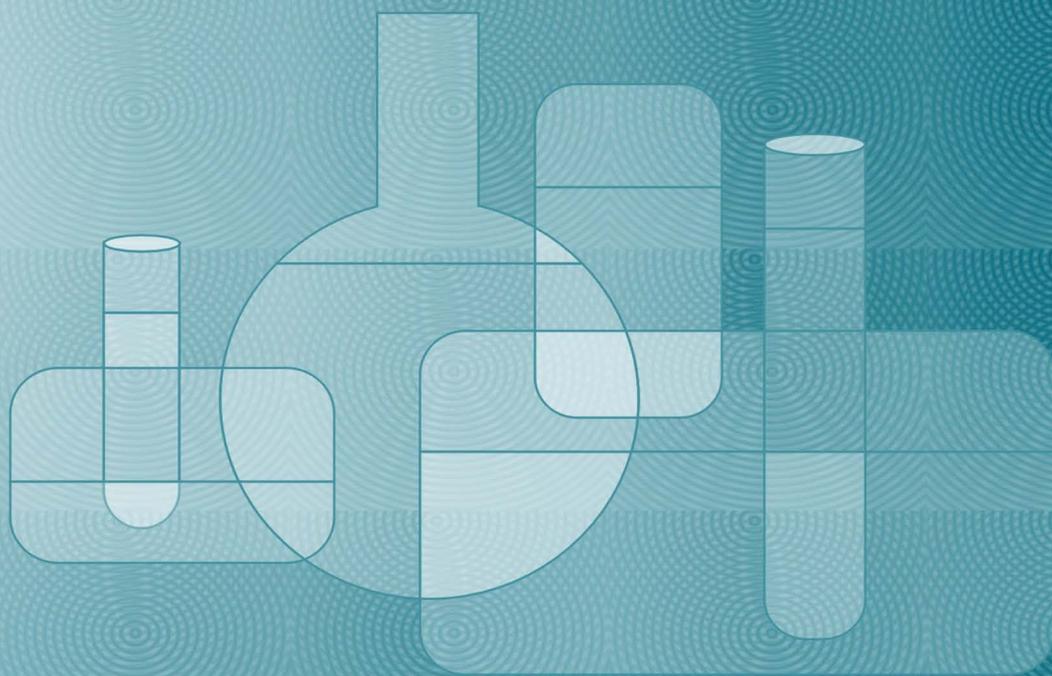


21世纪高等院校教材

微型无机化学

与化学分析实验

刘宗瑞 等编著



内蒙古出版集团
内蒙古科学技术出版社

21 世纪高等院校教材

微型无机化学与化学分析实验

刘宗瑞 段莉梅
达古拉 徐 玲
等编著

内蒙古出版集团
内蒙古科学技术出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

微型无机化学与化学分析实验/刘宗瑞等编著. —赤峰:
内蒙古科学技术出版社, 2012. 3
ISBN 978-7-5380-2108-0

I. ①微… II. ①刘… III. ①无机化学—化学实验②
化学分析—化学实验 IV. ①06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 036547 号

出版发行: 内蒙古出版集团
内蒙古科学技术出版社
地 址: 赤峰市红山区哈达街南一段 4 号
邮 编: 024000
电 话: (0476) 8224848 8226867
网 址: www.nm-kj.com
责任编辑: 季文波
封面设计: 鹏程
印 刷: 通辽宏诚印务有限公司
字 数: 500 千字
开 本: 787×1092 毫米 1/16
印 张: 21.5
版 次: 2012 年 8 月第 1 版
印 次: 2012 年 8 月第 1 次印刷
定 价: 38.80 元

《微型化学实验丛书》编撰委员会

主任：刘宗瑞

副主任：段莉梅 白洪涛 许 良

委员：徐秀廷 徐 玲 达古拉 陈晓红 哈森其木格 海 平

张春华 刘景林

前 言

本书是为承担国家财政部、教育部本科教学质量与教学改革工程项目——“内蒙古民族大学化学特色专业建设”而编写的三套实验教学改革教材之一，是作者在多年开展微型化学实验研究的基础上编著而成的实验教材。

