



高等院校特色规划教材

应用型大学特色建设教材

分析化学实验

王月 龙彦辉 主编



石油工业出版社
Petroleum Industry Press

高等院校特色规划教材 应用型大学特色建设教材

分析化学实验

王月 龙彦辉 主编

本书由重庆市王月、龙彦辉主编，组织相关教师编写，由王月和龙彦辉担任主编，刘德蓉、董文丽、安祥等审稿。同时，参加本书编写和审稿的还有王月、龙彦辉、王月、龙彦辉、王月、龙彦辉等老师。全书由王月负责统稿。

本书的编写得到了重庆市计量质量研究院李根容、重庆邮电大学徐红梅、重庆理工大学雷路然的支持、指导和关心。本书在编写过程中，参考了已出版的相应教材和大量的文献资料，引用了其中的一些图表，主要参考书及文献资料已列在本书后面。同时，本书还得到了石油工业出版社“石油教材出版基金”的支持，并表示衷心的感谢。

由于编者水平有限，书中难免有不足之处，恳请同行专家和广大读者提出宝贵意见。

石油工业出版社

内 容 提 要

本书针对有关普通本科院校实验教学以及开展应用型特色课程建设的需要编写,设计了定性分析实验、四大滴定分析实验、重量分析实验和光度分析实验,并增加了综合性设计实验和研究性设计实验。在重视基本操作和标准规范的基础上,强调实验的适用性、多样性和新颖性,将加强基础训练、注重能力培养、提高综合素质作为指导思想,通过综合性设计实验和研究性设计实验扩展学生的知识面,培养学生分析问题和解决问题的能力。

本书可作为高等院校化学、化工、制药、冶金、食品、石油、环境工程等专业的大学生分析化学实验课的基础训练教材,也可供相关企事业单位的专业技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/王月,龙彦辉主编.—北京:石油工业出版社,2019.10

高等院校特色规划教材

ISBN 978-7-5183-3583-1

I. ①分… II. ①王…②龙… III. ①分析化学—化学实验—高等学校—教材 IV. ①O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2019)第 191158 号

出版发行:石油工业出版社

(北京市朝阳区安华里 2 区 1 号楼 100011)

网 址:www.petropub.com

编辑部:(010)64256990

图书营销中心:(010)64523633 (010)64523731

经 销:全国新华书店

排 版:北京密东文创科技有限公司

印 刷:北京中石油彩色印刷有限责任公司

2019 年 10 月第 1 版 2019 年 10 月第 1 次印刷

787 毫米×1092 毫米 开本:1/16 印张:14.5

字数:372 千字

定价:30.00 元

(如发现印装质量问题,我社图书营销中心负责调换)

版权所有,翻印必究

前 言

为了加快应用型人才培养的步伐,聚焦专业转型内涵建设,建设特色鲜明的高水平应用型本科大学,亟须编写一批适用于应用型大学学生的教材。

分析化学是一门实践性很强的学科,而分析化学实验教学则是一门实用性、实践性非常强的课程,在化学、化工、制药、环境、食品、能源化工等专业的教学中具有特别重要的作用。通过学习本课程,学生不但可以掌握各种相关的知识和操作技能,而且能更好地理解理论教学的内容,同时也培养学生科学思维能力、动手能力和科研能力,使学生具备独立分析问题、解决问题的能力,为学习后续课程和将来从事化学、化工等方面的工作打下坚实的基础。

本教材由重庆科技学院化学化工学院化学系组织相关教师编写,由王月和龙彦辉担任主编,刘德蓉、董文丽和刘火安担任主审。同时,参加本书编写和审稿工作的还有易欢、刘佳、王云帆、邱会东、苏小东等老师。全书由王月负责统稿。

本书的编写得到了重庆市计量质量研究院李根容、重庆邮电大学徐红梅、重庆理工大学梁浩然的支持、指导和关心。本教材在编写过程中,参考了已出版的相关教材和大量的文献资料,并引用了其中的一些图表,主要参考书及文献资料已列于本教材后面。同时,本书还得到了石油工业出版社“石油教材出版基金”的支持,在此一并表示衷心的感谢。

