

大学化学实验丛书

综合化学实验

李 珺 张逢星 李剑利 主编



科学出版社

大学化学实验丛书

综合化学实验

李 珺 张逢星 李剑利 主编

国家基础科学人才培养基金(J0830417,J1103311)

国家级化学特色专业

国家级无机化学与分析化学教学团队

陕西省人才培养模式创新实验区项目

资助出版

陕西省化学专业实验课教学团队

西北大学“211”基础实验室建设项目

西北大学质量工程项目

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书分为概论、基本型综合实验、应用型综合实验、研究型综合实验与科研探索计划、附录五个部分,收录编写了49个实验,8个专题。

概论介绍了综合化学实验课程的基本要求,实验室必备的环境保护和安全知识。基本型综合实验和应用型综合实验部分采取专题带实验项目的模式。研究型综合实验与科研探索计划则以课题模式领衔,给出一些热点方向的背景、示范实验和拓展导引等,与学生创新研究活动结合在一起,构成学生科学研究训练计划。

本书可作为高等学校理工科化学、应用化学等专业高年级化学实验教材以及研究生的实验参考书。

图书在版编目(CIP)数据

综合化学实验/李珺,张逢星,李剑利主编. —北京:科学出版社,2011.9
(大学化学实验丛书)

ISBN 978-7-03-032339-2

I. ①综… II. ①李…②张…③李… 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(2011)第185450号

责任编辑:陈雅娴 丁 里/责任校对:包志虹

责任印制:张克忠/封面设计:华路天然工作室

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>

新蕾印刷厂印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2011年9月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2011年9月第一次印刷 印张:20

印数:1—4 000

字数:515 000

定价:42.00元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

《大学化学实验丛书》

编写委员会

主 编 申烨华

编 委(以姓氏拼音为序)

白 泉	陈六平	陈三平	崔 斌	董 林
高胜利	黄 怡	雷根虎	李剑利	李 珺
刘 斌	申烨华	宋俊峰	孙尔康	王俊儒
王骊丽	王尧宇	卫引茂	魏 青	阎宏涛
杨秉勤	杨科武	岳可芬		

《大学化学实验丛书》编写说明

2006年西北大学化学实验教学中心被评为国家级实验教学示范中心。以此为契机,学院深化教学改革,进一步明确化学本科人才培养的目标,即培养具有扎实的化学基础和一定的生命科学与材料科学知识背景,实验技能强、综合素质高,受到系统科研训练、具有自主学习能力、实践能力、探索精神、创新能力和合作精神的高素质本科生,以强化实践教学为原则,育人为本、加强基础、注重交叉、突出创新、提高素质、体现特色。以此为指导,构建了“三层面、双系统、多途径实验课程新体系”。所谓三层面是指:第一层面,基础化学实验,包括基础化学实验Ⅰ(无机化学与化学分析实验)、基础化学实验Ⅱ(有机化学实验)、基础化学实验Ⅲ(物理化学实验)、基础化学实验Ⅳ(仪器分析实验),主要训练学生单元操作的能力,对基本技能进行训练;第二层面,综合化学实验平台,主要训练学生连接单元操作、设计实验、分析未知物等能力,对研究方法和思维能力进行训练;第三层面,创新研究实验平台,包括创新研究实验Ⅰ(化学生物学实验)和创新研究实验Ⅱ(材料化学实验),开设生命科学和材料科学等领域代表化学学科发展方向的实验,使学生对学科的发展方向和科研工作的一般规律有所认识,拓展科研思路,培养其科学素养和从事科研工作的能力。

《大学化学实验丛书》是西北大学化学国家级实验教学示范中心建设的重要成果。丛书由7本实验教材和2本手册组成,分别为《基础化学实验Ⅰ(无机化学与化学分析实验)》、《基础化学实验Ⅱ(有机化学实验)》、《基础化学实验Ⅲ(物理化学实验)》、《基础化学实验Ⅳ(仪器分析实验)》、《综合化学实验》、《创新研究实验Ⅰ(化学生物学实验)》、《创新研究实验Ⅱ(材料化学实验)》、《化学实验基本技能手册》和《常用分析仪器使用手册》等。实验教材在内容上包括基础实验、综合实验和设计实验等。在三个不同层次的实验中,综合设计型实验的要求是:第一层次基础实验中,侧重于兴趣的提高和实验的延伸,为综合实验奠定基础;第二层次综合实验中,侧重于二级学科的融合和单元操作的衔接;第三层次创新研究实验中,注重学科前沿和科学研究能力的培养。《化学实验基本技能手册》注重基础能力的培养,《常用分析仪器使用手册》注重开拓学生研究视野,培养创新意识和实际操作能力。

