

第一章 化学实验常识

基础化学实验技术是化学专业学生必须具备的最基本的实验技能知识,包括化学实验的基本常识、化学实验的基本操作方法、化学实验的基本研究方法、化学实验基本仪器的规范操作,以及化学实验中所涉及的通用测量与控制技术和基本的理化参数测试技术。学习中,通过对典型技能实验的实际操作训练,达到理论与实践的结合,并从中对化学实验的基本知识、基本方法、基本技能、基本仪器及操作技术有所掌握,对化学实验的全貌有所了解,为以后专业实验学习奠定良好的基础。

1.1 化学实验与化学实验教学

化学实验是进行化学研究的最基本手段。它是通过实验活动,对具体的化学问题进行实际的操作、观察、测试、分析和评价,寻找其化学的本质,给出其变化规律和应用信息的科学。纵观化学发展的历史,许多化学概念、规律的揭示,化学理论的产生,几乎都是建立在化学家们大量的实验研究基础上的。迄今近千万种新物质、新材料的问世和应用,都离不开专业人员反复不断的科学实验。显然化学实验对于化学理论的验证、建立和发展都起着不可替代的推动作用,它是理论发展的惟一基础和源泉。同样,在化学理论向化学应用的转化过渡和开发中,科学实验研究工作也是实现这种转化过程的必经之路和桥梁。因此,我们要在化学领域有所作为、有所发现、有所创造,就必须具有丰富、扎实的本专业实验技术和技能。

所以,在化学专业的学习中,必须注重化学实验实践活动,重视在实践中训练和掌握基本的专业实验技术和技能,注重自身能力的锻炼和提高。只有亲临实验的实践活动,才能掌握、积累、深化、提高自己的专业知识和实验技能。

1.1.1 化学实验课的教学目的

化学实验课的教学目的是使学生在学化学专业理论知识的同时,通过实验实践活动,学习和掌握化学专业的基本实验技术。所谓基本实验技术就是如何研究物质的变化规律,如何分离、分析与鉴别物质,如何合成、制备物质和如何将它们与生产实际联系起来,开发、扩展它们的应用。

这门技术在技能上的要求有:掌握各类实验研究的基本方法和方法原理;学会

规范的实验操作方法和技巧；学会观察、分析化学现象和测量数据并获得结果；学会如何选择、安装、调试和使用各种实验仪器，以及如何进行实验方案的设计和实验条件的选择等；初步具备独立解决实际问题的能力。

除此之外，实验课的教学目的还在于通过实验实践活动，培养学生求实、求真、实事求是的科学态度和相互协作、共同进取的团队精神，以及在实践活动中启发学生敢于创新和开拓的精神。简而言之，实验课的教学目的就是：学习技术、掌握技能、培养能力、提高素质，培养有知识、有能力、有技术的善于动脑、动手的化学专业人才。

1.1.2 实验课学习方法与教学基本要求

实验课的学习是以学生为主，通过实践活动来学习专业技术知识和技能，掌握从事科学实验研究的基本方法，获取解决实际问题的能力。教师的作用仅是引导和启发学生自主地实践与学习，依据专业技术和技能的基本要求，合理地选择搭配实验项目和内容，使学生对实验方法的学习和技能的训练达到科学化和系统化。同时要求对典型的实验技术、仪器的使用操作进行针对性的规范演示和指导

实验课在学习时,要求抓住实验预习、操作训练、实验报告三个学习环节。

1 实验预习

实验前必须进行充分的预习和准备，并根据要求写出预习报告，做到心中有数，这是做好实验的前提。学生通过对实验教材和相关资料的仔细阅读学习，明确实验的目的与要求，明确实验的方法及方法原理，明确基本仪器装置的使用方法与操作方法，明确在本实验中自己应学会掌握哪些技能，进行哪些操作训练。在预习的基础上，写出实验预习报告或提纲。

2. 实验操作训练

通过具体的实践活动，训练学生的基本操作能力和观察分析能力。要求学生按拟定的实验操作计划与方案,完成仪器的选用、安装,试剂的配制,实验条件的控制,完成实验的操作、实验现象与数据的观测、记录。在实验过程中,注意培养学生求实、求真、求准的严谨科学态度和一丝不苟、实事求是的工作作风,以及在实践中锻炼学生积极思维与探索，善于发现与解决实际问题的能力。

实验完成后，原始记录须指导教师检查、认可并签名。

3. 实验报告

实验报告是分析、表达总结实验结果的书面报告。其内容主要包括：实验目的与要求、实验原理、实验仪器装置与药品、实验条件与操作步骤、实验现象与数据的分析与处理、实验结果讨论及参考文献。其中实验结果讨论是报告的重要部分，通过对实验现象的分析与解释，实验方法和结果的评价与讨论，一方面可提高和加深

对涉及的化学原理和知识的理解,另一方面可据自己的实践,评估该实验在方法选择和条件控制上的利弊,提出改进意见和建议。同时总结自己在实验活动中的收获与体会,做到通过一次实验的实践,在能力和技能上都有所收获。

1.1.3 化学实验室学生守则

化学实验室守则是学生实验正常进行的保证,学生进入实验室必须遵守以下规则:

- (1) 进入实验室,须遵守实验室纪律和制度,听从老师的指导与安排。
- (2) 未穿实验服、未写实验预习报告者不得进入实验室进行实验。
- (3) 进入实验室后,要熟悉周围环境,熟悉防火及急救设备器材的使用方法和存放位置,遵守安全守则。
- (4) 实验前,清点、检查仪器、明确仪器规范操作方法及注意事项,否则不得动手操作。
- (5) 使用药品时,要求明确其性质及使用方法后,据实验要求规范使用。禁止使用不明确药品或随意混合药品。
- (6) 实验中,保持安静,认真操作,仔细观察,积极思维,如实记录,不得擅自离开岗位。
- (7) 实验室公用物品(包括器材、药品等)用完后,应归放回原指定位置。实验废液、废物按要求放入指定收集器皿。
- (8) 爱护公物,注意卫生,保持整洁,节约用水、电、气及器材。
- (9) 实验完毕后,要求整理、清洁实验台面,检查水、电、气源,打扫实验室卫生。
- (10) 实验记录经教师签名认可后,方可离开实验室。

1.1.4 实验安全知识

化学实验中,经常使用到各种电器、燃气、高压贮气瓶及大量化学试剂,这些都潜在着一定的不安全因素,若粗心大意或使用不当,都有可能发生意外事故。尤其化学试剂大多具有易挥发、易燃、易爆、有毒或有腐蚀的性质,因此使用时必须充分注意人身安全问题,必须掌握必要的安全防护知识,做到以安全防范为主。

1. 实验室安全守则

- (1) 进入实验室,须了解周围环境,明确总电源、急救器材(灭火器、消防栓、急救药品)的位置及使用方法。
- (2) 实验室内禁止吸烟、饮食,养成实验完后立即关闭水、电、气源,不随意乱放仪器、药品的好习惯。

(3) 保持实验室内的良好通风, 严防易挥发试剂或气源泄漏。

(4) 规范使用化学药品。用前须明确其性质及使用注意事项, 使用时严格按照实验要求进行操作。严禁混合或使用未标明药品。

(5) 实验仪器和装置的安装组合与使用应严格按实验要求规范操作, 确认科学合理且无泄漏时, 方可实验使用。

(6) 实验进行中, 不得擅自离开岗位。发生意外事故时, 应即时设法急救, 并报告指导教师。

2. 化学实验中常见事故的预防与急救

化学实验可能发生的事故有火灾、爆炸、中毒、腐蚀、割伤、触电等几种。只要我们严格遵守实验室安全守则, 事先明确实验中所用仪器、药品的性能和特点, 掌握它们的使用方法, 按要求规范操作, 不粗心大意, 就能把所有的事故隐患消除在萌芽状态。

(1) 火灾与爆炸事故的预防与处理

火灾与爆炸的发生是实验室事故中概率最大者, 引发原因主要有: ①缺乏基本知识。例如大多数可燃蒸气与空气的混合物都有可能具有一定的爆炸反应界限, 若不了解这种性质, 对介于此界限之内的混合气体, 一旦遇热、遇明火即可能发生爆炸。②仪器装置安装不当。如蒸馏装置密闭、未与大气相通, 明火加热易挥发易燃物品等引发爆炸。③未掌握药品性能或操作不当。如使用未经硫酸亚铁处理过氧化物的乙醚, 研磨、撞击不稳定化合物, 碱金属遇水等。④实验不认真, 操作马虎, 无科学态度, 如随意混合药品、乱倒实验废液、废料等。这些都有可能引发火灾或爆炸事故的发生。因此, 此类灾害的预防, 关键是在实验中要了解反应的性质和特点, 科学规范地进行操作, 才能消除事故于萌芽状态。

对于已经发生的此类事故的急救处理, 主要是迅速隔离(如关闭电源、火源、搬离周围物品), 即时灭火。应据发生火灾物质性质选用不同方式、不同器材进行灭火。

国际上据可燃性物的性质把火灾分为四类, 可以相应地采取不同的灭火方式, 供大家参考。

A类, 有机可燃固体。常用水、酸式泡沫灭火器灭火。

B类, 可燃液体。常用泡沫灭火、 CO_2 、干粉以及 1211 灭火剂, 抑制、阻断燃烧反应继续发生。

C类, 可燃气体。常用干粉、1211 灭火剂灭火, 作用同 B类。

D类, 可燃性金属。常用干沙覆盖隔离或用 7150 灭火剂形成隔离保护膜灭火, 切不可用水和能生成 CO_2 气类灭火剂。

(2) 化学中毒和腐蚀的预防与急救

化学试剂大多具有一定的毒性和腐蚀性。其中有些为剧毒药品,如砷化物、氰化物等;有些为强腐蚀性药品,如氨水、浓硫酸等。此类药品使用时,应严格领用制度,严格操作规程,实验时应有必要的人身防护措施,如使用防护用衣、手套、口罩、眼镜等。实验完后,废液应专门收集处理。发生中毒或腐蚀事故时,应及时采取措施救急。

①中毒 应据毒物性质服用解毒剂,并即时送医院急救。腐蚀性毒物中毒应灌注牛奶缓解,且不可服催吐剂。若为酸性物中毒,先饮水,再服氢氧化铝膏剂加鸡蛋白。若为碱性物中毒,先饮水,后服用醋酸果汁加鸡蛋白。非腐蚀性毒物中毒可服 1% CuSO_4 溶液催吐。毒气中毒则迅速离开现场,进行人工呼吸。

②灼伤 应据灼伤原因采取不同处理。常见碱灼伤,可用水冲洗,再用饱和硼酸溶液洗涤,涂油膏包扎。酸灼伤,用水冲洗,再用 5% 碳酸氢钠溶液洗涤,涂油膏包扎。若眼睛灼伤应按上述方法洗涤处理后,滴少许蓖麻油防护。

