



21世纪高等职业教育精品规划教材



教育部高职高专材料类专业教学指导委员会规划教材

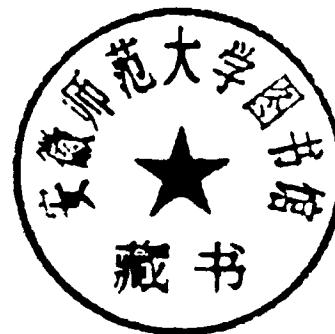
Chemical Analysis Technology
化学分析技术

◎ 纪明香 主编

教育部高职高专材料类教学指导委员会规划教材

化学分析技术

主编 纪明香
副主编 张利君 高晓灵
唐 磊 刘景华



内容提要

本书以任务为导向,以培养学生实际动手能力为目标,以现代建材企业目前使用及国家标准推广的分析方法为参考,主要介绍了硅酸盐工业企业化验室基本知识及无机非金属材料的原料、半成品和成品的化学组成的分析检测技术。全书分为五大任务,包括化学分析的基础知识、生产控制化学分析、仪器分析、原材料及成品的化学成分检测和综合实训。本书既有传统的分析方法,又介绍了先进的仪器分析,突出了教材的先进性;实验实训部分均以国家有关标准规定为依据,以建材企业化验室的分析检测项目为参考,突出了教材的实用性。

本书可作为高职高专材料工程技术类专业的教材,也可作为相关专业技术人员的岗位培训教材和自学参考书。

图书在版编目(CIP)数据

化学分析技术/纪明香主编. —天津:天津大学出版社, 2009. 1

ISBN 978 - 7 - 5618 - 2929 - 5

I. 化… II. 纪… III. 化学分析 IV. 065

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 008668 号

出版发行 天津大学出版社

出版人 杨欢

地址 天津市卫津路 92 号天津大学内(邮编:300072)

电话 发行部:022 - 27403647 邮购部:022 - 27402742

印刷 廊坊市长虹印刷有限公司

经销 全国各地新华书店

开本 185mm×260mm

印张 19.5

字数 487 千

版次 2009 年 2 月第 1 版

印次 2009 年 2 月第 1 次

印数 1 - 3 000

定价 35.00 元

凡购本书,如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请向我社发行部门联系调换

版权所有 侵权必究

前　　言

本教材是根据教育部高职高专材料类专业教学指导委员会2008年教指委会议的精神编写的,同时也是按照教育部对职业技术教育“要逐步建立以能力培养为基础的、特色鲜明的专业课教材和实训指导教材”的教材建设思想,以职业技术教育能力本位教育理念为立足点,围绕高等职业教育特点、培养方向及目标定位而编写的。结合目前职业教育课程教学改革对课程评价新标准的三个原则,即能力目标、任务训练、学生主体,本教材的总目标是:“以学生为主体,以职业能力培养为中心,以任务为导向”,通过本课程的实施,帮助学生学会学习、学会实践、学会协作,使学生的知识、技能、情感得到全面发展,为其将来从事专业活动和未来的职业生涯打下基础,并以“理论知识适用、技能实用针对”来突出高职教育特点。

本教材以现代建材企业目前使用及国家标准推广的分析方法为依据,以建材企业生产控制,原料、燃料及半成品、成品的分析检验为目标任务,主要介绍硅酸盐工业企业化验室的基本知识,生产控制过程中的化学分析、仪器分析及无机非金属材料的原料、半成品和成品的化学组成分析等检测技术。在确定目标任务的基础上,安排相应的理论知识和实践内容,在讲述化学分析方法的同时,较详细地介绍了常用仪器分析原理及方法;实验实训部分内容及方法均以国家有关标准规定为依据,以建材企业化验室的分析检测项目为参考,突出了教材的实用性。力求缩短课堂和企业相关岗位之间的距离,实现“零适应期”的人才培养目标。

