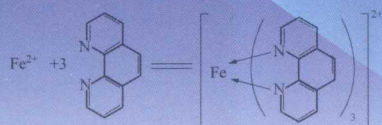
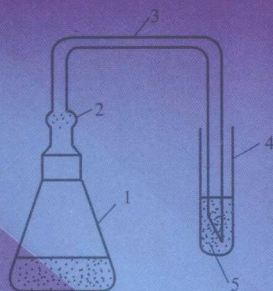
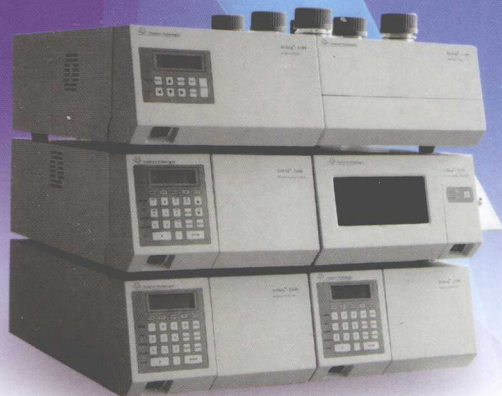




21世纪应用型本科规划教材
大学化学实验系列



分析化学实验

FENXI HUAXUE SHIYAN

主编 蔡 蓓



上海交通大学出版社
SHANGHAI JIAO TONG UNIVERSITY PRESS

21 世纪应用型本科规划教材
大学化学实验系列

分析化学实验

主 编 蔡 瀚
副主编 徐丽芳 丁 蕙 鲁 彦

上海交通大学出版社

内 容 提 要

本书是根据“高等学校基础课实验教学示范中心建设标准”和“普通高等学校本科化学专业规范”中化学实验教学基本内容,由上海应用技术学校化学实验教学示范中心组织编写的。内容包括:分析化学实验的一般知识;分析化学实验基本操作和常用实验仪器的使用方法;实验数据的采集与处理及计算机应用基础;无机离子定性和有机定性分析实验;定量化学分析和仪器分析实验;在环保分析、镀液分析、药物分析、食品分析等方面的应用型以及综合性、设计性实验;分析化学实验常用数据及参考文献。

本书可供高等院校化学、化工、轻工、材料、冶金、食品、环境等相关专业师生使用,也可供从事化学实验室工作的人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/蔡藩主编. —上海:上海交通大学出版社,2010

(大学化学实验系列)

ISBN 978-7-313-06222-2

I. 分... II. 蔡... III. 分析化学—化学实验—高等学校—教材 IV. O652.4

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 014667 号

分析化学实验

蔡 藩 主编

上海交通大学出版社出版发行

(上海市番禺路 951 号 邮政编码 200030)

电话:64071208 出版人:韩建民

常熟市梅李印刷有限公司 印刷 全国新华书店经销

开本:787mm×1092mm 1/16 印张:17.75 字数:433 千字

2010 年 3 月第 1 版 2010 年 3 月第 1 次印刷

印数:1~2030

ISBN 978-7-313-06222-2/O 定价:29.00 元

版权所有 侵权必究

前 言

本书是上海应用技术学院化学实验教学示范中心组织编写的化学实验系列教材之一。本书根据“高等学校基础课实验教学示范中心建设标准”和“普通高等学校本科化学专业规范”中化学实验教学基本内容编写。分析化学是一门实践性很强的学科,学生不仅要学好分析化学的基本理论,还应通过实验,加深对分析化学基本理论的理解,并运用基本理论指导实验,熟练地掌握分析化学实验的基本操作技能。更重要的是,通过严格的实验操作,使学生建立起准确的“量”的概念,并培养学生严谨、认真的科学态度和实事求是的工作作风,提高观察、分析和解决问题的能力,为今后专业课的学习和今后从事相关领域的科学研究和技术开发工作打下坚实的基础。