(3) 用电安全防护知识

实验室所用的电为 50 Hz 的交流电。常用到的是单相或三相交流电,其电压分别为 220V 或 380V。我国规定 36V、50Hz 的交流电为安全电压,超过 45 V、100mA 的交流电属危险电压范畴,若使用不当,即可发生触电或引发火灾事故。因此,安全用电必须注意以下几点:

①根据电器设备电压、功率规格,正确选择、使用电源插座及联接导线

②电器设备,按要求必须有良好的接地。

③严禁用金属导线代替电器保险丝(管)使用。

④严格按电器设备说明书进行操作,不可在有大大负载情况开启电器。

⑤电器的检查、安装工作不得带电进行。若发生触电或引发火灾,应首先切断总电源,再处理。

1.2 化学实验常用玻璃仪器与化学试剂

化学实验常用仪器有两类:一类属精密仪器类。可以说物理学中绝大部分的电、光、磁、声、波测量与控制仪器,在化学实验中都得到应用,它们促进了化学的发展,使人们对物质的结构、性质、变化规律的研究,由表层发展到内层、由宏观发展到微观状态的研究。这部分仪器将在后续章节中介绍。另一类是大量的玻璃仪器和其他通用仪器。它们主要用于化学制备,物质的分离及宏观性质的测试与控制。它们是化学实验的基础,也是本节要讲述的内容之一。化学试剂是化学实验用品的主体,通过学习,要求明确化学试剂的性质、分类、使用和贮存方法。

1.2.1 常用玻璃仪器

1. 化学实验仪器用玻璃

由于玻璃具有化学稳定性好、热稳定性高、机械强度高、电绝缘性好且无色透明和便于加工制作等特点, 因此是化学实验中大量仪器的基本材料。其主要化学成分为 SiO_2 , CaO , K_2O , Na_2O 等。若引入 B_2O_3 , Al_2O_3 , ZnO , BaO 等, 可获取功能不同的改性玻璃。

常见仪器用玻璃的种类、性质及主要用途见表 1-1。

表 1-1 常用仪器用玻璃材料

品种	名称	主要化学组成的质量分数/%						线膨胀 系数 α / $\times 10^{-7}$	耐冷热 急变温 度 $\geq 0^\circ\text{C}$	使用 温度 $^\circ\text{C}$	软化点 温度 $^\circ\text{C}$	典型 用途
		SiO_2	Al_2O_3	B_2O_3	Na_2O	K_2O	CaO					
特硬	石英 玻璃	99.5	0.01		0.14	0.03		5.3~5.8	1280	1200	1650	燃烧舟 或管
硬质 玻璃	GG-17	80.5	2.1	12.8	3.8	0.42	0.60	32	300	520	820	耐烧 仪器
	95 料	73.4	1.70	14.2	5.42	0.12	0.40	39	250	480	770	耐压 仪器
	高铝 玻璃	55.0	21.0	4.50	3.80	9.20	5.50	38	625	620	910	高温 温度计
软质 玻璃	钠钙 玻璃	74.0	4.5	4.5	12	1.21	3.3	85.89	150	430	698	一般 仪器
	钾玻 璃	73.0	5	4.5	9.4	3.2	3.3	73	220	430	750	玻璃 量具
	中性 玻璃	74.5	5.00	8.00	9.00	Fe_2O_3 4.00	ZnO 2.00	50	120	460	740	试剂瓶
	棕色 玻璃	74.5		1.00	13.80	(Fe_2O_3) 4.00	8.50	90	120	45	740	棕色 量具

硬质玻璃色泽淡黄, 具耐热、耐压、耐酸(不耐碱)、耐水腐蚀的化学稳定性, 是耐高温及耐压器皿的主要用材。如烧杯、烧瓶、压力计及真空实验装置皆用此类玻璃制作。

软质玻璃是一般不耐热玻璃器皿的主要用材。其中钾玻璃具较好耐碱腐蚀且不易失透明性的特点, 常用之做玻璃量具, 如容量瓶、移液管、滴定管等。中性玻璃的 pH 值为 7.0 ± 0.5 , 具较好的耐温、耐压性能, 多用于制造各种试剂瓶和药品

瓶。棕色玻璃中含 Fe_2O_3 者可作棕色避光量具,含有碳、硫化合物的钠钙棕色玻璃,则大量用于制作避光的试剂瓶与药瓶。

上述玻璃料中,惟有石英玻璃是耐热最高的玻璃,并具有可透过紫外光的特性,是光化反应、燃烧反应中反应器皿的惟一用材,也可用于光学测量中的棱镜、比色皿的制造。

2. 常用玻璃仪器

化学实验用玻璃种类很多,使用很频繁,就其用途可分为容器、量器和专门用途三大类。另外一些特殊用途玻璃仪器,将穿插在有关理化参数测定的章节中讲述。

(1) 容器类

① 试管 常见品种有普通平口试管、具塞试管(用于反应演示、少量制备实验)、支试管(用于少量气体制备实验)、离心试管(用于沉淀分离)等。

② 烧杯 主要用做非挥发性液相反应容器、溶解试样及配制溶液。硬料烧杯可置于石棉网上加热溶液。

③ 烧瓶 主要用于合成、制备、蒸馏分离等实验,方便体系密闭和防止试剂挥发,也便于连接其他功能玻璃器械构建成某种实验装置。

烧瓶有平口与标准磨口两类。标准磨口烧瓶便于与其他具标准磨口功能的仪器连接使用。我国生产的通用标准磨口玻璃仪器的口径编号有 10, 12, 14, 16, 19, 24, 29, 34, 40 号等九种。

