

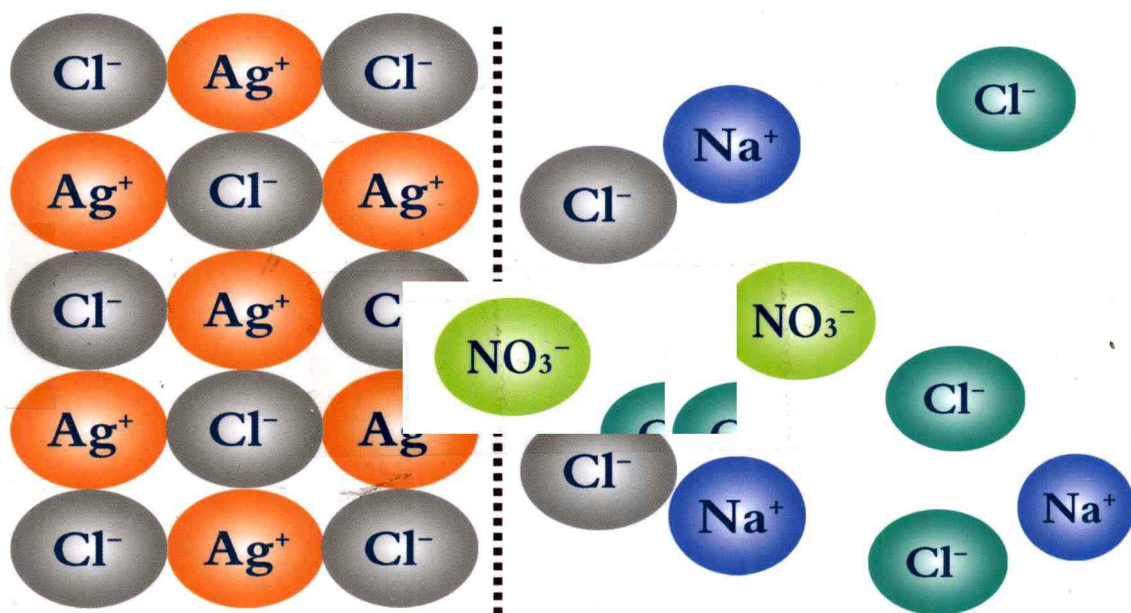
中国科学技术大学
化学实验系列教材

FENXI HUAXUE SHIYAN

分析化学实验

金 谷 姚奇志 江万权 胡祥余 李 娇 编著

中国科学技术大学出版社

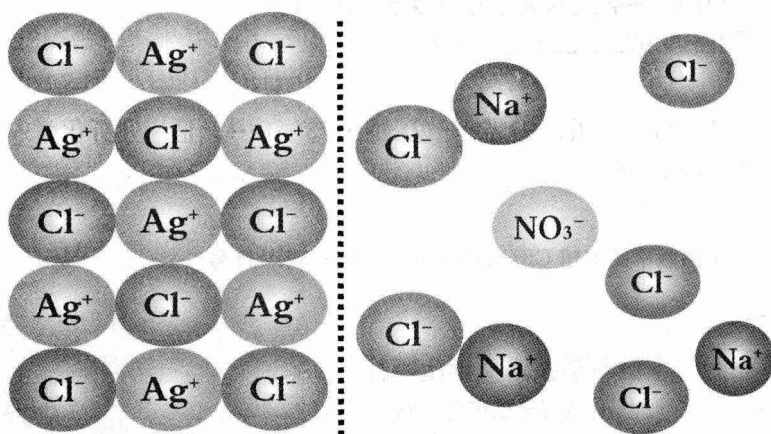


中国科
化学实验系列教材

FENXI HUAXUE
SHIYAN

分析化学实验

金 谷 姚奇志 江万权 胡祥余 李 娇 编著



中国科学技术大学出版社

内 容 简 介

本书系统地介绍了分析化学实验室的安全操作、意外事故的急救处理、剧毒和强腐蚀性物质的安全使用等一系列有关分析化学实验室的基本知识。详细地介绍了分析天平及称量、滴定分析和重量分析的基本操作技术及基本知识,气体、液体、固体试样的采样及试样制备和分解,试剂的选择和溶液配制,常用坩埚的使用和维护,并讲述了基本操作、滴定分析、光度分析、分离实验、综合实验、开放和设计实验等不同类型的实验。内容涉及无机分析、有机分析、生物分析、环境分析、材料分析、食品分析以及与这些学科相关的交叉、综合实验。每一类实验都有选择余地,可根据需要选用。

本书的特点是在重视基本操作标准规范和练习的基础上,强调了实验的多样化和新颖性,方便实现“通才”教育的目的。实验内容既与分析化学基础课相关,又符合学科发展的特点和趋势。

本书可作为综合性大学,理、工、农、医、师范等院校的分析化学实验课教材,也可供从事化学研究的科技人员、研究生参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/金谷,姚奇志,江万权等编著. —合肥:中国科学技术大学出版社,2010.9
(中国科学技术大学化学实验系列教材)

