

普通高等教育“十二五”规划教材

无机及分析化学实验

WUJI JI FENXI HUAXUE SHIYAN

第2版

商少明 主编
汪云 刘瑛 副主编



化学工业出版社



普通高等教育“十二五”规划教材

无机及分析化学实验

第 2 版

商少明 主 编
汪 云 刘 瑛 副主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书是在第一版的基础上,总结教学经验,广泛听取使用院校教师和学生的意见和建议修订而成的。

本书内容分为两部分。一是实验的基本知识与基本操作,包含了器皿的洗涤与干燥、物质的称量与天平、试剂及其取用、溶液的配制与物质的定量转移等;二是实验部分,包含无机物的提纯、制备、性质及反应原理,有关常数的测定,物质的分离与分析,综合实验和设计实验四部分。为扩充学生的视野,增加了“扩展与链接”,并引入相关“国标”简介以及“8S”与“PDCA”管理理念。

本书适用于高等学校工科近化学类专业,如生物工程,生物技术,食品科学和工程,食品质量与安全,动物科学,化学工程与工艺,轻化工程,高分子材料与工程,环境工程,制药工程以及农、林、医等院校,网络教育相关专业,共60~80学时。还可为相关领域的技术人员,在产品与检测方法的研发、使用以及企业标准的制订等方面提供参考。



图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验/商少明主编. —北京:
化学工业出版社, 2014.9

普通高等教育“十二五”规划教材
ISBN 978-7-122-21312-9

I. ①无… II. ①商… III. ①无机化学-化学实
验-高等学校-教材②分析化学-化学实验-高等学校-教材
IV. ①O61-33②O65-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2014)第156177号

责任编辑:刘俊之
责任校对:陶燕华

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:北京云浩印刷有限责任公司

787mm×1092mm 1/16 印张13½ 字数352千字 2014年10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:28.00元

版权所有 违者必究

前 言

《无机及分析化学实验》(陈烨璞主编,杨丽萍、商少明副主编)出版以来,得到了兄弟高校同行的关心与支持。随着课程建设的不断加强,教学实践的体会也不断地加深;结合兄弟高校使用本教材所提出的宝贵意见与建议,我们对《无机及分析化学实验》进行了修订再版。

本次再版的较大亮点是增添了相关章节中的“扩展与链接”,重点在于本实验课程的扩充内容(方法与手段)与相关“标准”的窗口。引入一些较新的实验手段,扩展学生的视野,引导学生关注这些实验手段的应用与进展;引入相关的国家标准或行业标准,不仅使学生从低年级起,就了解在许多领域与方面,国家及相关主管部门的标准与规定,在做许多事情时可以引用相关标准,同时引导学生注意教材使用的方法与标准方法的对比,从中发现问题或提出问题;引入“8S”与“PDCA”管理的理念,让学生从一年级开始,就知道什么是8S,什么是PDCA,8S与PDCA与每个实验者以及实验室管理之间的关系,努力学会管理自己、管理实验团队、管理实验室,培养起良好的实验作风与个人素养。

第2版的变动主要有以下几个方面。

1. 将原第1章“无机及分析化学实验的一般知识”、原第3章“实验数据的采集与处理”与原第5章“计算机应用基础”删减修改,归并为第1章“绪论”。

2. 将原第2章“无机及分析化学实验基本操作”与原第4章“常用实验仪器的使用方法”归并为第2章“无机及分析化学实验基础知识与基本操作”,并按实验单元编写,如“器皿的洗涤与干燥;物质的称量与天平;试剂及其取用;溶液的配制与物质的定量转移……”,每一实验单元又按制备或一般化学实验、分析实验编排。

3. 将原第6章与第7章归并为第3章“无机物的提纯、制备、性质及反应原理”。内容未作大的变动,仅将原第6章中的实验5“从硝酸锌废液中回收硫酸锌”归入“综合实验和设计实验”一章,原第7章中7.2的实验全部归入“物质的分离与分析”一章。

4. 将原第9章“常数的测定”提前至第4章,名称调整为“有关常数的测定”,内容基本未变。

5. 原第8章“定量化学分析”改为第5章,名称变为“物质的分离与分析”。原实验34归入“综合实验和设计实验”一章。

6. 原第10章“综合实验和设计实验”相应调整为第6章,名称与内容基本不变,还是根据本门课程的教学要求、专业特点,针对一年级学生所掌握的基础知识、基本操作与基本技能等实际情况,重点以实际应用对象的检测、无机物的制备及检测为主,表征手段主要以所学方法为主。

7. 附录补充完善了有关溶液的配制、相关常数以及常见化合物的相对分子质量等。

参与第2版编写工作的为江南大学无机及分析化学课程组与实验室的部分教师。由商少明担任主编（主要负责第1章、第2章中2.1~2.10，以及第6章的审核、修改），汪云（承担第2章中2.11~2.17、第3章以及附录的审核与修改）、刘瑛（负责第4章、第5章的审核及修改）担任副主编。参与编写的其他教师有：朱振中、沈晓东、傅成武、宋健、孙芳、董伟、陈小萍、康秀英以及许春华。“扩展与链接”未署名的内容由商少明编写。孙芳负责文字及图表处理，全书由商少明统稿。

