

高等学校教材

分析化学实验

FENXI HUAXUE SHIYAN

第二版

蔡明招 刘建宇 主 编
吕玄文 许 琳 副主编



化学工业出版社

本书为高等院校化学专业及相关专业教材，也可供从事化学工作的工程技术人员参考。本书共分五章，第一章为绪论，第二章为定性分析，第三章为定量分析，第四章为仪器分析，第五章为综合实验。本书可作为高等院校化学专业及相关专业教材，也可供从事化学工作的工程技术人员参考。

高等学校教材

分析化学实验

FENXI HUAXUE SHIYAN

第二版



化学工业出版社

北京

定价：18.00元

定价：18.00元

全书共分4篇。第1篇为分析化学实验的基础知识,第2、3篇分别为化学分析实验和仪器分析实验具体的项目,其中有参考国家、各部委和行业的标准,而更多的是经过长期的教学实践,确认在严格的基础训练和完成本课程培养目标方面有较好教学效果的实验内容。第4篇为综合性实验,旨在训练学生面对某一样品,从了解掌握物质性质、查阅有关的分析测试方法、直至自己拟出对给定样品的完整分析测试方法和操作步骤、结果报告等能力。同时为了读者用书的方便,书后附有分析测试常用的有关参数、用表和学习与参考资料。

本书有较宽的适应性,适合于理工院校应用化学、化学工程、环境、生化、食品、制药、轻工、材料等专业使用,同时可供从事分析测试工作的技术人员和管理人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/蔡明招,刘建宇主编. —2版. —北京:
化学工业出版社, 2010.1
高等学校教材
ISBN 978-7-122-07512-3

I. 分… II. ①蔡…②刘… III. 分析化学-化学实
验-高等学校-教材 IV. O652.1

中国版本图书馆CIP数据核字(2009)第244242号

责任编辑:宋林青 何 丽
责任校对:吴 静

文字编辑:刘志茹
装帧设计:史利平

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 装:北京市彩桥印刷有限责任公司

787mm×1092mm 1/16 印张10 $\frac{3}{4}$ 彩插1 字数270千字 2010年2月北京第2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:18.00元

版权所有 违者必究

第二版前言

本教材第一版于2004年出版,期间获得第八届中国石油和化学工业优秀教材二等奖。自2004年9月开始使用以来,边实践边改革,在已有的内容基础上,增加了几个教学效果良好和代表学科发展新技术的实验。同时,设计了多个可以让学生自选的设计性实验项目,并经过五届学生的教学实践,受到学生的欢迎,效果良好。鉴于本教材使用5年来学科发展以及人才综合素质培养的需要,对本教材进行再版。

再版《分析化学实验》共分4篇:第1篇为分析化学实验基础知识;第2篇为化学分析法实验;第3篇为仪器分析法实验;第4篇为综合与设计性实验。为了读者用书的方便,还编入了分析测试常用的有关参数、用表和参考资料。

第1篇 分析化学实验基础知识,其第1章分析化学实验室安全与规则,主要阐明分析化学实验教学的目的、任务与要求;第2章分析化学实验基础知识,一是强调了化学实验室安全的重要性和安全知识;二是介绍了分析测试工作的基础知识、常用仪器及其规范的操作方法等。

第2篇 化学分析法实验,编入了包括重量分析法和四大滴定分析法(即酸碱滴定法、沉淀滴定法、配位滴定法和氧化还原滴定法)等共28个实验。

第3篇 仪器分析法实验,选编了国家有关部门的标准、生产部门的实用分析方法和一些科研实践的成果实验,以加深学生的感性认识和扩大知识面。编入了光学分析法实验(10个)、电化学分析法实验(4个)和色谱分析法实验(5个)等共19个实验。

第4篇 综合和设计性实验。在本书第一版使用过程中,结合理工院校人才培养的特点和需求,增加了几个基础实验,同时,将分析方法的科研成果和多年的实验课教研、教改实践转化为用于教学的综合分析实验;并专为训练学生面对某一样品,从了解掌握物质性质、查阅有关对分析对象的分析测试方法、直至自己拟出对给出样品的完整分析测试程序和操作步骤、结果报告等的设计性实验,经过五届学生的实践,证明效果凸显,编入本书。

另外,通过五届学生对本教材第一版的教学实践,并根据各高校设置本课程所分配学时实际情况,经充分讨论,决定将第一版中的第二章标准溶液的配制及标定内容,分别安排在各篇的实验内容中;其相关理论见2009年9月化学工业出版社出版的《分析化学》(蔡明招主编,杭义萍、余倩副主编)第4章4.3标准溶液与基准物。

本次再版《分析化学实验》教材,突出遵循认知规律、培养学生良好综合素质的理念,改革创新了第一版教材体系,并在原来内容的基础上,增加了特色的综合与设计性实验,将使本教材有更广泛的适用空间。

由于工作变动等原因,原参编本教材第一版的林罗发等老师不再参加本教材编写,在此,对他们在分析化学实验教材建设方面所作出的努力表示诚挚的谢意!

