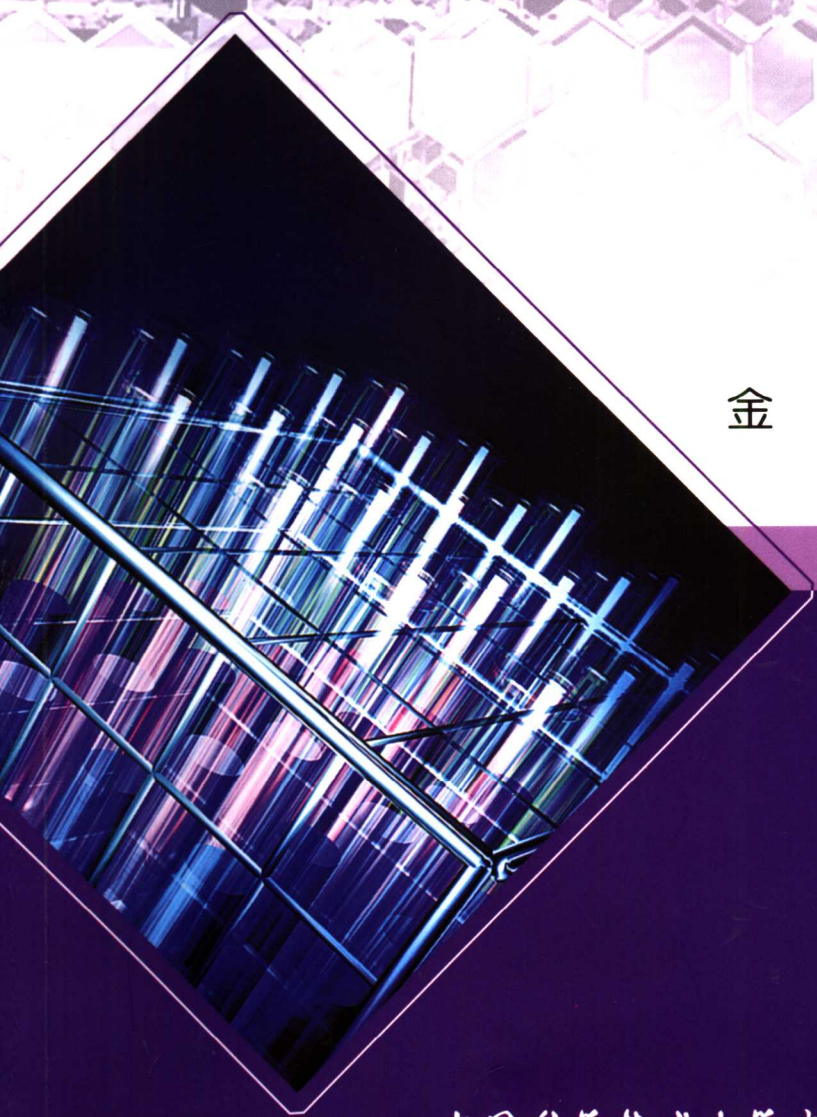


定量分析化学实验

DINGLIANG FENXI HUAXUE SHIYAN

金 谷 江万权 周俊英
编 著



中国科学技术大学出版社

内 容 简 介

本书系统地介绍了化学实验室的安全操作,意外事故的急救处理,剧毒和强腐蚀物品的安全使用等一系列有关化学分析实验室的基本知识。详细地介绍了分析天平及称量,滴定分析和重量分析的基本操作技术及基本知识,气体、液体、固体试样的采样以及试样制备和分解,试剂的选择及溶液配制,常用坩埚的使用和维护,并包括基本操作、滴定分析、光度分析、分离实验、综合实验、开放和设计实验等不同类型的 60 个相关实验。内容涉及到无机分析、有机分析、生物分析、环境分析、材料分析以及与这些学科相关的交叉、综合实验。每一类实验都有选择余地,可根据需要选用。

本书的特点是在重视基本操作标准规范和练习的基础上,强调了实验的多样化和新颖性。实验内容既与分析化学基础课相关,又符合学科发展的特点和趋势。

本书可作为综合性大学、理工、农、医、师范等院校的分析化学实验课教材,也可供从事化学检验工作的科技人员学习、参考。

图书在版编目(CIP)数据

定量分析化学实验/金谷,江万权,周俊英 编著. —合肥:中国科学技术大学出版社,2005. 8

I. 定… II. ①金… ②江… ③…周 III. 定量分析-化学实验-高等学校-教材 IV. 0655-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2005)第 084172 号

中国科学技术大学出版社出版发行

(安徽省合肥市金寨路 96 号,邮编:230026)

电话:(0551)3602905 传真:3602897(发行科)