由于编者水平有限,书中难免有不足和错误之处,敬请同行专家和广大读者提出宝贵意见。

编 者

2019 年 4 月

目 录

第1章 分析化学实验基础知识	1
第1节 分析化学实验课程目标及要求	1
第2节 实验结果的记录、实验数据的处理和实验报告	2
第3节 实验室安全常识	5
第4节 分析化学实验室用水	9
第5节 常用试剂的规格及试剂的使用和保存	10
第6节 分析化学实验常用玻璃仪器的洗涤及干燥	12
第7节 溶液的配制及结果表示	14
实验 1.1 常见玻璃仪器的洗涤及干燥	17
实验 1.2 化学试剂及溶液的配制	18
第2章 定性分析实验	21
第1节 定性分析基础知识	21
第2节 定性分析常用仪器和基本操作	25
实验 2.1 阳离子第Ⅰ组的分析	33
实验 2.2 阳离子第ⅡA组的分析	35
实验 2.3 阳离子第ⅡB组的分析	39
实验 2.4 阳离子第Ⅲ组的分析	44
实验 2.5 阳离子第Ⅳ组的分析	51
实验 2.6 阳离子第Ⅴ组的分析	55
实验 2.7 阳离子Ⅰ~Ⅴ组未知液的分析	57
实验 2.8 阴离子的分组和初步试验、常见阴离子的分析	61
实验 2.9 未知易溶盐分析	66
实验 2.10 铜合金的定性分析	67
第3章 定量分析实验	68
第1节 分析天平及操作方法	68
第2节 滴定分析仪器及操作方法	72
第3节 沉淀重量分析仪器及操作方法	80
第4节 酸度计	86
第5节 分光光度计及操作方法	89
实验 3.1 电子分析天平基本操作练习	92
实验 3.2 滴定分析基本操作	95
实验 3.3 容量仪器的校准	98

第4章 酸碱滴定实验	102
实验4.1 氢氧化钠标准溶液的配制与标定	102
实验4.2 盐酸标准溶液的配制与标定	104
实验4.3 混合碱的分析测定(双指示剂法)	105
实验4.4 硫酸铵肥料中氮含量的测定(甲醛法)	108
实验4.5 食用醋中总酸度的测定	110
实验4.6 工业纯碱总碱度的测定	111
实验4.7 有机酸摩尔质量的测定	113
第5章 配位滴定实验	115
实验5.1 EDTA标准溶液的配制与标定	115
实验5.2 自来水总硬度的测定	117
实验5.3 铅铋混合液中 Bi^{3+} 、 Pb^{2+} 含量的连续测定	119
实验5.4 铝合金中铝含量的测定	121
实验5.5 胃舒平药片中 Al_2O_3 和 MgO 含量的测定	124
实验5.6 蛋壳中 Ca 和 Mg 含量的测定	127
实验5.7 铁铝混合液中铁、铝含量的连续测定	129
第6章 氧化还原滴定实验	132
实验6.1 高锰酸钾标准溶液的配制和标定	132
实验6.2 过氧化氢含量的测定(KMnO_4 法)	135
实验6.3 铁矿石中铁含量的测定($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 无汞定铁法)	136
实验6.4 硫代硫酸钠标准溶液浓度的标定	139
实验6.5 注射液中葡萄糖含量的测定	142
实验6.6 铜合金中铜含量的测定	144
实验6.7 维生素C药片中抗坏血酸含量的测定	146
实验6.8 溴酸钾法测定苯酚的含量	149
第7章 重量分析和沉淀滴定实验	152
实验7.1 硝酸银标准溶液浓度的标定	152
实验7.2 莫尔法测定可溶性氯化物中氯的含量	154
实验7.3 可溶性钡盐中钡含量的测定	156
实验7.4 钢铁中镍含量的测定	158
第8章 吸光光度法实验	161
实验8.1 邻二氮菲分光光度法测定微量铁	161
实验8.2 磷钼蓝吸光光度法测定钢铁中的磷	164
实验8.3 水样中六价铬含量的测定	166
实验8.4 水样中铜的吸光光度法测定	168

