

“十二五”普通高等教育本科规划教材

表面处理溶液分析 实验指导书

郭晓斐 王 玥 袁兴栋 主编

BIAOMIAN CHULI RONGYE FENXI
SHIYAN ZHIDAOSHU



化学工业出版社

“十二五”普通高等教育本科规划教材

表面处理溶液分析实验指导书

郭晓斐 王 玥 袁兴栋 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书结合分析化学的基本原理,以常见的表面处理溶液中成分分析为实验内容。本书分为两大部分,第一部分是化学实验基本知识,包括化学实验室安全知识、常用仪器设备的使用等,使学生能够掌握系统的化学实验基础知识。第二部分是实验,结合专业课程特点及实际工业生产需求进行合理选取实验项目,以巩固理论课程的学习,拓展学生的知识面。

本书可为高等院校表面工程、金属材料等专业的实验教材,也可供从事化学实验工作或化学研究的
工作人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

表面处理溶液分析实验指导书/郭晓斐,王玥,袁兴栋主编.
北京:化学工业出版社,2013.8
“十二五”普通高等教育本科规划教材
ISBN 978-7-122-17844-2

I. ①表… II. ①郭…②王…③袁… III. ①金属表面处理-电
镀液-化学分析-实验-高等学校-教学参考资料 IV. ①TG17-33
②TQ153-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 146098 号

责任编辑:杨 菁
责任校对:陶燕华

文字编辑:刘莉珊
装帧设计:关 飞

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
印 装:三河市延风印装厂
787mm×1092mm 1/16 印张12¼ 字数298千字 2013年10月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:29.00 元

版权所有 违者必究

前 言

为了适应教学改革,更好地培养适应 21 世纪表面工程方面人才,《表面处理溶液分析实验指导书》是我们在多年理论和实验教学的基础上,参考国内外分析化学及表面处理技术等教材编写的,主要针对表面工程专业,同时也适应于金属材料 and 热处理等专业使用,也可作为工业生产表面处理溶液的分析参考书。与科技发展相适应,本教材尽量选用最新的分析方法及较新型号的仪器做参考。

本教材分为两部分,第一部分是常规化学实验基本知识,分为绪论、化学实验室常用仪器及设备的使用、实验中的数据表达与处理等,以使学生能够较系统地掌握化学实验基础知识。第二部分是实验,共计 38 个,涵盖了常用的表面处理溶液的基本操作及基本技能训练实验。在选取实验项目时,考虑到专业课程需要及工业实际生产需求,编写了化学分析和仪器分析两大部分的实验,以拓展学生的知识面。

本教材有以下几个方面的特点:一是将表面工程专业实验与理论教材紧密结合,根据常用的理论教材内容的编排方式加以编排和分类,使学生更容易、更方便地将理论与实验结合起来;二是注重内容全面的基础上,保证所选实验实用性、新颖性、前瞻性;三是注重实验原理和反应机理方面内容的提炼和补充,内容编排从基础到综合,符合循序渐进的原则,使学生能力逐步提高。

本书由山东建筑大学郭晓斐、王玥、袁兴栋主编,参加编写工作的有山东建筑大学范小红(第一部分 1.1~1.5)、王志刚(第一部分 2.1~3.5),济南晶恒电子有限责任公司张华平、齐建国,烟台三环锁业集团有限公司张庆来,潍坊市环境监测中心郝欣欣,山东省农业科学研究院梁京芸参与了实验的编写。全书由郭晓斐统稿,冯立明主审,山东建筑大学材料学院杨红梅、温振兴、刘艳、纪念静参与了文字的校正工作。在编写过程中,刘科高老师提出了许多宝贵的意见,在此表示衷心的感谢。

由于编者水平有限,虽经一再校阅,书中可能仍有疏漏之处,敬请读者提出宝贵意见和建议。

编 者
2013 年 5 月

目 录

第一部分 表面处理溶液分析实验基本知识

1 绪论	1
1.1 本课程的教学目标	1
1.2 本课程的学习方法	1
1.2.1 实验预习	1
1.2.2 实验操作及注意事项	1
1.2.3 实验报告	2
1.3 实验报告的基本格式	2
1.4 化学实验的安全知识	3
1.4.1 实验室规则	3
1.4.2 安全防火措施	3
1.4.3 中毒的预防及处理	4
1.4.4 灼伤的预防及处理	5
1.4.5 割伤的预防及处理	5
1.4.6 水电安全	6
1.4.7 实验室废物的处理	6
1.4.8 危险装置的使用	9
1.5 化学试剂常识	10
1.5.1 化学试剂的分类	10
1.5.2 化学试剂的选用	10
1.5.3 化学试剂的保管	11
2 化学实验室常用仪器、设备的使用	12
2.1 常用玻璃仪器及其使用	12
2.2 部分常用玻璃实验装置	17
2.3 玻璃仪器的洗涤与干燥	17
2.3.1 玻璃仪器的洗涤	17
2.3.2 玻璃仪器的干燥	18
2.4 基本度量仪器的使用	18
2.4.1 量筒	18
2.4.2 吸管	19

