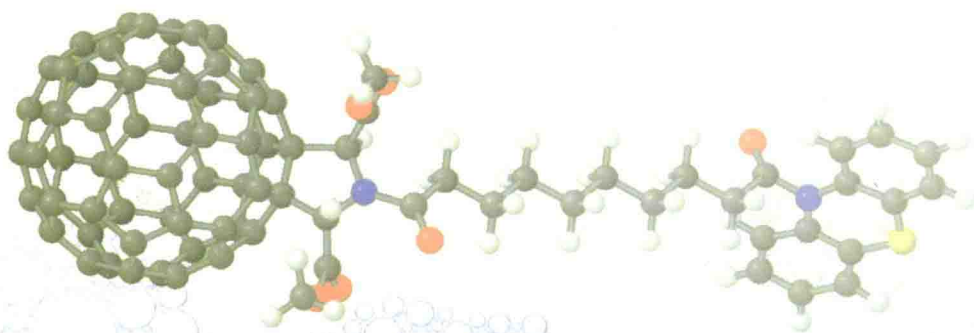


高等院校化学实验教学改革规划教材
江苏省高等学校精品教材

分析化学实验

第二版

总主编 孙尔康 张剑荣
主 编 马全红 邱凤仙



南京大学出版社

高等院校化学实验教学改革规划教材
江苏省高等学校精品教材

分析化学实验

第二版

总主编 孙尔康 张剑荣

主 编 马全红 邱凤仙

副主编 吴 莹 周亚红 徐建强

编 委 (按姓氏笔画排序)

王 玲 祁争健 吴 敏

张莉莉 周秋华 周少红

郑 天 曹永林

 南京大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验 / 马全红, 邱凤仙主编. —2 版.

—南京: 南京大学出版社, 2015. 7

ISBN 978-7-305-15581-9

I. ①分… II. ①马… ②邱… III. ①分析化学—化学实验 IV. ①O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 168175 号

出版发行 南京大学出版社
社 址 南京市汉口路 22 号
出版人 金鑫荣

书 名 分析化学实验
总 主 编 孙尔康 张剑荣
主 编 马全红 邱凤仙
责任编辑 贾 辉 吴 汀

荣险游 戴永怀 戴主总
邱凤仙 马全红 戴主
王亚周 董 昊 戴主隔
吴 戴等叶 戴王
少周 半辉周 薛薛游
王 戴
编辑热线 025-83686531

照 排 南京理工大学资产经营有限公司
印 刷 南京人民印刷厂
开 本 787×1092 1/16 印张 11 字数 273 千
版 次 2015 年 7 月第 2 版 2015 年 7 月第 1 次印刷
ISBN 978-7-305-15581-9
定 价 23.00 元

网 址: <http://www.njupco.com>

官方微博: <http://weibo.com/njupco>

官方微信号: njupress

销售咨询热线: (025)83594756

* 版权所有, 侵权必究

* 凡购买南大版图书, 如有印装质量问题, 请与所购
图书销售部门联系调换

高等院校化学实验教学改革规划教材

编委会

总主编	孙尔康(南京大学)	张剑荣(南京大学)
副总主编	(按姓氏笔画排序)	
	朱秀林(苏州大学)	朱红军(南京工业大学)
	孙岳明(东南大学)	刘勇健(苏州科技学院)
	何建平(南京航空航天大学)	金叶玲(淮阴工学院)
	周亚红(江苏警官学院)	柳闽生(南京晓庄学院)
	倪良(江苏大学)	徐继明(淮阴师范学院)
	徐建强(南京信息工程大学)	袁荣鑫(常熟理工学院)
	曹健(盐城师范学院)	

编委	(按姓氏笔画排序)		
	马全红	卞国庆	王玲
	王秀玲	王香善	王松君
	汤莉莉	白同春	史达清
	李健秀	朱卫华	李巧云
	何婷婷	陈国松	陈昌云
	沈彬	邱凤仙	张强华
	杨冬亚	郎建平	周建峰
	吴莹	赵宜江	陶建清
	赵登山	唐亚文	黄志斌
	钱运华	程晓春	路建美
	程振平		
	彭秉成		
	薛蒙伟		
	鲜华		