本书修订过程中，参阅了大量兄弟高校的同名教材与其他相关教材，汲取了许多宝贵的内容与精华，在此一并表示最衷心的感谢！

由于编者水平有限，差错难免，敬请读者批评指正。

编者

2014年6月于江南大学

第一版编写说明

本书是根据教学需要，配合无锡轻工大学与大连轻工业学院合编的《无机及分析化学》而编写的。

80年代初，无锡轻工大学开始试行“无机及分析化学”课程的改革，至今已有十多年了。所用的实验讲义经过十多年教学实践，已三次修订。这次编写在原讲义的基础上作了较大的调整和充实。在编写过程中，着重注意了以下几点：

一、本书编写以工科化学课程教学指导委员会 1993 年修订的“无机化学课程教学基本要求”和“分析化学课程教学基本要求”为依据，从相关专业培养目标实际需要出发，兼顾一定的适用面，突出重点，保证基础。

二、随着教学改革的深入，“无机及分析化学实验”已单独设课。因此，本书在编写时，既注意与《无机及分析化学》教材的配合与互补，同时又尽量注意实验课程和教材自身的系统性与相对独立性。

三、本书共十章，着重围绕以下四个方面进行教学：1. 化学实验基本常识的学习；2. 基本操作和基本技能的训练；3. 无机及分析化学基础知识和基本理论的验证；4. 综合运用能力的培养和训练。

四、本书注意引入适当比例的具有一定难度和实用意义的综合实验，并且引入一部分反映科研成果的具有一定水平的设计性实验，配置了计算机应用实验，使教材体现了一定的先进性。

本书共编入实验 55 个。可适用于高等工科院校生物工程、大食品类、精细化工、造纸、塑料加工等各专业，也可适用于其他各相近专业。

为达到教学基本要求，实验总学时应不少于 110 学时，选做实验约 26~30 个。

本书由陈焘璞任主编，杨丽萍、商少明任副主编。参加编写的有无锡轻工大学宋云翔（第 4 章以及实验 55）、汪纪三（第 8 章中实验 15~36）、商少明（第 3 章、第 5 章以及实验 54）、倪静安（第 1 章、第 2 章）、陈焘璞（第 10 章中实验 46~53）、大连轻工业学院杨丽萍（实验 10~14）、张敬乾（实验 5~9、34、39、40、45）、李英华（实验 1、2、3、41）、翟滨（实验 4、42、43）、尹军英（实验 37、38、44）。全书由陈焘璞、杨丽萍、商少明修改统稿。

本书由北京大学华彤文、刘淑珍、赵凤林、刘铎、刘万祺等老师审阅，他们提出了许多宝贵意见，在此我们谨表示衷心的感谢。

无锡轻工大学刘俊康同志参加了各章微机程序的校验和修改，并参加了部分新实验的试做。大连轻工业学院的于吉震同志参加了部分录入和校对工作，在此一并表示感谢。

由于编者水平有限，错误缺点之处敬请读者批评指正。

编者

1996 年 12 月

目 录

第 1 章 绪论	1	2.5.2 常用的冷却方法	50
1.1 课程学习的内容、目的与方法	1	2.5.3 干燥器与固体物质常用的干燥方法	50
1.1.1 课程学习的主要内容	1	2.6 混合与搅拌	52
1.1.2 课程学习的主要目的	1	2.6.1 人工搅拌	53
1.1.3 课程学习的基本方法	1	2.6.2 磁力搅拌与磁力搅拌器	54
1.1.4 实验成绩的评定	5	2.7 试纸及其使用	56
1.2 实验室规则、安全与废弃物处理	6	2.7.1 常用试纸	56
1.2.1 实验室工作规则	6	2.7.2 试纸的使用	57
1.2.2 意外事故及其处置预案	7	2.8 酸度计及其使用	57
1.2.3 实验废弃物的处理	11	2.8.1 酸度测量的基本原理	57
1.3 无机及分析化学实验常用器具	13	2.8.2 酸度计的外部结构	58
1.4 实验误差与有效数字	19	2.8.3 酸度计的使用	58
1.4.1 准确度与系统误差	19	2.8.4 电极与酸度计使用的注意事项	60
1.4.2 精密度与随机误差	20	2.9 沉淀、蒸发与结晶	60
1.4.3 误差的传递与允许误差	21	2.9.1 沉淀的一般方法	61
1.4.4 有效数字及其有关规则	22	2.9.2 蒸发与结晶	62
1.5 实验信息的采集、处理与结果表示	23	2.10 固液分离与称量分析法	63
1.5.1 数据的采集与记录	23	2.10.1 滤纸的分类	63
1.5.2 数据处理的基本步骤与方法	24	2.10.2 一般化学实验中的固液分离	63
1.6 计算机应用基础	26	2.10.3 定量分析中的固液分离与称量分析法	68
1.6.1 数字资源的获取	26	2.11 试样的采集、溶解与分解	74
1.6.2 计算机在数据处理与结果报告中的应用	26	2.11.1 试样的采集与制备	74
第 2 章 无机及分析化学实验基本知识		2.11.2 试样的溶解或分解方法	74
与基本操作	35	2.12 容量瓶, 移液管与吸量管的使用	76
2.1 器皿的洗涤与干燥	35	2.12.1 容量瓶及其使用	76
2.1.1 器皿的洗涤	35	2.12.2 移液管与吸量管及其使用	77
2.1.2 器皿的干燥	36	2.13 滴定管的使用	79
2.2 物质的称量与天平	37	2.13.1 滴定管的分类与准备	79
2.2.1 电子天平及其使用	37	2.13.2 滴定管的使用	80
2.2.2 常用称量方法	39	2.14 可见光分光光度计及其使用	83
2.3 试剂及其取用	41	2.14.1 可见光分光光度计的构造	83
2.3.1 试剂的分类与保管	41	2.14.2 可见光分光光度计的使用及注意事项	83
2.3.2 试剂的选择与取用	42	2.15 常用分离、提取方法	85
2.4 溶液的配制与物质的定量转移	44	2.15.1 萃取	86
2.4.1 一般溶液的配制	44	2.15.2 离子交换	87
2.4.2 标准溶液的配制与物质的定量转移	44	2.15.3 色谱分离*	88
2.5 物质的加热、冷却与干燥	47	2.16 纯水的制备与检验	91
2.5.1 常用的加热方法	47	2.16.1 实验室纯水与使用	91