2.4.3	滴定管	19
2.4.4	容量瓶	21
2.5	分析天平的使用	22
2.5.1	电光天平	22
2.5.2	电子天平	24
2.5.3	称量方法	24
2.6	分光光度计的使用	25
2.6.1	测定原理	25
2.6.2	721 型可见分光光度计	26
2.6.3	722 型可见分光光度计	27
2.6.4	752 型紫外-可见分光光度计	28
2.6.5	UV-2100 型紫外分光光度计	29
2.7	酸度计的使用	29
2.7.1	工作原理	29
2.7.2	25 型 pH 计使用方法	30
2.7.3	pHS-3C 精密酸度计的使用方法	32
2.8	电位差计的使用	33
2.8.1	工作原理	33
2.8.2	ZD-WC 精密数字式电子电位差计的使用方法	33
2.9	DDS-307 型电导率仪	34
2.9.1	工作原理	34
2.9.2	DDS-307 型电导率仪的使用方法	34
2.9.3	注意事项	35
2.10	电位滴定仪的使用	35
2.10.1	工作原理	35
2.10.2	滴定终点的确定	36
2.10.3	指示电极的选择	36
2.10.4	离子选择性电极	37
2.10.5	ZD-2A 型自动电位滴定仪使用方法	37
2.11	原子吸收光谱仪的使用	39
2.11.1	工作原理	39
2.11.2	仪器结构	40
2.11.3	定量方法	40
2.11.4	原子吸收光谱中的干扰及其抑制	41
2.11.5	原子吸收光谱法的应用	41
3	实验中的数据表达与处理	43
3.1	误差分析	43
3.1.1	系统误差的发现及消除	43

3.1.2	偶然误差	44
3.1.3	过失误差	44
3.2	有效数字及其应用	44
3.2.1	正确选用仪器	44
3.2.2	正确记录数据	45
3.2.3	正确表示分析结果	45
3.2.4	有效数字运算规则	45
3.3	数据的精密度及其表示方法	45
3.4	可疑值取舍	46
3.5	标准曲线的回归分析	46

第二部分 实验内容

实验一	镀镍液中硼酸含量的测定	48
实验二	酸性镀铜液硫酸含量分析	52
实验三	碱性镀锡液氢氧化钠及碳酸钠含量分析	54
实验四	化学除油液氢氧化钠、碳酸钠、磷酸钠含量的连续分析	57
实验五	磷化液游离酸及总酸含量分析	60
实验六	酸洗液中游离盐酸的测定	62
实验七	磷钼酸铵容量法测定磷化液中的磷	64
实验八	碱性镀锌液中锌含量分析	66
实验九	普通镀镍液中镍含量分析	68
实验十	焦磷酸盐镀铜溶液中铜离子及总焦磷酸根的测定	70
实验十一	镀铁溶液中总铁含量的测定	73
实验十二	镀铜锡合金溶液中铜锡含量的连续测定	75
实验十三	黑镍镀液中镍锌含量的连续分析	78
实验十四	酸性镀铜液中铜含量分析	81
实验十五	普通镀铬液中铬酐及 Cr^{3+} 含量分析	84
实验十六	碱性镀锡液锡酸钠及二价锡含量分析	87
实验十七	化学镀铜液中酒石酸钾钠含量分析	90
实验十八	光亮镀镍液中甲醛含量分析	93
实验十九	铝合金草酸阳极氧化溶液中总草酸含量测定	95
实验二十	焦磷酸镀铜液中柠檬酸铵含量分析	97
实验二十一	水质化学需氧量 (COD) 的测定	99
实验二十二	镀镍溶液中氯化物含量的测定	103
实验二十三	氰化镀银液中银含量分析	106
实验二十四	电镀黑镍溶液中硫酸钠含量的分析	108
实验二十五	黑镍镀液硫氰酸根含量分析	110
实验二十六	普通镀铬液中硫酸含量分析	112
实验二十七	氰化镀金溶液中金离子含量测定	114

实验二十八	电镀溶液 pH 的测定	115
实验二十九	溶液电导率的测定	117
实验三十	溶液表面张力的测定	122
实验三十一	水中氟离子含量测定	128
实验三十二	电位滴定法测定化学镀镍溶液中次磷酸钠的含量	132
实验三十三	电位滴定法测定电镀银溶液中银的含量	138
实验三十四	废水中六价铬含量测定	141
实验三十五	丁二酮肟分光光度法测定水中微量镍离子含量	145
实验三十六	钼酸铵分光光度法测定溶液中总磷含量	148
实验三十七	原子吸收分光光度法测定溶液中铜、锌、铅、镉含量	151
实验三十八	火焰原子吸收分光光度法测定溶液中铁、锰含量	154