第二版序

化学是一门实验性很强的科学,在高等学校化学专业和应用化学专业的教学中,实验教学占有十分重要的地位。就学时而言,教育部化学专业指导委员会提出的参考学时数为每门实验课的学时与相对应的理论课学时之比,即为(1.1~1.2):1,并要求化学实验课独立设课。已故著名化学教育家戴安邦教授生前曾指出:“全面的化学教育要求化学教学不仅传授化学知识和技术,更训练科学方法和思维,还培养科学品德和精神。”化学实验室是实施全面化学教育最有效的场所,因为化学实验教学不仅可以培养学生的动手能力,而且也是培养学生严谨的科学态度、严密科学的逻辑思维方法和实事求是的优良品德的最有效形式;同时也是培养学生创新意识、创新精神和创新能力的重要环节。

为推动高等学校加强学生实践能力和创新能力的培养,加快实验教学改革和实验室建设,促进优质资源整合和共享,提升办学水平和教育质量,教育部已于2005年在高等学校实验教学中心建设的基础上启动建设一批国家实验教学示范中心。通过建设实验教学示范中心,达到的建设目标是:树立以学生为本,知识、能力、素质全面协调发展的教育理念和以能力培养为核心的实验教学观念,建立有利于培养学生实践能力和创新能力的实验教学体系,建设满足现代实验教学需要的高素质实验教学队伍,建设仪器设备先进、资源共享、开放服务的实验教学环境,建立现代化的高效运行的管理机制,全面提高实验教学水平。为全国高等学校实验教学改革提供示范经验,带动高等学校实验室的建设和发展。

在国家级实验教学示范中心建设的带动下,江苏省于2006年成立了“江苏省高等院校化学实验教学示范中心主任联席会”,成员单位达三十多个高校,并在2006~2008年三年时间内,召开了三次示范中心建设研讨会。通过这三次会议的交流,大家一致认为要提高江苏省高校的实验教学质量,关键之一是要有一个符合江苏省高校特点的实验教学体系以及与之相适应的一套先进的教材。在南京大学出版社的大力支持下,在第三次江苏省高等院校化学实验教学示范中心主任联席会上,经过充分酝酿和协商,决定由南京大学牵头,成立江苏省高等院校化学实验教学改革系列教材编委会,组织东南大学、南京航空航天大学、

苏州大学、南京工业大学、江苏大学、南京信息工程大学、南京师范大学、盐城师范学院、淮阴师范学院、淮阴工学院、苏州科技学院、常熟理工学院、江苏警官学院、南京晓庄学院、南京大学金陵学院等十五所高校实验教学的一线教师,编写《无机化学实验》、《有机化学实验》、《物理化学实验》、《分析化学实验》、《仪器分析实验》、《无机及分析化学实验》、《普通化学实验》、《化工原理实验》、《大学化学实验》、《高分子化学与物理实验》、《化学化工实验室安全教程》和至少跨两门二级学科(或一级学科)实验内容或实验方法的《综合化学实验》系列教材。

该套教材在教学体系和各门课程内容结构上按照“基础—综合—研究”三层进行建设。体现出夯实基础、加强综合、引入研究和经典实验与学科前沿实验内容相结合、常规实验技术与现代实验技术相结合等编写特点。在实验内容选择上,尽量反映贴近生活、贴近社会,与健康、环境密切相关,能够激发学生学习兴趣,并且具有恰当的难易梯度供选取;在实验内容的安排上符合本科生的认知规律,由浅入深、由简单到综合,每门实验教材均有本门实验内容或实验方法的小综合,并且在实验的最后增加了该实验的背景知识讨论和相关延展实验,让学有余力的学生可以充分发挥其潜力和兴趣,在课后进行学习或研究;在教学方法上,希望以启发式、互动式为主,实现以学生为主体,教师为主导的转变,加强学生的个性化培养;在实验设计上,力争做到使用无毒或少毒的药品或试剂,体现绿色化学的教学理念。这套化学实验系列教材充分体现了各参编学校近年来化学实验改革的成果,同时也是江苏省省级化学示范中心创建的成果。

本套化学实验系列教材的编写和出版是我们工作的一项尝试,省内外相关院校使用后,深受广大师生的好评,并于2011年被评为“江苏省高等学校精品教材”。

本套系列教材的出版至今已近四年,随着科学技术日新月异地发展,实验教学改革也随之不断地深入,尽管高等学校实验的基本内容变化不大,但某些实验内容、实验方法和实验技术有了新的变化。本套教材的再版也就是为了适应新形势下的教学需要,在第一版的基础上删除了部分繁琐、陈旧的实验,增加了部分新的实验内容,并尽可能引入新的实验方法和实验技术。在第二版教材的编写过程中,难免会出现一些疏漏或者错误,敬请读者和专家提出批评意见,以便我们今后修改和订正。