我国自 1989 年开展微型化学实验研究与应用以来，国内已有 1 000 余所各类高等院校和中等学校不同程度地开展了微型化学实验的研究与实验教学改革工作，由中国化学会主办的“全国微型化学实验研讨会”也已召开了 9 届，微型化学实验的研究与推广在国内发展很快。但是，由于教育和环保部门以及化学教育工作者对微型化学实验缺乏了解和必要政策支持，各地区发展不平衡，微型化学实验的应用推广范围亟待扩大。因为微型化学实验作为绿色化学的一项实验方法和技术，只有进行大范围深入研究与推广才能获得良好的环保效益、经济效益和社会效益。因此，为了使学生强化绿色化学是一门从源头上防止污染的化学的意识，适应化学实验微型化改革的需要，我们在 2000 年出版的《微型化学实验》和 2009 年科学出版社出版的非化学专业用《大学微型化学实验》的基础上，结合近二十年来的微型化学实验教学研究的改革成果，组织编写了《微型无机化学与化学分析实验》一书。本教材具有以下三个特点：

(1) 微型化 因为微型化学实验具有省学时、省试剂、减少污染等特点，故本书介绍了微型无机化学实验和微型化学分析实验所用的微型仪器及基本操作，并将大多数实验内容均改成了微型实验，少数实验改成了微量实验，这样既有利于强化学生的节约和绿色化学的意识，又有利于实行开放式实验教学，逐渐达到大面积推广微型化学实验的目的。

(2) 启发性 本教材内容由浅入深、循序渐进，既有各门实验课程自身的独立性和系统性，又有各门实验课程间的联系与衔接。在编写每个实验时，注意引导学生积极思维，加强启发性，每个实验后都附有思考题，有利于实验后引导学生进行小结。

(3) 研究性 本教材选出了 9 个综合设计型实验。学生在完成每门课程的规定实验后，教师根据实际情况可选择 1~2 个实验进行科学研究训练。学生通过阅读文献、设计方案和实验操作等环节的训练，既能巩固基础知识，加强实验教学与生活及生产实际的联系，又能提高学生的动手能力、科研能力和创新能力。

本书由刘宗瑞、段莉梅、达古拉、徐玲等编著。全书由微型化学实验引论、微型无机化学原理实验和微型定量化学分析实验等九篇和附录组成。参加本书编著的人员及分工为：内蒙古民族大学刘宗瑞、泉州师范学院贤景春（第一篇）；内蒙古民族大学段莉梅、徐玲、刘

宗瑞和集美大学王力(第二至第五篇);内蒙古民族大学阿力塔(第六篇)、徐秀廷(第七篇);内蒙古民族大学达古拉、陈晓红(第八篇、第九篇和附录);全书由刘宗瑞和段莉梅统稿并定稿。

全国微型化学实验研究中心主任周宁怀教授对本书的编写给予了热情的关心与指导;张力教授审阅了化学分析实验部分的初稿,并提出了宝贵意见;内蒙古科学技术出版社的领导及编辑对本书的出版给予了大力支持,在此一并表示感谢。

本书编写过程中参阅了国内外有关书刊和一些兄弟院校的教材,并从中汲取了某些内容,在此表示衷心的感谢。由于我们水平有限,错误和不足之处在所难免,敬请专家和读者批评指正。

刘宗瑞

2011年10月18日

目 录

第一篇 微型化学实验引论	(1)
一、什么是微型化学实验.....	(2)
二、微型化学实验的特点和意义.....	(4)
三、微型化学实验的发展.....	(5)
四、微型化学实验仪器.....	(13)
五、对微型实验的评价与展望.....	(23)
第二篇 无机化学实验的基础知识	(27)
一、无机化学实验的目的.....	(27)
二、无机化学实验规则.....	(27)
三、无机化学实验室安全知识.....	(27)
四、无机化学实验常用仪器介绍.....	(29)
五、实验预习、记录和实验报告.....	(37)
六、测量误差与有效数字.....	(43)
七、化学实验中的数据表达与处理.....	(46)
第三篇 无机化学基本操作实验	(48)
实验 1 仪器的认领和洗涤.....	(48)
实验 2 灯的使用、玻璃管加工和塞子钻孔.....	(53)
实验 3 试剂的取用和试管操作.....	(64)
实验 4 多用滴管和井穴板的基本操作.....	(70)
实验 5 气体的发生、收集、净化和干燥.....	(74)
实验 6 溶液的配制.....	(81)
实验 7 滴定操作.....	(97)
第四篇 微型无机化学原理实验	(104)
实验 1 二氧化碳分子量的测定.....	(104)
实验 2 过氧化氢分解热的测定.....	(108)
实验 3 醋酸电离度和电离常数的测定.....	(112)
实验 4 电离平衡和沉淀平衡.....	(117)
实验 5 化学反应速度和活化能的测定.....	(120)
实验 6 分子结构和晶体结构模型.....	(125)
实验 7 氧化还原反应.....	(130)
实验 8 配合物.....	(133)

