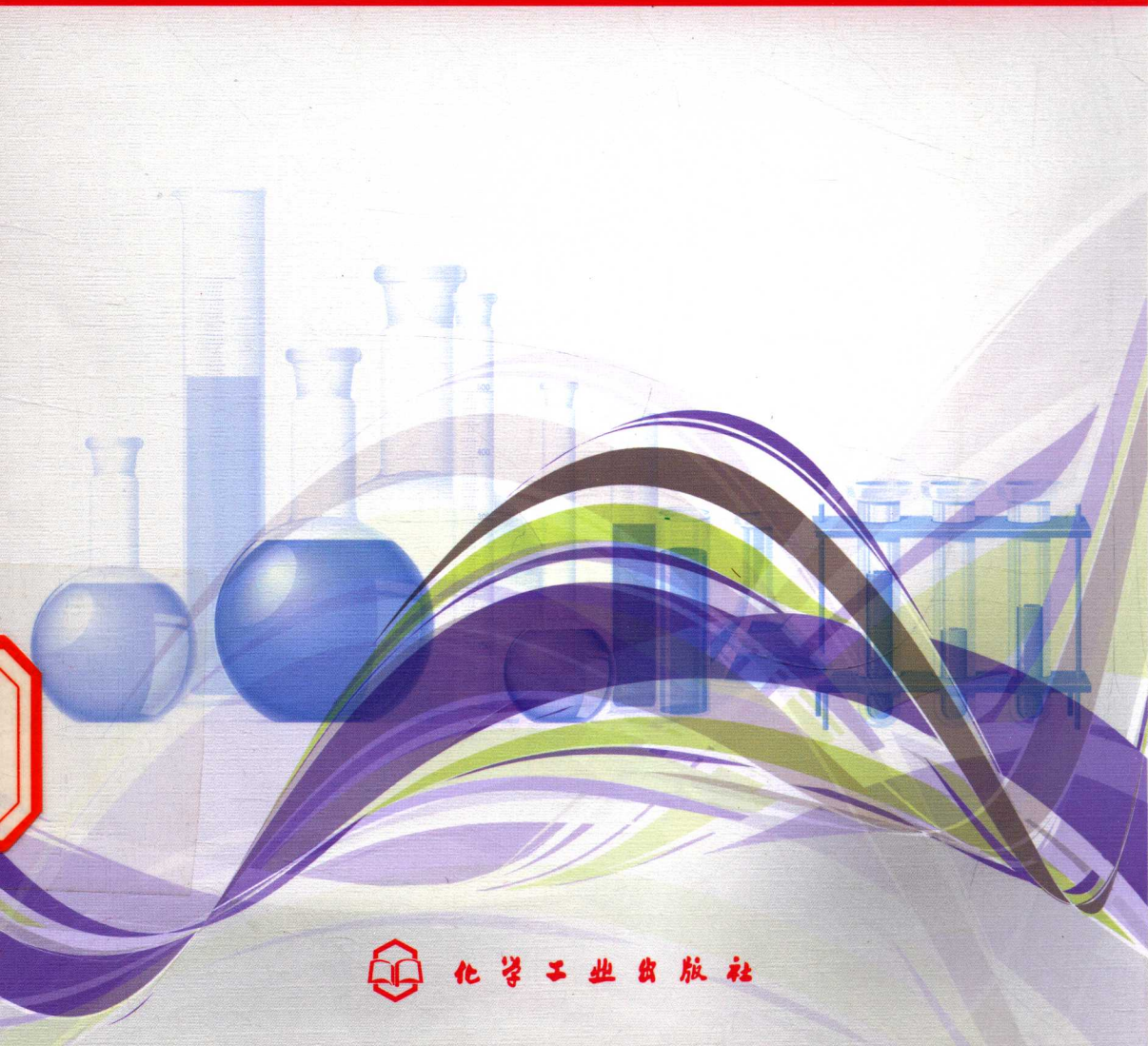


高职高专“十二五”规划教材

化学实验技能

第二版

刘金权 张立虎 主编 顾 准 蒋云霞 副主编 严拯宇 主审



化学工业出版社

高职高专“十二五”规划教材

化学实验技能

第二版

刘金权 张立虎 主编 顾 准 蒋云霞 副主编 严拯宇 主审



化学工业出版社

·北京·

化学实验技能是由无机化学、有机化学、分析化学等课程有机整合而成的理实一体化课程,是一门重要的专业基础课,适用于药学类、化学化工类等专业的实验教学。本书以培养学生职业素质为主线,以规范的操作技术训练为核心,进行实验基本操作教学,具有很强的实践性、应用性和可操作性。

全书共分四个模块,分别是化学实验技能基础知识、化学实验基本操作、混合物分离技术、样品含量测定技术,各模块的内容有序衔接、逐步递进,模块下设置实验项目,各院校可根据实际情况自由选择。书后附有课程教学建议,主要包括课程设计思路和内容安排等,可供参考。本次修订还专门围绕全国化工类技能大赛,增加考核内容及考核标准,补充了相关练习题。