《大学化学实验丛书》由西北大学组织,南京大学、中山大学、西北农林科技大学、西安交通大学、第四军医大学、陕西省进出口检验检疫局、西安近代化学研究所、咸阳师范学院、陕西省环境监测中心站等联合编写,适合于各层次理工科专业的化学实验教学。

本套《大学化学实验丛书》受到国家基础科学人才培养基金(J0830417, J1103311)、国家级

化学特色专业、国家级无机化学与分析化学教学团队、陕西省人才培养模式创新实验区项目、陕西省化学专业实验课教学团队、西北大学“211”基础实验室建设项目、西北大学质量工程项目等项目资助。

由于编者的水平和经验有限,书中难免有疏漏和不妥之处,敬请读者批评指正。

《大学化学实验丛书》编写委员会

2011年6月

前 言

《大学化学实验丛书》共九册。第一、二、三、四册分别对应第一层次基础化学实验课程,主要培养学生单元操作的能力,对基本技能进行训练。第五册对应综合化学实验课程,主要培养学生连接单元操作、设计实验、分析未知物等能力,对研究方法和思维能力进行训练。第六、七册分别对应第三层次创新研究实验课程,对学生进行科研全过程的训练,使学生对学科的发展方向和科研工作的一般规律有所认识,拓展科研思路,培养其科学素养和从事科研工作的能力。第八、九册为手册。前言注重基础能力的培养,后者注重开拓学生研究视野,培养创新意识和实际操作能力。

本书是第五册《综合化学实验》。西北大学化学实验教学中心于1999年开始设立综合化学实验课程,2003年在西北大学出版社曾出版同名教材。2007年该课程获得陕西省高校质量工程教学改革立项资助,2009年该课程获批为陕西省精品课程。以此为契机,编者进行了新一轮课程内容的改革与探索,同时总结课程开设12年来的实践,编写了全新的《综合化学实验》教材。本书总结了该课程12年的教学积累,构建了新的课程体系,并努力适应化学学科研究水平的提高,通过实施多种形式的实验以及本科生各类各级创新基金,外延了课程作用,整体提升学生的综合素质和科研素养。

在构建新的课程体系时,编者力求体现如下三项指导思想:①综合化学实验作为开设在基础化学实验之后的多学科性和综合性实验课程,应担负培养学生综合应用化学知识和多种化学研究方法分析问题、解决问题的能力,实验内容着力体现实验训练的综合性;②化学学科作为实用性很强的学科,越来越多地与诸多学科融汇,形成交叉化学新分支,因此,实验内容还应适当追踪化学研究前沿,反映科研成果,增加交叉领域的实验项目;③创新思维和科学研究精神的培养始终是综合化学实验的教学主线,这使该课程成为全面、科学地培养学生的重要载体。故课程中应当设置多个环节,或在过程中体现科学研究思维和精神的培养,或采用实验背景知识将学生直接导引到较新科学研究领域,还可以结合学生早期进入科学研究实验室实习和各类各级创新基金项目,直接进入科学研究工作中。

基于上述指导思想,本书在精选实验项目的基础上,巧妙构思编排形式。全书共4章,第1章为实验课程概论,然后依基本型综合实验、应用型综合实验和研究型综合实验与科研探索计划三大类实验项目分别设第2章至第4章。在第2章和第3章中,采取专题带实验项目的模式,设立化合物合成与表征、配合物研究方法、苛刻条件下合成技术、分离技术与天然产物有效成分提取、应用电化学、精细化学品合成、绿色化学与绿色合成、功能材料8个专题;第4章则以课题模式领衔,给出一些热点方向的背景、示范实验和拓展导引等,与学生创新研究活动结合在一起,构成学生科学研究训练计划。

本书由西北大学李珣、张逢星和李剑利担任主编,李珣负责全书的策划和统稿,张逢星负责全书的审定;西北大学郭慧林、白泉和王兰英,西北农林科技大学王俊儒和张继文等参与了部分实验项目的提供或编写;西北大学综合化学实验课程组董绮功、南志祥、李恒欣等先后在实验项目编制中提供了素材和帮助。

