



普通高等教育“十一五”国家级规划教材



大学化学实验

////////////////////

/ DAXUE HUAXUE SHIYAN

● 柯以侃 王桂花 主编

第二版



化学工业出版社

普通高等教育“十一五”国家级规划教材

大学化学实验

第二版

柯以侃 王桂花 主编

06-3

K453



化学工业出版社

· 北京 ·

本书在原第一版的基础上做了适当的调整与增补,全书分为两部分:上篇化学实验基础知识;下篇实验部分。

上篇分为七章,系统讲述了化学实验方法与技术的共性知识,如实验课的目的与要求、实验室用水、常用仪器与试剂、实验室安全、实验数据处理、化学实验基本操作、量测仪器与方法等。并且在第一版的基础上增加了化学实验设计与化学信息资源两章,为学生更好地完成设计实验提供必要的基础知识。

下篇的编排做了部分调整,以化学二级学科分章替代了原第一版的以实验层次分章的编排,实践证明这样的编排更有利于实验教学的安排。下篇的实验内容做了更新,融入了教师最近几年的部分教研成果,总计收入实验 100 个。

书末附录中编入了有关计量单位的必要内容与重要的物理常数。

本书供大学工科化工类专业学生使用。

图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验/柯以侃,王桂花主编. —2版. —北京:
化学工业出版社,2010.8

普通高等教育“十一五”国家级规划教材

ISBN 978-7-122-08986-1

I. 大… II. ①柯…②王… III. 化学实验-高等学校-教材 IV. 06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 123064 号

责任编辑:任惠敏

文字编辑:陈 雨

责任校对:顾淑云

装帧设计:韩 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:大厂聚鑫印刷有限责任公司

787mm×1092mm 1/16 印张 32½ 字数 831 千字 2010 年 9 月北京第 2 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:58.00 元

版权所有 违者必究

前 言

本书第一版自 2001 年出版以来,一直作为我校学生化学实验课程的教材使用至今已历时 9 年,它在提高我校化学实验教学的质量和完成整体上对学生观察能力、科学研究、创新能力以及掌握完整的化学实验知识的培养上起到了一定的积极促进作用。在 2005 年被北京市教育委员会评为北京高等教育精品教材,并于 2006 年列入普通高等教育“十一五”国家级教材规划。使用本教材的“大学化学实验”课程于 2005 年获国家精品课程。以上奖励是对本教材的肯定和鼓励。本次再版仍秉承第一版的编写原则:以素质教育和创新教育为核心,跨越以化学二级学科为依托及实验教学依附理论教学的传统框架,使之成为独立的,具有自身规律和理论方法及手段的一门新的课程——大学化学实验。并循序渐进地以“基础训练实验—综合实验—设计研究实验”三层次实验教学方法和按照“化合物制备→分离→成分分析→结构鉴定→性质测试”的一般研究顺序来组织实验教学内容。

本次修订在第一版的基础上做了部分的更新、修改和调整,并增加了新的章节,主要修订内容如下:

(1) 上篇由原来的五章增加至七章,增加了化学试验设计和化学信息资源两章,为学生更好地完成设计实验提供必要的基础知识。

(2) 对部分章节做了更新。第二章第二节改为化学实验室常用设备,包括了实验室常用电热设备、电动设备、超声清洗设备和微波制样设备;第四节化学试剂常识增加了标准物质和化学试剂的性质及使用方法。第三章增加了测量不确定度一节。第五章的仪器设备做了全面的更新,尽可能使学生了解当前的仪器发展水平。

(3) 本次修订对第四章化学实验基本操作力争做到更为规范。书中介绍的操作规程尽量符合国家相关标准的规定与要求。并尽可能多介绍一些目前受到广泛重视的和具有良好应用前景的新的操作技术。

(4) 本书对下篇的编排做了调整,即以化学二级学科分章替代了第一版中以实验层次分章的编排。实践证明这样的编排更有利于实验教学的安排,我校两年的“大学化学实验”课程的具体安排顺序和本书下篇的实验目录顺序是一致的。下篇的实验内容做了部分更新,融入了教师最近几年的部分科研成果。总计收入实验 100 个。

本教材上篇的修订由柯以侃负责,下篇的修订由王桂花负责,其他参加人员有张丽丹、楚进锋、李明磊、韩春英、董慧茹、马丽景、唐光诗、靳兰、李蕾、孙鹏、左蕾等,全书由柯以侃统稿。

本教材在编写和出版过程中得到编者所在单位北京化工大学理学院领导和化学工业出版社的支持及责任编辑的指导,在此一并致谢。

在修订工作中虽力求教材质量有新的提高,但错误与不足之处在所难免,恳请同仁和读者指正。

编者

2010 年 4 月

第一版前言

自 1996 年由教育部立项的《面向 21 世纪工科（化工类）化学课程体系和教学内容改革》的项目后，我校对原来的以化学二级学科为依托的化学课程体系作了新的整合。其中组建《大学化学实验》课程是课程体系改革和化学教学基地建设中的重要一步。