编委会

第二版前言

根据教育部“高等教育面向 21 世纪教学内容和课程体系改革计划”的精神,根据江苏省化学实验教学示范中心建设要求,结合化学学科的发展以及化学教育的需要,我们编写了这本《分析化学实验》教材。

《分析化学实验》作为丛书之一,丛书总主编孙尔康教授、张剑荣教授对此给予了高度的关注,在教材编委的组织、教材编写指导思想和新旧教材的传承等方面做了精心的布置。实验教学是化学教学的重要组成部分,是实施全面素质教育有效的教学形式,能使学生更好地理解和掌握理论教学内容,可以培养学生严谨求实、认真细致、有条不紊、大胆创新的科学作风。本教材是理工科分析化学实验课程改革教材,是根据理工科分析化学实验教学基本要求,考虑当前学生的基础及专业设置、仪器设备等情况,在参编院校多年分析化学实验改革和研究取得的成果基础上,借鉴国内外高校在分析化学实验改革方面的经验,吸收现代分析化学最新研究成果,精心编写而成。

本教材是由分析化学实验基础知识、定量分析基本操作和仪器及基础实验、综合实验、外文实验、附录等 5 个部分组成,共包含 49 个实验。每个实验的编写由实验目的、实验原理、实验仪器和试剂、实验内容、实验数据记录及处理、思考题等内容组成,具有以下特点:

1. 本教材适应理工科分析化学教学改革方向,力求反映理工科分析化学实验改革成果。

2. 实验内容涉及分析化学基本操作、各类化学反应、相关分析化学仪器的使用等,将分析化学的基础理论、基本知识和实验技能有机结合。实验内容的选择,力图做到既加强基础,又尽量联系理工科院校的特点,增加一些反映现代化学的新进展、新技术以及与材料、医药、农药、环保等密切相关的实验内容,实现基础与前沿、经典与现代有机结合,以实验特有的实践性和创造性激发学生的创新能力,培养学生从事科学研究的能力和综合实践能力。

3. 实验的安排以加强实验技能的综合训练和素质能力培养为主线,将实验内容分为三个层次,三个层次的实验由浅入深,由简到繁,由单元技能训练到组合技能训练,最后跨入设计性和综合性实验,循序渐进,逐步提高,让学生逐步建立应用意识,掌握必备的化学实验技能和方法,确立正确的量的概念,具有良好的实验素养和严谨的科学态度,使学生初步具备获取知识的能力和开拓创新的能力。

4. 本教材在编写时从不同层次的实验教学要求出发,在每一类型实验中都编写了一组平行实验,以供挑选,所以本教材也可供其他理工科院校选用。全教材所用各种量纲均采用国家法定计量单位。

本书第一版自 2009 年 6 月出版以来,深受广大读者的欢迎,2011 年被评为“江苏省高等院校精品教材”。第二版在保持原版体系和特点的基础上,对部分内容进行了修订,参加编写的院校人员有:东南大学:马全红(实验 1、实验 38~39、Experiment 5 及 § 2.2)、周少红(实验 2、实验 30)、吴敏(实验 32)、祁争健(实验 40);江苏大学:邱凤仙(实验 6~7、实验 9、实验

11、Experiment 3)、曹永林(§ 2.3);苏州大学:吴莹(实验 19~24、实验 35~36、Experiment 4 及 § 2.1);江苏警官学院:周亚红(实验 8、实验 10、实验 15、实验 34、Experiment 7)、郑天(实验 12~13 及第一章);南京信息工程大学:徐建强(实验 3~5、实验 29、实验 31、Experiment 2 及 § 2.5);淮阴师范学院:张莉莉(实验 16~18、实验 25~28、Experiment 6 及 § 2.4);盐城师范学院:周秋华(实验 14、实验 33、Experiment 1 及附录);南京航空航天大学:王玲(实验 37、实验 41~42)(排名不分先后)。

