



全国高等农林院校“十三五”规划教材

无机及 分析化学实验

栾国有 刘俊渤 赵成爱 主编

 中国农业出版社

非
外
借

全国高等农林院校“十三五”规划教材

主 编 梁国有 刘俊渤 赵成爱

副主编 程志坚 于晓波 黄艳玲

参编 杨桂霞 梅竹林 吕晓丽

无机及分析化学实验

参 编 于海玲 郑 梅 赵欣宇

参编 黄雨霏 马天亮 申凤善

梁国有 刘俊渤 赵成爱 主编

于立红

主 审 梁成超

常州大学图书馆
藏书章

中国农业出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

无机及分析化学实验 / 栾国有, 刘俊渤, 赵成爱主
编. —北京: 中国农业出版社, 2016. 10
全国高等农林院校“十三五”规划教材
ISBN 978-7-109-21791-1

I. ①无… II. ①栾… ②刘… ③赵… 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. ①O61-33②O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 171823 号

中国农业出版社出版

(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)

(邮政编码 100125)

责任编辑 曾丹霞

北京中兴印刷有限公司印刷 新华书店北京发行所发行
2016 年 10 月第 1 版 2016 年 10 月北京第 1 次印刷

开本: 787mm×1092mm 1/16 印张: 13.5

字数: 320 千字

定价: 27.50 元

(凡本版图书出现印刷、装订错误, 请向出版社发行部调换)

主 编	栾国有	刘俊渤	赵成爱
副主编	程志强	于晓斌	司艳玲
	杨桂霞	范海林	吕晓丽
	王大鹏	梁大栋	曲 楠
	高 波	唐珊珊	常海波
参 编	于海玲	郑 冉	赵欣宇
	崔丽影	马天亮	申凤善
	刘衣南	白靖文	姜 辉
	于立红		
主 审	康立娟		

前言

无机及分析化学实验是高等农林院校农、理、工等各个专业的重要基础课之一，与无机及分析化学理论配套。高等教育大众化的推进和社会发展对人才的需要，以及教育理念的更新和各高等农林院校的办学规模、专业结构、培养定位的调整，给无机及分析化学实验课程带来了新的问题、新的思考及新的挑战。

本教材内容包括绪论、化学实验基础知识、定量分析实验仪器和基本操作、定量分析基本操作实验、酸碱滴定、配位滴定、氧化还原滴定、沉淀滴定、重量分析法、仪器分析、综合性实验和演示实验、无机及分析化学实验数据处理方法及附录，可基本满足高等农林院校现阶段各专业人才培养的需要。本教材编写时，以培养科学精神为导向，首先注重实验基本技能与操作的培养与训练，坚持理论联系实际，紧密联系生产和实际生活的原则；其次注重理论与实验的衔接，知识掌握和能力培养的有机结合，以及实验技术与方法的前沿；同时内容安排力求做到循序渐进，扩大应用领域，多专业共用与知识更新，有利于学生综合素质的提升和科学思维方法与创新能力的培养。所以本教材既可作为高等农林院校相关专业的教材，也可作为从事化学分析的科研人员的参考书。

参加本教材编写的单位和人员有：吉林农业大学栾国有、刘俊渤、赵成爱、程志强、于晓斌、司艳玲、杨桂霞、范海林、吕晓丽、王大鹏、梁大栋、曲楠、高波、唐珊珊、常海波、于海玲、郑冉、赵欣宇、崔丽影、马天亮，延边大学申凤善，沈阳农业大学刘衣南，东北农业大学白靖文，吉林农业科技学院姜辉，黑龙江八一农垦大学于立红。全书由吉林农业大学栾国有教授统稿和定稿，康立娟教授主审。

由于编者水平有限，书中难免有不妥之处，敬请读者批评指正。

编者

2016年3月

目 录

前言

绪论 1

第一篇 无机及分析化学实验基础知识和基本操作

第一章 化学实验基础知识	5
第一节 化学实验的要求	5
第二节 玻璃仪器的洗涤与干燥	8
第三节 纯水的制备和检查	9
第四节 化学试剂规格	14
第五节 溶液的浓度和溶液的配制	15
第六节 实验常用仪器介绍	17
第二章 定量分析实验仪器和基本操作	24
第一节 分析天平	24
第二节 滴定分析仪器与基本操作	27
第三节 重量分析法	38
第四节 吸光光度法常用仪器及基本操作	45
第五节 几种电位分析仪的使用	50
第六节 定量分析中的分离操作技术	58
第三章 定量分析基本操作实验	62
第一节 分析天平称量及滴定分析基本操作	62
第二节 分析天平称量练习	62
第三节 滴定分析基本操作练习	64
第四节 容量仪器的校准	65
第五节 重量分析基本操作	68
第六节 分光光度法基本操作	68

