

JICHU HUAXUE
SHIYAN JIAOCHENG



基础化学

实验教程

牛丽颖 主编

中国医药科技出版社

内容简介

本书是根据《基础化学实验课程教学大纲》编写而成的。全书共分七章，第一章为绪论，第二章至第七章为各章实验。本书可作为医药类院校及相关专业本科生的教材，也可供从事基础化学实验工作的教师参考。

基础化学实验教程

主编 牛丽颖

副主编 (按姓氏笔画为序)

牛丽颖 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟

王丽娟 王丽娟

中国医药科技出版社

内 容 提 要

全书分为三部分,共七章内容。第一部分包括第一、二章,主要介绍了基础化学实验的基本知识和基本操作。第二部分包括第三至六章,主要编写了45个基础实验,涉及无机化学实验、有机化学实验、分析化学实验和物理化学实验,涵盖了基本操作和技能训练、制备实验、性质实验、含量测定等方面。第三部分包括第七章,本章为综合性、设计性、探究性实验,对提高学生的综合素质与创新思维及动手能力具有重要意义。本教材还包括附录部分,包括常用元素的相对原子质量、常用试剂的配制、常用化合物的毒性及易燃性等内容。本实验教程适合本(专)科药学、药物制剂、制药工程、生物工程等专业使用,对技术人员也具有较大的参考价值。

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验教程/牛丽颖主编. —北京:中国医药科技出版社,2017.6
ISBN 978-7-5067-9337-7

I. ①基… II. ①牛… 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(2017)第119565号

美术编辑 陈君杞

版式设计 张 璐

出版 中国医药科技出版社

地址 北京市海淀区文慧园北路甲22号

邮编 100082

电话 发行:010-62227427 邮购:010-62236938

网址 www.cmstp.com

规格 787×1092mm¹/₁₆

印张 13¹/₄

字数 267千字

版次 2017年6月第1版

印次 2017年6月第1次印刷

印刷 三河市航远印刷有限公司

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978-7-5067-9337-7

定价 39.00元

版权所有 盗版必究

举报电话:010-62228771

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

编委会

主 编 牛丽颖

副主编 王迎春 曹秀莲

编 委 (以姓氏笔画为序)

王 相 王 梦 王迎春 牛丽颖 田 伟

田宇柔 冯 微 毕晓东 李 琛 贾立英

郭 慧 曹文丽 曹秀莲 崔力剑 麻景梅

靳慧兰 窦玉红

前 言

本教材是根据中药学、药学、中药资源与开发、制药工程、生物工程等相关专业基础化学课程学习的要求，开设实验课的实际需要，以及适应中医药创新发展人才培养的需求，同时融入最新实验教学改革成果，引进微型化、绿色化实验内容，打破了常规无机化学实验、有机化学实验、分析化学实验、物理化学实验各自单独设课的局限性，并依据各科实验内容的特点，重新设计、整合、构建新的实验教学体系，使四大基础化学实验内容有机组合，实验操作由简到繁，由基础到专业，同时兼顾各科之间相互衔接，又独立成体系，形成了全新的实验课程体系。

全书分为三部分，共七章内容。第一部分包括第一、二章，主要介绍了基础化学实验的基本知识和基本操作，包括基础化学实验的目的与要求、实验室规则和安全常识、化学试剂和常用仪器介绍、实验报告的书写等基本知识；还介绍了常用玻璃仪器的洗涤与干燥、固体的溶解和沉淀的分离与洗涤等基本操作技能。第二部分包括第三至六章，主要编写了45个基础实验，涉及无机化学实验、有机化学实验、分析化学实验和物理化学实验，涵盖了基本操作和技能训练、制备实验、性质实验、含量测定等方面。第三部分包括第七章，本章为综合性、设计性、探究性实验，共优选编写6个实验，对提高学生的综合素质与创新思维及动手能力具有重要意义，同时兼顾不同专业根据自身要求选择使用。本教材还包括附录部分，包括常用元素的相对原子质量、常用试剂的配制、常用化合物的毒性及易燃性等内容，便于教师、实验技术人员和学生查阅。

