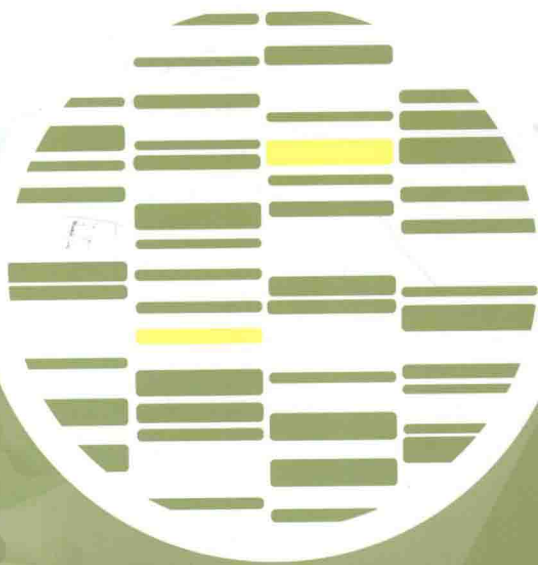




实践教学系列教材

无机化学与 化学分析实验

李大枝 李 红 编
张长花 范传刚



科学出版社

实践教学系列教材

无机化学与化学分析实验

李大枝 李 红 张长花 范传刚 编

山东省普通本科高校应用型人才培养专业发展支持计划资助
滨州学院教材出版基金资助

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书本着“实基础、强能力、重应用”的原则，整合了原无机化学实验与分析化学实验中的化学分析内容编写而成。本书上篇对化学实验基本知识、实验室常用仪器的使用、化学实验常用分离和提纯技术等进行了详尽的介绍；下篇主要是化学实验技能训练，共45个实验项目，实验项目涉及物质的分离和提纯、物质成分分析、物质制备与分析三部分内容。

本书可作为高等工科院校的化学化工、环境、材料，以及综合性大学的生命科学、生物制药等专业本科生的实验教材，还可供其他从事化学工作的人员学习和参考。

图书在版编目(CIP)数据

无机化学与化学分析实验/李大枝等编. —北京：科学出版社，2016.9
实践教学系列教材

ISBN 978-7-03-049937-0

I. ①无… II. ①李… 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. ①O61-33②O652.1

中国版本图书馆CIP数据核字(2016)第221923号

责任编辑：陈雅娟/责任校对：贾伟娟

责任印制：徐晓晨/封面设计：迷底书装

科学出版社出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码：100717

<http://www.sciencep.com>

北京教图印刷有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2016年9月第一版 开本：720×1000 1/16

2016年9月第一次印刷 印张：12 1/2

字数：241 000

定价：39.00元

(如有印装质量问题，我社负责调换)

前 言

无机化学与化学分析实验是一门独立的基础化学实验课程，是学习其他化学实验的重要基础，是学生进入大学后学习的第一门实验课程。本书根据工科专业无机化学和分析化学实验课程的教学基本要求，以培养应用型人才为出发点，本着“实基础、强能力、重应用”的原则，整合了原无机化学实验与分析化学实验中的化学分析内容编写而成。旨在让学生较全面地了解各种实验方法，结合理论学习，加深对基础化学知识、基本化学原理的理解，系统、连贯地掌握实验知识及技能，为将来从事化学及相关专业的实际应用、科技开发和进一步深造打下坚实基础。

本书分为上、下两篇。上篇为基本知识和基本操作，主要介绍化学实验基本知识、实验室常用仪器的使用、化学实验常用分离和提纯技术等。下篇为化学实验技能训练，实验内容涵盖物质的分离和提纯、物质成分分析(包括定性分析和定量分析)、物质制备与分析三部分。全书共 45 个实验，不同专业和不同层次的学生可以根据实际需要选择使用。本书还链接了部分常用仪器基本操作的视频，读者可以通过扫描二维码直接观看。同时，本书部分章节、实验后面编有知识链接，旨在拓展读者视野。