面向 21 世纪知识经济时代的到来，新的课程体系要自始至终以开发学生的创造力为目标，要有利于学生获取知识能力的培养，有利于学生综合能力和素质的培养，有利于学生树立正确的世界观和方法论。鉴于无机、分析、有机、物化四门实验独立设课所存在的一些缺陷以及化学实验教学在工科化工类专业的教学中所占有的极大比重和地位，它要完成在整体上对学生观察能力、科学研究、创新能力和独立处理突发事件能力等多方位能力，以及掌握完整的化学实验知识的培养，因此必须对原有的实验课程作整体的优化组合。

近几年来，经过调查分析，并借鉴其它高校在化学实验改革方面的经验。为了更好地发挥化学实验教学在人才综合素质培养方面的独特作用，对实验内容、实验层次、实验组合、实验方法等方面进行全方位优化，将实验按基本操作、基本技能、综合实验和设计实验组织教学。本书是为了适应实验课程体系改革而编写的配套教材。

本教材分为两篇，上篇是化学实验基础知识，分为绪论、化学实验室基本常识、实验数据处理、化学实验基本操作及仪器和方法等五章，以使學生能较系统地掌握化学实验方法与技术的共性。下篇是实验部分，共分为四章，包括基本操作及基本技能训练实验、基础化学实验、综合实验部分和设计实验部分。总计收入实验 85 个，其中包括综合实验和设计实验 19 个。在选取每个实验项目时除了保留了一定数量的经典实验外，还要体现各化学学科之间相互交叉渗透的时代特点和实验的多型化。并将近几年教师的部分科研成果融入到实验中，力求在实验的内容和质量上有所创新和提高。

本教材是我校理学院化学系从事基础化学实验教学全体教师集体研究和初步实践的成果。参加本书编写的有李玉珍、金鑫、王金玲、董淑莲、陈咏梅、杨文胜、王上荣、柯以侃、王桂花、王志华、杨屹、李宝瑛、董慧茹、张丽娟、王涛、王勤娜、杜洪光、田虹、韩克飞、马丽景、章庆权、张丽丹、李伟峰、曹维良、郭洪猷、万有志、苏建茹等，全书由柯以侃统稿。

本教材在编写和出版过程中得到北京市高等学校教育教学改革试点项目（1999 年）和北京化工大学化新教材建设基金的资助，化工出版社的支持及任惠敏编审的指导，在此一并致谢。

由于我们水平所限及教学实践的时间尚短，错误与不足之处在所难免，祈望同仁和读者指正。

编者

2001. 3

目 录

上篇 化学实验基础知识

第一章 绪论	1
第一节 化学实验课的目的和要求.....	1
第二节 学生实验守则.....	2
第三节 实验预习、实验记录和实验报告.....	2
第二章 化学实验室基本常识	4
第一节 化学实验室用水.....	4
第二节 化学实验室常用设备.....	7
第三节 化学实验室常用玻璃仪器及其他制品	19
第四节 化学试剂常识	30
第五节 实验室常用气体钢瓶的标志和使用	40
第六节 化学实验室安全	42
第三章 实验数据处理	45
第一节 数据记录与有效数字	45
第二节 实验数据的统计处理	46
第三节 间接测量中误差的传递	50
第四节 实验结果的表示方法	51
第五节 计算方法在实验数据处理中的应用	53
第六节 测量不确定度	59
第四章 化学实验基本操作	61
第一节 玻璃仪器的洗涤和干燥	61
第二节 玻璃加工操作与塞子的加工	62
第三节 试管实验与离子鉴定基本操作	65
第四节 化学制备和质量分析基本操作	71
第五节 分析天平和称量操作	85
第六节 滴定分析基本操作	95
第七节 有机化合物物理性质的测定.....	107
第八节 分离操作技术.....	113
第九节 有机合成的特殊技术.....	137
第五章 仪器和方法	140
第一节 温度的测量.....	140

第二节	压力的测量	148
第三节	真空技术	151
第四节	黏度的测定	157
第五节	表面张力测定	159
第六节	电化学及电化学分析测试仪器	161
第七节	光谱分析仪器	174
第八节	核磁共振波谱仪	198
第九节	色谱分析仪器	201
第十节	热分析仪	210
第六章	化学试验设计	216
第一节	试验指标、因素和水平及试验设计	216
第二节	正交试验设计	217
第三节	均匀设计试验法	227
第七章	化学信息资源	231
第一节	化学化工类工具书	231
第二节	网络化学信息资源	242