本书所选实验内容丰富，专业特色明显，实用性强，在强化基本理论知识的基础上，培养了学生的动手能力、分析问题和解决问题的能力，充分体现知识、能力、素养的培养。本教材的特点首先是理念的创新，采用微型化实验为手段，选择绿色环保的实验内容为载体，以传播绿色化学理念为目的，增强了学生的环保意识，提高了学生的综合素养；同时节约学校经费开支，减少环境污染，保证实验的安全。其次是思维的创新，通过化学学科自身的发展规律，打破传统实验课程体系，使各学科间重新整合、优化，重构综合性、设计性、探究性的实验内容，使基础化学各学科间相互衔接，又独立成体系，为后续课程打下坚实的基础，使学生更全面、更系统地掌握相关知识。

由于编者水平有限，书中难免会存在一些疏漏或不足之处，敬请广大读者批评指正！

编 者

2017年3月

目 录

第一章 基础化学实验基本知识

第一节	基础化学实验的目的和要求	1
第二节	实验室规则和安全常识	1
第三节	实验室用水知识	5
第四节	化学试剂有关知识	8
第五节	基础化学实验常用仪器	10
第六节	数据的采集与处理	16
第七节	实验预习和实验报告书写	21

第二章 实验基本操作技能

第一节	常用玻璃仪器的洗涤与干燥	25
第二节	温度计和试纸的使用	27
第三节	固体、液体试剂的取用和估量	30
第四节	电子天平和称量操作	31
第五节	常用玻璃量器的使用	34
第六节	固体的溶解和沉淀的分离与洗涤	40
第七节	蒸发、结晶和过滤	41
第八节	pH 计的使用	46
第九节	离心机的使用	47
第十节	722 型可见分光光度计使用说明	49

第三章 无机化学实验

第一节	仪器的认领和基本操作训练	51
第二节	电解质溶液	53
第三节	碳酸钠溶液的配制和浓度标定的训练	58
第四节	醋酸电离度和电离平衡常数的测定	60
第五节	药用 NaCl 的制备	62
第六节	药用氯化钠的性质及杂质限度的检查	64
第七节	氧化还原反应与电极电势	67

第八节	配合物的生成、性质及应用	70
第九节	硫酸亚铁铵的制备	73
第十节	硫代硫酸钠的制备	75
第十一节	元素及其化合物性质	77

第四章 有机化学实验

第一节	熔点的测定及温度计的校正	83
第二节	旋光度的测定	85
第三节	常压蒸馏和沸点的测定	87
第四节	减压蒸馏	89
第五节	无水乙醇的制备	91
第六节	正溴丁烷的制备	93
第七节	乙酸乙酯的制备	95
第八节	乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备	96
第九节	茶叶中咖啡因的提取与分离	99
第十节	菠菜叶中色素的提取及分离	101
第十一节	油料作物中粗脂肪的提取及油脂的性质	103
第十二节	醇、酚和醚的性质	104
第十三节	醛和酮的性质	107
第十四节	羧酸、羧酸衍生物和取代羧酸的性质	109
第十五节	糖类化合物的性质	111

第五章 分析化学实验

第一节	葡萄糖干燥失重的测量	115
第二节	生药灰分的测定	116
第三节	容量分析器皿的校准	118
第四节	苯甲酸的含量测定	120
第五节	混合碱溶液各组分的含量测定	123
第六节	KBr 的含量测定(莫尔法)	126
第七节	中药明矾含量的测定	129
第八节	双氧水中过氧化氢含量的测定	132
第九节	维生素 C 的含量测定	134
第十节	醋酸的电位滴定	137

第六章 物理化学实验

第一节	溶解热的测定	141
第二节	凝固点降低法测定摩尔质量	145
第三节	三组分液-液平衡系统相图的绘制	149
第四节	蔗糖水解反应的速率常数及活化能的测定	153
第五节	丙酮溴化反应速率常数的测定	156
第六节	最大泡压法测定溶液的表面张力	159
第七节	固体在溶液中的吸附	163
第八节	乳状液的制备和性质	166
第九节	溶胶的制备及性质	170

