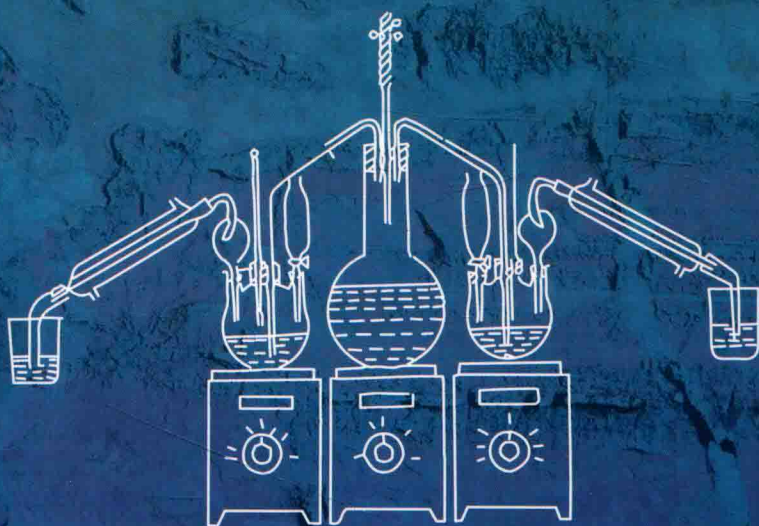


地质分析卓越工程师教育培养计划系列教材

地质分析实验

帅 琴 邱海鸥 等编著



化学工业出版社

地质分析卓越工程师教育培养计划系列教材

地质分析实验

帅 琴 邱海鸥 等编著



化学工业出版社

· 北京 ·

《地质分析实验》共分4章,介绍了地质分析实验基础知识以及地质样品的分解及分离富集、岩石矿物分析、有机物分析共50个基本实验。分析方法涵盖了传统的化学分析方法和现代大型仪器分析方法;分析对象包括岩石、矿物、土壤、水体及植物样品;分析内容包括无机元素成分单元素分析,多元素同时分析,元素形态、价态分析及有机物分析等。

《地质分析实验》为高等学校应用化学专业“地质分析实验”课程的学生实验指导书,也可作为地质、冶金、石油、选矿、化工、环境及材料等工作部门分析测试人员的参考书及技术培训教材。

图书在版编目(CIP)数据

地质分析实验/帅琴,邱海鸥等编著. —北京:化学工业出版社,2017.2

地质分析卓越工程师教育培养计划系列教材

ISBN 978-7-122-28655-0

I. ①地… II. ①帅… ②邱… III. ①地质学-实验-教材 IV. ①P5-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2016)第304894号

责任编辑:杜进祥

文字编辑:向东

责任校对:王素芹

装帧设计:韩飞

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)

印装:北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

787mm×1092mm 1/16 印张7 字数166千字 2017年3月北京第1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:25.00元

版权所有 违者必究

地质分析工作是地质科学研究和地质调查工作的重要技术手段之一。其产生的数据是地质科学研究、矿产资源及地质环境评价的重要基础,是发展地质勘查事业和地质科学研究的重要技术支撑。现代地球科学研究领域的不断拓宽对地质分析工作的需求日益增强,迫切要求地质分析技术不断地创新和发展,以适应现代地球科学研究日益增长的需求。在此背景下,根据国家教育部“卓越工程师教育培养计划”的相关规定和要求,为培养地质分析领域创新型、复合型优秀技术人才,自2011年起,中国地质大学(武汉)应用化学专业依托自身优势,制定了“地质分析卓越工程师教育培养计划”,并于当年开始试点工作。2013年,“地质分析卓越工程师教育培养计划”获得教育部批复,自2014年起正式实施。本书即为“地质分析卓越工程师教育培养计划”系列教材之一。

“地质分析”是中国地质大学(武汉)应用化学专业的主要专业课程之一,也是“地质分析卓越工程师班”的重要专业课程。近年来地质实验测试技术发展迅速,由传统的岩石矿物分析拓展到水体、土壤及植物分析;由传统的物质成分、物相分析拓展到形态分析、元素价态分析;由传统的无机元素分析拓展到有机物分析等。本书由帅琴、邱海鸥编著,共分4章,第1章由帅琴、谢静等编写,第2章由邱海鸥、黄云杰等编写,第3章由邱海鸥、郑洪涛等编写,第4章由帅琴、彭月娥等编写。全书由帅琴教授统稿,汤志勇教授对本书进行了校阅。本书的出版得益于本系前辈们所积累的教学经验财富,得益于“地质分析教学与科研团队”全体人员长期从事教学与实践的结果,得益于中国地质大学(武汉)“地质分析卓越工程师教育培养计划”专项经费的资助。同时,中国地质大学(武汉)教务处和材料与化学学院领导在本书的编写过程中给予了大力支持,本团队研究生们为本书的录入付出了辛勤的劳动。在此一并表示深深的谢意。另外,特别感谢本书编写过程中所参考的书籍、文献及相关资料的作者们。