下篇 实验部分

第八章	无机及分析化学实验部分	250
第一节	基本操作及基本技能训练实验	250
实验一	玻璃仪器的认领和洗涤	250
实验二	玻璃管加工	250
实验三	固体和液体物质的称量	251
实验四	酸碱溶液浓度的比较	252
实验五	氢氧化钠标准溶液的标定和工业乙酸含量测定	253
实验六	电离平衡和沉淀反应	256
实验七	碳酸钠的制备及其总碱量的测定	262
第二节	基础化学实验部分	265
实验八	元素及化合物性质(一)	265
实验九	元素及其化合物性质(二)	279
实验十	配位化合物的形成和性质	285
实验十一	混合离子的分离与鉴定	289
实验十二	硫代硫酸钠的制备	293
实验十三	络合滴定法测定水的硬度	294
实验十四	铅铋混合液中 Bi^{3+} 、 Pb^{2+} 的连续测定	296
实验十五	高锰酸钾法测定 H_2O_2 的含量	297
实验十六	氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	299
实验十七	定 pH 滴定法测定甲酸、乙酸混合酸中各组分含量	300
实验十八	氟离子选择性电极测定水中氟含量	302

实验十九	邻二氮菲吸光光度法测铁	305
实验二十	溶剂浮选吸光光度法测定痕量铜	307
实验二十一	原子吸收分光光度法测定水的硬度	309
实验二十二	水中铜和锰的火焰原子吸收测定	310
实验二十三	电感耦合等离子体发射光谱定性分析	312
实验二十四	空气中氧、氮的气相色谱分析	314
第三节	综合实验部分	316
实验二十五	硫酸亚铁铵的制备及其 Fe^{2+} 含量的测定	316
实验二十六	硫酸铜的提纯及组成分析	319
实验二十七	三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成及 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 含量的测定	326
实验二十八	三氯化六氨合钴的制备及其组成的测定	327
实验二十九	环境友好产品的制备	330
实验三十	高岭土中杂质铁的去除与增白	336
实验三十一	洁厕灵中酸的定性及定量分析	338
实验三十二	配位化合物的配位数及稳定常数的测定	339
第四节	设计实验部分	342
实验三十三	水处理絮凝剂——聚碱式氯化铝的制备	343
实验三十四	化学沉淀法制备高纯 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 纳米粉末	343
实验三十五	胃舒平药片中铝和镁含量的测定	344
实验三十六	多组分光度计算分析——同时测定高含量铜、镍、钴、铁	344
实验三十七	废含钨催化剂中钨的化学回收	345
第九章	有机化学实验部分	347
第一节	基本操作及基本技能训练实验	347
实验一	有机物的萃取和重结晶	347
实验二	熔点、沸点的测定及温度计校正	347
实验三	普通蒸馏	348
第二节	合成与制备实验及有机分析	349
实验四	环己烯的制备	349
实验五	1-溴丁烷的制备	350
实验六	7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷的合成(常量)	351
实验七	碘苯的制备(微量)	352
实验八	2-甲基-2-己醇的制备(微量和常量)	354
实验九	乙醚的制备	356
实验十	正丁醚的制备(微量)	357
实验十一	苯亚甲基丙酮的制备	358
实验十二	己二酸的制备	359
实验十三	肉桂酸的制备(半微量)	359
实验十四	邻苯甲酰苯甲酸的制备	361
实验十五	乙酸异丁酯的制备(常量)	362
实验十六	乙酰乙酸乙酯的制备(微量和常量)	363

实验十七	乙酰水杨酸的合成	365
实验十八	从茶叶中提取咖啡因 (常量)	366
实验十九	紫外光谱法定性分析实验	368
实验二十	红外光谱法定性分析	372
实验二十一	核磁共振实验	374
实验二十二	气相色谱法测定混合物中乙醇的含量	376
实验二十三	色谱-质谱联用实验	377
第三节	综合实验部分	378
实验二十四	1-溴丁烷和 1-氯丁烷的竞争反应 (常量)	378
实验二十五	绿色植物中色素的提取和色谱分离 (常量)	381
实验二十六	对正十二烷氧基苯胺的合成及含量分析	382
实验二十七	1,2,3-苯并三唑的合成及结构表征	383
实验二十八	二茂铁衍生物的合成、分离及结构鉴定	384
实验二十九	乙酸乙酯的制备、结构表征及其含量测定	387
实验三十	1,1'-联-2-萘酚 (BINOL) 的合成及拆分	388
第四节	设计实验部分	390
实验三十一	昆虫驱逐剂——OFF 的合成	390
实验三十二	聚合物尼龙 66 的制备	391
实验三十三	染料甲基橙的制备及鉴定	391
第十章	物理化学实验部分	393
第一节	基本操作及基本技能训练实验	393
实验一	恒温槽的安装、灵敏度测定以及不同温度下液体黏度等的测定	393
实验二	物质摩尔质量的测定	398
实验三	燃烧热的测定	403
实验四	静态法测定液体的饱和蒸气压	408
第二节	常数与物性测定	411
实验五	电离平衡常数的测定	411
实验六	难溶强电解质溶度积常数的测定	417
实验七	分解反应平衡常数的测定	423
实验八	二组分体系气液相图	425
实验九	原电池电动势的测定	427
实验十	电势法测定电解质离子平均活度系数与标准电极电势	431
实验十一	氢超电势的测定	434
实验十二	溶液的吸附作用和液体表面张力的测定	436
实验十三	蔗糖水解反应速率常数的测定	439
实验十四	乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定	441
实验十五	比色法研究甲基紫反应动力学	443
实验十六	反应活化能的测定	446
实验十七	X 射线粉末法	448
第三节	综合实验部分	451

