

实验室理论与操作实务

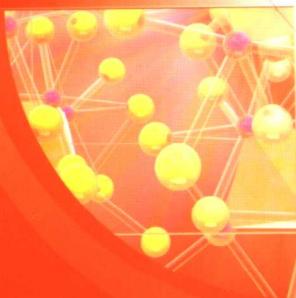
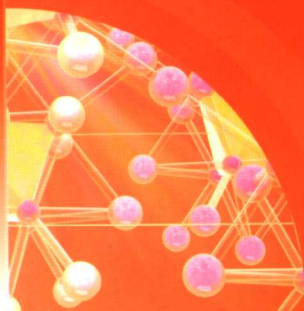
SHIYANSHI LILUN YU CAOZUO SHIWU

化学实验员简明手册

• 实验室基础篇

毛红艳 主编

HUAXUE
SHIYANYUAN
JIANMINGSHOUCE



SHIYANSHI
JICHUPIAN

 中国纺织出版社

内 容 提 要

本书着重介绍了实验室基础知识、实验室常用仪器与设备、实验室的试剂库、实验室的基本操作与技术、物质物理特性的测定、标准方法和标准物质等实验人员应当具备的知识和技能。全书从化学实验工作的特点出发,注意理论与实践的结合,力求知识全面,内容翔实,简洁易懂,具体实用,章末还附有与之配套的思考与练习,以便读者复习巩固。

本书可供企业的分析化验员、从事化学实验室工作的人员阅读和参考,也可作为职业教育相关专业的教学用书。

图书在版编目(CIP)数据

化学实验员简明手册·实验室基础篇/毛红艳主编. —北京:中国纺织出版社, 2007. 6

(实验室理论与操作实务)

ISBN 978 - 7 - 5064 - 4331 - 9

I. 化… II. 毛… III. 化学实验—手册 IV. 06 - 3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 036187 号

策划编辑:朱萍萍 责任编辑:安茂华 责任校对:楼旭红

责任设计:何 建 责任印制:何 艳

中国纺织出版社出版发行

地址:北京东直门南大街 6 号 邮政编码:100027

邮购电话:010—64168110 传真:010—64168231

http: // www. c - textilep. com

E - mail: faxing @ c - textilep. com

三河市世纪兴源印刷有限公司印刷

各地新华书店经销

2007 年 6 月第 1 版第 1 次印刷

开本:880 × 1230 1/32 印张:11. 625

字数:288 千字 印数:1—4000 定价:28. 00 元

凡购本书,如有缺页、倒页、脱页,由本社市场营销部调换

《化学实验员简明手册》编委会

主任委员：张书胜

副主任委员：邢天来 高 琳

委 员：(按姓氏笔画排序)

毛红艳 平 琳 闫冬良 刘红霞

刘 虹 张长征 张建丽 张敬华

韩华云 韩润平

序

化学是生命科学、材料科学、环境科学、能源科学、信息科学等领域的重要基础。在解决人类社会发展过程中的问题,提高人类生活质量等方面,化学研究一直发挥着重要作用。

化学是一门实验科学。为了帮助广大化学、化工工作者迅速掌握化学中一般的实验技术,指导其胜任实验室的基本工作,郑州大学分析测试中心和中国纺织出版社组织多位长期从事化学实验研究的专家编写了这套《化学实验员简明手册》。这套书的特点在于注重理论与实际操作的结合以及基本技能的介绍,以实际操作为主体,辅以必要的理论知识。对从事化学实验室工作的科研人员来说,是一套不可多得的案头书。

丛书共分为三册:《化学实验员简明手册·实验室基础篇》、《化学实验员简明手册·化学分析篇》和《化学实验员简明手册·仪器分析篇》。《化学实验员简明手册·实验室基础篇》对化学实验室中常用的基础知识,包括实验室设计、实验室中常用仪器和器皿操作、实验室常用测试方法发展等加以介绍。《化学实验员简明手册·化学分析篇》介绍了实验室中常用的化学分析方法及基础理论,并对滴定分析法、重量分析法等作了较为详细的介绍,可以对具体的实验操作进行有益的指导。《化学实验员简明手册·仪器分析篇》概括了包括红外光谱、紫外光谱、色谱、核磁共振等实验室仪器的基本特征和实验技术。每本书后附以的附录内容,可以方便读者查阅使用。

丛书内容系统全面,篇幅适中。既可以作为实验室初级人

员的入门书，也可以用于科研人员针对具体实验方案的设计与论证。可以相信，这套丛书的出版，必将使广大的实验室研究人员受益，对其基本技能的提高起到积极的作用。

A stylized handwritten signature in black ink, likely belonging to the author or a reviewer.