本教材由南京大学戚苓老师主审,并提出了宝贵意见,在此表示感谢!全书由马全红、邱凤仙整理定稿。

由于我们水平有限,书中疏漏和不妥之处在所难免,敬请有关专家和广大师生批评指正。

编者

2015 年 7 月

目 录

第一章 分析化学实验基础知识	1
§ 1.1 分析化学实验的目的、要求和成绩评定	1
1.1.1 实验目的	1
1.1.2 实验要求	1
1.1.3 成绩评定	2
§ 1.2 分析化学实验室的规则、安全及“三废”处理	2
1.2.1 实验室规则	2
1.2.2 安全知识	3
1.2.3 “三废”处理	3
§ 1.3 分析化学实验室用水	6
1.3.1 实验用水规格	6
1.3.2 纯水的制备与使用	6
1.3.3 水纯度检验	7
§ 1.4 化学试剂的一般知识	7
1.4.1 试剂的级别	7
1.4.2 试剂的存放	8
1.4.3 试剂的取用	9
§ 1.5 常用玻璃仪器的洗涤和干燥	9
1.5.1 仪器的洗涤	9
1.5.2 常用洗涤液	10
1.5.3 仪器的干燥	11
§ 1.6 实验数据的采集和整理	11
1.6.1 误差	11
1.6.2 测定数据的取舍	13
1.6.3 有效数字及其运算规则	13
1.6.4 实验数据的采集处理	15
1.6.5 实验报告的基本格式	16
第二章 定量分析基本操作、仪器及实验	18
§ 2.1 定量分析的一般步骤	18
2.1.1 试样的采取和制备	18
2.1.2 试样的分解	18

2.1.3 分离和富集	18
2.1.4 分析测定方法的选择	18
2.1.5 分析结果的计算和评价	19
§ 2.2 分析天平	19
2.2.1 分析天平的称量原理	19
2.2.2 电光天平	20
2.2.3 电子天平	25
2.2.4 试样的称量方法	27
实验1 分析天平的称量练习	28
§ 2.3 滴定分析	31
2.3.1 移液管、吸量管及其使用方法	31
2.3.2 容量瓶及其使用方法	32
2.3.3 滴定管及其使用方法	32
2.3.4 容量器皿的校准	35
实验2 容量器皿的校准	36
2.3.5 酸碱滴定实验	38
实验3 滴定分析基本操作练习	40
实验4 盐酸溶液的配制与标定	43
实验5 氢氧化钠溶液的配制与标定	44
实验6 有机酸含量的测定	46
实验7 铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	47
实验8 工业纯碱总碱度测定	48
实验9 混合碱的分析(双指示剂法)	50
实验10 磷酸的电位滴定	52
实验11 酸碱滴定法自拟实验	55
2.3.6 配位滴定实验	56
实验12 EDTA溶液的配制和标定	56
实验13 天然水硬度测定	58
实验14 铅铋混合液中 Bi^{3+} 、 Pb^{2+} 的连续测定	60
实验15 配位滴定法自拟实验	61
2.3.7 沉淀滴定实验	62
实验16 硝酸银溶液的配制和标定	62
实验17 氯化物中氯含量的测定	64
实验18 沉淀滴定法自拟实验	66
2.3.8 氧化还原滴定实验	67
实验19 高锰酸钾溶液的配制与标定	68
实验20 过氧化氢含量的测定	69
实验21 硫酸亚铁铵中铁含量测定(重铬酸钾法)	71
实验22 硫代硫酸钠溶液的配制和标定	72

实验 23 硫酸铜中铜含量测定(间接碘量法)	74
实验 24 氧化还原滴定法自拟实验	76
§ 2.4 重量分析法	77
2.4.1 滤纸和滤器	77
2.4.2 沉淀的生成	79
2.4.3 沉淀的过滤和洗涤	80
2.4.4 沉淀的烘干与灼烧	81
2.4.5 马弗炉	82
实验 25 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中钡含量的测定(硫酸钡重量法)	83
实验 26 氯化钡中结晶水的测定(挥发法)	85
实验 27 重量分析法自拟实验	87
§ 2.5 吸光光度法	88
2.5.1 吸光光度法基本原理	88
2.5.2 吸光光度法的方法和仪器简介	90
2.5.3 可见分光光度计	91
实验 28 分光光度法测定铁含量	93
实验 29 邻二氮菲合铁(II)配合物组成的测定	96
实验 30 分光光度法测定铬、锰的含量	98
实验 31 分光光度法自拟实验	100
第三章 综合实验	101
实验 32 洗衣粉中聚磷酸盐含量的测定	101
实验 33 胃舒平药片中铝和镁的测定	104
实验 34 铝合金中铝含量的测定	105
实验 35 石灰石中氧化钙的测定	107
实验 36 重铬酸钾法测定铁矿石中铁含量	109
实验 37 城市污水中硫酸盐的测定	113
实验 38 配合物的离子交换树脂分离及测定	117
实验 39 亚甲基蓝分光光度法测定废水中硫化物	120
实验 40 农药草甘膦含量的测定	123
实验 41 光亮镀镍溶液中主要成分的分析	125
实验 42 水泥熟料中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 、 MgO 含量测定	128
第四章 外文实验	132
Experiment 1 Acid-Base Titration	132
Experiment 2 Direct Titration of Tris with HCl	134
Experiment 3 EDTA Titration of Ca^{2+} and Mg^{2+} in Natural Waters	136
Experiment 4 Iodimetric Titration of Vitamin C	138
Experiment 5 A Redox Titration Lab	140