附录	159
----------	-----

附录 1	中华人民共和国法定计量单位	159
附录 2	元素的相对原子质量	160
附录 3	常用化学物的相对分子质量	162
附录 4	配离子的稳定常数	164
附录 5	标准电极电势 $\varphi^\ominus$	165
附录 6	弱酸和弱碱的离解常数	168
附录 7	难溶电解质的溶度积 (298.2K)	169
附录 8	物质的溶解性表	170
附录 9	水的饱和蒸汽压	173
附录 10	水的表面张力	173
附录 11	水的绝对黏度	173
附录 12	水的密度	174
附录 13	常用溶剂的物理常数	175
附录 14	不同温度下液体的密度	176
附录 15	常见离子及化合物的颜色	177
附录 16	常用基准物质	178
附录 17	常用试剂的配制	179
附录 18	常用指示剂及试纸的制备	181
附录 19	常用缓冲溶液及洗涤剂	184
附录 20	常用缓冲溶液的 pH 范围	185

参考文献	186
------------	-----

第一部分

表面处理溶液分析实验基本知识

1 绪 论

1.1 本课程的教学目标

表面工程专业是近年来比较热门的专业之一，在教学中，表面处理溶液的成分分析是对学生进行实际操作训练的必修课程。以电镀生产为例，在生产的质量管理中，所使用的原材料如化学药品、阳极材料都需要进行检验，把好质量第一关。各种电镀槽液也要建立不同的分析周期制度进行化验，从而保障产品的质量。

表面处理溶液的分析以分析化学基本原理为主要依据，主要涉及化学分析和仪器分析两部分。学生通过本课程学习，可以加深对分析化学基础理论、基本知识的理解，正确和较熟练地掌握分析化学实验技能和基本操作，提高观察、分析和解决问题的能力，培养学生严谨的工作作风和实事求是的科学态度，树立严格的“量”的概念，为学习后继课程和未来的科学研究及实际工作打下良好的基础。

1.2 本课程的学习方法

要达到上述实验目的，不仅要有正确的学习态度，而且要有正确的学习方法。实验前的预习、实验室操作和实验后书写实验报告是安全、有效地完成化学分析实验的三个重要环节。

1.2.1 实验预习

实验预习是做好实验的第一步，应首先认真阅读实验教材及相关的参考资料，做到实验目的明确、实验原理清楚、熟悉实验内容和实验方法、牢记实验条件和实验中有关的注意事项。在此基础上，简明、扼要地写出预习笔记。预习笔记包括实验目的和要求、实验的基本原理、实验内容、操作步骤以及针对实验中可能出现的问题，写出防范措施和解决办法。

1.2.2 实验操作及注意事项

实验是培养独立工作和思维能力的重要环节，必须认真、独立地完成。

(1) 按时进入实验室，认真听取指导教师讲解实验、回答问题。疑难问题要及时提出，并在教师指导下做好实验准备工作。

(2) 实验仪器和装置装配完毕, 须经指导教师同意后方可接通电源进行实验。实验操作及仪器的使用要严格按照操作规程进行。

(3) 实验过程中精力要集中, 仔细观察实验现象, 实事求是地记录实验数据, 积极思考, 发现异常现象要仔细查明原因, 或请教指导教师帮助分析处理。实验记录是科学研究的第一手资料, 实验记录的好坏直接影响对实验结果的分析。因此, 必须对实验的全过程进行仔细观察和记录, 记录时, 要与操作一一对应, 内容简明扼要, 书写清楚。

(4) 实验中应保持良好的秩序。不大声喧哗、打闹, 不随便走动, 不乱拿仪器药品, 爱护公共财物, 保持实验室的卫生。实验记录和实验结果必须经老师审查, 老师同意方可离开实验室。

1.2.3 实验报告

学生应独立完成实验报告, 并按规定时间送指导教师批阅。实验报告内容包括实验目的、实验原理、简单操作步骤、数据处理和结果讨论。数据处理应有原始数据记录表和计算结果表示表(有时两者可合二为一), 结果讨论应包括对实验现象的分析解释、查阅文献的情况、对实验结果进行定性分析或定量计算、对实验的改进意见和做实验的心得体会等。这是锻炼学生分析问题的重要一环, 是使直观的感性认识上升到理性思维的必要步骤, 务必认真对待, 严谨相互抄袭和随意涂改。

1.3 实验报告的基本格式

实验报告

实验名称:

学院(系):

专业:

班级:

学号:

姓名:

实验日期:

一、实验目的

该部分建议填写本实验所用到的基本理论及基本技能。

二、实验原理

简要叙述本实验中所涉及的基本原理及知识点, 以及操作过程中常见问题及操作要领。分析该实验误差来源及消除方法等。

三、实验步骤

建议按照本实验的实际操作过程分步骤简要叙述, 可参考实验指导书相关内容。

四、数据记录与结果处理

学生应如实记录实验过程中所获得的数据, 特别注意有效数字及数据处理结果的规范性。以标准溶液的标定为例, 建议采用如下表格:

样表 某标准溶液的标定

项 目 \ 滴 定 编 号	1	2	3
标准溶液起始体积 V/mL			
标准溶液终点体积 V/mL			
标准溶液消耗体积数 $\Delta V/\text{mL}$			
标准溶液的浓度 $c/\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$			
标准溶液的浓度平均值 $c/\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$			