第五篇 微型元素化学实验	(136)
实验 1 卤素.....	(136)
实验 2 氧和硫.....	(141)
实验 3 氮和磷.....	(144)
实验 4 碳、硅、硼.....	(151)
实验 5 常见非金属阴离子的分离与鉴定.....	(155)
实验 6 碱金属和碱土金属.....	(160)
实验 7 铝、锡、铅、铋、铊.....	(164)
实验 8 铜和银.....	(168)
实验 9 锌、镉、汞.....	(170)
实验 10 钛、钒、钼、钨.....	(172)
实验 11 铬和锰.....	(175)
实验 12 铁、钴、镍.....	(178)
实验 13 常见阳离子的分离与鉴定.....	(181)
第六篇 无机化合物的制备实验	(189)
实验 1 一种钴(III)配合物的制备.....	(189)
实验 2 三草酸合铁(III)酸钾的制备和性质.....	(192)
实验 3 十二钨磷酸的制备.....	(194)
实验 4 五水合硫酸铜的制备和结晶水的测定.....	(197)
实验 5 重铬酸钾的制备.....	(199)
实验 6 氯化钠的提纯.....	(201)
实验 7 硝酸钾的制备.....	(207)
第七篇 综合与设计实验	(210)
实验 1 烂板液的利用.....	(210)
实验 2 由废干电池制取高锰酸钾.....	(212)
实验 3 硫代硫酸钠的制备和应用.....	(214)
实验 4 利用含铬废水制铬酸钾和重铬酸钾.....	(216)
实验 5 氧化亚铜的制备及其性质的验证.....	(217)
实验 6 四氧化三铅组成的测定.....	(218)
实验 7 由废铁屑制备三氯化铁试剂.....	(220)
实验 8 硫酸亚铁铵的制备与检验.....	(221)
实验 9 无机化学实验废液的初步处理.....	(223)
第八篇 微型化学分析实验基本知识及基本操作	(224)
一、化学分析实验的基本要求.....	(224)
二、实验室基本常识.....	(224)
三、滴定分析的仪器和基本操作.....	(230)

第九篇 微型定量化学分析实验..... (236)

实验 1 分析天平的称量练习..... (236)

实验 2 滴定分析基本操作练习..... (238)

实验 3 NaOH 和 HCl 标准溶液浓度的标定..... (240)

实验 4 铵盐中氮含量的测定(甲醛法)..... (242)

实验 5 混合碱的分析(双指示剂法)..... (243)

实验 6 有机酸摩尔质量的测定..... (245)

实验 7 阿司匹林药片中乙酰水杨酸含量的测定..... (246)

实验 8 EDTA 标准溶液的配制与标定..... (248)

实验 9 水的总硬度的测定..... (250)

实验 10 铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定..... (252)

实验 11 复方氢氧化铝药片中铝含量的测定..... (253)

实验 12 保险丝中铅含量的测定..... (254)

实验 13 钙制剂中 Ca 含量的测定..... (255)

实验 14 高锰酸钾标准溶液的配制与标定..... (256)

实验 15 高锰酸钾法测定过氧化氢的含量..... (258)

实验 16 软锰矿中 MnO₂ 含量的测定..... (259)

实验 17 石灰石中 Ca 含量的测定..... (260)

实验 18 水中化学耗氧量(COD)的测定..... (261)

