



大学实验教学系列
DAXUESHIYANJIAOXUEXILIE

分析化学实验

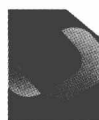
王 平 李 莉 隋丽丽 翟明翠 主编



HEUP 哈尔滨工程大学出版社
Harbin Engineering University Press

013033583

0652.1
35



大学实验教学系列
DAXUESHIYANJIAOXUEXILIE

分析化学实验

王 平 李 莉 隋丽丽 翟明翠 主编



北航

C1640341

HEUP 哈尔滨工程大学出版社
Harbin Engineering University Press

内 容 简 介

本书共十一章,除对分析化学实验的基本知识、仪器及操作方法进行介绍外,还收入了29个基本实验,23个综合实验以及重在培养学生创新能力和综合技能的设计性实验项目10个。每一类实验都有选择余地,可根据教学学时数进行选择。

本书可作为综合性大学、师范、工、农、医等院校的相关专业的实验课教材,也可供从事化学检验等相关工作的科技人员学习、参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/王平等主编. —哈尔滨:哈尔滨
工程大学出版社,2012. 12
ISBN 978 - 7 - 5661 - 0503 - 5

I. ①分… II. ①王… 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 303525 号

出版发行 哈尔滨工程大学出版社
社 址 哈尔滨市南岗区东大直街 124 号
邮政编码 150001
发行电话 0451 - 82519328
传 真 0451 - 82519699
经 销 新华书店
印 刷 黑龙江省地质测绘印制中心
开 本 787mm × 1 092mm 1/16
印 张 13
字 数 310 千字
版 次 2012 年 12 月第 1 版
印 次 2012 年 12 月第 1 次印刷
定 价 27.00 元

<http://press.hrbeu.edu.cn>

E-mail: heupress@hrbeu.edu.cn

前 言

随着我国教育改革的深入发展,高校教育教学内容和课程体系的改革越来越引起人们的关注。为了适应当前教育改革的需要,在总结多年教学实践的基础上,并吸收兄弟院校的教改经验,编写了本实验教材。

分析化学课程是理工科院校化工、应化、环境、生化、材料等相关专业开设的一门基础课,通过本课程的学习,使学生了解分析化学学科的基本理论、掌握对物质基本信息(组分、含量及结构等)进行研究的方法和技术。

分析化学实验是分析化学课程的重要组成部分,不管其是否独立设课,课程的目的和任务都为:在分析化学基础理论的指导下,综合运用相关学科的知识,掌握分析化学各种方法的原理、测试方法、所采用仪器的工作原理和操作方法等。由于分析化学实验课程本身的特有性质,在培养学生严格、认真和实事求是的科学态度,提高学生观察、分析和判断问题的能力,掌握分析测试的基本技能和培养严谨的科学研究的素质等方面具有的重要作用。

全书共十一章。第一~三章为分析化学实验的基础理论,要求学生了解和掌握;第四~九章为分析化学基础实验具体的项目和内容,其中有参考国家、各部和行业标准的实验内容,同时更多的是经过长期的教学实践,经确认在严格的基础训练和完成本课程培养目标方面有较好效果的实验内容;第十章为综合实验,实验项目的目的是提高学生的综合技能。第十一章为设计实验,实验项目重在培养学生的创新能力,本章设置的实验项目可为学生相关学习提供支持。

本书在编写过程中着重注意了以下几个方面:

1. 结构严谨,系统性强

在编写过程中,认真总结归纳了分析化学实验中所用仪器的使用方法、规范化操作方法及实验室一般知识。在实验内容安排上有验证性实验、综合性实验和设计性实验。内容由浅入深,有利于学生的学习和掌握。

2. 本书适用于不同专业(包括应用化学、化学、高分子材料、化学工程、轻工纺织、生物工程、生物技术等)学生使用,因此在选题及实验内容安排上,具有涉及面广、适用性强等特点。