参加本教材编写的人员和编写内容如下:蔡明招(前言、内容提要、说明、分析化学实验导言、第1篇、实验2-1、实验2-4、实验2-5、实验2-21、实验2-22、实验4-4、附录);刘建宇(实验2-10、实验2-11、实验2-14、实验2-19、实验2-20、实验2-28、实验3-5、实验3-6、实验3-7、实验3-17、实验4-1、实验4-2、实验4-5、实验4-6);吕玄文(实验2-6、实验2-7、实验2-8、实验2-9、实验2-17、实验2-23、实验3-1、实验3-4、实验3-11);许琳(实验2-12、实验2-13、实验2-15、实验2-16、实验2-24、实验2-25、实验2-26、实验

2-27、实验 3-2、实验 3-3、实验 3-8、实验 3-12、实验 3-15、实验 3-16、实验 4-3)；王文锦(实验 2-2、实验 2-3、实验 2-18)；王立世(实验 3-13、实验 3-14)；郭璇华(实验 3-18、实验 3-19)；鲁言波(实验 3-9、实验 3-10、学习与参考资料)。全书由蔡明招、刘建宇统稿，蔡明招、刘建宇主编，吕玄文、许琳副主编。

本书的出版得到了华南理工大学教务处领导、化学与化工学院领导的关心和指导。

诚挚欢迎采用本书的各院校同行、学生和读者，就书中的不足之处提出批评和建议。并期盼在教材使用、教学安排、教学方法与模式、实验教学过程中学生良好综合素质的培养等方面进行无障碍的交流，本书编写组的全体成员表示最衷心感谢，并将在实践中不断完善和提高！

编者

2009 年 12 月

第一版前言

分析化学是研究物质的组成、含量和结构有关信息以及相关理论的科学。

分析化学是理工科院校开设的一门基础课,通过本课程的学习,使学生了解分析化学学科的基本理论、掌握对物质基本信息(组分、含量及结构等)进行研究的方法和技术。

分析化学实验则是分析化学课程的重要组成部分,不管其是否独立设课,课程的目的和任务都为:在分析化学基础理论的指导下,综合运用相关学科的知识,掌握分析化学各种方法的原理、测试方法、所采用仪器的工作原理和操作等。由于分析化学实验课程本身的特有性质,在培养学生严格、认真和实事求是的科学态度;提高学生观察、分析和判断问题的能力;掌握分析测试的基本技能和具有努力、刻苦地进行科学研究的素质等方面具有特殊的作用。

全书共四章。第一、二章为分析化学实验的基础,要求学生一定要了解和掌握。第三、四章为分析化学实验具体的项目和内容,其中有参考国家、各部和行业的标准,而更多的是经过长期的教学实践,确认在严格的基础训练和完成本课程培养目标方面有较好效果的实验内容。

本书由蔡明招主编,参加本书编写的人员和编写的内容如下:蔡明招(第一章、实验一、四、五、十七、四十四以及附录等),王立世(实验三十五~三十七),刘静(实验二、十三、十五、十八),郭璇华(实验三十八、三十九、四十一~四十三),林罗发(实验九、十一、十二、二十一、二十七),张永清(第二章),刘建宇(实验八、九、十六、二十五、三十),吕玄文(实验七、十四、十六),王文锦(实验三、六、十、十五、二十一、二十九),冯福胜、林亦辉(实验二十四、三十九、四十)。全书由蔡明招、刘建宇统稿。

本书的出版得到华南理工大学教务处和应用化学系领导的关心和大力支持。分析化学教研组的教师,除了因科研工作任务太重无法承担本书的编写及实验外,都加入了本书的编写等工作。

同时,感谢广东省环保检测中心站鲁言波工程师为本书编写了实验三十、三十一、三十二和“学习与参考”的内容。

诚挚欢迎采用本书的各院校同行和读者,就书中的不足之处提出批评和建议,本书编写组的全体成员表示最衷心感谢!