本书的基本内容由三部分组成:第一部分为实验安全、基本仪器操作使用及分析化学实验一般知识,包括分析化学实验的一般知识,分析化学实验基本操作,常用实验仪器的使用方法,实验数据的采集与处理和计算机应用基础;第二部分为实验内容,包括无机离子定性和有机定性分析,定量化学分析和基本仪器分析,应用性实验以及综合性、设计性实验;第三部分为附录及参考文献,包括分析化学实验所需的一些常用数据及参考文献。分析化学的对象是极其广泛的,本书力求将实践与理论教学相融合,引导学生掌握正确的操作方法,培养科学态度,做到实验测量数据准确可靠,通过综合性实验培养学生分析问题、解决问题的能力。在内容选材上,在拓宽基础知识的应用,重视定性分析、常量分析和微量分析的基本训练的基础上,为了使学生更多地接触实际样品,提高他们分析复杂样品的能力,本书还包括了环境样品、药物样品、电镀样品和食物样品的分析等内容,使学生在实际应用中获得进一步的提高。编写时还考虑到目前仪器分析的进展,在书中适度地反映某些正在发展中的新技术和新方法,如加压毛细管电色谱等。本书提供的实验内容较多,共有 82 个实验,教师和学生可根据具体情况,并结合专业特点选用。

本书的指导思想和教学体系是在多年教学改革中形成的,是我校分析化学教研室全体教师长期教学经验的积累,并在历届学生实践中逐步完善。本书由蔡藩主编,徐丽芳、丁蕙、鲁彦为副主编。编写人员有蔡藩(第一、三、四、五章及第八、十、十一章和附录部分)、徐丽芳(第二、六章及第八、十一章部分)、丁蕙(第七章及第八、九、十一章部分)、鲁彦(第九、十、十一章部分)、祝优珍(第九、十章部分)、卢立泓(第九、十章部分)、叶伟林(第九章部分)、潘安健(第十一章和附录部分),全书由蔡藩统稿。

在编写过程中,得到了上海应用技术学院化学实验教学示范中心的大力支持,基础化学实验中心的陶建伟、朱贤、薛佩芳、邓春余和史洪云为本书提供素材并对本书稿提出了有益的意见和建议,陶建伟协助绘制图、表,在此一并表示衷心感谢。

因编者的水平有限,如有疏漏和不妥之处,敬请广大读者批评指正。

编者

2009 年 10 月

目 录

第一部分 实验安全、基本仪器操作使用及分析化学实验一般知识

第一章 分析化学实验的一般知识	3
第一节 分析化学实验的目的和基本要求	3
第二节 实验室用水知识	4
第三节 化学试剂的规格、存放及取用	7
第四节 实验安全	8
第五节 玻璃仪器的洗涤和干燥	11
第六节 分析化学实验报告的格式	13
第二章 分析化学实验基本操作	17
第一节 定性分析常用仪器及基本操作	17
第二节 定量分析常用仪器及基本操作	20
第三章 常用实验仪器的使用方法	34
第一节 离心机的使用	34
第二节 显微镜的使用	35
第三节 磁力加热搅拌器及其使用	36
第四节 pH 计的使用	37
第五节 722 型分光光度计的使用	39
第六节 751GD 型紫外可见分光光度计的使用	41
第七节 原子吸收分光光度计的使用	43
第八节 气相色谱仪的使用	46
第四章 实验数据的采集与处理	52
第一节 化学测定中的误差	52
第二节 有效数字及其处理规则	55
第三节 实验数据的采集和处理	56
第五章 计算机应用基础	60
第一节 计算机基本知识及其应用基础	60
第二节 计算机在分析化学实验中的应用	64

第二部分 实验内容

第六章 无机离子定性分析	71
实验一 第一组(银组)阳离子的分析	71
实验二 第二组(铜、锡组)阳离子的分析	73
实验三 第三组阳离子的分析	77
实验四 第四、五组阳离子混合液的分析	81
实验五 第一至五组未知阳离子混合液的分析	86
实验六 阴离子混合溶液的分析	86
第七章 有机定性分析	90
实验七 初步试验	90
实验八 有机物物性常数的测定	91
实验九 溶解度分组试验	98
实验十 元素定性分析	100
实验十一 官能团检验	102
实验十二 未知物鉴定	108
第八章 定量化学分析	110
实验十三 分析天平的称量练习	110
实验十四 容量仪器的校准	111
实验十五 酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	113
实验十六 NaOH 标准溶液浓度的标定	115
实验十七 醋酸溶液中 HAc 含量的测定	116
实验十八 HCl 标准溶液浓度的标定	116
实验十九 混合碱的测定	117
实验二十 硫酸铵肥料的分析测定	118
实验二十一 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	119
实验二十二 硫酸铜中铜含量的测定	121
实验二十三 高锰酸钾标准溶液的配制和标定	122
实验二十四 亚铁铵矾含量的测定	123
实验二十五 碳酸钙中钙含量的测定	124
实验二十六 EDTA 标准溶液的配制和标定	125
实验二十七 水的总硬度的测定	127
实验二十八 工业硫酸铝中铝的测定	128
实验二十九 铅、铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的连续滴定	129
实验三十 氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	131