由于实验条件的限制,本书实验内容并未全面覆盖地质分析的范围,加之编著者水平有限,书中难免存在一些不足与欠妥之处,恳请读者指正和谅解。

编著者

2016年9月

第1章 地质分析实验基础知识	1
1.1 实验室规则	1
1.2 实验操作规范	1
1.2.1 气体钢瓶及压力容器的安全使用	1
1.2.2 实验室常用特种压力容器装置	3
1.2.3 实验室常用高温装置的安全使用	3
1.3 危险化学品分类与使用安全	3
1.3.1 危险化学品分类	3
1.3.2 危险化学品使用安全	6
1.4 实验基础知识	8
1.4.1 纯水的制备	8
1.4.2 化学试剂规格	9
1.4.3 常用的坩埚和研钵	10
1.4.4 分析样品的采集制备及分解	13
1.4.5 分析样品的分解	15
1.5 几点说明	17
第2章 地质样品的分解及分离富集	19
实验1 不同分解方法分解-重铬酸钾滴定法测定铁矿石中的全铁	19
实验2 四氯化碳萃取锆时酸度对萃取率的影响	20
实验3 离子交换树脂交换容量的测定	22
实验4 离子交换树脂柱始漏量和总交换量的测定	23
实验5 离子交换色谱法分离铁、钴、镍	25
实验6 液-液萃取分离-罗丹明 B 分光光度法测定地质样品中微量镓	27
实验7 溶剂萃取-火焰原子吸收光谱法测定水样中痕量镉	28
实验8 纸色谱法分离铈和钽及其测定	29
实验9 薄层色谱法分离钾、铷、铯	32
第3章 岩石矿物分析	34
实验10 铜试剂分光光度法测定矿石中的微量铜	34

实验 11	偶氮胂Ⅲ分光光度法测定地质样品中稀土总量	35
实验 12	银-邻二氮菲-溴邻苯三酚红三元配合物分光光度法测定银	37
实验 13	聚环氧乙烷重量法测定地质样品中二氧化硅	39
实验 14	动物胶凝聚重量法测定硅酸盐中二氧化硅	41
实验 15	二安替比林甲烷分光光度法测定硅酸盐中微量钛	42
实验 16	氟化钾取代 EDTA 配位滴定法测定硅酸盐中铝	43
实验 17	磺基水杨酸分光光度法测定硅酸盐中微量铁	44
实验 18	邻二氮菲分光光度法测定硅酸盐中三氧化二铁	45
实验 19	EDTA 配位滴定法测定硅酸盐中氧化钙和氧化镁	47
实验 20	火焰原子吸收分光光度法测定硅酸盐中微量钙和镁	48
实验 21	磷钒钼黄分光光度法测定地质样品中磷	50
实验 22	高碘酸钾分光光度法测定硅酸盐中微量锰	51
实验 23	重铬酸钾滴定法测定地质样品中氧化亚铁	52
实验 24	磷钼蓝分光光度法测定地质样品中磷	53
实验 25	氢化物发生-原子荧光光谱法测定矿石中铟的含量	54
实验 26	氢化物发生-原子荧光光谱法测定土壤样品中总砷含量	56
实验 27	石墨炉原子吸收光谱法测定岩石样品中痕量铅	57
实验 28	石墨炉原子吸收光谱法测定煤样中铜的含量	59
实验 29	ICP-OES 同时测定土壤中 Cu、Pb、Zn 等元素	60
实验 30	ICP-OES 测定岩石样品中的 Be、Co、Ni 等元素	61
实验 31	ICP-MS 法测定地质样品中 15 种稀土元素	63
实验 32	ICP-MS 法测定地质样品中的金、铂、钯	65

第 4 章 有机物分析

实验 33	气相色谱法定性、定量分析苯系物	68
实验 34	气相色谱法定性分析挥发酚类化合物	69
实验 35	气相色谱法分离三种 α -羟基酸	70
实验 36	气相色谱法分析垃圾填埋气中甲烷的含量	71
实验 37	液液萃取-气相色谱法测定水体中微量有机氯	72
实验 38	气相色谱-质谱联用法定性分析脂肪酸甲酯	74
实验 39	气相色谱-质谱法测定大气中微量苯、甲苯、二甲苯	75
实验 40	气相色谱-质谱法测定土壤中的正构烷烃	76
实验 41	顶空气相色谱-质谱法测定水样中的挥发性有机物	78
实验 42	超声提取测定土壤中的脂肪酸	81
实验 43	固相微萃取气相色谱-质谱联用定量检测水样中微量有机磷农药	83
实验 44	顶空固相微萃取气相色谱-质谱法测定水样中多环芳烃	84
实验 45	六种苯酚类化合物的高效液相色谱法测定	86
实验 46	水样中苯胺类化合物的测定	88
实验 47	苯、甲苯、萘的高效液相色谱定量分析	89

实验 48	高效液相色谱法定量分析茶叶中的咖啡因	90
实验 49	归一化法测定农药标准物质中有效成分的百分含量	92
实验 50	水样中不同砷形态的分离与测定	93

