

普通化学实验

Experiments in General Chemistry

同济大学化学系

主 编 杨 勇
副主编 顾金英
温 鸣
范丽岩



同济大学出版社
TONGJI UNIVERSITY PRESS

Experiments in General Chemistry

普通化学实验

同济大学化学系

杨 勇 主 编
顾金英 温 鸣 范丽岩 副主编
吴庆生 主 审



同济大学出版社
TONGJI UNIVERSITY PRESS

内 容 提 要

本书是同济大学“普通化学”国家级精品课程的配套教材。

本书以较短的篇幅有机融合,精心编写了43个实验,内容涵盖无机化学、有机化学、分析化学和物理化学。全书将实验内容分为基础型、综合型、设计与开放型三个层次,注重“双基”训练,简明扼要、由浅入深、逐层提高。以同济大学校级精品实验为切入点,着力培养学生的创新探究能力。为适应21世纪化学教育的发展要求,本书第6章还介绍了红外、紫外、核磁和质谱等现代分析与表征技术,选取了与生命科学、材料科学以及环境科学相关的一些实验项目。

本书可作为大学化学、基础化学、普通化学和近化学专业无机化学等课程的实验教材,也可供高等院校广大师生和相关工作人员参考使用。

图书在版编目(CIP)数据

普通化学实验/杨勇主编. —上海: 同济大学出版社,
2009.9
ISBN 978-7-5608-4128-1

I. 普… II. 杨… 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(2009)第133489号

普通化学实验

杨 勇 主编

责任编辑 姚焯铭 责任校对 徐春莲 封面设计 庞 波

出版发行 同济大学出版社 www.tongjipress.com.cn
(地址:上海市四平路1239号 邮编:200092 电话:021-65985622)

经 销 全国各地新华书店

印 刷 同济大学印刷厂

开 本 787mm×1092mm 1/16

印 张 16.25

印 数 1—3 100

字 数 406 000

版 次 2009年9月第1版 2009年9月第1次印刷

书 号 ISBN 978-7-5608-4128-1

定 价 28.00元

前 言

普通化学是面向工科高等学校非化学类专业的公共通识课程,是面向 21 世纪对大学生进行素质教育及培养高级科技人才所必需的知识构成。面对现代知识体系的高速发展、相互促进与融合,化学学科中的无机化学、有机化学、分析化学、物理化学中的理论和许多知识正在不断渗透、交融。多年来,无机普通化学教研室在普通化学课程的教学实践中一直贯彻着“少而精”、“少而新”的教学理念,形成了独具特色的教学模式。普通化学实验教学在高校化学教学中占据着非常重要的地位,一方面是为了让学生更好地理解 and 掌握理论教学的内容,更重要的是为了培养学生的综合能力,包括各种相关知识、操作技能、使用现代仪器设备的能力、观察能力、科学精神和创新能力等。从普通化学实验的教学内容而言,无论是合成制备、性质鉴定、成分测定,还是分析方法的建立、化合物的表征分析等实验,都融合了四大化学的许多相关理论知识、实践方法以及技术技能。

本书是在同济大学编写出版的《普通无机化学实验》(第 1,2 版)的基础上,结合同济大学编写出版的“十五”国家级规划教材《普通化学》的指导思想和内容特色,经过大幅度的修改、充实和提高,精心编写而成的。本书作为同济大学“普通化学”国家级精品课程的配套教材,编写注重“强化基础,突出重点”,以“少而精、多学科交融”为特点,内容涵盖无机化学、有机化学、分析化学、物理化学以及仪器分析,可使学生在有限的学时内,得到较完整的化学实验训练;在综合实验部分,对传统教材中分立的实验项目进行融合,使学生得到全方位的实验训练,着重综合能力的培养;以同济大学校级精品实验为切入点,选取与人类生活、环境、材料、制药等相关内容作为设计与开放实验,要求学生独立设计方案、完成实验,最后写出科技小论文,以“大综合、小科技”的教学模式培养学生的探索意识和创新能力。通过红外、紫外、核磁以及质谱技术的介绍,反映近年来化学学科新技术的发展趋势。为体现科技发展的趋势,本书尽可能采用较新型号的仪器为参考。