实验三十一	硫酸铵含量的测定(沉淀滴定法)·····	132
实验三十二	BaCl ₂ · 2H ₂ O 中钡含量的测定——重量法 ·····	133
实验三十三	钢铁中镍的测定·····	134
实验三十四	离子交换树脂法测定 NH ₄ Ac 含量 ·····	135
实验三十五	有机化合物中氮含量的测定——克达尔法·····	136
实验三十六	有机氯的测定·····	138
实验三十七	不饱和键的测定·····	140
实验三十八	羰基的测定·····	141
实验三十九	氨基化合物的测定·····	142
实验四十	有机碱的非水滴定·····	143
第九章 基本仪器分析 ·····		145
实验四十一	邻菲罗啉分光光度法测定水中微量铁·····	145
实验四十二	紫外光谱法测定蒽醌含量·····	147
实验四十三	间苯二甲酸存在下对苯二甲酸的测定——双波长紫外分光光度法·····	149
实验四十四	原子吸收分光光度法测定水中微量铜·····	151
实验四十五	有机化合物的红外光谱测定·····	153
实验四十六	离子选择性电极法测定水中微量氟离子·····	156
实验四十七	NaCl 和 NaI 混合物的电位连续滴定 ·····	159
实验四十八	恒电流库仑滴定法测定 Na ₂ S ₂ O ₃ 的浓度 ·····	162
实验四十九	卡尔费休法测定水分含量·····	167
实验五十	控制阴极电位电解法测定铜·····	168
实验五十一	溶出伏安法测定微量金属离子·····	170
实验五十二	循环伏安法测定电极反应的可逆程度·····	175
实验五十三	混合有机溶剂的气相色谱分析·····	178
实验五十四	色谱柱效能的评价——板高(H)—流速(u)曲线的测定 ·····	181
第十章 应用性实验 ·····		185
实验五十五	水中溶解氧的测定(碘量法)·····	185
实验五十六	化学需氧量(COD)的测定 ·····	192
实验五十七	水中砷的测定(二乙基二硫代氨基甲酸银(SDDC)光度法) ·····	194
实验五十八	水中氰化物的测定(异烟酸—吡唑啉酮分光光度法)·····	196
实验五十九	天然水中氨氮的测定·····	199
实验六十	污水中总磷的测定·····	201
实验六十一	污水中油的测定·····	203
实验六十二	头发中汞含量的测定·····	204
实验六十三	用火焰原子吸收法测定人发中 Fe、Cu、Zn、Mn 的含量 ·····	207
实验六十四	磷化液中游离酸度和总酸度的测定·····	211
实验六十五	酸铜镀液中铜的测定·····	212