Experiment 6	Gravimetric Determination of Iron as Fe_2O_3	141
Experiment 7	Determination of Quinine and Sodium Benzoate in Tonic Water by UV Absorbance Spectroscopy	143
附 录		145
附表 1	定量分析实验仪器清单	145
附表 2	市售酸碱试剂的含量和密度	146
附表 3	弱酸在水中的解离常数(25°C)	146
附表 4	弱碱在水中的解离常数(25°C)	148
附表 5	配合物的稳定常数(18~25°C)	148
附表 6	羧酸配位剂类配合物的稳定常数(18~25°C $I=0.1$)	152
附表 7	标准电极电位表(18~25°C)	153
附表 8	几种常用的酸碱指示剂	155
附表 9	常用酸碱混合指示剂	156
附表 10	金属离子指示剂	156
附表 11	氧化还原指示剂	157
附表 12	常用缓冲溶液的配制	158
附表 13	数据舍弃 Q 检验法	159
附表 14	化合物的相对分子质量	159
附表 15	相对原子质量(1981 年国际原子量)	162
附表 16	本书中所使用的量和单位	163
参考文献		164

第一章 分析化学实验基础知识

§ 1.1 分析化学实验的目的、要求和成绩评定

分析化学是研究物质的化学组成、含量、分析方法及有关理论的一门学科,它主要分为定性分析和定量分析两个部分。定性分析的任务主要是鉴定物质由哪些元素或离子所组成,对有机化合物还要判断分子中有哪些特征官能团及排列情况即结构分析等;定量分析的任务是确定组成物质的各个组分的含量。

分析化学是一门实践性很强的学科。实验教学是分析化学教学的重要环节。本教材主要介绍化学定量分析部分的内容。

1.1.1 实验目的

分析化学实验是化学及其他相关专业的重要基础课程之一,其中,基础实验部分加深了学生对分析化学基础知识的理解;综合性实验部分引导学生形成科学的思维方式和正确的思考方法,培养学生综合运用知识的能力;设计性实验部分培养学生的科学精神、创新思维能力及独立工作能力。

学生学习分析化学实验课应达到下述目的:

- (1) 加深对分析化学基础理论的理解。
- (2) 熟练掌握分析化学实验的基本操作和基本技能,提高观察、分析、解决问题的能力。
- (3) 能够正确使用分析化学实验中涉及到的各种仪器,能够正确地测定、记录、处理和概括实验数据,能够对实验数据进行正确的分析并报告实验结果。
- (4) 树立严格准确的“量”的概念,养成良好的实验习惯,确立严谨的科学态度和实事求是的工作作风。
- (5) 能够应用所学知识独立设计新的实验方案,培养创新精神和独立工作能力。

1.1.2 实验要求

要做好分析化学实验,应做到以下几点:

- (1) 实验前认真预习,明确本实验的目的和要求,仔细阅读实验教材及其他参考资料中的有关内容,理解实验的基本原理,了解实验步骤和注意事项,做到心中有数。并根据实验内容,写好预习报告,设计数据记录表格,查阅相关数据,以便能够及时准确地记录实验现象和有关数据。
- (2) 严格按照操作规范进行实验。认真学习实验中涉及的各类仪器的性能、使用方法、操作技巧等相关知识。在实验中遇到困难和故障时,不要慌乱,要设法弄清原因并及时排除。如实验失败,要检查原因,经指导教师同意,重做实验。

(3) 尊重事实,准确记录。做好实验记录是实验中的一个基本要求。只做实验而不记录,或者记在零星纸片上都是不允许的,更不允许追加记录。实验记录要忠实地反映观察到的事实,如实记录实验中的重要操作、发生的现象和实验数据等。

