

21 世纪高等院校教材

大学化学 基础实验

浙江大学化学系 组编
郭伟强 主编



科学出版社
www.sciencep.com

21 世纪高等院校教材

大学化学基础实验

浙江大学化学系 组编

郭伟强 主编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书几乎涵盖了所有大学化学基础实验教学的内容,涉及无机化学实验、分析化学实验、无机及分析化学实验、有机化学实验等诸多课程(不含物理化学实验和仪器分析实验),内容包括相关实验需要掌握的基本实验技能、需要学会的各种实验方法,并提供了必要的基本参数和背景知识。

本书结构体系新颖,主要读者对象为材料化工、医学、药学、环境、农学等近化学专业本科学生。

图书在版编目(CIP)数据

大学化学基础实验/郭伟强主编 —北京:科学出版社,2005

(21世纪高等院校教材)

ISBN 7-03-014974-2

I. 大… II. 郭… 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(2005)第 009114 号

责任编辑:王志欣 刘俊来 王日臣 / 责任校对:朱光光

责任印制:安春生 / 封面设计:耕者工作室

科 学 出 版 社 出 版

北京东黄城根北街16号

邮政编码 100717

<http://www.sciencep.com>

源海印刷有限责任公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2005年7月第 一 版 开本:BS(720×1000)

2005年7月第一次印刷 印张:23 3/4

印数:1—4 000 字数:456 000

定价:30.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换〈环伟〉)

前 言

“大学化学基础实验”课程是综合性大学为近化学类学生开设的实验教学课程,内容涵盖了材料、化工、医学、药学、环境、农学等专业化学基础实验教学所需的内容,涉及以往的无机化学实验、分析化学实验、无机及分析化学实验、仪器分析实验、有机化学实验、物理化学实验等诸多实验课程,并与无机化学、分析化学(包括仪器分析)、有机化学、物理化学这四门化学基础主干课程相衔接。内容包括需要了解的基本实验操作要求、需要掌握的基本实验技能、需要学会的各种实验方法,并提供必要的基本参数和背景知识。

对于近化学类的学生而言,化学实验技能的培养是十分重要的;同样,操作技能的熟练与否将影响学生今后的工作与科研,因而我们在本教材编排中十分注意对学生实验技能的训练与培养。在第1章绪论中介绍了化学实验的基础知识;第2章介绍了化学实验的各种基本操作和常用实验仪器使用的方法,希望通过这一部分内容学习能有助于学生实验技能的提高;紧接着的第3章编排了认识物质性质和变化规律的实验,包括一些化学常数的简单测定方法。由于本书面对的是近化学类不同专业的诸多学生,在随后的三章中我们精选了82个实验,包括必须掌握的基本实验操作实验(或曰经典实验)和体现农、医、材料、环境等不同专业特色的“专业”实验,以及提高实验技能的综合性实验,部分实验有多种合成或检测的方法,供大家选择。第4章安排的是各种类型样品的分离、提纯、分析的方法;第5章实验的训练旨在让同学们能够掌握各类物质的合成方法,学会物质表征的基本处理模式;第6章的综合能力训练则希望有助于深化化学实验的内涵,了解化学实质的相互关联。附录列出了部分常用实验参数、本教材中部分合成或提取产物的红外光谱图和核磁共振谱图,以及部分试剂的提纯方法。

参加本教材编写的有郭伟强教授、张仕勇教授、李秀玲副教授、赵华绒副教授、郑豪副教授、张培敏副教授、章小波副教授、谭桂娥副教授和傅春玲副教授(排名不分先后)。全书由郭伟强主编。在本书的筹划过程中,陈恒武教授提供了很多有益的建议。