E-mail:press@ustc.edu.cn

中国科学技术大学印刷厂

全国新华书店经销

开本:787 mm×1092 mm/16 印张:11 字数:275 千

2005 年 8 月第 1 版 2005 年 8 月第 1 次印刷

印数:1—3000 册

ISBN 7-312-01810-6/O·312 定价:15.00 元

前 言

本书的修订和再版是改进和加强实验教学的需要,也是我们为实验教学改革所做的一点探索。在科学技术迅猛发展的今天,学科的交叉、渗透和融合是科技发展的原动力。因而,原有的实验教学内容已滞后于这种新形势下的教学需求。为了使學生通过实验教学能得到充分的培养和锻炼,以更快、更好地适应社会,本书在注重培养规范操作和基本训练的基础上,改进和增加了部分内容。如一些交叉学科方面的分离实验和综合实验,其中包括一些当前研究的热点;同时充实了设计实验,新增了开放实验。这一方面有利于拓宽学生的知识面,丰富学生的知识积累,另一方面也有利于提高学生的综合素质,增强学生对科学实验的兴趣及科学研究的能力。

本书包括三方面的内容:定量化学分析实验的理论知识、基本操作和实验内容。实验内容是在1995年中国科学技术大学出版社出版的《定量化学分析实验》一书的基础上又充实了分离实验、综合实验、开放实验和设计实验的内容。在编写此书的过程中,编者也参考了一些书籍、文献及兄弟院校的宝贵经验,并将其列入书末。

本书编者长期从事分析化学教学和科研工作,积累了一定的经验,编写此书也都投入了大量的精力,对一些新实验和引进实验也做了认真的探索和改进。本书的特色在于既重视基本实验技能的标准规范训练,又注重基础理论知识与当前学科研究热点的融合和接轨,同时在教学的形式上也做了一些改革和探索,以增强学生学习的兴趣和实际动手能力。并希望经过此课程的学习,把所学的知识融会贯通,为后续课程打下坚实的基础,以便将来能更快地适应工作的需要。

本书再版完稿之后,承我校化学系朱玉瑞教授审阅,并给予了详尽的指导,提出了宝贵意见。在编写本书过程中,实验室的全体老师都给予热情的支持和帮助,在此我们表示衷心的感谢。

由于我们水平有限,书中难免有不妥之处,敬请读者指正。

本书是本校高等教育和教学研究计划项目,获得校教务处的的大力支持,在此一并致谢。

编 者

2005年3月15日于中国科学技术大学

目 录

前言	(I)
----------	-----

第一章 分析化学实验室基本知识

1. 1 实验室规则	(1)
1. 2 化学实验室的安全知识	(1)
1. 3 实验室中意外事故的急救处理	(3)
1. 4 实验室中一些剧毒和强腐蚀物品的知识	(3)
1. 5 灭火常识	(5)
1. 5. 1 实验室几种常见的着火原因	(5)
1. 5. 2 常用的灭火措施	(5)

第二章 一般化学实验基本操作

2. 1 实验室用水的规格、制备及检验方法	(7)
2. 1. 1 实验室用水的规格及技术指标	(7)
2. 1. 2 纯水的制备	(8)
2. 1. 3 纯水的检验方法	(9)
2. 2 常用玻璃器皿的洗涤和干燥	(10)
2. 2. 1 定量分析实验常用器皿介绍	(10)
2. 2. 2 容器的洗涤	(15)
2. 2. 3 容器的干燥	(17)
2. 3 试剂及其取用方法	(17)
2. 3. 1 试剂的分类	(17)
2. 3. 2 试剂的保管和选用	(18)
2. 3. 3 取用试剂规则	(18)
2. 4 实验室三废无害化处理	(19)
2. 4. 1 实验室废水处理	(19)
2. 4. 2 实验室废气处理	(20)
2. 4. 3 实验室废渣处理	(20)
2. 5 加热方法	(20)
2. 5. 1 加热用的仪器	(20)
2. 5. 2 液体的加热	(21)

2.5.3 液体的蒸发和浓缩	(22)
2.6 台秤的使用	(22)
2.7 实验报告	(22)
2.7.1 实验报告格式	(23)
2.7.2 报告的要求	(23)
2.7.3 对设计实验的要求	(24)
2.7.4 实验成绩评定的量化标准	(24)

第三章 分析天平和称量

3.1 天平室规则	(25)
3.2 天平使用规则	(25)
3.3 分析天平的构造原理	(26)
3.3.1 半自动电光天平	(26)
3.3.2 单盘电光天平	(28)
3.4 天平的灵敏度	(29)
3.4.1 天平灵敏度的表示方法	(29)
3.4.2 天平灵敏度的测定	(30)
3.5 天平的安装和检查	(30)
3.5.1 天平的安装	(30)
3.5.2 天平质量的检验	(31)
3.6 称量方法	(32)
3.6.1 指定重量称量法(固定重量称量法)	(32)
3.6.2 递减(差减)称量法	(33)
3.6.3 直接称量法(加法称量)	(33)
3.7 天平常见故障的排除	(33)
3.7.1 吊耳脱落或偏侧	(33)
3.7.2 盘托高低不适当	(34)
3.7.3 指针跳动	(34)
3.7.4 天平摆动受阻	(34)
3.7.5 指数盘失灵	(34)
3.7.6 光学系统的调节	(34)
3.8 电子天平	(35)
3.8.1 天平的工作原理和常见故障排除	(35)
3.8.1 电子天平的操作	(36)