附录	95
-----------------	-----------

附录 1	TAS-990F 型火焰原子吸收分光光度计操作规程	95
附录 2	TAS-990G 型石墨炉原子吸收光谱仪操作规程	96
附录 3	PF6 型氢化物发生-原子荧光光度计操作规程	97
附录 4	AFS-830 型氢化物发生-原子荧光光度计操作规程	97
附录 5	Optima 5300 DV 电感耦合等离子体发射光谱仪操作规程	98
附录 6	Elan DRC-e 电感耦合等离子体质谱仪操作规程	99
附录 7	Agilent 6890N 型气相色谱仪操作规程	99
附录 8	1120 型气相色谱仪操作规程	100
附录 9	L600 液相色谱仪操作规程	101
附录 10	GCMS-QP2010 型气相色谱-质谱联用仪 (GC-MS) 操作规程	102

参考文献	104
-------------------	------------

第1章 地质分析实验基础知识

1.1 实验室规则

实验室规则是人们从长期的实验室工作经验和教训中归纳总结出来的,它可以保证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,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,不大声喧哗,不到处乱走。

③ 实验时集中精神,认真操作,仔细观察,积极思考,详细做好实验记录。

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、电和煤气。实验中的各类器皿使用完毕后,应洗净放回原处。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垃圾应倒入垃圾箱内,酸碱废液必须小心倒入专用废液缸内。

⑥ 按规定用量取用药品,注意节约。取药品时应小心,不要撒落在实验台上。药品自瓶中取出后,不能再放回原瓶中。称取药品后,应及时盖好瓶盖,放在指定地点的药品不得擅自拿走。

⑦ 使用精密仪器时,必须严格按照操作规程进行操作,操作中要小心谨慎,避免粗心大意、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。

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,应将自己所用器皿洗净并整齐摆放在实验柜内,并将实验台和试剂架擦净。

⑩ 实验结束后,值日生负责打扫和整理实验室,关闭水、电和煤气开关,并关上窗户。经主管教师检查合格后,值日生方可离开实验室。

1.2 实验操作规范

规范的操作,是地质分析实验成功的前提,更是保证实验安全的前提。因此,在做地质分析实验之前,必须首先了解和熟悉一些地质分析实验的操作规范。

1.2.1 气体钢瓶及压力容器的安全使用

储存在气瓶内的气体压力较高,当高压气瓶遇到高温或剧烈碰撞时,易发生燃烧和爆炸,有毒气体泄漏还会造成人体中毒。

(1) 气体钢瓶使用原则 正确识别气体钢瓶不同种类、不同颜色标识。使用前检查气瓶标识、检验日期、气体质量、是否漏气等，如不符合，拒绝使用。

使用气体钢瓶应注意：

① 安装减压阀旋紧螺扣；不得用其他压力表替代氧气压力表；气瓶据性质不同，阀门转向不同。可燃性气瓶（如 H_2 、 C_2H_2 ）气门螺丝为反丝，不可燃或助燃气瓶（如 N_2 、 O_2 ）为正丝。

② 使用气瓶应专人搬运，放置专用场所，不得混放；钢瓶必须用铁链、钢瓶柜等固定，危险气体应有报警装置，以防止倾倒或气体泄漏引发安全事故。

③ 使用地点应通风良好，避免日晒，严禁靠近火源、电气设备和易燃、易爆物品。应定期检查气瓶是否漏气。

④ 开启气体钢瓶的顺序：逆时针旋松调压旋杆，打开钢瓶总阀门，高压表显示瓶内总压力，顺时针缓慢旋动调压器手柄，至低压表显示实验所需压力。

⑤ 开启气门时应站在气压表的一侧，不准将头或身体对准气瓶总阀，以防阀门或气压表冲出伤人。

⑥ 气瓶内气体不得用尽，需留有一定压力的气体，防止倒灌，否则空气或其他气体进入瓶内，容易导致气体不纯，发生危险。应按表 1.1 的规定保留剩余气体压力。

表 1.1 剩余压力与环境温度的关系

环境温度/ $^{\circ}\text{C}$	<0	0~15	15~25	25~40
剩余压力/MPa	0.05	0.1	0.2	0.3

⑦ 正确关闭气体钢瓶：停止使用时，先关闭总阀门，待减压阀中余气逸净后，再关闭减压阀。手柄至螺杆松动为止。

(2) 常用瓶装气体的主要性质及注意事项 详见表 1.2。

表 1.2 常用瓶装气体的主要性质及注意事项

气体名称	性质	危害/危险	注意事项
氧气	其化学性质活泼,具有强烈的助燃特性,是一种强氧化剂。除贵金属金、铂及惰性气体外,其他金属都能与之发生反应	在空气中不易燃烧的物质,在纯氧中极易燃烧	氧气瓶使用切记:操作者手及工具等不得沾有油污。一旦被油脂沾污,立即用四氯化碳洗净。要使用“禁油”的氧气专用压力表
乙炔	常压下为无色、无臭的可燃气体,燃烧温度较高,与空气或氧气混合,形成爆鸣音,与氯气混合发生爆炸	浓度超过 20%会使人头昏或窒息,若含较多杂质,中毒症状加重	乙炔气瓶的瓶阀使用中必须全部打开或关死,否则易漏气,如发现有发热现象,说明乙炔发生分解,应立即关闭气阀,并用水冷却瓶体,将气瓶移至安全处妥善处理。调节器需专用
氢气	氢气是自然界最轻的物质,有最大的扩散速度和导热性	与空气混合极易发生爆炸	保留残留压力为 2MPa。氢气瓶应单独存放在远离实验室的小屋,用紫铜管引入实验室。实验室内严禁烟火,并安装防止回火的装置
惰性气体	常温下无毒	含量高的环境易产生窒息危险	使用和储存时要通风良好