实验六十六	焦磷酸盐溶液中铜和总焦磷酸根、正磷酸盐的连续测定	213
实验六十七	含铬废水中微量铬的测定	215
实验六十八	铵盐镀锌溶液中杂质铁、铅元素的测定	217
实验六十九	荧光法测定核黄素含量	218
实验七十	库仑滴定法测定维生素 C 药片中的抗坏血酸	220
实验七十一	染料结合法测量牛奶中的蛋白质	224
实验七十二	毛细管气相色谱法测定酒中醇系物的含量	225
实验七十三	高效液相色谱法测定饮料中的咖啡因	227
第十一章	综合实验和设计实验	231
实验七十四	硫酸四氨合铜(II)的制备及含量分析	231
实验七十五	酯类化合物的制备及含量分析	233
实验七十六	黄铁矿中铁含量的测定	235
实验七十七	水泥熟料中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定	236
实验七十八	工业碳酸锶产品质量分析	239
实验七十九	混合酸碱体系试样分析	245
实验八十	校园空气中氮氧化物的监测	246
实验八十一	大黄中蒽醌类化合物的提取与测定	249
实验八十二	加压毛细管电色谱分离大黄提取液中的蒽醌类化合物	252
第三部分 附录及参考文献		
附录		261
附录 1	常用酸碱的浓度	261
附录 2	常用缓冲溶液的配制	261
附录 3	常用指示剂	262
附录 4	常用基准物质及其干燥条件与应用	264
附录 5	相对原子质量表	264
附录 6	常用化合物的相对分子质量表(按英文字母顺序排列)	265
附录 7	一些基团的振动与波数的关系	267
附录 8	一些元素的重要分析线	269
参考文献		273

第一部分

实验安全、基本仪器操作使用
及分析化学实验一般知识

第一章 分析化学实验的一般知识

第一节 分析化学实验的目的和基本要求

分析化学是一门实践性很强的学科。分析化学实验是分析化学课程的重要组成部分,是以实验操作为主的技能课程,它具有自己的培养目标、教学思想、教学内容和方法。通过严格的实验训练,使学生能够加深对分析化学基本概念和基本理论的理解;正确、熟练地掌握分析化学实验的基本操作和技能;学会正确使用基本仪器测量实验数据;学会正确、合理地选择实验条件和实验仪器,正确处理数据和表达实验结果;培养良好的实验习惯、严谨细致的科学态度和实事求是的科学作风;建立“量”的概念,为学习后继课程和将来从事科学研究打下良好的基础。

为了达到上述教学目的,分别对定性分析实验、定量化学分析实验和仪器分析实验提出一定的要求。

一、定性分析实验的要求

(1) 实验前应认真学习有关的教学内容和实验内容明确本次实验目的,对要做的实验内容及步骤了如指掌,写好预习报告。未预习者不得进行实验。

(2) 自觉养成良好的科学工作习惯:

①细致观察,深入思考 细致观察是掌握和积累知识的重要手段。当观察到的现象与书本上的记载不一致时,一定要深入思考、找明原因,而不能简单地照书上所述记录。

②实事求是,及时记录 实验过程中所有的现象、数据等要及时记录在实验报告上,要实事求是、忠于实验现象。

③清洁整齐,有条不紊 学生进入实验室后,先将实验台面擦干净,取出本次实验需用的器皿,按一定的布局放置整齐。实验过程中产生的废纸、废液应倒于规定的地方。用过待洗的离心试管和滴管要与清洁待用的严格区分开。各种试剂的取用,要严格遵守操作规则,公用试剂不能放在自己的桌面而影响他人实验。

(3) 实验结束后,清洗、整理好仪器药品,倒掉废纸、液,擦净实验台面,关闭水、电、煤,做好实验结束和值日生工作。值日生工作包括:清扫地面,整理公用试剂台,处理废纸液等;检查水、电、煤是否关闭。

(4) 完成实验报告。根据实验现象,作出正确结论,完成实验报告。实验报告需交老师检查签字后方可离开实验室。

二、定量化学分析实验的要求

(1) 实验前必须认真预习,写好预习报告。未预习者不得进行实验。预习内容除了理解实验原理、熟悉实验步骤外,还应预习实验中所涉及到的有关基本操作和结果处理等。

(2) 遵守操作规程,按要求认真地进行实验。对每一步操作的目的和作用,以及可能出现的问题,进行认真的探究,理论联系实际。要注意正确地操作,养成良好的实验习惯。

(3) 所有实验数据,尤其是各种测量的原始数据均要直接记录在实验记录本或报告本上,不得记在小纸片上,更不得任意涂改实验数据。对可疑数据,如确知原因,可用铅笔轻轻圈去;否则宜用统计学方法判断取舍,必要时应补做实验核实,这是科学精神与态度的具体要求。实验结束后,请指导教师签字,留作撰写实验报告的依据。

