

高等学校十二五规划教材·实验技能类

无机及分析化学实验

吴婉娥 张 剑 李淑艳 马 岚 李 茸 编



西北工业大学出版社

无机及分析化学实验

吴婉娥 张 剑 李淑艳 马 岚 李 茸 编

西北工业大学出版社

【内容简介】 本书以注重基础、精选内容、简明实用为特点,以无机及分析化学基本实验知识和实验技能为基础,以典型实验为主线,同时涉及基本物理常数测定和制备实验,元素及化合物性质实验,容量分析实验,综合性、设计性及自主实验和绿色化学实验等内容,扩充了应用型实验,同时增设了绿色化、小型化、微型化的实验内容。

本书可作为高等学校应用化学、环境工程专业无机及分析化学的实验教材,也可供无机及分析化学工作者参考。

图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验/吴婉娥等编. —西安:西北工业大学出版社,2015.1
ISBN 978-7-5612-3865-3

I. ①无… II. ①吴… 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. ①O61-33②O65-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 004039 号

出版发行:西北工业大学出版社

通信地址:西安市友谊西路 127 号 邮编:710072

电 话:(029)88493844 88491757

网 址:<http://www.nwpup.com>

印 刷 者:兴平市博闻印务有限公司

开 本:787 mm×1 092 mm 1/16

印 张:13.375

字 数:320 千字

版 次:2015 年 1 月第 1 版 2015 年 1 月第 1 次印刷

定 价:35.00 元

前 言

本书是为高等学校应用化学、环境工程等工科专业大一学生所编写的一本实验教材。无机及分析化学实验是基础化学实验的一个重要组成部分,是工科学生学习化学知识的基础,因此在作为研究物质分子原子变化和结构的化学学科中,其基石作用日益凸显。

无机及分析化学的实验教学是训练学生基本实验技能必不可少的有力手段。其目的在于培养学生的基本实验技能、动手能力和严谨求实的科学态度,启迪学生的创新思维。学生在身体力行、亲自动手进行实验中学会基本实验仪器的操作,但是实验教学受到时间、空间、设备、经费等诸多条件的制约,因此,如何充分利用有限的时间,培养出动手能力强、具有初步创新思维的新世纪人才,正是本书编写的指导思想和努力方向。

本书的编写分为两大部分,第一部分为无机及分析化学实验基础,包括实验基础知识和基本实验技能,主要介绍了化学实验的基本常识,实验数据的记录和处理,常用的玻璃仪器和化学试剂知识,实验室用水,玻璃工操作,玻璃仪器的洗涤与干燥,实验室常用的加热和冷却技术,标准溶液的配制,常用玻璃仪器及其他仪器的使用介绍等。第二部分为无机与分析化学实验内容,包括基本物理常数测定和制备实验,元素及化合物性质实验,容量分析实验,综合性、设计性、自主实验和绿色化学实验等,共计选编了 55 个典型实验。

本书主要有下述特点。

(1)突出基础,扩大应用。在实验基础知识和基本技能方面,突出涵盖了无机测量和制备中所用的知识与技能,着重介绍了化学分析实验的容量分析和重量分析的基础知识及实验技能。同时扩大应用型实验(例如实验四、七、十八、二十二、二十四、二十九等),与学生的生活实际和工作有密切联系,由此提升学生实际应用能力和学习的积极性。

(2)突出实用,凸显绿色。具体体现在增加了绿色化、微型化、小型化的实验,扩增了仪器分析实验等,这些均体现了绿色化学的基本理念,同时在减量的基础上,不失化学实验的本质。

(3)介绍了常用的化学网站,以便学生在课余时间查询相关的知识和信息。

参与编写本书的人员有吴婉娥、张剑、李淑艳、马岚和李茸。吴婉娥编写了第一、四、五章及部分附录,张剑编写了第三、六章和部分附录,李淑艳编写了第七章和部分附录,马岚编写了第二章,李茸编写了部分附录。本书由吴婉娥统稿,马岚、李茸负责校对。

本书的出版得到第二炮兵工程大学训练部、西北工业大学出版社以及笔者所在教研室其他同仁的帮助和支持,同时在本书的编写过程中还参阅了其他兄弟院校编写的实验教学用书,在此一并致谢!