本书可作为高职高专院校药学、化工、化学及相关专业的教材,也可作为相关企业培训的实验参考书。

图书在版编目(CIP)数据

化学实验技能/刘金权,张立虎主编. —2版. —北京:
化学工业出版社,2013.7

高职高专“十二五”规划教材

ISBN 978-7-122-17827-5

I. ①化… II. ①刘…②张… III. ①化学实验-高等职业
教育-教材 IV. ①O6-3

中国版本图书馆CIP数据核字(2013)第146064号

责任编辑:窦臻 提岩

装帧设计:张辉

责任校对:吴静

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)

印刷:北京市振南印刷有限责任公司

装订:三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张8¼ 字数197千字 2013年10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:19.00元

版权所有 违者必究

编写人员名单

主 编 刘金权 张立虎

副 主 编 顾 准 蒋云霞

编写人员 (按姓名笔画排列)

卞庆亚 (盐城卫生职业技术学院)

巩克民 (盐城卫生职业技术学院)

刘金权 (盐城卫生职业技术学院)

张立虎 (盐城卫生职业技术学院)

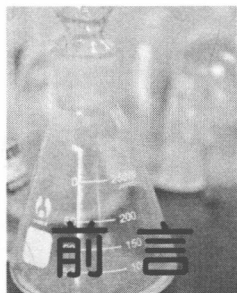
袁荣高 (连云港中医药联合职业技术学院)

顾 准 (健雄职业技术学院)

顾明冬 (盐城卫生职业技术学院)

蒋云霞 (南通农业职业技术学院)

主 审 严拯宇 (中国药科大学)



FOREWORD

化学实验技能是药学类、化学化工类及相关专业必修的一门重要专业基础课，它是将无机化学、有机化学、分析化学等课程的实训部分有机结合而成的理实一体化新兴课程。本书的编写以培养学生应用能力和职业素质为主线，以规范的操作技术训练为核心，进行实验基本操作介绍，具有很强的实践性、应用性和可操作性。

本书坚持“贴近教学、贴近后续课程”的基本原则，同时针对高职高专学生的认知水平和心理特征，语言方面既注意了严密性、逻辑性，又通俗易懂、深入浅出，以激活学生思维，提高学习兴趣。通过本书的学习，学生可以巩固、深化化学基础理论知识，正确、熟练掌握化学实验的基本操作和基本技能，培养理论联系实际、实事求是的科学态度和良好的职业道德与工作作风，为后续专业课的学习和将来从事实际工作奠定扎实的基础。

基础化学课各院校根据自己情况可安排大课，但实验就不好安排，教学秩序易混乱。“化学实验技能”作为一门课程，便于教学安排。该教材第一版出版后，得到有关学校老师广泛肯定，受到学生一致好评，当然也提出了宝贵的修改意见。编者在广泛论证基础上，对教材进行了修订，修订后教材具有以下特点：

一、以模块设置教学内容，共分四个模块，分别是化学实验技能基础知识、化学实验基本操作、混合物分离技术、样品含量测定技术。各模块内容有序衔接、逐步递进，模块下设置十五个项目，十七个实训内容。各院校可根据实际情况自由选择。此外，书后还附有课程教学建议，主要包括课程设计思路和内容安排等，可供参考。

二、每个实训项目尽量做到理实一体化，使得学生知道原理、掌握步骤、规范操作。

三、围绕全国化学类技能大赛，增加考核部分及考核标准，还补充了相关练习题，使得学生进一步巩固基础知识。

本书由盐城卫生职业技术学院、健雄职业技术学院、南通农业职业技术学院等联合编写。在编写过程中得到有关学院老师的大力支持和帮助，在此表示衷心的感谢。

由于时间仓促，编者水平有限，书中不妥之处在所难免，恳请广大读者提出宝贵意见，以便完善。

编 者

2013 年 5 月



CONTENTS

模块一 化学实验技能基础知识

1

第一节 化学实验的基本要求	1
一、化学实验室工作要求	1
二、实验数据的记录和实验报告	2
第二节 化学实验的基础知识	3
一、化学试剂	3
二、实验室用水	5
三、常用玻璃仪器	7
四、试纸	9

模块二 化学实验基本操作

12

项目一 天平与称量技术	12
【附1】 称量技术实训操作考核评分细则	17
项目二 溶液配制技术	18
【附2】 移液技术实训操作考核细则	22
【附3】 容量瓶使用实训操作考核细则	23
项目三 熔点的测定技术	24

模块三 混合物分离技术

31

项目一 过滤技术	31
项目二 结晶与重结晶技术	34
项目三 萃取技术	37
项目四 蒸馏技术	40
项目五 分馏技术	42
项目六 水蒸气蒸馏技术	45
项目七 减压蒸馏技术	47
【附1】 分馏技术实训考核细则	51

