

面向 21 世纪高等院校教材



基础化学实验

徐云升 陈军 胡海强 编

华南理工大学出版社

面向 21 世纪高等院校教材

基础化学实验

徐云升 陈 军 胡海强 编

华南理工大学出版社

·广州·

内 容 简 介

本书将无机化学实验、有机化学实验和分析化学实验统一起来,内容包括化学实验的基础知识;常用仪器简介;无机化学实验;有机化学实验;分析化学实验;综合性、设计性、研究性实验等六部分共 62 个实验,着重介绍化学实验的基础知识和基本操作技能,增加综合性、设计性和研究性实验内容,以培养学生的综合技能。

本书可作为综合性大学高职高专化工、食品、环保、生物等专业的无机化学实验、有机化学实验和分析化学实验的综合教材,也可供相关人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验/徐云升,陈军,胡海强编.—广州:华南理工大学出版社,2007.6
ISBN 978-7-5623-2692-2

I. 基… II. ①徐…②陈…③胡… III. 化学实验-高等学校-教材 IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2007) 第 125159 号

总发行:华南理工大学出版社(广州五山华南理工大学 17 号楼,邮编 510640)

营销部电话:020-87113487 87111048(传真)

E-mail: scutc13@scut.edu.cn

http://www.scutpress.com.cn

责任编辑:张颖

印刷者:广州市穗彩印厂

开本:787mm×1092mm 1/16 印张:13.25 字数:331 千

版次:2007 年 6 月第 1 版 2007 年 6 月第 1 次印刷

定 价:21.00 元

版权所有 盗版必究

前 言

“基础化学实验”是与“基础化学”相配套的实验教材。“基础化学实验”是以实验操作为主的技能课程,它既是一门独立的课程,又是与相应的理论课有紧密联系的课程。该课程的教学目标是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,努力培养学生的创新意识与创新能力。为了达到这一目标,本实验教材打破原来依附于三大化学三门实验课程的界限,对技能训练进行科学组合,将实验内容分成三个阶段:基本技能训练、应用技能训练、综合技能训练。三个阶段的实验由浅入深,由简到繁,由单元技能训练到组合技能训练,最后跨入综合设计实验,克服原三门实验课程技能实验交叉重复的缺陷。从低年级渗入应用意识,把基本操作融入应用性实验中,压缩了单纯技能训练,减少验证性实验,把实验技能训练与生产实际相结合。我们经过调查研究并借鉴有关高等院校在化学实验改革方面的经验,在具体实验内容的选编上注重分析操作实验和设计性实验等实验内容,具体的实验项目与实际应用联系紧密,增加了结合实际应用的新实验,改进了实验手段,增加了学生自行设计类型的实验,以培养学生基本科研素质,培养学生独立思考和创新能力。

本教材包括化学实验基础知识,常用仪器简介,无机化学实验,有机化学实验,分析化学实验,综合性、设计性和研究性实验和附录七个部分,为专业技能课的学习奠定坚实的技能基础。

本教材的编写得到琼州学院化学系、生命科学系各位教授的大力支持和协助,在此一并致谢。

由于编者水平有限,难免有疏漏之处,敬请广大读者不吝赐教,批评指正。

编 者

2006年12月

目 录

绪论	(1)
第一部分 化学实验的基础知识	(3)
第一节 实验室规则及安全知识	(3)
第二节 实验预习和实验报告	(6)
第三节 化学试剂简介	(7)
第四节 纯水的制备、检验及选用	(9)
第五节 试样的采集和处理	(11)
第六节 误差分析和数据处理	(15)
第二部分 常用仪器简介	(20)
第一节 玻璃仪器及器皿用具	(20)
第二节 酸度计	(29)
第三节 分光光度计	(31)
第四节 旋光仪	(34)
第五节 折光仪	(38)
第六节 电导率仪	(41)
第七节 气相色谱仪(SQ-203型)	(44)
第八节 高效液相色谱仪(Waters 510型)	(47)
第九节 原子吸收分光光度计(310型)	(48)
第三部分 无机化学实验	(50)
实验一 化学实验基本操作	(50)
实验二 灯的使用、玻璃管的加工与塞子钻孔	(53)
实验三 天平的使用	(57)
实验四 溶液的配制	(63)
实验五 加热与冷却	(65)
实验六 重结晶	(66)
实验七 电离平衡和沉淀反应	(69)
实验八 粗食盐的提纯	(73)
实验九 试样的称量	(75)
实验十 酸度计的使用	(77)
实验十一 滴定仪器的使用	(82)
第四部分 有机化学实验	(92)
实验一 蒸馏	(92)
实验二 分馏	(95)
实验三 熔点的测定	(98)