2.16.2 纯水的制备	93	实验 31 磺基水杨酸法测定铁的含量	151
2.16.3 纯水的检验与电导率仪	93	实验 32 天然水中亚硝酸盐氮的测定 (盐酸- α 萘胺分光光度法)	153
2.17 气体的制备、净化、干燥与收集 *	96	实验 33 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 、 MnO_4^- 混合溶液的 分光光度分析	154
2.17.1 气体的制备方法	96	实验 34 钴和铁的离子交换层析分离与 测定	155
2.17.2 气体的净化与干燥	96	实验 35 易溶组阳离子混合溶液的分析	157
2.17.3 气体的收集	97	实验 36 硫化铵组阳离子混合溶液的 分析	160
第 3 章 无机物的提纯、制备、性质 及反应原理	99	实验 37 硫化氢组阳离子混合溶液的 分析	164
实验 1 玻璃管的加工	99	实验 38 未知阳离子混合溶液的分析	168
实验 2 硫酸铜的提纯	100	第 6 章 综合实验和设计实验	169
实验 3 硫酸亚铁铵的制备	101	实验 39 从硝酸锌废液中回收硫酸锌	169
实验 4 缓冲溶液的配制和性质	102	实验 40 过氯化钙的制备及含量分析	170
实验 5 氧化还原反应、电化学	103	实验 41 硫代硫酸钠的制备和应用	171
实验 6 卤素的基本性质	105	实验 42 磁性体法处理含铬废水	174
实验 7 氧、硫、氮、磷等元素的主要 性质	107	实验 43 三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备 及组成的测定	175
实验 8 锡、铅、铋、铊等元素的主要 性质	112	实验 44 纸浆的高锰酸钾值的测定	177
第 4 章 有关常数的测定	115	实验 45 Ni^{2+} 、 Co^{2+} 、 Fe^{3+} 交换层析 分离与测定	178
实验 9 化学反应速率和化学平衡常数的 测定	115	实验 46 蘑菇罐头中溶锡量的测定	179
实验 10 弱酸解离常数的测定	119	实验 47 活性氧化锌的制备及其部分 化学指标测定	181
实验 11 硫酸钙溶度积的测定(离子 交换法)	120	实验 48 由天青石矿制备高纯碳酸镭及 产品质量鉴定	182
实验 12 邻菲罗啉合铁(Ⅱ)配合物组成 及稳定常数的测定	122	实验 49 简单提纯	183
实验 13 二氧化碳相对分子质量的测定	124	实验 50 价态分析	183
第 5 章 物质的分离与分析	127	附录	184
实验 14 分析天平的称量练习	127	附录 1 本实验教材试剂溶液的配制 方法	184
实验 15 滴定分析基本操作练习	127	附录 2 常用酸碱缓冲溶液的配制	185
实验 16 容量器皿的校正	128	附录 3 常用 pH 标准缓冲溶液	186
实验 17 酸碱标准溶液的配制和比较	131	附录 4 常用指示剂的配制方法	187
实验 18 醋酸溶液中 HAc 含量的测定	132	附录 5 常用基准试剂	188
实验 19 工业纯碱中总碱量的测定	134	附录 6 实验室常用洗液	189
实验 20 碱灰中碱度的测定	135	附录 7 常见无机离子的检出方法	189
实验 21 尿素的测定	136	附录 8 常见化学危险品的分类与性质	191
实验 22 可溶性氯化物中氯含量的测定	137	附录 9 常用酸碱溶液的密度与浓度	191
实验 23 氯化钡中钡含量的测定	138	附录 10 部分无机盐在水中不同温度 下的溶解度	192
实验 24 磷肥中水溶磷的测定	140	附录 11 不同温度下水的饱和蒸气压	196
实验 25 硫酸铜中铜含量的测定	141	附录 12 常见酸碱溶液的解离常数 (298.15K)	197
实验 26 钙盐中钙含量的测定	143		
实验 27 苯酚的测定	145		
实验 28 水的总硬度的测定	146		
实验 29 铅、铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的 连续滴定	148		
实验 30 醋酸的电势滴定	150		

