



普通高等教育农业部“十二五”规划教材
全国高等农林院校“十二五”规划教材

2014年广东省本科高校教学质量与教学改革工程之“精品教材”立项建设项目

基础化学实验

第二版

理工科各专业用

卢其明◎主编

 中国农业出版社

普通高等教育农业部“十二五”规划教材
全国高等农林院校“十二五”规划教材
2014年广东省本科高校教学质量与教学改革工程之
“精品教材”立项建设项目

基础化学实验

JICHU HUAXUE SHIYAN

第
二
版

理工科各专业用

卢其明 主编

图书在版编目 (CIP) 数据

基础化学实验 / 卢其明主编. —2 版. —北京:
中国农业出版社, 2014. 8
普通高等教育农业部“十二五”规划教材 全国高等
农林院校“十二五”规划教材
ISBN 978-7-109-19191-4

I. ①基… II. ①卢… III. ①化学实验-高等学校-
教材 IV. ①O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2014) 第 111797 号

中国农业出版社出版

(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)

(邮政编码 100125)

策划编辑 曾丹霞

文字编辑 曾丹霞

北京中新伟业印刷有限公司印刷

新华书店北京发行所发行

2014 年 8 月第 2 版

1 次印刷

印张: 19.75

(凡本

向出版社发行部调换)

第二版编者名单

主 编 卢其明

副主编 王瑞芳

参 编 颜 芸 刘 威 张耀谋

刘英菊 陈 敏

第一版编者名单

主 编 卢其明

副主编 王瑞芳

参 编 颜 芸 刘 威 张耀谋

刘英菊 陈 敏



第二版前言

本书第一版自 2009 年出版以来,一直作为华南农业大学基础化学实验课程的教材,使用至今已 5 年。期间,2010 年基础化学实验课程成为省级精品课程,并于 2013 年成功转型升级为省级精品资源共享课程。本教材在加强课程建设,提高基础化学实验教学质量 and 提高学生综合素质等方面发挥了积极作用,并被列为 2014 年广东省本科高校教学质量与教学改革工程之“精品教材”立项建筑项目。

本次修订秉承第一版宽口径、重基础、贴近专业实际需求的风格,在保持第一版基本结构的基础上,做了部分更新、扩充和修改。

(1)在进行精品课程建设过程中,学校实验条件得到改善,部分仪器得以更新,因此第二章更新了部分仪器介绍及相关的操作。

(2)开放实验室是近年学校实验室建设中的重大举措,通过网上预约,学生可以自主确定实验内容和实验时间,这对于提高非化学专业学生对化学实验的兴趣和化学实验操作技能效果显著。因此,本书增加了部分与日常生活有关的实验和趣味性实验。

(3)在 5 年的使用过程中,根据实验情况调整了部分实验操作、试剂浓度和用量等,在此版中做了相应改变。

参加本次修订工作的有卢其明、颜芸、刘威、张耀谋、王瑞芳、刘英菊、陈敏(按编写章节顺序),全书由卢其明统稿。本书在修订过程中得到了中国农业出版社和华南农业大学教务处的的大力支持,华南农业大学理学院应用化学系的老师提出了许多宝贵意见,在此一并表示衷心感谢。

由于编者水平有限,错漏和不当之处在所难免,恳请读者提出宝贵意见。

编 者

2014 年 6 月



第一版前言

化学发展至今已成为一个庞大的学科群，并交叉和渗透到各个学科。有人认为，化学是一个中心学科，它联系各个学科，且在生活中无处不在；又有人认为，化学的发展处于停滞状态，已经多年未见到如生命科学和材料科学领域所出现的惊人成果，化学已逐渐沦为基本工具；甚至有人认为，化学正走向衰落，物理化学、无机化学会加入物理学阵营，分析化学、有机化学会加入生命科学阵营，环境化学可以加入环境科学中。无论持何种观点，化学学科的基础地位是不可否认的，化学依然是生命、材料、环保、能源等学科发展的基础，是科学事业可持续发展的重要支柱之一。因此，为适应时代的发展，化学课程作为培养生命科学、环境科学和食品科学等领域人才的基础平台，对自身各分支学科的整合不可避免。