五、问题与讨论

结合本实验原理及操作过程对实验可能产生误差的原因进行分析,并提出减小误差的措施。

六、思考题

结合实验原理及实际操作,简要回答实验指导书后的思考题。

1.4 化学实验的安全知识

进行化学实验时,经常要接触到水、电以及易燃、易爆、有毒的有机试剂和溶剂,因此,进行化学实验,必须十分注意安全。事故的发生,往往是不熟悉药品和仪器性能、违反操作规程和麻痹大意所致。只要做好实验预习,严格操作规程,坚守岗位,集中精力,事故是可以避免的。

1.4.1 实验室规则

为了保证化学实验课的教学质量,确保每堂课都能安全、有效、正常地进行,学生必须遵守以下规则。

(1) 在进入化学实验室以前,必须认真阅读本章内容,了解进入实验室后应注意的事项及有关规定。每次做实验前,认真预习该实验内容,明确实验目的及要掌握的操作技能。了解实验步骤、所用药品的性能及相关安全问题,写出实验预习报告。

(2) 实验开始后,先认真听指导老师讲解实验,然后严格按照操作规程安装好实验装置,经老师检查合格后方可进行下一步操作。

(3) 药品的称量应在老师指定的地方进行,称取完毕,要及时将试剂瓶盖子盖好,并将台秤和药品台擦净。不允许将药品瓶拿到自己的实验台称取。

(4) 实验过程中要仔细观察实验现象,认真及时地做好记录,同学间可就实验现象进行研讨,但不许谈论与实验无关的问题。不经老师许可,不能离岗。不能听随身听、接打手机。严禁吸烟、吃东西。固、液体废物分别放在指定的垃圾盒中,不能随便扔、倒在水池中。

(5) 实验结束后,把实验记录交老师审阅,由老师登记实验结果。同学将产品回收指定瓶中,然后洗净自己所用的仪器并保管好。公用仪器放在指定的位置。把自己的卫生区清理干净后,经老师许可方可离开实验室。

(6) 每天的值日生负责实验室的整体卫生(水池、通风橱、台面、地面)、废液的处理、水电安全。经老师检查合格后,方可离去。

1.4.2 安全防火措施

化学药品中,很多是易燃、易爆的,因此,火灾是实验室应重点防范的事故之一。为了防止着火,实验中必须注意以下几点。

(1) 各类易燃、易爆试剂在存放时应远离明火。环境应通风、阴凉;易相互发生反应的试剂应分开放置;活泼的金属钾、钠不要与水接触或暴露在空气中,应保存在煤油中,废钠通常用乙醇或异丙醇销毁;白磷应保存在水中;盛有有机试剂的试剂瓶,其瓶塞要塞紧。

(2) 不能用敞口容器加热和放置易燃、易爆的化学试剂。应根据实验要求和物质的特性选择正确的加热方法,如对沸点低于 80°C 的液体,在蒸馏时,应采用间接加热,严禁用电炉或火焰直接加热。

(3) 不得在烘箱内存放、干燥、烘焙有机物。

(4) 使用高压气体钢瓶时, 要严格按操作规程进行, 如乙炔、氢气钢瓶应远离明火, 存放在通风良好的地方。使用氧气钢瓶时, 不得让氧气大量溢入室内。在含氧量约 25% 的大气中, 物质燃烧所需的温度要比在空气中低得多, 且燃烧剧烈, 不易扑灭。不得让气体钢瓶在地上滚动, 不得撞击钢瓶表头, 更不得随意调换表头。搬运钢瓶时应使用钢瓶车。

(5) 易爆炸物质在移动或使用不得剧烈振动, 必要时先戴好面罩再进行操作。

(6) 在实验室内严禁吸烟, 严禁将不同试剂胡乱掺和, 严禁使用不知其成分的试剂。废溶剂不得倒入废液缸和垃圾桶中, 应专门回收处理。

(7) 若不慎发生着火, 应及时采取正确的措施, 控制事故的扩大。首先, 立即切断电源, 移走易燃物。然后根据易燃物的性质和火势, 采取适当的方法补救。

火情及灭火方法简介如下:

① 烧瓶内反应物着火时, 用石棉布盖住瓶口, 火即熄。

② 地面或桌面着火时, 若火势不大, 可用淋湿的抹布或沙子灭火。

③ 衣服着火, 应就近卧倒, 用石棉布把着火的部位包起来, 或在地上滚动以灭火焰, 切忌在实验室内乱跑。

④ 火势较大, 应采用灭火器灭火。二氧化碳灭火器是化学实验室最常用的灭火器。灭火器内存放着压缩的二氧化碳气体, 使用时, 一手提灭火器, 一手应握在喷二氧化碳的喇叭筒的把手上(不能手握喇叭筒, 以免冻伤!) 打开开关, 二氧化碳即可喷出。这种灭火器, 灭火后的危害小, 特别适用于油脂、电器及其他较贵重的仪器着火时灭火。

⑤ 如火势不易控制, 应立即拨打火警电话 119!