吉林大学化学实验教学中心主任徐家宁组织教材审定组主审了教材,张寒琦、杨胥微、段海峰、朱万春、于苗、王莉以及张俊虎参加了教材审定,提出了许多宝贵意见,在此特致谢意。在本书编写过程中还参考了国内多本教材,在此一并感谢。

由于编者的水平和经验有限,书中难免有疏漏和不妥之处,敬请读者批评指正。

《综合化学实验》编写组

2011年6月

目 录

《大学化学实验丛书》编写说明

前言

第一章 概论	1
第一节 综合化学实验课程总述	1
第二节 实验室安全、实验防护与“三废”处理	4
第二章 基本型综合实验	9
第一节 化合物组成、成键和结构表征方法	9
实验 1 草酸根合铁(Ⅲ)酸钾的制备、组成及结构分析	16
实验 2 大环配合物 $[\text{Ni}(\text{14},\text{11-二烯-N}_4\text{)]}_2$ 的合成及其表征	22
实验 3 2,3-O-异亚丙基-2,3-二羟基-1,4-双(二苯基膦基)丁烷的制备	26
实验 4 安息香及其衍生物的合成和表征	30
实验 5 抗癫痫药苯妥英钠及其衍生物的设计与合成	35
实验 6 食品防腐剂——山梨酸的合成	40
第二节 配位化合物研究方法	43
实验 7 pH 法测定甘氨酸合镍配合物逐级稳定常数	47
实验 8 配合物的几何异构体的制备、异构化速率常数和活化能的测定	52
实验 9 配合物 $\text{K}_2[\text{Cu}(\text{C}_2\text{O}_4)_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的热分析研究	57
实验 10 配合物键合异构体的制备、鉴别和异构化速率常数测定	60
实验 11 循环伏安法测定配合物的稳定性	64
实验 12 三乙二胺合钴配离子光学异构体的制备、离析和旋光度测定	68
实验 13 $[\text{Co}(\text{II})\text{salen}]$ 配合物的制备和载氧作用	72
第三节 苛刻条件下的合成与制备技术	77
实验 14 无水三氯化铬的制备	83
实验 15 空气敏感化合物乙酸铬(Ⅱ)的 Schlenk 装置合成	87
实验 16 苯频哪醇的合成与表征	90
实验 17 高压合成——苄氯催化羰基化合成苯乙酸	92
第三章 应用型综合实验	97
第一节 分离技术与天然产物有效成分提取	97
实验 18 槐米中芦丁的提取、分离和鉴定	103
实验 19 中药丹参有效成分丹参酮类提取与鉴定	108
实验 20 苦皮藤素衍生物的合成	112
实验 21 扁桃酸的合成和拆分	115
第二节 应用电化学	121
实验 22 电解法制备 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$	125
实验 23 电化学方法制备有机物——正十二烷的合成	129

