



普通高等教育“十一五”国家级规划教材

# 工程化学实验

浙江大学 编  
主编 郑 豪



高等教育出版社  
HIGHER EDUCATION PRESS

普通高等教育“十一五”国家级规划教材

# 工程化学实验

Gongcheng Huaxue Shiyan

浙江大学 编

主编 郑 豪



高等教育出版社·北京  
HIGHER EDUCATION PRESS BEIJING

## 内容简介

本书为普通高等教育“十一五”国家级规划教材。本书依据高等学校工科非化学化工类专业化学基础课程的教学基本要求,并结合化工类的发展方向以及浙江大学“工程化学实验”课程多年的教学改革成果编写而成。

全书实验由基础性实验和拓展性实验两部分组成,共编入 25 个实验。教材注重基础及专业特点,精选了与生产、生活实际相关联的实验内容。从基础出发,逐步拓展,突出应用性、前沿性,体现工科化学实验的特点。全书力求通过实验课程的开设,推进学生自主学习、合作学习和研究性学习,激发学生参与实验的积极性,提升对化学实验的兴趣,培养学生的自主创新能力。本书是《工程化学基础》(第 2 版)(陈林根,北京:高等教育出版社,2005 年)配套的实验教材。

本书可作为高等院校非化学化工类专业“普通化学实验”或“工程化学实验”课程的教学用书,也可供相关人员参考使用。

## 图书在版编目(CIP)数据

工程化学实验/郑豪主编;浙江大学编. —北京:高等教育出版社,2010.8

ISBN 978-7-04-019575-0

I. ①工… II. ①郑… ②浙… III. ①工程化学—化学实验—高等学校—教材 IV. ①TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 125766 号

|      |     |      |     |      |     |
|------|-----|------|-----|------|-----|
| 策划编辑 | 郭新华 | 责任编辑 | 刘佳  | 封面设计 | 张志  |
| 责任绘图 | 尹莉  | 版式设计 | 范晓红 | 责任校对 | 杨凤玲 |
| 责任印制 | 朱学忠 |      |     |      |     |

出版发行 高等教育出版社  
社 址 北京市西城区德外大街 4 号  
邮政编码 100120

经 销 蓝色畅想图书发行有限公司  
印 刷 保定市中国画美凯印刷有限公司

开 本 787×960 1/16  
印 张 9.5  
字 数 170 000

购书热线 010-58581118  
咨询电话 400-810-0598  
网 址 <http://www.hep.edu.cn>  
<http://www.hep.com.cn>  
网上订购 <http://www.landracom.com>  
<http://www.landracom.com.cn>  
畅想教育 <http://www.widedu.com>

版 次 2010 年 8 月第 1 版  
印 次 2010 年 8 月第 1 次印刷  
定 价 13.70 元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

物料号 19575-00

# 前言

根据教育部《关于深化教学改革,培养适应 21 世纪需要的高质量人才的意见》、《关于进一步深化本科教学改革,全面提高教学质量的若干意见》等文件精神,本科教育的培养目标应向具有创新意识和创新能力的高质量人才方向发展,这对我们的教学理念和教学内容提出了新的要求:应以知识传授、能力培养、素质提高、协调发展为教学理念,建立有利于创新意识和创新能力培养的教学体系,彻底改革以单纯传授知识为主的教学内容和教学模式。

开设工程化学实验的目的,旨在培养学生的学习兴趣,推进学生进行自主学习和研究性学习;着眼于学生实践能力的培养,特别是创新意识和创新能力的培养,以及综合运用交叉知识能力的培养。

《工程化学实验》是一本适合工科非化学化工类专业的实验教材,被列入普通高等教育“十一五”国家级规划教材。教材的编写追求基础性和科学性,突出应用性、前沿性和交叉性。形成从基础实验到拓展实验,从传授知识到培养学生自主设计实验能力、逐级提高的新体系。利用现代实验仪器和物理技术,充实工程化学实验的现代内容,并纳入科研成果,不断提高工程化学的实验教学水平。具体内容分两个层次,基础性实验和拓展性实验。

基础性实验选择了 18 个实验,从最基础的物质的性质、常数的测定、含量分析等开始,延伸到应用性、交叉性和前沿性的实验,如壳聚糖的制备和脱乙酰度的测定、化学发光材料的合成与应用、 $\beta$ -FeOOH 纳米材料的制备等。拓展性实验编入了 7 个实验,选择了与无机化学、有机化学、高分子与材料科学、生物医学、环境科学、食品科学、工业生产等密切相关的实验素材。编写中强化了学生自主设计实验的环节。