编者

2004年3月

目 录

说明	1
分析化学实验导言	3
第 1 篇 分析化学实验基础知识	5
第 1 章 分析化学实验室安全与规则	5
第 2 章 分析化学实验基础知识	9
第 2 篇 化学分析法实验	26
实验 2-1 电子分析天平的操作及称量练习	26
实验 2-2 氯化钡中结晶水含量的测定	27
实验 2-3 可溶性硫酸盐中硫酸根含量的测定	28
实验 2-4 滴定分析量器的使用及滴定操作练习	30
实验 2-5 滴定分析量器的校正	32
实验 2-6 氢氧化钠标准溶液的配制与标定	34
实验 2-7 盐酸标准溶液的配制与标定	36
实验 2-8 食醋中总酸度的测定	38
实验 2-9 工业碳酸钠总碱量的测定	39
实验 2-10 混合碱的组成及各组分含量的测定——双指示剂法	41
实验 2-11 水泥熟料中二氧化硅含量的测定——氟硅酸钾法	43
实验 2-12 EDTA 标准溶液的配制与标定	45
实验 2-13 自来水总硬度的测定	49
实验 2-14 铋铅混合液中铋、铅含量的连续配位滴定	51
实验 2-15 KMnO_4 标准溶液的配制与标定	52
实验 2-16 市售双氧水中过氧化氢含量的测定	55
实验 2-17 水质化学需氧量 (COD) 的测定	57
实验 2-18 石灰石中钙含量的测定	59
实验 2-19 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制与标定	61
实验 2-20 胆矾 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 中铜含量的测定——间接碘量法	63
实验 2-21 碘标准溶液的配制及标定	65
实验 2-22 维生素 C 含量的测定——直接碘量法	66
实验 2-23 铁矿石中铁含量的测定——重铬酸钾 (无汞) 滴定分析法测铁的含量	68
实验 2-24 硝酸银标准溶液的配制与标定	71
实验 2-25 硫氰酸铵标准溶液的配制与标定	72
实验 2-26 可溶性氯化物中氯离子含量的测定——莫尔法和法扬司法	74
实验 2-27 银合金中银含量的测定——佛尔哈德法	75
实验 2-28 离子交换法分离钴、锌及其含量的测定	77

第 3 篇 仪器分析法实验	80
实验 3-1 水中微量铁的测定——邻菲罗啉分光光度法	80
实验 3-2 二苯碳酰二肼分光光度法测定水样中六价铬的含量	82
实验 3-3 磷钼蓝分光光度法测定微量磷的条件试验	84
实验 3-4 维生素 C 含量的测定	86
实验 3-5 维生素 B ₁₂ 注射液的定性鉴别与定量分析	87
实验 3-6 考马斯亮蓝染色法测定蛋白质含量	89
实验 3-7 电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-AES) 测定工业废水中铬、锰、铁、镍、铜	91
实验 3-8 火焰原子吸收分光光度法测定自来水中的微量镁	93
实验 3-9 水样中的铜、铅、锌、镉含量的测定——偏振塞曼原子吸收光谱法	95
实验 3-10 冷原子吸收光谱法测定水样中汞的含量	98
实验 3-11 直接电位法测定含氟牙膏中游离氟的含量	100
实验 3-12 氯化物和碘化物混合物中氯、碘离子的测定——电位连续滴定法	103
实验 3-13 单扫描示波极谱法连续测定铅和镉	105
实验 3-14 饮用水中铜、铅和镉的同时测定——同位素汞膜示差脉冲溶出伏安法	107
实验 3-15 气相色谱柱温变化对色谱峰分离的影响	109
实验 3-16 气相色谱定量分析方法——面积归一化法	112
实验 3-17 高效液相色谱柱效能的评价	114
实验 3-18 高效液相色谱法测定苯酚和对甲苯酚	116
实验 3-19 纸上电泳法分离混合氨基酸	117

第 4 篇 综合及设计性实验	120
实验 4-1 水泥熟料中 SiO ₂ 、Fe ₂ O ₃ 、Al ₂ O ₃ 、CaO、MgO 含量的测定	120
实验 4-2 薰衣草挥发油化学成分的 GC-MS 分析	124
实验 4-3 纺织品中 24 种禁用偶氮染料的检测	126
实验 4-4 GC-MS 法测定生物样品中常见 9 种有机磷农药的残留量	130
实验 4-5 奶粉中三聚氰胺含量的测定	132
实验 4-6 设计性实验	134
学习与参考	137
一、电感耦合等离子体发射光谱法测定铜的不确定度评定方法	137
二、原子吸收分光光度计的检定	140
三、熔融法分解试样 (以水泥样品为例)	145