附录 13	常见难溶物的溶度积常数 (298.15K, 离子强度 $I=0$)	199	附录 16	常见化合物的相对分子质量	204
附录 14	常见配合物的稳定常数	199	附录 17	相对原子质量	206
附录 15	常见电对的标准电极电势表	201	附录 18	相关网站	206
			参考文献		208

第1章 绪论

1.1 课程学习的内容、目的与方法

1.1.1 课程学习的主要内容

“无机及分析化学实验”课程是生物工程、生物技术、食品科学和工程、食品质量与安全、动物科学、化学工程与工艺、轻化工程、高分子材料与工程、环境工程、制药工程等近化学类专业的第一门化学实验课程。课程教学的重点在于一年级化学实验基本操作以及一些基本实验方法的学习与训练,包含了物质的制备与提纯、分离与检测,以及某些化学常数测定等过程中的基本操作与实验方法。这些基本操作与实验方法不仅是后续相关化学或近化学实验课程重要的基础,同时也是一般无机物、金属有机、生物无机、无机功能材料等物质或材料制备与研究中很重要的方法与手段。

1.1.2 课程学习的主要目的

“无机及分析化学实验”课程学习的主要目的是:熟练掌握化学实验操作的基本技术,掌握基本的实验方法,正确使用无机及分析化学实验中的常见仪器;学会测定实验数据并加以正确的处理和概括;通过仔细观察实验现象,直接获取化学感性知识,巩固和扩大课堂中所获得的知识,为理论联系实际提供具体的条件;培养严谨的科学态度和良好的工作作风,以及发现问题、分析问题与解决问题的能力;初步掌握科学研究的基本方法,为学习后续课程以及将来进一步深造或参加生产实际、科学研究打下良好的基础。

1.1.3 课程学习的基本方法

要达到上述目的,必须有正确的学习态度和学习方法。“无机及分析化学实验”的学习方法,大致可从预习与预习报告、实验与实验报告等两方面来掌握。

(1) 预习与预习报告

为了使实验能够获得良好的效果,实验前必须进行充分的预习。预习的内容包括:

- ① 阅读实验教材和教科书中的有关内容,必要时参阅有关资料或参考书。
- ② 明确实验的目的和要求,透彻理解实验的基本原理。
- ③ 明了实验的主要内容、所需物品、基本步骤以及有关注意事项、做好实验的关键。
- ④ 认真思考实验前应准备的相关问题,并通过相互讨论或查阅相关参考书,从理论上加以解决。

⑤ 通过网络或直接查阅有关教材、参考书或手册,获取该实验所需的有关信息,如化学反应方程式、溶解度、相对分子质量以及常数等。

⑥ 根据自己对该实验的理解以及实验的类型,在实验记录本上写好实验预习报告。

有条件的学校,可以通过网上实验预习系统完成预习报告的填写与输出,并进行虚拟实验。

实验前未预习者不准进行实验。

所谓的实验预习报告,就是没有填写实验现象、实验数据与相关处理、实验讨论的实验报告框架。实验预习报告不是简单填写相关项目,以及将教材中的相关内容抄写到实验记录

本上。对于不同类型的实验，实验预习报告的内容及格式有所不同。每个实验的报告最好均从实验记录本的左面开始。

实验预习报告编写的基本原则是，信息完整、简洁明了。所谓信息完整，是指该实验报告所需的信息，包含基本信息与其他必要信息。实验基本信息包含实验序号、名称、日期，对于某些实验还应注明气温、气压或合作者；其他必要信息包含实验原理、实验内容及步骤、实验结果及处理。简洁明了是指文字简单，但能说明问题。实验原理是在理解教材上所述原理的基础上，尽量用自己的语言文字来表达；实验步骤尽可能用流程图或框图、箭头等符号表示，原则是自己与别人均能看得懂；实验现象、解释及结论，以及实验数据与处理应留有足够的空间，以便实验中填写；实验结果应尽量采用表格化的报告形式，预先绘制好表格。

此外，预习报告的最后一项为实验讨论。实验讨论是非常重要的环节，在学习阶段要努力学会。对于方法原理、相关问题的讨论，既可以在预习时完成，也可以做完实验后，根据自己的理解或体会填写。

以下列举几种类型实验的预习报告基本格式予以分别说明，仅供参考。

● 制备与提纯实验

实验_____ 硫酸亚铁铵的制备

日期：

一、实验目的

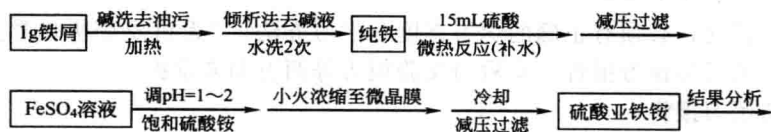
(预习时填写)