本教材整合了无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验和物理化学实验中最基础的内容，并结合生命科学、环境科学和食品科学等学科的基本要求，形成了新的架构。主要包括：化学实验基础知识，化学实验基本操作技能，滴定分析和质量分析实验，化学物质的制备、合成、分离与纯化实验，化学和物理参数测定实验，仪器分析实验，综合性、设计性及趣味性实验。

同时，高等院校向综合性方向发展，专业众多，门类齐全。为适应不同类型的专业需求，我们将非化学类专业的基础化学实验分为 A（理科）、B（农科）和 C（工科）三个层次，本书主要是针对 A 层次需求编写的，同时兼顾 C 层次的需求，力求做到重基础、宽口径，尽可能结合专业需求。

本教材由卢其明主编，王瑞芳副主编，参加编写的有（按章节先后为序）卢其明、颜芸、刘威、张耀谋、王瑞芳、刘英菊、陈敏。

本教材的编写以罗志刚老师主编的《基础化学实验技术》（第二版）为基础，并参阅了众多兄弟院校的化学实验教材。本书是全国高等农林院校“十一五”规划教材，在编写和出版过程中，得到了中国农业出版社和华南农业大学教务处的的大力支持，华南农业大学理学院应用化学系的老师提出了许多宝贵意见，在此一并表示衷心的感谢。

由于编者水平有限，本书难免有不妥和错误之处，恳请读者提出宝贵意见。

编 者

2009 年 3 月

目 录

第二版前言	
第一版前言	

第一章 化学实验基础知识	1
第一节 化学实验室安全	1
第二节 纯水的制备与检验	4
第三节 化学试剂	6
第四节 玻璃仪器	8
第五节 样品的采集与预处理	14
第六节 实验误差分析及数据处理	16
第二章 化学实验的基本技能	26
概述	26
第一节 简单玻璃工操作	26
实验 2-1 玻璃管、棒的加工	29
第二节 玻璃仪器的洗涤和干燥	29
第三节 加热和冷却	32
第四节 化学试剂的取用	41
第五节 气体的发生、净化、干燥和收集	43
第六节 试纸的使用	46
第七节 称量	47
第八节 基本度量玻璃仪器的使用	53
实验 2-2 量器的校正	59
第九节 溶解、结晶与固液分离	61
第十节 蒸馏、分馏与旋转蒸发	69
第十一节 萃取	77
第十二节 升华	81
第十三节 色谱	82
第十四节 搅拌	89
第十五节 常用物理常数的测定技术	91
第三章 滴定分析和重量分析实验	100
概述	100



实验 3-1 酸碱溶液的配制及比较滴定	102
实验 3-2 甲醛法测定铵盐的含氮量	104
实验 3-3 混合碱的测定	105
实验 3-4 可溶性氯化物中氯含量的测定	107
实验 3-5 EDTA 法测定天然水中的钙、镁	108
实验 3-6 配位滴定法测定混合阳离子的含量	110
实验 3-7 饲料中钙含量的测定	112
实验 3-8 重铬酸钾法测定亚铁盐中的铁	114
实验 3-9 水样中化学耗氧量(COD)的测定	115
实验 3-10 碘量法测定胆矾中的铜	117
实验 3-11 维生素 C 含量的测定	118
实验 3-12 植物或肥料中钾的测定	120
实验 3-13 土壤中硫酸根离子的测定	121
实验 3-14 果蔬中总酸度的测定	122
第四章 化学物质的制备、合成、分离与纯化实验	124
概述	124
第一节 无机化合物的制备、合成、分离与纯化实验	124
实验 4-1 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 溶胶的制备与纯化	124
实验 4-2 钛白粉的制备	126
实验 4-3 无机颜料(铁黄)的制备	128
实验 4-4 一种钴(III)配合物的制备与纯化	129
实验 4-5 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的制备、提纯和结晶水测定	130
第二节 有机化合物合成实验	132
实验 4-6 环己烯的合成	132
实验 4-7 乙酸乙酯的合成	133
实验 4-8 苯甲酸的合成及熔点测定	134
实验 4-9 正丁醚的合成	136
实验 4-10 乙酰水杨酸的合成	137
实验 4-11 甲基橙的合成	138
第三节 天然产物分离与提取实验	139
实验 4-12 从果皮中提取果胶及果冻的制备	139
实验 4-13 从槐花米中提取芦丁	140
实验 4-14 水蒸气蒸馏法提取姜油	142
实验 4-15 叶绿素的提取	143
实验 4-16 类胡萝卜素的提取	144
第四节 应用性实验	146
实验 4-17 聚乙烯醇缩甲醛外墙涂料的制备	146
实验 4-18 聚丙烯酸酯乳液胶黏剂的制备	147
实验 4-19 洗发香波的配制	148
实验 4-20 固体酒精的制备	149
实验 4-21 膏霜类护肤化妆品的制备	150