第七章 综合性、设计性、探究性实验

第一节	综合性实验——磺基水杨酸合铜(Ⅱ)配合物的组成及其稳定常数的测定	173
第二节	综合性实验——冰硼散中冰片、朱砂、硼砂和玄明粉的含量测定	179
第三节	设计性实验——有机化合物的鉴别	181
第四节	设计性实验——山楂中总有机酸的含量测定	183
第五节	探究性实验——赤芍配方颗粒质量研究	185
第六节	探究性实验——牡丹皮水蒸气蒸馏提取及定性鉴别	187
附录一	常用元素的相对原子质量	190
附录二	实验室常用无机试剂的配制	190
附录三	常用缓冲溶液的配制	192
附录四	常用的酸碱指示剂	193
附录五	常见离子和化合物的颜色	194
附录六	常用基准物质及其干燥条件与应用	195
附录七	常用有机溶剂的沸点和密度	196
附录八	常用化合物的毒性及易燃性	199
附录九	常见共沸混合物	203

第一章 基础化学实验基本知识

第一节 基础化学实验的目的和要求

化学是一门实践性很强的自然科学，随着现代科学技术迅猛发展，新的实验手段和实验技术普遍应用到化学实验中，大量的常量实验逐渐改为微量、半微量实验。基础化学实验包含无机化学实验、有机化学试验、分析化学实验和物理化学实验，是基础化学教学中必不可少的重要环节。

基础化学实验教学的主要目的：

- (1) 通过实验获得感性认识，巩固和加深学生对课堂讲授的理论知识的理解和掌握。
- (2) 学会正确使用各种基本的化学仪器，掌握基础化学实验的操作和技能，为后续各科实验打下良好的基础。
- (3) 通过设计性实验、综合性实验和微型化实验，培养学生分析问题、解决问题、独立开展实验工作的能力，培养学生实事求是、细心观察、大胆推理、小心求证的严谨科学态度，为今后继续深造打下坚实的基础。

为达到良好的教学效果，提高实验教学质量，提出以下要求。

- (1) 实验前做好预习：预习是做好实验的基础，学生实验前一定要认真阅读实验教材，明确实验目的、原理、所用仪器及装置、操作的主要步骤及实验注意事项，做到心中有数，写好预习报告。
- (2) 实验时，自觉遵守实验室规则，在教师指导下正确使用仪器，严格按照规范进行操作，实验过程中积极思考，细心观察，做好实验记录。
- (3) 实验完成后，及时洗涤、整理仪器，对实验结果和实验现象进行计算和分析，总结经验教训，认真完成实验报告。

第二节 实验室规则和安全常识

化学实验中经常会用到易燃、易爆、有毒、有腐蚀性的试剂，若使用不当会造成着火、爆炸、中毒、烧伤等安全事故。为避免事故发生，实验者一定要加以重视，实验时集中注意力，遵守实验室规则，规范操作。

一、实验室规则

(1) 进入实验室,首先要熟悉各种安全用具(如灭火器、沙漏、湿抹布、急救药箱等)的使用方法及其放置地点,并妥善保管,不得移作他用或者挪动存放位置。

(2) 禁止将食物和饮料带入实验室,一切化学药品严禁入口,实验完毕必须及时认真洗手。

(3) 实验开始前要清点仪器,检查仪器是否完整无损,装置是否正确、稳妥,若有破损或缺少,应及时报告教师,按规定补领。

(4) 实验进行时要密切注意实验进行的情况和实验装置有无泄漏、破裂等异常现象。

(5) 实验操作有可能发生危险的时候,要采取适当的安全措施,如戴防护眼镜、面罩、手套等防护设备。

(6) 实验中所使用药品和试剂,不得带出实验室,不得随意散失、遗弃。实验中产生的有毒、有害物质,应当按照规定进行处理,以免污染环境,影响健康。

(7) 实验时应保持实验室和实验台清洁。废纸、火柴梗、废液等应放到指定地点,不能乱丢,更不能丢入水槽,以免堵塞或腐蚀下水道。

(8) 爱护公物,小心使用实验仪器和设备,使用完后要整理好并放回原位。

(9) 实验结束后要将仪器刷洗干净,放到规定位置,整理好桌面;要及时断水、断电。

(10) 值日生要打扫整个实验室,检查是否已断水、断电,关好门窗,经教师同意后方可离开实验室。

二、实验室事故的预防与急救

1. 防火

引起着火的原因很多,如用敞口容器加热低沸点的溶剂、加热方法不正确等,为了防止着火,实验中应注意以下几点。

(1) 不能用敞口容器加热和放置易燃、易挥发的化学药品。应根据实验要求和物质的特性,选择正确的加热方法。如对沸点低于 80°C 的液体,在蒸馏时,应采用水浴,不能直接加热。