实验 24 金属的电镀、着色与塑料的电镀	134
第三节 精细化学品	144
实验 25 甲基丙烯酸甲酯的本体聚合	150
实验 26 阴离子表面活性剂的合成及应用	153
实验 27 聚乙酸乙烯酯的合成及醇解	157
实验 28 聚乙烯醇缩醛的制备与应用	160
实验 29 阳离子交换树脂催化合成二甲氧基甲烷	165
实验 30 对氨基苯酚的合成及表征	168
实验 31 荧光增白剂 1,3,5-三苯基吡唑啉的合成及表征	171
第四节 绿色化学概念与绿色合成技术	173
实验 32 超声波辐射合成苯亚甲基苯乙酮	177
实验 33 己二酸的绿色合成及表征	179
实验 34 芳基亚甲基丙二腈的绿色合成	182
第五节 无机非金属功能材料的研究方法	184
实验 35 非化学计量化合物 Na_xWO_3 的制备与鉴定	191
实验 36 低热固态反应合成热致变色材料	195
实验 37 荧光粉 $\text{Y}_2\text{O}_3\text{S}:\text{Eu}$ 的合成和荧光性能测定	198
实验 38 微孔分子筛的制备及其物性测定	204
实验 39 纳米 TiO_2 的制备及对硝基苯酚的光催化降解	208
第四章 研究型综合实验与科研探索计划	212
第一节 研究型综合实验设计思路与实施路线	212
第二节 染料敏化太阳能电池材料合成及其性能研究	214
实验 40 纳米晶 TiO_2 太阳能染料电池的制作及性能测定	216
第三节 纳米孔道材料的水热合成及其孔道功能化研究	222
实验 41 MCM-41 型介孔分子筛的合成、孔道功能化与金属吸附性测定	224
第四节 纳米氧化物催化剂的合成、性能与应用研究	229
实验 42 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 催化剂的凝胶法制备及其性能测定	232
第五节 功能配合物化合物的合成与性能研究	237
实验 43 过渡金属配合物的合成和表征	238
第六节 卟啉和金属卟啉的合成与性能研究	241
实验 44 四烷基卟啉衍生物的合成、表征及对癌细胞的光灭活性研究	243
第七节 金属有机化合物二茂铁及其衍生物的合成与性能研究	248
实验 45 二茂铁及其衍生物的合成与性能研究	249
第八节 生物辅酶仿生有机合成研究	255
实验 46 多种酮类化合物的合成设计与仿生合成	258
第九节 菁染料的合成及性能研究	264
实验 47 含喹啉核二甲川菁染料的合成及作为 DNA 荧光探针的应用	266
第十节 液相色谱中溶质的保留机制及其热力学分析	270
实验 48 溶质在 RPLC 保留过程中热力学函数的测定	271
第十一节 钙离子荧光探针有机试剂的合成与应用研究	279

实验 49 Ca^{2+} 探针 Fluo-Cl 甲酯的合成、表征及应用	281
附录	289
附录 1 元素的相对原子质量表	289
附录 2 水的饱和蒸气压	290
附录 3 常用离子交换树脂	291
附录 4 常用溶剂的物理常数	292
附录 5 市售试剂(等级酸和碱)的大概浓度	294
附录 6 25 °C 下某些普通溶剂中不同类型电解液($\sim 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)预计的摩尔 电导(Λ_{M})范围	294
附录 7 常用的热浴与冷浴	294
附录 8 常见基团和化学键的红外吸收特征频率	295
附录 9 摩尔磁化率、反磁磁化率和结构改正参数	298
附录 10 核磁共振中常见各种氢质子的化学位移	300
附录 11 重要聚合物的英文缩写	300
附录 12 国际单位制(SI)基本单位及具有专门名称的导出单位	302
附录 13 常用物理常数	303
附录 14 波数、能量与频率关系换算表	304
附录 15 常用化学文献	304

第一章 概 论

综合化学实验课程是大学本科化学类专业必修的一门实验课程。目前,国内高校均将实验课程视为培养创新型人才的重要实践教学环节,20世纪90年代中后期才开设的综合化学实验课程,则促成了国内高校普遍实施的“基础化学实验—综合化学实验—研究化学实验”多层次一体化新型实验课程体系的建立。由此可见,综合化学实验作为新型实验体系的核心环节,上承基础化学实验,下启研究化学实验,具有重要的教学地位。本章作为综合化学实验课程的一个导引,介绍综合化学实验课程的基本要求以及教学实施特点,并简述实验室必备的环境保护和安全知识。

第一节 综合化学实验课程总述

一、综合化学实验体系的建立思想及其特点

综合化学实验是在学生完成基础化学实验,掌握化学实验基本原理和基本操作的基础上,在化学一级学科层面上开设的一门独立课程。其课程体系主要构筑在以下三个指导思想上:

首先,综合化学实验是一门深层次、多学科性、综合性实验技能训练的化学实验课程,除培养学生熟练掌握实验技能外,还能培养学生综合应用化学知识和多种化学研究方法,使学生能融会贯通“四大化学”,培养学生分析问题、解决问题的能力。因此,综合化学实验的综合性,着力体现实验训练的综合性。以化学研究对象——无机化合物、有机化合物或者二者结合的复合物及其具有一定应用性能的材料相为研究目标,从其合成、组成分析、结构表征到性能与应用,对学生进行系列的程序训练。相比于基础化学实验只是化学研究的片段训练,综合化学实验进入了一个新层次,这正是科学研究的完整过程训练,可以大大提升学生的科学研究思维和方法。