本教材由黑龙江建筑职业技术学院纪明香主编,编写情境二、八、十一,实训11;江西陶瓷工艺美术职业技术学院高晓灵编写情境九、十,实训10;内蒙古化工职业技术学院张利君编写情境三、四、六,实训9、12;黑龙江建筑职业技术学院刘景华编写情境一,实训1~8;江西现代职业技术学院唐磊编写情境五和情境七。

本教材在编写出版过程中得到了教育部高职高专材料类专业教学指导委员会的指导和帮助,在此表示衷心感谢。

由于编者水平有限,时间仓促,难免存在疏漏之处,竭诚欢迎读者批评指正。

编　者
2009年1月

目 录

任务一 化学分析的基础知识

情境一 化验室基础知识	3
目标任务	3
单元一 概述	3
单元二 化验室的基础知识	5
单元三 分析误差与数据处理	13
[思考与习题]	23
情境二 化验室标准溶液的配制	24
目标任务	24
单元一 概述	24
单元二 标准溶液	26
单元三 滴定分析法计算	30
单元四 技能训练	32
[思考与习题]	42

任务二 生产控制化学分析

情境三 酸碱滴定法	47
目标任务	47
单元一 酸碱平衡的理论基础	48
单元二 酸碱溶液的 pH 值计算	50
单元三 酸碱缓冲溶液	52
单元四 酸碱指示剂	55
单元五 酸碱滴定曲线	58
单元六 酸碱滴定法的应用及结果计算	64
单元七 非水溶液中的酸碱滴定	67
单元八 技能训练	69
[思考与习题]	77
情境四 配位滴定法	80
目标任务	80
单元一 概述	81
单元二 配位解离平衡及影响因素	83
单元三 配位滴定法原理	88
单元四 金属指示剂	89



单元五 提高配位滴定选择性的方法	92
单元六 配位滴定的应用及结果计算	95
单元七 技能训练	97
[思考与习题].....	101
情境五 氧化还原滴定法.....	104
目标任务.....	104
单元一 概述.....	104
单元二 氧化还原平衡.....	105
单元三 氧化还原滴定.....	109
单元四 常用的氧化还原测定方法.....	112
单元五 氧化还原滴定法的应用及结果计算.....	119
单元六 技能训练.....	120
[思考与习题].....	123
情境六 质量分析法.....	126
目标任务.....	126
单元一 概述.....	126
单元二 沉淀的溶解度及其影响因素.....	129
单元三 沉淀的形成及影响沉淀纯净的因素.....	130
单元四 质量分析法的应用示例及结果计算.....	134
单元五 技能训练.....	137
[思考与习题].....	139

任务三 仪器分析

情境七 分光光度法.....	143
目标任务.....	143
单元一 概述.....	143
单元二 光的吸收定律.....	145
单元三 显色反应及测量条件的选择.....	148
单元四 目视比色法与分光光度计.....	151
单元五 吸光光度法的应用.....	154
单元六 技能训练.....	157
[思考与习题].....	159
情境八 原子吸收分光光度法.....	161
目标任务.....	161
单元一 概述.....	161
单元二 原子吸收分光光度计.....	163
单元三 定量分析方法.....	167
单元四 原子吸收分光光度法中的干扰及抑制.....	169
单元五 技能训练.....	170



[思考与习题].....	171
情境九 原子发射光谱分析法.....	173
目标任务.....	173
单元一 概述.....	173
单元二 发射光谱分析仪器.....	174
单元三 发射光谱分析的应用.....	179
单元四 火焰光度分析法.....	182
单元五 技能训练.....	184
[思考与习题].....	186
情境十 X 射线荧光分析.....	187
目标任务.....	187
单元一 概述.....	187
单元二 X 射线荧光分析仪器.....	190
单元三 X 射线荧光分析法的应用.....	193
单元四 技能训练.....	196
[思考与习题].....	197

任务四 原材料及成品的化学成分检测

情境十一 建材成品及原材料化学成分全分析.....	201
目标任务.....	201
单元一 分析试样的采取与制备.....	201
单元二 试样的分解.....	204
单元三 干扰组分的分离方法.....	205
单元四 测定方法的选择.....	210
单元五 试样分析实例——硅酸盐的分析.....	210
[思考与习题].....	212