本书是以本校编写的实验讲义和使用的实验教材为基础，参阅兄弟院校已出版的教材、专著、期刊等文献资料编写而成，其中设计性实验还融合了近几年山东省大学生化学实验技能大赛部分项目。在本书编写过程中，基础化学实验教研室同志们给予了热忱帮助，在此一并表示感谢！

李大枝负责第 1~3 章编写及全书统稿工作，李红、张长花负责第 4~7 章的编写工作，范传刚负责附录相关内容的编写工作。

由于编者水平有限，书中难免存在不妥之处，敬请读者批评指正。

编 者

2016 年 5 月

目 录

前言

第 1 章 绪论	1
1.1 任务、学习方法和要求	1
1.1.1 无机化学与化学分析实验的任务	1
1.1.2 无机化学与化学分析实验的学习方法和要求	1
1.2 实验室规则及安全守则	2
1.2.1 实验室规则	2
1.2.2 安全守则	3
1.2.3 实验室事故的预防与处理	4
1.3 常见废弃物的处理	7
1.3.1 有毒废气的排放	7
1.3.2 废渣、废液的处理、回收	7

上篇 基本知识和基本操作

第 2 章 基本知识	9
2.1 实验室用水	9
2.1.1 实验室用水规格	9
2.1.2 实验室用水制备方法	10
2.1.3 纯水的检验	11
2.2 化学试剂	12
2.2.1 化学试剂的级别和规格	12
2.2.2 化学试剂的合理选用	13
2.2.3 化学试剂的存放	13
2.3 误差和数据处理	14
2.3.1 准确度和精密度	14
2.3.2 有效数字	16
2.4 分析试样的采集与制备	18
2.4.1 采样的目的和基本原则	19
2.4.2 采样方案和记录	19
2.4.3 采样技术	19
2.4.4 采样	21

2.4.5 知识链接——样品采集	21
第3章 基本实验操作与实验技能	24
3.1 常用玻璃仪器及使用	24
3.1.1 常用玻璃仪器	24
3.1.2 玻璃仪器的洗涤和干燥	26
3.2 基本实验操作	29
3.2.1 试剂的取用	29
3.2.2 溶液的配制	30
3.2.3 沉淀的分离	33
3.2.4 沉淀的烘干、炭化及灰化	38
3.2.5 溶解与结晶	40
3.2.6 常用气体的制备与纯化	43
3.2.7 知识链接——气体钢瓶的安全使用	46
3.3 定量分析仪器	47
3.3.1 分析天平	47
3.3.2 容量瓶	49
3.3.3 移液管和吸量管	50
3.3.4 滴定管	51
3.3.5 分光光度计	54
3.3.6 知识链接——称量瓶和酸度计的使用	56

下篇 化学实验技能训练

第4章 操作训练	59
实验一 分析天平称量练习	59
实验二 由粗盐制备试剂级氯化钠	60
实验三 硝酸钾的制备及溶解度的测定	63
实验四 离子交换树脂法制去离子水	65
实验五 菠菜色素的提取和分离——薄层色谱	69
实验六 纸色谱法分离氨基酸	73
实验七 柱色谱分离有机染料	74
实验八 液-液萃取	77
实验九 从茶叶中提取咖啡因	81
实验十 从海带中提取碘	83
第5章 定性分析	86
实验十一 阳离子第 I 组—— Ag^+ 、 Pb^{2+} 、 Hg_2^{2+} 的分析	86