(4) 认真书写实验报告。在报告中对实验现象进行合理分析,弄清实验现象发生的原因,加以解释并作出结论。整理实验数据,根据实验数据进行计算,完成实验报告。

(5) 实验完成后,应将有毒溶液和可回收利用的贵金属溶液等倒入各自的回收瓶中集中处理,其余废液应倒入废液桶中,并将仪器洗刷干净放到指定的地方,最后整理好台面,经允许后方可离开实验室。

1.1.3 成绩评定

学生分析化学实验成绩是根据教学大纲的要求来评定的。分析化学实验课程的考核分为两个部分:平时单个实验的累积记分和课程结束时综合考试的记分。平时单个实验累积记分要求对开出的每个实验都制定出具体的评分标准,包括实验预习、实验基本操作、实验结果、实验报告等。每次实验前,学生应写出预习报告,包括实验目的、原理、实验步骤,并列好有关记录表格,还应预习相关仪器的使用方法和操作技巧。由教师根据相应评分标准对预习报告、实验基本操作、实验结果以及实验报告等几部分进行打分,综合后为此单个实验的累积记分。课程结束后对实验教学情况进行全面考核,可采用笔试和具体操作考核相结合的方式进行。

§ 1.2 分析化学实验室的规则、安全及“三废”处理

1.2.1 实验室规则

实验室规则是防止意外事故、保证正常实验环境和工作秩序的重要前提,是必须严格遵守的实验室工作规范。具体如下:

(1) 实验前要认真预习,明确实验目的,了解实验步骤、实验方法和实验原理。检查仪器是否完备,药品是否齐全。

(2) 实验时应严格遵守操作规程,不得擅自改变实验内容和操作步骤,以保证实验安全。

(3) 遵守纪律,保持安静,不要大声喧哗。要集中精力,认真操作,仔细观察,详实记录实验现象和实验数据,实验记录不得随意涂改。

(4) 使用玻璃仪器要小心谨慎,如有损坏要报告老师及时更换。使用精密仪器时,必须按照操作规程,不得随意拆装移动,若发现故障,应立即停止使用,报告教师,找出原因,排除故障。

(5) 注意节约使用试剂、水、电、气及实验材料,避免浪费。

(6) 应按规定的量取用药品。药品自瓶中取出后,不应倒回原瓶中,以免带入杂质而污染瓶中药品。试剂取用后,应立即盖上盖子并放回原处,以免和其他瓶盖搞混,污染药品。吸取溶液前要将滴管洗净,同一滴管在未洗净之前,不得吸取不同试剂。遵守试剂取用规则,不得将公用药品取走或挪动位置。

(7) 实验过程中,应保持实验室及台面整洁。废弃物应放入指定容器中,需回收的药品应倒入指定的回收瓶内,不得随意丢弃。实验产生的废水、废气、废渣应按“三废”处理要求进行处理,以防污染环境。

(8) 注意安全操作,遵守安全规则。不准将实验室仪器、药品及其他用品随便带出实验室。

(9) 实验结束后,要认真清洗玻璃仪器,整理实验台面,清扫实验室,关好水、电、气及门窗,经许可后方可离开。

1.2.2 安全知识

化学实验所用试剂往往有一定毒性和腐蚀性,有些还是易燃易爆药品,具有潜在的不安全因素,因此实验时要特别注意安全,不可麻痹大意。实验前应了解安全注意事项,实验时要严格遵守实验操作规程。

(1) 了解实验室布局,如水、电、气的管线走向及灭火器的放置地点,熟悉消防器材的使用方法。

(2) 注意不要用湿手接触电源,使用完毕应及时拔掉电源插头。

(3) 严禁在实验室内吸烟、饮食,切勿用实验器皿作为餐具,防止化学试剂入口。实验完毕应洗净双手。

(4) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,应避免溅落在皮肤、衣物、书本、台面上,更应防止溅入眼里。稀释浓酸时,应将浓酸慢慢注入水中,并不断搅动。切勿将水注入浓酸中,以免产生局部过热,使浓酸溅出。浓酸、浓碱如果溅到身上应立即用水冲洗,溅到实验台面或地面上要用水稀释后擦掉。

