

## 第一章 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，认真地分析问题、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、有腐蚀性的或者易燃、易爆的物质。由于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都有可能造成着火，爆炸和其他不幸的事故。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，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。

安全措施是为了保护实验的顺利进行，而决不是实验的障碍。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，洒到实验台上或地面上时要立即用水冲稀而后擦掉。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

作如有挥发时应在通风柜中进行。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，如果试样为有机物时，应先用浓硝酸加热，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，然后作废液处理。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，一切化学药品严禁人口。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。实验完毕后需将手洗净，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进行报警。

(14) 使用汞时应避免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，并集中作固体废物处理。

(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，撒上消炎粉或烫伤药膏，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，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汽以解毒，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，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  $\text{CCl}_4$  灭火器灭火。

以上事故如果严重，伤者应立即送医院医治。

### 1.4 实验室中的一些剧毒，强腐蚀物品知识

实验室常会用到一些剧毒或强腐蚀的物质，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

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) 汞和汞的化合物

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）。因金属汞易蒸发，蒸气有剧毒，又无气味，吸入人体具有积累性，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），作压力计时，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，贮汞容器应是紧闭密封，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，此时应立即用滴管或毛笔尽可能将它拾起，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的硫化汞。

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、毒化空气，误洒入水槽的汞也应及时捡起。使用和贮存汞的房间应经常通风。

### (3) 砷的化合物

砷和砷的化合物都有剧毒，常使用的是三氧化二砷（砒霜）和亚砷酸钠。这类物质中毒一般由于口服引起。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，以至逐渐不闻其臭，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，及时送医院治疗。

### (6) 常用的有毒有机化合物有苯、二硫化碳、硝基苯、苯胺、甲醇等

这些有机化合物也是很毒的，它们又常用作溶剂，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。氟可与所有元素发生反应（除氦、氖、氩）。

### (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，生成氢氯酸与次氯酸，次氯酸不稳定，分解放出氧气，并生成次氯酸，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，100g 水能溶解约 3g 溴。挥发性极强，有毒，易蒸发成红色蒸气，蒸气强烈刺激眼睛、粘膜等，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。溴单质需要加水封存，防止蒸气逸出危害人体。溴有氧化性，有多种可变化价，常温下与水微弱反应，生成氢溴酸和次溴酸。

其他遇到的有毒、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 防火常识

(1) 一般有机物，特别是有机溶剂，大都容易着火，它们的蒸汽或其他可燃性气体、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) 由于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），由于保管和使用不善而引起燃烧。

(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）。

万一发生着火，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，面积很大的火焰欠佳。砂土应该用干的。

③ 水：是常用的救火物质。它能使燃烧物的温度下降，但一般有机物着火不适用，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时，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：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，由于它生成二氧化碳及泡沫，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，使它与空气隔绝而灭火。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用。另外，在有钠、钾等金属存在时不能使用，因为会引起爆炸的危险。

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：在有水蒸气的地方把水蒸气对火场喷，也能隔绝空气而起灭火作用。

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。

当在着火和救火当中，衣服着火时，千万不要乱跑，因为这会由于空气的迅速流动而加强燃烧，应当躺在地上滚动，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. 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。

#### 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，建焚烧炉，集中收集，定期处理。

#### 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  $\text{FeSO}_4$  沉淀处理。
- (3) 粉煤灰吸附法 粉煤灰包含  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  等，属多孔蜂窝状组织，具有较强的吸附性能。当  $\text{pH}$  4~7 时， $\text{Hg}^{2+}$ 、 $\text{Pb}^{2+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  去除率达 30%~90%。
- (4) 絮凝剂絮凝沉降法 聚铝、聚铁絮凝剂能有效去除  $\text{Hg}^{2+}$ 、 $\text{Cd}^{2+}$ 、 $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$  等离子。
- (5) 硫化剂沉淀法  $\text{Na}_2\text{S}$ 、 $\text{FeS}$  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 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、粘土制备吸附剂，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%。

#### 4. 废酸废碱液处理

对废酸废碱液，采用中和法处理后排放。

### 1.6.2 实验室废气处理

化学反应产生的废气应在排风机排入大气前做简单处理，如用 NaOH、 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 、消石灰乳吸附  $\text{H}_2\text{S}$ 、 $\text{SO}_3$ 、HF、 $\text{Cl}_2$  等，也可用活性炭、分子筛、碱石棉吸附或吸附剂负载硅胶、聚丙烯纤维吸附酸性、腐蚀性、有毒气体。

### 1.6.3 实验室废渣处理

化学处理、变废为宝。如从烧碱渣制取水玻璃，盐泥制取纯碱、氯化铵，硫酸泥提取高纯硒，也可用蒸馏、抽提方法回收有用物质。对废渣无害化处理后，定期填埋或焚烧。

#### 参考文献

- 1 武汉大学化学与分子科学学院实验中心，分析化学实验，武汉大学出版社，2003
- 2 徐伟亮 主编，基础分析化学实验，科学出版社，2005
- 3 王明德，赵清泉，刘廉泉，分析化学实验，高等教育出版社，1986
- 4 大连理工大学《分析化学实验》编写组，分析化学实验，大连理工大学出版社，1989
- 5 李雄志，杨仁柱，分析化学实验，北京师范大学出版社，1990
- 6 吉林大学化学系分析化学教研室，分析化学实验，吉林大学出版社，1992
- 7 北京大学化学分析化学教研室，基础分析化学实验(第二版)，北京大学出版社，2003
- 8 柴华丽，马林，徐华华，陈剑铨，定量分析化学实验教程，复旦大学出版社，1993
- 9 金谷，江万权，周俊英，定量化学分析实验，中国科学技术大学出版社，2005
- 10 南京大学《无机及分析化学实验》编写组，无机及分析化学实验，高等教育出版社，1998
- 11 陈焕光，分析化学实验，中山大学出版社，2006
- 12 阮湘元，苏亚玲，分析化学实验，广东高等教育出版社，1998