1.2.2 实验室常用特种压力容器装置

特种压力容器通常是指内部压力大于 10MPa、小于 100MPa 并伴有高温的压力容器。如高压反应釜、安全阀、压力表等器械组合。

压力表：是测量压力大小的仪表，用来测量容器内实际压力值，操作人员可以依据压力表指示的压力对容器进行操作，将压力控制在允许的范围内。

高压釜的使用：

① 高压釜要在指定地点严格按照操作说明使用。对照铭牌，明确压力、温度等使用条件。

② 定期检查安全阀等装置，测量仪表有开裂要及时更换。

③ 操作时温度计要准确插到反应溶液中。

④ 放入高压釜的原料不得超过有效容积的 1/3。

⑤ 盖上盘式法兰盘盖时，要对称拧紧螺栓。

⑥ 高温高压设备未冷却及泄压前，切勿开启。

1.2.3 实验室常用高温装置的安全使用

在化学实验中，使用高温装置机会很多，如果操作错误，除发生烧伤外，还会引起火灾、爆炸等危险，因此，操作时必须谨慎。

(1) 常用高温装置 马弗炉（电阻炉）、干燥箱、电炉等。

(2) 高温装置使用注意事项

① 准备工作：熟悉高温装置的使用方法及范围，严格按说明书进行操作并选用合适的容器和耐火材料，严禁加热易燃易爆危险品，做好高温辐射防护。

② 高温装置在耐热性差的实验台上，要加垫防火板，并保留 1cm 以上空隙，以防着火。

③ 高温实验禁止接触水，急剧汽化的水会产生爆炸性并四处飞溅。要使用干燥的耐高温手套，潮湿会使导热性增大，水汽化更有烫伤手的危险。

④ 电热烘箱一般只用于烘干金属、玻璃容器和加热不分解、无腐蚀的样品。

⑤ 使用时炉膛温度不得超过最高炉温（最好在低于最高温度 50℃ 以下工作），也不得在额定温度下长时间工作。实验过程中，使用人不得离开，随时注意温度的变化，如发现异常情况，应立即断电，并由专业维修人员检修。

⑥ 温度超过 600℃ 后不要打开炉门。需要长时间注视炙热的高温火焰时，一定要佩戴深色防护眼镜。

⑦ 实验完毕后关掉电源，待样品缓慢冷却后再小心夹取样品，防止烫伤。挥发性易燃物质，禁止使用敞开放式电炉丝加热。

1.3 危险化学品分类与使用安全

1.3.1 危险化学品分类

所谓危险化学品（危险物品）是指具有爆炸、易燃、毒害、感染、腐蚀、放射性等危险特性，在运输、储存、生产、经营、使用和处置中，容易造成人身伤亡、财产损毁或环境污

染而需要特别防护的物质和物品。

根据国家标准《危险货物分类和品名编号》(GB 6944—2012),将所具有不同危险性的危险物品分为9类,其中有些类别又分为若干项。

第1类 爆炸品: 在外界作用下(受热或撞击等)或其他物质激发,在极短时间内能发生剧烈的化学反应,瞬间产生大量的气体和热量,使周围压力急剧上升,对周围环境造成破坏的物品。

特性:强爆炸性、高敏感度、对氧无依赖性。

如:硝酸铵、三硝基苯酚(苦味酸)、三硝基甲苯(TNT)、硝化甘油等。

第2类 气体

(1) 易燃气体 压缩或液化的氢气、甲烷、乙烷、液化石油气。特性:在常温常压下遇明火、撞击、电气、静电火花以及高温即会发生着火或爆炸。

(2) 非易燃无毒气体 压缩空气、氮气、氩气。

(3) 有毒气体 氯气、一氧化氮、一氧化碳、硫化氢、煤气。

第3类 易燃液体: 在闪点温度时放出易燃蒸气的液体或液体混合物。

特性:常温下易挥发,其蒸气与空气混合能形成爆炸性混合物,遇明火易燃烧。

如:乙醚、丙酮(闪点 $<-18^{\circ}\text{C}$);苯、甲醇、乙醇、涂料($-18^{\circ}\text{C}\leq\text{闪点}<23^{\circ}\text{C}$);丁醇、氯苯、苯甲醚($23^{\circ}\text{C}\leq\text{闪点}<61^{\circ}\text{C}$)。