第二篇 实验部分

第四章 酸碱滴定	69
第一节 酸碱标准溶液的配制和比较滴定	69

第二节	食用白醋中乙酸浓度的测定	71
第三节	工业纯碱总碱度的测定	73
第四节	有机酸摩尔质量的测定	75
第五节	硫酸铵肥料中含氮量的测定(甲醛法)	77
第六节	蛋壳中碳酸钙含量的测定	79
第七节	饼干中 Na_2CO_3 与 NaHCO_3 含量的测定	80
第八节	设计性实验初步训练	82
第五章	配位滴定	84
第一节	EDTA 的标定和自来水总硬度的测定	84
第二节	铅、铋溶液中铅、铋含量的连续测定	87
第三节	铁、铝含量的连续测定	89
第四节	钙试剂中钙含量的测定	92
第五节	铝合金中铝含量的测定	94
第六节	胃舒平药片中铝和镁的测定	96
第七节	设计性实验初步训练	98
第六章	氧化还原滴定	100
第一节	水样中化学需氧量(COD)的测定($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 法)	100
第二节	亚铁盐中铁含量的测定(重铬酸钾法)	102
第三节	饲料中钙含量的测定(高锰酸钾法)	104
第四节	间接碘量法测定胆矾中铜含量	107
第五节	水果中抗坏血酸(维生素 C)含量的测定	109
第六节	注射液中葡萄糖含量的测定	111
第七节	氧化还原滴定法测定紫菜中的碘	113
第八节	溴酸钾法测定苯酚	115
第九节	设计性实验初步训练	117
第七章	沉淀滴定	119
第一节	低钠盐中氯含量的测定(莫尔法)	119
第二节	酱油中 NaCl 含量的测定(佛尔哈德法)	121
第三节	碘化物纯度的测定(法扬斯法)	123
第四节	设计性实验初步训练	125
第八章	重量分析法	127
第一节	氯化钡中钡含量的测定	127
第二节	硫酸镍中镍含量的测定	129
第三节	设计性实验初步训练	132
第九章	仪器分析	133
第一节	吸光光度法测定铁	133
第二节	吸光光度法测定水和废水中总磷	137
第三节	紫外光谱法测定蒽醌含量	141
第四节	原子吸收分光光度法测定水中微量铜	144

第五节 有机化合物的红外光谱测定	146
第六节 苹果梨总酸度的测定(电位滴定法)	149
第七节 水中氟含量的测定(离子选择性电极法)	151
第八节 电位滴定法连续测定混合物中氯和碘的含量	153
第九节 设计性实验初步训练	156
第十章 综合性实验和演示实验	158
第一节 粗食盐的提纯	158
第二节 五水硫酸铜的制备与提纯	160
第三节 酸碱解离平衡	162
第四节 沉淀溶解平衡	166
第五节 醋酸解离度和解离常数的测定	168
第六节 碘酸铜溶度积的测定	170
第七节 胶体的性质	172
第八节 凝固点下降法测萘的相对分子质量	175
第九节 三草酸根合铁(Ⅲ)酸钾的制备及其化学式的确定	177
第十节 稀溶液的通性	179
第十一章 无机及分析化学实验数据处理方法	183
第一节 Excel 在实验数据回归分析中的应用	183
第二节 Excel 在滴定分析中的应用	185
第三节 运用 Excel 软件处理总磷检测中的实验数据	187
附录	191
一、常用的量、单位名称和符号	191
二、常用酸碱的密度和浓度	191
三、常用的指示剂	191
四、常见配离子的稳定常数	194
五、常见弱酸、弱碱的解离常数	195
六、常用试剂的配制	196
七、标准电极电势表(298 K)	197
八、常见难溶电解质的溶度积常数	199
九、相对原子质量表	200
十、常用化合物的相对分子质量	201
主要参考文献	204

绪 论

一、无机及分析化学实验课程的性质、任务和作用

无机及分析化学实验是无机及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、教学内容和教学方法。

本门课程的任务是加深对无机化学和分析化学基础理论与基本知识的理解,正确和熟练地掌握化学实验的基本知识与基本操作,提高学生观察问题、分析问题和解决问题的能力,培养学生良好的实验习惯、严谨的科学态度和工作作风,及进一步获取知识的能力和创新思维的习惯,最终能运用化学实验的基本理论和操作技术独立完成测试分析任务,为学习后续课程和将来从事科学研究工作打下良好的基础。