由于编者的水平和经验有限,书中难免有不妥之处,恳请广大读者批评、指正。在此谨表真诚的谢意。

编 者

2005年5月于杭州

目 录

前言

1 绪论	(1)
1.1 大学化学实验的目的、要求和注意事项	(1)
1.2 化学实验室的安全、救护和“三废”处理	(2)
1.3 化学试剂的规格、存放和取用	(6)
1.4 常用实验器皿的洗涤和干燥	(10)
1.5 实验误差、数据处理和实验报告	(15)
2 化学实验基本操作	(25)
2.1 天平、量器及其使用	(25)
2.2 实验样品的制备	(36)
2.3 样品的干燥方法	(37)
2.4 加热方法	(42)
2.5 冷却方法	(45)
2.6 沉淀的过滤与洗涤	(46)
2.7 结晶与重结晶	(49)
2.8 蒸馏方法	(50)
2.9 升华方法	(56)
2.10 搅拌方法	(58)
2.11 抽真空方法	(60)
2.12 萃取操作	(61)
2.13 色谱分析法	(65)
2.14 物理常数的测定	(74)
2.15 常用实验仪器	(82)
3 物质基本性质	(98)
实验 1 电解质溶液的性质	(98)
实验 2 氧化还原反应和电化学	(100)
实验 3 配合物的生成和性质	(104)
实验 4 吸附与胶体的性质	(107)
实验 5 常见阴、阳离子的分离鉴定	(109)
实验 6 有机化合物的基本化学性质	(119)

实验 7	天然有机化合物的化学性质	(125)
实验 8	乙酸解离度及解离常数的测定	(129)
实验 9	磺基水杨酸合铁配合物的组成及稳定常数的测定	(134)
实验 10	硫酸钙溶度积常数的测定	(137)
实验 11	$\text{KI} + \text{I}_2 \rightleftharpoons \text{KI}_3$ 反应平衡常数的测定	(139)
实验 12	化学反应转化速率和活化能的测定	(142)
实验 13	量气法测定锌铝合金组成	(146)
实验 14	阿伏伽德罗常量的测定	(149)
实验 15	糖类水溶液的旋光度测定	(151)
4	物质的分离、提纯和分析	(153)
实验 16	滴定分析的基本操作练习	(153)
实验 17	氮肥中氮含量的测定(甲醛法)	(157)
实验 18	双指示剂法在混合碱测定中的应用	(159)
实验 19	铅、铋混合液中铅铋含量的连续测定	(161)
实验 20	复方氢氧化铝药片中铝、镁含量的测定	(163)
实验 21	消毒液中过氧化氢含量的测定(高锰酸钾法)	(166)
实验 22	维生素 C 药片中抗坏血酸含量的测定	(168)
实验 23	注射液中葡萄糖含量的测定	(171)
实验 24	水体中化学耗氧量(COD)的测定	(173)
实验 25	土壤中硫酸根离子含量的测定	(177)
实验 26	氯化物中氯离子含量的测定(银量法)	(180)
实验 27	分光光度法测定铁的含量	(183)
实验 28	药物中有效成分的分光光度法同时测定	(185)
实验 29	蛋白质的分光光度法测定	(191)
实验 30	离子选择性电极测定水样中的氟含量	(193)
实验 31	生理盐水中氯离子含量的测定(电位分析法)	(196)
实验 32	茶叶中部分有效成分的提取和检测	(198)
实验 33	菠菜色素的提取和色谱分离	(204)
实验 34	橙油的提取和鉴定	(206)
实验 35	镇痛药加合百服宁的成分分析	(207)
实验 36	薄层色谱法分离偶氮苯和苏丹Ⅲ	(210)
实验 37	光化异构化和顺、反偶氮苯的鉴定	(211)
实验 38	柱色谱法分离甲基橙和亚甲基蓝	(212)
实验 39	氨基酸的纸上层析	(214)
实验 40	气相色谱填充柱的制备	(216)

实验 41	苯系物含量的气相色谱法测定	(218)
实验 42	稠环芳烃的高效液相色谱法分析及柱效能评价	(221)
5	物质的制备及表征	(224)
实验 43	硫酸亚铁铵的制备及质量鉴定	(224)
实验 44	氯化亚铜的制备与性质	(226)
实验 45	三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备及配合物组成、电荷测定	(228)
实验 46	顺式- $K[Cr(C_2O_4)_2(H_2O)_2] \cdot 2H_2O$ 的合成与组成分析	(234)
实验 47	正丁醚的合成	(238)
实验 48	1-溴丁烷的合成	(240)
实验 49	环己烯的合成	(242)
实验 50	乙酸乙酯的合成	(244)
实验 51	乙酸正丁酯的合成	(246)
实验 52	香料乙酸异戊酯的合成	(248)
实验 53	苯胺的绿色合成	(250)
实验 54	植物生长调节剂中间体——对氯苯氧乙酸的合成	(253)
实验 55	增塑剂-邻苯二甲酸二丁酯的合成	(256)
实验 56	肉桂酸的制备	(258)
实验 57	解热镇痛药乙酰苯胺的制备	(261)
实验 58	酸碱指示剂甲基橙的合成	(264)
实验 59	苯乙酮的制备	(266)
实验 60	三苯甲醇的合成	(268)
实验 61	二苯甲醇的制备	(272)
实验 62	食品抗氧化剂 TBHQ 的制备	(273)
实验 63	食品防腐剂苯甲酸的制备	(275)
实验 64	镇静催眠药巴比吐酸的合成	(278)
实验 65	安息香的辅酶合成	(280)
实验 66	苯片呐醇的光化学法合成	(283)
实验 67	107 胶的制备	(285)
实验 68	二苯叉丙酮的制备(微型实验)	(288)
6	综合能力训练	(290)
实验 69	天然水硬度的测定和软化处理	(290)
实验 70	铁矿中铁含量的测定及含铬废水的处理(无汞测铁法)	(293)
实验 71	硫酸四氨合铜的制备及表征	(297)
实验 72	水泥熟料中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定	(300)
实验 73	普通电镀液中主要成分的分析	(305)