实验四	沸点的测定	(102)
实验五	升华	(104)
实验六	萃取	(105)
实验七	干燥	(108)
实验八	阿贝折射仪测定乙醇的折射率	(112)
实验九	旋光度的测定	(115)
实验十	环己烯的制备	(117)
实验十一	乙酸乙酯的制备	(118)
实验十二	从果皮中提取果胶	(121)
实验十三	从茶叶中提取咖啡因	(122)
实验十四	从槐花米中提取芦丁	(124)
实验十五	苯甲酸的制备	(125)
实验十六	烃的性质	(127)
实验十七	卤代烃的性质	(129)
实验十八	醇和酚的性质	(130)
实验十九	醛和酮的性质	(131)
实验二十	羧酸及其衍生物的性质	(133)
实验二十一	胺的性质	(135)
实验二十二	碳水化合物的性质	(136)
实验二十三	氨基酸和蛋白质的性质	(138)
第五部分	分析化学实验	(140)
实验一	常见阴离子的个别鉴定	(140)
实验二	常见阳离子的个别鉴定	(142)
实验三	盐酸标准溶液的标定	(144)
实验四	氢氧化钠标准溶液的标定	(145)
实验五	铵盐中氮含量的测定	(147)
实验六	果蔬中总酸度的测定	(148)
实验七	重铬酸钾法测定亚铁离子	(150)
实验八	罐头食品中食盐(氯化钠)的测定	(152)
实验九	EDTA 标准溶液的配制与标定	(153)
实验十	水中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 含量及水总硬度的测定	(155)
实验十一	磷的定量测定	(156)
实验十二	邻二氮菲光度法测定铁	(157)
实验十三	污水化学耗氧量的测定	(159)
实验十四	钙片中钙含量的测定	(161)
第六部分	综合性、设计性和研究性实验	(163)
实验一	硫酸亚铁铵的制备	(163)
实验二	三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备	(165)
实验三	溶剂萃取法处理电镀厂含铬废水	(166)

实验四	废定影液中回收金属银	(168)
实验五	金属的表面处理	(170)
实验六	硫酸铜的提纯和产品分析	(172)
实验七	过氧化钙的制备及含量分析	(175)
实验八	植物中某些元素的分离与鉴定	(176)
实验九	肉桂皮中香精油的提取和鉴定	(177)
实验十	氯化镍氨的制备、组成分析及物性测定	(179)
实验十一	磷酸二氢钠和磷酸氢钠混合物中各组分的测定	(181)
实验十二	乙酸丁酯的合成及纯化	(183)
实验十三	废锌锰干电池的综合利用研究	(184)
实验十四	聚合物胶粘剂的制备及性质测定	(185)
附录		(187)
附录一	常用元素相对原子质量表	(187)
附录二	常用酸碱溶液相对密度及溶质的质量分数和溶解度表	(187)
附录三	常用有机溶剂的沸点及相对密度表	(192)
附录四	水的饱和蒸气压(0~100℃)	(192)
附录五	常用溶剂的处理	(193)
附录六	危险化学试剂的使用知识	(195)
附录七	几种常用酸碱指示剂	(199)
附录八	一些弱电解质的解离常数	(199)
附录九	我国化学药品等级的划分	(200)
附录十	常用缓冲溶液的配制方法	(200)
附录十一	某些试剂溶液的配制	(201)
参考文献		(204)

绪 论

纵观自然科学的发展,几乎每一理论的突破、每一定律的创立、每一成果的获得,都离不开实践,尤其是化学,更是一门实践性很强的科学。通过化学实验发展了化学理论,而化学理论的发展,又促使化学实验向更高、更强的手段迈进。