实验十八	用差热分析方法研究 Cu-Cr 氧化物催化剂的还原动力学	451
实验十九	固体吸附剂比表面的测定	454
实验二十	镁铝水滑石清洁合成、组成分析及其晶体结构表征	457
实验二十一	气相色谱法测定二氧化碳在活性炭吸附剂上的饱和吸附量	460
实验二十二	脉冲色谱法研究分子筛催化剂催化异丙苯裂解反应动力学	462
实验二十三	循环伏安法测定饮料中糖的含量	465
实验二十四	十二烷基硫酸钠的合成及表征	468
实验二十五	气相色谱法研究催化燃烧法处理工业有机废气的 Cu-Mn-Zr-O 催化剂的催化活性	473
第四节	设计实验部分	475
实验二十六	吸收法治理 SO ₂ 气体的研究	475
实验二十七	治理烟道气中的 NO _x 气体研究	476
实验二十八	乙酸乙酯皂化反应的活化能的测定	476
实验二十九	$2\text{Ag(s)} + \text{Hg}_2\text{Cl}_2\text{(s)} \rightleftharpoons 2\text{AgCl(s)} + 2\text{Hg(l)}$ 反应的 ΔG 、 ΔH 、 ΔS 和 K 的测定	476
实验三十	水杨酸分子量的测定	477
主要参考文献		478
附录		479
一、	法定计量单位的名称符号	479
二、	一些重要的物理常数	481
三、	国际相对原子质量表	482
四、	常用化合物摩尔质量	483
五、	常用指示剂	485
六、	常用缓冲溶液	486
七、	酸、碱的解离常数	487
八、	溶度积常数	488
九、	某些配离子的标准稳定常数 (298.15K)	490
十、	标准电极电势 (298.15K)	491
十一、	常用有机化合物的基本物性参数	493
十二、	水的物性数据	494
十三、	乙醇的含量 (体积分数 φ) 与折射率	495
十四、	不同温度下的饱和水蒸气的压力	495
十五、	共沸混合物的性质	496
十六、	正交表	497
十七、	均匀设计表	503

上篇 化学实验基础知识

第一章 绪 论

第一节 化学实验课的目的和要求

一、化学实验课的教学目的

化学实验是化学理论的源泉，是化工工程技术的基础。因此，在化学教学中，化学实验是对学生进行科学实验基本训练的必修的基础课程。其目的不仅是传授化学实验知识，还担负着学生能力和素质培养的任务。通过化学实验课，学生应受到下列训练：

- (1) 熟练掌握基本操作，正确使用各类仪器，具有取得准确实验数据的能力。
- (2) 掌握正确记录、数据处理和表达实验结果的方法。
- (3) 通过实验加深对化学基本理论的理解，对在实验中观察到的现象具有分析判断、逻辑推理和得出结论的能力。
- (4) 能正确设计实验，包括选择实验方法、实验条件、仪器和试剂等。初步具备解决实际问题的能力。
- (5) 掌握获取信息的能力，熟悉有关工具书、手册及其它信息源的查阅方法。
- (6) 培养学生树立实事求是的科学态度，严肃认真的工作作风，良好的实验室工作习惯，相互协作的团队精神和开拓的创新意识。

二、化学实验课的教学要求

为了达到以上教学目的，提出如下的具体要求。

(1) 实验前必须做好预习，认真阅读实验教材和教科书，弄清实验的目的要求、基本原理、实验内容、操作步骤及注意事项等。

(2) 认真独立完成实验，实验是培养独立操作和独立思维能力的实习场所。每位学生要一丝不苟地完成实验，要做到认真操作、细心观察、积极思考、如实记录。若遇到异常情况或疑难问题应认真分析原因，仔细做重复实验，也可在教师指导下解决。要合理安排时间，按质按量完成指定的实验内容。要按照正确的操作方法使用各种仪器，做到心细谨慎，防止产生不必要的障碍或损坏仪器，仪器如有故障请实验指导教师排除；实验完毕，仪器恢复初始状态，仪表量程放至最大；实验过程中始终保持实验室内安静有序，桌面整洁，节约药品，安全使用水、电、天然气，高度重视安全操作。

对于设计性实验审题要准确，方案要合理可靠，发现问题，要及时修正方案，以达到预期目的。

实验测得的原始数据要按教师的要求登记备案。

(3) 认真、及时写好实验报告。实验报告是每次实验的总结，是反映学生实验水平和收获的依据之一，必须按时认真完成，书写要整洁，结论要明确，文字要简练，严禁相互抄袭和随意涂改。