3. 综合性实验和设计性实验富于启发性和思维性,有利于培养学生的科学逻辑方法和获取综合知识的应用与创新能力。

本书由齐齐哈尔大学化学与化学工程学院王平(第三章、第五章、附录一~六),李莉(绪论、第四章、第九章、第十一章、附录十五、参考文献),隋丽丽(第一章、第五章、第六章、附录七~十二)翟明翠(第二章、第七章、第八章、附录十三和十四)共同编写。全书由李莉通读整理,同时在编写过程中还得到了齐

齐哈尔大学化学与化学工程学院基础部分析化学教研室全体教师以及实验人员的支持和帮助,特此致谢。

本书为齐齐哈尔大学 2008 年重点资助系列教材之一。本书是在黑龙江省自然科学基金资助项目(B201106)以及黑龙江省教育厅科学技术研究项目(12511592),黑龙江省高等教育“十二五”规划重点课题(HGJXHB₁110017),黑龙江省政府博士后资助经费(LBH-Z11108),齐齐哈尔大学教育科学研究项目(2012047)资助下出版的。

本书在编写过程中,参考并引用了大量文献资料,在此向这些文献资料的作者表示感谢。由于时间仓促,水平有限,错误和缺点在所难免,敬请读者批评指正。

编 者

2012 年 08 月

目 录

绪论	1
第一章 分析化学实验的基础知识	5
第一节 实验室安全知识	5
第二节 实验室的三废处理	7
第三节 分析用纯水	8
第四节 玻璃仪器的洗涤与干燥	10
第五节 试剂的一般知识	11
第六节 定量分析实验概述	13
第七节 微型化学实验简介	28
第八节 绿色化学简介	28
第九节 实验数据的记录、处理和实验报告	29
第二章 分析化学实验仪器与操作方法	32
第一节 一般仪器	32
第二节 分析天平	35
第三节 滴定分析仪器与操作方法	42
第四节 质量分析法的操作与仪器	49
第五节 分光光度计	55
第六节 酸度计	58
第三章 定量分析基本操作实验	61
实验一 分析天平称量练习	61
实验二 滴定分析操作练习	62
实验三 容量仪器的校准	64
第四章 酸碱滴定实验	67
实验一 食用白醋中 HAc 含量的测定	67
实验二 工业纯碱中总碱度测定	68
实验三 有机酸摩尔质量的测定	70
实验四 蛋壳中碳酸钙含量的测定	71
实验五 铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	72
实验六 乙酰水杨酸含量的测定	73
第五章 络合滴定实验	76
实验一 自来水总硬度的测定	76
实验二 铋、铅含量的连续测定	77
实验三 铝合金中铝含量的测定	79
实验四 胃舒平药片中 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 和 MgO 含量的测定	80

第六章 氧化还原滴定实验	82
实验一 过氧化氢含量的测定	82
实验二 水果中抗坏血酸(Vc)含量的测定(直接碘量法)	84
实验三 化学需氧量的测定	85
实验四 铁矿石中全铁含量的测定	87
实验五 补钙制剂中钙含量的测定	88
实验六 溴酸钾法测定苯酚	90
第七章 沉淀滴定实验	92
实验一 莫尔法测定可溶性氯化物中氯的含量	92
实验二 佛尔哈德法测定可溶性氯化物中氯含量	93
第八章 重量分析实验	96
实验一 二水合氯化钡中钡含量的测定	96
实验二 沉淀重量法测定硫酸钠的含量	98
实验三 直接干燥法测定淀粉中水分含量	99
第九章 分光光度法实验	101
实验一 邻二氮菲分光光度法测定铁	101
实验二 水样中六价铬的测定	103
实验三 吸光度的加和性试验及水中微量 Cr(VI) 和 Mn(VII) 的同时测定	104
实验四 萃取光度法测定水中的表面活性剂	106
实验五 茜素红 S 催化动力学光度法测定微量铜	108
第十章 综合实验	110
实验一 工业硫酸铜的提纯及其分析	110
实验二 硫酸亚铁铵的制备及产品中 Fe^{2+} 含量的测定	113
实验三 碳酸钠的制备及含量测定(双指示剂法)	116
实验四 高锰酸钾的制备及纯度测定	120
实验五 钨硅酸的制备、萃取分离及表征	122
实验六 硅酸盐水泥中硅、铁、铝、钙、镁含量的测定	124
实验七 复合肥中氮、磷、钾的测定	126
实验八 废定影液中金属银的回收	130
实验九 过氧化钙的制备及含量分析	131
实验十 Ni^{2+} , Co^{2+} , Fe^{3+} 离子交换层析分离和测定	133
实验十一 甲基橙的合成、pH 变色域的确定及离解常数的测定	135
实验十二 Fe_3O_4 磁性材料的制备及分析	140
实验十三 纳米碱式硫酸铜的均匀沉淀法制备及纯度分析	141
实验十四 从蛋壳中制备乳酸钙及其成分分析	144
实验十五 壳聚糖的制备、降解及应用	145
实验十六 食品中总酸和氨基酸氮的测定	147
实验十七 Zn^{2+} , Pb^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} 的连续滴定	148
实验十八 酱油中氯化钠的测定	150