一、基础化学实验的课程体系和教学内容

基础化学实验包含无机化学实验、分析化学实验和有机化学实验,是化工、环保、食品、生物等专业必修的一门重要基础实验课程,是重要的实践性环节。它以介绍化学实验的原理和方法为主要内容,以实际操作为主要手段,以培养操作技能和创新精神为主要目标,通过基本操作技能的训练,使学生学会和掌握化学实验的各种基本操作技能,提高动手能力,为将来从事科学研究奠定基础。通过物质的制备、提纯和物质的合成实验,学会从各种物质中分离和提纯各种有效成分。通过验证性实验,验证化学的理论和物质的化学性质,总结出化学原理和规律。通过分析实验,学会和掌握分析的原理和方法及分析结果的表达,并培养正确、规范的操作。总之,通过化学实验的教学,使学生获得化学实验的基础知识、基本理论和基本技能,对化学知识有一个整体和全面的认识,并培养学生的科学精神、思维方法和创新能力,为学习专业课程和将来从事科学研究打下坚实的基础。

二、基础化学实验的性质、任务和作用

基础化学实验是一门实践性课程。实践告诉我们,通过实验发现和发展了理论,又通过实验检验和评价理论,因此化学实验和化学理论是相辅相成的。当今的大学教育,注重学生创新能力的培养,注重学生个性的发展,培养基础扎实、知识广、素质高、能力强的专门人才。因此,该课程的主要任务是开拓学生的智能,培养学生严肃、严谨、严格、严密的科学精神和态度,以及良好的实验素养和动手能力。通过该课程的教学,使学生的思维方法和操作技能得到训练,学会对实验现象、数据、结果进行观察分析、归纳总结和联想演绎,提高发现问题、解决问题的综合能力和独立工作能力,培养创造性思维和创新能力。

三、基础化学实验的学习要求和教学方法

要学好做好基础化学实验,首先要明确学习的目的和意义,其次要掌握学习方法。实验前做好预习,了解实验原理、方法和有关实验技术在操作步骤中的具体运用,了解实验的重点和难点并知道要做好该实验需要注意的具体问题。实验预习不只是一遍就可以的,因为学生以往未接触过这些内容,因此要将以上问题写成预习报告,带着这些问题来做好实验,这样才能在规定的时间内顺利完成全部实验内容,收到更好的效果。实验中要有操作的积极性和主动性,并正确、规范地进行操作和使用仪器,想办法解决操作中的具体问题,认真、细致地进行观察并及时、准确地将实验现象、数据、结果记录下来。实验后根据实验记录实事求是地写出实验报告,归纳总结实验现象和数据,分析讨论实验结果和问题,并作出相

应的结论,还可以提出实验意见或建议。在教学上,则应使学生明确实验原理和方法及实验技术在操作步骤中的具体运用,注意基本操作技能的培养,启发学生的思维,发挥学生的主观能动性,使学生通过该课程的学习和实践,具备一定的化学实验素质和创新能力,了解化学与其它学科的关系,以便学好专业知识。

第一部分 化学实验的基础知识

化学是一门实验科学,学习化学知识离不开化学实验,通过实验可以直接获取大量化学事实,加深对相关原理知识的理解和掌握,并能系统规范地掌握进行化学实验所必需的基本操作技能,因此,化学实验室是重要的实验学习场所。

化学实验室里存有各种实验必需的药品和仪器,所以常常潜藏着诸如着火、爆炸、中毒、灼伤和割伤等安全隐患,这就要求实验者必须具备必要的安全知识,尽可能避免事故的发生,万一发生事故也能及时妥善处理。

化学实验离不开试剂和水,不同实验所需试剂和水的规格也不尽相同。科学合理地选用适当的规格,不仅不会影响实验结果,反而可以节约成本,避免不必要的浪费。

通过实验测试获得大量的实验数据,如何进行数据分析处理,从而得出合理的结论,也是实验者必须学习和掌握的。

综上所述,在进入实验室开始实验前,首先必须具备一定的化学实验基础知识,这样才能保证化学实验过程安全、使用合理、处理得当和结论正确。

第一节 实验室规则及安全知识

一、实验室规则

(1)实验前要认真预习有关实验的全部内容,并写好预习报告。通过预习,明确实验目的和要求及实验的基本原理、步骤和有关操作技术,熟悉实验所需的药品、仪器和装置,了解实验中的注意事项。