第二节 学生实验守则

为实现上述教学要求,提高实验课教学质量,学生必须遵守以下实验守则:

(1) 有下列情况之一者,不允许进行实验:

- ① 没有预习或预习不合格者;
- ② 严重违反操作规程又不听从指导者;
- ③ 无故迟到超过 20min 者。

(2) 遵守纪律,保持肃静,不得脱离实验岗位和互相串位或帮忙,必须独立进行实验。

(3) 实验仪器是国家财物,务必爱护,小心使用。玻璃仪器若有损坏,要填写赔损单并按一定比例赔偿。使用精密仪器时,必须严格按照操作规程,遵守注意事项,若发现异常或出现故障,应立即停止使用,报告教师。

(4) 遵守试剂取用规则,注意节约药品,按实验中所规定的规格、浓度和用量正确操作取用。避免试剂瓶的滴管或瓶塞因离瓶混错而玷污,公用试剂、物品和仪器用毕应立即放回原处。要注意节约水、电和煤气。

(5) 实验中或实验后的废液、废渣和毒物或回收品,应放在指定的废物箱、废液缸或回收容器中,严禁倒入水槽中,以防污染环境以及水槽被淤塞或腐蚀。

(6) 每次实验完毕将玻璃仪器洗涤干净放回柜中,清理台面和试剂架,按顺序将试剂药品码放整齐,保持洁净。最后检查煤气阀门,水龙头和电闸门是否关好,值日生负责打扫卫生,保持实验室整洁,检查登记药品、仪器、安全和卫生等情况。

(7) 安全操作第一、严守安全守则,防止发生中毒、爆炸和烧伤等事故。

(8) 提前做完实验的同学,经教师检查,得到允许,方可离开实验室。

第三节 实验预习、实验记录和实验报告

一、实验预习

实验预习是实验前必须完成的准备工作,是做好实验的前提,但预习环节往往被学生忽略或不重视,若对实验的目的、要求、内容全然不知或了解很少,将严重影响实验的效果。为确保实验教学质量,每次实验前实验指导教师均要检查学生的预习情况,对于没有预习或预习不合格者,指导教师有权不让学生参加本次实验,学生应严格服从指导教师的安排。

在实验预习过程中,应注意以下几个方面:

(1) 认真阅读实验教材,明确实验的目的和实验的内容(若有电视录像或 CAI,应在指定时间地点观看,不可缺席)。

(2) 掌握本次实验的主要内容,阅读实验中有关的实验操作技术及其注意事项。

(3) 对于设计性实验,要根据实验提示和要求,查阅有关手册和参考书,设计出自己的实验方案,经指导教师审查后,方可进入实验室。

(4) 写出实验预习报告,其内容应包括实验目的、实验原理、实验内容、实验步骤与操作、定量实验的计算公式,合成实验的装置图等。

(5) 在不允许将实验讲义带入实验室的情况下,学生应准确、熟练地完成整个实验。

二、实验记录

1. 实验记录本

每个学生都必须准备一本装订好的实验记录本,并编上页码,不能用活页本或零星纸张代替。不准撕下记录本的任何一页。如果写错了,可以用笔勾掉,但不得涂抹或用橡皮擦

掉。书写要整齐，字迹清楚，文字简练明确。写好实验记录本，是从事科学实验的一项重要训练。

2. 实验记录

在实验过程中，实验者必须养成一边进行实验一边直接记录的习惯，不允许事后凭记忆补写，或以零星纸条暂记再转抄。记录的内容应包括实验的全部过程，如加入药品的数量，仪器装置，每一步骤操作时间、内容及所观察到的现象和不同之处，若操作步骤与教材不一致时，要按实际情况记录清楚，以作为总结讨论的依据。实验记录是原始资料，必须重视。实验结束后，应根据不同要求，或指导教师记录上签字，或填写实验数据表后，学生方可离开实验室。

三、实验报告

实验报告是每次实验的总结，能够反映学生的实验水平和总结归纳能力，必须认真完成。一般的实验报告应包括以下几项内容：

- (1) 实验目的 定量测定实验还应简介实验有关基本原理和主要反应方程式。
- (2) 实验内容 应尽量采用框图、符号、表格等形式，简单、清晰、明了地表示实验内容。切忌照抄书本。
- (3) 实验现象和数据记录 要与实验记录本上的数据、现象相同，不允许主观臆造，抄袭别人的实验结果，也不允许修改数据，否则本次实验按不及格处理。
- (4) 解释、结论或数据计算 对实验现象加以简明解释，写出主要反应方程式，分标题小结或最后得出结论。数据计算要准确。
- (5) 实验讨论 针对实验中遇到的问题，提出自己的见解或收获。合成实验要分析产率高低的原因，定量实验应分析实验误差的原因。