(2) 尽量防止或减少易燃性气体的外逸。处理和使用易燃性气体时,应远离明火,注意室内通风,及时将蒸汽排出。

(3) 实验室不得存放大量易燃、易挥发性物质。

一旦发生着火,应及时采取措施,控制事故扩大。首先,立即切断电源,移走易燃物。然后,根据易燃物的性质和火势采取适当的方法进行扑救。小火可用湿布或石棉布盖熄,火势较大时,应用灭火器扑救。有机物着火通常不用水进行扑救,因为一般有机物不溶于水或遇水可发生更强烈的反应而引起更大的事故。地面或桌面着火时,还可用砂子扑救,但容器内着火不宜使用砂子扑救。身上着火时,应就近在地上打滚(速度不要太快)将火焰扑灭,千万不要在实验室内乱跑,以免造成更大的火灾。

2. 防爆

在化学实验室中,发生爆炸事故一般有以下两种情况。

(1) 某些化合物容易发生爆炸。如过氧化物、芳香族多硝基化合物等,在受热或受到碰撞时,均会发生爆炸;含过氧化物的乙醚在蒸馏时,也有爆炸的危险;乙醇和浓硝酸混合在一起,会引起极强烈的爆炸。

(2) 仪器安装不正确或操作不当时,也可引起爆炸。如蒸馏或反应时实验装置被堵塞、减压蒸馏时使用不耐压的仪器等。

为了防止爆炸事故的发生,应注意以下几点。

(1) 使用易燃、易爆物品时,应严格按操作规程操作,要特别小心。

(2) 反应过于猛烈时,应适当控制加料速度和反应温度,必要时采取冷却措施。

(3) 在用玻璃仪器组装实验装置之前,要先检查玻璃仪器是否有破损。

(4) 常压操作时,不能在密闭体系内进行加热或反应,要经常检查反应装置是否被堵塞。如发现堵塞应停止加热或反应,将堵塞排除后再继续。

(5) 减压蒸馏时,不能用平底烧瓶、锥形瓶、薄壁试管等不耐压容器作为接收瓶或反应瓶。

(6) 无论是常压蒸馏还是减压蒸馏,均不能将液体蒸干,以免局部过热或产生过氧化物而发生爆炸。

3. 防中毒

大多数化学药品都具有一定的毒性。中毒主要是通过呼吸道和皮肤接触有毒物品而对人体造成危害。因此预防中毒应做到以下几点。

(1) 称量药品时应使用工具,不得直接用手接触。做完实验后,应洗手后再吃东西,任何药品不能用嘴尝。

(2) 使用和处理有毒或腐蚀性物质时,应在通风柜中进行或加气体吸收装置,并戴好防护用品。尽可能避免蒸气外逸,以防造成污染。

(3) 如发生中毒现象,应让中毒者及时离开现场,到通风好的地方,严重者应及时送往医院。

4. 防灼伤

皮肤接触了高温、低温或腐蚀性物质后均可能被灼伤。为避免灼伤,在接触这些物质时,最好戴橡胶手套和防护眼镜。发生灼伤时应按下列要求处理。

(1) 被碱灼伤时,先用大量的水冲洗,再用1%~2%的乙酸或硼酸溶液冲洗,然后再用水冲洗,最后涂上烫伤膏。

(2) 被酸灼伤时,先用大量的水冲洗,然后用1%的碳酸氢钠溶液清洗,最后涂上烫伤膏。

(3) 被溴灼伤时,应立即用大量的水冲洗,再用酒精擦洗或用2%的硫代硫酸钠溶液洗至灼伤处呈白色,然后涂上甘油或鱼肝油软膏加以按摩。

(4) 被热水烫伤后一般在患处涂上红花油,然后擦烫伤膏。

5. 防割伤

基础化学实验中主要使用玻璃仪器，使用时不能对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。若发生割伤后，应将伤口处的玻璃碎片取出，再用生理盐水将伤口洗净，涂上红药水，用纱布包好伤口。若割破静（动）脉血管，血流不止时，应先止血。具体方法是：在伤口上方约 5~10cm 处用绷带扎紧或用双手掐住，然后再进行处理或送往医院。