实验十九 土壤中游离氧化铁的草酸—盐酸羟胺高压提取及分析	151
实验二十 昆布中碘含量的测定	152
实验二十一 亚甲基蓝分光光度法测定废水中硫化物	153
实验二十二 农药草甘膦含量的测定	156
实验二十三 铅精矿中铅的测定	157
第十一章 设计实验	160
实验设计与考核	160
实验一 混合碱体系组成含量的测定	163
实验二 洗衣粉中活性组分和碱度的测定	165
实验三 漂白粉中有效氯和固体总钙量的测定	166
实验四 含铬废水的处理与测定	168
实验五 食品油脂酸价和过氧化值的测定	170
实验六 含锌药物的制备与分析	172
实验七 化学分析法测定 $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_m]^+$ 配离子的配位数及稳定常数	174
实验八 $\text{HCl}-\text{NH}_4\text{Cl}$ 各组分含量的测定*	176
实验九 蛋壳中钙、镁含量的测定*	177
实验十 茶叶中微量元素的鉴定与定量测定	178
附录	179
附录一 分析化学实验中常用术语解释	179
附录二 洗液的配制和使用	181
附录三 滴定分析实验仪器清单	182
附录四 相对原子质量表	182
附录五 常用化合物的相对分子质量表	183
附录六 化学试剂等级对照表	186
附录七 常用酸碱试剂的密度、含量和近似浓度	186
附录八 常用指示剂	187
附录九 常用缓冲溶液的配制	189
附录十 常用酸碱溶液的配制	190
附录十一 常用基准物质及其干燥条件与应用	191
附录十二 常用熔剂和坩埚	192
附录十三 弱酸及其共轭碱在水中的解离常数(25 °C, $I=0$)	193
附录十四 溶度积常数	195
附录十五 配离子的稳定常数	196
参考文献	198

绪 论

一、学习分析化学实验的目的

分析化学实验是一门实践性基础课程,是化学及相关专业本科生的必修课,它是一门独立的课程,但又与分析化学理论课程有紧密的联系。分析化学实验的研究对象可概括为:以实验为手段来了解基础化学中的重要原理、无机化合物的制备、分离纯化及分析测定等。

学生经过分析化学实验的严格训练,能够规范地掌握实验的基本操作、基本技术和基本技能,学习并掌握分析化学的基本理论和基本知识。通过在二级学科层面上的多层次综合实验,学生可以直接观察到大量的化学现象,经过思考、归纳、总结,从感性认识上升到理性认识,学习分析化学实验的全过程,综合培养学生动手、观测、查阅、记忆、思维、想象及表达等全部智力因素,从而使具备分析问题、解决问题的独立工作能力。在设计实验中,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,到正确处理和概括实验结果,练习解决分析化学问题,以使初步具备从事科学研究的能力。

在培养智力因素的同时,分析化学实验又是对学生进行其他方面素质训练的理想课程,包括艰苦创业、勤奋不懈、谦虚好学、乐于协作、求实、求真、存疑等科学品德和科学精神的训练,这些都是每一个化学工作者获得成功所不可缺少的因素。