不管用哪一种灭火器, 都是从火的周围向中心扑灭。

常用灭火器的性能列于表 1-1。

表 1-1 常用灭火器的性能及特点

灭火器类型	药液成分	适用范围
二氧化碳灭火器	液态 CO_2	适用于扑灭电气设备、小范围的油类及忌水的化学药品失火
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 NaHCO_3	适用于油类着火, 但污染严重, 后处理麻烦
四氯化碳灭火器	液态 CCl_4	适用于扑灭电器设备、小范围的汽油、丙酮等着火。不能用于扑灭活泼金属钾、钠起火
干粉灭火器	主要成分是碳酸氢钠等盐类物质与适量的润滑剂和防潮剂	适用于扑灭油类、可燃性气体、电器设备、精密仪器、图书文件等物品的初起火灾
酸碱灭火器	H_2SO_4 和 NaHCO_3	适用于扑灭非油类和电器的初起火灾
1211 灭火器	CF_2ClBr 液化气体	特别适用于油类、有机溶剂、精密仪器、高压电器设备失火

需要注意的事, 水在大多数场合下不能用来扑灭有机物的着火。因为一般有机物的密度都比水小, 泼水后, 火不但不熄反而浮在水面燃烧, 火随水流促其蔓延, 将会造成更大的火灾事故。

1.4.3 中毒的预防及处理

大多数化学药品都具有一定的毒性。中毒主要是通过呼吸道和皮肤接触有毒物品而对人体造成危害。常见的有毒物质大致分为如下几类, 见表 1-2。

表 1-2 有毒物质的分类

分类	特点	示例的物质
毒气(高压气体管理法)	容许浓度在 200mg/m ³ (空气)以下的气体	如光气、氰化氢等
剧毒物(毒物、剧毒物管理法)	口服致命剂量为每公斤体重 30mg 以下的物质	如氰化钠、汞等
毒物(毒物、剧毒物管理法)	口服致命剂量为每公斤体重 30~300mg 的物质	如硝酸、苯胺等

预防中毒应做到以下几点。

(1) 实验前要了解药品的性能,称量时使用工具、戴乳胶手套,尽量在通风橱中进行。特别注意的是勿使有毒药品触及五官和伤口处。

(2) 反应中可能生成有毒气体的实验应加气体吸收装置,并将尾气导至室外。

(3) 用完有毒药品或实验完毕要用肥皂将手洗净。

假如已发生中毒,应按如下方法处理。

(1) 溅入口中 尚未下咽者,应立即吐出,用大量水冲洗口腔;如已吞下,应根据毒物的性质给以解毒剂,并立即送医院救治。

(2) 腐蚀性毒物中毒 对于强酸,先饮大量水,然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋清;对于强碱,也应先饮大量水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋清。不论酸或碱中毒皆再给以牛奶灌注,不要吃呕吐剂。

(3) 刺激剂及神经性毒物中毒 先用牛奶或鸡蛋清使之立即冲淡和缓和,再用一大匙硫酸镁(约 30g)溶于一杯水中催吐。有时也可用手指伸入喉部促使呕吐,然后立即送医院救治。

(4) 吸入气体中毒者 将中毒者移至室外,解开衣领及袖口。若吸入少量氯气或者溴,可用碳酸氢钠溶液漱口。

1.4.4 灼伤的预防及处理

皮肤接触了高温、低温或腐蚀性物质后均可能被灼伤。为避免灼伤,在接触这些物质时应戴好防护手套和眼镜。发生灼伤时应按下列要领处理。

(1) 被碱灼伤时 先用大量水冲洗,再用 1%~2%的乙酸或硼酸溶液冲洗,然后再用水冲洗,最后涂上烫伤膏。

(2) 被酸灼伤时 先用大量水冲洗,然后用 1%~2%的碳酸氢钠溶液冲洗,最后涂上烫伤膏。

(3) 被溴灼伤时 应立即用大量水冲洗,再用酒精擦洗或用 2%的硫代硫酸钠溶液洗至灼伤处呈白色,然后涂上甘油或鱼肝油软膏加以按摩。

(4) 被热水烫伤时 一般在患处涂上红花油,然后擦烫伤膏。

(5) 被金属钠灼伤时 可见的小块用镊子移走,再用乙醇擦洗,然后用水冲洗,最后涂上烫伤膏。

(6) 以上这些物质一旦溅入眼睛中(金属钠除外),应立即用大量水冲洗,并及时去医院治疗。

1.4.5 割伤的预防及处理

化学实验中主要使用玻璃仪器。使用时,最基本的原则是不能对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。具体操作要注意以下几点。

(1) 需要用玻璃管和塞子连接装置时,用力处不要离塞子太远,尤其是插入温度计时,要特别小心。

(2) 新割断的玻璃管断口处特别锋利,使用时,要将断口处用火烧至熔化,或用小刀使其成圆滑状。

发生割伤后,应先将伤口处的玻璃碎片取出,再用生理盐水将伤口洗净,轻伤可用“创可贴”,伤口较大时,用纱布包好伤口送医院。若割破静(动)脉血管,流血不止时,应先止血。具体方法是:在伤口上方5~10cm处用绷带扎紧或用双手掐住,尽快送医院救治。

1.4.6 水电安全

同学进入实验室后,应首先了解水电开关及总闸的位置在何处,而且要掌握它们的使用方法。如实验开始时,应先缓缓接通冷凝水(水量要小),再接通电源打开电热包。但决不能用湿手或手握湿物去插(拔)插头。使用电器前,应先检查线路连接是否正确,电器内外要保持干燥,不能有水或其他溶剂。实验做完后,应先关掉电源,再去拔插头,而后关掉冷凝水。

值日生在做完值日后,除非实验室有必需电器(如冰箱),否则临走前要关掉所有的水闸及总电闸!