2007 年 3 月

前 言

本书较全面地叙述了实验室的规划管理知识及近年来实验室仪器装备的更新和发展。在编写过程中,作者参考了最新的技术标准,精选了化学实验工作中常见的基础知识、基本技能、安全常识及常用理化数据等内容,全面深入贯彻了我国法定计量单位的有关规定,书中的名词、术语均达到了标准化。为适应新形势,本书力求突出“新”字,增强内容的适用性和各种技术的实用性,既涉及了传统的技术,又介绍了新的方法,结合编者的实际经验,力求奉献给读者实用必备的基础理论和专业管理知识,帮助读者系统地掌握化学实验技能。

本书主编毛红艳博士编写了第四章和第五章,副主编张建丽编写了第二章和附录,副主编邢天来编写了第三章,高琳编写了第一章,张书胜编写了第六章。本书由张书胜和毛红艳统稿。

本书在编写过程中,参考了国内外出版的一些相关教材和专著,受到许多有益的启发,同时也得到了郑州大学化学系和河南工程学院有关专家的大力支持,在此一并表示衷心的感谢。

限于编者的学识和水平,对于书中存在的缺点和错误,恳请读者批评指正。

编 者

2007 年 3 月于郑州大学

目 录

第一章 实验室基本知识	001
第一节 实验室的设计规划	001
一、规划要求	001
二、实验室的内部设施与基本要求	004
三、建筑位置	007
第二节 实验室的三废处理	008
一、实验室的废液及其处理	008
二、实验室的废渣及其处理	012
三、实验室的废气及其处理	012
第三节 实验室的安全常识与安全事故的预防	013
一、实验室安全管理注意事项	013
二、一般事故的急救与处理	016
三、实验室安全用电须知和触电的预防与急救	018
四、实验室火灾和爆炸的预防	018
五、高压气瓶的使用和安全处理	023
六、有毒化学试剂的管理和化学中毒的预防与急救	026
七、射线的危害与防护	028
第四节 实验室分析检测的作用与方法分类	035
一、分析检测的作用	035
二、分析检测方法的分类	035
思考与练习	041
第二章 实验室常用仪器与设备	043

第一节 玻璃器皿	043
一、常用玻璃仪器的特性与化学组成	043
二、玻璃仪器的分类、等级与使用	044
三、玻璃仪器的保管、洗涤与干燥	055
四、简单玻璃加工操作	060
第二节 其他器皿	064
一、石英与玛瑙器皿	064
二、金属器皿	065
三、瓷与刚玉器皿	068
四、塑料器皿	070
五、与玻璃仪器配套使用的器具	071
第三节 常用的制冷设备、加热设备、测温仪表及其使用	076
一、制冷设备与使用	076
二、加热设备与使用	078
三、测温仪表与使用	095
第四节 天平	100
一、天平的分类	100
二、天平的称量原理	102
三、台天平	102
四、半自动电光分析天平	103
五、不等臂单盘天平	113
六、电子天平	116
七、天平的计量性能和选用	118
八、分析天平室	120
九、分析天平的操作规程	121
十、分析天平的维护	123
十一、称量方法	123
第五节 其他常用的仪器设备与使用	126

一、真空泵	126
二、电动离心机	127
三、电动搅拌器	128
四、电磁搅拌加热器	129
五、旋转蒸发仪	131
第六节 实验室常用维修、测量工具与电工基本知识	131
一、常用维修工具	132
二、万用表及其使用	132
三、电工基本知识	137
第七节 实验室仪器与物品的管理	138
一、实验室常用仪器与物品的管理	138
二、精密贵重仪器的管理	138
思考与练习	139
 第三章 实验室的试剂库	 142
第一节 化学试剂的分级和规格	142
第二节 化学试剂的包装及标志	143
一、化学试剂的包装要求	143
二、化学试剂的包装标志	143
三、化学试剂的包装规格	144
第三节 化学试剂的管理、安全储存以及处理	145
一、化学试剂的管理	145
二、影响化学试剂储存的主要因素	146
三、试剂库	147
四、化学试剂的储存	148
五、常用化学试剂的处理	154
第四节 化学试剂的选用与取用	155
一、化学试剂的选用	155
二、化学试剂的取用原则	156

三、化学试剂的取用	157
第五节 常用试剂的化学性质	160
第六节 常用化学试剂的俗名或别名	174
第七节 常用化学试剂的配置	178
一、分析试剂	179
二、辅助试剂	179
思考与练习	181
 第四章 实验室的基本操作与技术	182
第一节 样品的采集、制备与保存	182
一、样品的采集原则	182
二、样品的采集方法	183
三、样品的制备与保存	186
第二节 样品的预处理	191
一、溶解法(湿法)	191
二、熔融法	194
三、烧结法	196
四、微波消解法	196
五、干法灰化法	196
第三节 分离与纯化技术	197
一、重结晶与升华	197
二、沉淀分离技术	204
三、挥发与蒸馏技术	208
四、萃取分离技术	218
第四节 实验室制水技术	221
一、实验室用水要求	221
二、蒸馏法	222
三、离子交换法	222
四、电渗析法	225