由于水平有限,不足之处,敬请各位读者批评指正。

吴婉娥于西安第二炮兵工程大学

2014 年 8 月

目 录

第一部分 无机及分析化学实验基础

第一章 无机及分析化学实验基础知识	1
第一节 引言	1
第二节 化学实验室常识	3
第三节 实验记录和数据处理	7
第四节 常用玻璃仪器简介	15
第五节 化学试剂的一般知识	19
第六节 常用参考资料	23
第二章 无机及分析化学实验基本技能	30
第一节 实验室用水	30
第二节 简单玻璃工操作	35
第三节 玻璃仪器的洗涤与干燥	37
第四节 实验室加热和冷却技术	38
第五节 常用的滴定分析仪器及使用	41
第六节 其他常用分析仪器简介	47
第七节 溶液的配制及计算	62
第八节 重量分析及其基本操作	68
第九节 定量分析中样品的前处理与分离技术	73

第二部分 无机及分析化学实验内容

第三章 基本物理常数测定及制备实验	77
实验一 粗食盐的提纯及纯度检验	77
实验二 硫酸亚铁铵的制备	79
实验三 化学反应速率的测定	80
实验四 醋酸解离常数和解离度的测定	83
实验五 碘酸铜溶度积常数的测定	85
实验六 磺基水杨酸铁(Ⅲ)配合物的组成及稳定常数测定	88
实验七 二氧化碳分子量的测定	91

第四章 元素及化合物性质实验	94
实验八 碱金属和碱土金属	94
实验九 卤族和氧族元素	96
实验十 氮、磷、碳、硅、硼	98
实验十一 ds 区金属(铜、银、锌、镉、汞)	101
实验十二 钛、钒、铬、锰	103
实验十三 铁、钴、镍	106
第五章 容量分析实验	108
实验十四 酸碱标准溶液的配制和标定	108
实验十五 有机酸摩尔质量的测定	111
实验十六 食用醋中醋酸含量的测定	112
实验十七 EDTA 标准溶液的配制和标定	113
实验十八 水的硬度测定	116
实验十九 高锰酸钾标准溶液的配制和标定	117
实验二十 过氧化氢含量的测定	119
实验二十一 高锰酸钾法测定钙的含量	120
实验二十二 废水化学需氧量(COD _{Cr})的测定	121
实验二十三 胆矾(CuSO ₄ · 5H ₂ O)中铜含量的测定	123
实验二十四 生理盐水中氯化钠含量的测定(莫尔法)	125
实验二十五 BaCl ₂ · 2H ₂ O 中钡含量的测定(BaSO ₄ 晶形沉淀重量分析法)	127
实验二十六 邻二氮菲分光光度法测定铁	128
第六章 综合性、设计性及自主性实验	131
实验二十七 三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备及组成测定	131
实验二十八 氧化还原反应和氧化还原平衡	134
实验二十九 海藻产品中海藻酸钠的提取	135
实验三十 由废旧电池锌皮制备硫酸锌	137
实验三十一 食品总酸度的测定	139
实验三十二 混合碱含量的测定	141
实验三十三 盐酸水解测定食品中淀粉含量	143
实验三十四 铋、铅含量的连续测定	145
实验三十五 补锌口服液葡萄糖酸锌的合成及含量的测定	146
实验三十六 漂白粉中有效氯和固体总钙含量的测定	148
实验三十七 果蔬中维生素 C 的提取和定量测定(2,6-二氯酚靛酚滴定法)	149
实验三十八 果蔬中维生素 C 的紫外分光光度法测定	153
实验三十九 污水中油的测定	154
实验四十 水中微量氟的测定(离子选择电极法)	156

实验四十一	酸碱混合物测定的方案设计	158
实验四十二	配位滴定法测定混合物方案设计	159
实验四十三	氧化还原滴定条件研究	160
实验四十四	沉淀滴定法	161
实验四十五	沉淀重量法	162
实验四十六	微量元素显色性质实验研究	163
实验四十七	离子交换树脂容量及动力学参数的测定研究	163
实验四十八	纯水的制备与检验	164
实验四十九	纳米二氧化钛光催化降解偏二甲胍研究	164
实验五十	膨胀石墨吸附脱色实验研究	164
实验五十一	超市家用化学	165
第七章	绿色化学实验	168
实验五十二	碘量法测定水中的溶解氧(微型实验)	169
实验五十三	补血糖丸中硫酸亚铁含量的测定(微型滴定)	170
实验五十四	溶胶-凝胶法制备纳米 $\text{SnO}_2/\text{TiO}_2$ 复合催化剂及光催化活性(绿化合成)	171
实验五十五	膜反应法制备 Sb 掺杂 SnO_2 纳米半导体材料(绿化合成)	172
附 录		175
附录一	常用元素的相对原子质量	175
附录二	常用化合物的相对分子质量	175
附录三	一些物理和化学的基本常数(1986 年国际推荐制)	178
附录四	SI 的基本单位	179
附录五	SI 的一些导出单位	180
附录六	SI 词头	180
附录七	不同温度下水的密度	181
附录八	不同温度下液体的密度	182
附录九	不同温度下水的蒸气压(p/Pa)	183
附录十	冰点下降常数	184
附录十一	无机化合物的标准溶解热	185
附录十二	常见无机化合物在水中溶剂热焓	185
附录十三	不同温度下 KCl 在水中的溶解热	187
附录十四	均相热反应的速率常数	188
附录十五	无机化合物的脱水温度	188
附录十六	常用熔剂和坩埚	188
附录十七	国产滤纸规格	189
附录十八	常用基准物质的干燥条件	190
附录十九	常用洗液的配制	191