本教材经无机普化教研室集体研究、初步实践编写而成。由杨勇任主编,顾金英、温鸣、范丽岩任副主编。第 1 章至第 5 章由杨勇和顾金英共同编写,实验 1~14、21、25、26 由杨勇、顾金英改编,实验 15、23、24、27~29、34、35、37、41 由杨勇编写,实验 38、39 由顾金英编写,第 6 章第 9 节、实验 22、36 由温鸣编写,第 6 章第 2 节、实验 31、33、40 及附录由范丽岩编写。实验 42、43 由朱仲良编写,实验 17、18、19、20、32 由匡春香编写。全书由杨勇统稿,吴庆生主审。在编写过程中,张云、徐子颀、张荣华、王晓岗、王晓平等同志对本书提出了许多宝贵意见,在此谨向他们表示衷心的感谢。

由于编者的水平有限,不妥和疏漏之处在所难免,希望有关专家和广大师生提出宝贵意见和建议。

编 者

2009 年 7 月于上海

目 录

上篇 基础知识与仪器

1 绪 论

1.1 明确实验的目的和意义	1
1.2 掌握学习方法	1
附：实验报告格式示例	1
1.3 学生实验室规则	4
1.4 实验室安全守则	4
1.5 实验室事故的处理	5
1.6 化学文献查阅简介	5

2 化学试剂基本常识

2.1 化学试剂的分类	8
2.2 化学试剂的保管	8
2.3 实验室用水的规格、制备及检验方法	9

3 实验误差与数据处理

3.1 误差的概念	10
3.1.1 引起误差的原因和种类	10
3.1.2 准确度与误差	10
3.1.3 精密度与偏差	11
3.2 实验结果的数据处理	11
3.2.1 有效数字的概念	11
3.2.2 如何判断有效数字的位数	12
3.2.3 有效数字的运算法则	12
3.2.4 实验结果的表达	13
3.2.5 分析数据的处理	14
3.2.6 检出限与测定下限	15
3.2.7 校准曲线的制作和一元线性回归	16

4 实验室常用仪器、设备介绍

4.1 常用玻璃仪器及器皿	19
---------------------	----

4.2	基本称量仪器及其使用	25
4.2.1	台秤与电子天平	26
4.2.2	电光分析天平与电子分析天平	26
4.3	基本测量仪器及其使用	29
4.3.1	气压计	29
4.3.2	酸度计	29
4.3.3	电导率仪	32
4.3.4	紫外-可见分光光度仪	33
4.3.5	显微熔点测定仪	35
4.3.6	阿贝折光仪	35
4.3.7	气相色谱仪	37
4.4	实验室常用设备的使用	38
4.4.1	干燥设备	38
4.4.2	加热设备	39
4.4.3	冷却设备	43
4.4.4	搅拌器	43
4.4.5	电动离心机	44
4.4.6	泵	44
4.4.7	旋转蒸发仪	44
4.4.8	气体钢瓶	45

5 基本操作

5.1	玻璃加工技术	47
5.2	玻璃仪器的洗涤与干燥	48
5.2.1	玻璃仪器的洗涤	48
5.2.2	玻璃仪器的干燥	49
5.3	称量方法	50
5.4	化学药品的取用及溶液配制	51
5.4.1	试剂的取用与处理	51
5.4.2	溶液的配制	54
5.4.3	试纸的使用	56
5.5	加热方法	56
5.6	冷却方法	58
5.7	分离与提纯技术	58
5.7.1	固液分离	58
5.7.2	结晶与重结晶	61
5.7.3	升华	63
5.7.4	蒸馏与分馏	64
5.7.5	物质的萃取	68

5.7.6 薄层色谱、柱色谱和纸色谱	69
5.7.7 干燥	72

6 现代分析测试与表征技术简介

6.1 红外光谱	75
6.2 核磁共振光谱(NMR)	76
6.3 紫外-可见光谱	78
6.4 色谱	79
6.5 质谱	80
6.6 原子吸收光谱	81
6.7 荧光光谱	81
6.8 X射线衍射	82
6.9 热分析	83

下篇 实验部分

第一部分 基础实验

实验一 氯化钠的提纯	85
实验二 酸碱标准溶液的配制与标定	87
实验三 化学反应速率	90
实验四 弱酸电离度与电离常数的测定	94
实验五 化学平衡及其移动	99
实验六 氧化还原与电化学	103
实验七 硫酸亚铁铵的制备	106
实验八 氯、溴、碘	108
实验九 氧和硫	111
实验十 氮和磷	116
实验十一 锡、铅、铋、铊	120
实验十二 铁、钴、镍	123
实验十三 铜、锌、银、镉、汞	128
实验十四 铬和锰	133
实验十五 铬配合物的合成及其光化学性质	137
实验十六 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 、 MnO_4^- 混合溶液的分光光度分析	140
实验十七 三苯甲醇的制备	143
实验十八 正丁醚的制备	146
实验十九 乙酰乙酸乙酯的制备	148
实验二十 乙酰苯胺的制备	151
实验二十一 化学反应焓变的测定	153
实验二十二 互溶双液系相图的绘制	155

