

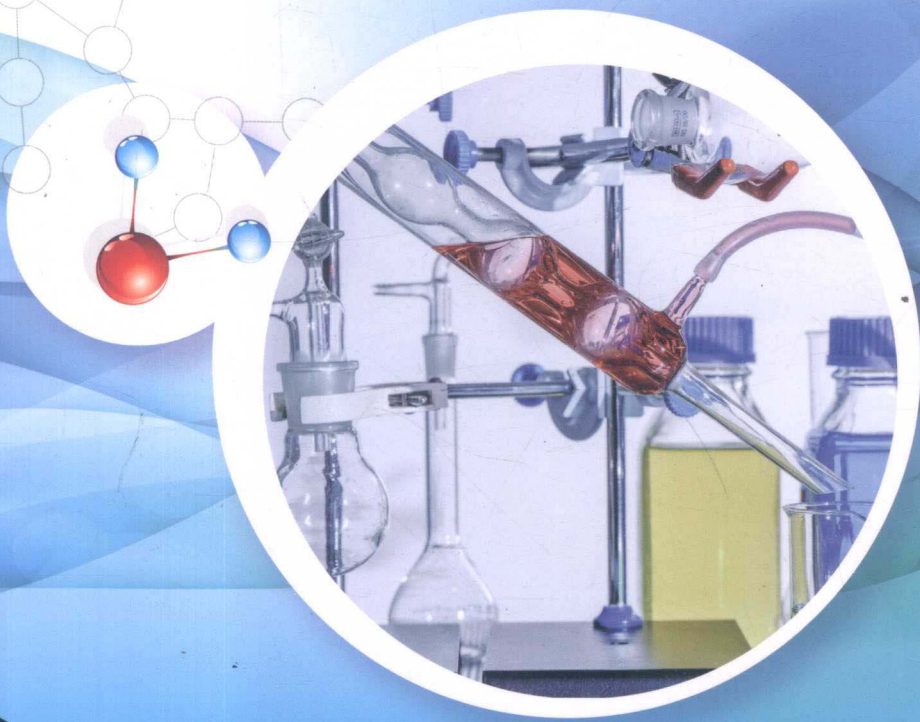
顾佳丽 主 编
赵 刚 蔡艳荣 副主编

分析化学实验技能

FENXI HUAXUE

SHIYAN JINENG

>>>



化学工业出版社

分析化学实验技能

FENXI HUAXUE

SHIYAN JINENG

>>>

顾佳丽 主 编

赵 刚 蔡艳荣 副主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

全书分为化学分析和仪器分析两个部分,共8章。主要介绍了化学分析实验基本知识、化学分析实验基本技术、化学分析基础实验、分析化学综合设计实验、仪器分析实验基本知识、仪器分析实验基本技术、仪器分析基础实验、仪器分析综合设计实验等内容,共63个实验。每一个实验内容均包括精讲、互动、练习三个教学环节,以及思考题、练习题、相关材料等相关学习资源。

本教材可作为高等院校化学、化工、环境、食品及其相关专业本科生的实验教材,也可作为相关专业科研工作者和技术人员的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验技能/顾佳丽主编. —北京:化学工业出版社, 2018.7
ISBN 978-7-122-32046-9

I. ①分… II. ①顾… 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(2018)第082541号

责任编辑:曾照华

文字编辑:李 玥

责任校对:宋 玮

装帧设计:刘丽华

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 刷:大厂聚鑫印刷有限责任公司

装 订:三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张13½ 字数328千字 2018年9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:42.00元

版权所有 违者必究

分析化学是化学、化工、生物、环境、医药、食品、材料、农业等专业的基础课程之一,分析化学实验是分析化学教学中的重要环节,在培养方案中与理论课具有同等重要的地位。通过分析化学实验课程的学习,可以提高学生的综合能力和科学素养,是理论课所不能替代的。

本书根据《分析化学》教学大纲要求,结合多年的实验教学经验编写而成。适用于高等院校化学、化工、环境、食品及其相关专业学生使用。本书旨在加强学生对分析化学的基础知识、基本操作和基本技能的掌握,学会常用分析仪器的操作方法以及现代分析技术,加深对分析化学知识的理解和应用,树立准确的“量”的概念,培养学生的自主学习能力、独立思考能力、动手实践能力和创新能力,同时也为后续专业课程的学习以及将来从事相关工作奠定理论和技能基础。