第四章 滴定分析基本操作

4.1 移液管和吸量管	(37)
-------------	------

4.2	容量瓶	(38)
4.3	滴定管	(40)
4.3.1	酸式滴定管(酸管)的准备	(40)
4.3.2	碱式滴定管(碱管)的准备	(41)
4.3.3	操作溶液的装入	(41)
4.3.4	滴定管的读数	(42)
4.3.5	滴定管的操作方法	(43)
4.3.6	滴定操作	(43)

第五章 重量分析基本操作

5.1	样品的溶解	(45)
5.2	沉淀	(45)
5.2.1	晶形沉淀	(45)
5.2.2	非晶形沉淀	(46)
5.3	过滤和洗涤	(46)
5.3.1	用滤纸过滤	(46)
5.3.2	用微孔玻璃坩埚(玻璃砂芯坩埚)过滤	(49)
5.4	干燥和灼烧	(50)
5.4.1	干燥器的准备和使用	(50)
5.4.2	坩埚的准备	(51)
5.4.3	沉淀和滤纸的烘干	(51)
5.4.4	滤纸的炭化和灰化	(52)
5.4.5	沉淀的灼烧	(53)

第六章 试样的采集、制备及分解

6.1	试样的采集和制备	(54)
6.1.1	土壤样品的采集与制备	(54)
6.1.2	生物样品的采集与制备	(55)
6.1.3	其他固体试样的采集与制备	(55)
6.1.4	水样的采集与制备	(56)
6.1.5	气体样品的采集	(56)
6.2	试样的分解	(57)
6.2.1	酸分解法	(57)
6.2.2	熔融分解法	(59)
6.2.3	溶解和分解过程中的误差来源	(60)
6.3	各种容器材料的使用和维护	(61)
6.3.1	玻璃	(61)

6.3.2	瓷	(61)
6.3.3	熔融石英(透明石英)	(61)
6.3.4	金属	(61)
6.3.5	石墨	(62)
6.3.6	塑料	(62)

第七章 滴定分析法概论

7.1	滴定分析方法的特点	(63)
7.1.1	滴定分析的定义	(63)
7.1.2	滴定分析的特点	(63)
7.2	滴定分析对化学反应的要求和滴定方式	(64)
7.2.1	滴定分析对化学反应的要求	(64)
7.2.2	滴定分析的方式	(64)
7.3	溶液浓度和标准溶液	(65)
7.3.1	溶液浓度的表示方法	(65)
7.3.2	标准溶液	(67)
7.3.3	基准物质	(70)
7.4	几种常用标准溶液的配制与标定	(72)
7.4.1	酸碱滴定用标准溶液	(72)
7.4.2	配位滴定用标准溶液	(73)
7.4.3	氧化还原滴定用标准溶液	(75)
7.4.4	沉淀滴定用标准溶液	(77)
7.5	一般溶液和一些特殊要求纯水的制备	(78)
7.5.1	一般溶液的配制	(78)
7.5.2	一些特殊要求的纯水的制备	(79)
7.6	有效数字和误差计算	(79)
7.6.1	误差计算	(79)
7.6.2	有效数字及运算规则	(80)

第八章 定量化学分析实验

8.1	基本操作练习	(81)
实验一	天平称量练习	(81)
实验二	滴定分析操作练习(一)	(83)
实验三	滴定分析操作练习(二)	(83)
8.2	酸碱滴定法	(85)
实验一	酸碱滴定法测定 HCl 和 NaOH 浓度	(85)

