧伤,并具有毒性。氢氟酸或氟化物接触皮肤后,并不马上感到疼痛,当其感到疼痛时,却已造成了难以愈合的创伤。所以必须戴手套操作。万一溅到皮肤上,立即用大量水冲洗,再用5% Na_2CO_3 或1%氨水冲洗,然后涂上新配制的20% MgO 甘油悬浮液。

(5)钠灼伤:可见的小块钠用镊子移去,其余处理与碱灼伤相同。

5. 腐蚀

溴、白磷、浓酸、浓碱对人体皮肤和眼睛具有强烈的腐蚀作用,有些固态物质(如重铬酸钾)在研磨时扬起的细尘对皮肤及神经也有破坏作用,做任何实验时都应注意保护眼睛,使其不受任何试剂的侵蚀。受白磷侵蚀时,伤处应立即用1%的硝酸银溶液或2%的硫酸铜溶液或浓的高锰酸钾溶液擦洗,然后用2%硫酸铜溶液润湿过的绷带覆盖在伤处,最后包扎。如果眼睛受腐蚀,必须及时用洗眼器,使用大量的水冲洗,然后迅速送医院治疗。

6. 中毒

在化学实验室中,使用具有毒性的试剂为数不少,实验前应该熟悉实验用的毒性试剂的性状、使用规则及预防中毒的常识,实验时应严格按照实验方法使用,实验完毕必须立即收集处理,用剩的毒性试剂及有毒的废液应交给指导教师,不得随便乱放,以确保安全。实验中一旦皮肤接触有毒物质时,应及时处理。

误食有毒化学品的危险性重大,因此在化学实验室中必须养成良好的工作习惯,实验时应确保手和衣物不沾染毒物,实验后应把手洗净,以免毒物引入口中。如果万一不慎发生中毒应根据毒性物质给予解毒剂,并立即送医疗单位。



(1) 腐蚀性毒物:对于强酸,先饮大量水,然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白;对于强碱,也应先饮大量水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白。无论酸或碱中毒都要再给予牛奶灌注,不要吃呕吐剂。

(2) 刺激剂及神经性毒物:先用牛奶和鸡蛋白使之立即冲淡和缓和,再用一大匙硫酸镁(30 g)溶于一杯水中催吐。有时也可用手指伸入喉部催吐,然后立即送医疗单位。

(3) 吸入气体中毒:先将中毒者移至室外有新鲜空气的地方,解开衣服纽扣并使其嗅闻解毒剂蒸气。吸入少量氮气和溴时,可用碳酸氢钠漱口。

(4) 皮肤沾染毒物:必须先用大量水冲洗,再用消毒剂洗涤。如沾染毒物的地方有伤疤,应迅速处理并立即请医生治疗。

第四节 气体钢瓶的使用注意事项

气体钢瓶是用无缝碳素钢或合成钢制成,用于储存介质压力在 1.520×10^7 Pa 以下的气体。不同类型气体钢瓶其外表所漆的颜色和标记颜色等有统一规定。我国钢瓶常用的标记列于表 1-1。

表 1-1 部分气体钢瓶的标记

气体钢瓶名称	外表颜色	字体颜色	字样	性质	钢瓶内气体状态
氧气	天蓝	黑	氧	助燃	压缩气体
压缩空气	黑	白	压缩空气	助燃	压缩气体
氯气	草绿	白	氯	助燃	液态
氢气	深绿	红	氢	易燃	压缩气体
氨气	黄	黑	氨	可燃	液态
乙炔	白	红	乙炔	可燃	溶解在活性丙酮中
甲烷	褐	白	甲烷	可燃	液态
硫化氢	白	红	硫化氢	可燃	液态
氮气	黑	黄	氮气	不可燃	压缩气体
二氧化碳	黑	黄	二氧化碳	不可燃	液态
氩气	灰	绿	氩	不可燃	压缩气体

使用钢瓶时应注意以下的事项:

1. 钢瓶应存放在干燥、阴凉处,并远离阳光、暖气、火炉等热源。离明火要在 10 m 以上,室温不要超过 35°C ,并装有必要的通风设备,最好存放在室外。

2. 搬动钢瓶时应旋上安全帽,稳拿轻放,稳固放置,防止倒下击爆。开启安全帽和阀门时,不能用锤或凿敲打,要用扳手缓慢开启。

3. 钢瓶使用时要用减压阀(二氧化碳和氨气钢瓶可例外),要检查钢瓶气门的螺丝扣是否完好。一般可燃气体的钢瓶气门螺纹是反扣的(如氢气、乙烯等),腐蚀性气体(如氯气等)一般不用减压阀。不同种类的减压阀不能混用。