ISBN 978-7-312-02736-9

I. 分… II. ①金… ②姚… ③江… 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(2010)第 152730 号

出版 中国科学技术大学出版社

地址:安徽省合肥市金寨路 96 号,230026

网址:<http://press.ustc.edu.cn>

印刷 安徽辉隆农资集团瑞隆印务有限公司

发行 中国科学技术大学出版社

经销 全国新华书店

开本 787 mm×1092 mm 1/16

印张 21

插页 1

字数 509 千

版次 2010 年 9 月第 1 版

印次 2010 年 9 月第 1 次印刷

印数 1—3000 册

定价 36.00 元

前 言

本教材的出版是改进和加强实验教学的需要,也是我们为实验教学改革所做的一点探索。本书具有两方面的特点,一是系统性较强,层次分明。教学模式表现为:①掌握基本实验技能和定量分析的基本方法(验证性实验),目的是教会学生如何做实验;②培养科研思想和训练科研动手能力(设计实验+综合实验),目的是教会学生如何做科研;③启发科研创新意识(研究性实验+开放性实验),目的是教会学生如何思考。二是教材涉及的实验内容广。内容涉及无机分析、有机分析、生物分析、环境分析、材料分析以及与这些学科相关的交叉、综合实验,有利于实施“通才”教学的目标。

本教材中,一些设计和综合实验内容充分体现了教学改革与国内外科学的热点相结合的特点,如磁性粒子的制备或硫酸铜超微粒子的制备及分析等。另外,材料的表面改性(如 Al_2O_3 、土壤、 Fe_3O_4)及相关分析、生物物质的提取及分离、分子有序组合体用于纳米粒子的合成及液固萃取体系、在线分离富集结合流动注射分析等具有鲜明科研特色的实验也尽揽书中。

从教学目的来说,本教材强调了对学生综合素质的提高和“通才”教学目标的实施;就教学内容而言,注重了对学生分析问题和解决问题能力及创新意识的培养。此外,内容的更新(如交叉、综合、新颖)带来了教学形式的革命,如通过多媒体展示学生的实验设计,不仅锻炼了学生表达科研思想的能力,而且也方便老师和同学之间的交流。在有限的学时,本书既能重视基本操作规范,又融入了当今分析化学学科的前沿和热点。

本书作者长期从事分析化学教学和科研工作,积累了一定的经验,编写此书也都投入了大量的精力,对一些新实验和引进实验也做了认真的探索和改进。但由于我们水平有限,书中难免有不妥之处,敬请读者指正。

本书是中国科学技术大学高等教育和教学研究计划项目,获得了教务处和化学实验中心的大力支持,在此一并表示感谢!

作 者

2010年6月

目 次

前言	(I)
第 1 章 分析化学实验安全知识	(1)
1.1 实验室规则	(1)
1.2 化学实验室的安全知识	(1)
1.3 实验室中意外事故的急救处理	(3)
1.4 实验室中的一些剧毒及强腐蚀性物品知识	(4)
1.5 灭火常识	(5)
1.6 实验室三废无害化处理	(7)
1.6.1 实验室废水处理	(7)
1.6.2 实验室废气处理	(8)
1.6.3 实验室废渣处理	(8)
第 2 章 分析化学实验要求和预习要点	(9)
2.1 目的和要求	(9)
2.2 分析化学实验教学特点和目标	(9)
2.2.1 课程特色	(9)
2.2.2 分析化学实验内容介绍	(10)
2.2.3 主要实验技能	(12)
2.2.4 主要培养的实验素养	(13)
2.2.5 着重培养的实验能力	(13)
2.2.6 对实验数据和实验结果的要求	(13)
2.3 分析化学实验课程要求	(13)
2.3.1 对实验课程的要求	(13)
2.3.2 实验室守则	(14)
2.4 实验成绩评定的量化标准	(14)
2.4.1 实验前预习情况	(14)
2.4.2 实验态度和遵规守纪情况	(14)
2.4.3 实验操作技术规范情况	(15)
2.4.4 实验结果的准确度、精密度和有效数字的表达情况	(15)
2.4.5 实验报告的撰写情况	(15)
2.5 分析化学实验预习提要	(15)
2.5.1 分析化学实验预习的要求	(15)
2.5.2 分析化学实验(预习)报告格式	(16)

2.6 分析化学实验预习提要示例	(16)
第3章 分析化学实验基础知识	(27)
3.1 试样的采集、分解和制备	(27)
3.1.1 试样的采集和制备	(27)
3.1.2 试样的分解	(30)
3.1.3 各种容器材料的使用和维护	(34)
3.2 滴定分析法概述	(35)
3.2.1 滴定分析法的特点	(36)
3.2.2 滴定分析对化学反应的要求和滴定方式	(36)
3.2.3 溶液浓度和标准溶液	(38)
3.3 几种常用标准溶液的配制与标定	(45)
3.3.1 酸碱滴定用标准溶液	(45)
3.3.2 配位滴定用标准溶液	(47)
3.3.3 氧化还原滴定用标准溶液	(48)
3.3.4 沉淀滴定用标准溶液	(50)
3.4 常见缓冲溶液的配制	(51)
3.4.1 缓冲溶液 pH 计算	(51)
3.4.2 缓冲溶液的选择	(52)
3.4.3 常见缓冲溶液的配制	(53)
3.5 一般溶液和一些特殊要求纯水的制备	(57)
3.5.1 一般溶液的配制	(57)
3.5.2 一些特殊要求纯水的制备	(58)
3.6 有效数字和误差计算	(59)
3.6.1 误差计算	(59)
3.6.2 有效数字及运算规则	(59)
3.7 分析浓度及分析结果的表示方法	(60)
3.7.1 溶液组成量度的表示方法	(60)
3.7.2 分析结果的表示方法	(61)
3.8 分析质量的保证和控制	(61)
3.8.1 选择适当的分析方法	(62)
3.8.2 减小测量的相对误差	(62)
3.8.3 减小随机误差	(62)
3.8.4 消除系统误差	(63)
3.9 分析结果计算	(63)
第4章 化学实验基本操作	(65)
4.1 实验室用水的规格、制备及检验方法	(65)
4.1.1 实验用水规格及技术指标	(65)