二、实验原理

(预习时填写，应包含制备方法、主要化学反应式、反应条件；若是提纯实验，应包含提纯的方法，依据的化学反应或物理性质、相应的条件等)

三、实验步骤

(预习时填写)



四、实验现象及处理

(应留有一定的空间，实验中填写)

五、结果报告

(大部分在实验中填写，理论产量应在预习时计算出来，并列出具体的计算公式；若是提纯实验，理论产量、实际产量及产率分别改为原料重、产品重以及得率)

产品外观、色泽_____；

理论产量_____；

实际产量_____；

产率_____；

纯度检验结果_____。

六、问题讨论

(部分在预习时，部分在实验后完成)

● 性质与分离鉴定实验

实验_____ 卤素的基本性质

日期:

一、实验目的

(预习时填写)

二、实验内容、步骤与结果报告

(由于实验所涉及元素及其主要化合物的性质, 以及相应的化学反应方程式在这部分的相关栏目中填写, 故实验原理不必单列)

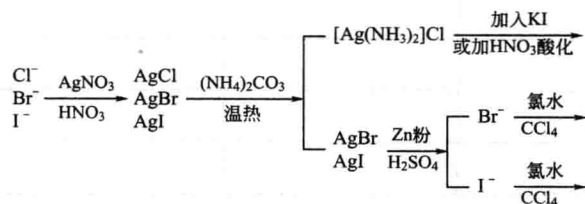
1. 卤素的基本性质

(本表格最好跨实验记录本左右两面, 使之具有较大的书写及记录空间, 预习时绘制好, 除现象、解释及结论外, 其他在预习时填写好)

项 目	步 骤	现 象	反应方程式	解释及结论
(1) 卤化氢还原性的比较	(1)..... (2)..... (3).....			
(2) 次氯酸的氧化性	(1)..... (2).....			
.....				

2. Cl^- 、 Br^- 、 I^- 混合物的分离与鉴定

(分离鉴定实验一般均采用流程图或框图方式报告实验结果。流程图预习时绘制好, 现象及结论在实验中填写。根据分离与鉴定的内容, 流程图同样最好跨实验记录本左右两面)



主要的化学反应方程式: (预习时填写)

三、实验讨论

(同制备实验要求)

• 标定与测定实验

实验_____ 醋酸溶液中 HAc 含量的测定

(一) NaOH 标准溶液浓度的标定

日期:

一、实验目的

(预习时填写)

二、实验原理

(预习时填写, 对于标定实验, 应包含基准物、滴定反应、指示剂、计算公式及摩尔质量等基本信息; 若是含量测定实验, 应包含有滴定剂浓度的信息)

基准物: 邻苯二甲酸氢钾

滴定反应: $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4 + \text{NaOH} = \text{KNaC}_8\text{H}_4\text{O}_4 + \text{H}_2\text{O}$

指示剂：酚酞

计算公式：

$$c_{\text{NaOH}} = \frac{m_{\text{邻苯二甲酸氢钾}}}{M_{\text{邻苯二甲酸氢钾}} V_{\text{NaOH}}}, \text{其中 } M_{\text{邻苯二甲酸氢钾}} = 204.2$$

三、实验步骤

(预习时填写)

准确称取 $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ 0.8~1.2g 于锥形瓶中 (3 份) → 50mL H_2O → 温热、溶解 → 冷却 → 2 滴酚酞 → NaOH 溶液滴定至微红, 30s 不褪色 → 平行测定三次, 记录数据并计算。

四、数据记录与处理

(预习时绘制好, 并留有足够的空间, 以便增加次数时的记录; 实验中填写)

实验序号		1	2	3	
$m(\text{邻苯二甲酸氢钾})/\text{g}$					
$V_{\text{NaOH}}/\text{mL}$	始读数				
	终读数				
	净读数				

五、结果报告

(预习时绘制好表格, 只需留有三份数据的空间, 实验中填写)

实验次数	1	2	3
$m(\text{邻苯二甲酸氢钾})/\text{g}$			
$V_{\text{NaOH}}/\text{mL}$			
$c_{\text{NaOH}}/\text{mol/L}$			
平均值(,)/mol/L			
相对相差(,) ^① /%			

① 对于初学者, 操作训练的初级阶段常会出现一些未能注意到的过失。因此, 在教学实验的数据处理时, 采取舍去部分偏离较大的测量值, 仅保留最接近的两个测量值, 求取它们的相差 ($|x_1 - x_2|$) 及其平均值 $\bar{x}$, 并用相对相差衡量测定结果精密度的做法, 即相对相差 = $\frac{\text{相差}}{\bar{x}} \times 100\%$ 。严格来说应采用相对平均偏差或相对标准偏差表示 (见“精密度与随机误差”)。

六、实验讨论

(同制备实验要求)

其他类型的实验预习报告请按照以上大致样板, 以及上述实验预习报告编写的基本原则撰写。

(2) 实验与实验报告

根据预习以及对指导老师讲解的认识, 进一步明确实验的目的与要求, 并努力做到如下几点。

- ① 按规定的方法、步骤、试剂用量、实验操作规程以及注意事项进行实验, 安全第一。
- ② 注意实验环境的规范, 整洁。从实验柜中只取出实验所需的物品, 并按大小、高低