(4) 要养成专心致志地观察实验现象的良好习惯,在需要等待的时间内不能做其他事情。善于观察、勤于思考、正确地判断是能力的体现。

(5) 严格遵守实验室规则,保持实验室肃静、整洁。实验台面保持清洁,仪器摆放整齐有序,注意节约使用纯水和化学药品。

三、仪器分析实验的要求

(1) 了解有关分析仪器的结构、主要的组成部件及其基本原理。

(2) 了解有关分析方法的特点和应用范围。学会根据试样情况选择最合适的分析方法及其最佳实验条件。

(3) 学会正确使用仪器,严格按照仪器操作规程操作。未经教师允许不得随意开启和使用仪器,更不得随意改变操作参数和拆卸仪器的零部件。

(4) 掌握有关分析方法的分析步骤和对测试数据进行处理的方法。

(5) 要爱护实验室的仪器设备,每次实验完毕后,要使仪器复原;如发现仪器工作不正常,要及时报告指导教师。

第二节 实验室用水知识

实验室用水是分析质量控制的一个重要因素,它影响到空白值的大小以及分析方法的检出限,尤其在微量分析中对水质的要求更高。实验室中用于溶解、稀释和配制溶液的水,都必须先经过纯化。分析要求不同,对于水质纯度的要求也不同,所以我们应该了解有关实验室用水的知识。

一、实验室用水级别及主要指标

国家标准 GB/T6682—1992《分析实验室用水规格和试验方法》中规定了实验室用水规格、等级、制备方法、技术指标及检验方法。分析实验室用水共分三个级别:一级水、二级水和三级水。

(1) 一级水:用于有严格要求的分析试验,包括对颗粒有要求的试验,如高压液相色谱分析用水。

(2) 二级水:用于无机痕量分析等试验,如原子吸收光谱分析用水。

(3) 三级水:用于一般化学分析试验。

分析实验室用水应符合表 1.1 所列的指标:

表 1.1 实验室用水级别指标

名称	一级	二级	三级
pH 值范围(25℃)	—	—	5.0~7.0
电导率(25℃)/(mS/m)≤	0.01	0.10	0.50
可氧化物质[以 O 计]/(mg/L)<	—	0.08	0.4
吸光度(254nm, 1cm 光程)≤	0.001	0.01	—
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	—

二、实验室用水制备方法

1) 蒸馏法

蒸馏法是实验室中广泛采用的制备实验室用水的方法。它利用水与杂质的沸点不同而达到水和杂质分离的效果。将自来水在蒸馏器中加热汽化冷凝即得到蒸馏水。由于绝大部分无机盐类不挥发,所以蒸馏水中除去了大部分无机盐类,适用于一般的实验室工作。目前使用的蒸馏器,小型的多用玻璃制造,较大型用铜制成。由于蒸馏器的材质不同,带入蒸馏水中的杂质也不同。用玻璃蒸馏器制得的蒸馏水含有较多的 Na^+ 、 SiO_3^{2-} 等离子。用铜蒸馏器制得的蒸馏水通常含有较多的 Cu^{2+} 等。蒸馏水中通常还含有一些其他杂质,如:二氧化碳及某些低沸点易挥发物,随着水蒸气进入蒸馏水中;少量液态水呈雾状飞出,直接进入蒸馏水中;微量的冷凝器材料成分也能带入蒸馏水中。因此,一次蒸馏水只能作一般的分析用。制取蒸馏水的蒸馏速度不可太快,可采用不沸腾蒸发法(亚沸蒸馏法)。采取增加蒸馏次数、弃去头尾等方法,都可提高蒸馏水的纯度。同时蒸馏水的贮存方法也很重要,要贮存在不受离子污染的容器,如有机玻璃、聚乙烯或石英容器中。在实验室中制取二次蒸馏水,可用硬质玻璃或石英蒸馏器,先加入少量高锰酸钾的碱性溶液,目的是破坏水中的有机物。蒸馏时弃去最初的四分之一,收集中段馏出液。接受器上口要安装碱石棉管,防止二氧化碳进入而影响蒸馏水的电导率。某些特殊用途的水要用银、铂、聚四氟乙烯等特殊材质的蒸馏器。