实验 4-22 维生素 A、维生素 E 防晒霜的制备及检测	151
第五章 化学和物理参数测定实验	154
概述	154
第一节 恒温槽和贝克曼温度计	154
第二节 折射仪	159
第三节 分光光度计	162
第四节 电导率仪	164
第五节 电位差计	167
第六节 旋光仪	169
实验 5-1 排水集气法测定金属镁的摩尔质量	172
实验 5-2 凝固点降低法测定化合物的摩尔质量	174
实验 5-3 量热法测定化合物的燃烧热	177
实验 5-4 平衡蒸气法绘制挥发性双液系沸点-组成图	181
实验 5-5 动态法测定液体的饱和蒸气压	184
实验 5-6 目视比色法测定醋酸的离解常数	187
实验 5-7 电导法测定弱电解质的离解常数	188
实验 5-8 分光光度法测定配合物的稳定常数	191
实验 5-9 等压法测定氨基甲酸铵分解反应的标准平衡常数	194
实验 5-10 对消法测定电池电动势	196
实验 5-11 电动势法测定化学反应的热力学函数	200
实验 5-12 碘量法测定化学反应的反应级数及活化能	203
实验 5-13 旋光法测定蔗糖转化反应的速率常数	205
实验 5-14 排水集气法测定过氧化氢催化分解反应的速率常数	208
实验 5-15 电导法测定乙酸乙酯皂化反应的速率常数	211
实验 5-16 最大泡压法测定溶液的表面张力	214
实验 5-17 界面电泳法测定溶胶的电动电势	217
实验 5-18 黏度法测定高聚物的相对分子质量	219
第六章 仪器分析实验	223
概述	223
实验 6-1 紫外可见分光光度法研究柔红霉素与 DNA 的相互作用	223
实验 6-2 纳米 TiO ₂ 粉末的固体紫外表征	225
实验 6-3 荧光猝灭法研究芹菜素与人血清白蛋白的相互作用	226
实验 6-4 氨基酸红外吸收光谱的测定	227
实验 6-5 气相色谱定性分析	228
实验 6-6 高效液相色谱法测定芹菜中芹菜素的含量	230
实验 6-7 差热分析法测定草酸钙的差热谱图	232
实验 6-8 循环伏安法电聚合制备普鲁士蓝修饰电极	233
实验 6-9 溶出伏安法测定废水中的微量铜	234
第七章 综合性、设计性及趣味性实验	236
概述	236