本书在编写过程中,力求体现以下特色。

1. 教材内容上突出基础性和实用性。本书紧紧围绕基础知识和仪器操作两部分内容选材。全书突出实验操作的规范性以及分析方法的实用性,全面强化动手能力及创新能力培养。本书既可以作为理论课配套教材,也可以作为独立实验课教材。

2. 仪器选择上突出典型性和代表性。本书选择应用广泛的紫外-可见分光光度计、红外分光光度计、原子吸收分光光度计、电化学分析仪器、气相色谱仪和高效液相色谱仪作为介绍对象,在充分考虑不同高校实验室条件下,仪器介绍既分为经典的低中档仪器和新型高档仪器,又分为代表性的国产仪器和部分国外仪器。

3. 实验题目的设置上突出综合性和设计性。以专业需求为导向,以岗位胜任力为标准,精选 50 个实验项目,其中定量分析实验 14 个,仪器分析实验 16 个,综合实验 20 个。此外还增设设计实验案例 13 个。通过综合实验和设计实验,培养学生查阅文献、归纳整理、实验设计、数据处理、分析总结的能力。

4. 实验课程的训练上突出学生的主体性和能动性。每个实验题目后均附若干思考题,教师在精讲实验原理和基本操作的基础上,重点启发学生思考如何解决实验问题,不仅可以提高实验课效率,还可以充分发挥学生的主动性和积极性。

参与本书编写和整理工作的有渤海大学陈宏、蔡艳荣、刘国成、周颖、朱烈，渤海大学包德才副院长在百忙中对本书进行了审阅并提出宝贵意见，本书还借鉴了大量同行书籍和相关国家标准，在此一并表示感谢。

限于编者水平和经验，书中难免存在不足，恳请专家和读者批评指正。

编者

2018 年 1 月

第一部分 分析化学实验

第一章 分析化学实验基础知识 / 2

第一节 分析化学实验基本要求	2
一、分析化学实验目的	2
二、分析化学实验目标	2
三、实验课学生守则	3
四、分析化学实验学习方法	3
第二节 分析化学实验常识	4
一、分析化学实验室规则	4
二、分析化学实验室安全守则	5
三、常见意外事故的紧急处理	5
四、化学实验室废弃物的处理	6
五、标准物质和标准溶液	7
六、化学试剂	10
七、化学实验用水	11

第二章 分析化学实验基本技术 / 13

第一节 玻璃仪器的洗涤与干燥	13
一、洗涤方法	13
二、常用的洗涤剂	13
三、仪器的干燥	14
第二节 电子天平的使用	15
第三节 容量仪器的校准	17
第四节 定性分析基础知识及基本操作	18

一、定性分析基础知识	18
二、试剂和试液	19
三、主要仪器	19
四、操作技术	21
第五节 滴定分析的仪器和基本操作	23
一、滴定管及其使用	23
二、容量瓶	26
三、移液管和吸量管	27
第六节 重量分析的基本操作	28
一、沉淀的进行	28
二、沉淀的过滤和洗涤	29
三、沉淀的烘干和灼烧	31
四、有机试剂沉淀的重量分析法	33

第三章 分析化学基础实验 / 34

实验一 氢氧化钠标准溶液的配制与标定	34
实验二 盐酸标准溶液的配制与标定	35
实验三 食醋中乙酸含量的测定	37
实验四 混合碱的分析	38
实验五 EDTA 标准溶液的配制与标定	40
实验六 水总硬度的测定	41
实验七 铅铋混合液中铅、铋含量的连续滴定	43
实验八 高锰酸钾标准溶液的配制与标定	44
实验九 高锰酸钾法测定过氧化氢的含量	46
实验十 高锰酸钾间接滴定法测定钙的含量	48
实验十一 I_2 和 $Na_2S_2O_3$ 标准溶液的配制和标定	49
实验十二 碘量法测定葡萄糖的含量	51
实验十三 可溶性氯化物中氯含量的测定	53
实验十四 银合金中银含量的测定 (佛尔哈德法)	55

第四章 分析化学综合设计实验 / 57

第一节 分析化学综合实验	57
实验一 硫酸铵肥料中氮含量的测定 (甲醛法)	57
实验二 铝合金中铝含量的测定	59
实验三 铁矿石中全铁含量的测定 (无汞法)	61