实验十二	阳离子第Ⅱ组—— Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 、 Cu^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Hg^{2+} 、 $\text{As}(\text{Ⅲ}, \text{V})$ 、 $\text{Sb}(\text{Ⅲ}, \text{V})$ 、 $\text{Sn}(\text{Ⅱ}, \text{Ⅳ})$ 的分析	88
实验十三	阳离子第Ⅲ组—— Al^{3+} 、 Cr^{3+} 、 Fe^{3+} 、 Fe^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Co^{2+} 、 Ni^{2+} 的分析	92
实验十四	阳离子钙钠组—— Ba^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 K^{+} 、 Na^{+} 、 NH_4^{+} 的分析	95
实验十五	阳离子未知试液的分析	97
实验十六	常见阴离子的分别鉴定	98
第 6 章	定量分析	103
实验十七	溶液的配制及酸碱滴定练习	103
实验十八	容量仪器的校准	105
实验十九	盐酸和氢氧化钠溶液浓度的标定	107
实验二十	食醋中总酸含量的测定	109
实验二十一	工业混合碱的组成分析	111
实验二十二	铵态氮肥含氮量的测定(甲醛法)	113
实验二十三	EDTA 标准溶液的配制和标定	115
实验二十四	配位滴定法测水的总硬度	117
实验二十五	铅铋合金中铅、铋含量的连续测定	119
实验二十六	胃舒平中 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 含量的测定	121
实验二十七	胃舒平中铝和镁含量的测定	123
实验二十八	KMnO_4 溶液的配制及标定	125
实验二十九	工业双氧水中 H_2O_2 含量的测定	127
实验三十	高锰酸钾法测定废水 COD	129
实验三十一	维生素 C 药片中维生素 C 含量的测定	133
实验三十二	葡萄糖含量的测定	136
实验三十三	铁矿石中全铁含量的测定	138
实验三十四	氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	142
实验三十五	钡盐中钡含量的测定——沉淀重量法	144
实验三十六	植物或肥料中钾含量的测定	145
实验三十七	食盐中碘含量的测定	147
实验三十八	邻二氮菲分光光度法测定微量铁	149
实验三十九	土壤中总磷含量的测定	151
第 7 章	物质制备与分析	153
实验四十	二氧化碳相对分子质量的测定	153
实验四十一	硫酸亚铁铵的制备和检验	155
实验四十二	三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备及其组成测定	158

实验四十三	胆矾精制及结晶水含量测定	162
实验四十四	硫酸四氨合铜(II)的制备及组成测定	166
实验四十五	草酸合铜(II)酸钾的制备及组成测定	167
主要参考文献		169
附录		170
附录一	常用化学试剂的配制方法	170
附录二	无机化学与化学分析实验常用数据表	182

第1章 绪 论

1.1 任务、学习方法和要求

1.1.1 无机化学与化学分析实验的任务

无机化学与化学分析实验是基础化学实验平台的重要组成部分，也是高等工科院校化学工程与工艺、应用化学、材料化学、能源化学工程、环境工程、高分子材料与工程等专业的平台课程。无机化学与化学分析实验是一门独立的实践性课程，但又与无机化学和分析化学两门理论课程密切相关。其主要目的为：以实验为手段，了解无机化学和分析化学中的重要原理和元素及其化合物的性质，探究无机化合物的制备、分离纯化及分析测定等。旨在充分发挥无机化学与化学分析实验在应用型人才培养中的作用，使学生在实践中学习、巩固、深化和提高化学基本知识、基本原理，掌握基本操作技术、提高基本技能、培养良好的化学素养和创新能力。无机化学与化学分析实验主要任务如下：

(1) 熟练、规范地掌握实验的基本操作、技术和技能，培养独立实验和思考的能力，培养细致观察、正确记录的习惯，提高归纳与综合处理实验数据、分析问题的能力。

(2) 通过实验，实现感性和理性的有机融合，巩固、深化化学基本理论和知识。

(3) 提升理论联系实际、分析问题和解决问题的能力。

(4) 培养严谨、实事求是的科学态度，养成良好的实验室工作习惯。

1.1.2 无机化学与化学分析实验的学习方法和要求

无机化学与化学分析实验要求在实验指导教师的正确引导下由学生独立完成，因此实验效果与端正的学习态度和正确的学习方法密切相关。要达到良好的实验效果、完成目标要求，应抓好以下几个环节。