2) 离子交换法

用离子交换法制备的纯水称为去离子水,是目前用得比较多的一种方法。一般采用阴、阳离子交换树脂的混合床装置,通过离子交换作用将水中各种离子减少到最低程度甚至全部去除。这种方法的优点是:成本低、树脂可再生后反复使用,制备水量大,去离子能力强。其缺点是设备与操作比较复杂,而且不能除去有机物等非电解质杂质,并有微量树脂溶在水中。

3) 电渗析法

电渗析法是将自来水通过由阴阳离子交换膜组成的电渗析器,在外电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对水中阴、阳离子的选择性透过,使杂质离子自水中分离出来,从而达到净化水的目的。现在用的比较多的是一种反渗透技术,反渗透能除掉 90%~99% 的绝大多数污染物,但除去杂质的效率比较低,单独使用的话,只适用于一些要求不是很高的实验。通常作为一种预处理手段。

三级水,可用蒸馏或离子交换等方法制取,所用源水应为饮用水或比较纯净的水。三级水用于一般化学分析试验。

二级水,可用多次蒸馏或离子交换等方法制取。二级水中含有微量的无机、有机或胶态杂质,主要用于无机痕量分析等试验,如原子吸收光谱分析用水。

一级水,可用二级水经过石英蒸馏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。一级水中基本不含有溶解或胶态离子杂质及有机物,主要用于有严格要求的分析试验,包括对颗粒有要求的试验。如高压液相色谱分析用水。

三、分析实验室用水质量检验

分析实验室用水的质量检验,有标准方法和一般常用方法两种。

1) 标准检验方法

GB/T 6682—1992 中详尽规定了分析实验室用水的质量检验方法。按照该标准进行检验,至少应取 3L 有代表性的水样,且在取样前要用待测水样反复清洗容器,取样时要避免玷污。检验环境要保持洁净,检验中均使用分析纯试剂和相应级别的水。检验时,主要对水质的 pH 值、电导率、可氧化物质限量、蒸发残渣等指标进行检验。

2) 一般检验方法

标准检验方法虽然严格,但很费时,对于一般分析实验用的纯水,只要物理方法检验或化学方法检验合格,即可满足使用需要。

(1) 物理方法检验。利用电导仪测定水的电导率是最实用而又简便的方法。水的电导率越低,即水的导电能力越弱,表示水中的离子越少,水的纯度越高。表 1.2 中列出了几种水的电导率。

表 1.2 几种水的电导率(25°C)

水的类型	电导率/ $(\mu\text{S}/\text{cm})$	水的类型	电导率/ $(\mu\text{S}/\text{cm})$
自来水	530	一次蒸馏水	2.86
混床离子交换水	0.08	三次蒸馏水	0.67
28 次蒸馏水	0.06	绝对纯水(理论上最大电导率)	0.05

(2) 化学方法检验。即通过化学方法检验待测水是否符合实验室三级用水标准。检验项目主要包括 pH 值、阳离子(如 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等)检查、氯离子检查等。

①pH 值 由于空气中的 CO_2 可溶于水,故纯水的 pH 值一般在 6.0 左右。其 pH 值可用酸度计或化学法测定。简易化学法测定 pH: 取两支试管,各加待检查的水 10mL,一管中滴加 0.2% 甲基红指示液 2 滴,不得显红色;另一管中滴加 0.1% 溴百里酚蓝指示液 5 滴,不得呈蓝色。

② Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等金属离子 取 25mL 待检查的水,加 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ — NH_4Cl 缓冲溶液 5mL,加 0.2% 铬黑 T 指示液 1 滴,不得显红色。

③氯离子 取 10mL 待检查的水,用 HNO_3 酸化,加 1% AgNO_3 溶液 2 滴,摇匀后不得有浑浊产生。

此外,根据用水的目的,有时还要作一些专项检验,或用标准方法专做某些项目的检验。

第三节 化学试剂的规格、存放及取用

一、化学试剂的规格

试剂的纯度对实验结果准确度的影响很大,不同的实验对试剂纯度的要求也不相同,因此,必须了解试剂的分类标准。化学试剂按杂质含量的多少,分为若干等级。表 1.3 是我国试剂等级标志与某些国家的化学试剂等级标志的对照表。