目
录

任务五 综合实训

实训 1 石灰石化学分析	215
实训 2 铁矿石化学分析	227
实训 3 黏土化学分析	236
实训 4 石膏化学分析	240
实训 5 水泥生料化学分析	243
实训 6 水泥熟料化学全分析	247
实训 7 芒硝化学分析	251
实训 8 纯碱化学分析	254
实训 9 玻璃原料化学分析	256
实训 10 陶瓷原料化学分析	261
实训 11 水泥化学成分分析	272



实训 12 玻璃成品化学分析 287

附录

附录一	弱酸、弱碱在水中的解离常数(25 °C)	291
附录二	常用酸碱溶液的相对密度、质量分数与物质的量浓度	293
附录三	常用的缓冲溶液.....	293
附录四	常用基准物质的干燥条件和应用.....	294
附录五	EDTA 配合物的 $\lg K_{MY}$ (25 °C, $I=0.1$)	294
附录六	标准电极电位表(18~25 °C)	295
附录七	部分氧化还原电对的条件电极电位.....	297
附录八	难溶化合物的溶度积常数(18 °C)	298
附录九	国际相对原子质量表.....	300
附录十	部分化合物的相对分子质量.....	301
参考文献	303

任务一

化学分析的基础知识

情境一

化验室基础知识

本部分学习要求

- (1) 通过本部分学习,要求能熟悉化学分析技术在生产中的应用和基本分析方法的分类,了解化验室的基本知识。
- (2) 掌握定量分析中误差产生的原因、有关误差的基本概念及其减少误差的方法。
- (3) 掌握有效数字的运算规则和对分析结果进行数据处理的方法。

目标任务

在水泥、玻璃和陶瓷的生产过程中,生产的指导与控制,原料、燃料、半成品及成品的质量检验都是通过化验室中的化学分析来完成的,所以,化验室是这些无机非金属材料生产企业中不可缺少的重要部门。要想成为化验室的一员,就必须了解化验室的基本知识,即化验室的作用、管理制度、存在的危险及其预防措施、实验结果的处理等知识。

单元一 概述

一、化学分析技术在生产中的应用

“化学分析技术”是高职高专材料类专业的一门重要的实用技术课程,是化学学科的重要分支,与分析化学在原理上完全一致,但更加突出了工学结合的特色和实用性,注重培养学生分析和解决实际问题的基本能力。

分析化学是“表征和测量的科学”,是研究物质化学组成、含量、结构的分析方法及有关理论的一门学科。按分析化学的任务,可分为定性分析和定量分析两部分。定性分析的任务是确定物质由哪些组分(元素、离子、基团或化合物)所组成,也就是确定组成物质的各组分“是什么”;定量分析的任务是测定物质中有关组分的含量,也就是确定物质中被测组分“有多少”。在进行物质分析时,首先要确定物质有哪些组分,然后选择适当的分析方法来测定各组分的含量。在生产中,大多数情况下物质的基本组成是已知的,只需要对原材料、半成品、成品及其他辅助材料进行及时准确的定量分析。化学分析技术主要讲述定量分析的基本原理和方法,并着重介绍无机非金属材料的原材料、半成品和成品的化学组成的分析检测技术。

分析化学是研究物质及其变化的重要方法之一,任何科学研究,只要涉及化学现象,分析化学就作为一种手段被运用到研究工作中,如地质学、海洋学、矿物学、考古学、生物学、医药



学、农业科学、材料科学、能源科学、环境科学等学科，都需要通过化学分析提供大量的信息。

在国民经济建设中，分析化学具有重要的地位和作用。例如，在工业上，资源的勘探、原料的配比、工艺流程的控制、产品检验与“三废”处理，在农业上，土壤的普查、化肥和农药的生产、农产品质量检验，在尖端科学和国防建设中，原子能材料、半导体材料、超纯材料、航天技术等的研究都要应用化学分析技术。对于进出口商品的质量检验、引进产品的“消化”和“吸收”，也需要化学分析技术。因此，人们常将化验室称为生产和科学的“眼睛”，化学分析技术在实现我国工业、农业、国防和科学技术现代化的宏伟目标中具有重要作用。