④ 容器瓶 多用软质玻璃制成,用途各异。

(2) 量器类

量器类玻璃仪器有量筒、移液管、吸量管、容量瓶、滴定管等。

(3) 专用玻璃仪器

① 漏斗 普通漏斗、砂芯漏斗、玻璃钉漏斗及瓷质布氏漏斗多用于沉淀分离;梨型、球型、筒型分液漏斗多用于萃取分离,滴液漏斗、恒压漏斗则在制备实验中用于控制加料速度。

② 标准磨口组合仪器 这些玻璃仪器常用于有机物制备、蒸馏、分离实验的标磨配套仪器。品种甚多,可据实验要求,选配组装。

③ 干燥器皿 干燥器用于试样干燥贮存。干燥塔、管、球常用于气体干燥。

④ 其他器皿 杜瓦瓶用于保温、恒温;研钵用于研磨药品、混合固体混合物;吸滤瓶、水泵用于获取粗真空进行减压过滤或蒸馏;表面皿用于覆盖容器。

除以上玻璃器皿外,实验室尚有许多非玻璃器皿可解决高温或耐碱、耐 HF 腐蚀条件的反应控制问题,常见器皿有瓷质器皿、塑料器皿、金属器皿等。

以上仪器见附录 13 所示。

3. 玻璃仪器的洗涤

实验中所用的玻璃仪器的洁净与否直接影响到实验的成败,因此有效的洗涤是至关重要的。仪器的一般洗涤程序是:首先用水涮洗,再用毛刷蘸少量合成洗涤粉或去污粉刷洗,除垢后用自来水冲洗,若无残污,可用少量纯水清洗3次即可。若有残污应根据残污的性质选用各种药物洗涤液浸泡去污,再重复上述洗涤程序。清洗洁净的玻璃仪器应能被水均匀润浸而无水流条纹或不挂水珠。

除常规洗涤法外,尚有一些特殊的清洗方法:如超声波清洗用于复杂仪器的洗涤;过热水蒸气用于器皿表面吸附气体分子的清除;高温灭菌或灼烧可除去器皿表面污染物等都在化学实验中被应用。实验室常用的化学洗涤液的配制与使用方法如下:

(1) 铬酸洗液 强氧化性、强腐蚀性、有毒洗液。配制时取 20 g 重铬酸钾研细,溶于 40 mL 水中,搅拌下缓慢加入 360 mL 浓硫酸即成。用于除油垢或还原剂污物,一般采用冷或热液浸泡(下述各洗液使用方法同此)。

(2) 酸洗液 常用纯酸或混酸。如工业盐酸(浓盐酸和水各半)可除碱性物质及大多无机物残污;硝酸(50%)可除器皿表面吸附重金属离子;也可采用混酸如 1:1 或 1:2,盐酸与硝酸混合酸,除去微量的离子。

(3) 草酸洗液 取 8 g 草酸溶于 100 mL 水中,加少量浓盐酸配制。用于除二氧化锰、氧化铁残污。

(4) 碱性高锰酸钾洗液 取 4 g 高锰酸钾溶于水中,加 10 g 氢氧化钠,水稀释至 100 mL 即成。主要用于清洗油污及其他有机物,浸泡后有二氧化锰析出,可用草酸洗液再洗。

(5) 氢氧化钠(10%)洗液 用于煮沸除油污。

(6) 氢氧化钠-乙醇洗液 取 120 g 烧碱溶于 150 mL 水中,加入 95% 乙醇至 1 L 即可。用于除油污和某些有机物,效果甚佳。

(7) 有机溶剂 采用汽油、丙酮、乙醇、二甲苯、乙醚等有机溶剂溶解有机残污,达清洗目的。

(8) 乙醇-浓硝酸洗液 此法用于特难洗净的有机残污的清除。该洗液只能现配现用,且具危险性,一般在通风橱中进行。操作方法是取 2 mL 乙醇于污染器皿中,加入 4 mL 浓硝酸,静置片刻即激烈反应,放出大量热且生成二氧化氮,反应终止后水洗器皿即可。

4. 玻璃仪器的干燥

实验用玻璃仪器洗净后,是否需要干燥视实验要求而定。一般玻璃量器是无需专门干燥,更不能加热干燥,用时仅需用同试液或同溶剂润洗二遍,即可投入使用。但若实验要求在无水条件进行,则所有玻璃仪器必须选用适当方法进行干燥。

玻璃仪器干燥的方法有以下几种：

(1) 晾干 把洗净的仪器在无尘处倒置沥去水分，自然风干。一般可置器皿于干燥台架上，在通气玻璃柜橱中进行干燥。

(2) 烘干 把洗净沥去水分的仪器，口朝上，置于烘箱中，慢慢加热至 $105 \sim 120\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，烘半小时左右，待冷却后，小心取出使用。对一些件玻璃仪器，可在红外灯干燥箱中烘干。

(3) 吹干 对于急需干燥使用的仪器，清洗沥水后，加入少量与水相溶的乙醇、丙酮润洗除水，倾倒溶液后，再用电吹风，先冷风后热风吹至干燥为止，最后吹入冷风吹尽仪器内蒸气并冷却仪器。

1.2.2 化学试剂

化学试剂是指纯度达到一定要求的化学制品。了解化学试剂的分类、规格标准，以及合理使用和保管方面的知识，对于化学专业人员是必须的。

1. 化学试剂的分类

化学试剂按其化学组成与性质，可分为无机、有机、生化试剂几类。无机试剂包括金属和非金属的单质、化合物，比如氧化物、酸、碱、盐和配合物等。有机试剂包括烃、卤代烃、醇、醚、醛、酮、酸、酯、胺、硝基化合物及碳水化合物等。生化试剂包括蛋白质、菌、酶等生命科学试剂。