(2)实验时要遵守操作规则,遵守一切安全措施,保证实验安全进行。

(3)遵守纪律,不迟到,不早退,保持室内安静,不大声谈笑,不撤离实验岗位,不许在实验室内嬉闹及恶作剧。实验室内禁止吸烟,禁止饮食。损坏物品要如实登记,出了问题或发生意外事故,必须报告指导教师及时解决处理。

(4)公用药品、仪器和工具,应在指定地点使用,用后立即复位并保持其整洁。使用水、电、酒精、煤气和试剂药品应本着节约的原则。

(5)实验时要集中注意力、认真操作、仔细观察、积极思考,实验中的现象和数据要及时、如实、详细地记录在记录本上,不得编造和涂改。

(6)未经教师允许不得乱动精密仪器,使用时要爱护,使用后在登记本上登记,并经教师检查。如发现仪器损坏,要及时报告教师。

(7)随时保持工作区内整洁,做到台面、地面、水槽和仪器干净,火柴梗、废物等应随手放入废物缸中,不得丢入水槽,以免堵塞。实验完毕应将玻璃仪器洗净收好,抹净实验台面,整理好试剂药品,将实验记录交指导教师审阅,签字后方可离开。

(8)实验后值日生负责打扫和整理实验室,检查水、电、煤气和门窗是否关好,以保证安全。

二、化学实验室安全知识

化学实验室是学习、研究化学的重要活动场所。在实验中会经常接触各种化学药品、各种电子仪器及玻璃仪器,常常潜藏着爆炸、着火、中毒、灼伤和割伤等危险。因此,实验者必须像重视实验内容一样认真阅读教材中有关的安全指导。事实证明,只要实验者思想上高度重视,并且具备必要的安全知识,听从教师的指导,遵守操作规程,事故是可以避免的。即使万一发生事故,只要事先掌握一般救护措施,就能及时妥善处理而不至造成严重后果。反之则随时都有可能发生事故。下面仅对基础化学实验中常见事故的预防和处理作简要介绍。

1. 着火的预防及处理

着火是化学实验室里容易发生的事故。大多数着火是由于加热或处理低沸点有机溶剂(如乙醚、石油醚、乙醇、二硫化碳、苯、丙酮等)时操作不当引起的。为预防火灾,应遵守以下几点:

(1)实验室不能保存大量易燃溶剂,少量的也必须密封,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)使用或倾倒易燃或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,以免液体暴沸冲出着火。

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

实验室如果着火,应沉着镇静,及时采取措施,防止火势蔓延。首先立即切断电源,移开燃着的有机物和易燃物,然后,根据火势大小采取不同的扑灭办法。

化学实验室一般不用水灭火。因为水能和一些药品发生剧烈反应,用水灭火时会引起更大的火灾甚至爆炸,并且大多数有机溶剂不溶于水且比水轻,用水灭火时有机溶剂会浮在水面上,反而扩大火场。化学实验室常用的灭火器材主要有沙箱、灭火毯、二氧化碳灭火器和泡沫灭火器等。使用灭火器灭火时都是从火的周围开始向中心灭火。

地面或台面着火,如火势不大,可用淋湿的抹布或细沙灭火;对容器中发生的局部小火,可用石棉网、表面皿或湿抹布等盖灭;身上着火,切勿在实验室内乱跑,化纤织物最好立即脱离,一般小火可用湿抹布、石棉布等包裹使火熄灭,若火势大,可就近打开水龙头用水浇灭,必要时就近卧倒打滚以灭火。

2. 爆炸的预防

实验时,仪器堵塞或装配不当;减压蒸馏使用不耐压的仪器;违章使用易爆物(如硝酸盐、重氮盐、叠氮化物、芳香族多硝基化合物、硝酸酯等);反应过于猛烈,难以控制;易燃易爆气体大量逸入空气中,以上情况,都有可能引起爆炸。为防止爆炸事故,应注意以下几点:

(1)取出的易燃易爆试剂药品不得随便倒入储备瓶中,更不能随手倾入下水道,否则有爆炸危险。应征求教师意见后加以处理。

(2)常压操作时,切勿在封闭系统中进行加热或反应。反应进行中,必须经常检查装置各部分有无堵塞现象。

(3)做减压实验时,应使用防护屏或戴防护面罩。

(4)使用和制备易燃气体时,必须在通风橱内进行,并不得在附近点火。可燃性气体在点燃前必须检验纯度;银氨溶液不能久存,因久置后也易产生爆炸物;使用乙醚时,不能有氧化物存在,如发现有过氧化物应立即用硫酸亚铁除去;对易爆固体,如苦味酸金属盐、三硝基甲苯等,不能重压、撞击或研磨。

3. 中毒的预防和处理

化学药品大多数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中进行。

(2)有毒药品不能接触皮肤、五官或伤口。不允许用手直接取固体药品。

(3)实验后残液应倒入废液杯中,不能随意倒入下水道,以免污染环境。未用完的有毒药品应交给教师处理,不得带出实验室。

(4)严禁在酸性介质中使用氰化物。

(5)金属汞易挥发,它通过人的呼吸进入体内,逐渐积累可引起慢性中毒,故不能将汞洒落在台面或地上。一旦洒落,必须尽可能收集起来,并用硫黄粉盖在洒落的地方,使之转化成不挥发的硫化汞。

(6)禁止用口吸吸管移取有毒或有腐蚀性的液体,禁止冒险品尝药品试剂,不能用鼻子直接闻气体,应用手向鼻孔扇入少量气体。

(7)实验室内禁止吸烟进食,禁止穿拖鞋。

实验中一般药品溅到手上,通常要用大量水冲洗;如果毒物进入口内,可取5~10mL稀硫酸铜溶液加入一杯温水中,内服后,用手指伸入咽喉部使呕吐;如果吸入有毒气体中毒,则应将中毒者移到室外通风处,解开衣领及纽扣;对吸入少量氯气或溴气者,可用碳酸氢钠溶液漱口;中毒严重者,应立即送医院处理。

4. 化学灼伤和割伤的预防及处理

皮肤接触了高温、低温和腐蚀性物质等都会造成灼伤,因此实验时要避免皮肤与上述能引起灼伤的物质接触。取用腐蚀性化学药品时,应戴橡胶手套和防护眼镜。

实验中,如被酸或碱灼伤,应立即用大量水冲洗。酸灼伤用质量分数为1%的碳酸氢钠溶液冲洗;碱灼伤则用质量分数为2%的醋酸或质量分数为1%的硼酸溶液冲洗,最后用水冲净。严重者还要消毒灼伤处,涂上软膏送医院处理。

如被溴灼伤,应立即用质量分数为2%的硫代硫酸钠溶液洗至伤处呈白色,然后用甘油加以按摩。

如被灼热物烫伤,应立即将伤处用水冲淋,在伤处涂以正红花油,然后擦一些烫伤软膏。若烫伤严重,应马上送医院处理。

在切割玻璃管或向塞子中插温度计、玻璃管等物品时很容易发生割伤。切割玻璃管后,玻璃管的锋利切口必须在火中烧圆。管外壁上用水或甘油润湿后,用布包住用力部位轻轻旋入,不能用大力强行连接。一旦发生割伤,若伤势不重,应先取出伤口上的碎片,用蒸馏水冲洗伤口并挤出一点血,涂上红药水或贴上创可贴。如割伤严重出血多,应先止血,抬高出血部位,马上送医院处理。

5. 实验室医药箱

实验室常用的急救药品和器具有医用酒精、碘酒、红药水、紫药水、止血粉、创可贴、烧烫

伤药膏、万花油、2%醋酸、1%硼酸、1%碳酸氢钠、2%硫代硫酸钠、医用镊子、剪刀、纱布、药棉、棉签和绷带等。

第二节 实验预习和实验报告

一、实验预习

化学实验课是一门综合性的理论联系实际课程,同时,也是培养学生独立工作的重要环节,因此,要达到实验的预期效果,必须在实验前认真预习好有关实验内容,做好实验前的准备工作。