【附 2】 减压蒸馏技术实训考核细则	52
【附 3】 水蒸气蒸馏技术实训考核细则	53

模块四 样品含量测定技术

55

项目一 滴定分析基本操作	59
【附】 滴定操作实训考核细则	64
项目二 酸碱滴定法	65
实训一 盐酸滴定溶液的配制和标定	65
实训二 氢氧化钠滴定溶液 (0.1mol/L) 的配制与标定	66
实训三 阿司匹林 (乙酰水杨酸) 含量的测定	67
实训四 混合碱含量的测定 (双指示剂法)	69
实训五 高氯酸滴定溶液的配制与标定	70
实训六 枸橼酸钠含量的测定	71
项目三 沉淀滴定法	72
实训七 硝酸银滴定溶液的配制与标定	72
实训八 溴化钾含量的测定	73
实训九 浓氯化钠注射液含量的测定	74
项目四 配位滴定法	76
实训十 EDTA 滴定溶液的配制与标定	76
实训十一 水的硬度测定	77
项目五 氧化还原滴定法	79
实训十二 硫代硫酸钠滴定溶液的配制与标定	79
实训十三 硫酸铜样品液含量的测定	80
实训十四 维生素 C 含量的测定	81
实训十五 高锰酸钾滴定溶液的配制与标定	82
实训十六 H_2O_2 含量的测定	83
实训十七 药用硫酸亚铁含量的测定	84

《化学实验技能》课程教学建议

86

化学实验技能练习题

88

附录

110

附录 1 国际原子相对质量表	110
附录 2 常用化合物相对分子质量 (M_r)	111
附录 3 常用酸碱溶液的密度、浓度和配制方法	113
附录 4 常用指示剂的配制	114

附录 5 常用缓冲溶液的配制	115
附录 6 定量分析实验仪器清单	115
附录 7 化学实验中常用的仪器介绍	115

参考文献

123

模块一

化学实验技能基础知识

【学习目标】

1. 知道化学实验的基本要求。
2. 熟悉化学试剂、化学实验室用水的种类和级别。
3. 认识化学实验常用的玻璃仪器及洗涤方法。

第一节 化学实验的基本要求

为了保证实验的顺利进行和获得准确的分析结果,实训人员必须了解和掌握有关化学实验的基本要求和基础知识。

一、化学实验室工作要求

实训人员应该具有严肃认真的工作态度,科学严谨、精密细致、实事求是的工作作风,整齐、清洁的良好实验习惯。

1. 实验前要做好充分的准备

一次成功的实验始于实验前的充分准备。实验前的准备工作包括:

- (1) 认真钻研实验教材和教科书中的有关内容;
- (2) 明确实验目的,看懂实验原理;
- (3) 熟悉实验内容、步骤、基本操作、仪器使用和实验注意事项;
- (4) 教师认真准备实训思考题;
- (5) 写出预习报告(包括实验目的、实验原理、步骤、实验注意事项及有关的安全问题等)。

2. 养成良好的实验习惯及严谨细致的科学作风

实验的成败和工作效率的高低,与实验者的科学习惯和操作技术水平紧密相关。因此,在实验中应做到以下几点。

(1) 清洁整齐、有条不紊。所用的仪器、药品放置要合理、有序;实验台面要清洁、整齐。实验告一段落后要及时整理。实验完毕后所用的仪器、药品、用具等都要放回原处。

(2) 正确操作、细致观察、深入思考。实验中一定要遵守操作规程,认真细致地观察实验现象,遇到问题要深入思考,及时找出原因并采取有效措施解决问题。

(3) 尊重客观事实、认真做好实验记录。实验记录应记在专用的记录本上,记录时要如实反映实验中的客观事实,数据记录应注意及时、真实、齐全、清楚、整洁和规范化,应该

用钢笔或圆珠笔记录。如有记错,应在错的数据上画一条水平线,并将正确的数据写在上边,不得涂改、刀刮或补贴。

(4) 文明操作,加强环保意识。实验前后都应洗手,保持清洁。否则可能沾污仪器、试剂和样品,从而引起实验误差。也可能将有毒物质带出,甚至误入口中而引起中毒。实验过程中废液要集中处理。

3. 做好实验结束工作

实验结束后应清洗仪器,整理药品,将仪器、药品放回指定的位置。实验台要擦拭干净,清扫实验室。认真检查水、电、煤气开关,关好门窗。及时认真地完成实验报告。

二、实验数据的记录和实验报告

在化学实验中,为了得到准确的测量结果,不仅要准确地测量各种数据,而且还要正确地记录和计算。试样中待测组分实验结果不仅要计算精密度,而且还反映测定结果的准确程度。因此,及时地记录实验数据和实验现象,正确认真地写出实验报告,是化学实验中很重要的一项任务,也是化学工作者应具备的基本能力。

1. 实验数据的记录

(1) 使用专门的实验记录本,其篇页都应编号,不得撕去任何一页。严禁将数据记录在小纸片上或随意记录在其他地方。

(2) 实验数据的记录必须做到及时、准确、清楚。坚持实事求是的科学态度,严禁随意拼凑和伪造数据。

(3) 实验记录上的每一个数据都是测量的结果,应检查记录的数据与测定结果是否完全相同。

(4) 记录数据时,一切数据的准确度都应做到与分析的准确度相适应(即注意有效数字的位数)。

(5) 记录内容力求简明,如能用列表法记录的则尽可能采用列表法记录。

(6) 当数据记录有误时,应将数据用一横线画去,并在其上方写上正确的数据。

2. 实验报告

实验报告是每次实验的记录、概括和总结,也是对实验者综合能力的考核,每个学生在做完实验后都必须及时、独立、认真地完成实验报告,交给指导教师批阅。一份合格的报告应包括以下内容。