1. 课前充分预习

预习是实验前必要的准备工作，是做好实验的前提。不进行充分预习的学生不准进入实验室参加实验。实验预习应达到下列要求：

(1) 认真阅读实验教材和理论教材中的有关内容，明确实验目的，理解实验原理，熟悉实验内容、方法及注意事项，在此基础上，完成实验预习报告。

(2) 按要求观看基本操作相关资料和视频，了解注意事项，规范实验操作。

2. 课上认真完成实验

学生应遵守实验室规则，接受教师指导。对于非设计性实验，应根据实验教材规定的方法、步骤进行操作，并做到以下几点：

- (1) 规范操作，细心观察，如实、详细、准确地记录观察到的现象和实验数据。
- (2) 若实验现象和理论不符，应认真检查、分析其原因，并细心地重做实验。
- (3) 实验中遇到疑难问题，要多思考，必要时请教实验指导教师。
- (4) 在实验过程中应该保持安静，严格遵守实验室规则。

3. 课后认真、如实、及时完成实验报告

实验报告是对每次实验的概括和总结，必须认真、如实、及时完成。一份合格的实验报告应该包括以下几部分内容：

- (1) 实验目的。
- (2) 实验原理。
- (3) 实验内容。尽量采用流程图、表格、符号等形式，简明、扼要地呈现实验操作内容，避免抄袭讲义、实验教材等。
- (4) 实验现象和数据记录。要求使用实验指导教师签过字的原始记录，不允许主观臆造和抄袭。
- (5) 结论或数据处理。在分析现象、处理数据的基础上，得出结论，写出主要的化学反应方程式，数据处理要展示清晰。
- (6) 问题讨论。针对实验中遇到的问题，提出自己的见解；若涉及数据处理，分析误差产生的可能原因；也可以提出自己对该实验的建议和方法改进等。

1.2 实验室规则及安全守则

1.2.1 实验室规则

(1) 实验前要做好预习和实验准备工作，做到心中有数；检查所需的试剂、实验仪器是否齐全。

(2) 实验时要保持安静，不得随意走动和喧哗，要集中精力，认真操作，仔细观察，积极思考问题，如实、详细地记录实验现象和数据。

(3) 虚心听取教师的指导，若改变实验步骤和方法，需征得实验指导教师的同意。实验过程中若出现错误，不得随意结束实验，应主动请教实验指导教师，找出最佳的解决方案。

(4) 爱护实验仪器和设备，注意节约。个人应取用自己的仪器，公用仪器使用完毕应及时放回原处并保持整洁，若有损坏应及时登记和补领。

(5) 按实验规定量取所用试剂,取出后,应立即盖好瓶盖,将试剂瓶放回原处,不得擅自带出实验室。

(6) 应保持实验室及实验台面的整洁。

(7) 应注意废液的处理。酸性废液应倒入废液缸(或桶)内,切勿倒入水槽,以防腐蚀下水管道。碱性废液可倒入水槽并用水冲洗。

(8) 实验完毕,应将所有仪器清洗干净后整齐有序地放回实验柜,安排值日生擦拭干净实验台和试剂架,打扫地面,最后关好水电和门窗,经教师同意后方可离开实验室。

(9) 做完实验后,应根据原始记录,认真处理数据,分析问题,写出实验报告,按时上交。

1.2.2 安全守则

化学药品中有很多是易燃、易爆、有腐蚀性或有毒的,所以实验前应充分了解安全注意事项。实验时,应在思想上十分重视安全问题,集中注意力,遵守操作规程,避免事故的发生。

(1) 实验室内严禁吸烟、饮食、打闹。

(2) 水、电、气使用完毕后应立即关闭。

(3) 洗液、浓酸、浓碱具有强腐蚀性,应避免溅落在皮肤、衣服、书本上,尤其应防止溅入眼睛。

(4) 注意安全操作,具体要求如下:

a. 能产生有刺激性或有毒气体的实验,都应在通风橱内进行。

b. 使用或能生成具有易挥发和易燃物质的实验,都应在远离火源的地方进行,最好在通风橱内进行。

c. 钾、钠、白磷如暴露在空气中易燃烧,所以钾、钠应保存在煤油中,白磷则可保存在冷水中,取用时需用镊子。一些有机溶液(如乙醚、乙醇、丙酮、苯等)极易引燃,使用时必须远离明火,用完后盖紧瓶塞。