实验前的预习,归结起来是看、查、写。

看 仔细地阅读与本实验有关的全部内容,不能有丝毫的粗心和遗漏。

查 通过查阅手册和有关资料了解实验中要用到或可能出现的化合物的性能和物理常数。

写 在看和查的基础上认真写好预习笔记。每个学生都应准备一本实验预习用的笔记本。预习笔记内容包括:

(1)实验目的和要求,实验原理和反应式,需用的仪器和装置的名称及性能,溶液浓度和配置方法,主要试剂和产物的物理常数,主要试剂的规格用量等。

(2)阅读实验内容后,根据实验内容用自己的语言正确写出简明的实验步骤(不能照抄!),关键之处应注明。步骤中的文字可用符号简化,这样在实验前已形成了一个工作提纲,实验时按此提纲进行。

(3)合成实验应列出粗产物纯化过程及原理。

(4)对于实验中可能会出现的问题(包括安全和实验结果),要写出防范措施和解决方法。

二、实验记录

实验时认真操作,仔细观察,积极思考,并且应将观察到的实验现象及测得的各种实验数据及时、如实地记录在记录本上。记录必须做到简明、扼要、字迹整洁。实验完毕后,将实验记录交教师审阅。

三、实验报告

实验报告是总结实验进行的情况,分析实验中出现的問題,整理归纳实验结果必不可少的基本环节,是把直接的感性认识提高到理性思维阶段的必要一步,因此必须认真写好实验报告。实验报告的格式如下:

1. 性质实验报告

(1)实验名称。

(2)实验目的。

(3)实验原理。

(4)操作记录。

步骤	现象	解释和反应式

(5)讨论。

2. 合成实验报告

(1)实验名称。

(2)实验目的和要求。

(3)装置图及反应式。

(4)主要试剂用量及规格。

(5)实验步骤及现象。

步骤	现象

(6)粗产物精制。

(7)产量、计算产率。

(8)问题讨论。

最后注意,实验报告只能在实验完毕后报告自己的实验情况,不能在实验前写好。实验完毕后必须交实验报告。报告中的问题讨论,一定是自己实验的心得体会和对实验的意见、建议。通过讨论来总结和巩固在实验中所学的理论和技术,进一步培养分析问题和解决问题的能力。

第三节 化学试剂简介

化学试剂的种类很多,世界各国对化学试剂的分类和分级的标准不尽相同。国际纯粹应用化学联合会(IUPAC)对化学标准物质的分级也有规定,见表1-1。表中C级和D级为滴定分析标准试剂,E级为一般试剂。我国化学试剂的产品标准有国家标准(GB)、化工部标准(HG)及企业标准(QB)三级。目前部级标准已归纳为专业(行业)标准(ZB)。近年来,陆续有一些试剂的国家标准在建立或修订中,与国际标准开始接轨。

表 1-1 IUPAC 对化学标准物质的分级

A 级	相对原子质量标准
B 级	和 A 级最接近的基准物质
C 级	含量为 $100 \pm 0.02\%$ 的标准试剂
D 级	含量为 $100 \pm 0.05\%$ 的标准试剂
E 级	以 C 级或 D 级的标准进行的对比测定所得纯度或相当于这种纯度的试剂,比 D 级的纯度低

一、化学试剂的种类

我国化学试剂按用途分为标准试剂、一般试剂、专用试剂、指示剂、高纯试剂、有机合成基础试剂、生化试剂和临床试剂等很多种,这里简要介绍其中几种。

1. 一般试剂

一般试剂是实验室最普遍使用的试剂,包括通用的一、二和三级(四级试剂已很少见)试剂及生化试剂等。一般试剂的分级、标志、标签颜色及主要用途列于表 1-2。

表 1-2 一般试剂的级别及应用范围

级 别	中文名称	英文符号	标签颜色	应用范围
一级	优级纯	G.R.	深绿色	精密分析实验
二级	分析纯	A.R.	金光红色	一般分析实验
三级	化学纯	C.P.	中蓝色	一般化学实验
生化试剂	生化试剂 生物染色剂	B.R.	咖啡色 玫红色	生物化学实验