实验 74	桂皮中香精油的提取和鉴定	(308)
实验 75	二茂铁的合成	(309)
实验 76	乙酰二茂铁的制备	(311)
实验 77	牛奶中酪蛋白和乳糖的分离与鉴定	(313)
实验 78	新鲜蔬菜中 β -胡萝卜素的提取、分离和测定	(316)
实验 79	解热止痛药阿司匹林的合成、鉴定与含量测定	(318)
实验 80	驱蚊剂 N,N -二乙基-间-甲苯甲酰胺的制备	(322)
实验 81	抗癌药去斑蝥素的合成	(324)
实验 82	偶氮染料毛巾红的合成	(329)
附录		(333)
一、元素的相关参数		(333)
二、部分化学物的摩尔质量		(338)
三、数理统计数据表		(341)
四、常用酸碱在水中的解离常数		(342)
五、常用酸碱溶液的相对密度和浓度(20℃)		(344)
六、常用试剂的基本性质		(346)
七、不同温度下水的基本参数		(349)
八、部分有机化合物的红外光谱与核磁共振谱		(351)
九、常用试剂的提纯方法		(365)

1 绪 论

1.1 大学化学实验的目的、要求和注意事项

在已经进入 21 世纪的今天,化学为广大的科学工作者提供了认识物质、使用物质、进而利用自然造福人类的思想武器。大学化学实验是一门从实验中认识化学,进而认识自然科学的重要课程,对一个科学工作者而言,实验技术是十分重要的。为了培养出符合新世纪发展需要的,具有扎实的“五基”(基础理论、基础知识、基本技能、基本思维、基本能力)、“四能”(能发现问题、能提出问题、能分析问题、能解决问题),并具有相应创新能力的新一代大学生,使大家在未来的工作中能利用化学的观念启迪自己的创新思维,提高自己的创新能力,我们希望大家通过本课程的学习,达到以下目的:

(1) 培养严谨的科学态度和实事求是、一丝不苟的科学作风,提高观察能力和动手能力,培养起科学工作者应有的基本素质。

(2) 正确、熟练地掌握大学化学实验的基本操作技能,充实实验基本知识,学习并掌握一些典型的制备和表征方法,掌握常用的分离、提纯和分析的方法,学会正确、合理选择实验条件和实验仪器的能力。做到一般的问题能自己解决,复杂的问题知道找谁解决。

(3) 加深对大学化学基本理论的理解,确立准确的“量”的概念,了解并掌握影响实验结果的关键环节,正确掌握实验数据的处理方法。

(4) 通过所设置的相关实验,训练和考察理论联系实际及独立发现问题、提出问题,进而分析与解决问题的能力。

(5) 养成良好的学习习惯,为后续课程的学习打下良好的基础。

为达到上述教学目的,特提出以下要求:

(1) 认真做好课前预习。认真阅读有关实验教材,理解实验原理,熟悉实验步骤,明确实验顺序和注意事项,并在专用的实验记录本上做好预习报告,做到不预习不进实验室。

(2) 在实验过程中认真进行每一步操作,积极思考每一实验步骤的目的和作用,实事求是地描述所观察到的实验现象,严谨地记录实验数据。所有原始实验数据都必须记录在预习本上,不得随意涂改。