其次,化学学科作为实用和中心学科,越来越多地与诸多学科融汇,形成交叉化学新分支。而有关新分支前沿知识的理论课程教学多采用选修模式,便于追踪化学研究前沿,反映科研成果,但也形成课程设置的多变性。利用综合化学实验课程,选择交叉领域的实验项目,可以使使学生受到这些方面的方法、技术和研究思维训练,大大增强了学生毕业后就业的适应性。

最后,创新思维和科学研究精神始终成为综合化学实验的教学主线,并着力使该课程成为全面、科学地培养学生的重要载体。本教材的编写,力争使实验各具一定目标,力争使多数实验具有培养科学研究思维和精神的作用,力争使某些典型实验介绍实验背景知识或实验拓展阅读文献,将学生直接引导到最新科学研究领域,为学生辟出一片科学研究耕耘之地,加之结合学生早期进入科学研究实验室实习和各类各级创新基金项目,直接拓宽到科学研究工作中。

基于上述指导思想,本教材在实验内容上着力体现以下几个特点:

(1) 综合化学实验内容的广泛性。实验内容既覆盖化学学科各二级分支学科,又包括环境化学、生物化学、材料化学以及精细化学等领域。

(2) 化学技能训练的综合性。综合化学实验第一个训练层次是继续完成学生在基础化学实验中未能接受的某些特殊化学实验操作,例如,无氧无湿操作、高温操作、高压操作等苛刻条件下的合成制备技术;第二个训练层次是选择一些研究方法实验,例如,热分析方法研究固体反应动力学,循环伏安法测定配合物稳定性,几何异构、键合异构和旋光异构体的制备和异构化动力学以及无机化合物和有机化合物的电化学合成等;第三个训练层次是努力实现化合物制备、结构表征和性能测试的综合性训练。通过这样的训练,学生较好地体会化学研究的整体过程,培养了科学素养,同时反复使用各类光谱和测试仪器,动手能力和分析问题的能力明显增强。

(3) 着力体现化学的应用性和实用性。化学科学的魅力之一在于其广泛地与许多学科融合渗透,与国计民生的许多部门密切联系,这也成为综合化学实验吸引学生的亮点之一。为此,在内容上选择精细化学品合成、材料合成与应用、生命体系中的化学以及环境化学等课题,借以向学生展示化学的应用魅力,同时也可以达到多交叉领域的初步实验训练的目的。

(4) 着眼学生科研能力培养的示范性和拓展性训练。选择化学研究中的热点课题,组成研究型实验板块。该板块中,每个实验代表一个热点领域,前有研究背景简介,后有拓展导引,中间为示范实验训练。示范训练实验来自科学研究成果转化,步骤多,实验时间长,表征测试完整,成为学生进行科学研究拓展工作的方法和步骤模板,有助于培养学生独立实验和分析问题的能力,将科学精神和科研素质培养溶于实验教学过程中。

为此,综合化学实验教材在编排上巧妙构思,将实验项目分章划块,设置为基本型综合实验、应用型综合实验和研究型综合实验 3 个模块。每一模块中,除了实验项目外,还穿插编有若干的专题。基本型综合实验模块里,给出化合物合成与表征、配合物研究方法以及苛刻条件下合成技术 3 个专题;应用型综合模块里,给出分离技术与天然产物有效成分分离提取、应用电化学、精细化学品合成、绿色化学与绿色合成及功能材料 5 个专题;研究型化学实验模块,则以课题形式编排,给出 10 个热点方向的背景、示范实验和拓展导引等。

二、综合化学实验课程的教学组织实施与基本要求

1. 综合化学实验课程的教学组织实施

综合化学实验课程采用循环实验项目安排。实验分为两个阶段:

第一阶段,学生单人单组完成基本型和应用型两类综合化学实验。一般为固定实验时间、台面和实验项目,多数实验项目完成时间为 8 h,少部分实验需要分为 2~3 实验单元,每个单元仍然为 8 h。可以设计为全部必修,也可以依学生兴趣或专业方向,由学生选择实验项目。综合型实验项目为化学类专业通修,应用型实验项目可由学生根据兴趣和专业方向特点自主选择。

第二阶段为研究型实验项目,一般为较大型的研究成果移植实验,实验时间为 16~24 h。为了训练学生团队合作精神,可以安排两位学生合作完成实验。至于拓展项目,可以采取学生创新研究基金或暑期科研夏令营形式,学生自主组合,申请项目,答辩批准后在实验室完成。