1.4.7 实验室废物的处理

通常从实验室排出的废液,虽然与工业废液相比在数量上是很少的,但是,由于其种类多,加上组成经常变化,因而最好不要把它集中处理,而由各个实验室根据废弃物的性质,分别加以处理。为此,废液的回收及处理自然就需依赖实验室中每一个工作人员。所以,实验人员应予以足够的重视,疏忽大意固然不对,而即使由于操作错误或发生事故,也应避免排出有害物质。同时,实验人员还必须加深对防止公害的认识,自觉采取措施,防止污染,以免危害自身或者危及他人。

1.4.7.1 有机废液的存放及处理

化学实验室中产生的有机废液不能随意乱倒,更不能直接倒入下水道中,以免引起火灾。必须装入专门的收集容器内,并且分类收集。容器要求不易破损、老化、变形,并能防止扩散、渗漏。容器中储存的易燃物减少了时,往往容易着火爆炸,更要加以注意,最好盛放的容器配有密封盖,但不能使用橡皮盖。收集容器要放在固定地点,不能随意搬动,要远离火源、气源、电源。

避免将过氧化物与有机物(过氧化氢与丙酮),盐酸、氢氟酸等挥发性酸与不挥发性酸,硝酸盐与浓硫酸,易燃品和氧化剂,氰化物和酸类混在一起,以防发生爆炸等危险。收集废液的容器上必须粘贴标签,标明其中废液的化学名称、禁忌物和危险情况等内容。标签必须保证文字清晰,不易脱落。收集废液的容器快满时,应及时通知有关负责人员进行及时处理,同时更换新的容器收集。高温易爆或易腐败的特殊有机废液,应在特殊条件下储存,如储存在低温环境中。有条件的储存场所应设置警报,定期检查。

为了方便、有效、快速地处理实验室产生的有机废液,收集分类常分为:可燃性废液、难燃性废液、含水废液等。相应的处理方法有焚烧、无害化处理及回收利用。

(1) 焚烧处理 利用有机废液具有一定的热值,采用焚烧法处理有机废液是一种高效、简单、可行的处理方法。对于能安全燃烧的少量有机废液就地燃烧,燃烧时确定不会产生有害气体或重金属烧余物残留。例如由醇类、醚、酯类、有机酸酮等及由C、H、O元素构

成的废液处理可采用焚烧法将此类废液中的可燃性废液除去，对低浓度和难于燃烧的废液，用吸附法、溶剂萃取法、水解法、氧化分解法处理。对甲醇、乙醇、醋酸等易被生物分解的物质，其溶液用水稀释后，即可安全排放。如焚烧时产生了有害气体（如二氧化硫、盐酸、二氧化氮等），则务必采取措施，如洗涤等方法除去。

(2) 无害化处理 对不能燃烧的有机废液，则按不同的方法进行无害化处理。例如，烃类及其含氧衍生物废液的处理即可采用活性炭吸附。调节 pH 值至 5 左右，加入活性炭粉末，搅拌，2~3h 后进行过滤即可；而对于低浓度的含酚废液，可加入漂白粉或次氯酸钠，将酚氧化为二氧化碳和水。高浓度的含酚废液，用丁酸乙酯或醋酸丁酯萃取后，再用少量 NaOH 溶液反复萃取，调节 pH 值，进行重蒸馏回收；对于低浓度的氰化物废液，可加入 NaOH 调至 pH 值 10 以上，再加入高锰酸钾（以 3% 计），使 CN^- 氧化分解。高浓度的氰化物废液则可用次氯酸钠氧化。但要注意含氰化物废液一定不能与酸混合，以免生成剧毒的 HCN 气体而造成中毒；对容易发生水解的物质，如无机酸或有机酸的酯类，以及部分有机磷化合物等，可加入 NaOH 或 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ，在加热或室温条件下进行水解。水解后，若证明废液无毒害时，将其中和稀释，即可排放。如果仍含有有害物质时，用吸附等方法加以处理；在中性或碱性条件下，废液中的硝基苯类可用臭氧处理。此外也可用合成树脂、活性炭吸附剂吸附。浓度较高时，可用醋酸丁酯及粗汽油萃取回收；对于浓度较低的含苯胺类废液可加入次氯酸钠、过氧化氢、臭氧等氧化处理。也可用离子交换法处理，含苯胺类废液可用强酸性树脂吸附。而浓度较高的含苯胺类废液，可用醋酸丁酯及粗汽油萃取，萃取液中的苯胺类可用强酸回收，同时萃取溶剂可再生；含有磷酸、亚磷酸、磷酸酯类、硫代磷酸、磷化氢类以及磷系农药等物质的高浓度废液，将其与可燃性物质混合后进行焚烧处理。对低浓度的此类废液，先进行水解或溶剂萃取处理，再用累托石进行吸附处理。含有聚苯乙烯、聚乙烯、聚二醇、聚乙烯醇等合成高分子化合物，以及木质素、蛋白质、淀粉、橡胶、纤维素等天然高分子化合物的废液，用焚烧法处理含有可燃性物质的废液。对含水的低浓度废液，先经过浓缩处理后再将其焚烧。对淀粉、蛋白质等易被微生物分解的物质，其稀溶液不经处理就可排放；对于含重金属的有机类废液处理先用氧化、吸附等处理方法去除妨碍处理重金属的有机物质，然后将其作为无机类废液进行处理；对于毒性大，处理方法复杂，处理成本高，危险系数高的有机废液，不要擅自处理，务必送特定资质单位处理。