每个实验提供了相关的背景资料,使学生既了解实验的原理,又了解每个实验相关的背景知识,更多地了解每个实验在各个领域中的应用与意义。

本书由郑豪主编,陈敏、陈卫祥、谢玉群、李宁、陈时忠参加了本书的编写工作,全书由郑豪负责统稿。

本书的编写,得到了浙江大学国家工科基础课程——化学教学基地和浙江大学国家理科基础教学研究和教学人才培养基地的支持。浙江大学化学系的陈林根教授、方文军教授、黄飞鹤教授对本书的编写提出了许多建设性意见,高等

教育出版社的郭新华编辑给予了很多帮助,在此表示衷心的感谢。

由于编者水平有限,书中错误及不妥之处恳切希望读者批评指正。

编 者

2009 年 12 月于美国怀俄明州

# 目 录

|                             |    |
|-----------------------------|----|
| 第一章 实验须知                    | 1  |
| 1.1 化学实验的目的                 | 1  |
| 1.2 实验室注意事项                 | 1  |
| 1.3 实验室规则                   | 3  |
| 1.4 实验记录                    | 3  |
| 1.5 有效数字、误差及实验数据的处理         | 4  |
| 1.6 实验报告格式                  | 7  |
| 1.7 “三废”处理                  | 8  |
| 1.8 化学试剂的等级                 | 10 |
| 1.9 常用压缩气体钢瓶                | 11 |
| 第二章 实验基本操作                  | 13 |
| 2.1 仪器的清洗和干燥                | 13 |
| 2.2 固液分离技术                  | 14 |
| 2.3 试剂的取用                   | 17 |
| 2.4 试纸的使用方法                 | 17 |
| 第三章 基础性实验                   | 19 |
| 实验一 酸碱离子平衡与盐类水解             | 19 |
| 实验二 配位化合物与沉淀溶解平衡            | 25 |
| 实验三 化学反应摩尔焓变的测定             | 31 |
| 实验四 分光光度法测定钢样中的锰含量          | 34 |
| 实验五 石油产品酸值、闪点的测定            | 38 |
| 实验六 水中化学需氧量的测定              | 41 |
| 实验七 水的软化和水质测定               | 46 |
| 实验八 黏度法测定聚合物的相对分子质量         | 51 |
| 实验九 化学发光材料的合成与应用            | 59 |
| 实验十 107 胶水的合成与黏度测定          | 64 |
| 实验十一 壳聚糖的制备和脱乙酰度的测定         | 68 |
| 实验十二 $\beta$ -FeOOH 纳米材料的制备 | 70 |
| 实验十三 含铬工业废水的处理              | 73 |
| 实验十四 电镀铜                    | 75 |

|             |                                   |     |
|-------------|-----------------------------------|-----|
| 实验十五        | 塑料电镀 .....                        | 81  |
| 实验十六        | 表面氧化处理技术——发蓝、铝的阳极氧化 .....         | 89  |
| 实验十七        | 电化学腐蚀与防护 .....                    | 94  |
| 实验十八        | 固体酒精的制备 .....                     | 98  |
| <b>第四章</b>  | <b>拓展性实验</b> .....                | 101 |
| 实验十九        | 金属材料的电解抛光和化学抛光 .....              | 101 |
| 实验二十        | 混合氨基酸溶液的制备及胱氨酸的提取 .....           | 107 |
| 实验二十一       | 纳米 $\text{TiO}_2$ 的合成及光催化性能 ..... | 110 |
| 实验二十二       | 苯甲酸的制备及食品中含量的检测 .....             | 113 |
| 实验二十三       | 葡萄糖酸锌的制备与质量分析 .....               | 115 |
| 实验二十四       | 温致变色材料的制备和性质 .....                | 118 |
| 实验二十五       | 有机玻璃的合成工艺 .....                   | 121 |
| <b>附录</b>   | .....                             | 124 |
| 附录 1        | 实验室常用仪器及使用方法 .....                | 124 |
| 附录 2        | 常用理化数据 .....                      | 130 |
| 附录 3        | 国际相对原子质量 .....                    | 138 |
| <b>参考资料</b> | .....                             | 141 |