(3) 严格遵守操作规程及应注意的各项细节,在使用性能不熟悉的仪器和试剂以前,应该查阅有关书籍、资料或请教实验指导教师及相关人员,以免发生意外

事故。

(4) 要树立绿色化学的概念。在保证实验准确度要求的前提下,尽量降低化学物质(尤其是有毒有害试剂及洗液、洗衣粉等)的消耗和排放。注意节约实验室的所有资源(如试剂、滤纸、纯净水等),在取用试剂前要核对标签,以免造成浪费和失败。

(5) 实验结束后仔细核对所得结果和相关数据,及时洗涤和清理所用的实验仪器与器皿,关闭电源、水阀和气路。按要求及时整理、计算和分析实验数据,重视对实验经验、教训的总结,并按时交出实验报告。

实验室与其他学习场所不同,要求大家注意以下事项:

(1) 自觉遵守实验室的各项规章制度。

(2) 按操作要求正确使用各种仪器设备,发生故障及时报告指导教师。如有损坏,须按相关程序处理。

(3) 为保证试剂的质量,取用药品的用具应保持清洁和干燥。除标准缓冲溶液外,已取出的试剂决不能再放回原容器内。所有化学试剂取用后应随即盖上盖子,以免张冠李戴而污染试剂。

(4) 经常保持实验室内的清洁和安静,实验台面上保持清洁,仪器摆放有序,操作有条有理,离开实验室时将所有废弃物分类放入相应的容器内,并将实验室打扫干净。

(5) 每个实验人员都必须知道实验室内电闸、水阀和煤气阀的位置,实验完毕离开实验室时应将这些阀、闸关闭。要知道洗眼器和冲淋设备的位置和使用方法,在发生事故时可在第一时间内迅速处理。

(6) 爱护仪器,节约试剂和水、电等。

(7) 所有实验室的物品不能私自、随意带离。

(8) 为安全起见,化学实验室内不得穿拖鞋、裙子与短袖衣服,有机合成实验时尽量戴上防护镜。

本课程内容涵盖无机化学、分析化学、有机化学三门化学基础主干课程的实验知识,包括需要了解的基本实验操作要求、需要掌握的基本实验技能、需要学会的各种实验方法。通过本课程的学习,同学们不仅可以掌握化学实验的基本要点和实验方法,了解许多与日常生活密切相关的科学知识,从中体会到实验的乐趣,更重要的是可以学习如何进行科学研究的方法,了解化学对于人类和社会进步的重大推动作用,树立献身事业、科技强国的信心。

1.2 化学实验室的安全、救护和“三废”处理

由于化学实验室的特殊性,存放和使用着多种易燃、易爆或有毒的化学药品,

为确保实验能顺利进行,保障实验人员安全,所有进入实验室的操作人员必须了解并遵守实验室的安全守则,了解一些实验室救护的基础知识,懂得常见事故的简单处理,养成良好的环保意识和习惯。

一、化学试剂的安全使用

(1) 使用 CCl_4 、乙醚、苯等有毒或易燃有机溶剂时要远离火源和热源,敞口操作,应在通风柜中进行。试剂用后及时加盖,置于阴凉处存放。低沸点、低闪点的有机溶剂不得在明火或电炉上加热,可用水浴、油浴或可调压电热套加热。用过的溶剂不可随意倒入水槽中排放,应回收集中处理。

(2) 加热和浓缩液体时,试管口要朝向无人处。会产生刺激性或有毒气体的实验应在通风柜内进行。嗅刺激性气体时不能直接凑近容器口,应用手将气流扇向自己的鼻孔。

(3) 使用浓酸、浓碱等强腐蚀性试剂时要小心,以免溅在皮肤、衣服和鞋袜上,一旦溅上应立即用水冲稀、擦净。如果溅入眼中应迅速用洗眼器冲洗。如果溅在身上的化学品较多的话,需立即进行冲淋。

(4) 稀释浓硫酸时应将浓硫酸在不断搅拌中沿玻璃棒缓缓注入水中,绝不能将水倒入浓硫酸中,以免迸溅。

(5) 使用 HF 、 HCl 、 HNO_3 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等试剂溶解样品时,以及用挥发性大的有机溶剂溶解或萃取样品时,应在通风柜中进行操作。尤其是使用 HClO_4 时,千万不能将其与有机化合物共同加热,否则将发生严重事故。