表 1.3 我国试剂等级标志与某些国家的化学试剂通用符号的对照表

我国化学 试剂等级 标准	级别	一级品	二级品	三级品	四级品
	中文 标志	保证试剂	分析试剂	化学纯	实验试剂
		优级纯	分析纯		
	符号	G. R.	A. R.	C. P.	L. R.
标签颜色		绿	红	蓝	棕
德、美、英 等国通用符号		G. R.	A. R.	C. P.	L. R.
应用范围		精密分析和 科学研究	一般的分析和 科学研究	一般定性及 化学制备	一般的化学制备

除上述级别的试剂外,还有适合某一方面需要的特殊规格试剂,如“基准试剂”、“色谱试剂”、“生化试剂”等,另外还有“高纯试剂”,它又细分为高纯、超纯、光谱纯试剂等。

应该根据节约的原则,按实验的要求,分别选用不同规格的试剂。因同一化学试剂往往由于规格不同,价格差别很大。不能认为试剂越纯越好,超越具体实验条件去选用高纯试剂,会造成浪费。

二、试剂的存放

固体试剂装在广口瓶内,液体试剂则盛在细口瓶或滴瓶内,见光易分解的试剂(如硝酸银)应放在棕色瓶内,盛碱液的细口瓶用橡皮塞。每一个试剂瓶上都贴有标签,标明试剂的名称、浓度、纯度以及配制的日期等。

三、试剂的取用

1) 液体试剂

取出瓶盖倒放在桌上(为什么?),右手握住瓶子,使试剂瓶标签握在手心里,以瓶口靠住容器壁,缓缓倾出所需液体,让液体沿着器壁往下流。若所用的容器为烧杯,则倾注液体时可用玻棒引入(如图 1.1 所示)。用完后,即将瓶盖盖上。

取用滴瓶中的试剂时,要用滴瓶中的滴管,不能用别的滴管。滴管必须保持垂直,避免倾斜(如图 1.2 所示),尤忌倒立,否则试剂流入橡皮头内将其玷污。滴管的尖端不可接触容器的内壁,更不能插到其他溶液里,也不能把滴管放在原滴瓶以外的任何地方,以免被杂质玷污。



图 1.1 倾注法

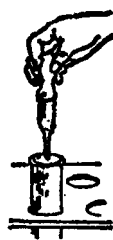


图 1.2 滴液入试管的手法

定量取用液体试剂时,根据要求可选用量筒和移液管等。

2) 固体试剂

用干净、干燥的药匙取用。取送固体试剂如图 1.3~1.5 所示。



图 1.3 用药匙往试管
里送入固体试剂

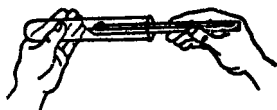


图 1.4 用纸槽往试
管里送入固体试剂

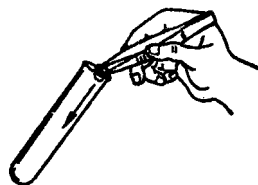


图 1.5 块状固体沿
壁管慢慢滑下

要称取一定量的固体试剂时,可将试剂放在称量纸、表面皿等干燥洁净的玻璃容器或者称量瓶内,根据要求在天平(托盘天平、1/100g 天平或分析天平)上称量。具有腐蚀性或易潮解的试剂称量时,不能放在纸上,应放在表面皿等玻璃容器内。

第四节 实验安全

一、化学实验室安全规则

进行化学实验会接触许多化学试剂和仪器,其中包括一些有毒、易燃、易爆、有腐蚀性的试剂以及玻璃器皿、电气设备、加压和真空器具等。如不按照使用规则进行操作就可能发生中毒、火灾、爆炸、触电或仪器设备损坏等事故。为了实现预期的教学目标而又不造成国家财产的损失和人身健康的损害,进行化学实验必须严格执行必要的安全规则。