化学分析技术是一门实践性很强的课程，是以实验为基础的科学，是高职高专无机非金属材料类专业学生必须掌握的一项基本技能。在学习过程中，一定要理论联系实际，注重培养实践技能。通过本课程的学习，要求学生掌握分析化学的基本原理和测定方法，树立准确的量的概念；加强基本操作技能的训练，培养严谨、求实的工作作风和科学态度；提高分析问题和解决问题的能力，提高综合素质，为学习后续课程和将来的实际应用打下坚实基础。

二、分析方法的分类

分析化学的内容十分丰富，除按任务分为定性分析与定量分析外，还可根据分析对象、测定原理、试样用量、被测组分含量和生产部门的要求，分为以下不同类别。

1. 无机分析和有机分析

无机分析的对象是无机化合物，有机分析的对象是有机化合物。在无机分析中，无机化合物所含的元素种类繁多，通常要求鉴定试样是由哪些元素、离子、原子团或化合物组成，各组分的含量是多少。在有机分析中，虽然组成有机化合物的元素种类不多，但由于有机化合物结构复杂，其种类已达千万种以上，故分析方法不仅有元素分析，还有官能团分析和结构分析。

2. 化学分析和仪器分析

以物质的化学反应为基础的分析方法称为化学分析法，主要有滴定分析法和质量分析法。以物质的物理和物理化学性质为基础的分析方法称为物理和物理化学分析法，这类方法都需要特殊的仪器，通常称为仪器分析法。仪器分析法主要有光学分析法、电化学分析法、色谱分析法、质谱分析法和放射化学分析法等，种类很多，而且新的分析方法正在不断出现。

3. 常量分析、半微量分析和微量分析

分析工作中根据试样用量的多少可分为常量分析、半微量分析和微量分析，见表 1—1。

表 1—1 根据试样用量划分的分析方法

分析方法名称 试样用量	常量分析	半微量分析	微量分析
固态试样质量/g	1~0.1	0.1~0.01	<0.01
液态试样体积/mL	10~1	1~0.01	<0.01

4. 例行分析、快速分析和仲裁分析

例行分析是指一般化验室对日常生产中的原料和产品所进行的分析，又叫常规分析。快速分析主要为控制生产过程提供信息，例如水泥生产配料中 CaO 和 Fe_2O_3 含量的测定，要求在尽量短的时间内报告出分析结果，以控制生产过程。这种分析要求速度快，准确的程度达到一定要求便可。仲裁分析是因为不同的单位对同一试样分析得出不同的测定结果，并由此发生争议时，要求权威机构用公认的标准方法进行准确的分析，以裁定原分析结果的准确性。显然，在仲裁分析中，对分析方法和分析结果要求有较高的准确性。



三、分析技术的发展

化学分析技术是近年来发展非常迅速的一门应用技术,同现代科学技术总的发展密切相关。一方面,现代科学技术的发展要求分析工作提供更多的关于物质组成和结构的信息;另一方面,现代科学也为化学分析技术不断提供新的理论、方法和手段,也促进了化学分析技术的发展。

现代分析技术正从以下方面得到发展和完善:①从常量分析、半微量分析到微量分析;②活动的领域由宏观分析发展到微观结构分析;③由表观分析深入到内部分析,从总体进入到微区分析、表面分析或薄层分析;④由静态分析发展到动态分析;⑤从破坏试样分析到无损分析;⑥从简单体系分析到复杂体系分析等。

分析方法朝着越来越灵敏、准确、快速、简便和自动化的方向发展。例如,半导体技术中的原子级加工,要求测出单个原子的数目;在地质普查、勘探工作中,需要获得上百万、上千万个数据,不仅要求快速、自动化,而且要求发展遥测技术。不仅如此,化学分析技术的任务也不再限于测定物质的成分和含量,而且往往还要测定物质的结构、价态、状态等性质。