【知识点】

闪点: 指该液体上的蒸气与空气混合形成燃烧混合物,遇明火发生一闪即逝的燃烧的最低温度。

燃点: 指该液体上的蒸气与空气混合形成燃烧混合物,遇到明火形成连续燃烧(持续时间不小于5s)的最低温度。

从防火角度考虑,希望闪点、燃点高些,两者的差值大些。而从燃烧角度考虑,则希望闪点、燃点低些,两者的差值也尽量小些。

第4类 易燃固体、自燃物品、遇湿易燃物品

(1) 易燃固体 燃点和自燃点低,易燃烧爆炸。如赤磷、钠、镁、铝、铁、活性炭和硫磺粉。

(2) 自燃物品 化学性质活泼,自燃点低,空气中易氧化或分解,产生热量达到自燃。如黄磷、煤、锌粉。

(3) 遇湿易燃物品 遇水或受潮时发生剧烈的化学反应,放出大量易燃气体和热量,燃烧或爆炸。如锂、钠、钾、铷、铯、钙、镁、铝等金属氢化物(氢化钙)、碳化物(电石)、磷化物(磷化钙)、硼氢化物(硼氢化钠)、轻金属粉末(镁粉、锌粉)。

【注意】

① 黄磷保存于水中,不要接触皮肤。

② 钠、钾保存于煤油中,切勿与水接触。反应残渣也易着火,不得随意丢弃。

第5类 氧化性物质和有机过氧化物

(1) 氧化性物质 本身不一定可燃,但通常因放出氧或起氧化反应可能引起或促进其他物质燃烧的物质。如硝酸钾、氯酸钾、过氧化钠、高锰酸钾。

(2) 有机过氧化物 分子组成中含有过氧基的有机物质,该物质为热不稳定物质,可发生放热的自加速分解。如过氧化苯甲酰、过氧化甲乙酮、过苯甲酸。

特性：强氧化性，遇酸、碱、有机物、还原剂时，发生剧烈化学反应而引起燃爆。对碰撞或摩擦敏感。

第 6 类 毒性物质和感染性物质

(1) 毒性物质 经吞食、吸入或皮肤接触后可能造成死亡或严重受伤或健康受损害的物质。

(2) 感染性物质 含有病原体的物质，包括生物制品、诊断样品、基因突变的微生物、生物体和其他媒介，如病毒蛋白等。

毒性分级标准见表 1.3。

表 1.3 毒性分级标准

分级	经口半数致死量 LD ₅₀ /mg·kg ⁻¹	经皮接触 24h 半数致死量 LD ₅₀ /mg·kg ⁻¹	吸入 1h 半数致死浓度 LC ₅₀ /mg·L ⁻¹
剧毒品	LD ₅₀ ≤5	LD ₅₀ ≤40	LC ₅₀ ≤0.5
有毒品	5<LD ₅₀ ≤50	40<LD ₅₀ ≤200	0.5<LC ₅₀ ≤2
有害品	50<LD ₅₀ ≤500	200<LD ₅₀ ≤1000	2<LC ₅₀ ≤10

【知识点】

半数致死量：(median lethal dose, LD₅₀) 在规定时间内，通过指定感染途径，使一定体重或年龄的某种动物半数死亡所需最小细菌数或毒素量。是描述有毒物质或辐射的毒性的常用指标。

常见化学试剂毒性见表 1.4。

表 1.4 常用化学试剂毒性

剧毒物质	高毒物质	中毒物质	低毒物质	致癌物质
氰化物(如氰化钾、氰化钠、氯化氰)、砷及三氧化二砷(别名：砒霜)、铍及其化合物、汞、氯化汞、硝酸汞、氢氟酸、氯化钡、乙腈、丙烯腈、有机磷化物、有机砷化物、有机氟化物等	二氯乙烷、三氯乙烷、三氯甲烷、二氯硅烷、苯胺、芳香胺、铊化合物(氧化铊、硝酸铊等)、黄磷、硫化氢、三氯化铋、溴水、氯气、二氧化锰、氯化氢等	苯、甲苯、二甲苯、四氯化碳、三硝基甲苯、环氧乙烷、环氧氯丙烷、四氯化硅、甲醛、甲醇、二硫化碳、硫酸、硝酸、硫酸镉、氧化镉、一氧化碳、一氧化氮等	三氧化二铝、钼酸铵、亚铁氰化钾、铁氰化钾、间苯二胺、正丁醇、丙烯酸、邻苯二甲酸、二甲基甲酰胺、己内酰胺、硝基苯、苯乙烯、萘等	黄曲霉毒素 B ₁ 、亚硝胺、石棉、3,4-苯并芘、联苯胺及其盐类、4-硝基联苯、1-萘胺、间苯二胺、丙烯腈、氯乙烯、二氯甲烷、苯、甲醛、偶氮化合物、三氯甲烷(氯仿)、硫脲、六价铬(如：重铬酸钾、铬渣)、铅、铍、镉等重金属

第 7 类 放射性物质：含有放射性核素且其放射性活度浓度和总活度都分别超过 GB 11806 规定的限值的物质。如镭 226、钴 60、铀 23、铯 137、碘 131。