(6) 使用汞盐、氰化物、砷盐等有毒试剂时应特别小心,用过的废物不可乱扔、乱倒,应及时回收或进行特殊处理。严禁在酸性介质中加入氰化物。少量洒到实验台上的汞滴应及时用硫磺粉覆盖,收集后集中处理。

(7) 实验室内禁止饮食、吸烟,切勿以实验器皿代替水杯、餐具等使用,防止化学试剂入口。实验结束后要洗手,如曾使用过有毒药品,还应漱口。

(8) 保持水槽的清洁和通畅,切勿将固体物品投入水槽中。废纸和废屑应投入废纸箱内,废液应小心倒入废液缸中集中收集和处理,切勿随意倒入水槽中,以免腐蚀下水道及污染环境。使用过的钠丝尤其要小心,需集中处理。

(9) 使用高压气体钢瓶的主要危险是可能发生爆炸和泄露,因而必须严格按照操作规程进行操作。钢瓶应存放在阴凉干燥的地方,远离热源,最好能存放于单独的小屋中,用导管将气体引入实验室。高压钢瓶的种类可由其颜色加以辨认,见表 1.1。

表 1.1 高压气体钢瓶的标示

气体名称	瓶体颜色	字 样	字样颜色	横条颜色
氧气	天蓝	氧	黑	
氢气瓶	深绿	氢	红	
氮气	黑	氮	黄	棕
二氧化碳	黑	二氧化碳	黄	
压缩空气	黑	压缩空气	白	
硫化氢	白	硫化氢	红	红
二氧化硫	黑	二氧化硫	白	黄
石油气	灰	石油气体	红	
纯氩气	灰	纯氩	绿	

(10) 如果在实验过程中发生着火,应尽快切断电源或燃气源,并选择合适的灭火器材扑灭。如果着火面积较大,在尽力扑救的同时及时向“119”报警。

(11) 注意用电安全,湿手不要接触电器插头。

二、实验室事故的处理

当实验室因各种原因发生事故后,应镇静,立即采取相应的有效措施处理之。

1) 酸、碱腐蚀

当腐蚀性强的酸碱溅到身上时,首先用大量水冲洗,然后视情况处理:强酸用饱和 NaHCO_3 溶液(或稀氨水、肥皂水等)冲洗,强碱则用 1% 柠檬酸或硼酸溶液中和,最后用清水冲洗,涂上凡士林。若是氢氟酸,则应在用水冲洗后再以稀 Na_2CO_3 溶液中和,然后浸泡在冷的饱和硫酸镁溶液中半小时,最后再敷以特制药膏(20% 硫酸镁-18% 甘油-1.2% 盐酸普鲁卡因-水)。

若酸、碱溅入眼内,应立即用大量水冲洗(可用自来水),然后再分别用稀的碳酸氢钠溶液或硼酸饱和溶液冲洗,最后滴入蓖麻油(注意:蓖麻油有较大毒性,不可食用)。

2) 毒物入口

在进行有毒物质的实验时最好戴口罩。万一不幸进入口内时,首先应用大量水漱口,再饮用大量清水后用手指伸入咽喉部,促使呕吐(若是腐蚀剂中毒则不宜采用此法,可服用牛奶、蛋清或植物油等),然后立即送医院治疗。

若是吸入 Br_2 、 Cl_2 或 HCl 等刺激性或有毒气体时,可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气以解毒。若是吸入 H_2S 或 CO 气体而感到不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气。

3) 触电

遇到触电事件发生,首先要拉开电闸切断电源,并尽快地用绝缘物(干燥的木棒、竹竿等)将触电者与电源隔离,必要时再进行人工呼吸并迅速送医院救治。

4) 外伤

若是受利器割伤,应先将伤口中的异物取出,轻伤者可用酒精消毒后贴上“创可贴”;伤口较大或伤势较重的则在用酒精清洗消毒后,用纱布按住伤口,压迫止血,并立即送医院治疗。