6. 用电安全

进入实验室后，首先应了解水、电、气的开关位置在何处，而且要掌握它们的使用方法。在实验中，应先将电器设备上的插头与插座连接好后，再打开电源开关。不能用湿手或手握湿物去插或拔插头。使用电器前，应检查线路连接是否正确，电器内外要保持干燥，不能有水或其他溶剂。实验做完后，应先关掉电源，再拔插头。

三、实验室常用安全装置

1. 沙桶 实验台或地面小面积着火，可立即用沙子覆盖，使之隔绝空气而灭火。

2. 灭火器 化学实验室常用的灭火器有以下几种。

(1) 二氧化碳灭火器：适用于扑救 600V 以下的带电电器、精密仪器、贵重设备的火灾以及一般可燃液体的初起火灾。但不能用于扑救金属锂、钠、钾、镁、铝、铍、钛、铀等金属及其氢化物的火灾，也不能用于扑灭纤维物质的阴燃火。

(2) 1211 灭火器：适用于扑救带电电器、精密仪器、易燃液体和气体的初起火灾。也用于织物、木、纸等火灾的扑救。但 1211 的化学性质稳定，对大气臭氧层的破坏作用大，国外已开始淘汰，我国在 2010 年后也予以淘汰。

(3) 泡沫灭火器：适用于扑救油类等非水溶性可燃、易燃液体以及木材、橡胶、纤维等火灾。不能用于扑救水溶性可燃、易燃液体，如醇、酯、醚、醛、酮、有机酸等，也不能扑救带电电器和遇水发生燃烧爆炸物质的火灾。一般非大火通常不用泡沫灭火器，因后处理较麻烦。

(4) 干粉灭火器：其灭火效率高、速度快、不腐蚀、毒性低，适用于扑救可燃液体、气体的火灾，电器火灾以及某些不易用水扑救的火灾。

3. 紧急洗眼器

在实验室中，无论何种化学试剂溅入眼内，都应立即就地先用大量水冲洗，争取在第一时间把对眼睛的伤害降低到最低程度，然后再做进一步的处理和治疗。因此，化学实验室中应安装紧急洗眼器，见图 1-1。

4. 排气装置

实验室的排气装置有通风橱、排气扇、抽气罩等，其中抽气罩为国内近年来的新型排气装置，其使用灵活方便，能近距离靠近毒气污染源，排毒效率高，且装有噪音消音器，噪音小（48 分贝以下），见图 1-2。



图 1-1 紧急洗眼器

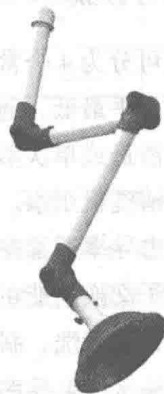


图 1-2 抽气罩

第三节 实验室用水知识

所谓实验,是指对现象所推测的假设加以验证的动作。假设能否被证明为真理,与假设能否具有再现性的结果至关重要。实验的再现性除了要有良好的技巧,还受到所用化学试剂的纯度和分析仪器的精密度的影响。实验中用来配置溶液的化学试剂及所使用的水的纯度对实验也非常重要。假设水中污染物会对实验结果造成影响,就必须去除这些物质。此外,为了取得良好的再现性结果,使用能保持稳定水质的纯水是必要的。

随着实验用的分析系统灵敏度的提高,对水的纯度有了更高的要求。

在水中,将距离 1cm 的两片表面积为 1cm^2 大小的电极加以通电,来监测两极间的导电率,通过所加电压和测得的电流能够获知两极间的电阻值,这个数值在水质分析中通常被称为电阻率或比电阻,其单位用 $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 来表示。