第 8 类 腐蚀性物质：通过化学作用使生物组织接触时会造成严重损伤或在渗漏时会严重损害甚至毁坏其他货物或运载工具的物质。

(1) 酸性腐蚀品 盐酸、硫酸、硝酸、磷酸、氢氟酸、高氯酸、王水(1 体积的浓硝酸和 3 体积的浓盐酸混合而成)。

(2) 碱性腐蚀品 氢氧化钠、氢氧化钾、氨水。

(3) 其他腐蚀品 苯、苯酚、氟化铬、次氯酸钠溶液、甲醛溶液等。

第 9 类 杂项危险物质和物品：具有其他类别未包括的危险的物品。

(1) 危害环境物质

- (2) 高温物质
- (3) 经过基因修改的微生物或组织

1.3.2 危险化学品使用安全

(1) 储存危险化学品的一般原则

- ① 危险化学品应储存在合适的容器中，贴有规范标签。
- ② 严格按化学物质的相容性分类存放（参见表 1.5）。
- ③ 易燃、易爆及强氧化剂只能少量存放，且储存于阴凉、避光处。
- ④ 易燃且易挥发液体需储存在通风良好的试剂柜里，远离火源，严禁存放在普通冰箱中。
- ⑤ 剧毒药品专柜上锁，专人（两人）保管。
- ⑥ 定期检查所储存的化学药品，及时更换脱落或破损的试剂瓶标签。及时清理变质或过期的化学药品，并委托具有处理资质的单位对其进行处理。
- 化学药品配伍禁忌一览见表 1.5。

表 1.5 化学药品配伍禁忌一览

化学药品	配伍禁忌	混合后可能的危害
氧化剂(卤素、过硫酸铵、过氧化氢、重铬酸钾、高锰酸钾、高氯酸、硝酸铵)	还原剂(氨水、碳、金属、磷、硫黄)、有机物	氧化剂和还原剂,氧化剂与某些有机物发生强烈的化学反应,可能导致火灾或爆炸
氧化剂	可燃物	混触发火
无机酸(高氯酸、硝酸、铬酸)	有机酸(乙酸、蚁酸、苦味酸、丙烯酸)	具有氧化性的无机酸与有机物发生化学反应,增加燃烧率,与氧气接触产生燃烧反应
酸	氰化钾、硫化钠、亚硝酸盐、亚硫酸盐等	与酸反应产生有毒气体
硝酸	胺类	混触发火
硫酸	高氯酸盐、氯酸盐、高锰酸钾	爆炸
高氯酸	金属、易燃物质、乙酸酐、铋、铋合金、有机物	高温时为强氧化剂,与金属、木材以及其他易燃物质发生化学反应,形成易爆炸化合物
黄磷	空气、火、还原剂	燃烧
氰化物	酸	产生有毒氰化氢气体
乙酸	铬酸、硝酸、羟基化合物、胺类、高氯酸、过氧化物、高锰酸盐	
碱金属及碱土金属	水、二氧化碳、四氯化碳及其他氯化烃类、卤素	
铬酸及三氧化铬	乙酸、苯、樟脑、丙三醇(甘油)、酒精、易燃液体	
硝酸铵	酸、金属粉末、硫黄、易燃液体、氯酸盐、亚硝酸盐、可燃物	
过氧化氢	铜、铬、铁等大多数金属及其盐类,任何易燃液体、可燃物、胺类、硝基甲烷	

续表

化学物质	配伍禁忌	混合后可能的危害
过氧化钠	还原剂,如甲醇、冰乙酸、乙酸酐、苯甲醛、二硫化碳、丙三醇(甘油)、乙酸乙酯、呋喃、甲醛等	防止摩擦,储于阴凉处
有机过氧化物	酸类(有机及无机)	
高锰酸钾	甘油、乙二醇、苯甲醛及其他有机物、硫酸	
氯酸钾(钠)	酸、铵类、金属粉末、硫黄、有机物、红磷	
亚硝酸钠	酸、铵盐、还原剂	生成生成对冲击、摩擦敏感的爆炸物
氧化钙(生石灰)	水	
五氧化二磷	水	
氟	所有试剂	
溴	氨、乙炔、丁二烯、丁烷甲烷、丙烷、氢气、碳化钠、苯、金属粉末	生成对冲击、摩擦敏感的铜盐
碘	乙炔、氨气及氨水、甲醇	
活性炭	次氯酸钙(漂白粉)、氧化剂	
乙炔	氟、氯、溴、铜、银、汞	
苦味酸(三硝基苯酚)	铅等金属、金属盐	生成对冲击、摩擦敏感的铅盐;必须储存在潮湿、凉爽的地方
丙酮	浓硫酸和浓硝酸的混合物,氟、氯、溴	
易燃液体	硝酸铵、铬酸、过氧化氢、过氧化钠、硝酸、卤素	
碳水化合物	氟、氯、溴、铬酸、过氧化钠	
甲醛、乙醛	酸类、碱类、胺类、氧化剂	
肼	过氧化氢、硝酸,氧化剂	
砷及砷化物	还原剂	