实验 19 铁矿石中铁含量的测定(有汞法)..... (263)

实验 20 铁矿石中铁含量的测定(无汞法)..... (265)

实验 21 I₂ 和 Na₂S₂O₃ 标准溶液的配制及标定..... (267)

实验 22 维生素 C 制剂中抗坏血酸含量的测定..... (269)

实验 23 间接碘量法测定铜盐中的铜..... (270)

实验 24 碘量法测定葡萄糖的含量..... (271)

实验 25 漂白粉中有效氯的测定..... (272)

实验 26 苯酚纯度的测定..... (273)

实验 27 可溶性氯化物中氯含量的测定(莫尔法)..... (275)

实验 28 可溶性氯化物中氯含量的测定(佛尔哈德法)..... (277)

实验 29 钡盐中钡含量的测定(沉淀重量法)..... (279)

实验 30 钢铁中镍含量的测定..... (281)

实验 31 离子交换树脂交换容量的测定..... (283)

实验 32 自拟方案实验..... (285)

附录

附录 1 国际单位制(SI)..... (286)

附录 2 一些无机化合物的溶解度..... (288)

附录 3 弱电解质的电离常数..... (291)

附录 4 难溶化合物的溶度积常数..... (294)

附录 5 常见沉淀物的 pH..... (297)

附录 6 某些离子和化合物的颜色..... (298)

附录 7 标准电极电势..... (300)

附录 8	常见络合物的稳定常数·····	(307)
附录 9	某些试剂溶液的配制方法·····	(317)
附录 10	常用基准物质的干燥条件和应用·····	(322)
附录 11	滴定分析中常用指示剂·····	(323)
附录 12	常用 pH 缓冲溶液的配制和 pH ·····	(326)
附录 13	pH 标准缓冲溶液·····	(327)
附录 14	EDTA 的 $\lg\alpha_{Y(H)}$ 值·····	(329)
附录 15	危险药品的分类、性质和管理·····	(330)
附录 16	相对原子质量表·····	(331)
附录 17	相对分子质量表·····	(332)
参考文献·····		(334)

第一篇 微型化学实验引论

近年来,现代工业规模迅速扩展,带来严重的环境污染,农业以及科学研究也产生所谓的泛源污染,这些都引起世界化学家们的高度重视。1992年12月17日在泰国曼谷召开了第12届国际化学教育会议(12th ICCE),讨论的有关中等和高等学校的化学教育问题之一就是“实践作业的微型化”。1998年8月8日在埃及开罗召开的20世纪最后一次国际化学教育会议(15th ICCE)上,大会主席 Ain shams 大学的 A. F. M. Fahmy 教授在报告中又提出了“绿色化学”的设想,要求将21世纪可持续发展的战略方案贯彻到学科教学中去。2000年8月在匈牙利召开16th ICCE,会议的主题是“化学与人体健康”。1995年3月,美国就已宣布建立“绿色挑战计划”,并设立“总统绿色化学挑战奖”。不难看出,化学与环境、化学与人类的健康,已经成为科学界、教育界当前的中心议题之一。世界各国政府也都极为重视绿色化学的发展,绿色化学及其带来的产业革命正在全球兴起。1996年7月美国颁发了首届“总统绿色挑战奖”,1997年7月颁发了第二届“总统绿色挑战奖”。目前我国也已加入到绿色化学的研究行列。1997年由国家教委主办的第12届香山科学会议,其主题就是“可持续发展问题对科学的挑战——绿色化学”,宣告了我国的绿色化学研究和开发工作已正式起步。如何把绿色化学融合于深化教学内容、进行课程体系和教学方法的改革之中,使绿色化学成为面向21世纪化学教育的一个组成部分,对化学教育工作者来说是一个必须解决的课题。