电阻率的倒数称为导电率或电导率,用 $\mu\text{s} \cdot \text{cm}^{-1}$ 来表示。

这两个参数是表示水的纯度的最常用参数。

将自来水中的离子去除,会使得电阻率值升高(导电率降低),但并非无限制的增加,这是因为部分水分子会电离为氢离子和氢氧根离子,其电阻率极限值为 $18.248\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ (25°C)。此外,电阻率值会随着水的电离常数而改变,因而会受到水温的影响。例如, 25°C 的超纯水,其电阻值为 $18.2\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$,但在 0°C 则为 $84.2\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$, 100°C 则为 $1.3\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。在 25°C 附近,当温度上升 1°C ,其电阻值将下降 $0.84\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。因此,纯水电阻率的测量通常选择动态测量方式(又称在线检测),且采用温度补偿的方法将测量值换算成 25°C 的电阻率,以便于计量和比较(多使用补偿至 25°C 的电阻率值来做衡量标准)。

此外,像总有机碳含量(TOC),热源内毒素含量,细菌含量,颗粒含量,微生物含

量,总溶解固体含量(TDS)等也常常被用作补充说明水质的重要参数。因此,水的纯度标准通常由以上这些参数的一项或几项来综合说明分级。

一、纯水的等级

实验室纯水可分为4个常规等级:纯水、去离子水、实验室Ⅱ级纯水和超纯水。

纯水:纯化水平最低,通常电导率在 $1 \sim 50 \mu\text{s} \cdot \text{cm}^{-1}$ 之间。它可经由单一弱碱性阴离子交换树脂、反渗透或单次蒸馏制成。典型的应用包括玻璃器皿的清洗、高压灭菌器、恒温恒湿实验箱和清洗机用水。

去离子水:电导率通常在 $1.0 \sim 0.1 \mu\text{s} \cdot \text{cm}^{-1}$ 之间(电阻率在 $1.0 \sim 10.0 \text{M}\Omega \cdot \text{cm}$)。通过采用含强阴离子交换树脂的混床离子交换制成,有相对较高的有机物和细菌污染水平,能满足多种需求,如清洗、制备分析标准样、制备试剂和稀释样品等。

实验室Ⅱ级纯水:电导率 $<1.0 \mu\text{s} \cdot \text{cm}^{-1}$,总有机碳(TOC)含量小于50ppb以及细菌含量低于 $1 \text{CFU} \cdot \text{ml}^{-1}$ 。其水质可适用于多种需求,从试剂制备和溶液稀释,到为细胞培养配备营养液和微生物研究。这种纯水可双蒸而成,或整合RO和离子交换/EDI多种技术制成,也可以再结合吸附介质和UV灯。

超纯水:这种级别的纯水在电阻率、有机物含量、颗粒和细菌含量方面接近理论上的纯度极限,通过离子交换、RO膜或蒸馏手段预纯化,再经过核子级离子交换精纯化得到超纯水。通常超纯水的电阻率可达 $18.2 \text{M}\Omega \cdot \text{cm}$, $\text{TOC} < 10 \text{ppb}$,滤除 $0.1 \mu\text{m}$ 甚至更小的颗粒,细菌含量低于 $1 \text{CFU} \cdot \text{ml}^{-1}$ 。超纯水适合多种精密分析实验的需求,如高效液相色谱(HPLC)、离子色谱(IC)和离子捕获-质谱(ICP-MS)。少热源超纯水适用于真核细胞培养等生物应用,超滤技术通常用于去除大分子生物活性物质,如热源(结果为 $<0.005 \text{IU} \cdot \text{ml}^{-1}$)以及无法检测到的核酸酶和蛋白酶。

目前世界上比较通用的纯水标准主要有以下几个:国际标准化组织(ISO),美国临床病理学会(CAP)试药及用水标准,美国测试和材料实验社团组织(ASTM),临床试验标准国际委员会(NCCLS),美国药学会(USP)等。同时,我国也有相应的纯水标准:中国国家电子级超纯水规格GB/T11446-1997和中国国家实验室用水规格GB6682-92等。因此市面上绝大多数的纯水系统,无论是进口的还是国产的,都是依据这些标准来设计流程的。

二、纯水的制备及检验

在化学实验中,根据任务及要求的不同,对水的纯度要求也不同。对于一般的分析工作,采用蒸馏水或去离子水即可;而对于超纯物质分析,则要求纯度较高的“高纯水”。由于空气中的 CO_2 可溶于水,故水的pH值常小于7,一般pH值约为6。