d. 不纯的氢气遇火易爆炸,操作时必须严禁接近烟火。在点燃前,必须先检验并确保纯度。银氨溶液久置后易爆炸,故不能保存。某些强氧化剂(如氯酸钾、硝酸钾、高锰酸钾等)或其混合物不能研磨,否则将引起爆炸。

e. 将玻璃管(棒)或温度计插入塞子中时,应先检查塞子孔大小是否合适,玻璃是否平光,并用布裹住或涂些甘油等润滑剂后旋转而入。握玻璃管(棒)的手应靠近塞子,防止因玻璃管折断而割伤皮肤。

f. 加热试管时,不要将试管口对着自己或他人,也不要俯视正在加热的液体,以免液体溅出受到伤害。

g. 嗅闻气体时,应用手轻拂气体,使少量气体飘向自己再闻。

h. 有毒试剂(如氰化物、汞盐、铅盐、钡盐、重铬酸钾等)不得进入口内或接

触伤口，也不能随便倒入下水管道，应回收后统一处理。

i. 稀释浓硫酸时，应将浓硫酸慢慢注入水中，并不断搅动。切勿将水倒入浓硫酸中，以免迸溅，造成灼伤。

j. 禁止任意混合各种试剂药品，以免发生意外事故。

k. 估计可能发生危险的实验，在操作时应使用防护眼镜、面罩、手套等防护设备。

1.2.3 实验室事故的预防与处理

1. 火灾的预防和着火处理

(1) 实验中使用的有机溶剂大多是易燃的，因此，着火是化学实验中常见的事故。防火的基本原则是使火源与溶剂尽可能远离。盛有易燃有机溶剂的容器不得靠近火源，数量较多的易燃有机溶剂应放在危险药品橱内。

回流或蒸馏液体时应放入沸石，以防溶液因过热暴沸而冲出。若在开始加热后发现未放沸石，则应停止加热，待稍冷后再放。否则在过热溶液中加入沸石会导致液体迅速沸腾，冲出瓶外而引起火灾。不要用火直接加热烧瓶，应根据液体沸点高低使用石棉网、油浴或水浴。冷凝水要保持畅通，若冷凝管忘记通水，大量蒸气来不及冷凝而逸出也易造成火灾。

(2) 易燃有机溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)在室温时具有较大的蒸气压，空气中混杂的易燃有机溶剂蒸气量达到某一极限时，遇明火即发生燃烧爆炸。而且，有机溶剂蒸气都较空气的密度大，会沿着桌面或地面飘移至较远处，或沉积在低洼处。因此，切勿将易燃溶剂倒入废物缸中，更不能用开口容器盛放易燃溶剂。倾倒易燃溶剂应远离火源，最好在通风橱中进行。对于蒸馏易燃溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)，整套装置勿漏气，接收器支管应与橡皮管相连，使余气通往水槽或室外。常用易燃溶剂蒸气爆炸极限见附录二中的表二。

(3) 使用易燃、易爆气体，如氢气、乙炔等，要保持室内空气畅通，严禁明火，并应防止一切火星的发生，如敲击、鞋钉摩擦、电动机炭刷或电器开关等所产生的火花。常用易燃气体爆炸极限见附录二中的表三。

(4) 常压操作时，应保证全套装置有一定的地方与大气相通，切勿造成密闭体系。减压蒸馏时，要用圆底烧瓶或吸滤瓶作接收器，不可用锥形瓶，否则可能会炸裂。加压操作时(如高压釜、封管等)应经常注意釜内压力有无超过安全负荷，选作封管的玻璃管厚度是否适当、管壁是否均匀，并要有一定的防护措施。

(5) 有些有机化合物遇到氧化剂时会发生猛烈爆炸或燃烧，操作时应特别小心。存放药品时，应将氯酸钾、过氧化物、浓硝酸等强氧化剂和有机药品分开存放。

(6) 开启储有挥发性液体的瓶塞和安瓿瓶时，必须先充分冷却，然后开启(开启安瓿瓶时需要用布包裹)。开启时，瓶口必须指向无人处，以免由于液体喷溅而

导致伤害。如遇瓶塞不易开启，必须注意瓶内储物的性质，切不可贸然用水加热或乱敲瓶塞等。

(7) 有些实验可能生成有危险性的化合物，操作时需特别小心。有些类型的化合物具有爆炸性，如叠氮化物、干燥的重氮盐、硝酸酯、多硝基化合物等，使用时须严格遵守操作规程。有些有机化合物如醚或共轭烯烃，久置后会生成易爆炸的过氧化物，须特殊处理后才能应用。