4. 严禁氧气钢瓶的气门和减压阀沾污油脂。

5. 钢瓶附件各连接处都要使用缸垫、薄金属片、石棉垫等衬垫防漏,不能用棉、麻等织物,



以防燃烧。检查接头或管道是否漏气时,除氧气和氢气外,可用肥皂水涂于被检查处进行观察。检查钢瓶气门是否漏气时,可用气球扎紧于气门上进行观察。

6. 钢瓶中气体不可用尽,应保持 4.93×10^4 Pa 表压以上的残留量,乙炔气瓶要保留 $1.961 \times 10^5 \sim 2.922 \times 10^5$ Pa 表压以上,以便于判断瓶中气体和检查附件的严密性,还可以防止大气的倒灌。

7. 氧气钢瓶和可燃性气体钢瓶不要混在一起,氢气钢瓶和氯气钢瓶也不能存放在一起。

8. 钢瓶每隔三年进厂检验一次,重涂规定颜色的油漆。装腐蚀性气体的钢瓶,每隔两年检验一次,不合格的钢瓶要及时报废或降级使用。

第五节 绿色化学

绿色化学又称清洁化学、环境无害化学、环境友好化学,是致力于从源头制止污染,而不是污染后的再治理。绿色化学应不产生或基本不产生对环境有害的废弃物,所产生出来的化学品不会对环境产生有害的影响。在绿色化学过程中尽可能不使用有毒或危险的化学品,其反应条件尽可能是温和的或安全的,其发生意外事故的可能性是极低的。

实现化学实验绿色化学的关键是建立绿色化学的思维方式。在化学实验教学中,教师和学生的头脑中要确立绿色化学的思维方式,应从环境保护的角度、经济和安全的角度来考虑实验的设置、实验手段、实验方法等。

根据绿色化学的基本原则,化学实验应尽可能选择对环境无毒害的化学项目。对于无法避免的废气、废渣和废液的排放,如果对其不加处理而任意排放,不仅污染周围环境,造成公害,而且“三废”中的有用或贵重成分未能回收,在经济上也会造成损失。为了保证实验人员的健康,防止环境污染,化学实验室的环境保护应该规范化、制度化,应对每次产生的废气、废渣和废液进行处理。教师和学生应按照国家要求的排放标准进行处理,把废弃的酸类、碱类、盐等各种废渣、废液,分别倒入指定的回收容器中,再根据各类废弃物的特性,采取中和、吸收、燃烧、回收循环利用等方法来进行处理。

一、常用的废气处理方法

实验室中凡可能产生有害废气的操作都应在有通风装置的情况下进行,如加热酸、碱溶液及产生少量有毒害物质等实验应在通风橱里进行。汞的操作室必须有良好的全室通风装置,其抽风口在墙的下部。实验室若排放毒性大且较多的气体,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。常用的废气处理方法有以下两种。

1. 溶液吸收法:溶液吸收法是指采用适当的液体吸收剂处理气体混合物,除去其中的有毒气体的方法。常用的液体吸收剂有水、酸性溶液、碱性溶液、氧化剂溶液和有机溶剂,它们可用于净化含有 SO_2 、 NO_2 、 Cl_2 、 SiF_4 、 HCl 、 NH_3 、 HCN 、汞蒸气、酸雾、沥青烟和各种含有有机物蒸气的废气。

2. 固体吸收法:固体吸收法是将废气与固体吸收剂接触,废气中的污染物吸附在固体表面即被分离出来。它主要用于废气中低浓度的污染物的净化,常用的固体吸附剂有活性炭、浸渍活性炭、活性氧化铝、浸渍活性氧化铝;固体吸附物质有苯、甲苯、二甲苯、丙酮、醇、醚、醛、酯及酸雾等。



二、常用的废渣处理方法

实验室产生的有害固体废渣虽然不多,但绝不能将其与生活垃圾混倒。固体废弃物经回收、提取有用物质后,其残渣仍然是多种污染物的存在状态,对它做最终的安全处理。固体废渣主要采用掩埋法处理。有毒的废渣需先经过化学处理后深埋至远离居民区的指定地点,以免有毒物溶于地下水而混入引用水中;无毒废渣可以直接掩埋,掩埋地点应做记录;有毒且不易分解的有机废渣可以用专门的焚烧炉进行焚烧处理。

三、常用的废液处理方法

化学实验室产生的废弃物很多,但以废溶液为主。实验室产生的废溶液种类繁多,组成变化大,应根据溶液的性质分别处理。

1. 酸性溶液:废酸液可先用耐酸塑料网纱或玻璃纤维过滤,滤液用适当浓度的碳酸钠或氢氧化钙水溶液中和至 $\text{pH} = 6 \sim 8$ 后,再用大量水冲稀排放,少量滤渣可埋于地下。