二、分析化学实验的学习方法

分析化学实验是在教师的正确引导下由学生独立完成的,因此实验效果与正确的学习态度和学习方法密切相关。对于分析化学实验的学习方法,应抓住以下三个重要环节。

1. 课前充分预习

实验前预习是必要的准备工作,是做好实验的前提。这个环节必须引起学生的足够重视,如果学生不预习,对实验的目的、要求和内容不清楚,是不允许进行实验的。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。查看学生的预习笔记,对没有预习或预习不合格者,任课教师有权不让他参加本次实验。

实验预习一般应达到下列要求:

(1)认真阅读实验教材及相关参考资料,达到明确实验目的、理解实验原理、熟悉实验内容、掌握实验方法、切记实验中有关的注意事项,在此基础上简明扼要地写出预习笔记;

(2)实验预习笔记是进行实验的首要环节,预习笔记应包括简要的实验步骤与操作、测量数据记录的表格、定量实验的计算公式等,而且要为记录实验现象和测量数据留有充足的位置;

(3)为规范实验操作,必须认真复习分析化学实验基本操作内容;

(4)按时到达实验室,专心听指导教师的讲解,迟到 15 min 以上者禁止进行此次实验。

2. 课堂操作规范

实验是培养学生独立工作和思维能力的重要环节,必须认真、独立地完成。

(1)在充分预习的基础上规范操作,认真仔细地观察实验中的现象,一丝不苟,及时如实地记录实验现象、实验数据,按要求处理好废液,对使用的公用仪器要求自觉管理好,并在相关记录本上登记,这是养成良好科学素养必需的训练。