按用途分类，试剂可分为通用试剂与专用试剂两类。其中专用试剂种类很多。有作为化学标准物的标准试剂；有纯度高、性质稳定、组成恒定的定量分析用基准试剂；有用于物质分离、制备、鉴定、测定专门使用的专用试剂，例如指示剂、显色剂、萃取剂、试纸、色谱载体、固定液、光谱分析用标准物等。

2. 化学试剂的规格标准

化学试剂的规格标准是以其纯度及杂质含量划分的，反映了试剂的基本质量。

国际纯粹与应用化学联合会（IUPAC）把化学标准物质规定为五级：

A级 原子量标准；

B级 与 A级最接近的基准物质；

C级 含量为 $(100 \pm 0.02)\%$ 的标准物质；

D级 含量为 $(100 \pm 0.05)\%$ 的标准物质；

E级 以 C、D级试剂为标准，对比测定纯度相当于 C、D级纯度或低于 D级的试剂。

参照国际标准，我国对化学试剂的规格标准分为高纯、基准、优级纯、分析纯、化学纯、实验纯等六个等级，其中基准试剂相当于国际标准中的 C、D级。实验室常用的国家标准试剂（代码：GB）及瓶签标志见表 1-2。

表 1-2 国产试剂规格及瓶签标志

级别	中文标志	英文标志	标签色带
一级	优级纯	GR	深绿色
二级	分析纯	AR	金光红色
三级	化学纯	CP	中蓝色
四级	实验纯	LR	中黄色
	基准试剂		深绿色
	生化试剂	B.R./C.R.	深黄色、棕色

此外,国家有关部门还制定并颁布了一些化工部颁标准(代号 HG)、化工部颁暂行标准(代号 HGB)和产品企业执行标准(代号 QB)的试剂。实验室应根据实验要求选用。

3. 化学试剂使用注意事项

化学实验中,化学试剂的合理选用、规范的操作、科学的贮存保管都是必须注意的问题。它直接关系到实验的顺利进行,也关系到人身安全,因此化学试剂的使用应遵循以下基本要求:

(1) 实验中,试剂的选用以满足实验基本要求为前提,不可无端过高要求纯度等级。比如一般无机、有机性质与制备实验,用 CP 或 LR 试剂即可符合实验要求,试剂杂质只要对反应无影响即可。在试剂纯度要求较高的实验中,可选用 AR 或 GR 试剂。一般的原则是只要符合实验精度要求,试剂的选用等级就低不就高。

(2) 试剂开瓶前,须先明确其特性,再据条件开瓶。开瓶时瓶口不可对人,用后加盖。化学试剂中,有些见光分解,有些遇空气氧化,有的在过高室温下瓶内蒸气压很大,因此详细地了解试剂的理化性质,创造合适的条件开瓶用药是保证试剂质量和人身安全的需要。

(3) 试剂取用中,严防人为污染,取出物不可放回原试剂瓶。固体试剂取用要求专勺专用。液体试剂取用时应先倒入干净的容器中,再按要求量取样。剩余试剂或供他人再用,或专瓶回收。

(4) 试剂分装后,其标签须注明品名、规格、分装日期、产品出厂日期等。

(5) 试剂使用后,应即时盖好,严防密封不良或泄漏,并按条件保存。化学试剂的稳定是相对的,一般试剂都有其不稳定的因素,这主要决定于试剂的结构与性质。如:含 Cl^- 、 Br^- 、 SO_4^{2-} 、 SCN^- 、 NO_3^- 、 OH^- 的试剂易潮解,含 $\text{R}-\text{CO}-$ 、 $\text{HN}=\text{}$ 、 $\text{R}-\text{SO}_2-$ 的易水解,含 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 、 SO_3^{2-} 的易氧化,含 $=\text{C}=\text{}$ 、 $-\text{C}\equiv\text{C}-$ 、 $-\text{CHO}$ 的易聚合,含 OH^- 易吸收 CO_2 。这些试剂使用后若密封措施不当,或保存

条件不善皆可变质。对于含有 —O—O— 、 —O—Cl— 、 =N—Cl— 、 =N—X 、 —N=O 、 —N=N— 、 —N=C— 、 —NO_2 、 $\text{—C}\equiv\text{C—}$ 、 —N=C= 等原子基团的化合物稳定性更差,极易发生爆炸,危及人身安全,因此用完试剂后,除即时密封外,应根据试剂性质,创造贮存条件,分类存放。

1.2.3 实验室用水

化学实验中,仪器的洗涤、溶液的配制、均相反应的进行、试样的净化处理及分析测试等都离不开大量实验用纯水。

实验用纯水由天然水净化而来。天然水水源不同,所含杂质各异、制水的工艺要求也不同。总的来说,天然水中主要杂质有电解质、中性分子有机物、微生物、颗粒状物质和溶解于水的气体等五类。采取一定措施,尽可能除去这些杂质,即可获得不同等级的实验用纯水。

1. 实验室用水的规格

实验室常用的纯水有蒸馏水、去离子水、电渗水、二次蒸馏水、亚沸水等,因制备方法和工艺不同,其纯度也不同。我国把化学实验用水规格一般分为三级(参见国家标准 GB6682—86 和 GB6682—92),并详细制订了其技术指标,见表 1-3。其中电导率是衡量水纯度的主要指标。水的电导率愈小,说明导电杂质愈少,水纯度愈高。一般情况下三级水由单次蒸馏、电渗或离子交换而制备,二级水由三级水二次蒸馏而来,一级水由二次水经石英亚沸蒸馏器蒸馏获取。但无论采取何种制水工艺,能达几级纯水标准,决定于国家标准的技术指标。