为了将有机废液从有害物质转化为无害物质，减少其对环境的污染，故处理方法的重点应该放在回收再利用和无害化两个方面。对于有机溶剂尤其应该回收再利用，这样既能避免污染环境，又可降低化学教学及科研成本。在确定对教学、科研的实验没有影响的前提下，可重复使用有机溶剂。但在重复使用前，必须经过标准显色或空白实验，如果效果良好，才可使用。

1.4.7.2 酸、碱废液的处理

实验室中酸、碱是常用试剂，每次使用完不必立即处理，应在实验室内设置废液缸，将一段时间的废酸、废碱液收集起来，利用酸碱中和反应生成水和盐的原理，去除其酸碱性。当中和反应不平衡时，可采用外加药剂中和，常用药剂有石灰、氢氧化钠和盐酸、硫酸等；此种方法利用了废物自身特性进行综合利用，所用的中和药剂也价廉易得，易于操作、对环境无害。

1.4.7.3 非金属废液的处理

(1) 含磷废液的处理 实验室废液中的磷主要是磷酸、磷酸盐、复合磷酸盐和有机磷。

去除的方法可加入明矾和石灰,铝和钙离子能絮凝磷酸根离子形成沉淀,静置12h后再分离去除。

(2) 含氮废液的处理 实验室废液中的氮主要是硝酸、亚硝酸盐、氨基酸、尿素等,去除氮的方法可加入漂白粉进行氧化分解,然后加入氢氧化钠提高pH值到11以上,使 NH_4^+ 转化成氨,随后进行搅拌,以气提的方式将氨从水中去除。

(3) 含氟废液的处理 含氟废液的常规处理采用钙盐沉淀法,即向废水中加石灰乳或投加石灰粉来中和废水的酸度,并投加适量的其他可溶性钙盐(CaSO_4 和 CaCl_2 等),使废水中的 F^- 与 Ca^{2+} 反应生成 CaF_2 沉淀而除去。实验室处理含氟废液,则在废液中加入消化石灰乳,放置一夜后过滤,滤液加酸中和稀释即可排放,如要进一步降低含氟量,可用阴离子交换树脂进一步处理。

(4) 含氰废液的处理 氰化物及其衍生物属于剧毒物质,含氰废液只能在碱性条件下处理,以免气态HCN挥发而危害操作人员健康。废液中氰化物的最高容许排放浓度为 $0.3\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 。在实验室中通常采用漂白粉法、硫代硫酸钠氧化法及碱性高锰酸钾氧化法使氰化物转化为无毒或毒性很低的氰酸盐或硫氰酸盐,达到对氰化物的无害化处理。当采用漂白粉法时,控制废液的pH值高于10,再加入过量的漂白粉或次氯酸钠溶液,搅拌、放置,使 CN^- 氧化并分解为无毒的 N_2 等;对于含氰化物浓度较高的废液可用硫代硫酸钠氧化法进行处理,该处理法需在弱碱性介质中,加入硫代硫酸钠溶液,使废液中硫代硫酸钠的浓度不低于2%,充分搅拌混合均匀,放置2~4h,使其反应完全,反应后生成毒性低的硫氰酸根,从而达到无害化处理的目的;当采用碱性高锰酸钾氧化法时需在 $\text{pH}\geq 10$ 的碱性条件下,加入5%高锰酸钾溶液为氧化剂,将氰化物氧化为无毒的氰酸盐。在处理过程中要保证反应介质弱碱性,在不断搅动的情况下,保持高锰酸钾的粉红色不褪。

1.4.7.4 重金属废液的处理

表面处理液中重金属离子处理方法有中和沉淀、化学沉淀、氧化还原、气浮电解、生物法以及膜分离技术法,但在实验室中,由于废水的量较少,因此还是以沉淀的方法为主。

(1) 含铬废液的处理 含铬废液中的铬以六价铬毒性大、危害大,应单独收集及时处理。实验室含铬废水主要来源于镀铬、钝化、分析滴定及容器洗涤液中,化学实验室废水中铬的最大允许排放浓度(以 Cr^{6+} 计)为 $0.2\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 。利用六价铬在酸性条件下具有强氧化性,可采用在废液中加入还原剂,如硫酸亚铁、亚硫酸氢钠、二氧化硫、水合肼或者废铁屑,将六价铬还原为三价铬,然后加碱,如 NaOH 、 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 、 Na_2CO_3 等,调节pH值,使三价铬形成低毒的 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 沉淀,清液可排放,沉淀经脱水干燥后或综合利用,或用焙烧法处理,使其与煤渣或煤粉一起焙烧,处理后的铬渣即可填埋。