(2)对于设计性实验,审题要确切,方案要合理,现象要清晰。在实验中发现设计方案存在问题时,应找出原因,及时修改方案,直至达到满意的结果。

(3)在实验中遇到疑难问题或者“反常现象”,应认真分析操作过程,思考原因。为了正确说明问题,可在教师指导下重做或补充某些实验,以培养独立分析、解决问题的能力。

(4)实验中自觉养成良好的科学习惯,遵守实验工作规则。实验过程中应始终保持桌面布局合理、环境整洁。

(5)实验结束,所得的实验结果必须经教师认可并在原始记录本上签字后,才能离开实验室。

3. 课后如实书写实验报告

实验报告是对每次所做实验的概括和总结,必须严肃、认真、如实书写。

一份合格的实验报告应包括以下五部分内容。

(1)实验目的 简述实验目的(定量测定实验还应简介实验基本原理和主要反应方程式)。

(2)实验内容 实验内容是学生实际操作的简述,尽量用表格、框图、符号等形式,清晰、明了地表示实验内容,避免抄书本。

(3)实验现象和数据记录 实验现象要表达正确,数据记录要完整。绝对不允许主观臆造、抄袭他人的作业。若发现主观臆造或抄袭者应严加惩处。

(4)解释、结论、数据计算或数据处理 对现象加以简明地解释,写出主要反应方程式,分标题小结或者最后得出结论。数据计算要表达清晰。完成实验教材中规定的作业。

(5)问题讨论 针对实验中遇到的疑难问题提出自己的见解。定量实验应分析实验误差产生的原因。对实验方法、教学方法和实验内容等提出意见或建议。

每次实验报告应包括指导教师签过字的原始记录。

附:实验报告格式示例

制备实验类

氯化钠的提纯

一、目的要求

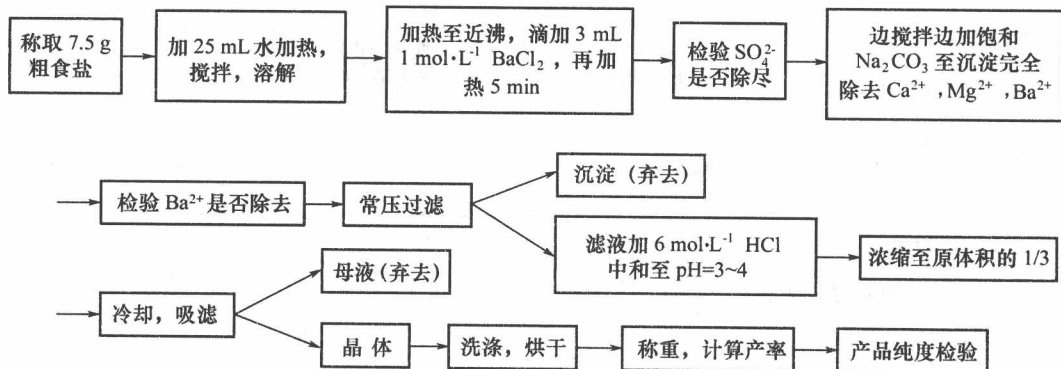
1. 掌握提纯 NaCl 的原理和方法。
2. 学习溶解、沉淀、常压过滤、减压过滤、蒸发浓缩、结晶和烘干等基本操作。
3. 了解 Ca^{2+} , Mg^{2+} , SO_4^{2-} 等离子的定性鉴定。

二、实验原理

粗食盐中含有 Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^{+} 和 SO_4^{2-} 等可溶性杂质和泥沙等不溶性杂质。选择适当的试剂可使 Ca^{2+} , Mg^{2+} , SO_4^{2-} 等离子生成难溶盐沉淀而除去。一般先在食盐溶液中加 BaCl_2 溶液,除去 SO_4^{2-} 。然后再在溶液中加入 Na_2CO_3 溶液,除 Ca^{2+} , Mg^{2+} 和过量的 Ba^{2+} 。

过量的 Na_2CO_3 溶液用 HCl 中和。粗食盐中的 K^+ 仍留在溶液中。由于 KCl 溶解度比 NaCl 大,而且粗食盐中含量少,所以在蒸发和浓缩食盐溶液时, NaCl 先结晶出来,而 KCl 仍留在溶液中。

三、实验步骤



四、实验结果

1. 产品外观:①粗盐_____;②精盐_____。
2. 产率_____。
3. 产品纯度检验(粗盐和精盐各称 0.5 g 分别溶于 5 mL 蒸馏水中,再用溶液进行检验)。

现象记录及结论

检验项目	检验方法	被检溶液	实验现象	结论
SO_4^{2-}	加入 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HCl}$, $0.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{BaCl}_2$	1 mL 粗 NaCl 溶液		
		1 mL 纯 NaCl 溶液		
Ca^{2+}	饱和 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液	1 mL 粗 NaCl 溶液		
		1 mL 纯 NaCl 溶液		
Mg^{2+}	$6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NaOH}$ 镁试剂 溶液	1 mL 粗 NaCl 溶液		
		1 mL 纯 NaCl 溶液		

定量实验类

EDTA 溶液的标定

一、实验目的(略)

二、实验原理(略)

三、实验步骤

1. EDTA 溶液的配制
2. EDTA 溶液的标定

(1) 锌标准溶液的配制

(2) EDTA 的标定



四、实验记录和结果处理

称取纯锌的质量/g			
锌标准溶液的浓度/ $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$			
平行移取锌标准溶液份数	I	II	III
平行移取锌标准溶液的体积/mL			
EDTA: 最初读数/mL			
最后读数/mL			
净用量/mL			
$c_{\text{EDTA}}/\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$			
$c_{\text{EDTA}}/\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$			
相对偏差			
相对平均偏差			

五、思考题及讨论(略)

第一章 分析化学实验的基础知识

第一节 实验室安全知识

化学实验室是学习、研究化学的重要场所。在实验室中,经常接触到各种化学药品和各种仪器。实验室常常潜藏着诸如爆炸、着火、中毒、灼伤、割伤、触电等事故的危险性。因此,实验者必须特别重视实验安全。