表 1-3 实验室用水的级别与主要技术指标

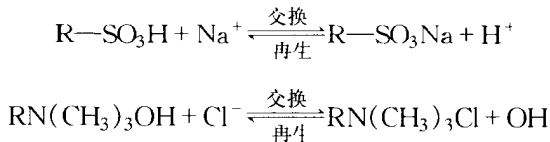
项 目	一级	二级	三级
pH(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)/ $\text{mS}\cdot\text{m}^{-1}$	≤ 0.01	≤ 0.10	≤ 0.50
可氧化物质(以 $[\text{O}]$ 计)/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	—	< 0.08	< 0.40
吸光度(254 nm, 1 cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	—
蒸发残渣(105±2℃)/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	—	≤ 1.0	≤ 2.0
可溶性硅(以 SiO_2 计)/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$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

2. 水的纯化方法

从天然水到纯水的制备工序,一般分为三步:首先是水的预处理,主要通过砂滤、膜滤除去水中的悬浮物与颗粒状物,通过活性炭吸附有机物 第二步是脱盐,常通过电渗析、反渗透、离子交换或蒸馏除去各种盐类(蒸馏还可除去可溶气体)第

一步是后处理，可通过紫外、超滤除去细菌及小颗粒状物，即可获取纯水。其中脱盐工序是纯水制备中至关重要的步骤，常用方法简介如下：

(1) 离子交换法 该法利用离子交换树脂网状结构骨架上的活性基团 $-\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{OH}$ 、 $-\text{SO}_3\text{H}$ 与水中杂质离子发生交换反应，除去水中杂质，获取纯水，也称去离子水 交换反应机理如下：



此法主要除去水中的无机离子。

(2) 电渗析法 该法利用离子交换膜对杂质离子（溶质）选择性的透过作用，加之外加直流电场作用下的杂质离子定向迁移，使水中正负离子定向迁移透过到双膜的两外侧面，双膜之间即可获取电渗纯水。电渗法常用在离子交换工序前，作水质前处理，其脱盐率达 90% 以上。

(3) 反渗透法 这是一种膜分离技术。它利用膜对溶剂（水）有选择性透过的功能，逆常规渗透现象而进行。常用方法是在膜的浓溶液一方施加静压，当静压远大于其溶液渗透压时，溶剂（水）由浓溶液中透过功能膜到膜的另一侧，获取纯粹的溶剂（水）。由于其脱盐率在 90% 以上，常作为离子交换工序的预处理工序。

(4) 蒸馏法 该法是通过水蒸馏获取纯水的方法，蒸馏器皿多采用硬质玻璃或石英玻璃材料。现在蒸馏法常用于获取二次水，即将普通去离子水重新蒸馏，弃去头尾各 1/4 容积，收集中段的水。另有一种亚沸水，则是在石英亚沸蒸馏器中，对一次水在不沸腾情况下进行蒸馏。它消除了沸腾时气体可能带入微粒杂质的问题，也消除了普通蒸馏器内表面润湿、引起杂质爬行而造成的污染。亚沸蒸馏是获取高纯水的特有方法。

3. 实验室用水注意事项

(1) 纯水的贮存应视水的等级选用不同贮存方法。一级水应现制备现用，不可贮存；二级水可贮存于密闭的专用聚乙烯容器内；三级水可贮存于密闭的聚乙烯或玻璃容器内。

(2) 仪器洗涤时应先用自来水冲洗，再据实验要求选不同等级的纯水少量多次润洗，注意节约用水。

(3) 针对实验性质与精度，合理选用纯水。一般性质实验、制备实验、常量分析实验、反应液配制可选用三级水。仪器分析、高纯反应可选用二级水或一级水。

第二章 化学实验操作技术

2.1 天平与称量

天平是用于物质质量计量的仪器。了解天平的种类,合理选择天平,正确的称量是做好化学实验的基本保证。

化学实验室的天平一般分两类:一是最大准确度为 0.1 g 的粗天平,二是精密分析天平。粗天平有托盘天平和摇摆工业天平。由于其准确度在 0.1 g 以上,常用来进行试样的粗称或精度要求不高的溶液配制中的称量。精密分析天平按结构可分为等臂、不等臂天平,扭力天平及电子天平等几种类型。其工作原理各不相同,但其最大称量一般为 $100\sim 200\text{ g}$,分度值在 0.1 mg 以下。还有一些称为微量分析天平,最大称量 25 g ,分度值为 0.001 mg 。此类天平用于试样的高精度称量。各种天平的选用应根据实验具体要求而定。

2.1.1 托盘天平的使用

托盘天平是实验室粗称药品和物品不可缺少的称量仪器,其最大称量(最小称量)为 $1000\text{g}(1\text{g})$ 、 $500\text{g}(0.5\text{ g})$ 、 $200\text{g}(0.2\text{g})$ 、 $100\text{g}(0.1\text{g})$ 。

1. 构造及工作原理

托盘天平构造如图 2.1 所示,通常横梁架在底座上,横梁中部有指针与刻度盘相对,据指针在刻度盘上左右摆动情况,判断天平是否平衡,并给出称量量。横梁左右两边上边各有一秤盘,用来放置试样(左)和砝码(右)。