随着电子技术和真空技术的发展,许多新技术渗透到化学分析技术中来,出现了日益增多的新的测试方法和分析仪器,它们以高灵敏度和快速为特点。例如,使用电子探针,其试样体积可以小到 10^{-12} mL;电子光谱的绝对灵敏度可达 10^{-18} g。近年来激光技术已应用在可见光分光光度分析、原子吸收光谱分析和液相色谱等方面;各种分析方法的结合和仪器的联用技术,使原有分析方法更为迅速有效,扩大了应用范围。

由于计算机和计算科学的发展,微机与分析仪器的联用,不但可以自动报出数据,对于科学实验条件或生产工艺进行自动调节、控制,而且可以对分析程序进行自动控制,使分析过程自动化,大大提高了分析工作的水平。

尽管分析方法正向着高灵敏度、高速度和仪器自动化方向发展,化学分析仍然是分析的基础。当前许多仪器分析方法都离不开化学处理和溶液平衡理论的应用,因此本课程仍然先从化学分析学起,进而扩展到仪器分析。

各种分析方法都有其自身特点,也各有一定局限性,要根据被测物质的性质、含量、试样的组成和对分析结果准确度的要求,选用最适当的方法进行分析测定。

单元二 化验室的基础知识

一、化验室的职责与任务

化验室是企业质量管理的专职机构,负责产品生产过程中的质量控制和出厂产品的质量监督,在加强企业经营管理、科学地组织生产活动方面,起着重要作用。因此,必须建立一个符合生产需要的、合格的化验室。化验室工作的成效不单表现在保证出厂产品质量,而且对企业生产能力的发挥、主要技术经济指标的完成和工厂综合经济效果的好坏均有直接影响,通过加强出厂产品的质量管理,可为工厂创立产品的信誉。总之,化验室的工作,对企业的整个生产活动,诸如产品、质量、成本、利润等均有密切的直接联系。

1. 化验室的职责

(1)品质检验。对原料、燃料、半成品和成品进行检验,掌握质量动态,及时提供准确可靠



的检验数据。

(2)质量管理。根据产品质量要求,制定原料、燃料、半成品和成品的企业内控品质标准,按照质量管理规程,对工艺过程的产品质量进行监督和管理。应用数理统计等方法掌握质量波动规律,不断提高预见性和防范能力,使生产全过程处于受控状态。

(3)产品监督。对出厂产品(如水泥、玻璃、陶瓷成品)严格按照有关国家标准(或行业标准、企业标准)进行鉴定,杜绝不合格产品出厂。

(4)实验研究。根据产品开发和提高质量的需要,积极开展科研工作。

2. 化验室的任务

(1)根据有关部门下达的质量指标(品种、标号),制定完成指标的措施和管理方法,建立合理的质量控制项目。在生产过程中,做好日常生产中的例行质量调度和控制工作,力求使各工序产品质量均能符合要求,减少偏差,以维持正常的生产秩序。当发现原料、燃料、半成品和成品质量不符合要求时,要及时采取有效措施,调整有关控制指标,确保产品符合质量要求。

(2)做好原料、燃料堆场(库)、生产工序现场和出厂产品的质量管理工作,发现原料、燃料有混杂,违反质量要求的操作和不合格产品出场等情况,要及时制止。

(3)做好原料、燃料、半成品和成品的质量检验工作。取样要有代表性,检验必须准确及时。检验结果不允许以任何理由进行修改,并要按时通知规定的生产岗位和有关单位。

(4)按时召开质量分析会议,研究提高质量的措施。

二、化验室管理制度

1. 职责范围和岗位责任制

1) 化验室主任(或副主任)