实验二	有机酸摩尔质量的测定	(85)
实验三	工业醋酸中醋酸含量的测定	(86)
实验四	铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	(87)
8.3	配位滴定法	(88)
实验一	配位滴定法测定钙、镁	(88)
实验二	蛋壳中钙含量的测定	(90)
实验三	铋、铅混合液中 Bi^{3+} 、 Pb^{2+} 的连续滴定	(91)
实验四	返滴定法测定铝	(92)
实验五	铜合金中铜的配位置换滴定法	(93)
实验六	XO-CTMAB 用作指示剂测定试样中的钙、镁	(94)
实验七	Zn^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 的连续滴定	(95)
实验八	配位滴定法测定试样中的镍	(96)
8.4	氧化还原滴定法	(97)
实验一	无汞盐法测定铁矿石中的全铁	(97)
实验二	碘量法测定铜	(98)
实验三	白云石中钙的测定(高锰酸钾法)	(100)
实验四	化学耗氧量(COD)的测定	(102)
实验五	葡萄糖含量的测定(碘量法)	(103)
实验六	维生素 C 片剂中抗坏血酸含量的测定	(105)
8.5	沉淀滴定法	(106)
实验一	氯化物中氯的测定(莫尔法)	(106)
实验二	酱油中氯化钠的测定	(107)
8.6	重量法	(108)
实验一	钢铁中镍的测定(丁二酮肟镍重量法)	(108)
实验二	氯化钡中钡的测定(硫酸钡重量法)	(110)
8.7	光度法	(111)
实验一	5-Br-PADAP 分光光度法测定微量钴	(111)
实验二	邻菲罗啉光度法测定铁(基本条件实验和配位组成的测定)	(113)
8.8	综合实验	(115)
实验一	甲基橙的合成及离解常数的测定(光度法)	(115)
	(一)甲基橙的合成	(115)
	(二)光度法测定甲基橙的离解常数	(116)
实验二	Fe_3O_4 磁性材料的制备及分析	(117)
实验三	SDS 在 Al_2O_3 表面的聚集及定量测定 Al 样中的重金属离子	(119)
实验四	绿茶中茶多糖的提取和含量测定	(120)
实验五	季铵盐改性土壤对水中苯酚的吸附及去除效果分析	(121)
实验六	YBaCuO 超导材料制备及成分结构分析	(122)
实验七	蛋清中白蛋白的磁性分离和测定	(124)
实验八	纳米碱式硫酸铜的均匀沉淀法制备及纯度分析	(126)

8.9 分离实验	(127)
实验一 氨基酸的薄层层析分离和鉴定	(127)
实验二 离子色谱测定地表水中阴离子	(128)
实验三 聚乙二醇—硫酸铵—亚硝酸 R 盐体系用于钴(II)的分离	(130)
实验四 吐温 80— $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ — H_2O 液固萃取体系纯化苹果酸脱氢酶	(132)
实验五 聚乙烯吡咯烷酮—盐—水液固萃取体系分离溶菌酶	(133)
实验六 微量镍的萃取分离与测定	(134)
8.10 开放实验	(135)
实验一 酸碱指示剂 pH 变色域的测定	(135)
实验二 碘量法测定水中的溶解氧	(136)
实验三 液膜分离富集、测定水中微量苯酚	(139)
实验四 开管毛细管预富集结合流动注射分析法测定痕量铁	(140)
实验五 从茶叶中提取儿茶素和咖啡因	(142)
实验六 胃舒平药片中铝和镁的测定	(143)
实验七 超微离子 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的制备及纯度分析	(145)
实验八 表面活性剂的化学分析	(146)
8.11 设计实验	(147)
8.12 其他实验	(148)
实验一 容量器皿的校准	(148)
实验二 HCl 和 HAc 混合液的电位滴定	(150)
附录	(153)
附录 1 洗涤液的配制及使用	(153)
附录 2 市售酸碱试剂的浓度及比重	(153)
附录 3 常用指示剂	(154)
附录 4 不同温度下,稀溶液体积对温度的补正值	(157)
附录 5 元素的相对原子质量表(1989)	(158)
附录 6 化合物的相对分子质量表(1989)	(159)
主要参考文献	(163)

第一章 分析化学实验基本知识

1.1 实验室规则

(1) 课前应认真预习,明确实验目的和要求,了解实验的内容、方法和基本原理。

(2) 实验时应遵守操作规则,注意安全、爱护仪器、节约试剂。

(3) 遵守纪律,不迟到,不早退,保持室内安静,不要大声谈笑。

(4) 实验中要认真操作,仔细观察各种现象,将实验中的现象和数据及时并如实地记录在报告本上。根据原始记录,认真地分析问题、处理数据、写出实验报告。

(5) 实验过程中,随时注意保持工作地段的整洁。火柴、纸张和废品只能丢入废物缸内,不能丢入水槽,以免水槽堵塞。

(6) 实验完毕后,将玻璃容器洗净,公用设备放回原处,把实验台和药品架整理干净,清扫实验室。最后检查门、窗、水、电、煤气是否关好。

1.2 化学实验室的安全知识

实验室安全包括人身安全及实验室、仪器、设备的安全。分析化学实验室在安全方面主要应预防化学药品中毒,操作过程中的烫伤、割伤、腐蚀等人身安全问题,燃气、高压气体、高压电源、易燃易爆化学品等可能产生的火灾和爆炸事故,以及自来水泄漏等事故。

在分析化学实验中,经常使用易损的玻璃仪器、水、电、煤气,并常碰到一些有毒的、有腐蚀性的或者易燃易爆的物质,由于不正确或不经心的操作,以及忽视操作中必须注意的事项都能够造成着火、爆炸和其他不幸的事故。因此重视安全操作,熟悉一般的安全知识是非常重要的。而且注意安全是每个人的责任,发生事故不仅损害个人健康,还会危害到他人安全,使国家财产受到损失,影响工作的正常进行。所以我们必须从思想上重视安全,决不要麻痹大意,但也不能盲目害怕而缩手缩脚不敢做实验。

安全措施是为了保护实验的顺利进行,而决不是实验的障碍。为此必须熟悉和注意以下几点:

(1) 必须熟悉实验室和其周围的环境以及水闸、电闸、灭火器的位置。

(2) 使用电器时,要谨防触电,不要用湿的手、物去接触电插销。实验完毕后及时拔下插销,切断电源。

(3) 易挥发的有毒或强腐蚀性的液体和有恶臭的气体,要在通风柜中操作(尤其是用它们热分解试样时),绝不允许在实验室加热。

(4) 为了防止试剂腐蚀皮肤或进入体内,不能用手直接拿取试剂,要用药勺或指定的容器取用。使用浓酸、浓碱及其他具有强烈腐蚀性的试剂时,操作要小心,防止腐蚀皮肤和衣物等。

浓酸、浓碱如果溅到身上应立即用水冲洗,洒到实验台上或地面上时要立即用水冲稀而后擦掉。取用一些强腐蚀性的试剂如氢氟酸、溴水等,必须戴上橡皮手套。

(5)不允许将各种化学药品任意混合,以免引起意外事故,自行设计的实验必须和教师讨论,征得同意后方可进行。

(6)对易燃物(如酒精、丙酮、乙醚等)、易爆物(如氯酸钾),使用时要远离火源,敞口操作时如有挥发应在通风柜中进行。试剂用后要随手盖紧瓶塞,置阴凉处存放。低沸点、低闪点的有机溶剂不得在明火或电炉上直接加热,而应在水浴、油浴或可调电压的电热套中加热,用完后应及时加盖存放在阴凉通风处。

(7)热、浓的高氯酸遇有机物常易发生爆炸,如果试样为有机物时,应先用浓硝酸加热,使之与有机物发生反应,有机物被破坏后,再加入高氯酸。蒸发高氯酸所产生的烟雾易在通风橱中凝聚,经常使用高氯酸的通风橱应定期用水冲洗,以免高氯酸的凝聚物与尘埃、有机物作用,引起燃烧或爆炸,造成事故。

(8)汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品,使用时应特别小心。氰化物不能接触酸,因作用时产生氰化氢(剧毒!)。氰化物废液应倒入碱性亚铁盐溶液中,使其转化为亚铁氰化铁盐类,然后作废液处理。严禁直接倒入下水道或废液缸中。用过的废物不可乱扔、乱倒,应回收或进行特殊处理。不可将化学试剂带出实验室。

(9)酸、碱是实验室常用试剂,浓酸碱具有强烈腐蚀性,应小心使用,不要把它洒在衣服或皮肤上。所用玻璃器皿不要甩干,在倾注或加热时,不要俯视容器,以防溅在脸上或皮肤上。实验用过的废酸应倒入指定的废酸缸中。

(10)实验室内严禁饮食、吸烟,一切化学药品严禁入口。切勿以实验用容器代替水杯、餐具使用,决不允许用舌头尝试药品的味道。实验完毕后需将手洗净,严禁将食品及餐具等带入实验室中。

(11)要特别注意煤气或天然气的正确使用,严防泄漏!在用煤气或天然气灯加热过程中,火源要与其他物品保持适当距离,人不得较长时间离开,以免熄火漏气。用完煤气或天然气灯要切实关闭燃气管道上的小阀门,离开实验室前还要再查看一遍,以确保安全。用完煤气后,或遇临时煤气中断供应时,应把煤气龙头关好,如遇漏气时,应停止实验,进行检查。

(12)使用高压气体钢瓶时,要严格按操作规程进行操作。例如在原子吸收光谱实验室中所用的各种火焰,其点燃与熄灭的原则是:先开助燃气,再开燃气,先关燃气,再关助燃气(即燃气按“迟到早退”的原则开启和关闭)。乙炔钢瓶应存放在远离明火,通风良好,温度低于 35℃ 的地方。钢瓶在更换前仍应保持一部分压力。

(13)实验过程中万一着火,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,应使用干冰或干粉灭火器。着火范围较大时,应尽快用灭火器扑灭,并根据火情决定是否报警。

(14)使用汞时应避免泼洒在实验台或地面上,使用后的汞应收集在专用的回收容器中,切不可倒入下水道或污物箱内,万一发现少量汞洒落,应尽量收集干净,然后在可能洒落的地方洒上一些硫磺粉,最后清扫干净,并集中作固体废物处理。

(15)启开易挥发的试剂瓶时,尤其在夏季,不可使瓶口对着自己或他人脸部,以防万一有大量气液冲出时,造成严重烧伤。

(16) 如果发生烫伤或割伤,可先用实验室的小药箱进行简单处理,然后尽快去医院进行医治。

(17) 使用自来水后要及时关闭阀门,遇停水时要立即关闭阀门,以防来水后发生跑水。离开实验室前应再检查自来水阀门是否完全关闭。

(18) 实验完毕后,值日生和最后离开实验室的人员应负责检查门、窗、水、煤气是否关好,电闸是否断开。

1.3 实验室中意外事故的急救处理

实验室内备有小药箱,以备发生事故临时处理之用。

(1) 割伤(玻璃或铁器刺伤等):先把碎玻璃从伤处挑出,如轻伤可用生理盐水或硼酸溶液擦洗伤处,涂上紫药水(或红汞水),必要时撒些消炎粉,用绷带包扎。伤势较重时,则先用酒精在伤口周围擦洗消毒,再用纱布按住伤口压迫止血,立即送医院缝合。