实验四 碘量法测定抗坏血酸药品中维生素 C 的含量 63

实验五 间接碘量法测定铜合金中的铜含量 65

实验六 水样中化学耗氧量的测定 67

实验七 可溶性钡盐中钡含量的测定 69

第二节 化学分析设计实验 71

 一、设计实验目的 71

 二、设计实验要求 71

 三、设计实验需注意问题 72

 四、实验方案的拟定 72

 五、设计实验题目 73

第二部分 仪器分析实验

第五章 仪器分析实验基础知识 / 76

第一节 仪器分析实验基本要求 76

 一、仪器分析实验目的 76

 二、仪器分析实验目标 76

第二节 仪器分析实验常识 77

 一、仪器分析实验室规则 77

 二、仪器分析实验术语 77

 三、样品的采集与制备 78

 四、常用的分离和富集方法 82

第六章 仪器分析实验基本技术 / 83

第一节 光谱分析仪器的使用 83

 一、可见分光光度计 83

 二、紫外可见分光光度计 87

 三、原子吸收分光光度计 91

 四、红外分光光度计 94

 五、荧光分光光度计 98

第二节 电化学仪器的使用..... 100

 一、酸度计..... 100

 二、电位滴定仪..... 104

 三、电导率仪..... 108

第三节	气相色谱仪的使用	111
第四节	高效液相色谱仪的使用	113

第七章 仪器分析基础实验 / 117

实验一	容量器皿的校准	117
实验二	离子交换法制备实验室用水与水质检验	118
实验三	紫外分光光度法测定苯酚	122
实验四	紫外分光光度法测定水中硝酸盐的含量	123
实验五	分光光度法测定果蔬中维生素 C 含量	125
实验六	火焰原子吸收分光光度法测定自来水中钙、镁的含量	127
实验七	配方奶粉中锌的测定	129
实验八	液体、固体样品红外吸收光谱的测绘	130
实验九	醛和酮红外光谱的检测	132
实验十	荧光分析法测定邻羟基苯甲酸和间羟基苯甲酸的含量	133
实验十一	荧光分光光度法测定维生素 B ₂ 的含量	134
实验十二	水样电导率的测定	136
实验十三	气相色谱的定性和定量分析	141
实验十四	邻二甲苯中杂质的气相色谱分析	142
实验十五	高效液相色谱柱效能的测定	145
实验十六	反相色谱法分离芳香烃	147

第八章 仪器分析综合设计实验 / 149

第一节	仪器分析综合实验	149
实验一	光度法测定高锰酸钾和重铬酸钾混合物	149
实验二	分光光度法测定食盐中的碘含量	151
实验三	石墨炉原子吸收光谱法测定人体指甲中的铜	153
实验四	乳制品的检验	156
实验五	红外光谱法检测食品包装袋、膜的材质和苯及其同系物	159
实验六	苯甲酸和水杨酸的红外光谱测定	162
实验七	荧光分光光度法测定富里酸	163
实验八	氟离子选择性电极测定自来水中微量氟离子	164
实验九	重铬酸钾电位滴定硫酸亚铁铵溶液	167
实验十	氯离子选择性电极测定水中氯含量	169
实验十一	白酒中甲醇、高级醇类和酯类的同时测定气相色谱法	171
实验十二	煤气中粗苯含量的 GC 方法分析	174