(1) 实验名称:通常作为实验题目出现。

(2) 实验目的:简述该实验所要达到的目的要求。

(3) 实验原理:简要介绍实验的基本原理和主要反应方程式。

(4) 实验所用的仪器、药品及装置:要写明所用仪器的型号、数量、规格,药品的名称、规格,画出装置示意图。

(5) 实验内容、步骤:要求简明扼要,多用表格、框图、符号表示,不要全盘抄书。

(6) 实验现象和数据的记录:在仔细观察的基础上如实记录,依据所用仪器的精密度,保留正确的有效数字。

(7) 解释、结论和数据处理:化学现象的解释最好用化学反应方程式,如还不完整应另加文字简要叙述。结论要精炼、完整、正确,数据处理要有依据,计算要正确。

(8) 对实验中遇到的疑难问题提出自己的见解。分析产生误差的原因,对实验方法、教学方法、实验内容、实验装置等提出意见或建议。

实验报告要做到文字工整、图表清晰、形式规范。

第二节 化学实验的基础知识

一、化学试剂

化学试剂是指符合一定质量标准的纯度较高的化学物质。它是用于教学、科研和生产检验的重要物质。化学试剂是化学实验工作的物质基础，能否正确选择、使用化学试剂，将直接影响到实验的成败、准确度的高低及实验成本。因此，必须充分了解化学试剂的类别、性质、选择、应用与保管等方面的知识。

(一) 化学试剂的分类

化学试剂多达数千种，但世界各国的化学试剂分类和分级标准尚未一致。国际标准化组织（ISO）已制定了多种化学试剂的国际标准，国际纯粹与应用化学联合会（IUPAC）对化学标准物质的分级也有了规定。我国化学试剂产品目前有国家标准（GB）、企业标准（QB），近年来部分化学试剂的国家标准不同程度地采用了国际标准和国外某些先进标准。在各类各级标准中，均明确规定了化学试剂的质量指标。

化学试剂的应用范围极广，随着科学技术的进步与生产的发展，新型化学试剂还将不断推出。虽然现在化学试剂还没有统一的分类方法，但根据质量标准及用途的不同，可将其大体分为标准试剂、普通试剂、高纯试剂和专用试剂四大类。

1. 标准试剂

标准试剂是用于衡量其他物质化学量的标准物质，通常由大型试剂厂生产，并严格按照国家标准规定的方法进行检验，其特点是主体成分含量高而且准确可靠。国产主要标准试剂见表 1-1。

表 1-1 国产主要标准试剂

类 别	主 要 用 途
滴定分析第一基准试剂(C 级)	工作基准试剂的定值
滴定分析工作基准试剂(D 级)	滴定分析标准滴定溶液的定值
杂质分析标准溶液	仪器及化学分析中作为微量杂质分析的标准
滴定分析标准滴定溶液	滴定分析法测定物质的含量
一级 pH 基准试剂	pH 基准试剂的定值和高精密度 pH 计的标准
pH 基准试剂	pH 计的校准(定位)
热值分析试剂	热值分析仪的标定
色谱分析标准溶液	气相色谱法进行定性和定量分析的标准
临床分析标准滴定溶液	临床化验
农药分析标准溶液	农药分析
有机元素分析标准溶液	有机元素分析

滴定分析用的标准试剂在我国习惯称为基准试剂，它分为 C 级（第一基准）与 D 级（工作基准）两个级别。我国迄今共计有 6 种 C 级和 14 种 D 级基准试剂，主体成分的质量分数前者为 99.98%~100.02%，后者为 99.95%~100.05%。D 级基准试剂是滴定分析中的计量标准物质，基准试剂规定采用浅绿色瓶签。D 级基准试剂见表 1-2。

表 1-2 D 级基准试剂

名 称	国家标准代号	使用前的干燥方法	主要用途
无水碳酸钠	GB 1255—2007	270~300℃灼烧至恒重	标定 HCl、H ₂ SO ₄ 溶液
邻苯二甲酸氢钾	GB 1257—2007	105~110℃干燥至恒重	标定 NaOH、HClO ₄ 溶液
氧化锌	GB 1260—2008	800℃灼烧至恒重	标定 EDTA 溶液
碳酸钙	GB 12596—2008	110℃±2℃干燥至恒重	标定 EDTA 溶液
乙二胺四乙酸二钠	GB 12593—2007	硝酸镁饱和溶液恒湿器中放置 7d	标定金属离子溶液
氯化钠	GB 1253—2007	500~600℃灼烧至恒重	标定 AgNO ₃ 溶液
硝酸银	GB 12595—2008	硫酸干燥剂干燥至恒重	标定卤化物及硫氰酸盐溶液
草酸钠	GB 1254—2007	105~110℃干燥至恒重	标定 KMnO ₄ 溶液
三氧化二砷	GB 1256—2008	硫酸干燥剂干燥至恒重	标定 I ₂ 溶液
碘酸钾	GB 1258—2008	180℃±2℃干燥至恒重	标定 Na ₂ S ₂ O ₃ 溶液
重铬酸钾	GB 1259—2007	120℃±2℃干燥至恒重	标定 Na ₂ S ₂ O ₃ 、FeSO ₄ 溶液
溴酸钾	GB 12594—2008	180℃±2℃干燥至恒重	标定 Na ₂ S ₂ O ₃ 溶液
无水对氨基苯磺酸	GB 1261—1977	120℃±2℃干燥至恒重	标定 NaNO ₂ 溶液
苯甲酸	GB 12597—2008	P ₂ O ₅ 干燥器减压干燥至恒重	标定甲醇钠溶液