实验二十三	电解法制备氧化亚铜	159
实验二十四	一些蛋白质、氨基酸、糖、核糖核酸的鉴定	161

第二部分 综合实验

实验二十五	水的净化及硬度测定	163
实验二十六	磺基水杨酸铜配合物的组成及稳定常数的测定	166
实验二十七	甘氨酸锌螯合物的合成与表征	170
实验二十八	无氰镀铜	172
实验二十九	硫酸铜中铜含量和结晶水的测定	174
实验三十	工业乙醇的提纯及纯度检验	178
实验三十一	药物——阿司匹林的合成及其含量的测定	180
实验三十二	从茶叶中提取咖啡因	184
实验三十三	绿色植物的色素提取、分离	187
实验三十四	循环伏安法测定配合物的稳定性	192
实验三十五	12-硅钨酸的制备	195
实验三十六	纳米 TiO ₂ 的制备与性质表征	197
实验三十七	铈(II)-乙酰丙酮-邻二氮杂菲配合物荧光粉的制备	199

第三部分 设计与开放实验

实验三十八	日用化学品——洗涤剂及霜膏类护肤品的制备	201
实验三十九	茶叶中微量元素的测定	204
实验四十	三草酸合铁(III)酸钾的制备及性质测定	207
实验四十一	二茂铁及其衍生物的合成与表征	211
实验四十二	多元校正-分光光度法同时测定混合色素	214
实验四十三	顶空气相色谱法建立树皮指纹图谱并识别树皮种类	219
附录	223
参考文献	250

1 绪 论

1.1 明确实验的目的和意义

化学是一门实验科学,要真正掌握好化学理论,化学实验是必不可少的方法和手段。经过基础实验的训练,使学生能够规范地掌握化学实验的基本操作、基本技术和技能,加深学生对化学基本理论和基本知识的理解。通过综合实验的训练,可培养学生独立思考、观察问题、分析问题的能力。而设计与开放实验,通过学生设计方案,观察现象,分析和归纳实验结果,训练学生初步从事科学研究的能力。同时在整个实验教学中,逐步培养学生严谨的科学态度、实事求是的工作作风、良好的工作习惯以及科学的思维方法。

1.2 掌握学习方法

实验效果的好坏与正确的学习态度和方式密切相关,要抓住以下3个重要环节:

1) 课前充分预习

学生在进入实验室前必须进行充分的预习:认真阅读实验讲义及相关参考资料,明确实验的目的和基本原理,熟悉实验内容及注意事项,并在此基础上简明扼要地写出预习笔记,做到实验前心中有数。

2) 课堂认真实验

(1) 在充分预习的基础上规范操作,认真仔细地观察实验现象,如实做好详细记录。

(2) 如果发现实验现象与理论不相符,首先尊重实验事实,并认真分析查找原因。必要时,重做实验,从中得出结论。

(3) 实验中遇到疑难问题,仔细分析,可提请教师指点。

(4) 严格遵守实验室规则,注意安全操作。

3) 课后如实撰写实验报告

实验报告要按格式书写,视实验内容不同而不同。应做到:字迹工整,步骤简明,记录现象完整,数据真实,解释明确,结论正确。报告一般应包括:①实验名称、日期、同组人或独立完成、天气状况(气温、气压等);②实验目的;③简明的实验原理;④实验内容。避免抄书本,尽量采用表格、框图、符号等形式,表述简明扼要;⑤实验现象及数据记录;⑥解释、结论或数据处理;⑦思考与讨论、心得体会等。

【例 1-1】“制备类实验”报告格式

实验名称:氯化钠的提纯

实验日期:

室温:

同组人:

一、实验目的

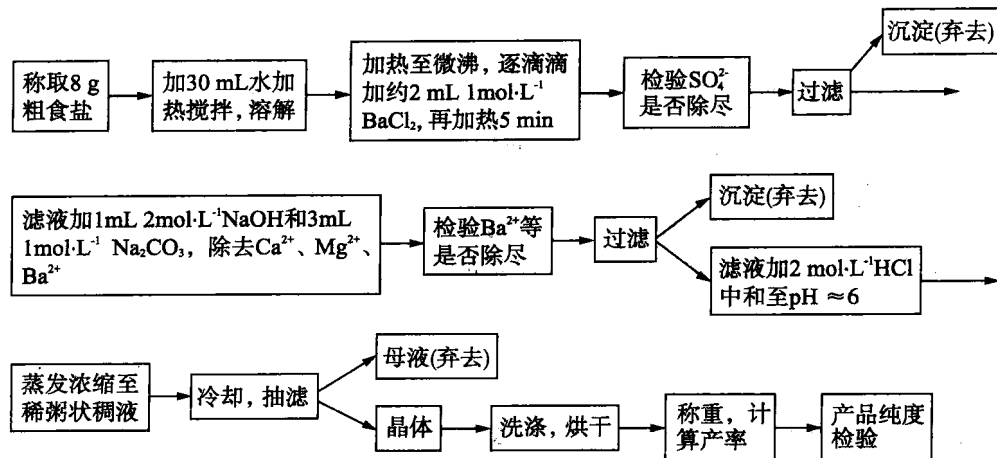
1. 了解提纯 NaCl 的原理和方法。
2. 学习溶解、沉淀、减压过滤、蒸发浓缩、结晶及干燥等基本操作,掌握煤气灯的使用。

二、实验原理

粗食盐中含有不溶、可溶杂质。前者可用溶解、过滤法除去,而后者可选择适当沉淀剂使 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 SO_4^{2-} 等离子沉淀而除去。可加 BaCl_2 , 除去 SO_4^{2-} 。加入 NaOH 和 Na_2CO_3 , 除去 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和过量的 Ba^{2+} 。用 HCl 中和。根据溶解度的差别,通过蒸发和浓缩操作,使 NaCl 结晶,而 KCl 仍留在溶液中。

三、主要仪器与试剂(略)

四、实验步骤



五、实验结果

产品纯度检验

- (1) 产品外观: ①粗盐_____; ②精盐_____。
- (2) 产量_____, 产率_____。
- (3) 产品纯度检验(粗盐和精盐各称 1 g, 分别溶于 5 mL 蒸馏水中, 三等分, 按表 1-1 进行检验)。

表 1-1 NaCl 溶液纯度检验

检验项目	检验方法	被检溶液	实验现象	结论
SO_4^{2-}	加 2 滴 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{BaCl}_2$	粗 NaCl 溶液		
		纯 NaCl 溶液		
Ca^{2+}	加 2 滴 $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} (\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液	粗 NaCl 溶液		
		纯 NaCl 溶液		
Mg^{2+}	加 2~3 滴 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NaOH}$ 和 2~3 滴镁试剂	粗 NaCl 溶液		
		纯 NaCl 溶液		

六、思考及讨论(思考与讨论是针对实验过程、操作、实验现象、数据与处理进行分析和讨论)

【例 1-2】“测定类实验”报告格式

实验名称: 醋酸电离常数和电离度的测定——pH 法

实验日期:

室温:

同组人:

一、实验目的

1. 了解弱酸电离度与电离常数的测定方法。
2. 加深对弱电解质电离平衡的理解。
3. 了解 pH 计(酸度计)的正确使用方法。
4. 进一步熟悉滴定操作。

二、实验原理

一定温度下,用酸度计测定已知浓度的 HAc 溶液的 pH 值,根据 $\text{pH} = -\lg [\text{H}^+]$,可计算出 $[\text{H}^+]$ 。再根据 $\alpha = [\text{H}^+] / c$, $K_a = [\text{H}^+]^2 / c$,求得电离度 α 和电离常数 K_a 的值。

三、仪器与试剂(略)

四、实验步骤

1. HAc 标准溶液的浓度标定

取 25.00 mL HAc 溶液于 250 mL 的锥形瓶中,再各滴加 3 滴酚酞,然后用标准 NaOH 溶液滴定至终点。实验数据记录于表 1-2 中。平行滴定 3 次,计算 HAc 标准溶液的浓度。