无机及分析化学实验是化工、材料、医药、食品、水产、畜产品加工及环境等研究工作中不可缺少的检测方法,该课程也是一门与国民经济紧密相连并为国民经济服务的重要课程。

二、无机及分析化学实验课程的目的和基本要求

1. 课程的目的 无机及分析化学是一门实践性很强的学科,学好无机及分析化学不仅要掌握其分析原理及测定方法,同时还要掌握无机及分析实验的操作技术。因此,无机及分析化学实验中通过每一个具体实验的学习和操作,应达到以下目的:

(1)能够运用所学的分析化学理论知识指导实验,同时,通过化学实验进一步理解和掌握无机及分析化学的原理及分析方法,做到融会贯通。

(2)熟练地掌握化学实验中常用仪器的使用方法,学习并掌握重要实验的分析方法。

(3)了解并掌握实验条件、试剂用量等因素对分析结果的影响,确立“量”“相对误差”和“有效数字”等概念,学会正确、合理地选择实验条件和实验仪器,掌握正确的实验数据处理方法,以确保分析结果的准确性。

(4)通过设计实验方案,训练和培养学生学习知识和运用知识的能力,及独立分析问题和解决问题的能力。

(5)培养学生严谨的科学作风和良好的实验素养,激发学生探索精神。

2. 课程的基本要求 实验过程是学生手脑并用的实践过程,为了通过训练达到熟练掌握基本操作技术,并能完成实际分析任务的目的,对学习本门课程提出以下要求:

(1)实验课开始前,应认真阅读实验室规则,了解实验室安全常识,了解化学药品的保管和注意事项,了解实验室事故的一般处理方法,了解消防设施和安全通道的位置等。

(2)要做好实验课前预习。做到明确实验目的,理解实验原理,熟悉实验步骤及实验中的相关问题,完成好预习报告。未预习者不能进行实验。

(3)在实验过程中,要注意不断修正自己的操作,使实验操作规范化,提高实验技能。同时,要积极思考实验每一步操作的目的,要知其然,也要知其所以然。

(4)自觉遵守实验室规则,保持实验室整洁、安静和仪器安置有序,注意节约使用试剂和蒸馏水,尤其要注意安全。实验中损坏和丢失的仪器要及时向实验教师报告、登记领取,并按有关规定进行一定的赔偿。

(5)实验完毕后,要及时洗涤、清理仪器,切断(或关闭)电源,关闭水阀等,清扫实验室卫生。

(6)所有实验数据,尤其是各种测量的原始数据,必须随时记录在实验记录本上,不得随意涂改原始实验数据。

(7)对实验所得的结果和数据,要及时进行整理、计算和分析,认真书写实验报告。

(8)增强环境保护意识。实验产生的废液、废物要进行无害化处理后方可排放,或放在指定的废物收集器中,统一处理。

三、无机及分析化学实验课程的知识、能力与素养要求

本实验课程按照从易到难、循序渐进的原则安排实验教学进度,从基本操作训练入手,逐渐提高学生的动手能力和分析能力。

1. 课程的知识 本教材介绍了无机及分析化学实验基础知识、定量分析实验仪器和基本操作、定量分析基本操作训练、酸碱滴定、配位滴定、氧化还原滴定、沉淀滴定、重量分析法、仪器分析、综合性与设计性实验及分析化学实验数据处理方法等。基于高等教育对人才培养的一级学科架构体系,本课程以规范的操作技术训练为核心,注重化学实验基本知识与基本操作技能的培养,使学生知识、能力与素质协调发展。教材中的设计性实验,旨在使学生能够运用学过的定量化学分析知识和操作技能解决生产生活中的实际问题,提高知识的运用能力、分析问题和解决问题的能力;而综合性实验,旨在使学生所学的基本理论知识和基本技能得到全面的运用和训练,能独立完成分析测试任务。

2. 课程能力和素养要求 培养学生的动手能力、理论联系实际的能力、统筹思维能力、创新能力、独立分析解决实际问题的能力、查阅手册资料并运用其数据资料的能力以及归纳总结(实验报告)的能力等。