2. 普通试剂

普通试剂是实验室广泛使用的通用试剂，国家和主管部门颁布质量指标的主要是三个级别，其规格和适用范围见表 1-3。

表 1-3 普通试剂

试剂级别	名 称	英文名称	符号	标签颜色
一级品	优级纯	guaranteed reagent	G. R.	深绿
二级品	分析纯	analytical reagent	A. R.	金光红
三级品	化学纯	chemical pure	C. P.	中蓝

生化试剂、指示剂也属于普通试剂。

3. 高纯试剂

高纯试剂主体成分含量通常与优级纯试剂相当，但杂质含量很低，而且规定的杂质检测项目比优级纯或基准试剂多 1~2 倍，通常杂质含量控制在 10^{-9} ~ 10^{-6} 级的范围内。高纯试剂主要用于微量分析中试样的分解及试液的制备。

高纯试剂多属于通用试剂（如盐酸、高氯酸、氨水、碳酸钠、硼酸等），目前只有 8 种高纯试剂颁布了国家标准。其他一些产品一般执行企业标准，称谓也不统一，在产品的标签上常常标为“特优”、“超优”或“特纯”、“超纯”试剂，选用时应注意标示的杂质含量是否合乎实验要求。

4. 专用试剂

专用试剂是一类具有专门用途的试剂。该试剂主体成分含量高，杂质含量很低，它与高纯试剂的区别是在特定的用途中干扰杂质成分只需控制在不致产生明显干扰的限度以下。

专用试剂种类颇多，如紫外及红外光谱纯试剂、色谱分析标准试剂、薄层分析试剂等。

（二）化学试剂的选用

化学试剂的主体成分含量越高，杂质含量越少，即级别越高，由于其生产或提纯过程越复杂而价格越高，如基准试剂和高纯试剂的价格要比普通试剂高数倍乃至数十倍。在进行实验时，应根据实验的性质、实验方法的灵敏度与选择性、待测组分的含量及对实验结果准确度的要求等，选择合适的化学试剂，既不超级别造成浪费，又不随意降低级别而影响实验

结果。

选用化学试剂应注意以下几点。

(1) 一般无机化学教学实验使用化学纯试剂，提纯实验、配制洗涤液也可使用该级试剂。

(2) 一般滴定分析常用标准滴定溶液，应采用分析纯试剂配制，再用 D 级基准试剂标定；而对分析结果要求不高的实验，则可用优级纯甚至分析纯试剂代替基准级试剂；滴定分析所用其他试剂一般为分析纯试剂。

(3) 仪器分析实验中一般使用优级纯或专用试剂，测定微量或超微量成分时应选用高纯试剂。

(4) 从很多试剂的主体成分含量看，优级纯与分析纯相同或很接近，只是杂质含量不同。如果所做实验对试剂杂质要求高，应选择优级纯试剂；如果只对主体含量要求高，则应选用分析纯试剂。

(5) 如现有试剂的纯度不能满足某种实验的要求，或对试剂的质量有怀疑时，应将试剂进行一次或多次提纯后再使用。

(6) 化学试剂的级别必须与相应的纯化水以及容器配伍。比如，在精密分析实验中常使用优级纯试剂，就需要以二次蒸馏水或去离子水及硬质硼硅玻璃器皿或聚乙烯器皿与之配伍，只有这样才能发挥化学试剂的纯度作用，达到要求的实验精度。

(7) 由于进口化学试剂的规格、标志与我国化学试剂现行等级标准不甚相同，使用时应参照有关化学手册加以区分。

(三) 化学试剂的使用和保管

化学试剂使用不当或保管不善，极易发生变质或被污染，将会影响分析结果的准确度，甚至造成实验的失败。因此，必须按要求使用和保管化学试剂。

(1) 使用试剂前要认清标签，取用时不可将瓶盖随意乱放，应将瓶盖反放在干净的地方，取用后应立即盖好，以防试剂被其他物质沾污。

(2) 固体试剂应用洁净干燥的牛角勺取用，液体试剂应用干净的量筒或烧杯倒取，倒取时标签朝上，多余的试剂不准放回原试剂瓶中，以防污染试剂。

(3) 易氧化的试剂（如氯化亚锡、亚铁盐等）、易风化或潮解的试剂（如硼砂、NaOH 等），使用后应重新用石蜡密封瓶口；易受光分解的试剂（如 KMnO_4 、 AgNO_3 等），应保存在暗处；易受热分解的试剂和易挥发的试剂应保存在阴凉处。