2. 系列 HAc 标准溶液配制及 pH 值测定

按表 1-3,在 5 个 100 mL 烧杯中,配制不同浓度的 HAc 标准溶液。按从稀到浓的顺序,依次测定它们的 pH 值,记录于表 1-3 中。

五、实验结果

表 1-2 系列 HAc 标准溶液的浓度标定

NaOH 标准溶液的浓度/(mol · L ⁻¹)				
平行滴定次数		1	2	3
HAc 溶液的体积/mL		25.00	25.00	25.00
NaOH 标准溶液的初读数/mL				
NaOH 标准溶液的终读数/mL				
NaOH 标准溶液的用量/mL				
HAc 标准溶液的浓度/(mol · L ⁻¹)	测定值			
	平均值			

表 1-3 系列 HAc 标准溶液的配制及 pH 值测定

溶液 编号	HAc 标准溶液 体积/mL	去离子水 体积/mL	c/(mol · L ⁻¹)	pH 值	[H ⁺]/(mol · L ⁻¹)	α/%	电离常数 K _a	
							测定值	平均值
1	48.00	0.00						
2	24.00	24.00						
3	12.00	36.00						
4	6.00	42.00						
5	3.00	45.00						

六、思考及讨论(思考与讨论针对实验过程、操作、实验现象、数据与处理进行分析和讨论)

【例 1-3】“性质类实验”报告格式

实验名称: 氯、溴、碘

实验日期:

室温:

同组人:

一、实验目的

1. 比较卤化氢的还原性。
2. 了解氯的含氧酸及其盐的性质。
3. 了解卤素离子的鉴定方法。

二、仪器与试剂(略)

三、实验步骤与实验记录(部分)

实验内容	实验现象	解释和结论(包括反应式)
1. HX 还原性比较 ①少量 NaCl 固体+1 mL 浓 H ₂ SO ₄ , △; 玻璃蘸浓氨水检验 ③数滴 0.1 mol · L ⁻¹ KI + 数滴 0.1 mol · L ⁻¹ FeCl ₃ ; +1 mL CCl ₄	气体逸出, 冒白烟 CCl ₄ 层呈紫红色	$2\text{NaCl} + \text{H}_2\text{SO}_4 \xrightarrow{\Delta} 2\text{HCl} + \text{Na}_2\text{SO}_4$ $\text{HCl} + \text{NH}_3 \rightleftharpoons \text{NH}_4\text{Cl}$ $2\text{KI} + \text{FeCl}_3 \rightleftharpoons 2\text{FeCl}_2 + \text{I}_2$ $\text{I}_2(\text{aq}) \rightleftharpoons \text{I}_2(\text{CCl}_4)$

四、思考及讨论(思考与讨论针对实验过程、操作、实验现象、数据处理进行分析和讨论)

1.3 学生实验室规则

1. 学生应在实验前认真预习, 并提前 10 min 进入实验室, 在指定位置进行实验。不得高声喧哗, 随意走动。对未预习或无故迟到者, 指导教师有权停止其实验。

2. 认真操作, 如实记录。严格遵守操作规程, 服从实验教师的指导。实验过程如发现故障, 应立即报告, 及时处理。

3. 实验完毕后, 应将玻璃仪器洗刷干净, 将试剂和用品整理好。废液、废渣、废物等不得随意倾倒, 应集中在指定的废物缸内, 统一处理, 并做好实验台面的清洁工作, 经指导教师认可后方可离开实验室。

4. 使用精密仪器(如电子分析天平等)时, 必须严格按照操作规程进行操作, 细心谨慎。如发现异常, 应停止使用并报告指导教师。

1.4 实验室安全守则

化学试剂中, 很多是易燃易爆、有腐蚀性和有毒的, 因此必须严格遵守实验规则。首先必须从思想上重视安全工作, 绝不能麻痹大意。其次, 在实验前, 应了解仪器的性能和试剂的性质, 规范操作。

(1) 一切涉及有毒、刺激性或有恶臭物质的实验, 必须在通风橱中进行。

(2) 一切涉及易挥发、易燃物质的实验, 必须在远离火源的地方进行, 并尽可能在通风橱中操作, 严禁用火焰或电炉等直接加热易燃液体, 而应在水浴或电热套中加热。

(3) 煤气灯应随点随用,严防泄漏,火源与其他物品应保持适当距离。若发现煤气泄漏,应立即关闭检查并报告指导教师。

(4) 使用高压气体钢瓶时,须严格按照操作规程进行操作。例如,气相色谱的氢火焰实验中所用的气体,其开启与点火的原则是:先开载气(氮气),再开助燃气(空气),最后开燃气(氢气),点火。熄火与关气的顺序是:先关燃气,再关助燃气,最后关载气。