4.1.2	纯水的制备	(66)
4.1.3	纯水的检验方法	(67)
4.2	常用玻璃器皿的洗涤和干燥	(68)
4.2.1	定量分析实验常用器皿介绍	(68)
4.2.2	容器的洗涤	(74)
4.2.3	容器的干燥	(75)
4.3	试剂及其取用方法	(76)
4.3.1	试剂的分类	(76)
4.3.2	试剂的保管和选用	(77)
4.3.3	取用试剂规则	(77)
4.4	加热方法	(78)
4.4.1	加热用的仪器	(78)
4.4.2	液体的加热	(79)
4.4.3	液体的蒸发和浓缩	(80)
4.5	台秤的使用	(80)
4.6	分析天平和称量	(80)
4.6.1	天平室规则	(81)
4.6.2	天平使用规则	(81)
4.6.3	分析天平的构造原理	(82)
4.6.4	天平的灵敏度	(84)
4.6.5	天平的检查	(85)
4.6.6	称量方法	(86)
4.6.7	天平常见故障的排除	(88)
4.7	滴定分析基本操作	(89)
4.7.1	移液管和吸量管	(89)
4.7.2	容量瓶	(91)
4.7.3	滴定管	(93)
4.8	重量分析基本操作	(98)
4.8.1	样品的溶解	(98)
4.8.2	沉淀	(99)
4.8.3	过滤和洗涤	(99)
4.8.4	干燥和灼烧	(105)
4.9	常见分析化学实验仪器及使用方法	(107)
4.9.1	电子天平	(107)
4.9.2	紫外-可见分光光度计	(109)
4.9.3	酸度计	(110)
4.9.4	离心机	(111)
4.9.5	集热式磁力搅拌器	(112)

4.9.6 冷冻干燥器	(113)
第5章 基础分析化学实验	(115)
实验 5.1 天平称量练习	(115)
实验 5.2 滴定分析操作练习(I)	(117)
实验 5.3 滴定分析操作练习(II)	(118)
实验 5.4 容量器皿的校准	(120)
实验 5.5 酸碱滴定法测定未知碱的浓度	(122)
实验 5.6 有机酸摩尔质量的测定	(123)
实验 5.7 工业醋酸中醋酸含量的测定	(124)
实验 5.8 铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	(126)
实验 5.9 直接酸碱滴定样品中的磷	(127)
实验 5.10 乙酰水杨酸含量的测定	(129)
实验 5.11 酸碱滴定法测定食品中硅藻土中硅含量	(131)
实验 5.12 表面活性剂的化学分析	(132)
实验 5.13 HCl 和 HAc 混合液的电位滴定	(136)
实验 5.14 食品中总酸和氨基酸氮的测定	(139)
实验 5.15 配位滴定法测定钙、镁	(140)
实验 5.16 铋、铅混合液中 Bi^{3+} , Pb^{2+} 的连续滴定	(142)
实验 5.17 返滴定法测定铝	(144)
实验 5.18 铜合金中铜的配位置换滴定法	(146)
实验 5.19 用 XO-CTMAB 做指示剂测定试样中的钙、镁	(148)
实验 5.20 Zn^{2+} , Pb^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} 的连续滴定	(149)
实验 5.21 配位滴定法测定试样中的镍	(151)
实验 5.22 胃舒平药片中铝和镁的测定	(153)
实验 5.23 无汞盐法测定铁矿石中的全铁	(155)
实验 5.24 碘量法测定铜	(157)
实验 5.25 碘量法测定水中的溶解氧	(160)
实验 5.26 白云石中钙的测定(高锰酸钾法)	(163)
实验 5.27 耗氧量(COD)的测定	(165)
实验 5.28 葡萄糖含量的测定(碘量法)	(167)
实验 5.29 维生素 C 片剂中抗坏血酸含量的测定	(169)
实验 5.30 碘量法测定硫酸铜晶体结晶水的数量	(171)
实验 5.31 氯化物中氯的测定(莫尔法)	(172)
实验 5.32 酱油中氯化钠的测定	(174)
实验 5.33 钢铁中镍的测定(丁二酮肟镍重量法)	(176)
实验 5.34 氯化钡中钡的测定(硫酸钡重量法)	(178)
实验 5.35 5-Br-PADAP 分光光度法测定微量钴	(180)
实验 5.36 邻菲罗啉光度法测定铁(基本条件实验和配位组成的测定)	(182)