(2) 烫伤:可用 10 % 高锰酸钾溶液擦灼伤处,若伤势较重,撒上消炎粉或烫伤药膏,用油纱绷带包扎。

(3) 受强酸腐伤:先用大量水冲洗,然后擦上碳酸氢钠油膏。如受氢氟酸腐伤,应迅速用水冲洗,再用 5 % 苏打溶液冲洗,然后浸泡在冰冷的饱和硫酸镁溶液中半小时,最后敷上硫酸镁 26 %、氧化镁 6 %、甘油 18 %、水和盐酸普鲁卡因 1.2 % 配成的药膏(或甘油和氧化镁 2 : 1 悬浮剂涂抹,用消毒纱布包扎),伤势严重时,应立即送医院急救。当酸溅入眼内时,首先用大量水冲眼,然后用 3 % 的碳酸氢钠溶液冲洗,最后用清水洗眼。

(4) 受强碱腐伤:立即用大量水冲洗,然后用 1 % 柠檬酸或硼酸溶液冲洗。当碱溅入眼内时,除用大量水冲洗外,再用饱和硼酸溶液冲洗,最后滴入蓖麻油。

(5) 磷烧伤:用 1 % 硫酸酮、1 % 硝酸银或浓高锰酸钾溶液处理伤口后,送医院治疗。

(6) 吸入溴、氯等有毒气体:可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸汽以解毒,同时应到室外呼吸新鲜空气。

(7) 汞泄漏:立即用滴管尽可能将汞拾起,然后用锌皮接触使之成合金而消除,最后撒上硫磺粉,使汞与硫反应,生成不挥发的硫化汞。

(8) 触电事故:应立即拉开电闸,截断电源,尽快地利用绝缘物(如干木棒、竹竿)将触电者与电源隔离。

(9) 火灾:酒精及其他溶于水的液体着火,可用水灭火;汽油、乙醚等有机溶剂着火时可用沙土扑灭;导线或电器着火时,先切断电源,用 CCl_4 灭火器灭火。

以上事故如果严重,伤者应立即送医院医治。

1.4 实验室中一些剧毒和强腐蚀物品的知识

1. 氰化物和氢氰酸

氰化钾、氰化钠、丙烯腈等是烈性毒品,进入人体 50 mg 即可致死。甚至与皮肤接触经伤口进入人体,即可引起严重中毒。这些氰化物遇酸产生氢氰酸气体,易被吸入人体而中毒。

在使用氰化物时严禁用手直接接触,大量使用这类药品时,应戴上口罩和橡皮手套。含有

氰化物的废液,严禁倒入酸缸,应先加入硫酸亚铁使之转变为毒性较小的亚铁氰化物,然后倒入水槽,再用大量水冲洗原贮放的器皿和水槽。

2. 汞和汞的化合物

汞的可溶性化合物如氯化高汞、硝酸汞都是剧毒物品,实验中应特别注意金属汞(如使用温度计、压力计、汞电极等)。因金属汞易蒸发,蒸气有剧毒,又无气味,吸入人体具有积累性,容易引起慢性中毒,所以切不可麻痹大意。

汞的密度很大(约为水的 13.6 倍),作压力计时,应该用厚玻璃管。贮汞容器必须坚固,且应该用厚壁的,并且只应存放少量汞而不能盛满,以防容器破裂,或因脱底而流失。在装置汞的容器下面应放一搪瓷盘,以免不慎洒在地上。为减少室内的汞蒸气,贮汞容器应是紧闭的,汞表面应加入水覆盖,以防蒸气逸出。

若不慎将汞洒在地上,它会散成许多小珠,钻入各处,成为表面积很大的蒸发面,此时应立即用滴管或毛笔尽可能将它拾起,然后用锌皮接触使其成合金而消除之,最后撒上硫磺粉,使汞与硫反应生成不挥发的硫化汞。

废汞切不可倒入水槽冲入下水管,因为它会积聚在水管弯头处,长期蒸发、毒化空气,误入水槽的汞也应及时捡起。使用和贮存汞的房间应经常通风。

3. 砷的化合物

砷和砷的化合物都有剧毒,常使用的是三氧化二砷(砒霜)和亚砷酸钠,这类物质中毒一般由于口服引起。当用盐酸和粗锌制备氢气时,也会产生一些剧毒的砷化氢气体,应加以注意。一般将产生的氢气通过高锰酸钾溶液洗涤后再使用,砷的解毒剂是二巯基丙醇,肌肉注射即可解毒。