化验室主任负责全厂的质量管理工作,领导全室职工完成工厂下达的质量检验工作,负责产品质量检查,使其符合国家标准和技术条件要求,制止不合格产品出厂;贯彻执行有关企业的《质量管理规程》以及上级下达的各种质量指标,组织制定和修改本厂质量管理制度并监督执行,定期检验督促室内各项规章制度和工作任务的完成情况,按期提出月、季、年的生产工作总结;负责审查本室对外的文件、资料、统计报表和研究试验计划,对车间质量管理做出指导。

2) 专职技术人员(或工艺技术人员)

专职技术人员负责生产工艺的质量管理工作,提出配料方案;经常深入现场,了解生产情况及存在的问题,提出改进措施和解决办法;掌握进厂原(燃)材料的质量变动及使用情况,确定生产质量控制指标及废次品搭配处理方案,做好出厂产品的品质管理工作等;组织制定和修改本室岗位责任制,技术操作规程,设备、仪器和标准溶液的检查管理等制度;按期提出月、季、年的质量管理专题总结,运用数理统计方法,分析质量动态,为厂部召开的质量活动分析提供材料;负责解决用户对产品质量提出的问题和意见,检查化验室各组工作,指导值班长及有关岗位工作,检查各组的抽查对比情况。

3) 统计员

统计员负责化验室原始记录的整理和保管,每月按统一表格登记台账,数据务必完整、准确,填写要清晰、整齐;负责质量日报、月报及年报的统计与填写工作。

4) 质量值班员

根据本厂质量管理制度(或规程)和原材料(或燃料)、半成品、成品的技术条件的规定,质量值班员负责本班的质量调度和质量控制。经常深入车间巡回检查,了解生产和质量情况,发



现质量不稳定或质量指标完不成时,应协同有关单位分析研究原因,采取措施,迅速解决。

5) 生产控制组

生产控制组根据本厂质量管理制度(或规程、办法、细则)、生产流程控制图和原料、燃料、混合材料、半成品、成品的技术条件所规定的检验项目和要求分设岗位,完成生产控制检验和监督任务,使全厂生产过程处于受控状态。

6) 物理检验组

物理检验组按国家标准规定的方法要求完成生产控制、出厂产品、科研试样、厂际对比和外来试样等所需的全部物理检验工作。要求对试样的处理和保管中不得出现样品条与留样条不符及混样现象,出厂产品的封存样必须保存规定的时间;原始记录要如实填写,不得任意涂改,台账记录要完整清洁并妥善保管。

7) 化学分析组

化学分析组负责生产过程中所有原料、燃料、半成品和成品的化学分析及本厂科研、厂际对比和外厂委托的试样分析。要求药品有专人管理,标准溶液有专人配制、标定,蒸馏水定期检查纯度;建立抽查制度,保持实验室内外和操作台的清洁;仪器、用具应随用随擦拭干净,记录台账要完整清洁并妥善保管。

2. 仪器设备的维护、使用和校准制度

1) 铂器皿

铂俗称白金,其器皿具有熔点高、化学性能稳定、高温不氧化、与单一的无机酸和多数化学试剂不起作用等特点。但铂是稀少的贵金属,价格昂贵,使用时应十分小心。

(1) 铂器皿加热时应当在电炉内(若在硅碳棒电炉内,应有必要的通气装置,防止铂的碳化)或煤气灯的氧化焰上灼烧。禁止使用还原性或发烟、发黄光的火焰,亦不准接触蓝色火焰。

(2) 不得在铂器皿中熔融或加热碱金属氧化物及氢氧化物,含磷、含碳和含大量硫化物的物质,以及含重金属(如铅、锡、锑、砷、汞、铜等)的样品。

(3) 高温时不能使用大量过氧化钠、氢氧化钠(钾)作熔剂,灼烧时铂器皿应放在素烧陶瓷管架或石棉板上,要用带有铂尖的钳子轻轻夹取。

(4) 铂器皿中不允许处理卤素或分解出卤素的物质、王水、溴水及盐酸和氧化剂的混合物(如盐酸和二氧化锰共热时有氯气逸出)。

(5) 成分不明的物质不要用铂器皿加热熔融。

(6) 铂器皿的清洗方法:一般清洗时可用稀盐酸(体积比为1+5,后文中相关写法均表示体积比,即1体积盐酸与5体积水混合)溶液加热;如器皿上沾有脏物时,可用焦硫酸钾或碳酸钠熔融除去;如有轻微腐蚀,可用圆粒细海沙轻轻摩擦腐蚀部分。