2. 综合化学实验课程的基本要求

综合化学实验课程旨在对学生进行较为系统的化学研究思维和科学精神训练,应当特别

注意发挥学生的主观能动性,从实验准备、实验过程到实验数据处理,最后提交完整的实验报告,都要体现严谨的科学态度。课程可以采用统一设计印刷的综合化学实验报告纸,如表 1.1 所示。该报告纸包括预习报告、实验过程记录和实验结果报告三部分。预习报告部分要求在进入实验室前完成,实验过程记录要求即时记载,不得由其他记录转记,按规定时间认真完成实验结果报告,每部分均在规定时间内交指导教师批阅、签字。各阶段基本要求如下:

表 1.1 综合化学实验报告纸

综合化学实验报告	
实验名称 _____	实验时间 _____ 年 _____ 月 _____ 日
学生姓名 _____ 年级 _____	专业 _____ 同组学生姓名 _____
I. 预习报告(包括实验目的、合成与测试装置及原理、数据处理以及其他必要的实验数据):	
实验指导教师签字: _____ 年 _____ 月 _____ 日	
II. 实验过程记录(包括实验操作、实验现象的记录与解释、实验数据与信息记录。其中实验简要步骤和实验数据记录表格准备,作为预习要求检查):	
实验指导教师签字: _____ 年 _____ 月 _____ 日	
III. 实验结果报告(包括合成目标物品性、收率和组分分析报告,性能测试与数据处理过程与结果,所得结论及其讨论,实验建议与教材习题解答等):	
实验指导教师签字: _____ 年 _____ 月 _____ 日	
IV. 教师对实验报告的评语及成绩:	
实验指导教师签字: _____ 年 _____ 月 _____ 日	

1) 实验预习

实验前要认真预习,并查阅必要的数据和文献,清楚实验目的、原理以及所使用仪器和设备的操作方法,制订实验操作步骤,简明扼要地完成“预习报告”,并按每个实验特点,在“实验过程记录”中准备必要的的数据记录表格。

2) 实验过程

(1) 提前十分钟进入实验室,认真清理实验台面,检查实验所用仪器和试剂是否完整。如有问题要及时报告指导教师,否则实验结束后,出现问题由自己负责。

(2) 实验过程要严格按实验要求和指导教师意见进行实验,操作仪器必须按照规定程序进行,否则出现仪器损坏等要按规定赔偿。实验中要始终保持实验室整洁,不乱扔乱放,养成良好的实验素养。

(3) 必须以严谨的态度对待实验,实验现象和数据必须当场记录,实验结束时必须请指导教师检查、签字。

(4) 实验结束后,整理实验台面,所用仪器要清理干净,摆放整齐,有使用登记册的要填写使用情况,并经指导教师验收、签字。

(5) 每次实验结束后安排值日生。值日生必须认真整理实验台面、实验边台,打扫实验室卫生,检查水电等。工作完毕后请实验指导教师检查,合格后方可离开实验室。

3) 实验报告

按实验记录认真处理数据,对实验结果和结论进行必要的讨论,完成实验教材提出的思考题,最后完成实验报告。下次实验前交回上次实验报告。

3. 实验考核与成绩

实验课程作为实践教学环节,科学评价学生的实验成绩,是一项复杂而又十分必要的课程管理工作。综合化学实验的考核划分为3个阶段:通修综合型和应用型实验,作为平时实验成绩,建立量化考核指标体系,如表1.2所示,还可以进一步制订逐个实验结果和数据的评判等级,以使所给成绩尽可能科学合理;研究型实验,可采取学生论文汇报答辩方式,由学生和指导教师共同参与,给出成绩,可使学生受到科研论文写作、答辩等过程的训练;期末采用笔试方式,对实验中所涉及理论、实验环节及其实验操作等进行笔试,促进学生对实验由感性认识到理性认识的进一步飞跃。最后,由这三部分成绩依照一定比例计入课程总成绩。