(5) 有毒药品,如重铬酸钾,铅盐,含砷、汞化合物,特别是氰化物等剧毒化学品,绝不可倒入下水道,应统一回收处理。

(6) 实验室内严禁饮食、吸烟。实验完毕,应洗净双手后,再离开实验室。

1.5 实验室事故的处理

(1) 烫伤:轻度烫伤,可用90%~95%酒精或高锰酸钾稀溶液擦洗伤处,再涂以凡士林或烫伤油膏。若伤势较重,不要将水泡碰破,及时送医院治疗。

(2) 割伤:应立即用药棉擦净伤口,然后涂上红药水,再用纱布包扎。若伤口较大,出血较多,须扎止血带,送医院治疗。

(3) 化学灼伤:

① 强酸灼伤:立即用大量水冲洗,然后涂上碳酸氢钠油膏或凡士林。若溅入眼中,先用大量水冲洗,然后用饱和碳酸氢钠溶液冲洗,再用水清洗。

② 强碱灼伤:立即用大量水冲洗,然后用柠檬酸或硼酸饱和溶液冲洗,再擦上凡士林。若溅入眼中,用硼酸溶液冲洗,再用水清洗。

(4) 吸入刺激性或有毒气体:可吸入少量酒精和乙醚的蒸气解毒,然后到室外呼吸新鲜空气。必要时送医院救治。

(5) 毒物入口:可将5~10 mL稀硫酸铜溶液加入1杯温水内服,用手指催吐,并及时送医院救治。

(6) 漏电:首先切断电源,必要时进行人工呼吸。

(7) 起火:小火可用湿布、石棉布或砂子覆盖灭火。火势大时使用泡沫灭火器,但电器设备引起的火灾,只能用 CCl_4 或 CO_2 灭火器,绝不可用泡沫灭火器,以免触电。活泼金属如钠、镁以及白磷等着火,宜用干沙灭火,不宜用水或灭火器灭火。

1.6 化学文献查阅简介

一个化学科研项目的攻关,或是一个实际工作中所遇到的疑难问题的解决,都需要利用形式多样、内容丰富的化学文献。化学文献按其出版形式可分为图书、期刊、科技报告、会议论文、学位论文、专利和技术标准等。根据文献的性质,又可分为一级文献、二级文献、三级文献。一级文献即原始文献,如期刊上发表的论文、科技报告、学位论文、会议论文及专利说明书;二级文献即检索工具,是把大量分散发表的原始文献加以收集、摘录,以文摘、索引、题录等方式进行科学分类、组织和整理;三级文献是指通过二级文献检索,并整理一级文献的内容而编写的资料,如专题评论、综述、动态、手册、指南、百科全书等。

一级文献是检索的对象和目的,二级文献是检索的手段和工具,三级文献既是检索的手段,从中获得检索文献的线索,又可作为检索对象,从中得到所需的理论、数据。各种类型的文献各有特点、各有所用,例如,了解学科领域的背景资料,宜利用图书资料作为入门指导;

进行科学研究主要利用期刊杂志;探讨最新的研究领域,则多半参考科技报告或综述性文章;研究生从事毕业论文工作,不妨参考国内外高等院校有关的毕业论文。

1.6.1 期刊

与图书不同,期刊是及时报道新材料、新理论、新技术、新方法等科学研究成果的定期出版物,刊载原始文献数量多,内容详实新颖,是公开报道原始文献的主要方式。世界各国发行的期刊数量之多非常惊人,仅《化学文摘》摘录的科技期刊就有 14 000 余种,其中大多数以英文发表。

在我国,SCI 影响因子较高的化学期刊有:《中国科学》、《化学学报》、《化学通报》、《高等化学学报》等综合类学术刊物,重点报道我国高校的创新性科研成果。《无机化学学报》、《分析化学》、《有机化学》、《物理化学学报》、《高分子科学》、《环境科学学报》、《中国稀土学报》等影响因子较高的专业期刊,及时刊载相关学科的最新科研成果。

在国外,除影响因子极高、为数不少的综合类杂志,如 *Nature*, *Science*, *Chemical Review* 等,影响因子较高的化学期刊数量庞大、门类齐全,涉及学科与专业非常广泛,如 *Journal of the American Chemistry Society*, *Angewandte Chemie - International Edition*, *Chemical Communications* 等综合性期刊,主要刊载世界各国化学领域的最新前沿研究成果,许多文章被其他刊物的科研论文竞相引用。