1. 分析化学实验守则

- (1) 实验前认真预习,明确实验目的,了解实验原理,熟悉实验内容、方法和步骤。
- (2) 严格遵守实验室的规章制度,听从教师的指导。实验中要保持安静,有条不紊。保持实验室的整洁。
- (3) 实验中要规范操作,仔细观察,认真思考,如实记录。
- (4) 爱护仪器,节约水、电、煤气和试剂药品。精密仪器使用后要在登记本上记录使用情况,并经教师检查认可。
- (5) 凡涉及到有毒气体的实验,都应在通风橱中进行。
- (6) 废纸、火柴梗、碎玻璃和各种废液倒入废物桶或其他规定的回收容器中。
- (7) 损坏仪器应填写仪器破损单,按规定进行赔偿。
- (8) 发生意外事故应保持镇静,立即报告教师,及时处理。
- (9) 实验完毕,整理好仪器、药品和台面,清扫实验室,关好水、电开关和门、窗。
- (10) 根据原始记录,独立完成实验报告。

2. 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物上。废酸应倒入废液缸中,但不要再向里面倾倒碱液,以免酸碱中和产生大量的热而发生危险。
- (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,应将它们保存在煤油中,用镊子取用。
- (5) 白磷有剧毒,并能灼伤皮肤,切勿与人体接触。白磷在空气中易自燃,应保存在水中。取用时,应在水下进行切割,用镊子夹取。
- (6) 氢气与空气的混合物遇火要发生爆炸,因此产生氢气的装置要远离明火。点燃氢气前,必须先检查氢气的纯度。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

严,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、二氧化氮、二氧化硫、溴等)的反应时,加热盐酸、硝酸和硫酸时,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,直径大于 1 mm 的汞颗粒可用吸气球或真空泵抽吸的检汞器拣起来。撒落过汞的地方可以撒上多硫化钙、硫磺粉或漂白粉,或喷洒药品使汞生成不挥发的难溶盐,并要扫除干净。

3. 化学中毒和化学灼伤事故的预防

(1) 保护好眼睛。防止眼睛受刺激性气体的熏染,防止任何化学药品特别是强酸、强碱、玻璃屑等异物进入眼内。

(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。

(3) 尽量避免吸入任何药品和溶剂的蒸气。处理具有刺激性、恶臭的和有毒的化学药品时,如 H_2S , NO_2 , Cl_2 , Br_2 , CO , SO_2 , HCl , HF , 浓硝酸、发烟硫酸、浓盐酸、乙酰氯等,必须在通风橱中进行。通风橱开启后,不要把头伸进橱内,并保持实验室通风良好。

(4) 严禁在酸性介质中使用氰化物。

(5) 用移液管、吸量管移取浓酸、浓碱、有毒液体时,禁止用口吸取,应该用洗耳球吸取。严禁冒险品尝药品试剂,不得用鼻子直接嗅气体,而是用手向鼻孔扇入少量气体。

(6) 实验室内严禁饮食、吸烟,禁止穿拖鞋。

4. 一般伤害的救护

(1) 割伤 可用消毒棉棒把伤口清理干净,若有玻璃碎片需小心挑出,然后涂以紫药水等抗菌药物消炎并包扎。

(2) 烫伤 一旦被火焰、蒸气、红热的玻璃或铁器等烫伤时,立即将伤口处用大量水冲洗,以迅速降温避免深度烧伤。若起水泡,不宜挑破,用纱布包扎后送医院治疗;对轻微烫伤,可用稀的高锰酸钾溶液洗伤口至皮肤变为棕色,然后涂上獾油或烫伤膏。

(3) 受酸腐蚀 先用大量水冲洗,以免深度烧伤,再用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水冲洗,最后再用水冲洗。如果酸溅入眼内也用此法,只是碳酸氢钠溶液改用 1% 的浓度,禁用稀氨水。

(4) 受碱腐蚀 先用大量水冲洗,再用醋酸($20 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$)洗,最后用水冲洗。如果碱溅入眼内,可用硼酸溶液洗,再用水洗。

(5) 受溴灼伤 被溴灼伤后的伤口一般不易愈合,必须严加防范。凡用溴时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。一旦有溴黏到皮肤上,立即用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液冲洗,再用大量的水冲洗干净,包上消毒纱布后就医。