以及顺序摆好,尽量做到同一实验台面横看一条线,不同实验台面竖看一条线;除自己配制的溶液外,试剂架上的试剂及溶液或公用物品不要长时间放在自己跟前;定量实验时,滴定台或漏斗架应放置在操作者所处位置,离实验台边缘约10~15cm的地方;一般实验中可准备好一只废物杯以及一只废液杯,实验结束后再倒到指定的地方,努力做到不随地扔废弃物以及倒溶液,及时清理实验台面,保持清洁、干净。

③ 对于使用实验装置的实验,装置的搭建应符合要求,且尽量搭建美观、稳固。

④ 做实验要努力做到“耐心、细心与匠心”。耐心与细心是做好实验的前提,匠心是做好实验的保障。应努力培养耐心细致的工作作风。努力学会思考,培养发现问题、分析问题与解决问题的能力。

⑤ 要有实事求是的科学态度。观察到的实验现象、实验的原始数据,应如实、详细地记录在实验记录本上,不得记录在纸片上,不得转移、拼凑,不得涂改。当发现观察到的现象和理论不符,或实验数据及结果异常时,先要尊重实验事实,然后加以分析,认真查找原因,再耐心细致地重做实验。但应注意的是,有些实验的重做应征得指导老师的同意,必要时可做对照试验、空白试验或自行设计的试验来核对,直到从中得出正确的结论或结果。

实验过程结束后,对制备与提纯实验,还需完成产率或得率的计算;对于性质与分离鉴定实验,需对相关的实验现象进行解释并作出结论;对标定与测定实验,最后完成平均值、相对相差等的正式计算(在三份数据填入结果报告表前,已初步计算能符合指导老师的要求)。最后进行实验讨论,或对实验现象、实验结果的讨论。后一种讨论的收获甚至大于获得好的实验结果,往往可以指导自己今后既快又好地完成实验,同时又培养了发现问题、分析问题与解决问题的能力。

1.1.4 实验成绩的评定

实验成绩的评定主要由两部分构成,分别为平时成绩与期末考核成绩,分别占60%与40%。平时成绩又由预习及预习报告、实验态度与实验操作、实验结果及实验报告三部分构成,分别占30%、20%、30%+20%。期末考核成绩分为笔试成绩与操作考核成绩两部分,各占60%、40%。笔试内容第1章占60%,第2~5章各占10%;现场操作考核为本课程主要的操作。

(本节修订:商少明)

扩展与链接

(1) “标准”简介

“GB/T 20000.1—2002 标准化工作指南 第1部分 标准化和相关活动的通用词汇”中对标准的定义是:为了在一定范围内获得最佳秩序,经协商一致制定并由公认机构批准,共同使用的和重复使用的一种规范性文件。

“标准”按内容划分可分为基础标准、术语标准、试验标准、产品标准以及过程标准、服务标准、接口标准、数据待定标准。前面四类标准与我们关系较为密切。基础标准为具有广泛的适用范围或包含一个特定领域的通用条款的标准。在某领域中基础标准是覆盖面最大的标准,它是该领域中所有标准的共同基础。如“GB/T 6678 化工产品采样总则”就属于此类标准;术语标准是指与术语有关的标准,通常带有定义,有时还附有注、图、示例等。如“GB/T 14666 分析化学术语”就是“术语标准”;试验标准则是指与试验方法有关的标准,有时附有与测试有关的其他条款,例如抽样、统计方法的应用、试验步骤等。例如“GB/T 14827 有机化工产品酸度、碱度的测定方法 容量法”;产品标准则规定产品应满足的要求以确保其适用性的标准。例如“GB 4291 冰晶石”就属于产品标准。

按“标准”制定以及使用的范围划分有国际标准（ISO 国际标准）、区域标准、国家标准（ANSI 美国国家标准、BS 英国国家标准、DIN 德国国家标准、NF 法国国家标准、JIS 日本工业标准、GB 中国国家标准）、行业标准、地方标准以及企业标准。国际标准由国际标准化组织（ISO）理事会审查，ISO 理事会接纳国际标准并由中央秘书处颁布。在中国，国家标准是由国务院标准化行政主管部门制定；行业标准是由国务院有关行政主管部门制定；企业生产的产品若没有国家标准和行业标准的，就应制定企业标准，作为组织生产的依据，并报有关部门备案。企业标准可以高于国家标准或行业标准。

按“标准”的成熟程度不同又划分有法定标准、推荐标准、试行标准、标准草案。例如中国的国家标准就分为强制性国标（GB）（即法定标准）和推荐性国标（GB/T）（即推荐标准）。

（2）“GB/T 14666”与“GB/T 6325”简介

“GB/T 14666 分析化学术语”规定了化学分析、电化学分析、光谱分析、色谱分析、质谱分析、核磁共振波谱分析、数据处理的分析化学术语 525 词条，适用于编写国家标准、行业标准、地方标准、企业标准，技术文件和书刊以及学术交流和业务往来中亦应参照使用。