(一) 纯水的制备

由于制备纯水的方法不同,带来杂质的情况也不同。常用以下几种方法制备纯水。

1. 蒸馏法

目前使用的蒸馏器的材质有玻璃、金属铜、石英等,蒸馏法只能除去水中非挥发性的杂质,而溶解在水中的气体并不能除去。蒸馏水中杂质含量如表1-1所示。

表 1-1 蒸馏水中杂质含量

蒸馏器名称	杂质含量 ($\text{mg} \cdot \text{ml}^{-1}$)				
	Mn^{2+}	Cu^{2+}	Zn^{2+}	Fe^{3+}	Mo (VI)
铜蒸馏器	1	10	2	2	2
石英蒸馏器	0.1	0.5	0.04	0.02	0.001

2. 离子交换法

用离子交换法制取的纯水称为去离子水，目前多采用阴、阳离子交换树脂的混合床装置来制备。此法的优点是制备的水量大，成本低，除去离子的能力强；缺点是设备及操作较复杂，不能除去非电解质杂质，而且有微量树脂溶在水中。去离子水杂质含量如表 1-2。

表 1-2 去离子水杂质含量

杂质项目	Cu^{2+}	Zn^{2+}	Mn^{2+}	Fe^{3+}	Mo (VI)	Mg^{2+}	Ca^{2+}	Sr^{2+}
含量 ($\text{mg} \cdot \text{ml}^{-1}$)	<0.002	0.05	<0.02	0.02	<0.02	2	0.2	<0.06
杂质项目	Ba^{2+}	Pb^{2+}	Cr^{3+}	Co^{2+}	Ni^{2+}	B、Sn、Si、Ag		
含量 ($\text{mg} \cdot \text{ml}^{-1}$)	0.006	0.02	0.02	<0.002	0.002	不可检出		

3. 电渗析法

电渗析法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、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而使溶液中溶质和溶剂分开，从而达到净化水的目的。此法除去杂质的效果较低，水质质量较差，只适用于一些要求不太高的分析工作。

(二) 纯水的检验

纯水的检验有物理方法（测定水的电阻率）和化学方法两类。根据一般分析实验的要求，现将检验纯水的主要项目介绍如下。

1. 电阻率

水的电阻率越高，表示水中的离子越少，水的纯度越高。25℃时，电阻率为 $1.0 \times 10^6 \sim 10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水称为纯水，电阻率大于 $10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水称为高纯水，高纯水应保存在石英或塑料容器中。各级水的电阻率见表 1-3。

表 1-3 各级水的电阻率

水的类型	电阻率 (25℃) / $\Omega \cdot \text{cm}$
自来水	1900
一次蒸馏水 (玻璃)	3.5×10^6
三次蒸馏水 (石英)	1.5×10^6
混合床离子交换水	12.5×10^6
28 次蒸馏水 (石英)	16×10^6
绝对水 (理论最大电阻率)	18.3×10^6

2. pH 值

用酸度计测定与大气相平衡的纯水的 pH 值, 一般 pH 值应为 6 左右。采用简易化学方法测定时, 取两支试管, 在其中各加 10ml 水, 于甲试管中滴加 0.2% 甲基红 (变色范围 pH 4.2 ~ 6.2) 2 滴, 不得显红色, 于乙试管中滴加 0.2% 溴百里酚蓝 (变色范围 pH 6.0 ~ 7.6) 5 滴, 不得显蓝色。

3. 硅酸盐

取 10ml 水于一小烧杯中, 加入 $4\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HNO_3 5ml, 5% 钼酸铵溶液 5ml, 室温下放置 5 分钟。而后, 加入 10% Na_2SO_3 溶液 5ml, 观察是否出现蓝色, 如呈现蓝色则不合格。

4. 氯化物

取 20ml 水于试管中, 用 $4\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HNO_3 1 滴酸化, 加入 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ AgNO_3 溶液 1 ~ 2 滴, 如出现白色乳状物, 则不合格。

5. 金属离子

取 25ml 水, 加 0.2% 铬黑 T 指示剂一滴, pH 为 10 的氨性缓冲溶液 5ml, 如呈现蓝色, 说明 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等阳离子含量甚微, 水合格。如呈现紫红色, 则不合格。