实验十三 可乐、咖啡、茶叶中咖啡因的高效液相色谱分析 176

第二节 仪器分析设计实验..... 177

一、设计实验要求..... 178

二、设计实验题目..... 178

三、设计实验案例分析..... 181

实验一 紫外分光光度法对某一药品的定性鉴别与含量测定..... 181

实验二 紫外分光光度法测定果蔬中铜的含量..... 182

实验三 分光光度法测定食品中蛋白质的含量..... 185

实验四 结晶紫萃取光度法测定粮食作物中镉的含量..... 187

实验五 石墨炉原子吸收法测定食品中铝的含量..... 188

实验六 乙烯-乙酸乙烯酯共聚物中乙酸乙烯酯含量的测定（傅里叶变换红外光谱法） 189

实验七 间、对二甲苯的红外吸收光谱定量分析——液膜法制样 191

实验八 自动电位滴定法测定混合碱中 Na_2CO_3 和 NaHCO_3 的含量..... 193

实验九 气相色谱法测定白酒中的杂醇..... 195

实验十 内墙涂料中总挥发性有机化合物含量的测定..... 196

实验十一 食品中甜蜜素含量的测定..... 199

实验十二 高效液相色谱法测定乳制品中的三聚氰胺..... 201

实验十三 高效液相色谱法测定蔬菜中喹诺酮类抗生素..... 203

第一部分

分析化学实验

分析化学实验

第一章

分析化学实验基础知识

第一节 分析化学实验基本要求

一、分析化学实验目的

分析化学实验与分析化学理论课密切结合，是化学及其相关专业学生的基础课程之一。通过本课程的学习，可以掌握分析化学的基本概念、基础知识、基本操作、基本技能、典型的分析方法和实验数据处理方法；确立“量”的概念，掌握影响分析结果的主要因素，合理地选择实验条件和实验仪器，正确处理实验数据，以确保实验结果的可靠性；培养学生良好的实验习惯、实事求是的科学态度、严谨细致的科学作风；培养学生良好的环保和公德意识；通过自拟方案实验，培养学生分析归纳的能力、动手能力、理论联系实际的能力、统筹思维能力、团结协作精神、创新精神和独立工作能力。为后续课程的学习和将来从事化学教学及科研工作打下良好的基础。

二、分析化学实验目标

1. 知识目标

- (1) 掌握常用玻璃仪器（如滴定管、容量瓶、移液管等）的规范操作；
- (2) 掌握滴定分析法和重量分析法的基本原理、基本操作和应用；
- (3) 掌握实验数据的记录及处理方法，并正确评价实验结果；
- (4) 确立“量”的概念，掌握影响分析结果的主要因素。

2. 训练目标

- (1) 能够正确使用滴定管、容量瓶和移液管等常用分析仪器；
- (2) 能够正确选择实验条件和实验仪器；
- (3) 能够正确记录和处理实验数据，并准确表述实验结果；
- (4) 能够通过查阅相关资料和文献，独立设计实验方案；
- (5) 能够综合应用所学理论知识和实验方法，解决实际问题。

3. 能力目标

- (1) 具备查找和阅读文献的能力；
- (2) 具备规范使用常用分析仪器的能力；
- (3) 具备良好的实验习惯、实事求是的科学态度、严谨细致的科学作风；
- (4) 具备良好的环保意识和公德意识；

- (5) 具备独立设计实验方案、归纳整理实验数据、正确表达和评价实验结果的能力；
- (6) 具备一定的动手能力和解决实际问题的能力；
- (7) 具有良好的团队合作精神与竞争意识。

三、实验课学生守则

(1) 实验前认真预习并做好预习报告，经教师检查通过后开始实验。进入实验室后先整理个人实验台，清点、清洗各种玻璃仪器，若发现有仪器破损、短缺应及时报告。

(2) 实验课不允许迟到、早退，随意与其他学生对调实验；有事、有病须本人与任课教师请假，无故缺席两次者实验成绩不及格。

(3) 听从教师指导，严格按照实验规程及仪器使用说明进行操作；实验时精神集中，认真操作，仔细观察实验现象，积极思考，详细如实地做好记录；忌在实验室喧哗、打闹；实验过程中如果实验结果达不到要求，要认真检查原因，必要时实验要重做。

(4) 按规定的量取用药品，注意节约使用试剂。取用试剂时，应注意滴管、移液管等不可混用，以免沾污药品和试剂。称取药品后，及时盖好原瓶盖，放在指定地方的药品不得擅自拿走。绝对不允许用手直接接触任何药品。

(5) 使用精密仪器时，必须严格按照操作规程进行操作，细心谨慎，避免因粗枝大叶而损坏仪器。严格遵守实验室安全守则和仪器操作安全注意事项；爱护仪器，规范操作；实验过程中出现异常情况或遇到问题时不要惊慌，及时告知老师，注意实验安全。

(6) 实验过程中保持实验室、实验台和实验仪器设备的清洁和整齐；废纸、火柴梗和碎玻璃等应倒入垃圾箱内，切勿倒入水槽，以免堵塞水槽；剧毒或腐蚀性废液应倒入指定的废液缸后统一处理，产生有毒气体的实验应在通风橱中进行。

(7) 爱护公物。节约使用水、电、煤气和药品试剂，公用仪器及药品等应就地使用，用毕立即送回原处。如有仪器破损，应及时报告登记后领取，并按规定赔偿。

(8) 实验完毕后，清洗所用仪器，整理实验台，擦净台面，经老师检查后方可离开。值日生打扫教室地面、水槽、共用实验台、黑板等，严格检查水、电、煤气及门、窗是否关闭，以确保实验室的整洁和安全。