在实验中使学生养成严谨、细致、实事求是的科学精神,良好的实验习惯(操作认真、规范,记录简明,台面整洁、有序,良好的节约、环保等方面的意识)及协作精神等。

四、化学实验室“三废”的环保处理

随着全球保护环境趋势的加强,实验室“三废”的排放及其污染问题越来越引起社会的关注。为了防止实验室“三废”污染危害环境,维护环境和公共安全,保障人民身体健康,同时也为了确保实验人员的人身安全,维护实验室基础设施,很有必要对实验室“三废”进行无害化处理。

在化学实验室中会产生各种有毒的废气、废液和废渣,其中有些是剧毒物质和致癌物质,如果直接排放和抛弃,就会污染环境,造成公害,而且“三废”中的贵重和有用的成分得不到回收,在经济上也是损失。所以尽管实验过程中产生的废气、废液、废渣少而且成分复杂,仍须经过必要的处理。实验室“三废”的处理应做到以下几点。

1. 废气的处理 当做有少量有毒气体产生的实验时,可以在通风橱中进行。通过排风设备把有毒废气排到室外,利用室外的大量空气来稀释有毒废气。

如果做有较大量有毒气体产生的实验时,应该安装气体吸收装置来吸收这些气体,然后进行处理。例如 HF 、 SO_2 、 H_2S 、 NO_2 、 Cl_2 等酸性气体,可以用 NaOH 水溶液吸收后排放;碱性气体如 NH_3 等用酸溶液吸收后排放; CO 可点燃转化为 CO_2 气体后排放。

对于个别毒性很大或排放量大的废气,可参考工业废气处理方法,用吸附、吸收、氧化、分解等方法进行处理。

2. 废液的处理 化学实验室的废液在排入下水道之前,应经过中和及净化处理。

(1)废酸和废碱溶液 经过中和处理,使 pH 在 $6\sim 8$ 范围内,并用大量水稀释后方可排放。

(2)含镉废液 加入消石灰等碱性试剂,使所含的金属离子形成氢氧化物沉淀而除去。

(3)含六价铬化合物的废液 在铬酸废液中,加入 FeSO_4 、 Na_2SO_3 ,使其变成三价铬后再加入 NaOH (或 Na_2CO_3)等碱性试剂,调节溶液 pH 在 $6\sim 8$,使三价铬形成 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 沉淀除去。

(4)含氰化物的废液 氰化物不能接触酸,因会产生 HCN (剧毒)。氰化物废液用碱性亚铁盐处理(每 200 mL 废液中加入 25 mL 质量分数为 0.10 的碳酸钠及 25 mL 质量分数为 0.35 的 FeSO_4 溶液搅匀),使其转化为 $\text{Fe}(\text{CN})_2$ 沉淀除去。

(5)汞及汞的化合物废液 若不小心将汞散落在实验室内,必须立即用吸管、毛笔或硝酸汞酸性溶液浸过的薄铜片将所有的汞滴拣起,收集于适当的瓶中,用水覆盖起来。散落过汞的地面应撒上硫黄粉,覆盖一段时间,使残余的汞生成硫化汞后,再设法扫净,也可喷上质量分数为 0.20 的 FeCl_3 溶液,让其自行干燥后再清扫干净。处理少量含汞废液时,可在含汞废液中加入 Na_2S ,使其生成难溶的 HgS 沉淀。

(6)含铅盐及重金属的废液 可在废液中加入 Na_2S 或 NaOH ,使铅盐及重金属离子生成难溶性的硫化物或氢氧化物而除去。

(7)含砷及其化合物的废液 在废液中加入 FeSO_4 ,然后用 NaOH 调节溶液 pH 至 9 ,砷化合物和 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 与难溶性的 Na_3AsO_3 或 Na_3AsO_4 产生共沉淀,经过滤除去。另外,还可在废液中加入 H_2S 或 Na_2S ,使其生成 As_2S_3 沉淀而除去。

3. 废渣的处理 有毒的废渣应深埋在指定的地点,如有毒的废渣能溶解于地下水,会混入饮水中,所以不能未经处理就深埋。有回收价值的废渣应该回收利用。

五、无机及分析化学实验的学习方法

(1)实验前要通读实验内容,了解实验的目的与要求,理解实验原理与测定方法,熟悉实验步骤,对实验结果的计算也要弄清楚其含义,并按老师要求写好预习报告。

(2)实验中要遵守实验操作规程,认真操作,仔细观察,如实记录,同时要注意实验安全。

(3)实验后要先将数据交老师审阅,然后分析整理实验数据并进行相关计算,完成实验报告。掌握化学实验的学习方法是学好理论知识与实验技能的重要途径。

六、实验数据记录与实验报告

1. 实验数据的记录

(1)学生应有专门的实验记录本,并标上页码数,不得撕去其中任何一页。也不允许将数据记在单页纸片上,或随意记在其他地方。

(2)实验记录上要写明日期、实验名称、测定次数、实验数据及分析人。

(3)记录应及时,准确清楚。记录数据时要实事求是,要有严谨的科学态度,切忌夹杂主观因素,绝不能随意拼凑和伪造数据。实验过程中涉及特殊仪器的型号和标准溶液的浓度、室温等,也应及时准确地记录下来。