第一节 综合性实验	236
实验 7-1 含铬废水的处理	236
实验 7-2 直接滴定法测定阿司匹林的含量	238
实验 7-3 水中溶解氧的测定(碘量法)	239
实验 7-4 植物叶绿体色素的提取、分离和鉴定	241
实验 7-5 紫菜中碘的提取及含量的测定	243
实验 7-6 卵磷脂的提取和鉴定	244
实验 7-7 牛奶中酪蛋白和乳糖的分离与鉴定	245
实验 7-8 橙皮中柠檬油的提取	246
实验 7-9 茶叶中咖啡因的提取	248
实验 7-10 氯化镍氨的制备、组成分析及物性测定	249
实验 7-11 工业氯化钠的提纯和检验	252
实验 7-12 纯水的制备及水质检验	254
实验 7-13 无水乙醇的制备及纯度检验	257
实验 7-14 苯甲酸和苯甲醇的制备及分离纯化	258
实验 7-15 废定影液中金属银的回收	259
实验 7-16 肉桂酸的制备及鉴定	261
实验 7-17 乙酰苯胺的制备及纯度测定	262
实验 7-18 食物中维生素 B ₁ 、维生素 B ₂ 的定性分析	264
实验 7-19 维生素 C 含量的测定——2, 6-二氯酚靛酚滴定法	265
第二节 设计性实验	268
实验 7-20 用废聚苯乙烯泡沫塑料研制涂改液	268
实验 7-21 废锌锰干电池的综合利用研究	269
实验 7-22 几种食品中微量元素的检验	270
实验 7-23 几种掺假食物的鉴别	271
实验 7-24 蛋壳中钙、镁含量的测定	273
实验 7-25 从茶叶中分离和鉴定某些元素	274
实验 7-26 混合阳离子的分离与鉴定	275
实验 7-27 混合阴离子的分离与鉴定	275
实验 7-28 磷酸二氢钠和磷酸氢二钠混合物中各组分的测定	276
实验 7-29 尼泊金乙酯的合成及分离纯化	277
实验 7-30 萘在环己烷和甲苯中溶解度的测定	278
实验 7-31 用废旧易拉罐制备明矾	280
实验 7-32 柑橘皮中香精油的提取及应用	280
实验 7-33 食物中维生素 A 的定性分析	281
实验 7-34 甲醛滴定法测定氨基酸含量	282
第三节 趣味性实验	283
实验 7-35 吸烟与喝酒的检验	283
实验 7-36 鸡蛋潜水	283
实验 7-37 火山爆发	284
实验 7-38 柠檬原电池	284
实验 7-39 水底花园	285

实验 7-40 豆腐中钙质和蛋白质的检验	285
实验 7-41 尿糖的检验	286
实验 7-42 自制指示剂	287
实验 7-43 彩色温度计的制作	287
实验 7-44 喷雾作画	287
实验 7-45 木器或竹器上刻花法	288
实验 7-46 检验含碘食盐成分中的碘	288
实验 7-47 红糖制白糖	289
实验 7-48 制作不易生锈的铁钉	289
实验 7-49 指纹鉴定	290
附录	291
附录 1 基本物理常数	291
附录 2 元素的相对原子质量	291
附录 3 不同温度下水的饱和蒸汽压	293
附录 4 不同温度下水的密度	294
附录 5 不同温度下水的黏度	295
附录 6 不同温度下水和空气界面的表面张力	296
附录 7 不同温度下水和乙醇的折射率	296
附录 8 一些有机化合物的折射率及温度系数	297
附录 9 不同温度下一些液体的密度($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)	297
附录 10 理论纯水的电导率($\kappa_{p,t}$)及换算因数(α_t) [*]	298
附录 11 氯化钾溶液的电导率($\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$)	298
附录 12 不同温度下醋酸的极限摩尔电导率	299
附录 13 一些离子在水溶液中的极限摩尔电导率($25\text{ }^\circ\text{C}$)	300
附录 14 强电解质的离子平均活度系数($25\text{ }^\circ\text{C}$)	300
附录 15 标准电极电位(298 K)及其温度系数	301
主要参考文献	303



第一章 化学实验基础知识

基础化学实验是一门实践课程，在提高实验技能的同时，可以帮助我们加深对化学原理的理解，提高创新意识。有人建议将化学理解为“chem is try”，以强调自己动手在化学学习中的重要性。