附录二十	常见酸、碱的浓度和密度	191
附录二十一	市售浓酸和氨水配制一定质量百分比浓度的溶液	192
附录二十二	常用摩尔浓度酸碱溶液的配制	192
附录二十三	常用标准缓冲溶液的配制	193
附录二十四	弱酸在水中的解离常数	194
附录二十五	25℃下醋酸在水溶液中的电离度和离解常数	198
附录二十六	一些难溶化合物的溶度积	198
附录二十七	不同浓度不同温度下 KCl 溶液的电导率	198
附录二十八	25℃下标准电极电位及温度系数	199
附录二十九	酸碱指示剂的配制	200
附录三十	混合酸碱指示剂的配制	200
附录三十一	沉淀指示剂的配制	201
附录三十二	金属离子指示剂的配制	202
附录三十三	氧化还原指示剂的配制	202
附录三十四	常见有机溶剂的沸点和相对密度	203
附录三十五	有机化合物密度计算公式	203
附录三十六	乙醇水溶液的混合体积与浓度的关系	204
附录三十七	学生定量分析实验常用仪器	204
参考文献		205

第一部分 无机及分析化学实验基础

第一章 无机及分析化学实验基础知识

第一节 引言

1.1.1 化学实验与科学研究

化学是一门以实验为基础的学科,做好化学实验有利于帮助学生掌握科学知识,培养学生创新思维能力和科学素养。以实验为基础是化学教学最基本的特征之一,因此化学实验教学过程,是学生在一定的情境中发现问题、确定研究课题、设计实验方案,通过实验探索、获得问题解决的学习实践活动。化学课程中的科学探究主要是以化学知识作为载体从而获得更多、更新的知识,推动学生科学研究素质的提高,因此,化学实验是进行科学探究的源泉。

1.1.2 绿色化学简介

绿色化学又称环境无害化学(Environmentally Benign Chemistry)、环境友好化学(Environmentally Friendly Chemistry)、清洁化学(Clean Chemistry)。绿色化学即是用化学的技术和方法去减少或停止那些对人类健康、社区安全、生态环境有害的原料、催化剂、溶剂和试剂、产物、副产物等的使用与产生。绿色化学的理想是使污染消除在生产的源头,使整个合成过程和生产过程对环境友好,不再使用有毒、有害的物质,不再产生废物,不再处理废物。这是从根本上消除污染的对策。

绿色化学的口号最早产生于化学工业非常发达的美国。1990年,美国通过了一个“防止污染行动”的法令,该行动鼓励工业界和化学界的化学工作者去研究新的技术和方法,以避免产生和使用有害物质,鼓励化学家去检讨老的合成路线,摸索新的绿色反应条件。1991年后,“绿色化学”由美国化学会(ACS)提出并成为美国环境保护局(EPA)的中心口号。1995年,美国前总统克林顿设立了一个新奖项“总统绿色化学挑战奖”,从1996年开始,每年对在绿色化学方面做出重要贡献的化学家和企业颁奖。1999年世界上第一本《绿色化学》杂志诞生。2000年,美国化学学会出版了第一本绿色化学教科书。在美国的倡导下,近些年来,包括中国在内的世界各国均在绿色化学方面进行了卓有成效的工作。可见绿色化学已得到世界各国政府、企业界和化学界的普遍关心和重视。

绿色化学的主要特点体现在以下 4 个方面：

- (1) 充分利用资源和能源,采用无毒、无害的原料;
- (2) 在无毒、无害的条件下进行反应,以减少向环境排放废物;
- (3) 提高原子的利用率,力图使所有作为原料的原子都被产品所消纳,实现“零排放”;
- (4) 生产出有利于环境保护、社区安全和人体健康的环境友好的产品。

为了正确评估一条合成路线、一个生产过程、一个化合物是不是绿色的,Anastas 和 Warner 提出了绿色化学的 12 条原则作为评估的指导方针和标准:

- (1) 最好是防止废物的产生而不是产生后再来处理;
- (2) 合成方法应设计成能将所有的起始物质嵌并入最终产物中;
- (3) 只要可能,反应中使用和生成的物质应对人类健康和环境无毒或毒性很小;
- (4) 设计的化学产品应在保持原有功效的同时,尽量使其无毒或毒性很小;
- (5) 应尽量不使用辅助性物质(如溶剂、分离试剂等),如一定要使用,也应使用无毒物质;
- (6) 能量消耗越小越好,应能为环境 and 经济方面的考虑所接受;
- (7) 只要技术上和经济上可行,使用的原材料应是能再生的;
- (8) 应尽量避免不必要的衍生过程(如基团的保护与去保护,物理与化学过程的临时性修改等);
- (9) 尽量使用选择性高的催化剂,而不是靠提高反应物的配料比;
- (10) 设计化学品时,应考虑当物质完成自己的功能后,不再滞留于环境中,而可降解为无毒的产物;
- (11) 分析方法也需要进一步研究开发,使之能做到实时、现场监控,以防有害物质的形成;
- (12) 一个化学过程中使用的物质或物质的形态,应考虑尽量减少事故的潜在威胁,如引起气体释放、爆炸和着火等可能性最小或没有。