第9章 综合性设计实验	170
实验9.1 HCl—NH ₄ Cl 混合液中各组分含量的测定	171
实验9.2 HCl—H ₃ BO ₃ 混合液中各组分含量的测定	174
实验9.3 石灰石或白云石中钙、镁含量的测定	176
实验9.4 黄铜中铜、锌含量的测定	179
实验9.5 化工厂污水中化学需氧量的测定(高锰酸钾法)	182
实验9.6 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成及其组成与性质测定	184
实验9.7 吸光光度法测定天然水和废水中总磷含量	187
实验9.8 铅矿中铅含量的测定	190
实验9.9 硅酸盐水泥中主成分分析	192
实验9.10 硫酸四氨合铜(Ⅱ)的制备及组成分析	198
第10章 研究性设计实验	204
实验10.1 阿司匹林药片中乙酰水杨酸含量的测定	204
实验10.2 NH ₃ —NH ₄ Cl 混合液中各组分含量的测定	205
实验10.3 补钙制剂中钙含量的测定	205
实验10.4 白酒中糠醛含量的测定	206
实验10.5 洗衣粉中含磷量与碱度的测定	207
实验10.6 煤样中全硫的测定	208
实验10.7 水中亚硝酸盐氮的测定	208
参考文献	210
附录	211
附录1 某些离子和化合物的颜色	211
附录2 常用浓酸、浓碱的密度和常数	214
附录3 常用基准物质的干燥条件和应用	214
附录4 常用各种指示剂	215
附录5 常用缓冲溶液的配制	217
附录6 弱酸及其共轭碱在水中的离解常数(25℃, I=0)	218
附录7 微溶化合物的溶度积(18~25℃, I=0)	220
附录8 元素的相对原子质量(IUPAC, 2009 年公布)	222
附录9 常见化合物的相对分子质量	223
附录10 分析化学实验操作考试评分表	225

第1章 分析化学实验基础知识

第1节 分析化学实验课程目标及要求

一、分析化学实验课程目标

- (1) 通过严格的实验训练,培养学生正确熟练地掌握定性、定量分析化学实验的基本操作技能,学习并掌握典型的分析测定方法。
- (2) 充分运用所学的理论知识指导实验;培养手脑并用能力和统筹安排能力。在培养学生掌握实验的基本操作、基本技能和基本知识的同时,培养学生的科技创新意识与能力。
- (3) 确立“量”“误差”“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,保证实验结果的准确性和可靠性。
- (4) 结合综合性设计实验和研究性设计实验,通过自拟实验方案,培养学生的综合能力,如信息和资料的收集与整理能力,数据的记录与分析能力,问题的提出与证明、观点的表达与讨论等能力,并培养学生敢于质疑、勇于探究的精神和意识。
- (5) 培养严谨、实事求是、一丝不苟的科学态度和勤俭节约的优良作风;培养学生认真细致的工作作风以及相互协作的团队精神,为学习后续课程、参加实际工作和开展科学研究打下良好的基础。

二、分析化学实验课程要求

- (1) 开实验课前,由指导老师制定实验教学进度,每个实验提前一周备课,明确实验目的、要求和有关注意事项,做好记录。
- (2) 每次实验,指导老师提前进入实验室,检查实验设施,熟悉药品摆放情况,并准备试剂、试样、仪器设备等。
- (3) 实验过程中,教师应注意巡视观察,认真辅导,随时纠正个别学生不规范的操作。实验结束后,检查学生的数据记录和实验台卫生情况,提醒学生检查水、电、门窗等是否关好,然后告知实验室值班人员,经检查合格后方可允许学生离开。
- (4) 要求学生课前必须认真预习,理解实验原理,了解实验步骤,探寻影响实验结果的关键环节,做好必要的预习笔记。未预习者不得进行实验。

(5)要求学生认真阅读“实验室安全制度”和“化学实验课学生守则”,遵守实验室的各项规章制度,了解消防设施和安全通道的位置,树立环境保护意识,尽量降低化学物质(特别是有毒有害试剂以及洗液等)的消耗。

(6)要求学生将所有的实验数据,尤其是各种测量的原始数据,必须随时记录在专用的、预先编好页码的实验记录本上。不得记录在其他任何地方,不得涂改原始实验数据。

(7)要求学生保持实验室内安静、实验台面清洁整齐,爱护仪器和公共设施,树立良好的公共道德。

(8)要求学生每次实验不得迟到。因病、因公缺席,必须请假。事后必须自己到实验室找老师补上所缺实验。

(9)要求学生实验后能够正确分析和处理实验中的相关数据,合理表达和解释实验结果,并能给出合格的实验报告。在每次实验报告后附上自己学习本次实验的感受,特别欢迎提出宝贵的意见和建议。

总之,强调养成良好的分析化学实验习惯,做好以下几个方面:(1)预习在先、胸有成竹;(2)操作规范、胆大心细;(3)善于观察、多思好问;(4)实事求是、科学认真;(5)勤学苦练、学有所成。