尽管如此，我们也不能仅仅将这门课程视为一门操作技能课程，它还包含许多基本原理和方法。在实验前学习一些必要的基础知识、基本原理和方法，在实验中会事半功倍。

第一节 化学实验室安全

在进行化学实验时，会接触到各种仪器和试剂，有的易燃、易爆，有的有毒、有刺激性。为确保人员安全和财产安全，保证实验的正常进行，每个实验人员都必须掌握必要的实验室安全知识，严格遵守实验室规则。实验前要学习一些防火、防爆、防灼伤等知识，并掌握相应的救护措施。进实验室要先了解实验室安全通道，水、电开关和防火器材的位置。实验时严格遵守操作规程，采取必要的防护措施。

一、灼伤和割伤的预防与处理

1. 灼伤的预防与处理 机体受热源或化学物质的作用，引起局部组织损伤，并进一步导致病理和生理改变的过程称为灼伤。由热源导致的灼伤称为热力灼伤，由化学物质导致的灼伤称为化学灼伤。

实验时要避免身体直接接触高温物体，必要时使用隔热手套、面罩等防护用品。如遇烫伤，应立即冲水降温，再在伤口处涂万花油。若伤势较轻，用烫伤膏治疗即可。若伤势较重，应尽快送医院治疗。

要用适宜的器具取用化学试剂，避免化学试剂直接接触皮肤，必要时应戴橡胶手套和防护眼镜。使用化学试剂前应充分了解所用试剂的性质和被灼伤后的处理方法。

(1)如被碱(如氢氧化钠、氢氧化钾、浓氨水、氧化钙等)灼伤，应先用大量水冲洗，再用质量分数为 2% 的醋酸或质量分数为 2% 的硼酸冲洗。如有碱液溅入眼中，应予以足够重视，先用硼酸溶液清洗，再到医院检查。

(2)如被酸(硫酸、盐酸、硝酸、高氯酸等)灼伤，应立即用大量水冲洗，再用 3%~5% 碳酸氢钠水溶液洗涤，再用水冲洗干净。酸性气体灼伤眼睛，可用 2% 的碳酸氢钠洗眼。

(3)如被溴灼伤，应立即用质量分数为 2% 的硫代硫酸钠洗至伤处呈白色，再用甘油擦洗。如被氢氟酸灼伤，应立即用大量水冲洗，直至伤口表面发红，再用 5% 碳酸氢钠水溶液洗涤，涂以甘油氧化镁糊剂或悬浮液。

(4)如有磷颗粒附着在皮肤上，应将其迅速浸入水中，用刷子清除，再用 1%~2% 的硫



酸铜溶液冲洗数分钟,然后以5%碳酸氢钠溶液洗去残留的硫酸铜,最后用生理盐水湿敷并包扎,不可将创面暴露在空气中,不能涂油脂。

2. 割伤的预防与处理 在化学实验中要用到各种玻璃仪器,不小心容易发生割伤。操作前要仔细检查所用的仪器是否完好无损,如出现破损或裂痕应及时更换。切割玻璃管后,须将管口在火中烧圆。将玻璃管插入橡皮塞前,应检查孔径是否合适,并在管口涂少许水或甘油。若不小心被玻璃割伤,应先取出伤口上的玻璃碎片或其他异物,再用生理盐水擦洗伤口,用3%双氧水溶液消毒,涂上红药水。伤口较深时,用云南白药或扎止血带止血,然后立即前往医院救治。

二、着火的预防与处理

物质着火的根本原因是该物质同时具备了着火的三个条件:物质本身的可燃性、氧气的存在和已达到或高于该物质的着火温度(即着火点)。此时若遇到明火或加热,该物质就会燃烧。实验室的大多数着火事故是由于加热或处理低沸点有机溶剂时操作不当引起的。

为预防火灾,应注意以下几点:

(1)实验室不能保存大量易燃溶剂,使用易燃物后及时密封,不能用敞口容器盛装易燃物。易燃物必须置于阴凉处,并注意远离火源和电源。

(2)使用或倾倒易挥发溶剂时必须熄灭火源,不能用明火直接加热易燃性溶剂,应根据实验要求及易燃溶剂的特点选择合适的热源(如水浴、油浴、电热套等),远离明火。

(3)在蒸馏或回流易燃液体时,为防止暴沸及局部过热,瓶内液体不能超过瓶容量的2/3,加热中途不能加入沸石或活性炭,以免液体暴沸冲出而着火。

(4)使用氧气瓶时,不得让氧气大量逸入室内。在含氧量约25%的大气中,物质的燃点比在空气中低得多,且燃烧剧烈,不易扑灭。

实验室如果着火,应沉着镇定,及时采取措施。

(1)实验台面着火时,应立即用湿抹布或石棉布扑灭明火,并同时切断煤气、电源。易燃液体和固体着火时,一般不能用水去浇,小范围可用湿抹布覆盖,大范围应立即用消防砂、泡沫灭火器或干粉灭火器来扑灭。精密仪器用四氯化碳灭火器扑灭。

(2)电线着火时须立即关闭总电源,再用四氯化碳灭火器熄灭燃烧的电线,不能用水或泡沫灭火器。

(3)衣服着火时应立即以毯子之类覆盖在着火者身上以熄灭火焰,用水浸湿后覆盖效果更好。如有可能,最好立即脱下着火衣物,必要时就近卧地打滚以灭火。注意不能慌张跑动,否则会加速气流流动,使火势加大。

三、爆炸的预防

有些化学品在外界的作用下(如受热、受压、受撞击等),能发生剧烈化学反应,瞬时产生大量的气体和热量,使周围压力急剧上升,发生爆炸。首先是危险性很大的易爆固体,如三硝基甲苯(TNT)、三硝基苯酚(苦味酸)等;其次是某些强氧化剂遇到还原剂或发生强烈



摩擦、撞击时易发生爆炸，如硝酸盐、氯酸盐、过氧化物等；再次是可燃性气体与空气混合达到爆炸极限，如氢气(4.1%~74.9%)、一氧化碳(12.5%~74.2%)、甲烷(5.3%~14.0%)、乙烯(3.0%~34.0%)、乙炔(2.5%~80%)等。为防止爆炸，应注意以下几点：

(1)对易爆固体和某些强氧化剂及其混合物不能重压、撞击或研磨。

(2)取出的易燃易爆试剂不得随便倒回储备瓶中，更不能随手倒入下水道。

(3)使用和制备易燃易爆气体时必须在通风橱内进行，不得在附近点火。氢气在点燃前必须检验纯度。

另外，仪器装配不当或管路堵塞时，可能由于压力过大或过小引起爆炸，加热或开始反应前应仔细检查管路。

四、中毒的预防与处理

有毒的化学试剂侵入人体，会引起身体的局部刺激或整个机体的功能出现障碍，引起人体的各种病变，导致中毒。根据毒物的半致死剂量(或半致死浓度)、急性与慢性中毒的状况与后果、致癌性、工作场所最高允许浓度等指标全面权衡，将毒物分为四级。使用极度危害(I级)和高度危害(II级)的药品时要采取必要的防护措施。