(2) 危险化学品的安全使用

- ① 使用危险化学品时,一定要做好防护措施,如佩戴防护手套、护目镜和口罩等。
- ② 加热易燃液体时,要在通风橱中使用水浴、加热套进行加热,避免明火、静电和热表面。
- ③ 粉尘较多的实验室,除了采取有效的通风和除尘措施外,一定注意防止明火、静电引起粉尘爆炸。
- ④ 使用有刺激性气味的化学品时,应在通风橱中进行,并做好防护措施,如佩戴防护手套和口罩等。
- ⑤ 易燃化学品(如有机溶剂、金属钾、钠等)一定不能直接倒入水槽,否则极易引发火灾,有机溶剂还会腐蚀下水管道,造成管道漏水隐患。

【知识点】

1. 粉尘爆炸

粉尘在爆炸极限范围内,遇到热源(明火或温度),火焰瞬间传播于整个混合粉尘空间,化学反应速度极快,同时释放大量的热,形成很高的温度和很大的压力,系统的能量转化为

机械功以及光和热的辐射，具有很强的破坏力。

发生粉尘爆炸的三个条件：

① 可燃性粉尘以适当的浓度在空气中悬浮，形成人们常说的粉尘云。具有爆炸性粉尘的有：无机材料（如镁粉、铝粉、铁粉、锌粉、硫黄粉），煤炭，粮食（如小麦、淀粉），饲料（如血粉、鱼粉），农副产品（如棉花、烟草），林产品（如纸粉、木粉），合成材料（如塑料、染料）。

② 有充足的空气和氧化剂。

③ 有火源或者强烈振动与摩擦。

2. 实验废弃物分类回收

实验产生的有毒有害废弃物不能随意丢弃或排放，应按照相关规定进行分类回收处理，以免造成安全事故和环境污染。有毒有害废弃物一般分为固态、液态和气态三种形态，应按不同的方式进行处理。

① 实验废液需用专用容器或旧试剂瓶收集，并根据回收物的相容性和危险级别分开收集存放。注意废液收集容器要具有良好的密封性。

② 每个收集容器上必须贴上“危险废弃物品”字样的标签，并附有包含以下信息的实验废液登记表：

a. 实验废弃物成分、回收日期（第一滴危险废弃物滴入容器日期）；

b. 产生实验废弃物的地点和人员姓名。

③ 一般实验室按照三类分别收集：一般无机物废液、一般有机物废液、含卤有机物废液。

④ 如有可能与收集容器中已有的化学物质发生反应而产生有毒有害物质，则必须另取收集容器进行单独收集存放。

⑤ 含剧毒化学品的废液或含易与其他化学品发生反应的废液应分别单独收集存放，如氰化物、丙酮、二氯甲烷、汞、六价铬、硼、氢氟酸等。

⑥ 含稀酸、稀碱或无毒盐类实验废液可直接排入下水道，但必须在排前、其间和排后都用大量水对下水道进行冲洗。

⑦ 含浓酸、浓碱的实验废液，必须先酸碱中和，再排入下水道，并在排前、其间和排后都用大量水对下水道进行冲洗。

⑧ 有机溶剂如乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷、四氯化碳等千万不能直接倒入水槽（会腐蚀下水管、污染环境），应倒入收集容器中回收。

⑨ 收集容器所收集的废液不能超过器皿最大容量的 80%，且应在阴凉处保存，远离火源和热源。

每学期，学校相关部门委托具有处理实验废弃物资质的单位对实验废弃物进行回收处理。

1.4 实验基础知识

1.4.1 纯水的制备

按水的质量实验室用水可分为三级水、二级水、一级水。

(1) 三级水 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自来水或其他适当纯度的水。三级水是使用最普遍的纯水,一是直接用于某些实验;二是用于制备二级水乃至一级水。过去多采用蒸馏法制备,称为蒸馏水,目前多采用离子交换法(所得的水称为去离子水)、电渗析法。

(2) 二级水 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。

(3) 一级水 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 $0.24\mu\text{m}$ 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。

各种制备方法介绍如下。

① 蒸馏法 目前使用的蒸馏器的材料有玻璃、铜、石英等。蒸馏法只能除去水中非挥发性的杂质,溶解在水中的气体杂质并不能完全除去。蒸馏法的设备成本低,但消耗能量大。

② 离子交换法 用离子交换法制备的纯水称为去离子水。目前多采用阴、阳离子交换树脂的混合床装置来制备。此方法的优点是制备的水量大,成本低,除去离子的能力强;缺点是设备及操作较复杂,不能除去非电解质(如有机物)杂质,而且尚有微量树脂溶在水中。

③ 电渗析法 电渗析法是在离子交换技术的基础上发展起来的一种方法。它是在外电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而使溶液中的溶质和溶剂分离,从而达到净化水的目的。此方法除去杂质的效率较低,适用于要求不是很高的分析工作。