(4)实验过程中记录测量数据时,其数字的准确度应与分析仪器的准确度相一致。如用万分之一分析天平称量时,要求记录至 0.000 1 g;常量滴定管和吸量管的读数应记录至 0.01 mL。

(5)实验记录上的每一个数据都是测量结果。平行测定时,即使得到完全相同的数据也应如实记录下来。

(6)在实验过程中,如发现数据中有记错、测错或读错而需要改动之处,可将要改动的数据用一横线划去,并在其上方写出正确的数字。

(7)实验结束后,应该对记录是否正确、合理、齐全,平行测定结果是否超差,是否需要重新测定等进行核对。

2. 实验报告 实验报告是总结实验情况、分析实验中出现的問題、归纳总结实验结果、提高学习能力不可缺少的环节。书写完整、规范的实验报告,是一名分析人员必须具备的能力和基本功,是信息加工能力的表现。因此,实验结束后,要及时地按要求完成实验报告。

实验报告要求书写用语科学规范,字迹清晰,内容完整,页面设计美观,注意不断提高实验报告书写的质量。同时将实验的思考题、对实验结果的分析及体会一并写入实验报告中。实验报告的内容如下:

(1)实验名称及实验日期。

(2)实验目的。

(3)实验原理 例如滴定分析实验应包括滴定反应式、测定方法、测定条件、化学计量点的 pH、指示剂的选择及使用的范围、终点现象。实验原理部分既要简捷又不能遗漏。

(4)试剂及仪器 包括特殊仪器的型号及标准溶液的浓度。

(5)实验步骤 实验步骤的描述,要按操作的先后顺序,也可用箭头流程法表示。

(6)实验数据及处理 采用列表法处理实验数据更为清晰、规范。列表法具有简明、便于比较等优点,滴定分析法常用此法。包括测定次数、数据、平均值、偏差、结果计算式等内容。涉及的实验数据应使用法定计量单位。

(7)实验误差分析 分析误差产生的原因、实验中应注意的问题及某些改进措施。

(8)体会 即对实验的感受。

(9)实验思考题 为促进学生对实验原理和方法的掌握,培养其分析问题和解决问题的能力,对预习中思考的问题及教材中的思考题,一并做出回答,写入实验报告中。同时便于教师了解学生学习情况,及时解决学习中出现的问题。

第一篇

无机及分析化学实验基础知识和基本操作

第一章 化学实验基础知识

第一节 化学实验的要求

一、化学实验规则

为加强实验室的管理,保证实验教学的秩序,培养学生良好的实验习惯,确保实验教学质量与实验教学顺利进行,学生必须严格遵守以下实验规则:

- (1)实验前应制订实验工作计划,安排实验程序,认真预习实验。
- (2)严格遵守实验操作规程,确保实验顺利、安全。
- (3)遵守实验纪律,不迟到,不早退,未经教师许可不得擅自离开实验室,始终保持室内肃静。
- (4)使用水、电、煤气、药品既要注意节约,又要保证测定准确。爱护仪器,损坏仪器应适当赔偿。
- (5)实验过程中,随时注意保持实验台面及实验室整齐清洁。公用药品和仪器,用毕及时放回原处,以免妨碍他人使用。
- (6)实验过程中应仔细观察,将实验现象和数据如实记在实验记录本上。根据原始记录,认真分析问题,处理问题,及时完成实验报告。
- (7)对实验内容和安排不合理的地方可提出改进意见。对实验中的现象(包括反常现象)应认真进行讨论,提倡各抒己见,做到生动与主动地学习。
- (8)养成做好实验结束工作的良好习惯。每次实验结束后,必须将所用的试剂及仪器复原,清洗好用过的器皿,整理好台面,经老师同意后方可离开实验室。值日生要认真打扫实验室卫生,关好门窗,检查水电等。

二、化学实验室安全制度

在实验中经常使用有腐蚀性、有毒、易燃、易爆的各类试剂,使用易破损的玻璃仪器及各种电器设备等,为保证操作人员的人身安全和实验操作正常进行,必须了解和遵守以下实验室安全制度:

- (1)对剧毒性药品,必须制定保管使用制度,必须与一般药品分开,设专柜并加锁由专人负责保管。毒品散落时应立即收拾起来,把散落过毒品的桌子或地板擦净。
- (2)实验室内严禁饮食、吸烟,一切化学药品禁止入口。使用移液管或吸量管时,应用

吸耳球吸取试液，勿用嘴吸。实验完毕应洗手。水、电、煤气灯使用完毕，应立即关闭。离开实验室时，应仔细检查水、电、煤气、门窗是否均已关好。

(3)使用煤气灯时，应先将空气孔调小，再点燃火柴，然后一边打开煤气开关，一边点火。不允许先开煤气灯开关，再点燃火柴。点燃煤气灯后，应调节好灯焰。用毕及时关闭。

(4)使用电器设备时，必须特别小心，不可用湿手去开启电器开关，凡是漏电的仪器不要使用，以免触电，并应及时请专人修理。

(5)浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性，切勿溅在皮肤和衣服上。使用浓硝酸、浓硫酸、浓盐酸、浓高氯酸、浓氨水等时，均应在通风橱中操作，绝不允许在实验室加热。如不小心溅到皮肤和眼内，应立即用水冲洗，然后用质量分数为 0.05 的碳酸氢钠溶液(酸腐蚀时采用)或质量分数为 0.05 的硼酸溶液(碱腐蚀时采用)冲洗，最后用水冲洗。

(6)使用乙醇、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时，一定要远离火焰和热源。使用后将试剂瓶盖严，置阴凉处保存。低沸点的有机溶剂不能直接在火焰上或其他热源上加热，而应在水浴上加热。

(7)汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品，使用时应特别小心，严防进入口内或接触伤口，用后的药品或废液严禁直接倒入下水道或废液桶中，要倒入回收瓶中，并及时处理。处理有毒药品时，要戴护目镜和橡皮手套。

(8)电子天平、722 型分光光度计、酸度计等精密仪器，使用时应登记，并严格按操作规程进行操作。仪器使用完毕，拔下电源插头，将仪器各部分旋钮恢复到原来位置。

(9)如发生烫伤，可在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤软膏。严重者应立即送医院治疗。实验室发生火灾时，应根据起火原因进行针对性地灭火。

(10)废酸和废碱应倒入废液缸内，中和后倒入水槽中，以免腐蚀下水道。

三、实验室防火与灭火常识

1. 防火常识

(1)应充分做好实验前的准备。熟悉实验内容，掌握实验步骤。进行实验时，严格按实验规程操作，防止因不规范操作造成火灾。

(2)服从实验指导教师的指导，严格遵守实验室纪律，禁止在实验室玩耍、打闹，防止打破仪器设备酿成火灾。

(3)严禁携带任何火种和其他与实验无关的易燃易爆物品进入实验室，减少实验室致灾因素。

(4)同时使用多台较大功率的电器时，要注意线路电闸的承受能力，正在使用的电器不准接近可燃物。

(5)详细掌握所处实验室内药品的化学特性，操作、倾倒易燃液体时，应远离火源。加热易燃液体必须在水浴上进行，严禁用火焰或电炉直接加热。

(6)易燃液体的废液应设置专门容器收集，严禁倒入下水道，以免引起爆炸事故。

(7)实验进行中，实验人员必须坚守岗位，不得擅自离开实验室，严禁使用与实验无关的用电设备，并且做到人走电断。

(8)实验室内为了实验临时拉用的电器线路应符合安全要求。

(9)实验室工作人员对配备的各类灭火器材，应做到懂性能，会使用，对存在事故隐患

的各种情况要及时上报。

2. 灭火常识 灭火原则：移去或隔绝燃料的来源，隔绝空气(氧气)、降低温度。对不同物质引起的火灾，采取不同的扑救方法。

(1) 实验室灭火的紧急措施

① 防止火势蔓延 首先切断电源、熄灭所有加热设备，而后快速移去附近的可燃物，关闭通风装置、减少空气流通。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。

② 立即扑灭火焰 设法隔断空气，使温度下降到可燃物的着火点以下。常用的灭火措施要根据火灾的轻重、燃烧物的性质、周围环境和现有条件进行选择。酒精及其他可溶于水的液体着火时，可用水灭火；汽油、乙醚等有机溶剂着火时，用防火沙扑灭，此时绝不能用水，否则会扩大燃烧面；导线或电器着火时，不能用水和二氧化碳灭火器，而应首先切断电源，用四氯化碳灭火器灭火；仪器着火时，应用 1211 灭火器灭火；衣服着火时，切忌奔跑，而应就地躺下滚动，这样一方面可压熄火焰，另一方面也可避免火烧到头部。