第2节 实验结果的记录、实验数据的处理和实验报告

分析化学实验的任务是鉴定物质的组成并准确测定各组分的含量。为了得到准确的分析结果,不仅要求精确地进行各种测定,还要求正确地记录实验现象、数据等实验结果,并对结果进行分析、处理和报告。分析结果的数据不仅表达试样中被测组分的含量,还反映测量的准确度。因此,学会正确地记录实验现象及数据、书写实验报告、报告分析结果,是分析人员不可或缺的基本业务素质。

一、实验结果的记录

实验结果(包括实验现象、实验数据等)的记录应及时、准确、简明,不追记、漏记和凭印象记。其基本要求如下:

(1)应有专门的、预先编有页码的实验记录本,不得撕去其中任何一页。绝不允许将实验结果记在单页纸上,或随意记在其他地方。

(2)实验记录上要写明实验名称、日期、测定次数、实验现象、实验数据等。

(3)实验记录及时、准确、清楚。

(4)实验记录要有严谨的科学态度,实事求是,切忌夹杂主观因素,绝不能随意拼凑和伪造数据。

(5)实验过程中涉及的各种特殊仪器的型号和标准溶液浓度等,需及时准确记录。

(6)记录测量数据时,应注意其有效数字的位数,如用万分之一的分析天平称量时,要记录至0.0001g;滴定管及移液管的读数,应记录至0.01mL。实验记录上的每一个数据,都是测量结果,即使重复测量数据完全相同,也应如实记录。

(7) 进行记录时,对文字记录,应简明扼要;对数据记录,应用一定的表格形式,更为清楚了。
(8) 在实验过程中,如发现数据算错、测错、记错或读错而需要改动时,可将该数据用一横线划去,并在其上方写上正确的数字。

二、实验数据的处理

(一)列表

做完实验后,将获得的大量数据,应尽可能整齐地列表整理或表达出来,以便运算处理。列表时应注意以下几点:

- (1) 每一个表都应有简明准确的名称;
- (2) 在表的每一行或每一列的第一栏,要详细地写出名称、单位等;
- (3) 在每一行中数字排列要整齐,位数和小数点要对齐,有效数字的位数要合理;
- (4) 原始数据可与处理的结果写在一张表上,在表下注明处理方法和使用的公式。

(二)数据的取舍

为了衡量分析结果的精密度,一般对一组测量结果 $x_1, x_2, \dots, x_n$, 计算出平均值 $\bar{x}$ 后,再用平均偏差 $\bar{d}$ 、相对平均偏差 $\bar{d}_r$ 、标准偏差 s 、相对标准偏差 s_r 等表示出来。

分析化学实验中最常用的几种数据处理的公式如下:

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_n}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

$$\bar{d} = \frac{|x_1 - \bar{x}| + |x_2 - \bar{x}| + \dots + |x_n - \bar{x}|}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}|}{n}$$

$$\bar{d}_r = \frac{\sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}|}{n \times \bar{x}} \times 100\% = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$s = \sqrt{\frac{(x_1 - \bar{x})^2 + (x_2 - \bar{x})^2 + \dots + (x_n - \bar{x})^2}{n - 1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$s_r = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\%$$

其他有关实验数据的统计处理,请参考《分析化学》的有关章节和有关专著。

若某一数据偏差较大,需用统计学的方法进行处理,经确认为过失误差造成的,可以舍弃该数据,同时应分析原因并找出问题,重新实验并得到准确的结果;否则,不能随便舍弃。

(三)作图

利用图形表达实验结果更直观,易显示出数据的特点。在作图时应注意以下几点:

- (1) 坐标纸和比例尺的选择。最常用的坐标纸是直角坐标纸,其他如了对数坐标纸、半对数

坐标纸和三角坐标纸有时也会用到。在用直角坐标纸作图时,以自变量为横坐标,因变量为纵坐标,横坐标与纵坐标的读数一般从0开始,也有不是从0开始的,要视具体情况而定。作图时选择比例尺是极为重要的,因为比例尺的改变,将会引起曲线外形的变化。特别对于曲线的一些特殊性质,如极大值、极小值、转折点等,比例尺选择不当会使图形特点显示不清楚。比例尺的选择应遵循如下的规则:①要能表示出全部有效数字,以便从作图法求出的物理量的精确度与测量的精确度相适应。②读数方便。图纸每小格所对应的数值应便于迅速简便地读数,便于计算。③充分利用图纸的全部面积,使全图布局匀称合理。选定比例尺后,画上坐标轴,注明该轴所代表变量的名称及单位。横轴读数自左至右,纵轴自下而上。