(8) 一旦发生火灾，应保持沉着镇静，不要惊慌失措，并立即采取相应措施，以减少事故损失。首先，应立即熄灭附近所有火源(关闭煤气)，切断电源，并移开附近的易燃物质。少量(几毫升)溶剂着火，可任其烧完。锥形瓶内溶剂着火可用石棉网或湿布盖熄。小火可用湿布或黄沙盖熄。火较大时应根据具体情况采用下列灭火器材。

四氯化碳灭火器：用以扑灭电器内或电器附近着火，但不能在狭小和通风不良的实验室中应用，因为四氯化碳在高温时生成剧毒的光气。此外，四氯化碳和金属钠接触也会发生爆炸。使用时只需连续抽动唧筒，四氯化碳即会由喷嘴喷出。

二氧化碳灭火器：是实验室中最常用的一种灭火器，它的钢筒内装有压缩的液态二氧化碳，使用时打开开关，二氧化碳气体即会喷出，用以扑灭有机物及电器设备的着火。使用时应注意：一手提灭火器，一手应握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上。因喷出的二氧化碳压力骤然降低，温度也骤降，手若握在喇叭筒上易被冻伤。

泡沫灭火器：内部分别装有含发泡剂的碳酸氢钠溶液和硫酸铝溶液，使用时将筒身颠倒，两种溶液立即反应生成硫酸氢钠、氢氧化铝及大量二氧化碳。灭火器筒内压力突然增大，大量二氧化碳泡沫喷出。非大火通常不用泡沫灭火器，因后处理较麻烦。无论用何种灭火器，都应从火的四周开始向中心扑灭。

油浴和有机溶剂着火时绝对不能用水浇，因为这样反而会使火焰蔓延开来。若衣服着火，切勿奔跑，用厚的外衣包裹使之熄灭。较严重者应躺在地上(以免火焰烧向头部)用防火毯紧紧包住，直至火熄灭，或打开附近的自来水开关用水冲淋熄灭。烧伤严重者应立即送医疗单位。

2. 割伤

取出伤口中的玻璃或固体物，用蒸馏水洗后涂上红药水，用绷带扎住。伤口大则应先按紧主血管以防止大量出血，立即送医疗单位。

3. 烫伤

轻伤涂以玉树油或鞣酸油膏，重伤涂以烫伤油膏后送医疗单位。

4. 试剂灼伤

酸：立即用大量水洗，再用 3%~5% 碳酸氢钠溶液洗，最后用水洗。严重时要消毒，拭干后涂烫伤油膏。

碱：立即用大量水洗，再用 2% 乙酸溶液洗，最后用水洗，严重时同上处理。

溴：立即用大量水洗，再用酒精擦至无溴液存在为止，然后涂上甘油或烫伤油膏。

钠：可见的小块用镊子移去，其余与碱灼伤处理相同。

5. 试剂溅入眼内

任何情况下都要先洗涤，急救后送医疗单位。

酸：用大量水洗，再用 1% 碳酸氢钠溶液洗。

碱：用大量水洗，再用 1% 硼酸溶液洗。

溴：用大量水洗，再用 1% 碳酸氢钠溶液洗。

玻璃：用镊子移去碎玻璃，或在盆中用水洗，切勿用手揉动。

6. 中毒

溅入口中尚未咽下者应立即吐出，用大量水冲洗口腔。如已吞下，应根据毒物性质给以解毒剂，并立即送医疗单位。

腐蚀性毒物：对于强酸，先饮大量水，然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白；对于强碱，也应先饮大量水，然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白。不论酸或碱中毒都再给以牛奶灌注，不要吃呕吐剂。