(2) 含锌废液的处理 用水将废液中锌离子的浓度稀释至1%以下。调节废液pH值为9.0~9.5,加入适量硫化钠,充分搅拌,在加入少量三氯化铁,充分搅拌,调节废液pH值为8.0以上,然后放置一夜。用倾泻法过滤沉淀。如果有硫离子可用双氧水将其氧化,中和后经稀释直接排放下水道。

(3) 含铜废液的处理 废水中铜的最大允许排放浓度为 $1.0\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 。利用铁还原法将铜从含铜废液中直接还原,亦可将含铜离子废水重新转化为 CuSO_4 或还原为 Cu 。还可在含铜的溶液中加入生石灰或 Na_2CO_3 ,溶液显碱性后,使铜转化为 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 沉淀,如果溶液呈碱性,碱性溶液经中和处理后排放。

(4) 含汞废液的处理 实验室内含汞废液可加入 Na_2S 溶液,使 Hg^{2+} 生成难溶于水的

HgS，经分离即可去除 Hg^{2+} 。如果不慎滴入过量的 Na_2S 溶液，可加入 FeSO_4 溶液，生成 FeS 沉淀，分离即可消除 Na_2S 毒性。

(5) 含铅废液的处理 废液中的重金属离子铅、锌、镍、铜等均可采用置换反应，用强碱弱酸盐与含有重金属的废液进行化学沉淀反应，使废液中的重金属离子经化学反应生成难溶性的固体物质，分离去除。常用的化学沉淀药剂有碳酸钠、硫酸亚铁、碳酸钙等。

铅是重金属污染中数量最大的一种。废液中铅的最高容许排放浓度为 $1.0\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ （按 Pb 计）。对含铅废液的处理一般使用氢氧化物共沉淀法。其中利用 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 处理含铅废水，无腐蚀性、效果显著，可达到国家排放标准。在废液中加入消石灰，将 pH 值调为 11，使废液中的铅生成 $\text{Pb}(\text{OH})_2$ 沉淀。然后加入凝聚剂 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ ，将 pH 值调至 7~8，即产生 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 和 $\text{Pb}(\text{OH})_2$ 共沉淀。对含铅废液处理也可采用向废液中加入 $\text{NaSiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ，在不断搅拌下，过滤 PbSiO_3 沉淀，在通风橱中用蒸发皿将上层清液蒸发，固体将其干燥，标记后填埋。

(6) 含银废液的处理 实验室中含银废水虽然不多，但银是贵金属，所以回收银，具有较高的经济效益和社会价值。化学实验室的含银废液主要来自银量分析法和电镀等。目前回收银的方法归纳起来主要有沉淀法、电解法、金属置换法、还原法等。在废液中加入 HCl 酸化（也可以在加入 NaCl 的同时加入 HNO_3 酸化），分离干扰离子，同时生成氯化物沉淀，洗涤沉淀，加入过量的 1:1 的 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 使 AgCl 沉淀溶解，过滤除去沉淀，保留滤液，再向滤液中加入盐酸，使 Ag^+ 再以 AgCl 沉淀形式析出，得到了较纯净的 AgCl 沉淀。然后，加入 1:1 氨水使之全部溶解，再加入甲醛溶液，此时有银灰色沉淀析出，加热搅拌并缓慢加入 40% 的 NaOH 溶液，过滤，将所得沉淀用 2% H_2SO_4 溶液洗涤，用蒸馏水反复洗涤沉淀直至呈中性，抽滤，得金属银固体，烘干，压碎，得到金属银。另外，还可以进一步加入 1:1 HNO_3 溶解 Ag 粉，加热蒸发，在烘箱中于 110°C 下结晶，得到 AgNO_3 晶体。

1.4.8 危险装置的使用

实验室中，对于具有危险的装置，如果操作错误，那么可以说全部装置均为危险装置。特别对那些可能会引起大事故的装置，使用时必须具备充分的知识，并细心地进行操作。表 1-3 列举了常见的与大事故有关的危险器械的类型。

表 1-3 常见的危险装置

装置类型	事故种类	装置示例
电气装置	因电而引起的触电、火灾及爆炸等事故	如各种测定器械、配电盘等
机械装置	因机械力而造成的伤害事故	如车床、砂轮机等
高压装置	有气体、液体的压力所造成的伤害，继而发生火灾、爆炸等事故	如高压釜、各种高压气体钢瓶等
高温、低温装置	由温度而引起的烧伤、冻伤，以及火灾、爆炸等事故	如电炉、深度冷冻装置等
高能装置	发生触电、烧伤、眼睛失明及放射线伤害等事故	如激光、X 射线装置等
玻璃器具	由玻璃造成的割伤、烧伤	

一般应注意的事项：

(1) 使用的能量越高，其装置的危险性就越大。使用高温、高压、高压电、高速度及高负荷之类装置时，必须做好充分的防护措施，谨慎地进行操作。

(2) 对不了解其性能的装置，使用时要进行认真仔细的准备，尽可能逐个核对装置的各