# 第一章 实验须知

## 1.1 化学实验的目的

化学是一门以实验为基础的学科,许多定律和理论都是从实验中发现、归纳出来的。实验是工程化学课程不可缺少的一个重要组成部分。它的主要目的是:

(1) 巩固和发展课堂上获得的理论知识。工程化学实验不仅能使理论知识形象化,并且较全面地反映化学现象的复杂性和多样性。

(2) 科学素养的培养。包括培养严谨的科学态度,求实的数据记录,细致的工作作风,强烈的求知欲望,良好的实验习惯和团队意识。

(3) 综合能力的培养。包括培养创新能力、动手能力、科学思维能力、理论联系实际的能力、独立分析问题和解决问题的能力、科学分析能力。

## 1.2 实验室注意事项

化学药品有很多是易燃、易爆、有腐蚀性或有毒的物质,所以在做化学实验时,必须十分重视安全问题,预习实验时充分了解实验过程中的安全注意事项,只要在思想上重视安全问题,又严格遵守操作规程,就完全可以避免事故的发生。

### 1. 安全向导

每个实验指导教师必须向学生交代清楚紧急喷淋装置、洗眼器的安装位置,灭火器的摆放地点,以及什么时候使用、怎么使用、使用的目的。还要告知学生紧急情况下的逃生路线。

### 2. 实验室安全守则

(1) 乙醇、乙醚、丙酮、苯等有机易燃物质,使用时一定要远离火源,取用完毕后应及时盖紧瓶塞(不可马虎!)

(2) 下列实验应在通风橱内进行。能产生如  $\text{H}_2\text{S}$ 、 $\text{Cl}_2$ 、 $\text{CO}$ 、 $\text{HCHO}$  等有毒或有刺激性气味的气体的实验;加热或蒸发盐酸、硝酸、硫酸的实验。

(3) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,使用时应非常小心,切勿溅到皮肤和衣服上,特别要注意保护眼睛。稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢注入水中,而不可将水倒

入浓硫酸中(要牢牢记住了!)

(4) 防止如氰化物、砷化合物、汞及其汞化合物、钡盐、铅盐、高价铬盐入口或接触伤口。不要俯视正在加热的液体,加热试管时,不要将试管口指向自己或别人(保护自己和同伴!)

(5) 所有废液不能倾倒在水池中,必须回收到废液桶,分类回收(保护环境!)

(6) 使用氢气钢瓶时,注意关闭一切明火,并禁止开关电插头。其他高压气体钢瓶使用时,应严格按操作规程进行操作。

(7) 实验完毕,应检查“水、电、门、窗、气”是否已经关闭,待确认关闭后,方可离开实验室。

### 3. 实验室一般伤害的救护

(1) 割伤。如伤口较小,可用蒸馏水洗净伤口,然后贴上“创可贴”或涂上PVP碘;如伤口较大、较深,应以无菌纱布包扎后,立即送医院救治。

(2) 烫伤。轻度烫伤可立即用冷水冲洗,然后用高锰酸钾溶液或苦味酸溶液擦洗灼伤处,再涂上烫伤药膏。

(3) 酸、碱腐蚀。强酸腐蚀首先用大量自来水冲洗伤处,再用饱和  $\text{NaHCO}_3$  溶液冲洗,最后用蒸馏水冲洗;强碱腐蚀同样首先用大量自来水冲洗伤处,然后用硼酸饱和溶液或质量分数约为 0.02 的醋酸冲洗,再用蒸馏水冲洗。如眼睛受伤,应在冲洗后立即送医院治疗。

(4) 吸入有毒气体。若吸入  $\text{Cl}_2$ 、 $\text{HCl}$  等有毒气体时,可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气来解毒。若吸入  $\text{H}_2\text{S}$ 、 $\text{CO}$  等气体而感到不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气。

(5) 触电。应立即拉开电闸切断电源,必要时再进行人工呼吸并迅速送往医院救治。

(6) 起火。应立即关闭电源,一般小火可用湿布或细砂土扑灭;火势较大时,用灭火器扑灭,泡沫灭火器用于一般的起火,四氯化碳灭火器用于电器设备起火。

身上衣服着火时,应赶快脱下衣服或就地卧倒打滚。

### 4. 火灾抢救

首先切断电源,关闭燃气,拉下电闸,移去附近的易燃物,同时用石棉布、沙子等覆盖着火点或使用灭火器灭火。

实验室一般使用二氧化碳灭火器或泡沫灭火器。打开二氧化碳灭火器开关即可喷出二氧化碳雾状气体。将泡沫灭火器倒置即可喷出泡沫。注意:四氯化碳灭火器不宜在实验室使用,因为四氯化碳在高温时会生成剧毒的光气,遇金属钠会发生爆炸。有机溶剂或油着火时不能用水浇,否则火焰将蔓延开来。