五、纯水制备装置	225
六、特殊用水的制备	227
第五节 溶液的配制	228
一、溶液的基本知识	228
二、化验分析中的计量关系	229
三、溶液浓度的表示方法	231
四、一般溶液的配制与计算	233
五、常用溶液的配制	237
六、配制溶液的操作方法和注意事项	239
思考与练习	240
 第五章 物质物理特性的测定	 243
第一节 阿贝折射仪和折射率的测定	243
一、折射率的测定原理	243
二、折射率测定仪器	244
三、阿贝折射仪的使用方法及注意事项	245
四、全自动数字显示折射仪	247
第二节 酸度计和 pH 值的测定	247
一、酸度计的测量原理	248
二、酸度计的构造	248
三、使用方法及注意事项	252
第三节 电导仪和电导率的测定	255
一、电导的测定原理	255
二、仪器装置	257
三、使用方法及注意事项	258
四、新型电导仪	260
第四节 熔点仪和熔点的测定	261
一、熔点的测定原理	261
二、毛细管熔点测定法	261

三、显微熔点测定法	265
第五节 凝固点的测定	266
第六节 沸点的测定	268
一、沸点的测定原理	268
二、常量法测定沸点	268
三、微量法测定沸点	269
四、沸程的测定	270
五、沸点的校正	270
第七节 密度计和密度的测定	271
一、密度计法	272
二、韦氏天平法	273
三、密度瓶法	275
第八节 压力计和压力的测定	277
一、压力计的分类	278
二、液体饱和蒸气压的测定	280
三、大气压的测定	284
第九节 旋光仪以及旋光度和比旋光度的测定	285
一、旋光度的测定原理	285
二、仪器结构	287
三、使用方法及注意事项	287
第十节 黏度计和黏度的测定	290
一、毛细管黏度计法	291
二、恩氏黏度计法	295
三、旋转黏度计法	297
四、振动黏度计	299
第十一节 表面张力的测定	299
一、毛细管法	299
二、滴重法	301
三、最大气泡法	303

第十二节 流量计及气体流量的测定	304
一、转子流量计	304
二、皂膜流量计	305
三、锐孔流量计	306
四、湿式流量计	307
五、气体流量和压力的控制	307
思考与练习	308
 第六章 标准方法和标准物质	310
第一节 计量认证与质量保证体系	310
一、计量认证	310
二、质量管理和质量保证体系	310
第二节 标准化与标准	311
一、标准化	311
二、标准	312
三、标准的分级	312
四、标准的分类	314
第三节 标准方法与我国的化验分析标准	316
一、标准方法	316
二、化验方法的分析	318
三、我国的化验分析标准	320
第四节 标准物质与我国的部分标准物质	321
一、标准物质	321
二、标准物质的分类与分级	322
三、我国的部分标准物质	324
第五节 化验室常用标准物质与标准溶液	325
一、化验室常用标准物质	325
二、化验室常用标准溶液的配制与标定	327
三、元素与常见离子标准溶液的配制	335

四、pH 标准缓冲溶液的配制	345
思考与练习	346
附录	347
附表 1 元素的相对原子质量 (A_r)	347
附表 2 化合物的相对分子质量 (M_r)	348
参考文献	351

第一章 实验室基本知识

化学是建立在实验基础上的一门自然科学,实验对化学的发展起着重要作用,而化学实验检验室(简称实验室)就是化学各领域分析技术人员从事实验工作的必要场所。实验室根据其适用对象的不同可大致分为三类:学校的实验室、科研机构中的化学研究室和工厂的实验室。学校的实验室主要是学生进行化学实验的教学场所;科研院所及高等学校的化学研究室承担着科学研究与分析测试工作;厂矿的实验室按其工作性质可分为车间实验室、中心实验室和质量检验实验室,一些单位还设有环保监测站,其中,车间实验室用于生产过程中半成品、成品的控制分析,中心实验室主要负责分析方法的建立与改进、原料分析、产品质量检验等。尽管各类实验室的工作性质与任务有明显不同,但其目的均在于迅速提供准确可靠的分析数据。

第一节 实验室的设计规划

一、规划要求

实验室的建设,不论是新建、扩建还是改建项目,不单是购置优良的仪器设备,还要综合考虑实验室的整体规划,做到合理布局,对供水、供电、供气、通风、安全防护、环境保护等基础设施进行总体设计。因此,实验室的建设是一个十分复杂的系统工程。