附录	147
附录 1 分析化学实验中常用术语解释	147
附录 2 滴定分析实验仪器清单	150
附录 3 常用酸、碱溶液的配制	150
附录 4 洗液的配制和使用	151
附录 5 分析化验报告中的有关单位符号	152
附录 6 常用基准物质的干燥条件和应用	152

附录 7	弱酸及其共轭碱在水中的离解常数 (25°C , $I=0$)	153
附录 8	常用的缓冲溶液	154
附录 9	常用的指示剂	155
附录 10	羧酸配合剂类配合物的稳定常数	156
附录 11	难溶化合物的溶度积常数 (18°C)	157
附录 12	常见化合物的摩尔质量	159
附录 13	分析化学实验报告模板	160
参考文献		164

说 明

一、试剂

1. 所用试剂, 除特别说明外, 均为分析纯 (A. R.)。用于基准物的试剂, 均已按附录 6 要求处理。
2. 盐酸、硫酸、硝酸、磷酸、氢氟酸、高氯酸、氨水等液态试剂 (包括有机溶剂), 未标明其具体浓度数据的, 即为原装瓶试剂, 其有关参数按国家有关标准及标签标明。
3. 乙醇未特别注明规格时, 均为 95% 的分析纯乙醇。
4. 实验用水指蒸馏水, 需使用去离子水、二次蒸馏水或纯度更高的水, 有特别说明。

二、溶液及浓度

1. 溶液均指水溶液, 若非水溶液有特别标明。
2. 按体积比配制的溶液
 - ① $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (1 : 1): 指 1 体积的原瓶氨水与 1 体积的实验用水混合均匀的溶液, 以此类推;
 - ② HCl (1+9): 指 1 体积的原瓶盐酸与 9 体积的实验用水混合均匀的溶液, 以此类推;
 - ③ 苯-乙酸乙酯-乙酸 (12 : 7 : 3): 指 12 体积的苯、7 体积的乙酸乙酯和 3 体积的乙酸混合均匀的溶液, 以此类推。

三、仪器及用品

1. 分析天平、砝码、滴定管、移液管、刻度吸管、容量瓶均按国家有关规定及操作规程进行校正。如容量瓶, 可按绝对校正操作进行校正, 也可采用与移液管配套使用的相对校正。
2. 实验部分需用的玻璃仪器作为一般实验仪器, 如滴定操作仪器、沉淀重量法操作仪器等不在实验中一一列出, 只有较特殊的操作才列出有关仪器及用品。滴定操作使用的仪器, 滴定管规格为 50mL、锥形瓶为 250mL, 如个别实验特殊要求, 另列出。
3. 实验所需用的玻璃仪器或器皿, 必须都按要求选择及处理后才能使用。例如: 容量瓶, 先视实验所需选择规格 (如 100mL、250mL), 用细绳将瓶塞系好, 试漏检查后再洗至不挂水珠, 备用。
4. 实验所需试剂基本全部详细列出, 并有试剂配制的操作步骤。

四、其他

1. 关于实验操作用语
本书实验部分的实验操作用语采用惯用的术语, 如“定容”、“恒重”、“陈化”、“滴加”等, 其意义见附录 1。
2. 滴定分析中常用的量及分析化验报告中的单位和符号见附录 5。
3. 本教材采用国际单位制及测试工作中法定的计量单位。
4. 本书计算公式中符号说明如下:
例: 实验 2-3 中

$$w_{\text{SO}_4^{2-}} = \frac{m_{\text{BaSO}_4} \times \frac{M_{\text{SO}_4^{2-}}}{M_{\text{BaSO}_4}}}{m_s} \times 100\%$$

式中 $w_{\text{SO}_4^{2-}}$ ——试样中 SO_4^{2-} 的百分含量；

m_{BaSO_4} ——所得称量型 BaSO_4 的质量，g；

M_{BaSO_4} —— BaSO_4 的摩尔质量， $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ ；

$M_{\text{SO}_4^{2-}}$ —— SO_4^{2-} 的摩尔质量， $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ ；

m_s ——试样质量，g。

例：实验 2-6 中

$$c_{\text{NaOH}} = \frac{1000 m_{\text{KHC}_8\text{H}_6\text{O}_4}}{M_{\text{KHC}_8\text{H}_6\text{O}_4} V_{\text{NaOH}}}$$

式中 c_{NaOH} ——所配 NaOH 溶液的浓度， $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ；

$m_{\text{KHC}_8\text{H}_6\text{O}_4}$ ——基准物质邻苯二甲酸氢钾的质量，g；

$M_{\text{KHC}_8\text{H}_6\text{O}_4}$ ——基准物质邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量， $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ ；