“GB/T 6325 有机化工产品分析术语”规定了有机化工产品分析术语，供制订、修订有关标准、编制技术文件及有机产品质量检验文件中使用。

1.2 实验室规则、安全与废弃物处理

1.2.1 实验室工作规则

进入化学实验楼或实验室，必须遵守以下规则：

① 熟记应急电话，熟知应急通道，熟知离自己最近的水龙头与鹅颈龙头，以及紧急洗眼器（见图 1-1）、紧急洗眼冲淋器（见图 1-2）的位置，熟知消防器材的位置及使用，熟知实验室电源总开关、自来水总阀、燃气总阀的位置，熟知相关的应急措施。

② 未经许可，不得随意进入化学实验室；只有认真预习相关实验并写好实验预习报告才能进入相应的实验室；经指导教师同意，方可开始实验；实验过程中必须按注意事项以及操作规程进行实验，要有实事求是的科学态度，以及耐心细致的工作作风。



图 1-1 紧急洗眼器

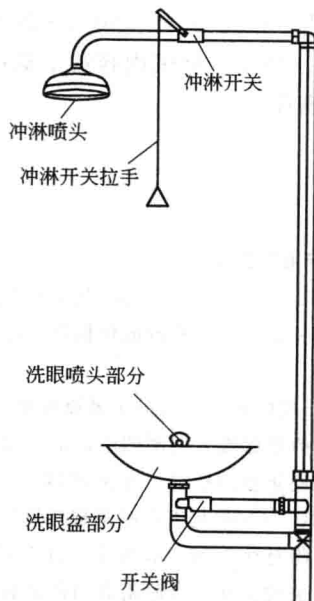


图 1-2 紧急洗眼冲淋器

③ 个人保管的实验物品清点时应仔细核对与检查是否缺损,如有缺损及时补齐;平时应妥善保管,如有缺损,应按有关规定进行赔偿;损坏或丢失公用物品要及时报告,按有关规定处理;使用仪器前应先阅读有关说明,了解仪器性能、操作规程和注意事项,经指导教师同意后方可使用;若仪器有异常或出现问题,应及时报告指导老师,不得随意处理。

④ 不得穿拖鞋以及背心、短裤等暴露面积较大的衣物,长发者应将头发盘起;采取相应的防护措施,如佩戴眼镜或防护镜、防护口罩或面具、乳胶或橡胶手套、棉纱手套等;不得独自一人在化学实验室做任何实验,注意实验安全;不得擅自离开岗位,确需短时间离开,应交代他人照管并说明注意事项;若实验中发生意外,应迅速停止实验,按处置预案设法制止事态的扩大,同时立即报告指导老师。

⑤ 服从实验室管理人员的管理;爱护公共财物,注意节约水、电、气及试剂、溶液等;保持实验室内安静、整洁,严禁喧哗;不得将水杯或饮料瓶置于实验区,做到实验室内不吃食物,不抽烟,不进行与实验无关的活动;各种废弃物不得随意丢弃,严禁倒入水槽内,实验结束后分别倒入指定的容器中回收或处理。

⑥ 实验结束后,请指导教师检查数据与分析结果,初步审阅实验报告,凡不符合要求的实验报告必须重做;审查通过后清洗、整理、拆除实验器具与实验装置,公共器具放回指定地点,自己的器具及溶液放回柜中;清理实验台面与试剂架,并将手洗净。值日生做好全室的卫生安全工作,关闭水、电、气阀门,经指导老师检查认可后方可离开实验室。

1.2.2 意外事故及其处置预案

(1) 应急处理所需物品

急救药箱。一般物品:红药水、紫药水、碘酒、止血粉或止血带、烫伤膏、创可贴、医用双氧水(临时稀释)、医用酒精、医用纱布、棉花、棉签、绷带、医用镊子、剪刀。

特殊物品:鱼肝油、凡士林、碳酸氢钠饱和溶液、 $30\sim 50\text{g/L}$ NaHCO_3 溶液、硼酸饱和溶液、 200g/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液、 MgSO_4 饱和溶液、 50g/L 硫酸铜溶液、 50g/L KMnO_4 溶液(试剂备好,现配)。

紧急洗眼器、紧急洗眼冲淋器。

灭火器材:酸碱式、泡沫式、二氧化碳、干粉等灭火器,以及消防沙箱、防火布等。

(2) 中毒、腐蚀与化学物质灼伤

原因:呼吸、皮肤接触与吸收或误吃误喝等。

防护:室温较高,开启具有内塞的挥发性酸碱、有机溶剂试剂瓶时,需放在流水下直立冲淋 $5\sim 10\text{min}$ 或直立在水中浸泡约 30min ,然后在通风橱内小心撬开内塞,当没有放气声后再完全打开内塞。

禁止用手直接取用任何化学物品;用移液管或吸量管吸取有毒液体物品时必须用吸耳球;在嗅闻瓶或管中气体的气味时,鼻子不能直接对着瓶口(或管口),而应用手把少量气体轻轻扇向自己。