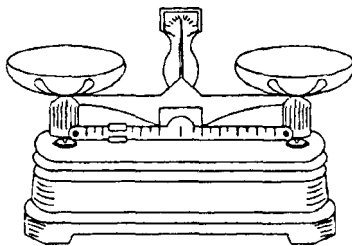


图 2.1 托盘天平

由天平构造显而易见其工作原理是杠杆原理,横梁平衡时力矩相等,若两臂长相等则砝码质量就与试样质量相等。

2. 托盘天平的操作

(1) 调零 将游码归零、调节调零螺母、使指针在刻度盘中心线左右等距离摆动,表示天平调好可正常使用。

(2) 称量 在左盘放试样,右盘用镊子夹入砝码(由大到小),再调游码,直至指针在刻度盘中心线左右等距离摆动。砝码及游码指示数值相加则为所称试样质

量。

(3)称量注意事项

- ①不得用天平称量热的物品。
- ②药品不得直接放在架盘中称量，须用容器或称量纸放置后称量。
- ③砝码不得用手移动。

2.1.2 分析天平的使用

分析天平是指具有较高灵敏度、最大称量量在 200 g 以下的精密天平。常见的一类精密天平是无光学读数装置的空气阻尼天平，也称普通标牌天平；另一类是具有光学读数装置的等臂、不等臂电光天平，也称为微分标牌天平。其称量加砝码方式又分为全自动机械加码和半自动机械加码两种。现以实验室常用半自动机械加码等臂天平为例，介绍分析天平的原理、结构和使用方法。

1. 天平的称量原理和分级

半自动机械加码天平是根据杠杆原理设计制造的。

我国通常以天平的标牌分度值（或称名义分度值）与其最大载荷之比值划分天平的精度(标牌分度值与最大载荷之比)等级。共分为十级,见表 2-1。

表 2-1 天平的精度与级别

天平级别	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
精 度	1×10^{-7}	2×10^{-7}	5×10^{-7}	1×10^{-6}	2×10^{-6}	5×10^{-6}	1×10^{-5}	2×10^{-5}	5×10^{-5}	1×10^{-4}

2.天平的构造

等臂半自动机械加码电光天平是实验室常用天平。图 2.2 是它的正面图，其主要部件如下：

(1)横梁 由铝合金制成，梁上装有三块三棱形玛瑙刀，其中一块在梁中间，刀口向下，称支点刀。在梁两边，距支点刀等距离处各装一块，刀口向上，称承重刀。三刀口须处同一水平线上。梁两边对称孔内各装有调节天平平衡用螺母一个。梁中部（或上部）有重心螺母一个，用于调节天平重心。

(2)立柱 空心立柱是横梁的起落架。柱顶嵌有玛瑙平板一块，配合横梁支点刀形成杠杆支点，柱上装有可升降的托梁架，天平不用时托起天平梁，使三刀口脱离接触。

(3)悬挂系统

①吊耳 吊耳位于天平梁两端，其下面中心处嵌有玛瑙平板。称量时，该平板与横梁两侧承重刀接触。悬吊起称盘。圈码承重片附加于右侧吊耳之上。

②秤盘 供放置砝码或称量物用，称量时悬挂于吊耳钩上，不称量时由盘托托

起。

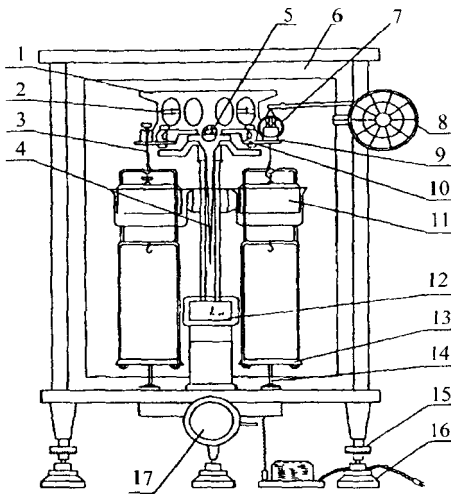


图 2 2 精密天平结构示意图

1—横梁 2—平衡螺丝 3—吊耳 4—指针 5—支点刀 6—框罩 7—环码 8—加码指数盘 9—支柱；
10—托叶 11—阻尼筒 12—光屏 13—托盘 14—盘托 15—水平调整脚 16—减震脚垫 17—升降钮

③阻尼器 由内、外筒组成,外筒固定于支架上,内筒悬挂于吊耳钩上,置于外筒之中。天平开启时,内筒与吊耳、秤盘同步移动。由于两筒内空气阻尼作用,使天平很快达平衡状态。

(4)天平升降枢 是天平的制动系统,位于天平台下中部,与托梁架、盘托和光路电源相连接,由天平启动旋钮控制调节。顺时针开启时,托梁下降,三刀口与相应平板接触,光电源接通,天平处工作状态。反之天平处于停运行状态。

(5)光学读数系统 横梁的指针下端装有缩微标尺,工作时,光源通过光学系统将此缩微标尺放大,再反射投影于光屏上。若标尺投影零刻度线与光屏上中垂线重合,则天平处平衡位置。

(6)自动加码装置 半自动天平的此装置一般位于天平之右上部,转动加码指数盘,即可直接向天平梁上加 10~990 mg 的圈码。

(7)天平箱 天平箱用于保护天平不受环境条件影响。箱两侧玻璃拉门,供取放砝码和称量物质用。箱底部有三只支承脚,前边两脚可调动,供调节天平水平用,天平立柱上端固定有水平泡一只,供观察天平的水平状态。