V_{NaOH} ——消耗 NaOH 标准溶液的体积，mL。

其他实验的计算式中各项符号含义及单位均相似，不再详述。

分析化学实验导言

——分析化学实验的目的与要求

一、前言

分析化学是研究物质的组成、结构、形貌和含量的表征理论、方法、技术和相关信息的一门科学。分析化学课程是理工科院校开设的一门重要基础课之一,通过本课程的学习,使学生了解分析化学学科的基本理论、掌握对物质基本信息(组分、含量及结构等)进行研究的方法和技术。

分析化学实验则是分析化学课程的重要组成部分,不管其是否独立设课,其课程的目的和任务是:在分析化学基础理论的指导下,综合运用相关学科的知识,掌握分析化学各种方法的原理和测试方法、所采用仪器的工作原理和操作、测量数据的处理、结果以及误差的表示方法。由于分析化学实验课程本身的特有性质,在培养学生严格、认真和实事求是的科学态度和坚韧不拔的工作精神;提高学生观察、分析和判断问题的能力、刻苦进行科学研究的良好素质等方面具有特殊的作用。

为了实现分析化学实验课程的教学目的,完成课程的任务,在实验教学过程中,要注重培养学生发现问题和解决问题的能力,要求学生自觉、主动地接受严格训练,培养学生进行科学研究的良好实验习惯。实验前做好充分的预习,实验中注意观察现象,按要求做好原始记录,实验后正确处理所得的数据,并作出合理的报告。

二、实验前的预习和准备

1. 明确实验目的和要求,结合复习理论知识和查阅有关的文献资料,弄通实验原理。
2. 拟定实验提纲,简明扼要地列出实验程序、操作方法和实验次数(这项作为预习的重点),并逐步要求做到不带实验书进实验室,学生凭自己充分预习后提出的方案完成实验。
3. 列出所需的仪器和试剂(标明规格),并计算好试剂、基准物、试样的所需量。
4. 预先画好数据记录表格,使记录数据一目了然。
5. 准备好分析化学实验本,将一个实验的预习、原始记录、数据处理和结果报告(即实验的全过程)都写在同一个本子上。

三、实验数据的记录及处理

原始记录是科学试验最宝贵的第一手材料,应以实事求是的科学态度准确、客观地记录有关数据和现象,切忌夹杂主观因素。即使实验数据不理想,也只能认真地分析原因,绝不能虚造或拼凑数据。记录数据应注意以下几点。

1. 用钢笔或圆珠笔、不要用铅笔记录数据,以免模糊不清造成失误。
2. 字迹要清楚,记下的数据需改动时,应将错误数据用横线画去,再在旁边写上正确数字,不要在原来的数据上涂改。
3. 记录测量数据时,应根据测量仪器的性能和实验的具体要求,保留应有的有效数字。如滴定管应读至小数点后两位,24.12 mL等。
4. 根据实验要求进行数据以及误差的处理,并做出合理的报告。

四、实验报告（参照附录 13）

实验完毕后，应及时将所得数据进行处理。分析化学实验报告的内容一般包括以下内容：

1. 实验编号，实验名称

2. 实验内容

简明表示用什么方法、测定试样中的哪一种组分。

3. 实验结果的表示

要求用表格、图形将实验结果简明地显示出来。并将数据处理的主要过程和计算公式列出，按该实验的要求计算结果。

4. 问题讨论

根据实验中观察到的现象、出现的问题、误差的大小等进行讨论与分析，以提高分析问题和解决问题的能力。

五、实验成绩的评定

实验成绩的评定包括：①预习（占 15%）；②原始记录（占 15%）；③实验操作技术（占 25%）；④纪律与卫生（占 15%）；⑤结果报告（占 30%）。实验指导教师根据以上 5 点评定成绩。

六、严格遵守实验室的各项规章制度

为使实验室有序、安全地运作和保障实验人员的人身安全，实验室制定了各项规章制度。每一位到实验室做实验的人员必须严格遵守各项规章制度。

七、学习方法

学生在学习上要真正实现分析化学实验的教学目的和任务，必须做到以下几点。

1. 充分认识理工科专业学习中实验教学与训练、掌握规范操作技术在自身综合素质培养中的重要性。

2. 认真理解实验原理以及所涉及的主要反应，明确实验要解决的问题和如何去解决问题。

3. 十分重视化学分析实验的基础训练。必须清楚地认识到：在理解实验原理的前提下，掌握规范的化学分析实验操作技术，是做好分析化学实验的根本保证。有人说，“掌握规范的化学分析实验操作技术，是做好后续课程实验的重要保证，可以受用一辈子”，正是说明了化学分析实验操作技术基础训练的重要性及实用性。