(1) 必须了解实验的环境,充分熟悉水、电、煤气阀门、急救箱和消防用品等的放置地点和使用方法。

(2) 实验室内药品严禁任意混合,更不能入口尝试,以免发生意外事故。注意试剂、溶液的瓶盖、瓶塞不能搞错,瓶中试剂一经倒出,严禁倒回。

(3) 绝对禁止在实验室内饮食、吸烟。也不能用烧杯等仪器当茶杯使用。禁止赤膊、穿拖鞋进入分析实验室。实验室应保持秩序井然,禁止喧哗打闹。

(4) 实验时应穿实验工作服,进行有危险性工作时要佩带防护口罩、防护眼镜、防护手套等防护用具。

(5) 使用有毒试剂(如氟化物、氰化物、铅盐、钡盐、六价铬盐、汞的化合物和砷的化合物

等)时,严防其进入口内或接触伤口,剩余药品或废液不得倒入下水道或废液桶内,应倒入回收瓶中集中处理。

(6) 当实验中会产生 H_2S 、 CO 、 Cl_2 、 SO_2 等有毒、恶臭、有刺激性的气体时,必须在通风橱内进行操作,头部应在通风橱外面。如发现大量毒气逸至室内,应立即关闭气体发生器,打开门窗,并迅速停止一切实验,停水、停电,离开现场。

(7) 有机溶剂(如酒精、苯、丙酮、乙醚等)易燃,使用时要远离火源。应防止易燃有机物的蒸气外逸,切勿将易燃有机溶剂倒入废液缸,更不能用开口容器(如烧杯)盛放有机溶剂,不可用火直接加热装有易燃有机溶剂的烧瓶。回流或蒸馏液体时应放沸石,以防止液体过热暴沸而冲出,引起火灾。

(8) 使用具有强腐蚀性的浓酸、浓碱、溴、洗液时,应避免接触皮肤和溅在衣服上,更要注意保护眼睛,需要时应配备防护眼镜。

(9) 加热、浓缩液体的操作要十分小心,不能俯视正在加热的液体,以免溅出的液体灼伤眼、脸。加热试管中的液体时,不能将试管口对着自己或别人。当需要借助于嗅觉鉴别少量气体时,决不能用鼻子直接对准瓶口或试管口嗅闻气体,而应用手把少量气体轻轻地扇向鼻孔进行嗅闻。

(10) 使用电器设备时,不要用湿手接触仪器,以防触电,用后拔下电源插头。

二、实验室紧急情况的处理

1) 化学实验室一般事故的处理

(1) 割伤:伤口内若有异物,应先取出,涂上红药水或创可贴,若伤口较脏可用 3% 双氧水擦洗或用碘酒涂在伤口的四周。但要注意,一定不要将红药水和碘酒同时使用。伤口消毒后再用消炎粉敷上,并加以包扎。必要时送医院救治。

(2) 烫伤和烧伤:轻度烫伤或烧伤,可用药棉棍浸 90%~95% 的酒精轻涂伤处,也可用 3%~5% 高锰酸钾溶液擦伤处至皮肤变为棕色,然后涂上烫伤膏,也可直接在烫伤处涂上烫伤膏,切勿用水冲洗,更不要把烫起的水泡挑破,以防感染。

(3) 酸(或碱)伤:酸或碱洒到皮肤上时,先用大量水冲洗,再用饱和碳酸氢钠(或 2% 醋酸溶液)冲洗,最后再用水冲洗,涂敷氧化锌软膏(或硼酸软膏)。

(4) 酸(或碱)溅入眼内,应立即用大量水冲洗,再用 2% 硼砂溶液(或 3% 硼酸溶液)冲洗眼睛,然后用蒸馏水冲洗。

(5) 溴腐蚀:先用酒精或 10% 大苏打溶液洗涤伤口,然后用水冲净,并涂敷甘油。

(6) 在吸入刺激性或有毒气体如溴蒸气、氯气、氯化氢时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气解毒。因不慎吸入煤气、硫化氢气体时,应立即到室外呼吸新鲜空气。

(7) 遇毒物误入口内时,立即取一杯 5~10 mL 1% 硫酸铜或硫酸锌溶液(催吐剂),内服后再用手指伸入咽喉部,促使呕吐,然后立即送医院治疗。

(8) 不慎触电时,立即切断电源,必要时进行人工呼吸。

(9) 汞洒落: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。万一发生少量汞洒落,应尽量收集干净,然后在可能洒落的地方洒一些硫磺粉,最后清扫干净,并集中作固体废物处理。