(2) 实验室灭火注意事项

① 能与水发生猛烈作用的物质失火时，不能用水灭火，如金属钠、五氧化二磷、过氧化物等，对于这些物质小范围燃烧可用防火沙覆盖。

② 回流加热时，如因冷凝管效果不好，易燃蒸气在冷凝管顶端着火，应先切断加热源，再行扑救。绝对不可用塞子或其他物品堵住冷凝管。

③ 若敞口的器皿中发生燃烧，应尽快先切断加热源，设法盖住器皿口，隔绝空气使火熄灭。

④ 扑灭产生有毒蒸气的火情时，要特别注意防毒。

四、实验室安全用电常识

违章用电常常可能造成人身伤亡、火灾、损坏仪器设备等严重事故。化学实验室使用的电器较多，特别要注意安全用电。为了保障人身安全，一定要遵守实验室安全规则。

1. 防止触电

(1) 不用潮湿的手接触电器。

(2) 电源裸露部分应有绝缘装置(例如电线接头处应裹上绝缘胶布)。

(3) 所有电器的金属外壳都应保护接地。

(4) 实验时，应先连接好电路后才接通电源。实验结束时，先切断电源再拆线路。

(5) 修理或安装电器时，应先切断电源。

(6) 如有人触电，应迅速切断电源，然后进行抢救。

2. 防止引起火灾

(1) 使用的保险丝要与实验室允许的用电量相符。

(2) 电线的安全通电量应大于用电功率。

(3) 室内若有氢气、煤气等易燃易爆气体，应避免产生电火花。电器接触点(如电插头)接触不良时，应及时修理或更换。

(4) 如遇电线起火，立即切断电源，用四氯化碳灭火器灭火，禁止用水或泡沫灭火器等导电液体灭火。

3. 防止短路

- (1) 线路中各接点应牢固, 电路元件两端接头不要互相接触, 以防短路。
- (2) 电线、电器不要被水淋湿或浸在导电液体中。

第二节 玻璃仪器的洗涤与干燥

一、玻璃仪器的洗涤

玻璃仪器是否洗净, 对实验结果的准确度和精密度有直接影响。因此, 洗涤玻璃仪器是化学实验工作中的一个重要环节。洗涤玻璃仪器时, 要求掌握洗涤的一般步骤、方法、洗净标准、洗涤剂种类与使用范围等。

1. 玻璃仪器的洗涤方法

(1) 新玻璃仪器的洗涤方法 新购置的玻璃仪器含游离碱较多, 最好先在质量分数为 0.02 的盐酸溶液内浸泡一段时间后, 再用自来水冲洗干净。玻璃仪器经洗涤后, 若内壁的水是均匀分布成一薄层, 表示完全洗净, 至此再用少许蒸馏水冲洗 2~3 次, 洗去自来水带来的杂质, 即可使用。

(2) 使用过的玻璃仪器的洗涤方法 对于水溶性污物, 先用毛刷蘸水刷洗仪器, 再用自来水冲去可溶性物质及表面黏附的灰尘, 也可以直接用自来水冲洗, 然后再用蒸馏水冲洗 2~3 次即可。当沾有的污物用水洗不掉时, 要根据污物的性质选用不同的洗涤剂洗涤, 才能有效地洗净仪器。

2. 常用洗涤剂及使用范围 针对玻璃仪器沾污物的性质, 实验室常用去污粉、洗衣粉、铬酸洗液、酸性或碱性洗液、盐酸-乙醇洗液及有机溶剂等洗涤玻璃仪器。洗涤时, 先将待清洗玻璃仪器用自来水冲洗一遍, 尽量将附着在仪器上的水控净, 然后再用适量的洗涤剂浸泡。

(1) 肥皂、皂液、去污粉、洗衣粉等洗涤剂常用于能用毛刷直接刷洗的玻璃仪器。洗涤剂直接刷洗如烧杯、锥形瓶、试剂瓶等形状简单的仪器, 毛刷可以刷到的仪器, 大部分是分析测定中用的非计量仪器。