第 6 章 综合实验	(187)
实验 6.1 甲基橙的合成、pH 变色域的确定及离解常数的测定	(187)
实验 6.2 Fe_3O_4 磁性材料的制备及分析	(192)
实验 6.3 SDS 在 Al_2O_3 表面的聚集及分离、富集铜离子	(194)
实验 6.4 绿茶中茶多糖的提取及含量测定	(197)
实验 6.5 季铵盐改性土壤对水中苯酚的吸附及去除效果分析	(198)
实验 6.6 YBaCuO 超导材料的制备及成分结构分析	(200)
实验 6.7 蛋清中白蛋白的磁性分离和测定	(202)
实验 6.8 纳米碱式硫酸铜的均匀沉淀法制备及纯度分析	(204)
实验 6.9 超微粒子 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的制备及纯度分析	(207)
实验 6.10 类脂囊泡的制备及用于磺基水杨酸的包封	(208)
实验 6.11 MCM-41 型介孔分子筛的合成及其化学修饰	(211)
实验 6.12 海藻酸盐微胶囊的制备、药物包封及缓控释分析	(214)
实验 6.13 聚乙烯醇(PVA)膜的制备、改性及应用	(216)
实验 6.14 纳米羟基磷灰石材料的制备及成分分析	(218)
实验 6.15 微孔滤膜富集测定食品中微量铁	(221)
实验 6.16 乙二胺四乙酸铁钠的制备及组成测定	(223)
实验 6.17 氨基酸的薄层层析分离和鉴定	(225)
实验 6.18 离子色谱测定地表水中阴离子	(227)
实验 6.19 聚乙二醇—硫酸铵—亚硝基 R 盐体系用于钴(II)的萃取分离	(229)
实验 6.20 吐温 80— $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ — H_2O 液固萃取体系纯化苹果酸脱氢酶	(231)
实验 6.21 聚乙烯吡咯烷酮—盐—水液固萃取体系分离溶菌酶	(232)
实验 6.22 微量镍的萃取分离及测定	(234)
实验 6.23 液膜分离富集、测定水中微量苯酚	(235)
实验 6.24 开管毛细管预富集结合流动注射法测定痕量铁	(237)
实验 6.25 从茶叶中提取儿茶素和咖啡因	(239)
实验 6.26 从蛋壳中制备乳酸钙及其成分分析	(240)
实验 6.27 壳聚糖的制备、降解及应用	(242)
实验 6.28 海藻酸盐—钙络合物的制备、组成和络合常数测定	(245)
第 7 章 实验数据和处理	(256)
实验 5.1 天平称量练习	(256)
实验 5.2 滴定分析操作练习(I)	(258)
实验 5.3 滴定分析操作练习(II)	(259)
实验 5.4 容量器皿的校准	(260)
实验 5.5 酸碱滴定法测定未知碱的浓度	(261)
实验 5.6 有机酸摩尔质量的测定	(262)
实验 5.15 配位滴定法测定钙、镁	(263)
实验 5.16 铋、铅混合液中 Bi^{3+} 、 Pb^{2+} 的连续滴定	(264)

实验 5.17	返滴定法测定铝	(265)
实验 5.18	铜合金中铜的配位置换滴定法	(266)
实验 5.22	胃舒平药片中铝和镁的测定	(267)
实验 5.23	无汞盐法测定铁矿石中的全铁	(268)
实验 5.24	碘量法测定铜	(269)
实验 5.26	白云石中钙的测定(高锰酸钾法)	(270)
实验 5.27	耗氧量(COD)的测定	(271)
实验 5.28	葡萄糖含量的测定(碘量法)	(272)
实验 5.30	碘量法测定硫酸铜晶体结晶水的数量	(273)
实验 5.33	钢铁中镍的测定(丁二酮肟镍重量法)	(274)
实验 5.36	邻菲罗啉光度法测定铁(基本条件实验和配位组成的测定)	(275)
实验 6.1	甲基橙的合成、pH 变色域的确定及离解常数的测定	(277)
实验 6.2	Fe_3O_4 磁性材料的制备及分析	(279)
实验 6.3	SDS 在 Al_2O_3 表面的聚集及分离、富集铜离子	(280)
实验 6.4	绿茶中茶多糖的提取和含量测定	(281)
实验 6.5	季铵盐改性土壤对水中苯酚的吸附及去除效果分析	(282)
实验 6.6	YBaCuO 超导材料制备及成分结构分析	(283)
实验 6.10	类脂囊泡的制备及用于磺基水杨酸的包封	(284)
实验 6.12	海藻酸盐微胶囊的制备、药物包封及缓控释分析	(285)
实验 6.13	聚乙烯醇(PVA)膜的制备、改性及应用	(287)
实验 6.14	纳米羟基磷灰石材料的制备及成分分析	(288)
实验 6.15	微孔滤膜富集测定食品中微量铁	(290)
实验 6.19	聚乙二醇—硫酸铵—亚硝基 R 盐体系用于钴(Ⅱ)的萃取分离	(291)
实验 6.26	从蛋壳中制备乳酸钙及其成分分析	(292)
实验 6.28	海藻酸盐—钙络合物制备、组成和络合常数测定	(293)
附录		(294)
附录 1	洗涤液的配制及使用	(294)
附录 2	市售酸碱试剂的浓度及比重	(295)
附录 3	常用指示剂	(295)
附录 4	不同温度下稀溶液体积对温度的补正值	(298)
附录 5	化学试剂纯度分级表	(299)
附录 6	元素的相对原子质量表(1989)	(299)
附录 7	化合物的相对分子质量表(1989)	(301)
附录 8	常用基准物质的干燥条件和应用	(306)
附录 9	无机酸在水溶液中的解离常数(25 °C)	(307)
附录 10	EDTA 的 $\lg \alpha_{\text{Y}(\text{H})}$ 值	(308)
附录 11	标准电极电势	(309)
附录 12	难溶化合物的溶度积常数	(322)