若是被火、高温物体或开水灼烫后,不要用冷水冲洗或浸泡,若伤处皮肤未破,可涂擦饱和 NaHCO_3 溶液、凡士林或烫伤药膏。若烫伤严重,要立即送医院治疗。

5) 起火

有机物着火应立即用湿布或砂扑灭,火势太大则应选择合适灭火器扑灭。电器设备起火,应先切断电源,再用灭火器扑灭。常用灭火器的适用范围见表 1.2。

表 1.2 实验室常用灭火器及其适用范围

灭火器类型	药液成分	适用范围
酸碱式	H_2SO_4 和 NaHCO_3	非油类和电器失火的一般初起火灾
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 NaHCO_3	油类起火
二氧化碳灭火器	液态 CO_2	电器设备、小范围油类及忌水化学物品的失火
四氯化碳灭火器	液态 CCl_4	电器设备、小范围汽油丙酮等失火,不能用于活泼金属钾、钠的失火(否则会因强烈分解发生爆炸)
干粉灭火器	NaHCO_3 、硬脂酸铝、云母粉、滑石粉等	油类、可燃性气体、电器设备、精密仪器、图书文件和遇水易燃物品的初起火灾
1211 灭火器	CF_2ClBr 液化气体	特别适用于油类、有机溶剂、精密仪器、高压设备的失火

化学实验室的废水、废液和固体废弃物种类多,直接排放到室外必将造成环境污染,威胁人们的身体健康。如铅、汞等重金属及其化合物进入人体后因不易分解和排出,长期积累会引起胃痛、皮下出血、肾功能损伤等,严重时将有生命危险;有毒及刺激性气体吸入将强烈刺激呼吸道,溶入血液后将造成严重的后果;长期接触苯系物、氯仿和二氯乙烷等有机溶剂将引起白血病或再生障碍性贫血等严重疾病;多环芳烃则将诱发多种癌症。在崇尚“绿色”的 21 世纪,我们必须重视、关注废弃物的处理。

对于有害气体通常可采用液体或固体吸收法处理,其中以溶液吸收法成本最低,操作也简便,被广泛用于含 SO_2 、 NO_x 、 HF 、 HCl 、 Cl_2 、 NH_3 及多种有机蒸气的处理。固体吸收法则是用固体吸附剂将污染物分离,一般用于净化中低浓度的污染物质。常用的吸附剂有活性炭、硅胶、分子筛等。

废水处理一般有中和法(除去水中的酸碱物质)、萃取法(在处理污染物的同时还有回收利用的功效)、化学沉淀法(可除去大量的重金属离子、碱土金属离子及一些非金属元素,若能对沉淀作进一步处理将可提取、回收一些有用组分)、氧化还原法(可用于除去许多有害有机物)等。

在不具备独立进行相应处理的条件时,应将废水废液集中,交专门的处理机构处理。

1.3 化学试剂的规格、存放和取用

世界各国对化学试剂的分类和分级的标准不尽一致,都有自己国家、行业及学会的标准。国际标准化组织(ISO)近年来已经陆续颁布了许多种化学试剂的国际标准,国际纯粹与应用化学联合会(IUPAC)将化学标准物质分为五级,其中C级和D级为滴定分析标准试剂,E级为一般试剂。我国化学试剂标准有国家标准(GB)、化工部标准(HG)及企业标准(QB)三级。

一、常用试剂的规格

我国的化学试剂一般可分为四个等级,其规格和适用范围见表1.3。

表 1.3 我国的试剂规格及适用范围

等级	名称	英文名称	符号	适用范围	标签标志
一级品	优级纯 (保证试剂)	guarantee reagent	GR	纯度很高,适用于精密分析工作和科研工作	绿色
二级品	分析纯 (分析试剂)	analytical reagent	AR	纯度仅次于GR级,适用于多数分析工作和科研工作	红色
三级品	化学纯	chemical reagent	CP	适用于一般分析工作	蓝色
四级品	生物试剂	biological reagent	BR		黄色或其他色

还有一些特殊用途的高纯试剂,如色谱纯试剂(在仪器最高灵敏度进样分析时无杂质峰)和光谱纯试剂(以光谱分析时出现的干扰谱线的数目和强度大小来衡量)。要注意的是光谱纯的试剂不一定是化学分析的基准试剂,而基准试剂的纯度要相当于或高于保证试剂,主要用作滴定分析的基准物或直接配制标准溶液。

此外,化学试剂中的指示剂,其纯度往往不太明确。生物化学中使用的特殊试剂纯度的表示方法与化学试剂也有不同,如蛋白质类试剂的纯度常以含量表示,而酶试剂则以酶的活力来表示。