综合分析以上 12 条原则,可以看出,绿色化学提出的目标和任务不是被动地治理环境污染,而是主动地防止化学污染。绿色化学是以“防”为主,环境保护是以“治”为重点。只有从根本上切断污染源,才能真正做到保护环境。

1.1.3 化学实验教学的要求

为了做好实验,特提出以下几点要求:

(1) 实验前必须进行充分预习,要求:①了解实验目的,弄清实验原理以及实验的主要内容;②了解实验所用仪器的正确操作方法和注意事项;③在预习基础上写出预习报告,报告内容包括实验目的、简单原理和实验步骤及数据记录等。进入实验室后交教师检查预习报告,无预习报告不得进行实验。

(2) 应在指定位置进行实验,实验过程应细心观察现象,认真和实事求是地记录实验现象和测量数据,独立完成规定的实验内容。

(3) 爱护仪器设备,节约水、电和化学药品。

(4) 保持实验室肃静、整洁。每次实验完毕应将仪器洗净,放置整齐并请教师检查。

(5) 实验数据及记录需经教师当场审阅方可离开实验室。实验报告应按期完成并交教师批阅。

(6) 轮流值日。值日时负责清扫实验室,并关闭水和电的总阀,经教师同意后再离开实验室。

第二节 化学实验室常识

1.2.1 化学实验室守则

为保持实验室环境的正常秩序,保证实验顺利进行,防止发生意外事故,必须严格遵守实验室下述规则。

(1)进入实验室首先了解实验室的各项规章制度,熟悉实验室的环境、布置、各种设施的位置,清点仪器、试剂和材料。

(2)保持实验室室内安静,集中注意,仔细观察。如实、及时地记录实验中观察到的现象和实验数据。

(3)保持实验室和实验台面的清洁,火柴、纸屑、废品等要放入废物缸内,不得丢入水槽。

(4)使用仪器要小心谨慎,若有损坏则应填写仪器损坏单,使用精密仪器时,必须严格按照操作规程进行,不得随意拆装和搬动。仪器使用完毕应及时登记并请教师检查签名。

(5)使用试剂时应注意如下事项:①按量取用,注意节约;②取用固体试剂时,注意勿使其落在实验容器外;③公用试剂要放在指定位置,不得擅自拿走,用后即放回原处,避免搞错、污染试剂;④使用试剂时要遵守正确的取用方法,注意试剂、溶剂的瓶盖不能搞错。

(6)实验完毕,洗净仪器,放回原处,整理台面,洗净双手,经指导教师同意方可离开。实验室内物品不得带出实验室。

(7)发生意外事故应保持镇静,不要惊慌失措,遇有烧伤、割伤时应立即报告指导教师,及时急救和治疗。

(8)每次实验后由值日生负责整理药品、打扫卫生,并检查水、电和门窗,以保持实验室的整洁和安全。

进行化学实验室时,首先必须在思想上高度重视安全问题,以防任何事故的发生。要做到这一点,除了要在实验前充分了解所做实验中应该注意的事项和可能出现的问题,并在实验过程中认真操作、集中注意力外,还应遵守如下守则。

(1)实验室严禁饮食、吸烟,一切化学药品禁止入口,实验完毕应洗手。

(2)使用电器设备应特别细心,切不可用湿手去开启电闸和电器开关。凡是漏电的仪器不要使用,以防触电。电源打开后,如发觉无电必须立即关闭,再进行检查。

(3)容易产生有毒气体,挥发性、刺激性毒物的实验应在通风橱内进行。

(4)一切易燃、易爆物质的操作应在远离火源的地方进行,用后把瓶塞塞紧,放在阴凉处,并尽可能在通风橱内进行。

(5)金属钾、钠应保存在煤油或石蜡中,白磷应保存在水中,取用时必须用镊子,决不能用手拿。

(6)使用强腐蚀性试剂(如浓 H_2SO_4 、浓 HNO_3 、浓碱、液溴、浓 H_2O_2 、 HF 等)时,切勿溅在衣服和皮肤上、眼睛里,取用时戴胶皮手套和防护眼镜。

(7)使用有毒试剂应严防入口内或接触伤口,实验后废液应回收,集中统一处理。

(8)用试管加热液体时,试管口不准对着自己或他人;不能俯视正在加热的液体,以免溅出的液体烫伤眼、脸;闻气体的气味时,鼻子不能直接对着瓶(管)口,而应采用扇闻的方式。