(7) 在使用铂器皿时,要防止其变形,因此不应把灼热的铂器皿骤然投入冷水中冷却。在脱熔块时,不能用硬物在皿内刮取。由高温中取出的坩埚要放在干净的石棉垫板上。

(8) 已变形的坩埚器皿可用形状相吻合的木模进行校正(但已变脆的碳化铂部分切勿用力校正)。

2) 银器皿

使用银器皿的注意事项如下。

(1) 银的熔点较低,使用温度一般以不超过750℃为宜。

(2) 刚从高温中取出的银坩埚不能立即用水冷却,以防裂纹。



(3) 使用过氧化钠熔剂时,只宜烧结,不宜熔融,应严格控制温度。

(4) 含硫化物高的物质不要在银坩埚中熔融。

(5) 清洗银器皿时,可用微沸的稀盐酸(体积比为1+5),但不宜将银器皿放在酸内长时间加热。

3) 镍坩埚

镍坩埚只宜使用碱性熔剂如氢氧化钠、过氧化钠进行熔融,不能使用焦硫酸钾、硫酸氢钾等酸性熔剂。使用温度不得高于700℃,否则带入溶液中的镍盐将大量增加。

4) 高温炉及温度控制器

使用高温炉及温度控制器的注意事项如下。

(1) 化验室用高温炉必须配有温度自动控制器,所用电源电压应与控制器表头规定的电压相符(可用外接电阻调整)。

(2) 使用前需接好地线,并检查断电保护是否灵敏。高温炉应安装在牢固的台面上,控制器则应尽量远离热源。

(3) 热电偶要插入炉膛的中部,并防止热电偶端与炉壁接触。开启电源前应首先将控制器的控制指针调至所需温度,开启电源后应注意控制器指针是否反向。

(4) 电路升至规定温度后,控制器应自动控制并保温,否则应切断电源进行检查,不得继续使用。

(5) 送入或取出灼烧物时,最好切断电源,防止触电,炉膛底部应垫一耐火板(不要将被灼烧物品直接放在炉膛底部,防止烧结在一起)。

(6) 禁止熔融和灼烧沉淀在同一炉内进行,不得在炉内进行灰化滤纸,容易飞溅的溶液更不能直接放在高温炉中熔融,要避免热电偶端被飞溅的熔融物玷污。

(7) 控制器要定期进行检查和温度校正。

5) 标准溶液复标制度

为了保证标准溶液浓度的准确性,要求标准溶液必须由专人配制、标定,并由他人复标。标定、复标数据必须详细记录。经复标合格后的标准溶液,应贴上封条,存储备用。

6) 技术档案、资料、报表管理制度

(1) 原始记录必须记入专册,填写要如实、完整、清晰,并不得随意涂改。原始记录到期编号归档,至少保存两年以上,以供查询。

(2) 分类台账、报表、档案要有专人负责,并按期填写,长期保管。报表应按规定时限及发放范围寄出。上报报表要做到准确、及时,符合标准化要求。

(3) 有关试验研究(设计)报告及生产总结资料,要按内容或时间分类存档,妥善保管。

(4) 技术档案、资料的借阅,应按规定手续办理,并设专人监管资料档案工作。

三、化验室安全知识

1. 化验室安全守则

(1) 进入化验室时,首先要熟悉化验室及其周围环境,记住电闸、水闸、灭火器的位置。

(2) 严禁在化验室内吸烟及吃东西,不准用嘴尝味道的方法来鉴别未知物,离开化验室时要仔细洗手,如曾使用过有毒物质,还应漱口。

(3) 使用电器设备时,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,以免触电。



(4)水、电、煤气灯使用完毕后,应立即关闭。离开化验室时,应仔细检查水、电、煤气、门、窗是否均已关好。