4. 硫化氢

是极毒的气体,有臭鸡蛋味,它能麻痹人的嗅觉,以至逐渐不闻其臭,所以特别危险。使用硫化氢和用酸分解硫化物时,应在通风橱中进行。

5. 一氧化碳

煤气中含有一氧化碳,使用煤炉和煤气时一定要提高警惕,防止中毒。煤气中毒,轻者头痛、眼花、恶心,重者昏迷。对中毒的人应立即移出中毒房间,呼吸新鲜空气,进行人工呼吸、保暖并及时送医院治疗。

6. 有机化合物

很多有机化合物也是毒性很大的,它们又常用作溶剂,用量大,而且多数沸点又低、蒸气浓,容易引起中毒,特别是慢性中毒,使用时应特别注意和加强防护。常用的有毒有机化合物有苯、二硫化碳、硝基苯、苯胺、甲醇等。

7. 溴

棕红色液体,易蒸发成红色蒸气,对眼睛有强烈的刺激催泪作用,能损伤眼睛、气管、肺部,触及皮肤,轻者剧烈灼痛,重者溃烂,长久不愈,使用时应带橡皮手套。

其他遇到的有毒、腐蚀性的无机物还有很多,如磷、铍、铊、铅的化合物,浓硝酸、碘蒸气等,使用时都应加以注意,这里不一一介绍。

1.5 灭火常识

1.5.1 实验室几种常见的着火原因

(1)一般有机物,特别是有机溶剂,大都容易着火,它们的蒸汽或其他可燃性气体、固体粉末等(如氢气、一氧化碳、苯、油蒸气)与空气按一定比例混合后,当有火花时(如点火、电火花、撞击火花)就会引起燃烧或猛烈爆炸。

(2)由于某些化学反应放热而引起燃烧,如金属钠、钾等遇水燃烧甚至爆炸。

(3)有些物品易自燃(如白磷遇空气就自行燃烧),由于保管和使用不善而引起燃烧。

(4)有些化学试剂相混在一起,在一定的条件下会引起燃烧和爆炸(如将红磷与氯酸钾混在一起,磷就会燃烧爆炸)。

1.5.2 常用的灭火措施

万一发生着火,要沉着快速处理。首先要切断热源、电源,把附近的可燃物品移走,再针对燃烧物的性质采取适当的灭火措施。但不可将燃烧物抱着往外跑,因为跑时空气更流通,会烧得更猛。常用的灭火措施有以下几种,使用时要根据火灾的轻重、燃烧物的性质、周围环境和现有条件进行选择:

(1)石棉布:适用于小火。用石棉布盖上以隔绝空气,就能灭火。如果火很小,用湿抹布或石棉板盖上就行。

(2)干沙土:砂土应该用干的,一般装于砂箱或砂袋内,只要抛洒在着火物体上就可灭火。适用于不能用水扑救的燃烧,但对火势很猛,面积很大的火焰欠佳。

(3)水:是常用的救火物质,它能使燃烧物的温度下降,但一般有机物着火不适用,因溶剂与水不相溶,又比水轻,水浇上去后,溶剂还漂在水面上,扩散开来继续燃烧。但若燃烧物与水互溶时,或用水没有其他危险时可用水灭火。在溶剂着火时,先用泡沫灭火器把火扑灭,再用水降温是有效的救火方法。

(4)泡沫灭火器:是实验室常用的灭火器材,使用时,把灭火器倒过来,往火场喷,由于它生成二氧化碳及泡沫,使燃烧物与空气隔绝而灭火,效果较好,适用于除电流起火外的灭火。

(5)二氧化碳灭火器:在小钢瓶中装入液态二氧化碳,救火时打开阀门,把喇叭口对准火场喷射出二氧化碳来灭火,在工厂实验室都很适用,它不损坏仪器,不留残渣,对于通电的仪器也可以使用,但金属镁燃烧不可使用它来灭火。

(6)四氯化碳灭火器:四氯化碳沸点较低,喷出来后形成沉重而惰性的蒸气掩盖在燃烧物体周围,使它与空气隔绝而灭火。它不导电,适于扑灭带电物体的火灾。但它在高温时分解出有毒气体,故在不通风的地方最好不用。另外,在有钠、钾等金属存在时不能使用,因为有引起爆炸的危险。

除了以上几种常用的灭火器外,近年来产生了多种新型的高效能的灭火器。如1211灭火器,它在钢瓶内装有一种药剂二氟一氯一溴甲烷,灭火效率高。又如干粉灭火器是将二氧化碳和一种干粉剂配合起来使用,灭火速度很快。