(9)决不允许将各种化学药品随意混合,以防发生意外;自行设计的实验需和教师讨论后方可进行。

(10)加热器不能直接放在木质台面或地板上,应放在石棉板、绝缘砖或水泥地板上,加热期间要有人看管。大型贵重仪器应有安全保护装置。加热后的坩埚、蒸发皿应放在石棉网或石棉板上,不能直接放在木质台面上,以防烫坏台面,引起火灾,更不能与湿物接触,以防炸裂。

化学实验室安全守则是人们长期从事化学实验工作的经验总结,是保持良好的工作环境和秩序,防止意外事故的发生,保证实验安全顺利完成的前提,人人都应严格遵守。

1.2.2 化学实验室安全知识

1. 实验室急救常识

- (1)遇有烫伤事故,可用高锰酸钾或苦味酸溶液擦洗烫伤处,再涂上凡士林或烫伤膏。
- (2)眼睛或皮肤上溅有强酸或强碱时,应立即用大量水冲洗,然后再用碳酸氢钠或硼酸溶液冲洗。
- (3)吸入氯气、氯化氢等气体时,可立即吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气解毒;若吸入硫化氢气体而感到不适或头晕时,应立即到室外呼吸新鲜空气。
- (4)被玻璃割伤时,如果伤口内有玻璃碎片,须先挑出,然后消毒并包扎。
- (5)遇到触电事故时,应首先切断电源,必要时进行人工呼吸。
- (6)对伤势较重者,应立即送医院救治。

2. 实验室消防常识

在实验室的条件下,经常要使用许多易燃物质,如乙醇、甲醇、苯、甲苯、丙酮、煤油等。这些易燃物质挥发性强,着火点低,在明火、电火花、静电放电、雷击因素的影响下极易引燃起火,造成严重损失,因此使用易燃物品时应严格遵守操作规程。在发生火灾的情况下,应针对起火原因及周围环境情况采取适宜的灭火方法进行处理。一般灭火方法主要遵循两条原则,即降低燃烧物温度,将燃烧物与空气隔绝。常用的灭火器材有水、水蒸气、酸碱式灭火器、泡沫灭火器、二氧化碳灭火器、四氯化碳灭火器等,具体适用范围见表 1-1。

表 1-1 常用灭火器介绍

灭火器类型	灭火剂成分	适用范围
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 NaHCO_3	适用于油类起火
二氧化碳灭火器	液态 CO_2	适用于扑灭忌水的火灾,如电器设备和小范围油类火灾等
酸碱式灭火器	H_2SO_4 和 NaHCO_3	非油类和非电器的一般火灾
干粉灭火器	NaHCO_3 等盐类物质与适量的润滑剂和防潮剂	适用于不能用水扑灭的火灾,如精密仪器、油类、可燃性气体、电器设备、图书文件和遇水易燃物品的初期起火
四氯化碳灭火器	液态 CCl_4	适用于扑灭电器设备和小范围的汽油、丙酮等火灾
1211 灭火器	CF_2ClBr 液化气体	特别适用于不能用水扑灭的火灾,如精密仪器、油类、有机溶剂、高压电气设备等的失火

1.2.3 化学实验室三废的处理

根据绿色化学的原则,化学实验室应尽可能选择对环境无毒无害的实验项目。对确实无法避免的实验项目若排放出废气、废液和废渣(简称三废),如果对其不加处理而任意排放,不仅污染周围空气、水源和环境,形成公害,而且三废中的有用或贵重成分未能回收,也会造成一定的经济损失。通过对三废的处理和回收,消除公害,变废为宝,综合利用,也是实验室工作的重要组成部分。

化学实验室的环境保护应该规范化、制度化,对每次产生的废气、废液和废渣均应进行处理。教师和学生要按照国家要求的排放标准进行处理,把用过的酸类、碱类和盐类等各种废液、废渣,分别倒入各自的回收容器中,再根据其特性,采取中和、吸收、燃烧、回收循环利用等方法进行处理。

1. 废气处理

实验室中凡可能产生有害废气的操作都应在有通风装置的条件下进行,如加热酸、碱溶液及产生少量有毒气体的实验室等应在通风橱中进行。绿色化学实验室的通风橱气体排放通道中均安装有吸附过滤装置,能够对废气中少量的有毒气体进行吸附后排放,应视有毒废气的产生数量定期更换滤芯,以保证处理效果。汞的操作室必须有良好的全室通风装置,其抽风口通常在墙的下部。实验室若排放毒性大且较多的气体,可参考工业上废气处理的办法,在排放之前,采用吸附、吸收、氧化、分解等方法进行预处理后,再进行无毒排放。

2. 废液处理

(1)化学实验室产生的废弃物中以废液为主,其种类繁多、组成变化大,应根据溶液的性质分别处理。废酸液可先用耐酸塑料网纱或玻璃纤维过滤,滤液加碱中和,调整 pH 值至 6~8 后排放,少量滤渣可埋于地下。