(2)作代表点。将测得数值的各点绘于图上,实验点用铅笔以 $\times$ 、 $\square$ 、 $\circ$ 、 $\triangle$ 等符号标出(符号的大小表示误差的范围)。若测量的精确度很高,这些符号应作得小些,反之就大些。在一张图纸上如有数组不同的测量值时,各组测量值代表点应用不同符号表示,以示区别。

(3)连曲线。借助于曲线板或直尺把各点连成线,曲线应光滑均匀,细而清晰,曲线不必强求通过所有各点,实验点应该分布在曲线的两边,曲线的两边的点在数量上应近似于相等。代表点与曲线间的距离表示测量的误差,曲线与代表点间的距离应尽可能小。

(4)选用合适的绘图工具。铅笔应该削尖,线条才能明晰清楚。画线时应该用直尺或曲线尺辅助,不能光凭手来描绘。选用的直尺或曲线板应该透明,才能全面地观察实验点的分布情况,画出较理想的图形。

(5)写图名。写上清楚完备的图名。

也可利用电子计算机作图。

三、实验报告

实验完毕后,要及时而认真地写出实验报告,并在离开实验室前或指定时间交给老师。实验报告一般包括以下内容:

(1)实验名称和日期。

(2)实验目的。

(3)实验原理:简要地用文字和化学反应方程式表达,如标定和滴定反应的方程式或基准物和指示剂的选择,试剂浓度和分析结果的计算公式等。

(4)实验步骤:简明扼要写出。

(5)数据记录。

(6)实验数据处理。用文字、表格、图形,将数据表示出来,根据实验要求计算出分析结果、实验误差大小。

(7)结果分析与问题讨论。应对实验教材上的思考题和实验中观察到的现象,以及产生误差的原因进行讨论和分析,以提高自己分析问题和解决问题的能力。

上述各项内容的繁简取舍,应根据各实验的具体情况而定,以清楚、简练、整齐为原则。实验报告中的有些内容,如原理、表格、计算公式等,要求在实验预习时准备好,其他内容则可在实验过程中以及实验完成后填写、计算和撰写。

四、分析化学实验考核要求及评分标准

(1)平时实验成绩(占总成绩的60%),包括四部分:预习10%;实验操作过程40%;实验

结果与实验报告(含实验数据、结果计算与结果分析)40%;实验纪律(出勤、课堂纪律)与清洁卫生等10%。

(2)考试实验成绩(占总成绩的40%)。

备注:若无考试实验成绩,则分析化学实验总成绩由平时实验成绩相加而成。

第3节 实验室安全常识

在长期的化学实验工作过程中,总结出关于实验室工作安全的一句俗语:“水、电、门、窗、气、废、药”。这七个字,涵盖了实验室工作中使用水、电、气体、试剂、实验过程产生的废物处理和安全防范的关键字眼。

一、实验室用水安全

使用自来水后要及时关闭阀门,尤其遇突然停水时,要立即关闭阀门,以防来水后跑水。离开实验室之前,应再检查自来水阀门是否完全关闭(使用冷凝器时较容易忘记关闭冷却水)。

二、实验室用电安全

实验室用电有十分严格的要求,不能随意。必须注意以下几点:

- (1)所有电器必须由专业人员安装。
- (2)不得任意另拉、另接电线用电。
- (3)在使用电器时,先详细阅读有关的说明书及资料,并按照要求去做。
- (4)所有电器的用电量应与实验室的供电及用电端口匹配,决不可超负荷运行,以免发生事故。谨记:任何情况下发现用电问题(事故)时,先关电源。
- (5)发生触电事故的应急处理:如若遇触电事故,应立即使触电者脱离电源,即拉下电源或用绝缘物将电源线拨开(注意千万不能徒手去拉触电者,以免抢救者也被电流击倒)。同时,应立即将触电者抬至空气新鲜处,如电击伤害较轻,则触电者短时间内可恢复知觉;若电击伤害严重或已停止呼吸,则应立即为触电者解开上衣并及时做人工呼吸和给氧。对触电者的抢救必须要有耐心(有时要连续数小时),同时忌注射强心兴奋剂。

三、实验室用火(热源)安全

目前,实验过程使用的热源大多用电,但也有少数直接用明火(如用煤气灯)。不管采用什么形式获得热源都必须十分注意用火(热源)的规定及要求:

- (1)使用燃气热源装置,应经常对管道或气罐进行检漏,避免发生泄漏引起火警。
- (2)加热易燃试剂时,必须使用水浴、油浴或电热套,绝对不可使用明火。
- (3)若加热温度有可能达到被加热物质的沸点,则必须加入沸石(或碎瓷片),以防暴沸伤人。实验进行中不得离开实验现场。

(4)用于加热的装置,必须是规范厂家的产品,不可随意使用简便的器具代用。

如果在实验过程发生火灾,第一时间要做的是:将电源和热源(或煤气等)断开。起火范围小可以立即用合适的灭火器材进行灭火,但若火势有蔓延趋势,必须同时立即报警。常用的灭火器及其适用范围见表 1.1。

表 1.1 常用的灭火器及其适用范围

灭火器类型	主要成分	适用范围
水型灭火器	水	A 类火灾场所
泡沫灭火器	蛋白泡沫、氟蛋白泡沫、水成膜泡沫	A 类火灾场所、B 类火灾场所
二氧化碳灭火器	液体 CO ₂	B 类火灾场所、C 类火灾场所、E 类火灾场所
干粉灭火器(碳酸氢钠)	碳酸氢钠及适量润滑剂、防潮剂	B 类火灾场所、C 类火灾场所、E 类火灾场所
干粉灭火器(磷酸铵盐)	磷酸铵盐及适量润滑剂、防潮剂	A 类火灾场所、B 类火灾场所、C 类火灾场所、E 类火灾场所
卤代烷灭火器(1211)	CF ₂ ClBr	B 类火灾场所、C 类火灾场所、E 类火灾场所
专用灭火器(扑灭金属火灾)		D 类火灾场所

水虽是人所共知的常用灭火材料,但在化学实验室的灭火中要慎用。因为大部分易燃的有机溶剂都比水轻,会浮在水面上流动,此时用水灭火,非但不能灭火反而使火势扩大蔓延;还有的溶剂与水发生剧烈的反应产生大量的热能引起燃烧加剧甚至爆炸。

根据燃烧物质的性质,灭火器配置场所火灾种类可划分为 A、B、C、D、E 五类,必须根据不同的火灾原因,选择相应的灭火器材。火灾类别及其灭火器材的选用见表 1.2。

表 1.2 火灾类别及其灭火器材的选用

火灾类型	燃烧物质	灭火器种类	注意事项
A 类火灾	固体物质火灾	水型灭火器、磷酸铵盐灭火器、泡沫灭火器、卤代烷灭火器	(1)在同一灭火器配置场所,宜选用相同类型和操作方法的灭火器。当同一灭火器配置场所存在不同火灾种类时,应选用通用灭火器。 (2)在同一灭火器配置场所,当选用两种或两种以上类型灭火器时,应采用灭火器相容的灭火器。 (3)扑灭 E 类火灾(带电火灾)不得选用装有金属喇叭筒的二氧化碳灭火器
B 类火灾	液体火灾或可熔化固体物质火灾	泡沫灭火器、磷酸铵盐灭火器、碳酸氢钠灭火器、二氧化碳灭火器	
C 类火灾	气体火灾	磷酸铵盐灭火器、碳酸氢钠灭火器、二氧化碳灭火器、卤代烷灭火器	
D 类火灾	金属火灾	砂土、扑灭金属火灾专用灭火器	
E 类火灾 (带电火灾)	物体带电燃烧的火灾	磷酸铵盐灭火器、碳酸氢钠灭火器、二氧化碳灭火器、卤代烷灭火器	

四、实验室使用压缩气的安全

使用压缩气(钢瓶)时应注意:

- (1)压缩气体钢瓶有明确的外部标识,内容气体与外部标识一致。
- (2)搬运及存放压缩气体钢瓶时,一定要将钢瓶上的安全帽旋紧。
- (3)搬运气瓶时,要用特殊的担架或小车,不得将手扶在气门上,以防气门被打开。气瓶直立放置时,要用铁链等进行固定。
- (4)开启压缩气体钢瓶的气门开关及减压阀时,旋开速度不能太快,而应逐渐打开,以免气流过急流出,发生危险。
- (5)瓶内气体不得用尽,剩余残压一般不应小于数百千帕,否则将导致空气或其他气体进入钢瓶。