在化学实验中所选试剂的级别并非越高越好,要和所用的方法、实验用水、操作器皿的等级相适应。在通常情况下,常规的合成实验可选用化学纯或工业级的

试剂;分析实验中所用的一般溶液可选用 AR 级试剂,并用蒸馏水或去离子水配制。在某些要求较高的工作(如痕量分析)中,若试剂选用 GR 级,则不宜使用普通蒸馏水或去离子水,而应选用二次重蒸水,所用器皿在使用过程中均不应有物质溶出。在特殊情况下,当市售试剂的纯度不能满足要求时,可考虑自己动手精制(部分试剂的提纯方法见附录九)。

二、试剂的保管

由于试剂种类繁多,性质各异,有些试剂会因保管不当而变质失效,严重的会使实验失败甚至发生事故,因此,化学试剂的保管十分重要。固体试剂应装在广口瓶内,液体试剂盛放在细口瓶或滴瓶内,见光易分解的试剂装在棕色瓶内。盛碱液的试剂瓶要用橡皮塞。具体的保管方法需视情况而定,一般应注意以下几点:

(1) 剧毒药品,如氰化物和含砷、汞的化合物及氢氟酸等,要有严格的领用登记制度。

(2) 见光易分解及易被空气氧化的试剂,如 H_2O_2 、 AgNO_3 和 SnCl_2 、 FeSO_4 等,要以棕色瓶存放,并置冷暗处。

(3) 吸水性强的试剂,如无水碳酸钠、过氧化钠等应严格密封保存于干燥器中。

(4) 易腐蚀玻璃的试剂,如 NaOH 、 HF 等要用塑料瓶存放。

(5) 易相互反应的试剂,如氧化剂和还原剂要分开存放。

(6) 易挥发的试剂,如有机溶剂等要存放在有顶通风设备的专用试剂柜中。

三、取用试剂应注意的事项

所有试剂瓶都应有标签,标明试剂的名称、规格及配制日期。无标签的试剂在未确定物种和规格前不能取用。

瓶盖(塞)取下后应将顶部朝下放在干净的桌面上,否则将在盖上盖子时将杂质带入试剂瓶。取用后,所有试剂的瓶和盖子要对号入座,以免交叉沾污。

除校验 pH 计的标准缓冲溶液外,任何已取出试剂瓶的试剂均不得再放回原瓶内。

1) 液体试剂的取用(图 1.1)

(1) 从滴瓶中取液体试剂时,必须注意保持滴管垂直,避免倾斜,尤忌倒立,以防试剂流入橡皮头内弄脏试剂。滴加试剂时,应在容器口上方将试剂滴入,滴管尖端不可接触容器内壁。不得把滴管放在原滴瓶以外的任何地方,以免被沾污。

(2) 用倾注法取液体试剂时,将瓶盖倒放在桌上,右手握住瓶子,使试剂标签朝上(或两侧),以瓶口靠住容器壁,缓缓倾出所需液体,让液体沿着容器壁往下流。若所用容器为烧杯,则可用玻璃棒引入。取用试剂后,随即盖上瓶盖。

(3) 加入反应器内所有液体的总量不得超过总容量的 $2/3$,如用试管不能超过

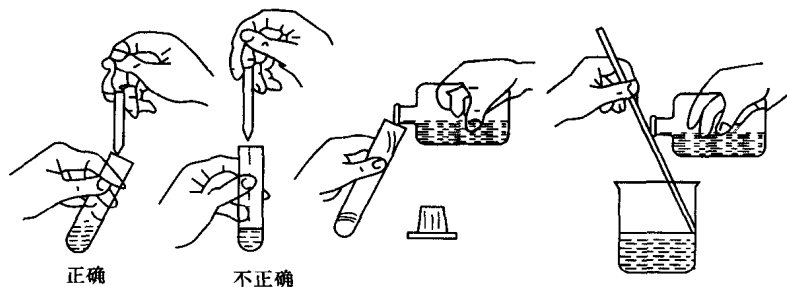


图 1.1 取用液体试样的方法

总容量的 $1/2$ 。

(4) 有多支移液管同时使用时,移液管和试剂瓶要一一对应,不得混淆,更不能使用同一根移液管不加洗涤而取用其他溶液。

2) 固体试剂的取用

固体试剂要用干净的药匙取用。常用的药匙两端有大小,取较少量试剂时宜用小匙。取用前应先用吸水纸将药匙擦拭干净,取用试剂后,一定要将试剂瓶塞盖严并放回原处,最后将药匙洗净并擦干。