表中所列标签颜色为国家标准《化学试剂包装及标志》(GB15346—1994)中所规定,另外还规定基准试剂标签颜色使用浅绿色,其它类别的试剂均不能使用上述六种颜色。

2. 标准试剂

标准试剂是衡量其它物质化学量的标准物质。标准试剂的特点是主体含量高而且准确可靠,其产品一般由大型试剂厂生产,并按国家标准进行检验。

3. 高纯试剂

高纯试剂其主体含量与优级纯试剂相当,杂质含量比优级纯和标准试剂低,而且规定检测的杂质项目比同种优级纯或基准试剂多一至两倍。高纯试剂也属于通用试剂,如 HCl、HClO₄、NH₃·H₂O、Na₂CO₃、H₃BO₃ 等。高纯试剂主要用于微量或痕量分析中。

4. 专用试剂

专用试剂是指具有专门用途的试剂。与高纯试剂相似,专用试剂不仅主体含量较高,而且杂质含量很低。与高纯试剂不同的是,在特定的用途中有干扰的杂质成分只须控制在不致产生明显干扰的限度以下。各类仪器分析法所用试剂,如色谱分析标准试剂、核磁共振波谱分析专用试剂以及紫外红外光谱纯试剂等均是专用试剂。

二、试剂的选用

化学试剂的纯度对化学实验结果影响很大。不同的实验对试剂纯度的要求也不相同。例如,在一般的分析工作中,二、三级试剂已能很好地满足需要。由于不同规格的同一种试剂价格相差很大,因此不要盲目追求高纯度试剂,以免造成浪费。在能满足实验要求的前提下,选用试剂的级别应就低而不就高,试剂的选用应注意以下几方面:

(1) 滴定分析中常用的标准溶液,一般先用分析纯试剂粗略配制,再用工作基准试剂标定。在对分析结果要求不很高的实验中也可用优级纯或分析纯试剂替代基准试剂。滴定分析中所用的其它试剂一般为分析纯。

(2)仪器分析实验中一般使用优级纯、分析纯或专用试剂,测定痕量成分时则选用高纯试剂。

(3)很多试剂就主体含量而言,优级纯和分析纯相同或相近,只是杂质含量不同。如果实验对所用试剂的主体含量要求高,则应选用分析纯试剂;如果对试剂杂质含量要求严格,则应选用优级纯试剂。

(4)如果现有试剂纯度不能达到某种实验要求时,常常进行一次至多次提纯后再使用。常用的提纯方法有蒸馏法(液体试剂)和重结晶法(固体试剂)。

第四节 纯水的制备、检验及选用

一、纯水的规格

化学实验中所用的水必须是经过纯化的水。实验要求不同,对水质的要求也不相同,所以应根据所做实验对水质的要求合理选用适当规格的纯水。我国国家标准 GB6682-1992《实验室用水规格》中规定了实验室用水的规格、等级、制备方法、技术指标及检验方法。表 1-3 为实验室用水级别及主要技术指标。

表 1-3 实验室用水级别及主要技术指标

指标名称	一级	二级	三级
pH 范围(25℃)	-	-	5.0~7.5
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
蒸发残渣(105±2℃)/(mg·L ⁻¹)	-	≤1.0	≤2.0
吸光度(254nm, 1 cm 光程)	≤0.001	≤0.01	-
可溶性硅(以 SiO ₂ 计)/(mg·L ⁻¹)	<0.1	<0.02	-

二、纯水的制备方法

一级水 基本不含有溶解或胶态离子及有机物。可用二级水进一步处理而制得,如可用二级水经蒸馏、离子交换混合床和 0.2μm 微孔滤膜过滤方法来制取。一级水主要用于有严格要求的分析实验,包括对微粒有要求的实验,如高效液相色谱分析用水。