安全、方便、环保是理想实验环境的三大要素,也是实验室建设的宗旨,要尽可能做到防震、防火、隔热、空气流通、光线充足。各类实验室尽管有着不同的特点和任务,但就其本质而言,它们在一些基本建设

方面存在着共同之处,可以相互借鉴。另外,一般性化学实验室的建设还应根据本地区、本部门的具体情况因地制宜地进行,以满足实验的需要。

实验室规划的第一步是绘制仪器布置图。这类图大致上相当于规划说明书,不同于建筑施工图,绘制时不必精确。仪器布置图确定以后,应该按工程内容分别绘制下列平面图:给排水工程、照明工程、电气工程、地面加固工程、空调工程、房间间隔工程、防噪音工程、气体管线工程、电话工程等。

在条件许可的情况下,实验室的建设要尽量注意以下几方面问题。

(1) 建筑结构。房屋结构要尽量能防震、防火、隔热、空气流通、光线充足。通风柜最好能在建筑房屋时建在墙壁的适当位置上,条件允许时,要用瓷砖将通风柜的墙壁镶好,并装上排气风扇。设置水盆的墙壁应镶有一定面积的瓷砖,或在水泥面上涂防腐蚀油漆。

(2) 室内采光和照明。实验室内应光线充足,窗户宜开得大些,且最好是双层玻璃窗,防尘和防冻。但需注意太阳光线的作用,避免阳光直射屋内。太阳光线(即使是从百叶窗的缝隙间射入的)会对一些精度较高的分析仪器产生较大影响。因此窗户上除安装窗帘外,最好选用茶色玻璃或在窗玻璃上贴上日照调整薄膜,利用这种在聚酯薄膜上作了真空镀铝处理的薄膜来反射大部分的太阳辐射热,并遮挡紫外线。

实验室的照明用电要与设备用电分开,单独设立闸刀开关。照明常采用白炽灯和日光灯,日光灯利于辨别颜色的差异,光线应从侧面射向实验台。一般除安装公用的日光灯外,每个实验台上方还应设置日光灯具,利于夜班操作。在室内及走廊上还要安装应急灯,以备夜间突然停电时使用。

(3) 给排水系统。实验室的水源要保证足够的压力和流量,以保证仪器设备正常运行。实验室自来水应有自己专门的总阀门(总阀门旁设有放水阀),以便开关防冻,或平日修理时开关方便,且不影响其他部门的工作用水。室内供水总阀门要安在易操作的位置,便于检查和维修。要适量多安装几个不同类型和规格的自来水管的水龙头。不同

类型的水龙头如图 1-1 所示,有普通水龙头、尖嘴龙头(蒸馏冷凝实验专用水龙头,小口径,便于套皮管)、高位龙头(便于洗滴定管、移液管)等,满足不同仪器的洗涤、抽滤、蒸馏、冷却等各种需要,除墙壁、角落应设置适当数量水龙头外,实验台两头和中间位置也应安装水管;水槽的下水管一定要装水封管,下水管道应采用耐酸碱腐蚀的材料,地面还应有地漏设施。

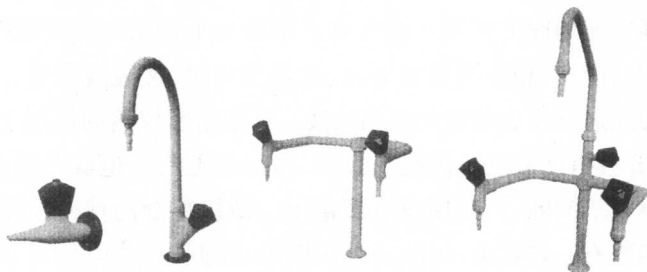


图 1-1 不同类型的水龙头

有条件的单位可以设置热水管,洗刷仪器用热水比冷水效果好,用热水浴时换水方便,节约时间和用电。下水管应设置在地板下和楼底层的天花板中间,为暗管式,弯头要选用“ $\perp$ ”式,留出一端拧上活塞堵头,以便水管堵死时打开疏通管道。下水管的平面段倾斜角度要大些,保证积水不存在管内,且不易腐蚀。

(4)电气工程。实验室的供电设施,应备有三相交流源及单相交流电源,以供真空泵及一般用电之需,并根据用电设备要求,选择合适的电力负荷和布局。

对 24h 运行的电器(如冰箱)要单独供电,其余电器设备均由总电源开关控制,烘箱、马弗炉等电热设备应有专用插座、开关及熔断器。安装足够的电源插座,这些插座应有控制开关和保险设备,以防个别线路短路时影响整个实验室的正常运行;插座安装的位置要远离水源、热源、火源和可燃性试剂,可设在实验台台面或台边,以使用方便为原则。为防止化学实验室内腐蚀性气体的侵蚀,配电导线宜采用铜芯线,而仪