微型化学实验方法是“绿色化学”的一部分。80年代初,化学实验方法最令人瞩目的变革是微型化学实验(microscale chemical experiment 或 microscale laboratory, 简称为 M.L)的崛起。最初是由美国的 Dana M. Mayo 博士和他的同事们从1982年在 Bowdoin 学院和 Bron 大学等几所院校的基础有机化学实验中开始试用一种新的实验方法——微型实验,并取得成功。他们的经验便迅速得到推广,其应用范围也由有机化学实验推广到无机化学、普通化学和中学化学实验。美国化学实验教学上的这场变革,对许多发达工业国家产生了很大影响,欧洲和日本教育界均已开始类似的微型化变革。我国微型化学实验是从1988年开始的,国家教委在制定高等学校化学教育研究中心课题规划时,列入了微型化学实验研究并组建了课题研究协作组。该协作组本着立足国内教学实际情况,积极开展微型化学实验的研究、研讨及推广工作,使微型化学实验得到长足的发展。在第15届国际化学教育会议上,我国杭州师范学院周宁怀教授微型仪器的演示引起了与会者的极大兴趣。内蒙古民族师范学院是全国微型化学实验研究中心成员之一。我们自1992年开始从事有机化学实验微型化的研究工作,现已扩展到无机化学实验、分析化学实验、物理化学实验和中学化学实验。通过近20年的研究试验,我们感到微型化学实验适合我国的国情,应该进一步研究和推广。那么什么是微型化学实验?它有哪些特点?为什么受到国际、国内化学界的高度重视?便是本篇所要阐述的几个问题。

一、什么是微型化学实验

微型化学实验的界限目前国际上尚没有一个公认的说法，大部分报道的试剂用量是在半微量到微量实验范围内。下面看几个微型化学实验的例子。

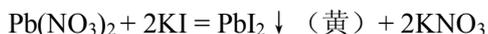
[例 1] 普通化学实验——化学反应计量系数的确定

三支液滴体积相同的多用滴管 [Beral pipet, 图 1-1①] 中，分别盛有浓度均为 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 、 Na_2CO_3 和 KI 溶液，按下面顺序分别向两块 9 孔井穴板 [well plate 图 1-1②] 的孔穴滴加指定滴数的溶液：

井穴板 A									
井穴顺序	1 [#]	2 [#]	3 [#]	4 [#]	5 [#]	6 [#]	7 [#]	8 [#]	9 [#]
$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 滴数	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Na_2CO_3 滴数	9	8	7	6	5	4	3	2	1

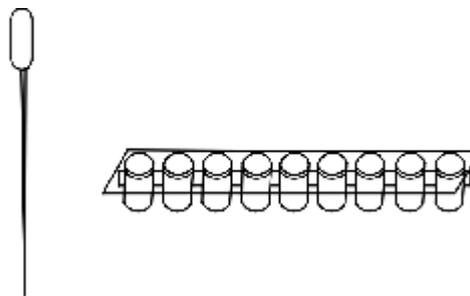
井穴板 B									
井穴顺序	1 [#]	2 [#]	3 [#]	4 [#]	5 [#]	6 [#]	7 [#]	8 [#]	9 [#]
$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 滴数	1	2	3	4	5	6	7	8	9
KI 滴数	9	8	7	6	5	4	3	2	1

溶液滴加完毕，搅拌各井穴板溶液，使其混合均匀。静置片刻，分别观察板 A 与板 B 中各井穴的沉淀量。可清楚看到：A 板 5[#]井穴中白色沉淀 (PbCO_3) 量最多，B 板 3[#]井穴中亮黄色沉淀 (PbI_2) 量最多。计算这两个井穴的反应物物质的量，可知化学反应为：



[例 2] 有机制备——乙酰乙酸乙酯的合成

在 10mL 圆底烧瓶中加入 4.5mL 精制的乙酸乙酯(4.15g, 约 0.045mol)和 0.5g(约 0.022mol)金属钠片，迅速装上带有氯化钙干燥管的回流冷凝管。反应立即开始，使其处于微沸，至金属片全部使用完毕，此时反应混合物为棕红色透明流体，且有极少量黄白色沉淀物。待反应物冷却，边摇边向其中加入 50%的醋酸溶液 6mL，至呈微酸性。把反应液转入分液漏斗，加入等体积饱和食盐水，分出酯层并用无水醋酸钠干燥过夜。干燥后的溶液转入 10mL 蒸馏烧瓶中，在热水浴上蒸馏，蒸出 95℃ 前的馏分，瓶内剩余液体转入 5mL 蒸馏烧瓶中，用微型蒸馏头减压蒸馏，在 2.399kPa (18mmHg) 下收集 76~78℃ 馏分得无色液体 0.8g，产率 28% (文献产率 45%)，折光率 $n_D^{20} = 1.4189$ (文献折光率 $n_D^{20} = 1.41927$)。