1.6.2 学位论文

学位论文是国内外高等院校研究生写作的用于评定学位的论文。学位论文比较详尽地总结前人的工作,通过系统的科学实验,并根据所获得的资讯与数据提出自己的学术成果,它也属于一级文献。学位论文一般作为内部资料,不刊印发行。中国期刊网(CNKI)可以检索国内高校研究生的优秀毕业论文。

1.6.3 文摘

化学化工文献浩如烟海、数量庞大、语种庞杂而且非常分散,只有借助文摘与索引的帮助才能较快找到所需的技术资料。*Chemical Abstract*(《化学文摘》,简称为 CA)是目前世界上最完整的化学文摘检索工具,每条文摘以简练的文字将不同语种撰写的论文、专利、通讯、综述等浓缩成英文摘要,使读者能在较少的时间内了解原始文献的概要,以决定是否进一步调阅原始文献。CA 索引相当齐全,有主题索引、作者索引、化合物索引、分子式索引、作者索引、专利索引等十余种。

1.6.4 工具书

在各种科学研究和科学实验中,经常需要查阅一些手册、大全、丛书和辞典,了解物质的性质(如聚集态、熔点、沸点、溶解度、化学性质等);在进行实验数据处理时,需要得到一些常数(如电离常数、配合物稳定常数等)。下面介绍一些较权威、较全面的工具书。

(1)《简明化学手册》(多个版本)主要内容涉及物质的物理数据、元素性质、无机和有机化合物的性质、热力学有关数据、标准电极电位等。

(2)《分析化学手册》介绍分析化学的基本操作、实验室一般常识、化学分析知识、溶液和一些常用试剂的配制、定量分析中标准溶液的配制和标定方法、指示剂等内容。

(3)《元素化学反应手册》总结了元素的单质及化合物的化学反应,包含反应近 13 000 条。

(4)《海氏有机化合物辞典》收集常见有机化合物 46 400 条,介绍化合物组成、分子式、

结构式、来源、性状、物理常数、化学性质及衍生物等。

(5) *CRC Handbook of Chemistry and Physics* 包含物理、化学常用的参考资料和数据,是应用最广的手册。

(6) *Lang's Handbook of Chemistry* 内容包括原子和分子结构、无机化学、分析化学、电化学、有机化学、光谱学、热力学性质、物理性质等方面的资料和数据。

(7) *Inorganic Synthesis* 介绍无机化合物的制备方法,每个实验都经核对,步骤比较可靠,并不时对某一类化合物制备进行综述。

(8) *Organic Synthesis* 介绍有机化合物的制备方法。合成步骤叙述极为详尽,实验内容且经核对,并有附注介绍作者经验和实验注意事项。

(9) *Organic Reactions* 详细讨论了有机反应的提出、机理、应用范围、反应条件等,并列举大量参考文献,有图表指出对该反应曾进行过哪些工作。

(10) 《Sadtler 标准光谱图集》选择性收集了几万种化合物的红外、紫外和核磁共振谱图,还有不少化合物的荧光、拉曼、热分析参考谱图。

(11) 《国际 X 射线晶体学用表》介绍四圆衍射仪、用布喇格衍射数据分析热运动和结构鉴定的方法等。

2 化学试剂基本常识

2.1 化学试剂的分类

化学试剂的种类很多,分类目前尚无统一的方法。试剂按用途可分为一般试剂、标准试剂、特殊试剂、高纯试剂等;按组成、性质、结构又可分为无机试剂、有机试剂等。我国的国家标准是根据试剂的纯度和杂质含量,将试剂分为5个等级,并规定了试剂包装的标签颜色及应用范围,见表2-1。

表 2-1 化学试剂等级及应用范围

我国化学试剂等级标志	级 别	一级品	二级品	三级品	四级品	五级品
	中文标志	保证试剂	分析试剂	化学试剂	化学用	生物试剂……
		优级纯	分析纯	化学纯	实验试剂	
	符号	G. R	A. R	C. P	L. R	B. R, C. R
标签颜色	绿	红	蓝	黄、棕等	黄、咖啡或玫瑰红	
德、英、美等国家通用等级和符号		G. R	A. R	C. P		
应用范围		精密分析研究工作	分析实验	一般化学实验	工业或化学制备	生化实验