表 1.2 综合化学实验学生平时成绩良好考核指标系统

实验		实验时间					学生姓名			
成绩*	A 级	B 级	C 级	D 级						
预习 报告 (10 分)	①实验原理清楚	有①、②、 ③、⑤项	有①、②、 ③项	有①、②项						
	②有实验过程示意									
	③有数据记录表格									
	④有必要数据查阅									
	⑤有主要仪器使用预习									
实验 过程 (50 分)	①实验台面整洁和环境卫生好	较整洁	一般	较差						
	②实验装置规范	较规范	一般	有损坏						
	③实验操作规范,仪器使用熟练	较规范	一般	较差						
	④实验记录规范	较规范	一般	较差						
	⑤实验结果优秀	良好	达标	不符合						
	⑥遵守纪律,实验态度好	能遵守	一般遵守	不遵守						
实验 报告 (40 分)	①实验数据处理规范	较规范	一般	较差						
	②有实验结果报告并给予科学、充分的解释	科学	合理	无或差						
	③有充分的实验讨论和建议,并能完成课后思考题	全有,较好	讨论好, 未答思考题	全无						
综合分	* 成绩权重系数:A—1.0;B—0.8;C—0.7;D—0.5。满分 100 分									

第二节 实验室安全、实验防护与“三废”处理

化学实验室使用的药品和试剂种类繁多,许多化学药品具有易燃、易爆、有毒等特点,或具有腐蚀性,一些化学实验操作需要在高温、低温、高压或真空条件下进行,因此,化学实验室存在一定的不安全性,一旦发生事故,即会造成生命和财产的巨大损失。实验室工作人员,包括实验技术人员、教师和学生,不但需要有非常强烈的安全意识,还必须熟练掌握实验室一般的

安全防护措施和急救知识。

1. 安全事故分类及防护

化学实验室常见的事故包括火灾、爆炸、中毒、玻璃割伤、化学药品烧伤或腐蚀等。

1) 防火防爆的基本措施

实验室中需要经常使用易燃、易爆以及强氧化性的试剂、气体等,实验中还会进行加热、灼烧、蒸馏等实验操作,随时存在着火、爆炸的可能。使用这些物质时,最重要的是要注意不能有大量易燃、易爆物质,压力和热的积累和突然释放。在实验中,可采取以下措施进行防备:

(1) 控制易燃、易爆物质的使用。在满足实验、研究的条件下,尽量不用或少用化学危险品。特别是在选择有机溶剂时,尽量选用火灾、爆炸危险性低的替代品。

(2) 加强容器设备的密闭性,不能用开口或破损容器盛装易燃物质,容积较大而没有保护装置的玻璃容器不能贮存易燃液体,不耐压的容器不能充装压缩气体和加压液体。

(3) 通风后可燃物质在空气中的浓度一般会少于或等于爆炸下限的 $1/4$,因此要加强通风。

(4) 不得用带有磨口塞的玻璃瓶盛装爆炸性物质;盛放化学危险品的容器必须清洗干净,以免与其他异物发生反应;使用惰性气体降低空气中氧的含量是防火防爆的基本原理,使用干燥爆炸性物质应在惰性气体保护下进行。

(5) 加强化学危险品的安全管理:①化学危险品必须贮存在专用仓库,应根据其危险特性与物性分类存放,不能混存;②易燃易爆的实验操作应在通风橱内进行,操作人员须穿戴相应的防护器具,实验完毕及时销毁残存的易燃易爆物,并按规定处理“三废”;③实验室废液不能随便倾倒与互混,有机溶剂会挥发并与空气形成爆炸性混合气体。

(6) 消除点火源:①尽量不使用明火对易燃液体加热,可采用过热水蒸气、密封电炉或其他加热设备;②易燃物不得存放在火焰、电加热器或其他热源附近,工作完毕,立即关闭所有热源;③避免摩擦和冲击;④防止电气火花;⑤实验室内严禁吸烟;⑥实验室用的电热板、电炉、烘箱等放在木制台面上时必须用耐火材料衬垫。

(7) 采取正确灭火方法。灭火的基本原则是破坏形成燃烧的 3 个条件,基本方法是:①隔离法;②冷却法;③窒息法;④化学中断法。另外,火灾发生后,除积极灭火外,还要限制火势蔓延,如无法及时灭火或阻止其蔓延,应进行疏散以减少人员的伤亡和财产的损失。

2) 防中毒的基本措施

大多数化学药品都有不同程度的毒性。有毒物质进入人体的途径有 3 种,即皮肤、消化道和呼吸道。为了预防和避免在实验室内使用毒性物质时的偶然中毒,最根本的是一切实验工作都应遵守安全规章制度,严格操作规程。