刺激剂及神经性毒物：先给以牛奶或鸡蛋白使之立即冲淡和缓和，再用一大匙硫酸镁(约 30 g)溶于一杯水中催吐。有时也可用手指伸入喉部促使呕吐，然后立即送医疗单位。吸入气体中毒者，将中毒者移至室外，解开衣领及纽扣。吸入少量氯气或溴气者，可用碳酸氢钠溶液漱口。

7. 触电预防和处理

(1) 使用电器时，应防止人体与电器导电部分直接接触，不能用湿手或手握湿物接触电插头。为了防止触电，装置和设备的金属外壳等都应连接地线。实验后应切断电源，再将连接电源的插头拔下。

(2) 触电后，首先切断电源，施行人工呼吸或请医生救护。如果不便切断电源，可尽快用绝缘物(干木棒、干竹竿等)使触电者与电源隔离，然后进行救护。

8. 实验室急救用具

为处理事故需要，实验室应备有急救箱，内置以下一些物品：

- (1) 绷带、纱布、棉花、橡皮膏、医用镊子、剪刀等。
- (2) 凡士林、玉树油或鞣酸油膏、烫伤油膏及消毒剂等。
- (3) 乙酸溶液(2%)、硼酸溶液(1%)、碳酸氢钠溶液(1%及饱和的)、酒精、甘油、红汞、龙胆紫等。

同时, 还应备有四氯化碳灭火器、二氧化碳灭火器和泡沫灭火器。

1.3 常见废弃物的处理

化学实验中经常会产生各种有毒的废气、废液和废渣(简称“三废”)。如果对其不处理而任意排放, 不仅污染周围空气、水源和环境, 造成公害, 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。

1.3.1 有毒废气的排放

产生少量有毒气体的实验可在通风橱中进行, 有毒气体通过排风设备可排至室外, 被大量空气稀释, 确保室内空气不被污染。产生大量有毒气体或剧毒气体的实验, 必须有吸收或处理有毒气体的措施。例如, Cl_2 、 H_2S 、 SO_2 、 NO_2 、 HF 、 HCN 等酸性气体用碱液吸收后排放; NH_3 用 H_2SO_4 溶液吸收后排放; CO 可点燃转化为 CO_2 气体后再排放。

1.3.2 废渣、废液的处理、回收

实验室中少量有毒废渣应集中深埋于指定的地点。有回收价值的废渣应回收利用。下面是几种常见废液的处理方法:

(1) 废酸(或废碱)液的处理。将含酸废液和含碱废液中和, 剩余的酸或碱可用 NaOH 、 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 或 H_2SO_4 调至 $\text{pH}=6\sim 8$ 后排放。如果废酸液或废碱液中含废渣, 应过滤后排放。

(2) 含铬废液的处理。含铬废液主要是含铬废洗液。一般有两种处理方法: 一是在酸性含铬废液中加入 FeSO_4 , 将 $\text{Cr}(\text{VI})$ 还原为 $\text{Cr}(\text{III})$, 然后加入 NaOH (或 Na_2CO_3) 调节溶液至 $\text{pH}=6\sim 8$, 加热至 $80\text{ }^\circ\text{C}$ 左右, 通入适量空气, 使 $\text{Cr}(\text{III})$ 以 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 的形式与 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 一起沉淀而除去; 二是用 KMnO_4 氧化法将含铬废洗液再生, 具体做法是将废洗液在 $110\sim 130\text{ }^\circ\text{C}$ 下浓缩, 待冷却至室温后, 加入 KMnO_4 粉末, 注意边加边搅拌至溶液呈淡紫色为止, 然后加热至有 SO_3 产生, 停止加热。稍冷后用玻璃砂漏斗抽滤, 除去沉淀物。滤液冷却后析出 CrO_3 沉淀。在含 CrO_3 沉淀的溶液中加入适量浓 H_2SO_4 后又制成洗液。

(3) 含氰废液的处理。少量含氰废液可用 NaOH 调节溶液的 pH , 在 $\text{pH}>10$ 的条件下加入适量 KMnO_4 将 CN^- 氧化。较大的含氰废液可用次氯酸盐进行处