第二章 化学实验室基本常识

第一节 化学实验室用水

一、实验室用水的分级、储存及检验方法

(一) 实验室用水的分级及储存

自来水中含有各种杂质，主要有电解质、有机物、颗粒物质和微生物等，不能直接用于化学实验工作。化学实验室用水应符合国家标准 GB/T 6682—2006《分析实验室用水规格和试验方法》。实验室用水分为三个等级：一级水、二级水和三级水。使用哪一级水要根据化学实验的要求而定，一般的化学实验，使用三级水即可。

实验室用水的分级见表 2-1。

表 2-1 实验室用水的分级

项 目 名 称	一级	二级	三级
pH 范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)/(μS/cm) ≤	0.1	1	5
比电阻(25℃)/MΩ·cm ≥	10	1	0.2
可氧化物 ^① (以 O ₂ 计)/(mg/L) ≤	—	0.08	0.4
吸光度(254nm,1cm 光程) ≤	0.001	0.01	—
溶解性总固体(105℃±2℃)/(mg/L) ≤	—	1.0	2.0
可溶性硅(以 SiO ₂ 计)/(mg/L) <	0.01	0.02	—

①量取 1000mL 二级水，注入烧杯中。加入 20%硫酸溶液 5.0mL，混匀。或量取 200mL 三级水，注入烧杯中。加入 20%硫酸溶液 1.0mL，混匀。在上述已酸化的试液中，分别加入 0.01mol/L 高锰酸钾标准溶液 1.00mL，混匀。盖上表面皿，加热至沸并保持 5min，溶液的粉红色不得完全消失。

(二) 化学实验室用水的检验方法

1. 一般检验方法

一般化学实验工作用的三级水可以用测定电导率和化学方法检验。

水中电解质杂质的含量可由水的电导率来反映，表 2-2 列出了水的电导率、电阻率与溶解固体含量的关系。在实验室中可用笔式电导率仪方便地测出纯水的电导率。电导率低于 5.0μS/cm 的水可用于一般化学实验。

表 2-2 水的电导率、电阻率与溶解固体含量的关系

电导率(25℃) /(μS/cm)	电阻率(25℃) /Ω·cm	溶解固体 /(mg/L)	电导率(25℃) /(μS/cm)	电阻率(25℃) /Ω·cm	溶解固体 /(mg/L)
0.056	18×10 ⁶	0.028	20.00	5.00×10 ⁴	10
0.100	10×10 ⁶	0.050	40.00	2.50×10 ⁴	20
0.200	5×10 ⁶	0.100	100.0	1.00×10 ⁴	50
0.500	2×10 ⁶	0.250	200.0	5.00×10 ³	100
1.00	1×10 ⁶	0.5	400.0	2.5×10 ³	200
2.00	0.5×10 ⁶	1	1000	1.0×10 ³	500
4.00	0.25×10 ⁶	2	1666	0.6×10 ³	833
10.00	0.100×10 ⁶	5			

化学实验用的三级水的化学检验方法见表 2-3。

表 2-3 三级水的化学检验方法

检验项目	检 验 方 法	合格标准
pH 值	取水样 10mL, 加甲基红指示剂(变色范围为 $\text{pH}=4.2\sim 6.2$) 2 滴, 另取水样 10mL, 加溴百里酚蓝指示剂(变色范围为 $\text{pH}=6.0\sim 7.2$) 5 滴 也可用 pH 计测定	不显红色 不显蓝色 $\text{pH}=5.0\sim 7.5$
阳离子 (以镁盐代表)	取水样 10mL 于试管中, 加入数滴氨缓冲液($\text{pH}=10$), 2~3 滴铬黑 T 指示剂	呈蓝色
氯离子	取水样 10mL 于试管中, 加入数滴硝酸银溶液[(1.7g+浓硝酸 4mL)/100mL], 摇匀	无白色浑浊(黑背景下)

2. 标准方法

(1) 测定 pH 值范围 量取 100mL 水样, 用 pH 计测定 pH 值。

(2) 电导率 用电导率仪测定电导率。一、二级水测定时, 配备电极常数为 $0.01\sim 0.1\text{cm}^{-1}$ 的“在线”电导池, 使用温度自动补偿。三级水测定时, 配备电极常数为 $0.1\sim 1\text{cm}^{-1}$ 的电导池。

(3) 吸光度 将水样分别注入 1cm 和 2cm 吸收池中, 于 254nm 处, 以 1cm 吸收池中的水样为参比, 测定 2cm 吸收池中水样的吸光度。若仪器灵敏度不够, 可适当增加测量吸收池的厚度。

(4) 可氧化物质 量取 100mL 二级水(或 200mL 三级水)置于烧杯中, 加入 5.0mL (20%) 硫酸(三级水加入 1.0mL 硫酸), 混匀。加入 1.00mL [$c(1/5\text{KMnO}_4)=0.01\text{mol/L}$] 高锰酸钾标准滴定溶液, 混匀盖上表面皿, 加热至沸并保持 5min, 溶液粉红色不完全消失。