(4) 受光、热、空气、水或撞击等外界因素的影响，可能引起燃烧、爆炸的试剂（如金属钠、乙醇等），或具有强腐蚀性的试剂（如浓 H_2SO_4 等）、剧毒性的试剂（如 NaCN 、 As_2O_3 、 HgCl_2 等）必须安全使用，妥善保管。

二、实验室用水

水是一种使用最广泛的化学试剂，是最廉价的溶剂和洗涤液。进行化学实验、洗涤仪器、配制溶液、溶解试样、冷却降温均需用水。自来水中常含有 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Na^+ 、 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、 HCO_3^- 等杂质，对化学反应会造成不同程度的干扰，只在仪器的初步洗涤或冷却时使用。自来水经纯化处理后所取得的纯水即化学实验室用水，方可作为清洗仪器用水、溶剂用水、分析用水及无机制备的后期用水等。

我国已制定了实验室用水的国家标准 GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》，其中规定了实验室用水的技术指标、制备方法及检验方法。这一基础标准的制定，

对规范我国化学实验室用水,提高化学实验的可靠性、准确性有着重要的作用。进行化学实验时,应根据具体任务和要求的不同,选用不同规格的实验室用水。

一般水的纯度可用电阻率(或电导率)的大小来衡量,电阻率越高(或电导率越低),说明水越纯净。蒸馏水在室温时的电阻率可达到约 $10^5 \Omega \cdot \text{cm}$,而自来水一般约为 $3 \times 10^3 \Omega \cdot \text{cm}$ 。在某些实验(如精密分析化学实验等)中,往往要求使用更高纯度的水,这时可在蒸馏水中加入少量高锰酸钾和氢氧化钡,再次进行蒸馏,以除去水中极微量的有机杂质、无机杂质以及挥发性的酸性氧化物(如 CO_2),这种水称为重蒸水,电阻率可达约 $10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 。保存重蒸水应用塑料容器而不能用玻璃容器,以免玻璃中所含钠盐及其他杂质会慢慢溶于水,而使水的纯度降低。

必须指出,以生产中的水汽冷凝制得的“蒸馏水”,因含杂质较多,是不能直接用于分析化学实验的。

(一) 实验室用水的制备

制备实验室用水的原料水,通常采用自来水。根据制备方法不同,一般将实验用水分为蒸馏水、离子交换水和电渗析水。由于制备方法不同,纯水的质量也有差异。

1. 蒸馏水的制备

蒸馏法制备纯水是根据水与杂质的沸点不同,将自来水(或其他天然水)用蒸馏器蒸馏而得的。用这种方法制备纯水操作简单,成本低廉,不挥发的离子型和非离子型杂质均可除去,但不能除去易溶于水的气体。蒸馏一次所得蒸馏水仍含有微量杂质,只能用于一般化学实验,对洗涤洁净度高的仪器和进行精确的定量分析工作,则必须采用多次蒸馏而得到的二次、三次甚至更多次的高纯蒸馏水。由于耗能大、产量低现在已逐步被淘汰。

2. 离子交换水的制备

蒸馏法制备纯水产量低,一般纯度也不够高,因此化学实验室广泛采用离子交换树脂来分离出水中的杂质离子,这种方法称为离子交换法。因为溶于水的杂质离子已被除去,所以制得的纯水又称为去离子水,去离子水常温下的电阻率可达 $5 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上。离子交换法制纯水具有出水纯度高、操作技术易掌握、产量大、成本低等优点,适于各种规模的化验室采用。该方法的缺点是设备较复杂,制备的水未除去非离子型杂质,含有微生物和某些微量有机物。

3. 电渗析水的制备

这是在离子交换技术基础上发展起来的一种方法。它是在外电场的作用下,利用阴阳离子交换膜对溶液中的离子的选择性透过而使杂质离子自水中分离出来从而制得纯水的方法。电渗析水纯度比蒸馏水低,未除去非离子型杂质,电阻率为 $10^3 \sim 10^4 \Omega \cdot \text{cm}$ 。

(二) 特殊纯化水的制备

在一些分析化学实验中,要求使用不含某种指定物质的特殊纯化水。常用的几种特殊纯化水的制备方法如下。

1. 无二氧化碳纯水

将普通纯水注入烧瓶中,煮沸 10min,立即用装有钠石灰管的胶塞塞紧瓶口,放置冷却后即得无二氧化碳纯水。

2. 无氧纯水

将普通纯水注入烧瓶中,煮沸 1h,立即用装有玻璃导管的胶塞塞紧瓶口,导管与盛有 100g/L 焦性没食子酸溶液的洗瓶连接,放置冷却后即得无氧纯水。

3. 无氨纯水

将普通纯水以 3~5mL/min 的流速通过离子交换柱即得无氨纯水。交换柱直径 3cm、长 50cm, 依次填入 2 份强碱性阴离子交换树脂和 1 份强酸性阳离子树脂。