(5)许多氧化剂、还原剂,如氯酸钾与硫磺,不可在一起研磨。绝对不允许随意混合各种化学药品,以免发生意外事故。

(6)不要俯向容器去嗅逸出气体的气味。嗅气味时,面部应离开容器一段距离,用手把从容器口逸出的气体慢慢扇向鼻孔。凡涉及能产生有刺激性或有毒气体(如 H_2S 、 HF 、 Cl_2 、 CO 、 NO_2 、 SO_2 等)的实验必须在通风橱内进行。

(7)浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性,使用时应小心,以免溅在皮肤、衣服或鞋袜上,更应注意保护眼睛。使用浓 HNO_3 、 HCl 、 H_2SO_4 、 $HClO_4$ 、氨水时,均应在通风橱中操作,绝不允许在化验室直接加热。夏天,打开浓氨水瓶盖之前,应先将氨水瓶放在自来水流水下冷却后,再行开启。稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢地加入水中,并不断搅拌,切不可把水加入浓硫酸中,以免酸液溅出,造成灼伤。

(8)使用 CCl_4 、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时,一定要远离火源。使用完毕后将试剂瓶塞严,放在阴凉处保存。用过的试剂应倒入回收瓶中,不要倒入水槽中。低沸点的有机溶剂不能直接在火焰或热源上加热,而应采用水浴加热。

(9)从高温炉取出的高温物体(如坩埚、瓷皿等)要放在耐火石棉板上或瓷盘中,附近不得有易燃物。需称量的坩埚待稍冷后方可移到干燥器中冷却。

(10)化验室内每瓶试剂必须贴有明显的与内容相符的标签,标明试剂名称及浓度。实验室用过的滤纸、试纸、碎玻璃以及废酸、废碱应倒在指定的地方。

(11)化验室的各种精密贵重仪器(如铂器皿)应由专人负责保管,并制定单独的安全操作规程,未经保管人员同意,或未掌握安全操作规程前不得随意动用。

2. 化验室可能发生的危险和预防措施

虽然在化验室各种岗位都有其岗位责任制,又建立了完善的化验室安全守则,但是,在进行化学实验时,还是存在很多危险。下面介绍一般化学分析室可能发生的危险和预防措施。

1) 割伤

玻璃仪器破裂容易割伤皮肤。在化验室里,应特别注意割伤,因为割伤后药品会渗入伤口,不易痊愈。预防割伤应注意下列事项。

(1)使用玻璃仪器前,对仪器进行检查,不要使用有裂纹的仪器。

(2)用酒精灯和喷灯加热烧杯和烧瓶时,下部应垫石棉网,以免受热不均发生炸裂。

(3)磨口瓶和容量瓶都不是由耐热玻璃制成,受热容易炸裂,不能直接在电炉上加热,装入的溶液不可过热。配制溶液时,应先在烧杯内将试剂溶解,尤其是溶解放热性物质时,必须将试剂一份份地加入水中,稍后再倒入磨口瓶或容量瓶内,以免因溶解时发热,使瓶炸裂。

2) 烧伤

在化学分析室里,皮肤的烧伤常常是由于接触具有腐蚀性或刺激性的药品、火焰、高温物体、电流等而引起的。各种烧伤的主要危害是使身体失去大量水分,并由于身体组织损伤和细菌感染而发生严重的并发症。预防烧伤应注意以下事项。

(1)取用 H_2SO_4 、 HNO_3 、浓 HCl 、 HF 、 $NaOH$ (或 KOH)、 $NH_3 \cdot H_2O$ 和液体溴时应戴上橡胶手套,不要让药品沾在手上。氢氟酸烧伤较其他酸碱烧伤更危险,如不及时处理,将严重伤害皮肤及骨组织。故使用氢氟酸时要特别小心,操作后必须立即洗手,以免意外烧伤。