理, 方法是在 $\text{pH}>10$ 的条件下, 加入足量的次氯酸盐溶液, 充分搅拌后放置一夜, 使氰化物完全分解为 CO_2 和 N_2 , 最后将处理液中和至 $\text{pH}=6\sim 8$ 后排放。

(4) 含汞废液的处理。含汞废液处理方法较多, 实验室处理少量含汞废液常采用化学沉淀法。此法是在含 Hg^{2+} 废液中加入 Na_2S , 使 Hg^{2+} 生成难溶的 HgS 后从废液中除去。为确保处理后的清液达到排放标准 (Hg^{2+} 含量 $\leq 0.02 \text{ mg/L}$), 要求加入过量的 Na_2S , 但过量的 Na_2S 又易导致 HgS 生成 $[\text{HgS}_2]^{2-}$ 而溶解, 影响处理效果。为解决这一问题, 可在含 Hg^{2+} 废液中加入适量对水质影响不大的 FeSO_4 , 使 Fe^{2+} 与过量 Na_2S 作用, 生成 FeS 沉淀, 起到吸附 HgS 而又加速 HgS 沉淀的作用。沉淀过滤后, 少量残渣应深埋于地下。如果残渣量较多, 可用焙烧法回收汞。目前较好的处理方法是离子交换法, 该法处理效率高, 但成本较高, 少量含汞废液的处理不宜采用此法。

(5) 含重金属离子废液的处理。处理含重金属离子废液最经济、有效的方法是加入 Na_2S (或 NaOH), 使重金属离子形成难溶性的硫化物 (或氢氧化物) 而分离除去。

(6) 含砷废液的处理。实验室中采用石灰法处理含砷废液, 方法是在含砷废液中加入 Fe^{3+} 盐, 并加入石灰乳使溶液至碱性, 新生成的 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 与难溶的亚砷酸钙或砷酸钙发生共沉淀和吸附作用, 从而除去砷。



此外, 还可利用硫化砷的难溶性, 在含砷废液中通入 H_2S 或加入 Na_2S 以除去含砷化合物。

上篇 基本知识和基本操作

第2章 基本知识

2.1 实验室用水

实验室中，洗涤仪器、溶解样品、配制溶液均需用水。一般天然水和自来水中常含有氯化物、碳酸盐、硫酸盐、泥沙等杂质，影响实验结果的准确度。实验室用水，根据实验任务和要求的不同，采用不同纯度的水。一般的化学实验用一次蒸馏水或去离子水；超纯分析或精密物理化学实验中，需要水质更高的二次蒸馏水、三次蒸馏水或根据实验要求用无二氧化碳蒸馏水等。

2.1.1 实验室用水规格

国家标准(GB/T 6682—1992)建立了《分析实验室用水规格和试验方法》，规定了实验室用水的技术指标、制备和检验方法，将适用于化学分析和无机痕量分析等实验用水分为三个级别：一级水、二级水和三级水。2008年5月15日，国家质量监督检验检疫总局、国家标准化管理委员会发布GB/T 6682—2008《分析实验室用水国家标准》，自2008年11月1日始实施。表2-1列出了各级实验用水的规格。

表 2-1 分析实验室用水的级别和主要指标(GB/T 6682—2008)

项目	一级水	二级水	三级水
pH 范围(25 ℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25 ℃)/(mS/m)	≤0.01	≤0.10	≤0.50
吸光度(254 nm, 1 cm 光程)	≤0.001	≤0.01	—
可氧化物质[以(O)计]/(mg/L)	—	<0.08	<0.4
蒸发残渣(105 ℃±2 ℃)/(mg/L)	—	≤1.0	≤2.0
可溶性硅(以 SiO ₂ 计)/(mg/L)	<0.01	<0.02	—

注：1. 由于在一级水、二级水的纯度下，难以测定其真实的 pH，因此对一级水、二级水的 pH 范围不做规定。

2. 由于在一级水的纯度下，难以测定可氧化物质和蒸发残渣，对其限量不做规定。可用其他条件和制备方法来自来保证一级水的质量。