常用的灭火器及其适用范围见表 1.2.1。

表 1.2.1 常用的灭火器及其适用范围

| 灭火器类型   | 药液成分                                            | 适用范围                  |
|---------|-------------------------------------------------|-----------------------|
| 酸碱式灭火器  | $\text{H}_2\text{SO}_4$ 和 $\text{NaHCO}_3$      | 非油类电器起火的一般初起火灾        |
| 泡沫灭火器   | $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 $\text{NaHCO}_3$ | 油类起火                  |
| 二氧化碳灭火器 | 液态 $\text{CO}_2$                                | 电器设备、小范围油类及忌水的化学物品的起火 |
| 四氯化碳灭火器 | 液态 $\text{CCl}_4$                               | 电器设备、小范围汽油、丙酮等起火      |

### 1.3 实验室规则

(1) 实验前应认真预习实验内容并写好预习报告,未预习者,不得进行实验。

(2) 遵守纪律,不迟到、不早退,实验室保持安静,不大声喧哗,禁止在实验室内抽烟、吃东西。

(3) 进入实验室,应穿专门的实验服,戴好防护眼镜。

(4) 规范操作,认真观察实验现象,如实记录实验现象和数据。

(5) 注意安全,确保操作者、仪器设备和实验室的安全。

(6) 爱护仪器,精密仪器不得任意拆装和搬迁,使用完毕应登记。公用仪器及试剂等就地使用或使用后立即放回原处,试剂瓶和瓶盖不可分离。

(7) 实验完毕后,整理仪器和药品,清洗用过的仪器,检查水、电、气源、窗户等是否关好,经教师同意后方可离开实验室。

(8) 实验室的一切物品,未经教师许可,禁止带出实验室。

### 1.4 实验记录

在实验室,学生应准备一本记录本,准确而仔细地记录实验数据和现象。每个实验的记录通常包括三个方面:

(1) 做什么实验? 实验的主要目的是什么?

(2) 数据和结果记录(通常以表格的形式记录)。

(3) 实验现象、实验中出现问题点的记录。

实验记录应用圆珠笔或钢笔书写(不能用铅笔!),保管好记录本,以便连续使用。每次实验结束,将拷贝页交给实验指导教师(切记!)

## 1.5 有效数字、误差及实验数据的处理

在化学实验中,经常需要对某些物理量(如质量、体积等)进行测量,从中获得一些数值。而数值表示得正确与否,直接关系到实验的最终结果是否合理。因此,既要正确记录数字的位数,又要在计算过程中正确地保留结果的位数。

### 1. 有效数字及其有关计算规则

有效数字是指实际能测量到的数字。它包括所有准确数字和最后一位可疑数字。例如,分析天平能称准至 $\pm 0.0001\text{ g}$ ,若称得某试样质量为 $1.3561\text{ g}$ ,共有五位有效数字,不能记成 $1.356\text{ g}$ 或 $1.35610\text{ g}$ ,否则就与分析天平的准确度不符合。又如,读取滴定管上的刻度时,应为 $20.35\text{ mL}$ ,不能记成 $20.3\text{ mL}$ ,也不能记成 $20.350\text{ mL}$ 。因此,应该按照实际的测量精密度记录实验数据。

数据中的“0”有双重作用,有时只起定位作用,有时则为有效数字。例如,滴定管读数 $20.30\text{ mL}$ ,最后一个“0”是测量数字,为四位有效数字。如改用 $\text{L}$ 为单位,写成 $0.02230\text{ L}$ ,这时前面的两个“0”仅作为定位用,不是有效数字,而后面一个“0”仍为有效数字,此数仍为四位有效数字。单位可以改变,但有效数字的位数不能任意改变,换句话说,不能任意增减有效数字的位数。

对于 $\text{pH}$ 、 $\text{pK}$ 等对数数值,其有效数字的位数决定于小数部分的位数,而整数部分只与相应数值的方次有关。如 $\text{pH}=8.32$ ,即 $c(\text{H}^+)=4.8\times 10^{-9}\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ,有效数字是2位而不是3位。