(5) 能产生有刺激性或有毒气体(如 Cl_2 、 H_2S 、 PH_3 、 NO_2 、 SO_2 、 Br_2 、 HF 等)的实验应在通风橱中进行,具有易挥发和易燃物质的实验应远离火源,最好也在通风橱中进行。不要直接俯向容器闻气体的味道,应用手将少许气体轻扇向鼻孔。

(6) 严禁任意混和各种化学试剂,以免发生意外事故。

(7) 不能用手直接取用固体药品,对一些有毒药品,如铬(VI)的化合物、汞的化合物、砷的化合物、可溶性钡盐、镉盐、铅盐,特别是氰化物,不得接触伤口,更不得进入口内,其废液不能随意倒入下水道,应倒入指定的回收瓶统一回收处理。

(8) 使用酒精灯应随用随点,不用时盖上灯罩,不要用已点燃的酒精灯去点燃别的酒精灯,以免酒精流出而失火。

(9) 加热试管时,不要将试管口指向自己或别人,也不要俯视正在加热的液体,以免溅出的液体把人灼伤。

(10) 实验过程中万一发生火灾,不要惊慌,应尽快切断电源或燃气源,用石棉布或湿抹布熄灭(盖住)火焰。密度小于水的非水溶性有机溶剂着火时,不可用水浇,以防止火势蔓延。电器着火时,不可用水冲,以防触电,应使用干粉灭火器或干冰进行灭火。着火范围较大时,应立即用灭火器灭火,并根据火情决定是否要报告消防部门。

1.2.3 “三废”处理

化学实验中常产生废气、废液、废渣等有毒物质,简称“三废”。其中有些是剧毒物和致

废物,如果不经处理就排入下水道,将会污染环境,损害人体健康。而且,“三废”中的有用或贵重成分未能回收,在经济上也是损失。因此,化学实验室“三废”的处理是很重要的问题。

1. 实验室的废气

产生少量有毒气体的实验可在通风橱中进行,有毒气体通过排风装置排至室外,排气管必须高于附近房顶 3 m 以上。若实验室需排放毒性大且量较多的气体,可参考工业废气的处理方法,用吸附、吸收、氧化、分解等方法处理达到国家排放标准后排放。

2. 实验室的废渣

实验室产生的有害固体废渣量虽然不多,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,其残渣仍含有多种污染物,需对其进行合适的妥善处理。

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

② 土地填埋:这是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分解能成为无害物质。填埋场地应远离水源,场地底土不透水,有害物质不能穿入地下水层。

3. 实验室的废液

在化学实验室产生的废弃物中,以废液所占比例最大,若不加处理就任意排放,会对环境产生污染,危害人类身体健康。因实验室产生的废液种类繁多,且组成变化大,所以应根据废液的性质分别加以处理。

(1) 废液的收集

根据废液的性质分别收集,例如毒性大的 Hg、Cd、Pb 等的盐溶液与贵金属盐溶液应分别回收。

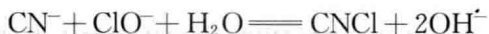
(2) 实验室常见废液的处理

① 含氰废液:在每 200 mL 废液中加入 25 mL 20% 碳酸钠及 25 mL 5% $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 溶液,搅匀。将 CN^- 转化为 $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$ 后再排放,并用大量水冲洗。此外,含氰废液也可采用碱性氧化法或碱性氯化法处理。

CN^- 含量低时采用氧化法,即在废液中加入氢氧化钠调 pH 至 10 以上,再加入 KMnO_4 (以 3% 计)使 CN^- 氧化分解。

CN^- 含量高,则采用氯化法,以次氯酸钠为氧化剂使 CN^- 氧化为氰酸盐,为一级氧化;然后调节 pH 为 6.5~7.1,继续加次氯酸钠,使氰酸盐氧化为无毒的 CO_2 和 N_2 直接排放,为二级氧化,具体反应如下。

碱性氯化法处理含氰废水的一级不完全氧化反应:

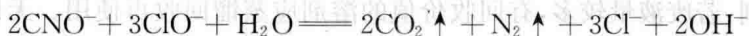


含氰废水经局部氧化法生成的氰酸根(CNO^-)毒性仅为 CN^- 的千分之一,虽然含氰废水浓度较低,但是 CNO^- 毕竟是有毒物质,在酸性条件下易水解生成氨(NH_3),即:



氨不仅污染水体,而且容易与氯化合,生成毒性次于氯的氯胺。因此需进行二级完全氧

化处理,进一步处理 CNO^- ,完全破坏其 C—N 键,使之分解生成 CO_2 、 N_2 逸出,这样才能达到排放标准。其二级氧化反应式为:



一级局部氧化反应完成后,只需调节 pH 为 6.5~7.1,便可实现含氰废水的完全氧化处理。达到二级完全氧化投药比 $\text{CN}^- : \text{NaClO} = 1 : (7.8 \sim 8.0)$ 。由于废水中往往存在其他还原性物质 H_2S 、 Fe^{2+} 、有机物类等物质,因此次氯酸钠的实际用量高于理论值 5%~10%。

② 含汞废液:若不小心将金属汞撒在实验室里,必须立即用滴管、毛笔或用在硝酸汞的酸性溶液中浸过的薄铜片收集起来用水覆盖,散落过汞的地面撒上硫磺粉或喷上 20%三氯化铁溶液,然后再清扫干净。如果室内的汞蒸汽浓度超过 $0.01 \text{ mg} \cdot \text{m}^{-3}$,可用碘净化,即将碘加热或自然升华,碘蒸汽与空气中的汞,以及吸附在墙上、地上和器物上的汞作用生成不易挥发的碘化汞,然后彻底打扫干净。

含汞盐的废液可先调 pH 至 8~10,加入过量硫化铵,使其生成硫化汞沉淀。再加入硫化亚铁作为共沉淀剂,硫化亚铁将水中悬浮的硫化汞微粒吸附而共沉淀。分离后的清液可排放,残渣则用焙烧法回收汞或再制成汞盐。

③ 含铬废液:稀含铬废液则可用铁屑还原残留的 Cr(VI) ,再用废碱液或石灰中和使其生成低毒的氢氧化铬沉淀。含铬废液处理方法还有很多,如电解法、离子交换法、二氧化硫法等,在此不再赘述。

④ 含砷废液:含砷废液中可加入氧化钙,调节并控制 pH 为 8,则生成砷酸钙和亚砷酸钙沉淀,而若有铁离子存在则可起共沉淀作用。

⑤ 含铅、镉的废液:用氢氧化钙将废液 pH 调至 8~10,使废液中的 Pb^{2+} 、 Cd^{2+} 生成对应的氢氧化物沉淀,加入七水硫酸亚铁作为共沉淀剂。

⑥ 含重金属废液处理:含重金属(如 Ca、Zn、Fe、Mn、Ni、Sb、Al、Co、Sn、Bi 等)废液的常见处理方法有两种,即氢氧化物共沉淀法和硫化物共沉淀法。氢氧化物共沉淀法是先在废液中加入氯化铁或硫酸铁,并充分搅拌。再加入用氢氧化钙调成的石灰乳,调 pH 至 9~11,注意 pH 不能过高,否则沉淀会再溶解。最后将溶液放置一段时间,过滤沉淀物,检查滤液中重金属离子达标后,才能把它中和排放。硫化物共沉淀法要求先将废液中的重金属离子浓度控制在 1%以下,超过则用水进行稀释。加入硫化钠或硫氢化钠溶液,充分搅拌。再加入氢氧化钠溶液,调整 pH 为 9~9.5 后再加入氯化铁溶液,调 pH 至 8 以上,然后放置一夜后过滤沉淀,检查滤液是否达标,再检查滤液有无 S^{2-} ,若含有 S^{2-} ,则用 H_2O_2 将其氧化,中和后即可排放。除上述方法外,还有碳酸盐法、离子交换树脂法及吸附法等可用来处理含重金属废液。

⑦ 含钡废液:在含钡废液中加入硫酸钠溶液,将沉淀过滤后,即可排放。

⑧ 含银废液:含银废液在搅拌下加入过量浓盐酸,使其生成氯化银沉淀。用倾泻法洗涤沉淀以除去 Fe^{3+} 和 Cl^- ,在 1:4 硫酸或 10%~15%氯化钠溶液中加入锌粒或插入锌棒,还原氯化银沉淀,得到暗灰色银粉。将洗涤和干燥过的粉状银,以小份溶于适量的 1:1 硝酸中,蒸发至干除去过量硝酸,制得的硝酸银溶于水中,过滤,并用水稀释至一定体积。

⑨ 无机酸类:废无机酸先收集于陶瓷缸或塑料桶中,然后以过量的废碳酸钠或氢氧化钙的水溶液中和,或用废碱中和,中和后用大量水稀释排放。