四、试纸的使用方法

实验室中经常需要用试纸来证实某些物质的存在及相应的性质。常用的试纸有红色和蓝色石蕊试纸、广泛和精密 pH 试纸、乙酸铅试纸、碘化钾-淀粉试纸等。

(1) pH 试纸用来粗略测定溶液的 pH 值,广泛 pH 试纸测定的 pH 范围是 $0 \sim 14$,精密 pH 试纸按 pH 范围可分为 $2.7 \sim 4.7$, $3.8 \sim 5.4$, $5.4 \sim 7.0$, $6.0 \sim 8.4$, $8.2 \sim 10.0$, $9.5 \sim 13.0$ 等几种。pH 试纸的使用方法为:取一小块 pH 试纸放在点滴板上,用干净的玻璃棒蘸取待测液,点在试纸的中央润湿试纸,变色后立即与标准色阶板比较,与试纸颜色相似色阶的 pH 即为溶液的 pH(注意:不要将待测液倾倒在试纸上,更不能将试纸浸泡在溶液中,以免影响与色阶的比较)。各种 pH 试纸有配套的色阶板,不能混用。

(2) 乙酸铅试纸是用乙酸铅溶液浸泡过而又干燥了的滤纸,可根据是否生成黑褐色的硫化铅沉淀斑点来检验 H_2S 气体的存在与否。

(3) 碘化钾-淀粉试纸上浸有碘化钾和淀粉的混合物,用于确定 Cl_2 、 Br_2 等强氧化性气体的存在。当氧化性气体与润湿的试纸接触后,能将试纸上的 I^- 离子氧化为 I_2 , I_2 遇淀粉变蓝。当氧化性气体量较多且氧化性很强时,会使 I_2 进一步被氧化为 IO_3^- 离子,将会使已变蓝的试纸又变得无色,因此应注意观察。

各种试纸在使用时都应注意节约,每次用一小块即可。所用试纸应避免实验室中的气体污染而失效。

现在,各种新型专用试纸已经并将不断面世,如体温试纸、可卡因专用试纸等,需要我们及时掌握。

五、实验室用水及纯水制备

纯水是化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤剂,根据实验的任务和要求的不同,对水的要求也有所不同。有机合成后器皿的洗涤可直接用自来水,普通的无机合成及一般的分析实验可用蒸馏水,离子选择性电极法、配位滴定法和银量法等实验需用去离子水或纯度更高的水。分析用容器在用自来水洗涤后必须经纯水润洗方可使用。

纯水通常由以下几种方法制备得到:

(1) 蒸馏法。能除去水中的非挥发性杂质,但不能除去易溶于水的气体,通常含有一定量的 Na^+ 、 SiO_3^{2-} 等离子。该法制得的水的纯度因所选蒸馏器的材质(玻璃、铜和石英等)不同而不同。

(2) 离子交换法。所制得的水又称“去离子水”。优点是容易以较低成本制得大量高纯度的水;缺点是制备的水可能含有微生物和少量有机物,以及一些非离子型杂质。

(3) 电渗析法。在外加电场作用下,利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而使杂质离子从水中分离出来的方法。目前,二级反渗透装置制备的纯水已经能满足大多数实验的要求。对一些特殊要求的实验,可在二级反渗透装置后再接一级离子交换装置。

参照国际标准 ISO3696—1987,我国颁布了《分析实验室用水规格和试验方法》(GB6682—92)的国家标准,规定了分析实验室用水的级别、技术指标、制备方法及检验方法。表 1.4 列出了相应的技术指标。

表 1.4 分析实验室用水的级别和主要技术指标(GB6682—92)

指标名称	一级	二级	三级
pH 范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)/($\text{mS}\cdot\text{m}^{-1}$)	≤ 0.01	≤ 0.10	≤ 0.50
电阻率/($\text{M}\Omega\cdot\text{cm}^{-1}$)	10	1	0.2
可氧化物质(以 O 计)/($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	—	< 0.08	< 0.4
蒸发残渣(105℃ $\pm$ 2℃)/($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	—	≤ 1.0	≤ 2.0
吸光度(254nm, 1cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	
可溶性硅(以 SiO_2 计)/($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	< 0.01	< 0.02	

分析用的纯水必须严格保持纯净,防止污染,在储运过程中可选用聚乙烯容器。一级水一般在要用时临时制取。