(1) 严禁在实验室内饮食,严禁将实验器皿作饮食工具使用。

(2) 通过嗅觉检查样品时,只能拂气入鼻,稍闻其味即可,绝不可向瓶口猛吸,严禁以鼻子接近瓶口鉴别。

(3) 工作人员在实验前应熟悉有毒物质的各种性状(包括毒物性质、最高允许浓度、中毒的途径、中毒症状等)和解毒的方法。

(4) 使用有毒气体和可能产生毒性蒸气的实验必须在通风橱中进行。

(5) 凡对有毒物质进行操作时,必须采取必要的措施,如穿工作服、戴防护用具等。皮肤有伤口者不允许操作有毒物质。

(6) 绝大多数有机溶剂具有毒性,如果实验允许,尽量选用毒性较弱的溶剂。

(7) 毒物废渣应立即进行无害化处理或者密封并统一处置。有毒废液经解毒后,用水稀释后倒入废桶内,统一处置。

3) 防触电的基本措施

- (1) 非专业人员不得对电路进行更改。实验室要常备试电笔。
- (2) 水可以导电,保持带电体干燥且在干燥的环境中使用电器。
- (3) 避免接触或靠近电压高、电流大的带电或通电物体。
- (4) 使用电器前,先参考说明书,准确掌握使用方法并了解注意事项。
- (5) 长期搁置的电器设备应定期维护。
- (6) 根据电路的实际用量选择适当的保护设备、保险丝、盒匣开关。
- (7) 各种电器应绝缘良好并接地线。对高电压、大电流的设备,应确保接地电阻符合规范。
- (8) 发生火灾时,应先切断电源,然后进行灭火。

4) 防化学烧伤与玻璃割伤的基本措施

高温物质、过冷物品、腐蚀性化学物质以及火焰、爆炸、电、放射性物质均可能导致烧伤。割伤包括由玻璃、金属器械造成的伤害。

- (1) 取用腐蚀性刺激药品,如强酸、强碱和溴水等,应戴上橡皮手套和防护眼镜等。
- (2) 必须采用特制的虹吸管移出危险液体,并采取相应的防护措施(如佩戴防护镜、橡皮手套等)。
- (3) 稀释硫酸时,必须在耐热容器内进行,并且在不断搅拌下,慢慢地将浓硫酸加入水中。绝对不能将水加入浓硫酸中。
- (4) 加热化学药品时,必须平稳放置,瓶口不能对准人或设备。
- (5) 取下正在沸腾的液体时,须夹稳并摇动后再取下,防止液体暴沸伤人。
- (6) 切割玻璃管(棒)及进行瓶塞打孔时,易造成割伤。截断玻璃管时,要用布包裹住玻璃管再折断。往玻璃管上套橡胶管时,用水或甘油湿润管外壁及塞内孔,并戴好手套,以防玻璃破碎割伤手。
- (7) 装配或拆卸玻璃仪器装置时,要戴手套作业。

2. 实验室安全总则和事故的急救措施

化学实验室应有严格的规章制度,包括遵守国家有关部门对危险化学物品的管理规定,实验室常用危险物品、化学试剂的性质、使用和处理方法手册,实验室废物处理条例等。另外,实验室还应设有高级指导,负责指导学生和其他实验室人员,管理设备和负责实验室的日常安全工作。

化学实验室的消防器材应包括:①灭火器、灭火毯、灭火砂和消防龙头;②淋浴器、洗眼器;③医药箱。应在实验室的醒目位置张贴火警、急救电话号码以及实验室管理人员和单位安全负责人的电话号码。对于实验室的废弃化学物品,要分类存放,明显标注,定期清理,要严格禁止将不同的废弃试剂混合,高危、剧毒药品要单独专人处理。

个人要有安全意识,实验室事故通常源于急躁冒进和粗心大意,因此,进入实验室首先要做到心静,要专注于手头的实验而心无旁骛,切忌分心。每一次实验需要认真预习,查阅文献和手册,了解实验和试剂的危险性以及正确的操作方法与防护措施。在日常的实验操作中,熟视无睹和侥幸心理会酿成大祸,于己于人留下祸根。实验中要密切注意反应进程,记录实验现象,实验后及时处理废物。