①多用滴管

②9孔井穴板

图 1-1 确定化学反应计量系数的微型实验的仪器

[例 3] 有机制备——硝基乙酰苯胺的合成

400mg 乙酰苯胺 (2.5mmol) 溶于 0.4mL 冰醋酸中, 置小烧杯里, 以冰水浴冷却。缓慢滴加浓硫酸 0.9mL, 烧杯自冰水浴中取出, 再逐滴加入浓硝酸 0.8mL, 此时, 温度升高但不要超过 30℃。30 分钟后注入 5mL 冷水, 待硝化产物沉淀出来后, 过滤并以冷蒸馏水 5mL 分 5 次洗涤沉淀, 得粗产品, 测熔点。

取 100mg 粗产品, 在 2:1 乙醇水溶液中重结晶, 收率为 66%, 测定重结晶产物的熔点。作硝基乙酰苯胺粗产品、精制品和标准样品的高压液相色谱分析。

[例 4] 无机制备——碘化铝的制备

准确称取 0.8g (6.30mmol) 的碘粉 (已研细) 和 0.1g (3.71mmol) 的铝粉混合均匀后, 置于 100mL 的烧杯中, 并堆成小堆。在小堆的中心滴加 3 滴水, 将装有冷水的 100mL 圆底烧瓶置于小烧杯上, 防止碘蒸气排出。实验可在室内进行 (不需通风橱)。将反应后的混合物溶于水后过滤, 并用 CCl_4 多次萃取、分离, 检测清液中 Al^{3+} 和 I^- 。

上述几个实验的共同特点是试剂用量少。一个有机和一个无机制备实验用量是在 1~6mmol, 一个普通化学实验试液是以“滴 (1 滴 \approx 0.02mL) 作单位”, 用量更少。在有机合成中通常按照试剂用量的多寡分为常量、半微量和微量三种方法, 但是这三者之间的数量界限并没有明确规定。化学家通常根据自己的经验, 提出一些划分意见。前苏联化学家 Гаггерман Внлолн 提出常量有机制备试剂用量为 0.5~1mmol, 半微量制备试剂的用量为常量的 1/40 左右, 即 12.5~25mmol。Mayo 等编著的《微型有机化学实验》中多数制备实验试剂的用量在 1mmol 左右, 我国周宁怀教授及“全国微型化学实验研究中心”的微型实验研究中, 有机合成主要试剂用量为 1~8mmol。其他文献报道微型制备实验的用量也多在这一范围。可见微型制备实验的试剂用量已低于现行的半微量制备实验的用量, 且大多数实验试剂的用量比半微量制备实验小一个数量级。从试剂用量的角度看, 微型制备实验已属于微量有机制备实验的范围。那么什么是微型化学实验呢? 虽然各有不同的说法, 但普遍认可的是: 微型化学实验就是在微型化的仪器装置中, 用尽可能少的试剂来获取所需的化学信息的实验方法, 其试剂用量是常规实验的数十分之一至千分之一。

微型化学实验有别于微量化学 (microchemistry)。微量化学是指微量或痕量组分定量测定方法、理论和技术, 它与微型化学实验有联系, 但概念不同。微量化学实际上是微量分析化学, 而微型化学实验包括从普通化学到有机化学、物理化学的各类以微量试剂来进行的实验, 并在达到教学目的的同时, 尽可能减少实验室的废气、废液和废物。其中有定量或半定量的物质组成或理化数据的测试内容, 也包括了许多化合物的制备与反应现象定性观察的内容。总之, 微型化学实验的类型很多, 对它们的试剂用量没有必要也很难规定一个确切的数量界限, 只要明确它是相对常规实验来说, 试剂用量要少得多, 而且仪器装置被微型化了的实验即可。