(2) 洗液(酸性或碱性)多用于不使用毛刷或不能用毛刷洗刷的仪器, 如滴定管、移液管、容量瓶、比色管、比色皿等和计量有关的仪器。碱性物质及大多数无机盐类可用稀 HCl 洗液, 而 KMnO_4 沾污留下的 MnO_2 污物可用草酸洗液洗净。

(3) 针对污物的类型不同, 可选用不同的有机溶剂洗涤, 如苯、二甲苯、氯仿、乙酸乙酯等。如果要除去已洗净玻璃仪器上带的水分可以用乙醇、丙酮, 最后再用乙醚。

常用洗涤剂的配制、用途及使用注意事项见表 1-1。

3. 检查 玻璃仪器经过洗刷或浸泡后, 用少量水淋洗一下, 然后将水倒出并将仪器倒立, 如果仪器透明, 器壁不挂水珠, 则表示仪器已经洗干净, 否则要重新洗涤, 洗净的仪器再用去离子水或蒸馏水淋洗 3 次。已经洗净的仪器不能再布或纸擦拭, 否则布或纸的纤维会沾污仪器。

需要说明的是, 分析实验中经常使用各种量器, 如滴定管、移液管、容量瓶等, 这些量器不能使用去污粉洗涤。因为去污粉由碳酸钠、白土和细沙混合而成, 如果用刷子蘸取洗刷会磨损量器内壁。若量器内壁沾有油脂性污物用自来水冲洗不干净时, 可选用合适的洗涤剂

表 1-1 几种常用洗涤剂

洗涤剂及其配制方法	用 途	备 注
合成洗涤剂：将市售的洗衣液、洗衣粉及餐具洗涤剂等配制为质量分数为 0.01~0.05 的水溶液	用于去除少量油污，必要时可加热或短时间浸泡	(1) 洗液可反复使用，当溶液由红棕色变为绿色时，洗液已经失效 (2) 铬有毒，用完的洗液不能倒掉，应统一处理 (3) 洗液腐蚀性很强，使用时应特别小心，避免溅到皮肤、衣物、实验台及地面上
铬酸洗液：称取 25 g 化学纯 $K_2Cr_2O_7$ 置于烧杯中，加 50 mL 水加热溶解，降至室温，然后一边搅拌一边慢慢沿着烧杯壁加入 450 mL 工业 H_2SO_4 ，冷却后转移到具玻璃塞的细口瓶中保存	用于去除油污	
工业盐酸(1:1)	用于去除碱性物质和无机物残渣	
碱性溶液：质量分数为 0.10 的 NaOH 水溶液	用于去除油污，加热时洗涤效果更好	长时间加热腐蚀玻璃
草酸洗液：将 5.0~10.0 g 草酸溶于 100 mL 水中，加入少量浓盐酸	用于去除 Mn、Fe 等氧化物	加热时洗涤效果更好
盐酸-乙醇洗液：将化学纯的盐酸与乙醇以 1:2 的体积比混合	用于洗涤被染色的比色皿、比色管及吸量管等	

洗涤，必要时可将洗涤剂预先加热并浸泡一段时间再进行洗涤。滴定管等量器不宜使用强碱性洗涤剂，避免玻璃受腐蚀而影响量器的精度。合成洗涤剂高效、低毒，既能溶解油污，又能溶于水，对玻璃仪器的腐蚀性小，不会损坏玻璃，是洗涤玻璃仪器的最佳选择。

二、玻璃仪器的干燥

1. 不加热方法干燥玻璃仪器

- (1) 晾干 洗净的玻璃仪器可倒置于干净的实验柜内或仪器干燥架上，让其自然晾干。
- (2) 吹干 将仪器倒置，用吹风机将玻璃仪器吹干。
- (3) 用有机溶剂干燥 有些有机溶剂可以和水相溶，最常用的是酒精，在玻璃仪器内加入少量酒精，将玻璃仪器倾斜转动，器壁上的水即与酒精混合，然后倾出酒精和水。留在仪器内的酒精很快挥发而使仪器干燥。

2. 加热方法干燥玻璃仪器

- (1) 烘干 洗净的玻璃仪器一般放在玻璃仪器气流烘干机上烘干，也可以放入恒温箱内烘干，放置仪器时应注意平放或使仪器口朝下。
- (2) 烤干 烧杯或蒸发皿可置于石棉网上用火烤干。

需要注意的是，带有刻度的玻璃仪器不能用加热的方法进行干燥，加热会影响这些仪器的精密度，也可能造成破裂。

第三节 纯水的制备和检查

分析实验需要纯水。分析方法和分析项目不同，所要求水的纯度也不同。使用不合乎纯