处理分析数据时,必须根据测量的精密度及有效数字计算的规则,合理保留有效数字的位数。对数字的取舍一般采用“四舍六入五留双”的修约规则。当尾数 $\leq 4$ 时舍弃;尾数 $\geq 6$ 时则进1;尾数 $=5$ 时,若5后面的数字为“0”,则按5前面为偶数者舍弃,为奇数者进位;若5后面还有非“0”的数时,则一律进位。例如,若将 $0.52764$ 、 $0.53246$ 、 $12.2350$ 、 $130.650$ 以及 $16.04501$ 修约为四位有效数字时,则分别为 $0.5276$ 、 $0.5325$ 、 $12.24$ 、 $130.6$ 和 $16.05$ 。

几个数据相加减时,有效数字的保留,应以各数据中小数点后位数最少的一个数字为依据,然后再相加减。例如, $13.3350$ 、 $21.21$ 和 $0.1237$ 三个数相加,应先修约为 $13.34$ 、 $21.21$ 和 $0.12$ ,相加后得 $34.67$ 。必须指出,分析结果精密度高并不一定表示准确度高,而准确度高一定需要精密度高。

几个数据相乘时,有效数字的保留以有效数字位数最少的那个数据为准来保留其他数据的位数,然后再相乘除。例如, $20.64$ 、 $0.131$ 和 $1.04$ ,相乘后得 $2.81$ 。

使用计算器作连续运算时,运算过程中不必对每一步的计算结果进行修约,但最后结果的有效数字位数必须按照以上规则正确取舍。

## 2. 准确度和精密度

(1) 误差与准确度。准确度是指测量结果与真实值相符合的程度,通常用误差大小表示,误差越小,准确度越高。误差分为绝对误差和相对误差。

绝对误差表示测量值与真实值之差。相对误差表示绝对误差占真实值的分数,即

$$\text{绝对误差}(E) = \text{测量值}(X) - \text{真实值}(X_T)$$

$$\text{相对误差}(E_r) = (E / X_T) \times 100\%$$

绝对误差与被测量值的大小无关,而相对误差却与被测量值的大小有关。若被测量值越大,则相对误差越小,因此,用相对误差来表示分析结果的准确度更确切。但在实际分析工作中,真实值往往是未知的,无法计算准确度,故常用精密度来表示分析结果。

例:分析天平称量两物体的质量分别为 2.1750 g 和 0.2175 g,假设两物体的真实值各为 2.1751 g 和 0.2176 g,则两者的绝对误差分别为

$$E_1 = (2.1750 - 2.1751)\text{g} = -0.0001\text{g}$$

$$E_2 = (0.2175 - 0.2176)\text{g} = -0.0001\text{g}$$

两者的相对误差分别为

$$E_{r1} = \frac{-0.0001}{2.1751} \times 100\% = -0.005\%$$

$$E_{r2} = \frac{-0.0001}{0.2176} \times 100\% = -0.05\%$$

由此可见,绝对误差相等,相对误差并不一定相等。上例中,同样的绝对误差,称量物体质量越大,其相对误差越小。因此,用相对误差来表示测定结果的准确度更为确切些。

绝对误差和相对误差都有正、负之分。正值表示分析结果偏高,负值表示分析结果偏低。

(2) 偏差与精密度。精密度是指测量值与平均值相接近的程度,即指各次测量值相互接近的程度,通常用偏差来衡量,偏差越小,精密度越高,表示实验结果的重复性或再现性好。偏差有多种表示方法。绝对偏差( $d$ )是指各次测量值( $X_i$ )与平均值( $\bar{X}$ )之间的差值,即