4. 实验前做好充分的预习，列出简明的实验流程。

5. 实验中有序地去完成每一个步骤，细心观察实验过程中发生的变化；认真做好原始记录（包括现象和数据）。

6. 实验后，根据所得数据和观察到的现象，认真进行实验分析和数据的处理，按要求写出实验报告。

以分析化学的理论指导分析化学实验为人们所认同，在此，我们提倡在实验完后进一步学习理论，这样，理论与实践结合，将把知识掌握得更牢固。

第 1 篇 分析化学实验基础知识

第 1 章 分析化学实验室安全与规则

1.1 分析化学实验室安全知识

为保障进入实验室工作人员的人身和国家财产安全,保证实验室承担的教学和科研工作的顺利进行,当第一次进入实验室时,该实验室的相关负责人首要的职责,就是对来实验的人员进行安全教育。而作为学习与化学相关专业的学生本人,必须具备最基本的实验室安全知识。

人们在长期的化学实验工作过程中,总结了关于实验室工作安全的一句俗语:“水、电、门、窗、气、废、药”。这七个字,涵盖了实验室工作中使用水、电、气体、试剂、实验过程产生的废物处理和安全防范的关键字眼。下面分别对上述问题进行讨论。

1.1.1 实验室用水安全

使用自来水后要及时关闭阀门,尤其遇突然停水时,要立即关闭阀门,以防来水后跑水。离开实验室之前应再检查自来水阀门是否完全关闭(使用冷凝器时容易忘记关闭冷却水,要特别注意)。

1.1.2 实验室用电安全

实验室用电有十分严格的要求,不能随意。必须注意以下几点:

(1) 所有电器必须由专业人员安装;

(2) 不得任意另拉、另接电线;

(3) 在使用电器时,先详细阅读有关的说明书及资料,并按照要求去做;

(4) 所有电器的用电量应与实验室的供电及用电端口匹配,绝不可超负荷运行,以免发生事故。**谨记:任何情况下发现用电问题(事故)时,应首先关闭电源!**

(5) 发生触电事故的应急处理:若遇触电事故,应立即使触电者脱离电源——拉下电源或用绝缘物将电源线拨开(注意千万不可徒手去拉触电者,以免抢救者也被电流击倒)。同时,应立即将触电者抬至空气新鲜处,如电击伤害较轻,则触电者短时间内可恢复知觉;若电击伤害严重或已停止呼吸,则应立即为触电者解开上衣并及时做人工呼吸和给氧。对触电者的抢救必须要有耐心(有时要连续数小时),同时忌注射强心兴奋剂。

1.1.3 实验室用火(热源)安全

目前,实验过程中使用的热源大多用电,但也有少数直接用明火(如用煤气灯)。首先,不管采用什么形式获得热源都必须十分注意用火(热源)的规定及要求。

(1) 使用燃气热源装置,应经常对管道或气罐进行检漏,避免发生泄漏引起火警。

(2) 加热易燃试剂时,必须使用水浴、油浴或电热套,绝对不可使用明火。

(3) 若加热温度有可能达到被加热物质的沸点,则必须加入沸石(或碎瓷片),以防暴沸伤人,实验人员不得离开实验现场。

(4) 用于加热的装置, 必须是规范厂家的产品, 不可随意使用简便的器具代替。

如果在实验过程发生火灾, 第一时间要做的是: 将电源和热源(或煤气等)断开。起火范围小可以立即用合适的灭火器材进行灭火, 但若火势有蔓延趋势, 必须同时立即报警。常用的灭火器及其适用范围见表 1-1。

表 1-1 常用的灭火器及其适用范围

类 型	药液成分	适用范围
酸碱式	$\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{NaHCO}_3$	非油类及电器失火的一般火灾
泡沫式	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 + \text{NaHCO}_3$	油类失火
二氧化碳	液体 CO_2	电器失火
四氯化碳	液体 CCl_4	电器失火
干粉灭火	粉末主要成分为 Na_2CO_3 等盐类物质, 加入适量润滑剂、防潮剂	油类、可燃气体、电器设备、精密仪器、文件记录和遇水燃烧等物品的初起火灾
1211	CF_2ClBr	油类、有机溶剂、高压电器设备、精密仪器等失火

水虽是人所共知的常用灭火材料, 但在化学实验室的灭火中要慎用。因为大部分易燃的有机溶剂都比水轻, 会浮在水面上流动, 此时用水灭火, 非但不能灭火反而会使火势扩大蔓延; 还有的溶剂与水发生剧烈的反应, 产生大量的热能引起燃烧加剧, 甚至爆炸。