(6) 白磷灼伤 用 1% 的硝酸银溶液、1% 的硫酸铜溶液或浓高锰酸钾溶液洗后进行包扎。

(7) 吸入刺激性气体 可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气,然后到室外呼吸新鲜空气。

(8) 毒物进入口内 把 5~10 mL 的稀硫酸铜溶液加入一杯温水中,内服后用手伸入喉部,促使呕吐,吐出毒物,再送医院治疗。

5. 灭火常识

实验室内万一着火,要根据起火的原因和火场周围的情况,采取不同的扑灭方法。起火后,不要慌张,一般应立即采取以下措施。

(1)防止火势扩展 停止加热,停止通风,关闭电闸,移走一切可燃物。

(2)扑灭火源 一般的小火可用湿布、石棉布或沙土覆盖在着火的物体上;衣物着火时,切不可慌张乱跑,应立即用湿布或石棉布压灭火焰,如燃烧面积较大,可躺在地上,就地打滚。能与水发生剧烈作用的化学药品(如金属钠)或比水轻的有机溶剂着火,不能用水扑救,否则会引起更大的火灾。使用灭火器也要根据不同的情况选择不同的类型。现将常用灭火器及其适用范围列表如下(见表1-1)。

表1-1 常用灭火器及其适用范围

灭火器类型	药液成分	适用范围
酸碱灭火器	H_2SO_4 和 NaHCO_3	非油类和电器失火的一般初起火灾
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 NaHCO_3	适用于油类起火
二氧化碳灭火器	液态 CO_2	适用于扑灭电器设备、小范围的油类及忌水的化学药品的失火
四氯化碳灭火器	液态 CCl_4	适用于扑灭电器设备、小范围的汽油、丙酮等失火。不能用于扑灭活泼金属钾、钠的失火,因 CCl_4 会强烈分解,甚至爆炸;电石、 CS_2 的失火,也不能使用它,因为会产生光气一类的毒气
干粉灭火器	主要成分是碳酸氢钠等盐类物质与适量的润滑剂和防潮剂	扑救油类、可燃性气体、电器设备、精密仪器、图书文件等物品的初期火灾

第二节 实验室的三废处理

根据绿色化学的基本原则,化学实验室应尽可能选择对环境无毒害的实验项目。对无法避免的实验项目若排放出废气、废渣和废液(这些废弃物又称三废),应及时处理回收。如果对其不加处理任意排放,不仅污染空气、水源和环境,造成公害,而且三废中的有用或贵重成分未能回收,在经济上也是个损失。因此,化学实验室三废的处理必须给予足够的重视。

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。教师和学生要按照国家要求的排放标准进行处理,把用过的酸类、碱类、盐类等各种废液、废渣,分别倒入各自的回收容器内,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。

1. 实验室的废气

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条件下进行,如加热酸、碱溶液及产生少量有毒气体的实验等应在通风橱中进行。实验室若排放毒性大且较多的气体,可参考工业上废气处理的办法,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. 实验室的废渣

实验室产生的有害固体废渣虽然不多,但决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,其残渣仍是多种污染物的存在状态,此时方可对它做最终的安全处理。

(1) 化学稳定 对少量(如放射性废弃物等)高危险性物质,可将其通过物理或化学的方法进行固化,再进行深地填埋。

(2) 土地填埋 这是许多国家作为固体废弃物最终处置的主要方法。要求被填埋的废弃物应是惰性物质或经微生物可分解成为无害物质。填埋场地应远离水源,场地底土不透水、不能穿入地下水层。填埋场地可改建为公园或草地。因此,这是一项综合性的环保工程技术。

3. 实验室的废液

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) 废酸液可先用耐酸塑料网纱或玻璃纤维过滤,滤液加碱中和,调 pH 至 6~8 后就可排出,少量滤渣可埋于地下。