化学试剂除上述几个等级外,还有基准试剂(P. T)、色谱纯试剂(G. C)、光谱纯试剂(S. P)及超纯试剂(U. P)等。基准试剂相当或高于优级纯试剂,如专用于滴定分析的基准物质,用以标定未知溶液的准确浓度或直接配制标准溶液,其主成分含量一般在99.95%~100.0%。光谱纯试剂主要在光谱分析中用作标准物质,纯度在99.99%以上。

选用试剂的主要依据是该试剂所含杂质对实验结果有无影响。应根据节约的原则,在满足实验要求的前提下,选用适当规格的试剂,避免不必要的浪费。

2.2 化学试剂的保管

化学试剂的保管要注意防火、防水、防挥发、防曝光和防变质。应根据试剂的毒性、易燃性、腐蚀性和潮解性等不同特点,采用不同方式:

- (1) 无机试剂与有机试剂分开存放。危险性试剂应严格管理,必须分类隔开存放,不可混放。
- (2) 强氧化剂(KMnO_4 、 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 、 KClO_3 、硝酸盐、过氧化物等),应存放于阴凉通风处,避免受热、撞击,严禁与还原性物质混放。
- (3) 易燃液体(如苯、乙醇、乙醚、丙酮等有机溶剂),应单独存放,远离火源,注意阴凉通风。

(4) 易燃固体(如硫磺、红磷、镁粉、铝粉等),也应单独存放,注意通风干燥。白磷应保存在水中,并放于阴凉避光处。

(5) 遇水燃烧的物品(如金属 Li、Na、K、电石等),可与水剧烈反应并放出可燃性气体。Li 要用石蜡密封,Na、K 须保存在煤油中,电石应置于干燥处。

(6) 见光分解或变质的试剂(如 KMnO_4 、 AgNO_3 、亚硝酸盐等),应存放于棕色瓶中,避光保存。但过氧化氢则应存放于不透明塑料瓶中,以免棕色玻璃中的重金属成分催化过氧化氢的分解。

(7) 剧毒试剂(如氰化物、砷化物、汞盐等),应妥善保管,取用时严格做好记录,以免发生意外。

(8) 容易腐蚀玻璃的试剂(如氢氟酸、强碱等)应保存在塑料瓶中。

2.3 实验室用水的规格、制备及检验方法

国家标准(GB6682 - 2000)对实验室用水的级别、主要技术要求和检验方法作了规定,见表 2-2。

表 2-2 实验室用水的级别及主要技术指标

指标名称	一级	二级	三级
pH 范围(25℃)	— ^[1]	— ^[1]	5.0~7.5
电导率(25℃)/($\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$)	≤ 0.01 ^[2]	≤ 0.10	≤ 0.50
可氧化物质(以氧计)/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	— ^[3]	< 0.08	< 0.40
吸光度(254 nm, 1 cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	
蒸发残渣(105℃ \pm 2℃)/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	— ^[3]	≤ 1.0	≤ 2.0
可溶性硅(以 SiO_2 计)/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	< 0.01	< 0.02	

注: [1] 由于在一级水和二级水的纯度下,难以测定其真实的 pH 值。因此,对其 pH 范围国标不作规定。

[2] 一级水和二级水的电导率需用新制备的水在线测定。

[3] 由于在一级水的纯度下,难以测定其可氧化物质和蒸发残渣,故国标对其限量也不作规定,可用其他条件和制备方法以保证一级水的质量。

实验室制备纯水一般可用蒸馏法、离子交换法和电渗析法。蒸馏法设备成本低,操作简单,但只能除去水中非挥发性杂质,且能耗高。离子交换法是使水通过离子交换树脂达到除去水中杂质离子的目的。离子交换制得的水,俗称“去离子水”,但无法去除水中非离子型的杂质,因此水中常含有微量有机物。电渗析法是在直流电场作用下,利用阴、阳离子交换膜对水中存在的阴、阳离子选择性渗透而除去离子型杂质,但也不能除去非离子型杂质。

制备出的纯水,一般以电导率为主要质量指标,一、二、三级水的电导率应分别等于或小于 $0.01 \text{ mS} \cdot \text{m}^{-1}$ 、 $0.10 \text{ mS} \cdot \text{m}^{-1}$ 、 $0.50 \text{ mS} \cdot \text{m}^{-1}$ 。水越纯,影响越显著,高纯水更要在临用前制备,不宜久存。此外,根据实际工作的需要及生化、医药等方面的特殊要求,有时还要进行一些特殊项目的检验。