根据燃烧物质的性质, 国际上统一将火灾分为 A、B、C、D 四类, 必须根据不同的火灾原因, 选择相应的灭火器材。火灾类别及灭火器材的选用见表 1-2。

表 1-2 火灾类别及灭火器材的选用

火灾类型	燃烧物质	灭火器材	注意事项(灭火效果)
A 类	木材、纸张、棉布等为一类	水、泡沫式、酸碱式	酸碱式灭火器喷出的主要是水和二氧化碳气体, 而泡沫式灭火器除了有水和二氧化碳气体外, 同时喷出发泡剂, 与水、二氧化碳混合在一起, 形成被液体包围的细小气泡群, 在燃烧物表面形成抗热性好的泡沫层, 阻止燃烧汽化和外界氧气的侵入
B 类	可燃烧液体(液态石油化工产品, 食用油脂和涂料稀释剂等)	泡沫式灭火器, 切记: 不能用水和酸碱式灭火器	可用泡沫式灭火器, 其作用如前述。B 类火灾还可以用二氧化碳灭火器和四氯化碳灭火器, 注意: 1. 使用 CO_2 灭火器时, 人要站在上风处, 以免二氧化碳中毒, 手和身体不要靠近喷射管和套筒, 以防低温(约 -70°C)冻伤。另外, 二氧化碳灭火器的有效喷射距离仅为 1.5~2m。2. 四氯化碳灭火器: 由于四氯化碳在高温下可能会转化为剧毒的光气, 所以使用时应保持一定的距离
C 类	可燃性气体(天然气、城市生活用煤气、沼气、液化石油气等)	干粉灭火器	干粉灭火器灭火时间短、灭火能力强。禁用水、酸碱式和泡沫式灭火器
D 类	可燃性金属(钾、钠、钙、镁、铝、钛等)	砂土	严禁用水、酸碱式、泡沫式和二氧化碳灭火器灭火。扑灭 D 类火灾最经济有效的材料是砂土(注意消防用砂土应该清洗干净且放置在固定位置)。另外, 偏硼酸三甲酯(TMB)灭火剂, 因其受热分解, 吸收大量的热量, 并在可燃性金属表面生成氧化硼保护膜, 隔绝空气。原位石墨灭火剂: 由于它受热迅速膨胀, 生成较厚的海绵状保护层, 使燃烧区温度骤降, 并隔绝空气, 迅速灭火

1.1.4 实验室使用压缩气的安全

根据实验室任务的不同, 实验室常用的压缩气体及气体钢瓶的标志如表 1-3 所示。

表 1-3 压缩气体钢瓶的标志

内装气体名称	外表涂料颜色	字样	字样颜色	横条颜色
氧气	天蓝	氧	黑	—
氢气	深绿	氢	红	红
氮气	黑	氮	黄	棕
氩气	灰	氩	绿	—
压缩空气	黑	压缩空气	白	—
石油气体	灰	石油气体	红	—
硫化氢	白	硫化氢	红	红
二氧化硫	黑	二氧化硫	白	黄
二氧化碳	黑	二氧化碳	黄	—
光气	草绿	光气	红	红
氨气	黄	氨	黑	—
氯气	草绿	氯	白	白
氟气	棕	氟	白	—
氟气	褐红	氟	白	—
丁烯	红	丁烯	黄	黑
氧化亚氮	灰	氧化亚氮	黑	—
环丙烷	橙黄	环丙烷	黑	—
乙烯	紫	乙烯	红	—
乙炔	白	乙炔	红	—
氟氯烷	铅白	氟氯烷	黑	—
其他可燃气	红	(气体名称)	白	—
其他非可燃气	黑	(气体名称)	黄	—

使用压缩气(钢瓶)时应注意如下事项。

- (1) 压缩气体钢瓶有明确的外部标志(见表 1-3), 内容气体与外部标志一致。
- (2) 搬运及存放压缩气体钢瓶时, 一定要将钢瓶上的安全帽旋紧。
- (3) 搬运气瓶时, 要用特殊的担架或小车, 不得将手扶在气门上, 以防气门被打开。气瓶直立放置时, 要用铁链等进行固定。
- (4) 开启压缩气体钢瓶的气门开关及减压阀时, 旋开速度不能太快, 而应逐渐打开, 以免气流过急流出, 发生危险。
- (5) 瓶内气体不得用尽, 剩余残压一般不应小于数百千帕, 否则将导致空气或其他气体进入钢瓶, 再次充气时将影响气体的纯度, 甚至发生危险。