四、分析化学实验学习方法

1. 课前预习

了解与实验有关的理论知识，明确实验目的、要求和原理，预习实验内容、实验步骤、仪器使用方法和实验过程中的注意事项，书写预习报告（包括实验数据记录表格、实验操作提纲等）。

2. 实验数据记录要求

及时、清晰、真实、准确地记录实验数据；专用数据记录本，不能随意抄袭、篡改和撕毁记录；按照有效数字的要求规范记录和整理实验数据。

3. 实验结束后及时书写和提交实验报告

实验报告要求字迹整齐、内容完整、条理清晰、图表规范、步骤详略得当、实验数据正确、实验结论合理、实验讨论深入。具体内容应包括以下方面。

- (1) 实验名称、实验日期、实验地点、实验者姓名等；
- (2) 实验目的和要求；

(3) 实验原理：简要介绍实验基本理论、化学反应方程式、反应的条件、影响因素、试样的处理、定性定量分析的依据、实验装置图、方法的应用范围等内容；

(4) 实验仪器与试剂：注明试剂浓度、仪器型号；

(5) 实验步骤：记录实验实际操作过程，可用表格、图表、方框图、流程图等形式描述，要求直接明了、详略得当、条理清晰；

(6) 实验数据记录与处理：采用表格或谱图形式记录实验数据，同时附上简要的文字说明；通过计算、作图、查表等形式正确处理和分析数据并得出实验结果，计算实验偏差或误差；

(7) 实验讨论：可以是对实验中出现的异常现象、实验中存在的问题、实验中的影响因素等的分析讨论，也可以是实验的收获、经验教训和改进等。

第二节 分析化学实验常识

一、分析化学实验室规则

化学实验室是教学实验和科学研究的场所。凡进入实验室的一切人员，必须遵守实验室的各项规章制度，消除事故隐患，具体要求如下。

(1) 学生进入实验室后，不准大声喧哗，不得乱抛纸屑、杂物等。

(2) 学生实验前要认真预习实验内容，了解实验目的及所要使用仪器的操作要求，写出实验预习报告。进入实验室后，要检查实验桌上的各种仪器物品是否与实验要求相符，如有不符立即报告任课教师，不允许自行取用其他实验桌上的仪器物品。根据实验要求，检查仪器的完好情况，如有异常，及时报告老师。

(3) 要爱护仪器，在了解仪器的性能及使用方法后方能进行实验，实验时严格按照操作过程进行，未经教师许可，不准擅自动手。

(4) 爱护实验仪器设备，做到经常检查、维护和保养，使仪器设备处于良好状态。在使用仪器过程中，如因违反操作规定或不爱护公物等而造成仪器、工具等损坏、丢失的，视情节赔偿。

(5) 实验完毕后，清理并整理仪器，如有损坏和缺少应报告任课教师，等教师允许后方可离开。

(6) 实验室所有仪器设备都不得带出实验室，非实验人员不得进入实验室。

(7) 对精密、贵重仪器和大型设备，应建立技术档案和使用记录，并由经过专门培训的指定人员负责。

(8) 实验室内必须严格执行实验室安全制度，落实防火、防盗、防事故措施，发现不安全因素要及时处理，防患于未然，确保人员和财产安全。

(9) 任何人在进行实验时不得抽烟、喝水和吃东西。

(10) 保持实验室内卫生，努力创造良好的实验室环境。

(11) 实验室的上下水道、电源、消防器材等必须经常保持通畅和完好，以便随时使用。

(12) 实验完毕离开实验室前必须做好清洁卫生工作，同时检查关闭电源和水源。

(13) 实验中如发生中毒、失火、爆炸等意外事故，不要惊慌，应按照安全规则及时处理，事后要检查原因并记入事故登记簿。严重的要及时上报。

二、分析化学实验室安全守则

(1) 加强安全教育,提高广大师生的安全意识和自我保护意识。学生实验必须在教师指导下进行操作,严格遵守操作规程。

(2) 实验室供电线路的布设,必须考虑电源线路负载程度,安装电器设备要做到电流、电压与用电器的标称值相匹配。

(3) 安全使用水、电。离开实验室时,应仔细检查水、电、气、门窗是否关好。使用热水器、电炉等电热器时,不可直接放在可燃物上。

(4) 禁止将食物和饮料带进实验室,严禁在实验室内用煤气、电炉烹调食物、做饭菜及取暖等。实验中注意不用手摸脸、眼等部位。一切化学药品严禁入口,实验完毕后必须洗手。