第四节 化学试剂有关知识

化学试剂是具有一定纯度的标准的单质或化合物, 试剂的种类及特点差异很大, 要顺利进行各项试验, 保证试验安全, 达到预期试验目的, 对化学试剂要有一定的了解。

一、化学试剂的等级

化学试剂的等级标准, 目前世界各国并不统一。我国化学试剂的等级标准有三种: 国家标准 (GB)、部颁标准 (HG) 和企业标准 (Q/HG)。

我国由国家和主管部门颁布具体指标的化学试剂等级有四种, 按其纯度和杂质含量的高低分为优级纯、分析纯、化学纯和实验试剂。化学试剂的规格及适用范围, 见表 1-4。

表 1-4 不同等级化学试剂的对照表

等级	中文称谓	英文称谓	符号	标签颜色	纯度	应用范围
一级	优级纯, 保证试剂	Guarantee Reagent	G. R.	绿色	$\geq 99.8\%$	适用于精密的分析实验和科学研究
二级	分析纯, 分析试剂	Analytical Reagent	A. R.	红色	$\geq 99.7\%$	适用于一般科学研究和要求较高的定量、定性分析实验
三级	化学纯, 化学试剂	Chemical Pure	C. P.	蓝色	$\geq 99.5\%$	适用于要求较高的化学实验和要求不高的分析实验
四级	实验试剂	Laboratory Reagent	L. R.	黄色或棕色		适用于要求不高的一般化学实验

除表 1-4 中四种级别的试剂以外, 还有一些特殊规格的试剂, 如:

(1) 光谱纯试剂: 符号 S. P., 光谱法测不出杂质含量, 为光谱分析中的标准物质。

(2) 基准试剂: 纯度相当于或高于保证试剂, 是容量分析中用于标定溶液的基准物质或直接配制标准溶液。

(3) 色谱纯试剂: 在最高灵敏度下, 以 10^{-10} g 试剂无色谱杂质峰为标准。用做色谱分析的标准物质。

(4) 生化试剂: 用于各种生物化学实验。

各种级别的试剂因纯度不同价格相差很大, 所以, 使用时在满足实验要求的前提下, 应考虑节约的原则。

在试剂瓶的标签上 (一般在右上角), 有时注明“符合 GB”“符合 HG”或者“符合 HGB”的字样, 这些字样表示该化学试剂的技术条件 (或杂质最高含量) 符合国家规定的某种标准。如“符合 GB”, 即符合“国家标准”。在这些符号的后面有该化学试剂的统一编号。如 HG3-123-64 是无水硫酸钠的部颁标准代号, HGB3166-60 是结晶碳酸钠的部颁暂行标准代号。

二、化学试剂的分类

化学试剂的分类方法较多, 按类别可分为无机化学试剂和有机化学试剂; 按其性质可分为一般试剂和危险试剂等。这里着重介绍危险试剂的分类。

1. 易燃试剂

(1) 易燃液体: 如苯、乙醚、乙醇、汽油、丙酮、乙酸乙酯等。

(2) 易燃固体: 如硫、红磷、镁粉、锌粉、铝粉等。

(3) 易自燃试剂: 如白磷等。

(4) 遇湿易燃试剂: 如钠、钾、保险粉 (连二亚硫酸钠) 等。

2. 易爆试剂 如三硝基甲苯 (TNT)、硝化甘油、苦味酸、二硝基重氮酚等。

3. 有毒试剂 如氰化钾 (钠)、溴、甲醇、三氧化二砷、汞等。

4. 腐蚀性试剂 如强酸、强碱、甲醛、苯酚、乙酸酐、过氧化氢等。

5. 氧化性试剂 如高锰酸钾、重铬酸钾、过氧化钠、硝酸铵等。

另外, 放射性物品也属于危险试剂。

三、部分特殊化学试剂的存放与取用

试剂保存不当可能引起质量和组分的变化, 所以正确保存试剂非常重要。一般化学试剂应保存在通风良好、干净的房间, 避免水分、灰尘及其他物质的污染。化学试剂必须隔离存放, 不能混放在一起, 应根据试剂的毒性、易燃性、潮解性、腐蚀性等特点, 采用不同的存放方式。

(一) 易燃固体试剂

1. 白磷 着火点低, 在空气中能缓慢氧化而自燃, 应存放于盛水的棕色广口瓶中, 水