1.1.5 化学实验废液(物)的安全处理

由于化学实验室的实验项目繁多, 所使用的试剂与反应后的废物也大不相同, 对一些毒害物质不能随手倒在水槽中。例如, 氰化物的废液, 若倒入强酸性介质中将立即产生剧毒的 HCN, 故此, 一般将含有氰化物的废液倒入碱性亚铁盐溶液中, 使其转化为亚铁氰化物盐类, 再作废液集中处理。又如重铬酸钾标准溶液是常用的标准溶液之一, 用剩的重铬酸钾溶液应将其转化为三价铬再作废液处理, 绝不允许未经处理就倒入下水道。根据国家标准 GB 8978—88《污水综合排放标准》, 第一类污染物(指能在环境或动物体内蓄积, 对人体产生长远影响的污染物), 它们允许排放的浓度作了严格的规定, 如表 1-4 所示。

表 1-4 第一类污染物的最高允许排放浓度

污染物	最高允许排放浓度/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	污染物	最高允许排放浓度/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$
总汞	0.05(烧碱行业采用 $0.005\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	总砷	0.5
烷基汞	不得检出	总铅	1.0
总镉	0.1	总镍	1.0
总铬	1.5	苯并[a]芘	0.00003
六价铬	0.5		

(1) 含汞盐废液的处理 将废液调至 pH 8~10, 加入过量的硫化钠, 使其生成硫化汞沉淀, 再加入共沉淀剂硫酸亚铁, 生成的硫化铁吸附溶液中悬浮的硫化汞微粒而生成共沉淀。弃去清液, 残渣用焙烧法回收汞, 或再制成汞盐。

(2) 含砷废液的处理 加入氧化钙, 调节 pH 值为 8, 生成砷酸钙和亚砷酸钙沉淀。或调节 pH 值为 10 以上, 加入硫化钠与砷反应, 生成难溶低毒的硫化物沉淀。

(3) 含铅、镉废液 用消石灰将 pH 值调节至 8~10, 使 Pb^{2+} 、 Cd^{2+} 生成 $\text{Pb}(\text{OH})_2$ 和 $\text{Cd}(\text{OH})_2$ 沉淀, 加入硫化亚铁作为共沉淀剂, 使之沉淀。

(4) 含氰废液 用氢氧化钠调节 pH 值为 10 以上, 加入过量的高锰酸钾 (3%) 溶液, 使 CN^- 氧化分解。如 CN^- 含量高, 可加入过量的次氯酸钙和氢氧化钠溶液。

(5) 含氟废液 加入石灰生成氟化钙沉淀。

(6) 含 Cr^{6+} 废液的处理 我国环境保护有关法律规定 Cr^{6+} 最高允许排放浓度为 $0.5\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$, 而有些国家往往限制到 $0.05\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。 Cr^{6+} 的处理方法, 一般常用化学还原法, 还原剂可用 SO_2 等 (二氧化硫、硫酸亚铁、亚硫酸氢钠等)。

例: $2\text{SO}_2 + 2\text{H}_2\text{O} \longrightarrow 2\text{H}_2\text{SO}_4$



铬酸盐被还原后, 应使用石灰或氢氧化钠将铬酸盐转化成氢氧化铬从水中沉淀下来再另作处理。



1.1.6 化学实验室的安全防范

由于化学实验室一般都存放有化学试剂、易燃易爆的气体、有机溶剂和小量剧毒药品等, 因此, 必须十分重视实验室的安全防范工作。对所有在实验室工作的人员和上实验课的学生, 都必须进行安全教育, 使所有人员都知道如何安全地进行工作和学习, 更应该知道当事故发生时, 应如何面对和采取怎样的应急措施。

综上所述, 实验室的安全十分重要, 所有人员必须遵守实验室安全规则, 使大家都有一个安全的工作和学习环境。

1.2 分析化学实验室规则

由于分析化学实验要用到各种试剂、仪器和设备以及根据不同实验内容所配套使用的必需品, 为保障进入实验工作人员的人身和国家财产安全, 保证实验室承担的教学和科研工作的顺利进行, 所有的实验室都制定了相关的规章制度, 要求进入实验室的人员遵守。不同的实验室有各种不同的规章制度。就分析测试实验室而言, 其规章制度有通用型的实验室规则, 如, 实验室安全管理制度、实验室开放的管理规定、仪器室管理规则、学生实验守则等。同时, 还有适用于分析化学实验室的具体规则: 分析天平室规则、红外光谱实验室规则、色谱实验室规则等。