(5) 易燃、易爆、剧毒药品应严格按照规定存放。当大量酒精、汽油撒落在地面上时,要立即打开窗户通风,严禁室内明火。万一发生火灾,要保持镇静,立即切断电源或燃气源,并采取针对性的灭火措施。一般小火用湿布、防火布或沙子覆盖燃烧物灭火。不溶于水的有机溶剂以及能与水起反应的物质如金属钠,一旦着火,绝不能用水浇,应用沙土压或用二氧化碳灭火器灭火。如电器起火,不可用水冲,应当用四氯化碳灭火器灭火。情况紧急时应立即报警。

(6) 使用气体钢瓶时要严禁将氢气和氧气放在一起使用,并严格避免氟、氯等危险品。使用高压气体钢瓶(如氢气、乙炔)时,要严格按照操作规程操作,钢瓶应存放在远离明火、通风良好的地方。钢瓶在更换前应保持一部分压力。

(7) 实验室烘箱不能开过夜,冰箱内不得存放易爆物品,对存放有机溶剂的冰箱,要经常打开冰箱门让气体挥发,防止易燃气体浓度凝聚引起爆炸。

(8) 实验室要做好通风排气工作。有强刺激或有毒烟雾的实验必须在通风橱内进行。

(9) 使用各种仪器时,要在教师讲解或自己仔细阅读并理解操作规程后,方可动手操作。

(10) 备好急救药品箱,配全实验室一般伤害处理药品,实验教师要学习和掌握实验室伤害救护常识,做好急救工作。如发生烫伤和割伤应及时处理,严重者应立即送医院治疗。

(11) 使用浓酸、浓碱以及其他腐蚀性试剂时,切勿溅在皮肤和衣物上。涉及浓硝酸、盐酸、硫酸、高氯酸、氨水等的操作,均应在通风橱内进行。夏天开启浓氨水、盐酸时一定要先用自来水将其冲冷却,再打开瓶盖。使用汞、汞盐、砷化物、氰化物等剧毒品时,要实行登记制度,取用时特别小心,切勿泼洒在实验台面和地面上,禁止往水槽内倒入杂物和强酸、强碱及有毒的有机溶剂,用过的废物、废液切不可乱扔,应分别回收,集中处理。实验中的其他废物、废液也要按照环保的要求妥善处理。接触过有毒药品的手,应及时清洗干净。

(12) 使用易燃的有机溶剂(如乙醚、乙醇、三氯甲烷、丙酮、苯等)时,必须远离火焰和热源,使用完毕立即盖紧瓶盖,于阴凉通风处保存。用过的试剂回收,低沸点的有机溶剂不能直接在明火或电炉上加热,应在水浴中加热。

(13) 定期检查、更新实验室的消防器材,保证其完好。

三、常见意外事故的紧急处理

(1) 创伤:伤处勿用手抚摸和用水洗涤,若创伤处有异物,应先从伤处取出。轻伤可涂

以紫药水（或红汞、碘酒），必要时撒些消炎粉或敷些消炎膏，用绷带包扎。

（2）烫伤：勿用冷水洗涤伤处。伤处皮肤未破时，可涂擦饱和碳酸氢钠溶液或用碳酸氢钠粉调成糊状敷于伤处，也可抹獾油或烫伤膏；如果伤处皮肤已破，可涂些紫药水或高锰酸钾溶液，再用烫伤膏，如氧化锌烫伤膏、万花油等。

（3）受酸（或碱）伤：先用大量水冲洗，再用饱和碳酸氢钠溶液（或用乙酸溶液）洗，最后再用水冲洗。如果酸（或碱）液溅入眼中，用大量蒸馏水（或3%硼酸溶液）冲洗后，送医院诊治。

（4）吸入刺激性或有毒气体：吸入氯气、氯化氢气体时，可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气使之解毒。吸入硫化氢或一氧化碳气体而感到不适时，应立即到室外呼吸新鲜空气。但应注意氯气、溴中毒不可进行人工呼吸，一氧化碳中毒不可施用兴奋剂。若毒物进入口内，将5~10mL稀硫酸铜溶液加入一杯温水中，内服后用手指伸入咽喉部，促使呕吐，吐出毒物，然后立即送医院。