(5) 蒸发残渣 量取 1000mL 二级水(500mL 三级水), 分几次加入到旋转蒸发器的 500mL 蒸馏瓶中, 于水浴上减压蒸发至剩约 50mL 时转移到已于 $(105\pm 2)^\circ\text{C}$ 质量恒定的玻璃蒸发皿中, 用 5~10mL 水样分 2~3 次冲洗蒸馏瓶, 洗液合并入蒸发皿, 于水浴上蒸干, 并在 $(105\pm 2)^\circ\text{C}$ 的电烘箱中干燥至质量恒定。残渣质量不得大于 1.0mg。

(6) 可溶性硅 量取 520mL 一级水(二级水取 270mL), 注入铂皿中, 在防尘条件下亚沸蒸发至约 20mL, 加 1.0mL 钼酸铵溶液, 摇匀后放置 5min, 加入 1.0mL 草酸溶液, 摇匀后再放置 1min 后, 加入 1.0mL 对氨基酚硫酸盐溶液, 摇匀转移至 25mL 比色管中, 定容。于 60°C 水溶液中保温 10min, 目视比色, 溶液所呈蓝色不得深于 0.50mL 0.01mg/mL SiO_2 标准溶液用水稀释至 20mL 经同样处理的标准对比溶液。

二、实验室用水的制备方法

(一) 蒸馏法

将自来水经过蒸馏器蒸馏, 所产生的蒸汽冷凝即得到蒸馏水。蒸馏法可除去大部分的无机盐, 但仍含有少量的金属离子、二氧化碳及某些易挥发物。一次蒸馏水适用于一般的溶液制备。一次蒸馏水进行二次蒸馏可得二次蒸馏水。方法为在蒸馏瓶中加入碱性高锰酸钾溶液进行二次蒸馏。碱性高锰酸钾溶液的配制方法是在 1L 水中加入 8g 高锰酸钾和 300g 氢氧化钾。每蒸馏 1L 水需加入碱性高锰酸钾溶液 50mL。

在实验室中可用电热蒸馏水器或由自己粗装的蒸馏装置制备蒸馏水。

(二) 离子交换法

自来水通过离子交换柱即可去除水中的阴、阳离子得到去离子水。离子交换柱的配置顺

序为：自来水先流经阳离子交换树脂柱、阴离子交换树脂柱，最后经阴、阳离子混合交换树脂柱。所得水的电导率可达 $0.1\mu\text{S}/\text{cm}$ ，符合一级水的标准。但是不能除去非电解质、胶体物质和有机物，还会有微量有机物从树脂中溶出。因此，可根据需要将去离子水进行重蒸馏或用有机吸附柱除去有机物，再经 $0.2\mu\text{m}$ 滤膜过滤得到高纯水。

（三）EDI 复合处理技术

EDI (electro-deionization) 是一种连续电除盐技术，EDI 除盐原理如图 2-1 所示。

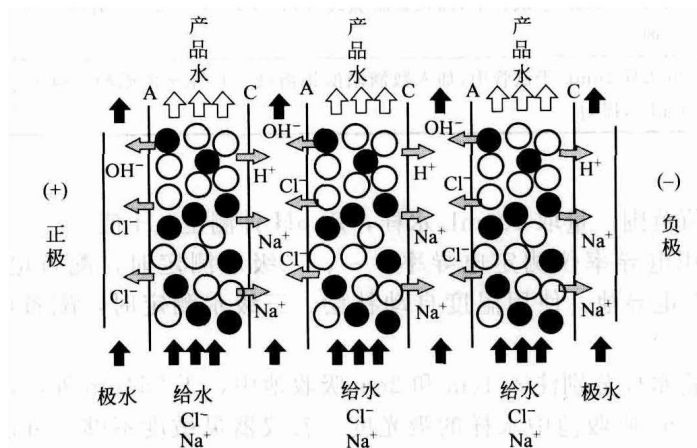


图 2-1 EDI 除盐原理示意图

该装置是由一定数量的 EDI 单元排列组成。一个 EDI 单元是由一对阴、阳离子交换膜之间充填混合离子交换树脂构成的。每个 EDI 单元用网状物隔开，两个 EDI 单元间的空间称为浓水室，阴、阳离子交换膜之间由混合离子交换树脂占据的空间称为淡水室。在装置两侧装有正负电极，当给水进入 EDI 单元后混合离子交换树脂交换水中的阴、阳离子，在直流电压的作用下，淡水室内的离子交换树脂中的阴、阳离子透过离子交换膜向正负极迁移，进入浓水室被排出，因离子交换膜不能透过水，故纯水通过淡水室产出。由于在直流电压作用下，水电解产生的 H^+ 和 OH^- 能对离子交换树脂进行连续再生，因而树脂的离子交换、树脂的再生及离子的迁移能相伴连续发生，故能连续制取高纯水。目前一套高纯水制备装置通常是先将原水经过预处理，再经过反渗透和连续电除盐，所得纯水电阻率达 $10 \sim 18.2\text{M}\Omega/\text{cm}$ ，能满足实验室用水要求。若在后处理系统中再配置超滤膜和紫外光杀菌组件，可制备满足生物用水要求的纯水。装置采用双流路出水的设计，一套设备可同时生产纯水和超纯水。