五、化学实验废液(物)的安全处理

由于化学实验室的实验项目繁多,所使用的试剂与反应后的废物也不尽相同,很多有毒有害物质不能随手倒在水槽中。例如,氰化物的废液,若倒入强酸的介质中将立即产生剧毒的HCN,因此,一般将含有氰化物的废液倒入碱性亚铁盐溶液中使其转化为亚铁氰化物盐类,再作为废液进行集中处理;又如重铬酸钾标准溶液是常用的标准溶液之一,剩余的重铬酸钾溶液应将其转化为三价铬后再作废液处理,决不允许未经处理就倒入下水道。比如 GB 8978—1996《污水综合排放标准》对第一类污染物(指能在环境或动物体内蓄积,对人体产生长远影响的污染物)允许排放的浓度作了严格的规定,见表 1.3。

表 1.3 第一类污染物的最高允许排放浓度

污染物	最高允许排放浓度,mg·L ⁻¹
六价铬	0.5
总砷	0.5
总铅	1.0
总镍	1.0
苯并(a)芘	0.00003
总汞	0.05(烧碱行业采用 0.005)
烷基汞	不得检出
总镉	0.1
总铬	1.5

(1)含汞盐废液的处理:将废液调至 pH 为 8~10,加入过量的硫化钠,使其生成硫化汞沉淀,再加入共沉淀剂硫酸亚铁,生成的硫化铁吸附溶液中悬浮的硫化汞微粒而生成共沉淀。弃去清液,残渣用焙烧法回收汞,或再制成汞盐。

(2)含砷废液的处理:加入氧化钙,调节 pH 为 8,生成砷酸钙和亚砷酸钙沉淀,或调节 pH

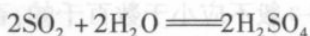
为 10 以上,加入硫化钠与砷反应,生成难溶低毒的硫化物沉淀。

(3) 含铅、镉废液的处理:用消石灰将 pH 调节至 8~10,使 Pb^{2+} 、 Cd^{2+} 生成 $\text{Pb}(\text{OH})_2$ 和 $\text{Cd}(\text{OH})_2$ 沉淀,加入硫化亚铁作为共沉淀剂,使之沉淀。

(4) 含氰废液的处理:用氢氧化钠调节 pH 为 10 以上,加入过量的高锰酸钾(3%)溶液,使 CN^- 氧化分解。如 CN^- 含量高,可加入过量的次氯酸钙和氢氧化钠溶液。

(5) 含氟废液的处理:加入石灰生成氟化钙沉淀。

(6) 含 $\text{Cr}(\text{VI})$ 废液的处理:我国环境保护有关规定, $\text{Cr}(\text{VI})$ 最高允许排放浓度为 $0.5\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$,而有些国家往往限制到 $0.05\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 。 $\text{Cr}(\text{VI})$ 处理一般常用化学还原法,还原剂可用 SO_2 等(二氧化硫、硫酸亚铁、亚硫酸氢钠等),例如:



铬酸盐被还原后,应使用石灰或氢氧化钠将铬酸盐转化成氢氧化铬从水中沉淀下来再另作处理:



六、化学实验室的安全防范

由于化学实验室一般都存放有化学试剂、易燃易爆的气体、有机溶剂等,因此,必须十分重视实验室的安全防范工作。对所有在实验室工作的人员和上实验课的学生,都必须进行安全教育,使所有人员都知道如何安全地进行工作和学习,更应该知道当事故发生时,应如何面对和采取怎样的应急措施。

七、分析化学实验室安全守则

(1) 实验前做好预习,熟悉每个实验的原理、规范操作和要求、药品性质及安全注意事项。

(2) 实验时服从任课教师、实验指导教师或实验管理人员的指导,严格按照规定操作。未经教师同意,不得任意改变规定的操作方法和药品的用量。

(3) 加强个人防护意识,不得穿拖鞋进入实验室,严禁在实验室内饮食吸烟,严禁把食品和餐具带进实验室,实验完毕,必须洗净双手。

(4) 倾注药品或加热液体时,不要俯视容器,以防溅出。试管加热时,切记不要使管口向着自己或别人。

(5) 储存挥发和易燃物质的容器,应远离火源。

(6) 浓酸和浓碱具有强腐蚀性,切忌溅在皮肤或衣服上。

(7) 绝对不允许把各种化学药品任意混合,以免发生意外事故。

(8) 未经教师允许,严禁将药品带出实验室。

(9) 爱护实验仪器和设备,搞好实验室清洁卫生。

第4节 分析化学实验室用水

一、纯水的规格

在分析化学实验中,应根据所做实验对水质量的要求,合理地选用不同规格的纯水。GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》中规定了实验室用水的技术指标、制备方法和检验方法等。各级实验室用水的级别及主要技术指标见表1.4。