（5）触电：首先切断电源，在必要时采用人工呼吸等急救措施抢救触电者。

（6）起火：首先应切断火源，防止蔓延。一般的小火可用湿布、石棉布或沙子等覆盖燃烧物即可灭火，大火则可使用泡沫灭火器。若是活泼金属引起的着火，应用干燥的细沙覆盖。有机溶剂引起的着火，则用沙子、干粉或二氧化碳灭火器灭火。若电器设备所引起的火灾，只能使用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火，不能使用泡沫灭火器，以免触电。

四、化学实验室废弃物的处理

实验室对排出的废气、废渣和废液（也称三废）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中，再根据各类废弃物的特征，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。汞的操作室必须有良好的全室通风装置，其抽风口通常在墙的下部。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，采取吸附、吸收、氧化、分解等方法进行预处理。毒性大的气体可参考工业上废气处理的方法处理后排放。

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形式，此时方可对它做最后的安全处理。

（1）化学稳定：对少量高危险性物质（如放射性物质等），可将其通过物理或化学的方法（玻璃、水泥、岩石）固化，再进行深埋处理。

（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。

3. 实验室的废液

（1）废酸液可先用耐酸塑料纱网或玻璃纤维过滤，滤液加碱中和，调pH值至6~8后

就可排出,少量滤渣可埋在地下。

(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石使其生成 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 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^- 氧化成氯酸盐,并进一步分解 CO_2 和 N_2 。

(4) 含汞盐的废液先调 pH 值至 $8 \sim 10$,然后加入过量的 Na_2S ,使其生成 HgS 沉淀,并加入 FeSO_4 与过量的 S^{2-} 生成 FeS 沉淀,吸附 HgS 共沉淀下来。离心分离,清液含汞量降到 $0.02\text{mg} \cdot \text{dm}^{-3}$ 以下可排放。少量残渣可埋在地下,大量残渣可用焙烧法回收汞,但注意要在通风橱中进行。

(5) 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从而沉淀下来,过滤后,残渣可埋在地下。

五、标准物质和标准溶液

(一) 标准物质

1. 标准物质的性质

1986年,我国国家计量局接受了由国际标准化组织提出的并为国际计量局所确认的标准物质的定义。标准物质——已确定其一种或几种特性,用于校准测量器具、评价测量方法或确定材料特性量值的物质。

标准物质是由国家最高计量行政部门颁布的一种计量标准,起到统一全国量值的作用。它具有材质均匀、性质稳定、批量生产、准确定值等特性,并有标准物质证书(其中表明特性量值的标准值及定值的准确度等内容)。此外,某些标准物质的试样还应系列化,以消除待测试样与标准试样两者间因主体成分性质的差异给测定结果带来的系统误差。例如要分析某牌号钢铁试样时,应选择牌号相同而且组成近似的钢铁标准试样配制标准系列。

2. 标准物质的分级

我国的标准物质分为一级、二级两个级别。一级标准物质采用绝对测量法定值,定值的准确度要具有国内最高水平。它主要用于研究和评价标准方法、二级标准物质的定值和高精确度测量仪器的校准。二级标准物质采用准确可靠的方法或直接与一级标准物质比较的方法定值,定值的准确度一般要高于现场(即实际工作)测量准确度的 $3 \sim 10$ 倍。二级标准物质主要用于研究和评价现场分析方法及现场标准溶液的定值,是现场实验室的质量保证,二级标准物质又称为工作标准物质,它的产品批量较大,通常分析实验室所用的标准试样都是二级标准物质。

3. 化学试剂中的标准物质

目前我国的化学试剂中只有滴定分析基准试剂和 pH 基准试剂属于标准物质,其产品只有几十种,我国规定第一基准试剂(一级标准物质)的主体含量为 $99.98\% \sim 100.02\%$,其值采用准确度最高的精确库仑滴定法测定。工作基准试剂(二级标准物质)的主体含量为 $99.95\% \sim 100.05\%$,以第一基准试剂为标准,用称量滴定法(重量滴定法)定值。工作基准试剂是滴定分析实验中常用的计量标准,可是被标定溶液的不确定度在 $\pm 0.2\%$ 以内。

一级 pH 基准试剂(一级标准物质)的 $\text{pH}(\text{S})$ 的总不确定度为 ± 0.005 。它通常只用于 pH 基准试剂的定值和高精度酸度计的校准。