二级水 可含有微量的无机、有机或胶态杂质。可用多次蒸馏或离子交换等方法制备。二级水主要用于无机痕量分析实验,如原子吸收光谱分析、电化学分析实验等。

三级水 可用蒸馏、去离子(离子交换及电渗析法)或反渗透等方法制取。三级水是实验室最普遍使用的水,用于一般化学实验。由于过去多采用蒸馏法制备,所以通常把三级水称为蒸馏水。蒸馏法设备简单、成本低、易于操作,但能耗高、产率低,只能去除水中非挥发性杂质,目前多使用离子交换法和电渗析法(或反渗透法)来制备三级水。

离子交换法制取的纯水去离子效果好,也叫去离子水。目前多采用阴阳离子交换树脂的混合床装置来制备。此法制备的纯水纯度高、产量大、成本低,但不能去除非离子态杂质,而且有微量树脂溶于水。

电渗析法制备纯水是在离子交换技术的基础上发展起来的一种方法。它是在外电场作用下,利用阴阳离子交换膜对原水中杂质离子的选择性透过而去除离子态杂质。电渗析器的使用周期比离子交换柱长,再生处理比离子交换柱简单,但此法去除杂质效率低,水质质量较差,只适用一些要求不高的实验。

三、纯水的检验

纯水的质量可以通过水质鉴定、检测水中杂质离子含量的多少来确定。检验的方法有物理方法和化学方法两类。纯水检验一般有如下主要项目。

1. 电导率

电导率是纯水质量的综合指标,电导率越低,表示水中的离子越少,水的纯度越高。25℃时,一级、二级和三级水的电导率应分别等于或小于 $0.01 \text{ mS} \cdot \text{m}^{-1}$ 、 $0.10 \text{ mS} \cdot \text{m}^{-1}$ 和 $0.50 \text{ mS} \cdot \text{m}^{-1}$ 。一、二级水在贮存和与空气接触过程中会吸收 CO_2 以及溶解容器材料而引入杂质,故应在线测量。

测量一、二级水时,电池常数为 $0.01 \sim 0.1$;测量三级水时,电池常数为 $0.1 \sim 1$ 。如果电导率仪无温度补偿功能,则应在测定电导率的同时测量水温,再根据下式换算成 25℃ 时的电导率。

$$\kappa_{25} = \alpha_t (\kappa_t - \kappa_{p,t}) + 0.00548 \quad 1-1$$

式中, κ_{25} 为 25℃ 时被测纯水的电导率, $\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$; κ_t 为 $t^\circ\text{C}$ 时被测纯水的电导率, $\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$; $\kappa_{p,t}$ 为 $t^\circ\text{C}$ 时理论纯水的电导率, $\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$; α_t 为 $t^\circ\text{C}$ 时的换算系数; 0.00548 为 25℃ 时理论纯水的电导率, $\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$ 。 $\kappa_{p,t}$ 和 α_t 可从理论纯水的电导率及换算因数数据中查得。

如果制备纯水所用原水质量好,则生产出的纯水可以其电导率作为主要质量指标。

2. pH 值

用酸度计测定与大气相平衡的纯水的 pH 值,一般为 6 左右。采用简易化学法测定时,取两支试管,在其中各加 10 mL 待测水,于甲试管中滴加 2 滴质量分数为 0.2% 的甲基红,不得显红色,于乙试管中滴加 5 滴质量分数为 0.2% 的溴百里酚蓝,不得显蓝色。

3. 硅酸盐

取 10 mL 待测水于一小烧杯中,加入 5 mL $4 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 HNO_3 和 5 mL 质量分数为 5% 的钼酸铵,室温下放置 5 min 后,加入 5 mL 质量分数为 10% 的 Na_2SO_3 ,观察是否出现蓝色,如出现蓝色则不合格。

4. Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Ca^{2+} 和 Mg^{2+} 等金属离子

取 25 mL 待检验水,加一滴质量分数为 0.2% 的铬黑 T 指示剂,加入 10 mL $\text{pH} = 10$ 的氨缓冲溶液,如呈现蓝色,说明 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Ca^{2+} 和 Mg^{2+} 等阳离子含量甚微,水质合格;如呈紫红色,说明水质不合格。

5. Cl^-

取 10 mL 水样,加 1 滴 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 HNO_3 和 1 滴 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 AgNO_3 ,不应出现混浊现象。