(8)砝码 半自动天平配备有一盒砝码。砝码是衡量质量的标准,应定期检查标定。

3 天平的计量性能及检定方法

(1) 计量性能 分析天平的计量性能指标主要包括灵敏度、示值变动性和不等臂性等。

①灵敏度 天平的灵敏度 (E) 通常是指在天平一盘中增加单位质量 (1mg) 时,天平指针的偏移程度,常以分度/毫克表示。显然偏移程度愈大,天平愈灵敏。

也有用天平感量(S)来表示天平灵敏度的,即天平指针移动一个分度相当的质量数,也称分度值。它与 E 的关系为

$$S = \frac{1}{E}$$

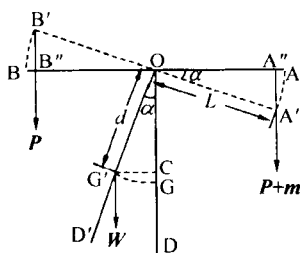


图 2.3 天平力矩平衡图

影响天平灵敏度的因素很多,首先是天平三个玛瑙刀口的锐利程度;其次天平梁的重量 W ,梁的重心位置,天平臂的长度 L ,以及天平的负载状态都影响到天平的灵敏度。我们可从图 2.3 天平力矩平衡的分析中看出。图中, O 为天平支点, P 为盘重, L 为天平臂长, d 为天平梁重心 G 距支点 O 的距离; W 为天平梁重量。天平空载时,指针位于 D 处。当在 A 盘中增加 m 小砝码时,指针偏移至 D' ,横梁 BOA 倾斜至 $B'OA'$,倾斜角为 α 。显然倾斜后天平梁重心上移至 C 。两盘与支点的力矩变短为 OB'' 与 OA'' 。据杠杆平衡原理:

$$(P + m) \cdot OA'' = P \cdot OB'' + W \cdot CG' \quad (2.1)$$

由于 $OA = OB$,故 $OA'' = OB''$,代入式(2.1)得

$$m \cdot OB'' = W \cdot CG' \quad (2.2)$$

由图可知

$$OB'' = OA'' = OA \cdot \cos \alpha = L \cdot \cos \alpha$$

$$CG' = OG \cdot \sin \alpha = d \cdot \sin \alpha$$

代入式(2.2)得

$$m \cdot L \cdot \cos \alpha = W \cdot d \cdot \sin \alpha$$

整理后为

$$\tan \alpha = \frac{Lm}{dW}$$

当所加砝码为 1mg ,指针倾斜角 α 不太大时,则有

$$\frac{\alpha}{m} = \frac{1}{Wd}$$

$$E = \frac{1}{Wd}$$

由此式可知：天平臂愈长，天平梁愈轻，其重心愈高则天平愈灵敏。在天平一定的条件下，可通过调节重心螺母位置，改变天平灵敏度。但应注意，过高的调节重心，会引起天平臂摆动难以静止，反而降低了天平的稳定性。一般常量电光天平的灵敏度应为 10 分度/毫克，或分度值 $S = 0.1$ 毫克/分度即可。

② 示值变动性 示值变动性 (ΔL) 的大小反映了天平的稳定性，也代表着称量结果的可靠程度，即准确度。它是指在同等的天平平衡条件下（空载或全载），多次反复开启天平、观测天平指针位置的重现性大小，若以 L_O 、 L_P 表示空载、全载时天平指针移动分度值，则变动性 ΔL 为

$$\text{空载时} \quad \Delta L_O = L_{O(\text{最大})} - L_{O(\text{最小})}$$

$$\text{全载时} \quad \Delta L_P = L_{P(\text{最大})} - L_{P(\text{最小})}$$

显然对于一架天平，其 ΔL 值愈小，测量准确度愈可靠。但由于天平本身结构和测量时环境条件变动的影响，天平示值变动性总是存在的。我们只能要求天平的示值变动性应当小于该天平的感量，这样才能实现准确的称量。

③ 不等臂性误差 由天平的不等臂性引起的称量误差，是仪器本身的系统误差。当天平两臂长分别为 L 和 $L + \Delta L$ 时，若天平处中心平衡位置，则据杠杆原理所称之物重必不等，分别为 $W + \Delta W$ 和 W ，则有

$$L \cdot (W + \Delta W) = (L + \Delta L) \cdot W$$

$$\text{变换后有} \quad \frac{\Delta W}{W} = \frac{\Delta L}{L} \quad \text{或} \quad \Delta W = \frac{\Delta L \cdot W}{L}$$

由上式可知，天平不等臂性越显著，称量结果偏差越大，而且随称量的量增大，此偏差 ΔW 随之增大，当天平全负载时， ΔW 达最大值。

消除由天平不等臂性造成的称量误差的方法有：一，在称量量较小的情况下，由于量小，引起的不等臂性偏差很小，当它小于天平自身的感量时，此偏差自然可忽略不计。或者采取在一个实验项目的整个称量中，使用同一天平来抵消这种误差；二，用于较大的称量中，采用替代称量法或交换称量法消除该系统误差。所谓替代称量法是在同臂同盘中通过称量物与砝码相互替代称量。当天平平衡时，称盘中同盘所移出的砝码质量即为称量物之质量。此法类同于单盘不等臂天平工作原理，通过减去等量砝码来获取称量物质量，不存在不等臂性引起的系统误差。

(2) 天平性能检定方法 天平性能的检定项目主要有天平的分度值（即灵敏度测定）、示值变动误差和不等臂性误差。检测方法是：首先在空载下调节天平