(三) 实验室用水的级别

国家标准规定的实验室用水分为三级。

1. 一级水

一级水可用二级水经过石英设备蒸馏或离子交换混合床处理后, 再经 0.2 μ m 微孔滤膜过滤来制取。一级水用于有严格要求的分析实验, 包括对颗粒有要求的实验, 如高效液相色谱分析用水。

2. 二级水

二级水可用多次蒸馏或离子交换等方法制取, 其用于无机痕量分析等实验, 如原子吸收光谱分析、电化学分析实验等。

3. 三级水

三级水可用蒸馏或离子交换等方法制取, 它是最普遍使用的纯水, 可用于一般无机及分析化学实验, 还可用于制备二级水乃至一级水。

为保证纯化水的质量符合分析工作的要求, 对于所制备的每一批纯化水, 都必须进行质量检查。国家标准 (GB/T 6682—2008) 中只规定了实验室用水质量的一般技术指标, 在实际工作中, 有些实验对水有特殊要求, 还要进行其他有关项目的检查。

(四) 实验室用水的一般检验方法

实验用水的标准检验方法很严格, 也很准确, 但费时较多。对于一般化验用的纯水可用测定电导率法和化学方法检验。

离子交换法制得的纯水可以用电导率仪检测水的电导率, 根据电导率确定何时需再生交换柱。取水样后要立即测定, 注意避免空气中的二氧化碳溶于水使水的电导率增大。也可以用化学方法检验, 具体步骤如下。

1. 阳离子的检验

取水样 10mL 于试管中, 加入 2~3 滴氨缓冲溶液 (pH=10)、2~3 滴铬黑 T 指示剂。如呈现蓝色, 表明无金属阳离子 (含有阳离子的水呈现紫红色)。

2. 氯离子的检验

取水样 10mL 于试管中, 加入数滴硝酸银水溶液 (1.7g 硝酸银溶于水中, 加浓硝酸 4mL, 用水稀释至 100mL), 摇匀, 在黑色背景下看溶液是否变白色浑浊, 如无氯离子应为无色透明。

3. 指示剂法检验 pH 值

取水样 10mL, 加甲基红 pH 指示剂 2 滴, 应该不显红色。另取水样 10mL, 加溴麝香草酚蓝 pH 指示剂 5 滴, 不显蓝色即符合要求。

用于测定微量硅、磷等的纯水, 应该先对水进行空白试验, 才可应用于配制试剂。

三、常用玻璃仪器

(一) 玻璃仪器的分类

玻璃仪器分为常见普通玻璃仪器和标准磨口玻璃仪器。

1. 普通玻璃仪器

普通玻璃仪器一般都是由钾玻璃制成, 使用时要注意以下几点。

- (1) 使用玻璃仪器时要轻拿轻放。
- (2) 玻璃仪器不能直接加热，需隔热浴或石棉网（试管加热有时可例外）。
- (3) 厚玻璃器皿（如抽滤瓶）不耐热，不能用来加热；锥形瓶不能用于减压；广口容器（如烧杯）不能贮放有机溶剂；计量容器（如量筒）不能高温烘烤。
- (4) 使用玻璃仪器后要及时清洗、干燥（不急用的，一般以晾干为好）。
- (5) 具活塞的玻璃皿清洗后，在活塞与磨口之间应放纸片，以防粘住。
- (6) 不能用温度计做搅拌棒，温度计用后应缓慢冷却，冷却快了液柱容易断线。不能用冷水冲洗热温度计，以免炸裂。

2. 标准磨口仪器

标准磨口仪器有不同的编号，通常包括 10、14、19、24、29、34、40、50 等。这些编号是指磨口最大端直径的毫米数。相同编号的内外磨口可以紧密连接。磨口仪器也有用两个数字表示磨口大小的，如 14/30 表示该磨口仪器最大直径为 14mm，磨口长度为 30mm。有时两种玻璃仪器因磨口编号不同，无法直接连接，则可借助于不同编号的磨口接头使之连接。

使用标准磨口仪器时应注意下列事项。

- (1) 磨口处必须洁净，不得沾有固体物质，否则会使磨口对接时不紧密，甚至损坏磨口。
- (2) 用后应立即拆卸洗净。放置太久磨口的连接处会粘牢，难以拆开。
- (3) 一般使用时，磨口无需涂润滑剂，以免沾污反应物或产物；若反应物中有强碱，则应涂润滑剂，以免磨口连接处因碱腐蚀而粘牢，无法拆开。
- (4) 安装磨口仪器时，应注意整齐、正确，使磨口连接处不歪斜，否则仪器易破裂。
- (5) 洗涤磨口时，应避免用去污粉擦洗，以免破坏磨口。

化学实验中常见的玻璃仪器及使用注意事项详见附录 7。

(二) 玻璃器皿的洗涤及干燥

实验所用的玻璃器皿必须是清洁、干净的，有些实验还要求器皿是干燥的。洗涤器皿的方法很多，要根据实验要求、污物性质和沾污的程度来选择适宜的方法。一般来说，附在器皿上的污物大都是可溶性物质，或尘土和其他不溶性物质，或有机物质如油污等。