(2)废铬酸洗液可用高锰酸钾氧化法使其再生后使用。少量的废铬酸洗液可加废碱液或石灰使其生成 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 沉淀,将沉淀埋于地下即可。

(3)氰化物是剧毒物质,少量的含氰废液可先加入 NaOH 溶液调整至 $\text{pH} > 10$ 后,再加入几克高锰酸钾使 CN^- 氧化分解。大量的含氰废液可用碱性氯化法处理,即先用碱调整至 $\text{pH} > 10$,再加入次氯酸钠,使 CN^- 氧化成氰酸盐,并进一步分解为 CO_2 和 N_2 。

(4)含汞废液。若不小心将金属汞撒在实验室里,必须立即用滴管、毛笔或用在硝酸汞的酸性溶液中浸过的薄铜片收集起来用水覆盖,散落过汞的地面撒上硫黄粉或喷上 20% FeCl_3 水溶液,然后再清扫干净。如果室内的汞蒸气浓度超过 0.01 mg/m^3 ,可用碘净化,即将碘加热或自然升华,碘蒸气与空气中、吸附在墙上、地面上及器物上的汞作用生成不易挥发的碘化汞,然后彻底扫干净。

含汞盐的废液先调整 pH 值至 8~10,然后加入 Na_2S ,使其形成 HgS 沉淀。为防止形成 HgS_2^{2-} 可加入少量的 FeSO_4 使过量的 S^{2-} 与 Fe^{2+} 生成 FeS 沉淀,从而吸附 HgS 共同沉淀下来。离心分离,清液含汞量降至 $0.02 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 以下可以排放。少量残渣可埋于地下,大量残渣可用焙烧法回收汞,但注意一定要在通风橱中进行。

(5)含重金属离子的废物,最有效和最经济的方法是加碱或加 Na_2S 把重金属离子变成难溶性的氢氧化物或硫化物而沉积下来,过滤后,残渣可埋于地下。

(6)含酚废液。高浓度的酚可用乙酸乙酯萃取,低浓度含酚废液可加入次氯酸钠或漂白粉

使酚氧化成二氧化碳和水。(通常将含酚浓度在 1 g/L 以上者称为高浓度含酚废水,需要进行回收利用,含酚浓度在 1 g/L 以下者则称为低浓度含酚废水。)

3. 废渣处理

实验室产生的有害固体废渣虽然不多,但决不能将其与生活垃圾混倒。有回收价值的废渣应收集起来统一处理,回收利用;少量无回收价值的有毒废渣也应集中起来分别进行处理或深埋于离水源地较远的指定地点。

(1) 钠、钾屑及碱金属、碱土金属氢化物、氨化物:悬浮于四氢呋喃中,在搅拌下慢慢滴加乙醇或异丙醇至不再放出氢气为止,再慢慢加水澄清后冲入下水道。

(2) 硼氢化钠(钾):用甲醇溶解后,用水充分稀释,再加酸并放置,此时有剧毒硼烷产生,所以应在通风橱内进行,其废液用水稀释后冲入下水道。

(3) 酰氯、酸酐、三氯化磷、五氯化磷、氯化亚砷:在搅拌下加入大量水中冲走。五氯化二磷加水,用碱中和后冲走。

(4) 沾有铁、钴、镍铜催化剂的废纸、废塑料:变干后易燃,不能随便丢入废纸篓内,应趁未干时,深埋于地下。

(5) 重金属及其难溶盐:能回收的尽量回收,不能回收的集中起来深埋于远离水源的地下。

1.2.4 化学实验中意外事故的紧急处理

1. 火灾的处理

实验室一旦着火,应立即呼叫室内全体人员,并做到有组织、有秩序地参加灭火。首先立即拉开总电闸,熄灭所有火源,搬走着火附近任何易燃物质,并立即采取灭火措施。如使用灭火器,应将喷出口对准火焰的底部。如果衣服着火,切勿奔跑,而应在地板上打滚,因为迅速移动只会使火吹旺。邻近人员应用灭火毯等协助灭火,如果火焰尚未烧近头部也可用二氧化碳灭火器灭火,然而决不可以对人使用四氯化碳灭火器。

有机化学实验室的灭火通常采用使燃着的物质隔绝空气的办法,而不是使用水,因为有机物漂浮在水的上面扩散更快,会引起更大的火灾。所以要用砂或灭火器灭火,也可撒干燥的固体碳酸氢钠粉末。

如果电器着火,应立即切断电源,用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火,因为这些灭火剂不导电。但切忌在带电情况下用水和泡沫灭火器,因为水能导电,易使人触电。