1. 中毒的预防 化学药品大多具有不同程度的毒性，中毒的原因主要是皮肤、呼吸道或伤口接触有毒药品。为防止中毒，应注意以下几点：

(1)产生有毒有刺激性气体的反应必须在通风橱内进行。

(2)有毒药品不能接触皮肤、五官或伤口。不允许用手直接取药品。

(3)禁止用鼻子贴近试剂瓶口鉴别试剂，用手轻轻扇动，稍闻其味即可。

(4)严禁在酸性介质中使用氰化物。如有汞洒落，应尽可能收集起来，并用硫黄粉覆盖洒落的地方。

(5)禁止在实验室内进食。

2. 中毒的处理 如果吸入有毒气体，如氰化物、砷化物蒸气、氮氧化物、二氧化硫、三氧化硫、三氯甲烷等，应立即离开有毒场所，呼吸新鲜空气，必要时吸氧或进行人工呼吸。

如果吞食有毒药品，首先考虑降低胃中药品的浓度，延缓毒物被人体吸收的速度，可食用牛奶、生蛋白、面粉、淀粉及水，还可在500 mL蒸馏水中加约50 g活性炭，分次服用；其次是催吐，可用手指或汤匙的柄摩擦患者的喉头或舌根使其呕吐，还可让患者服用15~30 mL吐根糖浆(催吐剂之一)催吐，用水送服。

有机磷中毒时，要确保患者呼吸畅通，并进行人工呼吸。若吞食，要用催吐剂催吐，或用水洗胃等方法将其除去。沾在皮肤、头发或指甲等处的有机磷，要把它彻底洗去。

氯代烃中毒时，应把患者转移，远离药品处，并使其躺下，头降低，以确保呼吸通畅，并用毛巾被保暖(不可用外部取暖方式)。若吞食，用水充分洗胃，然后饮服溶有30 g硫酸钠的水溶液约200 mL，不要喝咖啡之类兴奋剂。

汞及汞盐中毒时，要饮牛奶，吃生蛋白，还可用溶有30 g硫酸钠的水溶液约200 mL作泻剂。



第二节 纯水的制备与检验

一、纯水的规格

化学实验对实验用水要求较高,尤其是分析实验,实验用水要符合国家标准 GB/T 6682—2008:分析实验室用水规格和试验方法。

分析实验室用水分为三个等级:一级水、二级水和三级水。一级水用于有严格要求的分析实验,如高效液相色谱分析;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;三级水用于一般化学实验。三个等级水的质量要求见表 1-1。

表 1-1 分析实验用水规格

名 称	一级	二级	三级
pH 范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)/(mS·m ⁻¹)	≤0.01	≤0.10	≤0.50
可氧化物质(以 O 计)/(mg·L ⁻¹)	—	≤0.08	≤0.4
吸光度(254 nm, 1 cm 光程)	≤0.001	≤0.01	—
蒸发残渣(105℃±2℃)含量/(mg·L ⁻¹)	—	≤1.0	≤2.0
可溶性硅(以 SiO ₂ 计)含量/(mg·L ⁻¹)	≤0.01	≤0.02	—

注:1. 由于在一级水、二级水的纯度下,难以测定其真实的 pH,因此,对一级水、二级水的 pH 范围不做规定。

2. 由于在一级水的纯度下,难以测定可氧化物质和蒸发残渣,故对其限量不做规定,可用其他条件和制备方法 来保证一级水的质量。

二、纯水的制备方法

一级水可用二级水经石英设备蒸馏或离子交换混合床处理后,再经 0.2 μm 微孔滤膜过滤来制备。二级水和三级水可用蒸馏法、离子交换法、反渗透法等多种方法制取,下面分别作简单介绍。

1. 蒸馏法 蒸馏法是利用水与水中杂质的沸点不同,通过冷凝水蒸气而制备纯水的方法。现在多采用内加热式蒸馏器代替用电炉、煤气或煤炉等外加热式的蒸馏装置,如内加热式的不锈钢电蒸馏水器、石英管加热的单蒸或双蒸式玻璃蒸馏水器。

普通化学实验用水,通常是经过一次蒸馏而得,称为一次蒸馏水(单蒸水)。有些分析实验要求二次或三次蒸馏的纯水(双蒸水或三蒸水)。对于一些灵敏度高的仪器分析,需要用高纯水,增加蒸馏次数或减慢蒸馏速度都可提高纯度。利用热辐射照在液面上,保持液相温度低于沸点温度蒸发,再冷凝而制取高纯水的方法称为亚沸蒸馏。相对一般蒸馏,亚沸蒸馏可避免因沸腾蒸馏时蒸气中夹带水珠,气液分离不完全导致的水质下降。另外,弃去头尾蒸出水,采用石英等材料也可提高蒸馏水水质。