1. 常用的洗涤方法

- (1) 冲洗法。对于可溶性污物可直接用水“少量多次”地振荡洗涤。
- (2) 刷洗法。内壁附有不易冲洗掉但用毛刷可以触及的污物，可选用形态、大小适当的毛刷沾少量洗衣粉轻轻刷洗。
- (3) 药剂洗涤法。选用适当的药剂洗涤时也有滴洗、泡洗、加热处理等各种方式，关键应针对性地采用，强酸或强碱对毛刷有腐蚀性，在使用这些溶液洗涤器皿时，切勿插入毛刷。

洗涤过程的一般顺序是，先用自来水滴洗，再用毛刷或适当洗涤剂洗涤，而后用自来水分次冲洗干净，最后用蒸馏水或去离子水淋洗两次。

2. 常用的洗涤剂

(1) 铬酸洗涤剂。称取 10g 工业纯 $K_2Cr_2O_7$ ，置于 400mL 烧杯中，加少量水溶解后，缓缓加入 200mL 工业 H_2SO_4 ，边加边搅拌，配制好的溶液应呈深红色，待溶液冷却后，转入玻璃瓶中密塞备用。因本液腐蚀性很强并有毒性，使用时应注意安全，避免伤及人或衣

物。铬酸洗涤剂能反复多次使用，直至溶液变为深绿色或逐渐稀释失效为止。

(2) 合成洗涤剂或洗衣粉。洗衣粉属阴离子表面活性剂，其中主要成分是十二烷基苯磺酸钠，常配制成 0.1%~0.5% 的溶液，也可反复多次使用，浓度变小再添加适量固体粉末。此物质适合洗涤被油脂或某些有机物沾污的玻璃容器，安全、价廉。

(3) 其他。还有多种配方的洗涤剂，如碱性乙醇洗液、磷酸钠洗液等，可根据特殊需要而挑选使用。例如银量法滴定后，锥形瓶内壁附着一层氯化银膜，用少量氨水或 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 液就能使其消失，因生成配位离子而迅速溶解。

3. 洗涤要求和检验方法

具体的使用情况对器皿洗净度有不同要求，如分析化学实验中所使用的滴定管、移液管和容量瓶，其内壁应洗至能被水均匀地润湿而无水滴下的条纹，且不挂水珠。

器皿洗净程度的检查方法是加入少量水于其中并振荡一下，必要时用干净的纱布将其外壁上的附水擦去，静置片刻，如果观察内壁透明并不挂水珠，说明已达到洗净的要求标准。不要再用布或纸片擦拭已洗净的玻璃器皿内壁。否则，至少有些纤维将会留在器壁上，还可能带进其他不洁物质，重新造成污染。

4. 器皿的干燥

(1) 晾干法。利用器皿上残存水分的自然挥发而使仪器干燥，通常是将洗净后的仪器倒置在干净的仪器架、仪器柜或搪瓷盘中。必要时可用透明的塑料薄膜盖上，以防灰尘。

(2) 烤干法。利用加热使水分迅速蒸发而使仪器干燥，此法常用于可加热或者耐高温的仪器，如试管、烧杯、烧瓶、坩埚、灼烧皿等。加热前先将仪器外壁擦干，然后放在电热板或隔有石棉网的小火上烘烤。

(3) 快干法。此法只在实验中偶然使用。将仪器洗净后稍控干，立即加入少量 (3~5 mL) 能与水互溶且挥发性较大的有机溶剂 (常用无水乙醇或丙酮)，将器壁转动使溶剂在内壁各处流动，倾出溶剂并擦干外壁，再用电吹风迅速将内壁残留的易挥发物赶出，达到快干的目的。分析实验中对器皿洁净程度要求高，一般不宜使用此法。

(4) 烘干法。通常使用电热干燥箱或红外线干燥箱，将器皿洗净并稍控干后置于干燥箱内，在适当温度 (高于 100°C) 下，经一段时间即可烘干，在加热初期箱门应稍稍开启，以便水蒸气迅速逸出。

四、试纸

试纸是用滤纸浸渍了指示剂或试剂溶液后制成的干燥纸条，常用来定性检验一些溶液的性质或某些物质的存在。其具有操作简单、使用方便、反应快速等特点。各种试纸都应密封保存，以防被实验室中的气体或其他物质污染而变质、失效。

试纸的种类很多，这里仅介绍实验室中常用的几种试纸及使用。

(一) 酸碱性试纸

酸碱性试纸是用来检验溶液酸碱性的，常见的有 pH 试纸、刚果红试纸和石蕊试纸等。

1. pH 试纸

pH 试纸用于检测溶液的 pH，有广泛 pH 试纸和精密 pH 试纸两种，均有商品出售。

广泛 pH 试纸用于粗略地检测溶液的 pH，其测试的 pH 范围较宽，pH 单位为 1，按变色 pH 范围又可分为 1~10、1~12、1~14、9~14 四种。最常用的是变色 pH 范围 1~14 的 pH 试纸，其颜色由红—橙—黄—绿至蓝色逐渐发生变化。溶液的 pH 不同，试纸的颜色变色也不同，通常附有色阶卡，以便通过比较确定溶液的 pH 范围。