$$d_i = \text{测量值}(X_i) - \text{平均值}(\bar{X})$$

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2 + \cdots + X_n}{n}$$

相对偏差( $d_r$ )是指绝对偏差占平均值的分数。

$$d_r = \frac{d_i}{\bar{X}} \times 100\%$$

在实际工作中,常用绝对平均偏差( $\bar{d}$ )和相对平均偏差( $\bar{d}_r$ )来表示分析结果的精密度。用公式表示为

$$\bar{d} = \frac{|d_1| + |d_2| + \cdots + |d_n|}{n}$$

$$\bar{d}_r = \frac{\bar{d}}{\bar{X}} \times 100\%$$

式中,  $|d_i|$  表示绝对偏差的绝对值;  $n$  为测定次数。滴定分析测定常量组分时, 分析结果的相对平均偏差一般应小于 0.2%。

在分析工作中评价一项分析结果的优劣, 应该从分析结果的准确度和精密度两个方面入手。准确度高一定需要精密度也高。精密度低, 所得结果不可靠, 也就谈不上准确度高。但是精密度高并不一定保证准确度高。图 1.5.1 表示了甲、乙、丙、丁四人测定同一试样中某组分含量时所得的结果。由图可见, 甲所得的结果的准确度和精密度均较好, 结果可靠; 乙的分析结果的精密度虽然很好, 但准确度较低; 丙的精密度和准确度都很差; 丁的精密度很差, 平均值虽然接近真实值。但这是由于正、负误差凑巧相互抵消的结果, 因此丁的结果也不可靠。

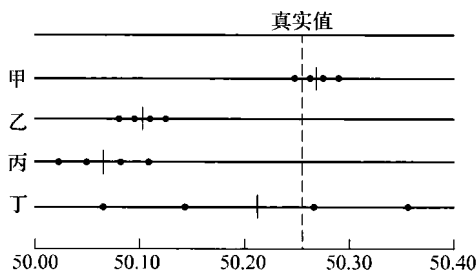


图 1.5.1 不同工作者分析同一试样的结果  
• 表示个别测定值; | 表示平均值

### 3. 定量分析误差产生的原因

误差按其性质可以分为系统误差(systematic error)和随机误差(random error)两大类。

(1) 系统误差。系统误差是指分析过程中由于某些固定的原因所造成的误差。系统误差的特点是具有单向性和重复性, 即它对分析结果的影响比较固定, 使测定结果系统地偏高或系统地偏低; 当重复测定时, 它会重复出现。系统误差产生的原因是固定的, 它的大小、正负是可测的, 理论上讲, 只要找到原因, 就可

以消除系统误差对测定结果的影响。因此,系统误差又称可测误差。

根据系统误差产生的原因,可将其分类如下。

**方法误差** 方法误差是由于方法本身所造成的误差。例如,滴定分析中指示剂的变色点与化学计量点不一致;重量分析中沉淀的溶解损失。

**仪器误差** 仪器误差是由于仪器本身不够精确而造成的误差。例如,天平砝码、容量器皿刻度不准确。

**试剂误差** 由于实验时所使用的试剂或蒸馏水不纯而造成的误差称为试剂误差。例如,试剂和蒸馏水中含有被测物质或干扰物质。

**个人误差** 个人误差又称主观误差,是由于分析人员的主观原因所造成的误差。例如,个人对颜色的敏感程度不同,在辨别滴定终点的颜色时,有人偏深,有人偏浅。

**操作误差** 操作误差是由于分析人员所掌握的分析操作与正确的分析操作的差别而引起的误差。例如,试样分解时分解不够完全;进行重量分析时,称量沉淀时坩埚及沉淀尚未完全冷却等。

(2) 随机误差。随机误差又称偶然误差,它是由某些随机的偶然的原因所造成的。例如,测量时环境温度、气压、湿度、空气中尘埃等的微小波动;个人一时辨别的差异而使读数不一致,如在读滴定管读数时,估计到小数点后第二位的数值,几次读数可能会不一致。随机误差的产生是由于一些不确定的偶然原因造成的,因此,其数值的大小、正负都是不确定的,所以随机误差又称为不可测误差。随机误差在分析测定过程中是客观存在的、不可避免的。

从表面上看,随机误差的出现似乎很不规律,但如果进行多次测定,则可发现随机误差的分布也是有规律的,它的出现符合正态分布规律:

① 绝对值相等的正误差和负误差出现的概率相同,因而大量等精密度测量中各个误差的代数和有趋于零的趋势;

② 绝对值小的误差出现的概率大,绝对值大的误差出现的概率小,绝对值很大的误差出现的概率非常小。

除了系统误差和随机误差外,在分析中还可能会出现由于过失或差错而造成的过失误差。例如,看错砝码、读错读数、记错数据、加错试剂等,这些都属于不应有的过失,实验时必须注意避免。

## 1.6 实验报告格式

按时提交实验报告,而且必须在报告左上角用订书钉整齐装订。实验报告通常包括以下内容:

(1) 实验题目部分。包括实验题目、日期(提交报告时间)、姓名、合作者姓

名、实验指导教师姓名。

(2) 实验目的。简明扼要写出实验的主要目的,但不是实验教材上实验目的的抄写。

(3) 原理。具体阐述实验的基本原理、实验所使用的方法、有关的化学方程式以及计算的具体方法。

(4) 实验内容。如果按实验教材操作,则只需要写明“参见《工程化学实验》,具体页码”。如果操作内容与实验教材有差别,若增加内容或减少内容,则应具体写清楚。

(5) 数据。记录实验数据(以表格的形式),但不包括计算。

(6) 计算及结果。用具体的一组数据为例进行计算,列出所有的实验结果。

(7) 结论。这部分是实验结果的总结,包括实验结果与文献值的比较,观察到的实验现象与实验教材有差别的地方,实验中的问题,以及判断结果。

(8) 问题。如果在写实验报告时有疑问,请注明。

## 1.7 “三废”处理

在化学实验中会产生各种有毒有害的废气、废液和废渣(“三废”)。为了减少对环境的污染,实验室应严格遵守国家对环境保护的有关规定,不得随意排放“三废”,以免污染环境。实验室对废物的处理必须把握“减少污染,消除隐患,节约资源,保护环境”的总原则。

### 1. 废气

(1) 对于含有污染性气体的实验必须在通风橱内进行操作,以免污染实验室内的空气,避免危害实验人员的身体健康。

(2) 对于实验中多余的气体应该吸收或者作相应的处理,不得直接排入大气。

(3) 对于可燃性气体要进行充分的燃烧处理,以免发生危险。

(4) 吸收废气的溶液不得随意倾倒,处理方法与其他废液处理的方法一致。

(5) 闻气体气味时,应注意方法规范,操作迅速,避免不安全事故发生,减少有害气体逸散而造成空气污染。

(6) 使用有害气体反应的过程中应注意尽可能减少气体的泄漏、剩余、浪费,以减轻环境污染。

### 2. 废液

(1) 实验产生的废液必须经过合适的处理以后,以不污染水质为前提,方可容许排放。

(2) 排放液体不能呈明显的酸性或碱性,pH 必须在 6~8。

(3) 排放液体中不能含有较多的重金属离子,所有重金属离子的含量在

$1\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 以下。

(4) 排放液体中不能含有强氧化性的离子(如  $\text{MnO}_4^-$ 、 $\text{ClO}_4^-$ 、 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 、 $\text{BiO}_3^-$  等)和强还原性的离子(如  $\text{S}^{2-}$ 、 $\text{I}^-$  等)。

(5) 排放液体中不得含有致癌性物质或离子(如  $\text{NO}^-$ 、 $\text{SO}_3^{2-}$  等)。

(6) 排放液体中不得含有较多营养性有机物。

(7) 从废液处理中得到的固体废物不得随意丢弃、堆放。处理方法与其他实验固体废物处理方法一致。

#### 有毒废液的处理:

(1) 含汞废液的处理。采用硫化物共沉淀法,先将含汞废液的 pH 调至 8~10,然后加过量的  $\text{Na}_2\text{S}$ ,使其生成  $\text{HgS}$  沉淀。再加入  $\text{FeSO}_4$  共沉淀剂,与过量的  $\text{S}^{2-}$  生成  $\text{FeS}$  沉淀,将悬浮在水中难以沉淀的  $\text{HgS}$  微粒吸附共沉淀,然后静置、分离,再经离心、过滤,滤液的含汞量可降至  $0.05\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  或以下,清液即可直接排入下水道,残渣用焙烧法回收或再制成汞盐。

(2) 含铬废液的处理。首先在酸性条件下向含铬废液中加入废铁屑、 $\text{FeSO}_4$  或硫化物、亚硫酸盐等还原剂,将强毒性的六价铬还原成毒性较小的  $\text{Cr}^{3+}$ ,然后加废碱液或氢氧化钠、氢氧化钙、生石灰等,调节溶液 pH 至 7 左右,使  $\text{Cr}^{3+}$  转变成低毒的  $\text{Cr}(\text{OH})_3$  沉淀,分离出沉淀后的清液即可直接排放,沉渣经脱水干燥后可综合利用,或用焙烧法处理,处理后的铬渣可与水泥混合,固化后即可填埋。