EDI 相比传统离子交换技术制备纯水的优点如下：

- ① 不必频繁更换或再生离子交换树脂，运行费用低；
- ② 通过自动监控系统即时在线检测水质，产水质量可靠；
- ③ 设备实现智能化控制，操作方便，可连续稳定运行。

EDI 使用注意事项如下：

- ① EDI 需要直流电源供电，模块运行的电压由其内阻和最佳工作电流决定。

② EDI 的给水要求 单级反渗透加软化或二级反渗透产水，采用预处理系统：初级过滤器、精细过滤器、活性炭过滤器装置等。去除水中的杂质、微颗粒、余氯、悬浮物和异味，降低水的氧化要求，避免有机物进入，保证反渗透和离子交换系统的平稳运行，延长使用寿命。

EDI 给水必须达到的最低条件为：总可交换阴离子（以 CaCO_3 计） $<25\text{mg/L}$ ； $\text{pH}=6.0\sim 9.0$ ；温度 $5\sim 35^\circ\text{C}$ ；进水压力 $<4\text{bar}$ （ $1\text{bar}=10^5\text{Pa}$ ）；硬度（以 CaCO_3 计） $<1.0\text{mg/L}$ ；有机物（TOC） $<0.5\text{mg/L}$ ；氧化剂， $\text{Cl}_2<0.05\text{mg/L}$ ， $\text{O}_3<0.02\text{mg/L}$ ；变价金属离子， $\text{Fe}<0.01\text{mg/L}$ ， $\text{Mn}<0.01\text{mg/L}$ ， $\text{H}_2\text{S}<0.01\mu\text{L/L}$ ， $\text{SiO}_2<0.5\text{mg/L}$ ；给水电导率， $40\mu\text{S/cm}$ 。

二氧化碳总量的影响：二氧化碳含量和 pH 值明显影响产品水的电阻率，若 CO_2 大于 $10\mu\text{L/L}$ ，EDI 系统不能产出高纯度水，可以通过调节反渗透进水 pH 或使用脱气装置，降低 CO_2 的量。

③ 污染物的影响 氯和臭氧会氧化离子交换树脂和离子交换膜，使树脂破损，压力损失增加；铁和其他变价金属离子可使树脂中毒及催化树脂的氧化；硬度大能引起结垢，结垢一般在 pH 值较高的浓水室阴膜表面发生，使水流量降低，电流产生的热量无法转移会将膜烧坏；悬浮物、胶体和有机物会引起树脂和膜的污染及堵塞。

④ 浓水循环量 浓水循环量为纯水流量的 $15\%\sim 30\%$ ，浓水室入口压力应小于淡水室的入口压力 $0.3\sim 0.5\text{kgf/cm}^2$ （ $1\text{kgf/cm}^2=98\text{kPa}$ ），出口压力应低于淡水室的出口压力 $0.5\sim 0.7\text{kgf/cm}^2$ ，以免离子泄漏到纯水中。

⑤ 提高 pH 值有利于弱电解质如硅酸、硼酸等转化为带电离子被除去。

优化运行条件如下：

为了获得较高电阻率和低二氧化硅含量的纯水，可以采用以下措施：

- ① 流量应在给定范围的下限；
- ② 电流适中；
- ③ 浓水流量应在给定范围的上限；
- ④ 二氧化碳含量尽量低；
- ⑤ pH 值接近上限。

如果需要较低质量的纯水，可以在提高产品水的流量或降低电流的条件下运行以节约成本。

第二节 化学实验室常用设备

一、电热设备

（一）常用加热器

1. 酒精喷灯

酒精喷灯有挂式与座式两种，其构造如图 2-2 所示。

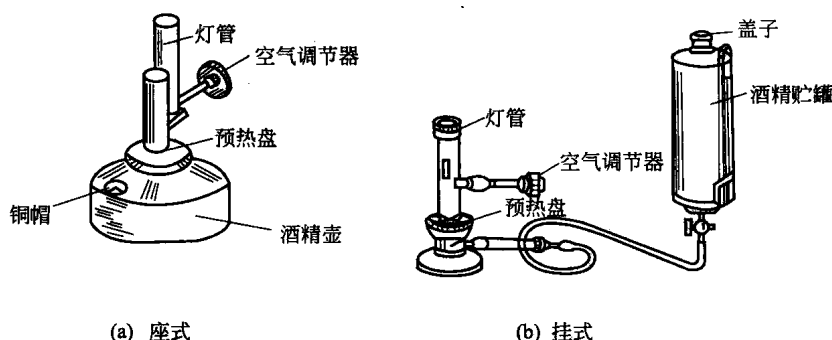


图 2-2 酒精喷灯的类型和构造