2. 化学灼伤

与腐蚀性化学物品接触的皮肤面应立即用肥皂和水充分洗涤,然后根据化学品的性质选择合适的处置方法。轻微的灼伤者敷以灼伤油膏,严重的灼伤者应去医院作进一步的医治。

溴引起的灼伤一般都特别严重,应立即用水冲洗,10%硫代硫酸钠浸渍,敷上烫伤油膏,包扎并求诊。若眼睛受到溴蒸气的刺激,暂不能睁开时,可对着盛有酒精的瓶口注视片刻。

如果酸溅入眼睛,应擦去眼睛外面的酸,立即用水冲洗后,即到医院就诊,或再用稀碳酸氢钠溶液洗涤,最后滴入少许蓖麻油;如果碱溅入眼睛,应擦去眼睛外面的碱,立即用水冲洗,再用饱和硼酸溶液洗涤后,滴入少许蓖麻油。

3. 割伤

应先取出伤口处玻璃碎屑等异物。如为轻伤,可用生理盐水或硼酸洗液擦洗伤处,然后涂上红药水(或紫药水、碘酒),撒些消炎粉并包扎。也可在洗净的伤口处贴上创可贴,可立即止

血,且易愈合。伤势较重时,应先按紧主血管以防止大量出血,并用酒精在伤口周围清洗消毒,立即送往医院治疗。

4. 中毒

在实验中,若化学药品溅入或误入口腔,应立即用大量的水冲洗。如已进入胃中,应查明药品的毒性性质,再根据毒性的性质服用解毒药,并立即送往医院急救。

误吞强酸,先饮用大量的水,再服氢氧化铝膏、鸡蛋白;对于强碱,也要先饮用大量的水,再服醋、酸果汁、鸡蛋白。不论酸或碱中毒都需灌注牛奶,不要吃呕吐剂。

如果发生刺激性及神经性中毒,先服牛奶或鸡蛋白使之冲淡和缓解,再服用硫酸镁溶液(约 10 g 溶于 100 mL)催吐,并送往医院就诊。

吸入气体中毒者,应立即将中毒者抬至室外,解开衣领及纽扣,及时送往医院急救。

5. 触电事故的处理

当发生触电事故时应采取以下措施:①切断电源,用一个绝缘物小心地移走电线或其他接触以保护自己;戴上厚橡胶手套或绝缘手套或将手放入玻璃烧杯,推开伤者或将电源推向一边——仅使用干手杖或干毛巾是不够的;②立即开始人工呼吸;③不要过早地以僵直或僵硬作为停止人工呼吸的判断依据。尽管伤者没有恢复知觉的迹象,为使其复活所做的努力也应当持续至少 4h,或持续至医生证明已经死亡为止;④要用毛毯裹住伤者使其保持暖和。

1.2.5 思考题

(1)学习化学实验规则及化学实验室安全知识对做好实验有何意义?

(2)将浓硫酸与水混合时应注意什么?

第三节 实验记录和数据处理

1.3.1 实验记录的基本要求

在无机与分析化学实验中,真实记录实验原始数据,科学进行数据处理不但是一名化学工作者应具备的职业素质,也是分析结果准确可靠的前提。

(1)学生应有专门印制的编有页码的实验记录本,决不允许将数据记在单面纸或小纸片上,或记在书上、手掌上等。实验过程中各种测量数据及有关现象,应及时、准确地记录下来。实验后写出实验报告。

(2)记录实验数据时,要实事求是,切忌夹杂主观因素,决不能随意拼凑或伪造数据。

(3)记录实验中的测量数据时,应注意有效数字及其运算的正确表达,即记录到最末一位可疑数字为止。用万分之一天平称量时,要求记录到 0.000 1 g;常量滴定管及吸量管的读数,应记录至 0.01 mL。记录中的文字叙述部分,应尽可能简明扼要;数据记录部分,应先设计一定的表格形式,这样更为清晰、规范,具有简明、便于比较等优点。

(4)如果实验中发现数据记录有误,如测定错误、读数错误等,需要改动原始记录时,可将要改动的数据用一横线划掉,并在其上方写出正确结果,同时注明改动原因。

1.3.2 实验报告的基本要求

实验完成后,应根据预习和实验中的现象与数据记录等,及时认真地撰写实验报告。化学

实验报告一般包括以下内容。

(1) 实验编号及实验名称。

(2) 实验目的。

(3) 实验原理。简要地用文字和化学反应式加以说明。例如,对于滴定分析,通常应有标定和滴定反应方程式、基准物质和指示剂的选择及适用的酸度范围、终点现象、标定和滴定的计算公式等。对特殊仪器的实验装置,应画出实验装置图。

(4) 主要试剂和仪器。列出实验中所要使用的主要试剂和仪器,包括特殊仪器的型号及标准滴定溶液的浓度。

(5) 实验步骤。应简明扼要地写出实验步骤,可用箭头流程法表示。

(6) 数据记录与处理。应用表格将实验数据表示出来。包括测定次数、数据平均值、平均偏差、相对偏差、标准偏差、结果计算公式等。数据应使用法定计量单位。

(7) 误差分析。分析误差产生的原因,写出实验中应注意的问题及改进意见。

(8) 实验体会。包括对实验的感受、成功的经验、失败的总结。

(9) 思考题。包括解答实验教材上的思考题和对实验中的现象、产生的误差等进行讨论和分析,尽可能地结合无机及分析化学中的有关理论,以提高自己分析问题、解决问题的能力,也为以后的科学研究论文的撰写打下一定的基础。