表 1.4 各级实验室用水的级别及主要技术指标

指标名称	一级	二级	三级
pH 范围(25℃)	—	—	5.0~7.0
电导率(25℃), $\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$	≤ 0.01	≤ 0.10	≤ 0.50
可氧化物质(以 O 计), $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	—	≤ 0.08	≤ 0.4
吸光度(254nm, 1cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	—
蒸发残渣(105℃ $\pm 2^\circ\text{C}$), $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	—	≤ 1.0	≤ 2.0
可溶性硅(以 SiO_2 计), $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	≤ 0.01	≤ 0.02	—

注:(1)在一级水、二级水条件下,难以测定其 pH,故不作规定。

(2)一级水、二级水的电导率必须用新制备的水“在线”测定。

(3)在一级水的纯度下,难以测定可氧化物质和蒸发残渣,故不作规定。

二、纯水的储存和用途

(一)储存

各级用水均可使用密闭的、专用的聚乙烯容器。三级水也可用密闭的专用玻璃容器。新容器在使用前需用盐酸溶液浸泡 2~3d,再用待装水反复冲洗,并注满待装水浸泡 6h 以上。

各级用水在储存期间,其污染的主要来源是容器的可溶性成分溶解,如空气中的二氧化碳和其他杂质。因此一级水不可储存,应使用前制备。二级水、三级水可适量制备,分别储存在预先经同级水清洗过的相应容器中。

(二)用途

一级水用于有严格分析要求的分析化学实验,包括对颗粒有要求的实验,如高效液相色谱分析用水。一级水可由二级水经过石英设备蒸馏或离子交换混床处理后,再经 $0.2\mu\text{m}$ 滤膜过滤来制备。二级水用于无机痕量分析等实验,如原子吸收光谱分析用水。二级水可由多次蒸馏或离子交换等方法来制备。三级水用于一般分析化学实验,如普通化学分析用水。三级水可由蒸馏或离子交换等方法制备。

三、纯水的制备

纯水的制备方法常有蒸馏法、离子交换法、电渗析法、反渗透法等。各种方法的原理、设备、特点及应用见表 1.5。

表 1.5 纯水的制备方法分类

名称	原理	设备	特点	应用
蒸馏法	利用水与杂质的沸点不同	玻璃、铜、石英等蒸馏器	操作简单、成本低。能除去非挥发性杂质；不能除去易溶于水的气体。不同材质的蒸发器带入的杂质不同（ Na^+ 、 SiO_3^{2-} 、 Cu^{2+} 等）	定性分析、一般工业分析
离子交换法	利用阳离子交换树脂可交换除去水中的阳离子，阴离子交换树脂可交换除去水中的阴离子	强酸性阳离子交换树脂柱、强碱性阴离子交换树脂柱	设备简单，节约能源；水质纯度高。不能完全除去非电解质和有机物	化工、冶金、环保、医药、食品等
电渗析法	利用离子交换膜的选择透过性；阳离子膜只允许阳离子透过，阴离子膜只允许阴离子透过	直流电源、电渗析仪	不能除去非离子型杂质	一般工业用水
反渗透法	利用水分子在压力作用下，通过反渗透膜成为纯水	电源、反渗透仪	可有效除去水中的溶解盐、胶体、细菌及病毒、大部分有机物等	环保、医药、食品等行业用水

第 5 节 常用试剂的规格及试剂的使用和保存

分析化学实验中所用试剂的质量，直接影响分析结果的准确性，因此应根据分析方法的灵敏度与选择性、分析对象的含量及对分析结果准确度的要求等，合理选择相应级别的试剂，在保证实验正常进行的同时，又可避免不必要的浪费。

另外试剂应合理保存，避免沾污和变质。

一、常用试剂的规格

化学试剂产品及门类很多，世界各国对化学试剂的分类和分级标准不尽相同。我国化学试剂产品有国家标准（GB）、专业（行业）标准及企业标准（QB）等。国际标准化组织（ISO）和国际纯粹化学与应用化学联合会（IUPAC）也有很多相应的标准和规定。例如 IUPAC 对化学标准物质的分级有 A 级、B 级、C 级、D 级和 E 级。本书只简要地介绍标准试剂、一般试剂、高纯试剂和专用试剂。