1.4.2 化学试剂规格

(1) 分析试剂规格 化学试剂中,指示剂纯度往往不太明确,除少数标明“分析纯”“试剂四级”外,经常遇到只写明“化学试剂”“企业标准”或“生物染色剂”等。常用的有机试剂、掩蔽剂等也经常遇到级别不明的情况,上述试剂一般只可作为“化学纯”试剂使用,必要时需进行提纯。例如,三乙醇胺中铁含量较大,而三乙醇胺又常用来掩蔽铁,因此使用该试剂时必须注意。

生物化学中使用的特殊试剂,纯度表示和化学中的一般试剂表示也不同。例如,蛋白质类试剂经常以含量表示,或以某种方法(如电泳法等)测定的杂质含量来表示;酶是以每单位时间能酶解多少物质来表示其纯度,即其纯度是以活力来表示的。此外,还有一些特殊用途的高纯试剂。例如,“色谱纯”试剂是在最高灵敏度下以 10^{-10}g 下无杂质峰来表示的;“光谱纯”试剂是以光谱分析时出现的干扰谱线的数目、强度大小来衡量的,该试剂往往含有各种氧化物,不能用作化学分析的基准试剂,这点须特别注意;“放射化学纯”试剂是以放射性测定时出现干扰的核辐射强度来衡量的;“MOS”级试剂是“金属-氧化物-半导体”试剂的简称,是电子工业专用的化学试剂。

在一般分析工作中,通常要求使用分析纯试剂。分析工作者必须对化学试剂标准有明确的认识,做到科学地存放和合理地使用化学试剂,既不超规格造成浪费,又不随意降低规格

而影响分析结果的准确度。

(2) 试剂的取用 实验中应根据不同的要求选用不同的试剂。化学试剂在实验室分装时,一般把固体试剂放在广口瓶中,把液体试剂或配制的溶液盛放在细口瓶或带有滴管的滴瓶中,把见光易分解的试剂或溶液(如硝酸银等)盛放在棕色瓶内。每一试剂瓶上都贴有标签,上面写有试剂的名称、规格或浓度(溶液)以及日期。在标签外面涂上一层蜡来保护它。

固体试剂的取用规则:

① 用清洁、干燥的药勺取用。药勺最好专勺专用,否则用过的药勺必须洗净、擦干后才能再使用。

② 试剂取用后应立即盖紧瓶盖。

③ 多取出的药品不要再倒回原瓶,可放在指定的窗口中供他人使用。

④ 一般试剂可放在称量纸上称量。具有腐蚀性、强氧化性或易潮解的试剂。

1.4.3 常用的坩埚和研钵

1.4.3.1 坩埚

瓷坩埚最为常用,能耐 1200℃ 的高温,可用于重量分析中沉淀的灼烧和称量。湿坩埚或放有湿样品的坩埚,灼烧前应先将其慢慢烘干,逐渐升温,急火容易使其爆裂。

(1) 铂坩埚 使用铂坩埚时应注意以下几点。

① 铂是一种贵金属,熔点为 1774℃,耐高温,1200℃ 时质软,使用时应十分小心,防止变形和损伤。在任何情况下,铂器皿不得用手揉捏,也不得用玻璃棒捣刮。

② 铂器皿的加热和灼烧均应在垫有石棉板或陶瓷板的电炉(或电热板)上进行,或在煤气灯的氧化焰上进行,不能与电炉丝、铁板接触,也不能与煤气灯的还原焰(含未燃烧完全的还原性气体)接触,因为铁在高温下能与铂形成合金,还原性气体能与铂形成脆性的碳化铂,从而损坏铂器皿。滤纸可以在铂器皿中灼烧,但必须注意在低温和空气充足的情况下,让碳燃烧完后,才能提高温度。热的铂器皿只许用铂坩埚钳(钳的尖端包有一层铂)夹取。

③ 大多数金属在较高温度时能与铂形成合金,故不能在铂器皿内灼烧或熔融金属。重金属和某些非金属的化合物在高温时易还原为相应的金属和非金属元素,与铂形成合金或化合物而损坏铂器皿。

④ 铂与常用的酸不发生化学反应,只有在高温下才会受到浓磷酸的腐蚀。实验证明,在铂坩埚中分别加入浓盐酸、40% 的氢氟酸、浓硫酸和 85% 的磷酸加热至冒烟时,其损失量分别为 30~80μg、8~11μg、7~10μg、8~9μg。铂易溶于王水(或含有氯化物的硝酸)、氯水和溴水中。含卤素和能析出卤素的物质、盐酸和氧化剂(如 KClO₃、NO₃⁻、NO₂⁻、KMnO₄、K₂Cr₂O₇、MnO₂等)的混合物对铂器皿有侵蚀作用。

⑤ 碱金属和钡的氧化物、氢氧化物、氰化物、硝酸盐和亚硝酸盐等,在高温熔融时会侵蚀铂器皿。在铂器皿中,熔融 K₂CO₃、Na₂CO₃ 是安全的,但不能用 Li₂CO₃。碱的水溶液在铂器皿中蒸发时,对铂的侵蚀作用很小;但在空气中,用含 KCl 的 HCl 溶液时,对铂有显著的侵蚀作用,这可能是由下列反应引起的。