制备和使用有毒、有刺激性、恶臭的气体,如氮氧化合物、 Br_2 、 Cl_2 、 H_2S 、 SO_2 、氢氰酸等,以及加热或蒸发 HCl 、 HNO_3 以及湿法消化试样时,均应在通风橱内进行。

浓酸、强碱、铬酸洗液等具有强烈的腐蚀性,用时不要将其洒在衣服或皮肤上,以防灼伤;稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢地注入水中,并不断搅动;切勿将水注入浓硫酸中,以免产生局部过热,使浓硫酸溅出,引起烧伤;溴、氢氰酸等应特别小心防护,被溴、氢氰酸灼伤后的伤口难以痊愈。

汞化合物、砷化合物、氰化物等剧毒物,不得入口或接触到伤口上,氰化物不能加入

酸, 否则产生剧毒 HCN; 这些有毒药品, 包括重铬酸钾、钡盐、铅盐等不得倒入下水道, 要回收或加以特殊处理。

不得以实验用容器代替水杯、餐具使用, 防止化学试剂入口。

应急: 本处以及下述所指的应急是现场应急处理的预案, 后续处理除说明外, 由指导老师会同实验室管理人员根据事故的严重与否, 与学院、校相关部门, 包括 110 或 119、120 等联系。较为严重的, 后续处理均需送医院专业处置, 并向医生提供伤者尽可能详细的受伤信息。

化学物质灼伤 针对不同化学品, 采取相应的处置措施; 酸、碱, 一般先采用大量水稀释并清洗; 若衣物上浸渍了化学品, 应及时脱去或剪开。

强酸灼伤 立即用大量水冲洗, 然后用碳酸氢钠饱和溶液清洗或擦上碳酸氢钠油膏, 再擦上凡士林; 若酸溶液溅入眼中或鼻腔, 先用大量水由内向外冲洗至少 20min, 再用 30~50g/L NaHCO_3 溶液冲洗, 最后用清水冲洗, 湿纱布覆盖并立即就医。

浓碱灼伤 立即用大量水冲洗, 然后用柠檬酸或硼酸饱和溶液洗涤, 再擦上凡士林; 若碱溶液溅入眼中或鼻腔, 先用大量水由内向外冲洗至少 20min, 再用硼酸饱和溶液洗, 最后用清水冲洗, 湿纱布覆盖并立即就医。

溴灼伤 立即用 200g/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液洗涤伤口, 再用清水冲洗干净, 并涂敷甘油。

氢氟酸灼伤 立即用大量水冲洗, 冰冷的 MgSO_4 饱和溶液或医用酒精浸洗; 或用肥皂水或 30~50g/L NaHCO_3 冲洗, 并用该溶液浸过的湿纱布湿敷。

磷灼伤 立即用 50g/L CuSO_4 溶液或 KMnO_4 溶液洗涤伤口, 并用浸过 CuSO_4 溶液的绷带包扎。

眼内溅入其他化学品 立即请他人用紧急洗眼冲淋器或洗瓶, 大量水由内向外小心、彻底冲洗至少 20min, 再用湿纱布覆盖眼睛, 紧急送医。

毒物入口 若尚在嘴里, 应立即吐掉并用大量水漱口; 若已误食, 确认毒物种类, 采取相应的应急措施; 绝大部分毒物于四小时内会从胃转移到肠, 因此处置的原则是: 降低胃中毒物浓度, 延缓毒物被人体吸收的速度并保护胃黏膜, 紧急就医; 对于酸、碱, 先大量饮水稀释; 除水之外, 牛奶、打溶的蛋、面粉及淀粉或土豆泥的悬浮液均可作为药物稀释剂与胃黏膜保护剂; 对于致死量较低的毒物, 应设法使中毒者呕吐。

吸入刺激性气体 处置原则是, 将中毒者立即转移至空气清新且流通之处, 解开衣领及纽扣, 必要时实施人工呼吸(但不要口对口)并立即送医院。

汞洒落 汞易挥发, 应尽量收集干净并置于盛有水的厚壁广口瓶中, 盖好瓶盖, 然后在可能洒落汞的区域撒一些硫黄粉, 最后清扫干净, 并集中作固体废物处理, 同时加强排风或通风。

(3) 着火与触电

着火的主要原因: 多数是加热或处置低沸点有机溶剂时操作不当; 或是低闪点有机溶剂蒸气接触红热物体表面, 如 CS_2 蒸气接触暖气散热片或热灯泡就会着火; 或是一些物质, 如白磷遇空气自燃; 也可能是反应过程中冲料、渗漏、油浴着火; 有时是用电不当, 超负荷用电、电线老化、电器失控、水浴锅水烧干等等。

触电的主要原因: 仪器设备漏电; 带电操作; 违反规程。

防护。着火: 严格遵守实验注意事项或操作规程是预防着火、触电很重要的方面。

首先是试剂的存放应符合规定(见后述试剂的存放), 特别是有机溶剂, 应置于阴凉, 带通风设施的铁皮柜中。闪点低的有机溶剂, 即使放普通冰箱也能形成着火气氛, 易引起爆燃。