(3) 含铅、铋废液的处理。配位滴定法连续测定混合液中的  $\text{Bi}^{3+}$  和  $\text{Pb}^{2+}$ ,是定量分析的一个重要实验,也是铅、铋废液的主要来源,该实验产生的废液如果直接排放对环境和人体的危害极大,而且还浪费了宝贵的资源。为此可先采用如下方法对废液处理后,再直接回收并循环使用。集中铅、铋连续测定后的废液,每次取 2500 mL 于 3000 mL 大烧杯中,在电炉加热到近沸后取下,在搅拌时趁热加入  $2\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{Na}_2\text{S}$  溶液至废液的 pH 为 12.5~13.0,充分搅拌后,静置、沉淀(也可再搅拌两次),由于溶液中存在着六亚甲基四胺的盐和  $\text{Na}^+$  等强电解质,硫化物会很快沉淀,其上层清液呈紫红色,是二甲酚橙指示剂在碱性条件下的颜色。倾去上层清液后,再每次用 1500 mL 左右的自来水以倾析法洗涤产生的硫化物沉淀 3 次,再用少量的去离子水清洗 2 次,最后使硫化物沉淀和水的体积在 1500 mL 左右,待沉淀被水充分洗涤后,再加入浓  $\text{HNO}_3$  14 mL,加热至黑色硫化物完全溶解,然后加热煮沸 2 min,去除氮氧化合物,冷却后过滤,最后将滤液稀释至 830 mL 即可,值得注意的是该法再生后的混合溶液酸度恰好在 EDTA 滴定  $\text{Bi}^{3+}$  所需的 pH 范围内,这样不必再用氢氧化钠中和,直接可供下一次做实验时重复使用,而且该法  $\text{Bi}^{3+}$  和  $\text{Pb}^{2+}$  回收率均在 99% 以上,是一种保护环境、节约资源的好方法。

(4) 含砷废液的处理。在含砷废液中加入生石灰,调节并控制 pH 为 8 左右,即可生成砷酸钙和亚砷酸钙沉淀,有  $\text{Fe}^{2+}$  存在时还可一起沉淀下来,待沉淀分离后,滤液即可直接排入下水道,残渣可作废渣处理。

#### (5) 含氰废液的处理

① 若  $\text{CN}^-$  含量少,宜采用  $\text{KMnO}_4$  氧化法。即在废液中加入  $\text{NaOH}$  溶液,调 pH 至 10 以上,再加入 3%  $\text{KMnO}_4$ ,使  $\text{CN}^-$  氧化分解;

② 若  $\text{CN}^-$  含量高,则可采用碱性氯化法。即在废液中加入  $\text{NaOH}$  溶液,调 pH 至 10 以上,加入次氯酸钠使  $\text{CN}^-$  氧化分解。

### 3. 废渣

(1) 实验产生的固体废物不得随意丢弃、堆放,必须经过合理的处理、转化后掩埋、重新利用或封存、上交。

(2) 金属废物力争提取或制成实验用品,重新利用;无法利用的,上交金属回收部门加工。

(3) 非金属与难溶性的化合物可根据其性状合理掩埋,深度必须达到 2.0 m,其中对于重金属化合物要求必须不是酸溶性与碱溶性的,否则不得掩埋,必须封存,达到一定的数量后上交。

(4) 有特殊危害的固体废物(致癌物、放射物、剧毒物),处理必须及时合理,保管封存必须严格,以免危害人与环境。

## 1.8 化学试剂的等级

化学试剂按杂质含量的多少,通常分为四个等级,我国的化学试剂等级见表 1.8.1。

表 1.8.1 化学试剂等级

| 等级              | 英文名称                 | 符号 | 标签颜色    | 适用范围            |
|-----------------|----------------------|----|---------|-----------------|
| 一级试剂<br>(保证试剂)  | guarantee reagent    | GR | 绿色      | 精密分析            |
| 二级试剂<br>(分析试剂)  | analytical reagent   | AR | 红色      | 一般的分析           |
| 三级试剂<br>(化学纯试剂) | chemical reagent     | CR | 蓝色      | 定性分析,化学制备       |
| 四级试剂<br>(实验试剂)  | laboratorial reagent | LR | 棕色或其他颜色 | 化学制备            |
| 生物试剂            | biological reagent   | BR | 黄色或其他颜色 | 配制生物化学检验试液和生化合成 |