(7)水蒸气:在有水蒸气的地方把水蒸气对火场喷,也能隔绝空气而起到灭火作用。

(8)石墨粉:当钾、钠或锂着火时,不能用水、泡沫灭火器、二氧化碳、四氯化碳等灭火,可用石墨粉扑灭。

(9)电路或电器着火时扑救的关键首先要切断电源,防止事态扩大。电器着火的最好灭火器是四氯化碳和二氧化碳灭火器。

当在着火和救火当中,衣服着火时,千万不要乱跑,因为这会由于空气的迅速流动而加强燃烧,应当躺在地下滚动,这样一方面可压熄火焰,另一方面也可避免火烧到头部。

第二章 一般化学实验基本操作

2.1 实验室用水的规格、制备及检验方法

2.1.1 实验室用水的规格及技术指标

分析化学实验用水是分析实验质量控制的一个重要因素,关系到空白值、分析方法的检出限,尤其是微量分析对水质有更高的要求。分析者对用水级别、规格应当了解,以便正确选用。分析化学实验对水的质量要求较高,既不能直接使用自来水或其他天然水,也不应一律使用高纯水,而应根据所做实验对水质的要求选用适当规格的纯水,并对有特殊要求的水质进行适当的处理后才可使用。使纯水中电解质几乎完全除尽,又将不溶解的胶体物质、有机物、细菌、 SiO_2 等的含量降低到最低程度。

我国已颁布了分析实验用水规格和试验方法的国家标准,如表 2-1 所示,该标准参照了广泛使用的国际标准。国家标准中规定了分析实验用水的级别、技术指标、制备方法及检验方法,如表 2-2 所示。

表 2-1 各类方法制备纯水中杂质含量($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)

杂质元素	自来水	二次蒸馏水	混床离子交换水	石英亚沸蒸馏水
Ag	<1	1.0	0.01	0.002
Ca	>10 000	50.0	1.0	0.08
Cd	—	—	<1.0	0.005
Cr	40	—	<0.1	—
Cu	30	5.0	0.2	0.02
Fe	200	0.1	0.2	0.01
Mg	8 000	8.0	0.3	0.05
Na	10 000	1.0	1.0	0.09
Ni	<10	1.0	<0.1	0.06
Pb	<10	5.0	0.1	0.003
Sn	<10	5.0	<0.1	0.02
Ti	10	—	<0.1	0.01
Zn	100	10.0	<0.1	0.04

表 2-2 中所列的技术指标可满足一般分析实验的要求。实际工作中,若有的实验对水质还有特殊的要求,则还要检验有关的项目。

电导率是纯水质量的综合指标。一级和二级水的电导率必须“在线”(即将测量电极安装在制水设备的出水管道内)测量。纯水在贮存和与空气接触过程中,由于容器材料中可溶解成

分的引入和吸收空气中的 CO_2 等杂质,都会引起电导率的改变。水越纯,其影响越显著,一级水必须在临用前制备,不宜存放。在实践中人们往往习惯于用电阻率衡量水的纯度,若以电阻率来表示,则上述一、二、三级水的电阻率应分别等于或大于 $10 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$, $1 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$, $0.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

表 2-2 分析实验室用水的级别及主要技术指标

指标名称	一级	二级	三级
pH 值范围(25 $^{\circ}\text{C}$)	—*	—	5.0~7.5
电导率(25 $^{\circ}\text{C}$)/ $\text{ms} \cdot \text{m}^{-1}$	≤ 0.01	≤ 0.10	≤ 0.50
可氧化物质(以 O 计)/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	—	< 0.08	< 0.4
蒸发残渣(105 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$)/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	—	≤ 1.0	≤ 2.0
吸光度(254 nm, 1 cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	
可溶性硅(以 SiO_2 计)/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	< 0.01	< 0.02	

—*:表示在此条件下,无法检测。

可见纯水并不是不含杂质,只是其所含杂质质量极微小而已。随着制备纯水的方法不同及所用材料不同,其所含杂质的种类和含量也不同。采用铜蒸馏器制得的水,显然含微量的 Cu^{2+} 离子;用玻璃蒸馏器制得的水,则含微量的 Na^+ 、 SiO_3^{2-} 离子等;离子交换法或电渗析法制备的水,常含有少量微生物和某些有机物等。

2.1.2 纯水的制备

1. 一级水

可用二级水经过石英设备蒸馏或离子交换混合床处理后,再经 $0.2 \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤来制取。一级水主要用于有严格要求的分析实验,包括对微粒有要求的实验,如高效液相色谱分析用水。

2. 二级水

可用离子交换或多次蒸馏等方法制取。二级水主要用于无机痕量分析实验,如原子吸收光谱分析、电化学分析实验等。

3. 三级水

可用蒸馏、去离子(离子交换及电渗析法)或反渗透等方法制取。三级水用于一般化学分析实验。三级水是最普遍使用的纯水,一是直接用于某些实验,二是用于制备二级水乃至一级水。

制备分析实验室用水的原水应当是饮用水或其他适当纯度的水。

4. 蒸馏水

由蒸馏法制得的水称蒸馏水。蒸馏水较纯净,适用于一般分析工作。因蒸馏器的材料不同,蒸馏水所带杂质亦不同。

蒸馏法设备成本低、操作简单,但能耗高、产率低,且只能除掉水中非挥发性杂质。

5. 去离子水

又称离子交换水,用离子交换树脂处理自来水所获得的水称为去离子水。用此法制备纯