1.3.3 定量分析结果的表达

在常规的化学分析中,通常是一个试样需要平行测定 3 次,在不超过允许的相对误差范围内,取三次测定结果的平均值。因此化学分析结果一般报告以三 3 项。

(1) 测定次数;

(2) 被测组分含量的平均值 $\bar{X}$ 或中位值 X_m ;

(3) 平均偏差 d 、相对平均偏差、标准偏差 S 、相对标准偏差 RSD 等。

这些是无机及分析化学实验中最常用的几种处理数据的表示方法。其中相对偏差是最常用的确定分析测定结果好坏的方法。

其他有关实验数据的统计学处理。例如,置信度与置信区间、是否存在显著性差异的检验及对可疑值的取舍判断等可参考有关书籍。

1.3.4 测量误差

为了巩固和加深学生对无机及分析化学基本理论和基本概念的理解,培养学生掌握实验的基本操作,学会一些基本仪器的使用和实验数据记录、处理及结果分析,无机及分析化学实验中安排有一定数量的物理常数测定实验、定量分析实验。由实验测得的数据经过计算处理得到实验结果,对实验结果的准确度通常有一定的要求。因此在实验过程中,除要选用合适的仪器和正确的操作方法外,还要学会科学地处理实验数据,以使实验结果与理论值尽可能地接近。为此,需要掌握误差和有效数字的概念,以及正确的作图法,并把它们应用于实验数据的分析和处理中。

在实验测定中,会因各种原因导致误差的产生。根据其性质的不同,可以分为系统误差和偶然误差两大类;另外,在实验中还会因人为因素出现不应产生的过失误差。

1. 系统误差

系统误差是由某种固定原因所造成的,具有重复性和单向性的特点。系统误差的大小、正负,在理论上说是可以测定的,故又称为可测误差。根据系统误差的性质和产生原因,可分为以下几类。

(1)方法误差。由实验方法本身的缺陷造成。如容量分析实验中,选择的化学反应进行不够完全、干扰离子对主反应的影响、滴定终点与化学计量点的不一致等。

(2)仪器和试剂误差。由仪器、试剂等原因带来的误差。如仪器刻度不够精确,所用的试剂纯度不够等。

(3)操作误差和主观误差。由操作者的主观原因造成。如对终点颜色的深浅把握不好;进行平行滴定的过程中,估读滴定管最后一位数字时,常想使第二份滴定结果与前一份滴定结果相吻合,有种“先入为主”的主观因素存在等。

2. 偶然误差

偶然误差是由某些难以控制的偶然原因(如测定时环境温度、湿度、气压等外界条件的微小变化、仪器性能的微小波动等)造成的,又称为随机误差。这种误差在实验中无法避免,时大、时小、时正、时负,故又称不可测误差。

偶然误差难以找到原因,似乎没有规律可言。但它遵守统计和概率理论,因此能用数理统计和概率论来处理。偶然误差从多次测量整体来看,具有下述特性。

(1)对称性。绝对值相等的正、负误差出现的概率大致相等。

(2)单峰性。绝对值小的误差出现的概率大,而绝对值大的误差出现的概率小。

(3)有界性。一定测量条件下的有限次测量中,偶然误差的绝对值在一定的范围内。

(4)抵偿性。在相同条件下对同一过程多次测量时,随着测量次数的增加,偶然误差的代数和趋于零。

因此,在实验中可以通过增加平行测定次数和采用求平均值的方法来减小偶然误差。

3. 过失误差

过失误差是一种与事实明显不符的误差;是因读错、记错或实验者的过失和实验错误所致。发生此类误差时所得实验数据应予以删除。

4. 误差的表示

误差有绝对误差和相对误差两种形式表示。前者是指测定值与真实值之差,后者是指绝对误差与真实值的百分比。即

$$\text{绝对误差} = \text{测定值} - \text{真实值} \quad (1-1)$$

$$\text{相对误差} = \frac{\text{绝对误差}}{\text{真实值}} \times 100\% \quad (1-2)$$

(1)真实值(真值)。一般来说是未知的,在实验中通常用多次测量的平均值代替真值。

(2)理论值。如一些理论设计值、理论公式表达值等。

(3)计量学约定值。如国际计量大会上确定的长度、质量、物质的量等。

(4)相对值。精度高一个数量级的测量值作为低一级测量值的真值,如实验中用到的一些标准试样中组分的含量等。

绝对误差和相对误差都有正、负,正值表示测量结果偏高,负值则表示测量结果偏低。