(2) 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,将沉淀埋于地下即可。

(3) 氰化物是剧毒物质,少量的含氰废液可先加 NaOH 调至 $\text{pH} > 10$,再加入几克高锰酸钾使 CN^- 氧化分解。大量的含氰废液可用碱性氯化法处理,即先用碱调至 $\text{pH} > 10$,再加入次氯酸钠,使 CN^- 氧化成氰酸盐,并进一步分解为 CO_2 和 N_2 。

(4) 含汞盐的废液先调 pH 至 8~10,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 共沉淀下来。离心分离,清液含汞量降到 $0.02 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 以下,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。

(5) 含重金属离子的废物,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积下来,过滤后,残渣可埋于地下。

第三节 分析用纯水

纯水是分析化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤用水,根据分析任务和要求的不同,对水的要求也不同。一般的实验可用蒸馏水或去离子水,粒子选择性电极法、配位滴定法和银量法用水的纯度要求较高。

纯水通常用以下几种方法制备得到:

(1) 蒸馏法 蒸馏法能除去水中的非挥发性杂质,但不能除去易溶于水的气体,也会残留少量的 Na^+ , SiO_3^{2-} 等离子。该法制得水的纯度因所选蒸馏器的材质不同而不同。通常使用玻璃、铜和石英等材质制成的蒸馏器。

经一次蒸馏的蒸馏水往往不能满足一些特殊实验的较高要求,需要采用“重蒸水”。用专门的装置来制备重蒸水。

(2)离子交换法 这是应用离子交换树脂除去水中杂质离子的方法。用此法制得的水又称“去离子水”。此法的优点是容易以较低成本制得大量纯度高的水。其缺点是制备的水可能含有微生物和少量有机物,以及一些非离子型杂质。

(3)电渗析法 这是一种在外加电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而使杂质离子从水中分离出来的方法。

另外,二级反渗透装置制备的纯水已经能满足大多数实验的要求。对一些特殊要求的实验,可在二级反渗透装置后再接一级离子交换装置。

对于所制备水的质量可通过检验确定。

(1)电阻率 25℃时电阻率为 $(1.0 \sim 10) \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水为纯水,大于 $10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水为超纯水。

(2)酸碱度 要求 pH 为 6~7。取 2 支试管,各加被检查的水 10 mL,一管加甲基红指示剂 2 滴,不得显红色,另一管加 0.1% 溴麝香草酚蓝(溴百里酚蓝)指示剂 5 滴,不得显蓝色。

在空气中放置较久的纯水,因溶解有 CO_2 , pH 可降至 5.6 左右。

(3)钙镁离子 取 10 mL 被检查的水,加氨水-氯化铵缓冲溶液调节溶液 pH 至 10 左右,加入铬黑 T 指示剂 1 滴,不得显红色。

(4)氯离子 取 10 mL 被检查的水,用 HNO_3 酸化,加 1% AgNO_3 溶液 2 滴,摇匀后不得有浑浊现象。

我国已颁布“分析实验室用水规格和试验方法”的国家标准[GB 6682—1992],该标准参照采用了国际标准[ISO 3696—1987]。国家标准中规定了分析实验室用水的级别、技术指标、制备方法及检验方法。表 1-2 列出了相应级别水的技术指标,可满足通常的各种分析实验的要求。

表 1-2 分析实验室用水的级别和主要技术指标(引用 GB 6682—1992)

指标名称 级别	一级	二级	三级
pH 范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)/($\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$)	≤ 0.01	≤ 0.01	≤ 0.05
电阻率/($\text{m}\Omega \cdot \text{cm}$)	10	1	0.2
可氧化物质(以 O 计)/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	—	< 0.08	< 0.4
蒸发残渣(105℃ ± 2 ℃)/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	—	$\leq .01$	$\leq .02$
吸光度(254 nm, 1 cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	
可溶性硅(以 SiO_2 计)/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	< 0.01	< 0.02	

表 1-2 中后 4 项指标的测试方法可直接参加该标准。

分析用的纯水必须严格保持纯净,防止污染,在储运过程中可选用聚乙烯容器。一级水一般应在使用时临时制取。