第1章 分析化学实验安全知识

1.1 实验室规则

- (1) 课前应认真预习,明确实验目的和要求,了解实验的内容、方法和基本原理。
- (2) 实验时应遵守操作规则。注意安全,爱护仪器,节约试剂。
- (3) 遵守纪律,不迟到,不早退,保持室内安静,不要大声谈笑。
- (4) 实验中要认真操作,仔细观察各种现象,将实验中的现象和数据及时并如实地记在报告本上。根据原始记录,认真分析问题、处理数据,写出实验报告。
- (5) 实验过程中,随时注意保持工作地段的整洁。火柴、纸张和废品只能丢入废物缸内,不能丢入水槽,以免水槽堵塞。
- (6) 实验完毕后,将玻璃容器洗净,公用设备放回原处,把实验台和药品架整理干净,清扫实验室;最后检查门、窗、水、电、煤气是否关好。

1.2 化学实验室的安全知识

实验室安全包括人身安全及实验室、仪器、设备的安全。分析化学实验室在安全方面主要应预防化学药品中毒,操作过程中的烫伤、割伤、腐蚀等人身安全事故和燃气、高压气体、高压电源、易燃易爆化学品等可能产生的火灾、爆炸事故,以及自来水泄漏等事故。

在分析化学实验中,经常使用水、电、煤气和易损的玻璃仪器,并常碰到一些有毒的、有腐蚀性的或易燃、易爆的物质。不正确或不经心的操作以及忽视操作中必须注意的事项往往造成着火、爆炸或其他不幸事故的发生。因此,重视安全操作、熟悉一般的安全知识是非常必要的。而且注意安全是每个人的责任,发生事故不仅损害个人健康,还会危害到他人,使国家财产受到损失,影响工作的正常进行。所以我们必须从思想上重视安全问题,决不要麻痹大意,但也不能盲目害怕而缩手缩脚不敢做实验。

安全措施是为了保障实验的顺利进行,而绝不是实验的障碍。为此必须熟悉和注意以下几点:

- (1) 必须熟悉实验室及其周围环境和水闸、电闸、灭火器的位置。
- (2) 使用电器时,要谨防触电,不要用湿的手、物去接触电插销。实验完毕后及时拔下插销,切断电源。

(3) 易挥发的有毒或强腐蚀性的液体和有恶臭的气体,要在通风柜中操作(尤其是用它们热分解试样时),绝不允许在实验室加热。

(4) 为了防止试剂腐蚀皮肤或进入体内,不能用手直接拿取试剂,要用药勺或指定的容器取用。使用浓酸、浓碱及其他具有强烈腐蚀性的试剂时,操作要小心,防止腐蚀皮肤和衣物等。浓酸、浓碱如果溅到身上应立即用水冲洗,洒到实验台或地面上时要立即用水冲洗而后擦掉。取用一些强腐蚀性的试剂如氢氟酸、溴水等,必须戴上橡皮手套。

(5) 不允许将各种化学药品任意混合,以免引起意外事故,自行设计的实验必须和教师讨论,征得同意后方可进行。

(6) 对易燃物(如酒精、丙酮、乙醚等)、易爆物(如氯酸钾),使用时要远离火源,敞口操作,若物品易挥发,应在通风柜中进行。试剂用后要随手盖紧瓶塞,置阴凉处存放。低沸点、低闪点的有机溶剂不得在明火或电炉上直接加热,而应在水浴、油浴或可调电压的电热套中加热,用完后应及时加盖并存放在阴凉通风处。

(7) 热、浓的高氯酸遇有机物常易发生爆炸,如果试样为有机物,应先用浓硝酸加热,使之与有机物发生反应,有机物被破坏后,再加入高氯酸。蒸发高氯酸所产生的烟雾易在通风橱中凝聚,经常使用高氯酸的通风橱应定期用水冲洗,以免高氯酸的凝聚物与尘埃、有机物作用,引起燃烧或爆炸,造成事故。

(8) 汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品,使用时应特别小心。氰化物不能接触酸,因作用时产生氰化氢(剧毒!)。氰化物废液应倒入碱性亚铁盐溶液中,使其转化为亚铁氰化铁盐类,然后做废液处理,严禁直接倒入下水道或废液缸中。用过的废物不可乱扔、乱倒,应回收或进行特殊处理。不可将化学试剂带出实验室。

(9) 酸、碱是实验室常用试剂,浓酸、浓碱具有强烈腐蚀性,应小心使用,不要把它洒在衣服或皮肤上。所用玻璃器皿不要甩干。在倾注或加热时,不要俯视容器,以防试剂溅在脸上或皮肤上。实验用过的废酸应倒入指定的废酸缸中。

(10) 实验室内严禁饮食、吸烟,一切化学药品严禁入口。切勿以实验用容器代替水杯、餐具使用。决不允许用舌头尝试药品的味道。实验完毕后须将手洗净,严禁将食品及餐具等带入实验室中。