2. 碱性废液:可用适当浓度的盐酸溶液中和后,再用大量水冲稀排放。

3. 废洗液:可用高锰酸钾氧化法使其再生后使用。少量的废洗液可加废碱液或石灰使其生成 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 沉淀回收。

4. 含有害无机物或有机物的溶液:可通过化学反应将其氧化或还原,转化成无害的新物质或易于从水中分离出去的形态。常用的还原剂有 FeSO_4 、 Na_2SO_3 等,用于还原 $\text{Cr}(\text{VI})$ 。此外,还有某些金属,如铁屑、铜屑、锌粒等,可用于除去废水中的汞。对于有机废液,还可用与水不互溶但对污染物有良好溶解性的萃取剂加入废水中的方法,充分混合以提取污染物,从而达到净化废水的目的。例如,含酚废水就可采用二甲苯作为萃取剂。

5. 剧毒的氰化物:少量的含氰废液可先加入 NaOH 调至 $\text{pH} > 10$,再加入几克高锰酸钾使 CN^- 氧化分解。大量的含氰废液可以用碱性氯化法处理,即先用碱调至 $\text{pH} > 10$,再加入硫酸钠,使 CN^- 氧化成氰酸盐,并进一步分解成 CO_2 和 N_2 。

6. 含汞盐的废液:先调至 $\text{pH} = 8 \sim 10$,然后加入过量的 Na_2S ,使其生成 HgS 沉淀,并加 FeSO_4 与过量 S^{2-} 生成 FeS 沉淀,从而吸附 HgS 共同沉淀下来。离心分离,清液含汞量降至 $0.02 \text{ mg} / \text{L}$ 以下即可排放。少量残渣可埋于地下,大量残渣可用焙烧法回收汞,但注意一定要在通风橱中进行。

7. 含重金属离子(如铬、铜、铅、镍、镉离子等)、碱土金属离子(如钙、镁离子)及某些非金属离子(如砷、硫、硼离子等)的废物:最有效和最经济的方法是加碱或加 Na_2S 把重金属离子变成难溶性的氢氧化物或硫化物而沉淀下来,过滤后残渣可埋于地下。



第二章 分析化学实验基本知识

第一节 实验用水

一、实验室用水的规格

分析化学实验中所用的水必须是纯化的水,不同的实验,对水质的要求也不同,应根据实验的具体要求选用不同规格的纯水。

我国已经建立的实验室用水规格的国家标准(GB6682-92)中,明确规定了实验室用水的级别、主要技术指标、制备及检验方法。有些实验室对水还有特殊的要求,可根据需要检验有关项目而定,如表2-1所示。

实验室常用的蒸馏水、去离子水和电导水,它们在298K时的电导率分别为1 mS/m、0.1 mS/m、0.1 mS/m。

表2-1 实验室用水的级别及主要技术指标

指标名称	一级	二级	三级
pH 范围(298 K)	-	-	5.0~7.5
电导率(298 K)(mS/m)	≤0.01	≤0.10	≤0.50
可氧化物质(以氧计)(mg/cm ³)	-	<0.08	<0.4
蒸发残渣[(378±2)K](mg/cm ³)	-	<1.0	<2.0
吸光度(254 nm,1 cm 光程)	≤0.001	≤0.01	-
二氧化硅含量(mg/cm ³)	<0.01	<0.02	-

二、纯水的制备

按水的质量,可将实验用水分为三级水、二级水、一级水。

三级水可用蒸馏、去离子(离子交换及电渗析法)或反渗透等方法制取。三级水用于一般的化学分析实验。制备分析实验用水的原水应当是饮用水或其他适当纯度的水。三级水是最普遍的纯水,直接用于某些实验,也用于制备二级水乃至一级水。

二级水可用离子交换法或将三级水再次蒸馏等方法制取,可含有微量的无机、有机或胶态杂质。二级水主要用于无机痕量分析实验,如原子吸收光谱分析、电化学分析实验等。

一级水可用二级水经过石英设备蒸馏或离子交换混合床处理后,再经0.2μm微孔滤膜过滤来制取,处理后的水基本上不含有溶解或胶态离子杂质及有机物。一级水主要用于有严格要求的分析实验,包括对微粒有要求的实验,如高效液相色谱分析用水。

纯水制备方法如下:

1. 蒸馏法:蒸馏法是指把自来水或较纯净的天然水在蒸馏装置中加热汽化,将蒸汽冷凝得到蒸馏水的方法。此法只能除去水中的非挥发性杂质和微生物等,不能完全除去易溶于水的