2. 离子交换法 离子交换法是利用离子交换树脂去除水中杂质离子而制备纯水的方法,



所得纯水常称为去离子水或离子交换水。将阴、阳离子交换树脂分别装入离子交换柱中,当含有杂质离子的水经过树脂柱时,水中的阳离子就被阳离子交换树脂中的氢离子交换,阴离子被阴离子交换树脂中的氢氧根离子交换,杂质离子被除去。此法的优点是设备简单,出水量大,成本低。离子交换法能除去水中绝大部分盐、碱和游离酸,但对有机物和非电解质去除能力不强。

市售离子交换树脂常含有低分子杂质和高分子组分的分解产物、副反应产物等,需要进行预处理。预处理的目的是除去树脂中的杂质,并将树脂转变成所需要的型式。

阳离子交换树脂的预处理方法:将树脂置于塑料容器中,用清水漂洗,直至排水清澈。用水浸泡 12~24 h,使其充分膨胀。如为干树脂,应先用饱和氯化钠溶液浸泡,再逐步稀释氯化钠溶液,以免树脂突然膨胀而破碎。用树脂体积 2 倍量的 2%~5% HCl 溶液浸泡树脂 2~4 h,并不时搅拌,也可将树脂装入柱中,用动态法使酸液以一定流速流过树脂层,然后用纯水自上而下洗涤,直至流出液 pH 约为 4,再用 2%~5% NaOH 溶液处理,用水洗至微碱性。再次用 5% HCl 溶液漂洗,使树脂变为氢型,最后用纯水洗至 pH 约为 4,并无 Cl^- (用稀硝酸银检验,无氯化银白色沉淀即可)。

阴离子交换树脂的预处理步骤基本上与阳离子交换树脂相同,只是在用 NaOH 溶液处理树脂时,可用 5%~8% NaOH 溶液漂洗,其用量增加一些。树脂变为氢氧型后,不要再用 HCl 溶液处理。

离子交换树脂使用一定时间以后,树脂已达到饱和交换容量,出水不合格时需要进行再生处理,重新转变为氢型或氢氧型。再生后的树脂可重复使用。

3. 反渗透法 反渗透法是在高于溶液渗透压的压力下,借助于只允许水分子透过的反渗透膜的选择截留作用,将溶液中的杂质与水分离,从而达到净水的目的。渗透是自然界一种常见的现象,人类很早以前就已经自觉或不自觉地使用渗透或反渗透分离物质。目前,反渗透技术已经发展成为一种普遍使用的现代分离技术,在海水脱盐、超纯水制备、废水处理方面的应用发展迅速。

制备反渗透膜的材料主要有醋酸纤维素、芳香族聚酰胺、聚四氟乙烯等,孔径为 0.1~1 nm。反渗透分离前一般要用超滤和吸附等方法分离较大颗粒或大分子质量物质,用反渗透技术分离的物质,其相对分子质量一般小于 500。反渗透操作压力为 2~100 MPa。反渗透法可以制备高质量纯水,目前已有较多适合实验室使用的商品化设备。

三、特殊要求的实验用水

化学实验中除了对水有一般纯度要求外,有时还有一些特殊要求,在 GB/T 603—2002 中将这满足特殊要求的水称为制剂。

1. 无二氧化碳的水 将水注入烧瓶中,煮沸 10 min,立即用装有钠石灰管的胶塞塞紧,冷却。

2. 无氧的水 将水注入烧瓶中,煮沸 1 h 后立即用装有玻璃导管的胶塞塞紧,导管与盛有焦性没食子酸碱性溶液($100 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$)的洗气瓶连接,冷却。

3. 无氨的水 向水中加入硫酸至其 pH 小于 2,使水中各种形态的氨或胺最终都变成不挥发的盐类,用全玻璃蒸馏器进行蒸馏,冷凝。