(11) 要特别注意煤气或天然气的正确使用,严防泄漏!在用煤气或天然气灯加热过程中,火源要与其他物品保持适当距离,人不得较长时间离开,以免熄火漏气。用完煤气或天然气灯要切实关闭燃气管道上的小阀门,离开实验室前还要再查看一遍,以确保安全。用完煤气后,或遇临时煤气中断供应时,应把煤气龙头关好,如遇漏气时,应停止实验,进行检查。

(12) 使用高压气体钢瓶时,要严格按操作规程进行操作。例如在原子吸收光谱实验室中所用的各种火焰,其点燃与熄灭的原则是:前者先开助燃气,再开燃气;后者先关燃气,再关助燃气(即燃气按“迟到早退”的原则开启和关闭)。乙炔钢瓶应存放在远离明火、通风良好、温度低于 35℃ 的地方。钢瓶在更换前仍应保持一部分压力。

(13) 实验过程中万一着火,不要惊慌,应尽快切断电源或燃气源,用石棉布或湿抹布熄灭(盖住)火焰。密度小于水的非水溶性有机溶剂着火时,不可用水浇,以防止火势蔓延。电器着火时,不可用水冲,以防触电,应使用干冰或干粉灭火器。着火范围较大时,应尽快用灭火器扑灭,并根据火情决定是否报警。

(14) 使用汞时应避免将其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,万一发现少量汞洒落,应尽量收集干净,然后在可能洒落的地方洒上一些硫磺粉,最后清扫干净,并集中做固体废物处理。

(15) 启开易挥发的试剂瓶时,尤其在夏季,不可使瓶口对着自己或他人脸部,以防万一有大量气液冲出时,造成严重烧伤。

(16) 如果发生烫伤或割伤,可先用实验室的小药箱进行简单处理,然后尽快去医院进行医治。

(17) 使用自来水后要及时关闭阀门,遇停水时要立即关闭阀门,以防来水后发生跑水。离开实验室前应再检查自来水阀门是否完全关闭。

(18) 实验完毕后,值日生和最后离开实验室的人员应负责检查门、窗、水、煤气是否关好,电闸是否断开。

1.3 实验室中意外事故的急救处理

实验室内备有小药箱,以备发生事故临时处理之用。下面介绍一些遇到意外伤害时的处理办法:

(1) 割伤(玻璃或铁器刺伤等)

先把碎玻璃从伤处挑出,如轻伤可用生理盐水或硼酸溶液擦洗伤处,涂上紫药水(或红汞水),必要时撒些消炎粉,用绷带包扎。伤势较重时,则先用酒精在伤口周围擦洗消毒,再用纱布按住伤口压迫止血,立即送医院缝合。

(2) 烫伤

可用 10%高锰酸钾溶液擦灼伤处;若伤势较重,应撒上消炎粉或烫伤药膏,再用油纱绷带包扎。

(3) 受强酸腐伤

先用大量水冲洗,然后擦上碳酸氢钠油膏。如受氢氟酸腐伤,应迅速用水冲洗,再用 5%苏打溶液冲洗,然后浸泡在冰冷的饱和硫酸镁溶液中半小时,最后敷上硫酸镁 26%、氧化镁 6%、甘油 18%、水和盐酸普鲁卡因 1.2%配成的药膏(或甘油和氧化镁 2:1 悬浮剂涂抹,用消毒纱布包扎)。伤势严重时,应立即送医院急救。

当酸溅入眼内时,首先用大量水冲眼,然后用 3%的碳酸氢钠溶液冲洗,最后用清水洗眼。

(4) 受强碱腐伤

立即用大量水冲洗,然后用 1%柠檬酸或硼酸溶液洗。

当碱溅入眼内时,除用大量水冲洗外,再用饱和硼酸溶液冲洗,最后滴入蓖麻油。

(5) 磷烧伤

用 1%硫酸铜、1%硝酸银或浓高锰酸钾溶液处理伤口后,立即送医院治疗。

(6) 吸入溴、氯等有毒气体

可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气以解毒,同时应到室外呼吸新鲜空气。

(7) 汞泄漏

立即用滴管尽可能将汞拾起,然后用锌皮接触使其成合金而消除之,最后撒上硫磺粉,使汞与硫反应,生成不挥发硫化汞。

(8) 触电事故

应立即拉开电闸,截断电源,尽快地利用绝缘物(干木棒、竹竿)将触电者与电源隔离。

(9) 火灾

酒精及其他溶于水液体着火时,可用水灭火;汽油、乙醚等有机溶剂着火时,可用沙土扑灭;导线或电器着火时,先切断电源,用 CCl_4 灭火器灭火。

1.4 实验室中的一些剧毒及强腐蚀性物品知识

实验室常会用到一些剧毒或强腐蚀性的物质,为了正确使用和处理这些物质,下面介绍一下它们的性质和处理办法。

(1) 氰化物和氢氰酸

如氰化钾、氰化钠、丙烯腈等,系烈性毒品,进入人体 50 mg 即可致死,甚至与皮肤接触经伤口进入人体,即可引起严重中毒。这些氰化物遇酸产生氢氰酸气体,易被吸入人体而引起中毒。

在使用氰化物时,严禁用手直接接触,大量使用这类药品时,应戴上口罩和橡皮手套。含有氰化物的废液,严禁倒入酸缸,应先加入硫酸亚铁使之转变为毒性较小的亚铁氰化物,然后倒入水槽,再用大量水冲洗原贮放的器皿和水槽。

(2) 汞及其化合物

汞的可溶性化合物,如氯化高汞、硝酸汞都是剧毒物品,实验中应特别注意金属汞(如使用温度计、压力计、汞电极等时)。因金属汞易蒸发,蒸气有剧毒又无气味,被吸入人体后具有积累性,容易引起慢性中毒,所以切不可麻痹大意。

汞的密度很大(约为水的 13.6 倍),做压力计时,应该用厚玻璃管,贮汞容器必须坚固,且应用厚壁的,并且只应存放少量汞而不能盛满,以防容器破裂,或因脱底而流失。在装置汞的容器下面应放一搪瓷盘,以免不慎洒在地上。为减少室内的汞蒸气,贮汞容器应紧闭密封,汞表面应加入水覆盖,以防蒸气逸出。

若不慎将汞洒在地上,它会散成许多小珠,钻入各处,成为表面积很大的蒸发面,处理方法可参见 1.3 节(7)。

废汞切不可倒入水槽冲入下水管。因为它会积聚在水管弯头处,长期蒸发会毒化空气,误洒入水槽的汞也应及时拾起。使用和贮存汞的房间应经常通风。

(3) 砷及其化合物

砷及其化合物都有剧毒,常使用的是三氧化二砷(砒霜)和亚砷酸钠。这类物质的中毒一般由口服引起。当用盐酸和粗锌制备氢气时,也会产生一些剧毒的砷化氢气体,应加以注意。一般将产生的氢气通过高锰酸钾溶液洗涤后再使用,砷的解毒剂是二巯基丙醇,肌肉注射即可

解毒。

(4) 硫化氢

硫化氢是极毒的气体,有臭鸡蛋味,它能麻痹人的嗅觉,以致逐渐不闻其臭,所以特别危险。使用硫化氢和用酸分解硫化物时,应在通风橱中进行。

(5) 一氧化碳

煤气中含有一氧化碳,使用煤炉和煤气时一定要提高警惕,防止中毒。煤气中毒,轻者头痛、眼花、恶心,重者昏迷。对中毒的人应立即移出中毒房间,呼吸新鲜空气,进行人工呼吸,保暖,并及时送医院治疗。

(6) 常用的有毒有机化合物苯、二硫化碳、硝基苯、苯胺、甲醇等

这些有机化合物也是很毒的,它们又常用做溶剂,用量大,而且多数沸点又低,蒸气浓,容易引起中毒,特别是慢性中毒,使用时应特别注意和加强防护。

(7) 氟

氟单质常温下为淡黄色的气体,极毒,与水反应立即生成氢氟酸和氧气并发生燃烧,同时能使容器破裂,量多时有爆炸的危险。氟、氟化氢和氢氟酸对玻璃有较强的腐蚀性。氟是氧化性最强的元素,只能呈-1价。单质氟与盐溶液的反应,都是先与水反应,生成的氢氟酸再与盐反应;通入碱中可能导致爆炸。水溶液氢氟酸是一种弱酸,但却是腐蚀性最强的氢卤酸,如果皮肤粘到,将一直腐蚀到骨髓。氟可与除氦、氖、氩之外的其他所有元素发生反应。

(8) 氯

氯单质常温下为黄绿色气体,可溶于水,1体积水能溶解2体积氯气;剧毒,与水部分发生反应,生成盐酸与次氯酸,次氯酸不稳定,分解放出氧气,并生成盐酸,氧化性很强,可用于漂白。氯的水溶液称为氯水,不稳定,受光照会分解成氢氯酸与次氯酸。氢氯酸是一种强酸。氯有多种可变化合价。氯气对肺部有强烈刺激。氯可与大多数元素反应。

(9) 溴

溴单质在常温下为深红棕色液体,可溶于水,100 g水能溶解约3 g溴;挥发性极强,有毒,易蒸发成红色蒸气,蒸气强烈刺激眼睛、黏膜等,能损伤眼睛、气管、肺部,触及皮肤,轻者剧烈灼痛,重者溃烂,长久不愈。使用时应带橡皮手套。

溴的水溶液称为溴水。溴单质须加水封存,防止蒸气逸出危害人体。溴有氧化性,有多种可变化合价,常温下与水微弱反应,生成氢溴酸和次溴酸。

其他可能遇到的有毒、腐蚀性的无机物还很多,如磷、铍、铊、铅的化合物,浓硝酸、碘蒸气等,使用时都应加以注意,这里不一一介绍。

1.5 灭 火 常 识

(1) 一般有机物,特别是有机溶剂,大都容易着火,它们的蒸气或其他可燃性气体、固体粉末等(如氢气、一氧化碳、苯、油蒸气)与空气按一定比例混合后,遇到火花时(点火、电火花、撞击火花)就会引起燃烧或猛烈爆炸。

(2) 某些化学反应放热而引起燃烧,如金属钠、钾等遇水燃烧甚至爆炸。

(3) 有些物品易自燃(如白磷遇空气就自行燃烧),或者由于保管和使用不善而发生燃烧。

(4) 有些化学试剂相混在一起,在一定的条件下会引起燃烧和爆炸(如将红磷与氯酸钾混在一起,磷就会燃烧爆炸)。

万一着火,要沉着快速处理。首先要切断热源、电源,把附近的可燃物品移走,再针对燃烧物的性质来采取适当的灭火措施。但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。常用的灭火措施有以下几种,使用时要根据火灾的轻重、燃烧物的性质、周围环境和现有条件进行选择:

① 石棉布:适用于小火。用石棉布盖上燃烧物以隔绝空气,就能灭火。如果火很小,用湿抹布或石棉板盖上就行。

② 干沙土:一般装于砂箱或砂袋内,只要抛洒在着火物体上就可灭火。适用于不能用水扑救的燃烧,但对火势很猛、面积很大的火焰效果欠佳。砂土应该用干的。

③ 水:它是常用的救火物质,能使燃烧物的温度下降,但一般有机物着火时不适用,因溶剂与水不相溶,又比水轻,水浇上去后,溶剂还漂在水面上,扩散开来继续燃烧。但若燃烧物与水互溶或用水没有其他危险时,可用水灭火。在溶剂着火时,先用泡沫灭火器把火扑灭,再用水降温,是有效的救火方法。

④ 泡沫灭火器:这是实验室常用的灭火器材,使用时,把灭火器倒过来,往火场喷。它产生二氧化碳及泡沫,使燃烧物与空气隔绝而灭火,效果较好,适用于除电流起火外的灭火。

⑤ 二氧化碳灭火器:在小钢瓶中装入液态二氧化碳,救火时打开阀门,把喇叭口对准火场喷射出二氧化碳以灭火,在工厂或实验室都很适用。它不损坏仪器,不留残渣,对于通电的仪器也可以使用,但金属镁燃烧不可使用它来灭火。

⑥ 四氯化碳灭火器:四氯化碳沸点较低,喷出来后形成沉重而惰性的蒸气掩盖在燃烧物体周围,使其与空气隔绝而灭火。它不导电,适于扑灭带电物体的火灾。但它在高温时分解出有毒气体,故在不通风的地方最好不要用。另外,在有钠、钾等金属存在时不能使用,因为有引起爆炸的危险。

除了以上几种常用的灭火器外,近年来生产了多种新型的高效能的灭火器。如 1211 灭火器,它在钢瓶内装有一种药剂二氟一氯一溴甲烷,灭火效率高。又如干粉灭火器,它是将二氧化碳和一种干粉剂配合起来使用,灭火速度很快。

⑦ 水蒸气:对火场直接喷水蒸气,也能隔绝空气而起到灭火作用。

⑧ 石墨粉:当钾、钠或锂着火时,不能用水、泡沫灭火器、二氧化碳、四氯化碳等灭火,可用石墨粉扑灭。

⑨ 电路或电器着火时扑救的关键是首先要切断电源,防止事态扩大。电器着火的最好灭火器是四氯化碳和二氧化碳灭火器。

若在着火和救火中,衣服着火时,千万不要乱跑,因为空气的迅速流动会加强燃烧,应当躺在地下滚动,这样,一方面可压熄火焰,另一方面也可避免火烧到头部。

1.6 实验室三废无害化处理

实验室所用化学药品种类多、毒性大,三废成分复杂,应分别进行预处理再排放或进行无害化处理。

1.6.1 实验室废水处理

1.6.1.1 稀废水处理

用活性炭吸附,工艺简单,操作简便,对稀废水中苯、苯酚、铬、汞均有较高去除率。

1.6.1.2 浓有机废水处理

浓有机废水处理主要指有机溶剂收集、焚烧法无害处理。

1.6.1.3 浓无机废水处理

浓无机废水,以重金属酸性废水为主,处理方法有:

- (1) 水泥固化法:先用石灰或废碱液中和至碱性,再投入适量水泥将其固化。
- (2) 铁屑还原法:含汞、铬酸性废水,加铁屑还原处理后,再加石灰乳中和。也可投放 FeSO_4 沉淀处理。
- (3) 粉煤灰吸附法:粉煤灰包含 SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Fe_2O_3 等,属多孔蜂窝状组织,具有较强的吸附性能。当 pH 为 4~7 时, Hg^{2+} , Pb^{2+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} 去除率可达 30%~90%。
- (4) 絮凝剂絮凝沉降法:聚铝、聚铁絮凝剂能有效去除 Hg^{2+} , Cd^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} 等离子。
- (5) 硫化剂沉淀法: Na_2S , FeS 使重金属离子呈硫化物沉淀析出而除去。
- (6) 表面活性剂气浮法:常用月桂酸钠,使重金属沉淀物具有疏水性上浮而除去。
- (7) 离子交换法:这是处理重金属废水的一种重要方法。
- (8) 吸附法:活性炭价格高,利用天然资源硅藻土、褐煤、风化煤、膨润土、黏土制备吸附剂,物美价廉。适用于处理低浓度重金属废水。
- (9) 溶剂萃取法:常用磷酸三丁酯、三辛胺、油酸、亚油酸、伯胺等,操作简便。萃取剂磷酸三丁酯可脱除高浓度酚,含酚废水多采用此法处理。聚氨酯泡沫塑料吸附法处理高浓度含酚废水,去除率达 99%。表面活性剂 Span-80 对酚去除率也达 99%。

1.6.1.4 废酸废碱液处理

对废酸废碱液,采用中和法处理后排放。