二、微型化学实验的特点和意义

微型化学实验是 20 世纪 80 年代兴起的一种化学实验的新方法和新技术。它具有减少污染、现象明显、节约、省时、安全等优点，是化学实验教学改革中的一个重要方面，在化学的其他领域也日益显示出其重要作用，因此，微型化学实验引起世界各国的高度重视。

人类社会的发展至今，无数正反两方面的经验教训告诉我们，科技、生产与生活的发展，不能以污染自然、牺牲自然为代价，必须控制污染，减少污染，实现人与自然的和谐发展。微型化学实验是为在化学领域里实施可持续发展战略应运而生，这不仅体现在微型化学实验的指导思想与实际环保效益上，更重要的是要通过微型实验激发青少年对化学的兴趣，强化学生的动手能力，培养新思维，树立牢固的环保意识，即微型化学实验有利于科学素养的提高。这是 21 世纪实施可持续发展的重要基础。明确这一点，才能理解为什么不论在发达国家还是在发展中国家都在积极开展推广微型化学实验。采用微型实验绝不仅仅是由于教育经费不足而采用的一种权宜之计，而是化学教学中实施素质教育和可持续发展的有效途径。我国近 20 年微型化学实验研究与实践表明，微型化学实验具有如下特点：

1. 微型化学实验能降低仪器成本

微型化学实验所用仪器与常规实验相比，价格便宜，成本低。有的仪器尚可利用日常生活中废弃物品及医用器材进行替代，大大降低设备经费。更重要的是有利于培养学生创造思维能力，这对于将来要去某些条件简陋的少数农牧区中学教学的学生来说，意义更加深远。

2. 微型化学实验可大量节省药品

由于微型化学实验所采用的反应器均为小型或微型的，其体积有限，可大大减少试剂用量。据国外和国内几所大学及我们采用微型有机实验的统计，实验成本仅是常规实验的 1/10。下面列出磺胺嘧啶银的微型合成与对应常量合成的试剂成本对照（表 1-1）。如果再考虑微型

表 1-1 常量与微量实验合成磺胺嘧啶银的试剂用量与成本

试剂名称	常量合成	微型合成
磺胺嘧啶	5g	0.125g
硝酸银	3.4g	0.085g
氨水	30mL	0.8mL
合成产率	74%	74%
药品成本/每人	5.24 元	0.11 元

实验导致的人力、水电节约、三废处理费用的降低，则经济效益更是可观。例如，在纽约的气候条件下，维持一扇窗的通风橱正常运转，每年的费用（动力+空调）为 1 200 美元，而采用微型化学实验后，实验所产生的有害气体量少，只要以湿润的相应试剂的棉花即可吸收掉有害气体，因而不必使用通风橱。显著的经济效益与环保效益，促使许多国外大学下决心尽快采用微型化学实验。一些学校估算用于购置微型化学实验的仪器和与之配套的精密仪器投资，可在 4~6 年里因上述节省的开支而得到补偿。

3. 微型化学实验可减少对环境的污染

在进行无机、有机实验，特别是制备实验，经常会产生一些有害物质，严重污染周围环

境。通常一个实验室里同时有十几组学生在做相同的实验，泄漏出来的大量有害气体严重污染了实验室，影响实验的正常进行，损害师生的身心健康。尤其是通风不良或没有排风系统的实验室，实验后学生、老师都有不良反应。改为微型实验后，由于所用试剂量减少了约 90%，污染程度大大降低，同时对易燃易爆的实验变得更加安全可靠。

4. 微型化学实验有利于提高学生的实验技能

微型化学实验难度较常规实验要大，学生在做实验时必须更加认真仔细，掌握正确的实验操作程序和方法，否则有可能观察不到应有的实验现象或得不到较好的实验结果。

5. 微型化学实验操作省时

许多有机化学制备实验，反应时间较长，有些在 4 学时内不能完成。但采用微型化学实验后，可大大缩短反应时间。常规 4~6 学时的实验，微型实验只需 1.5~2 学时。这样学生在有限的时间内可以多做一些实验，学到更多的知识，同时也减轻了实验技术人员的工作量，也为教学改革，提高教学质量创造了更多的有利条件。

三、微型化学实验的发展

1. 微型化学实验崛起的历史背景

自人类进入工业文明时代以来，化学科学及其生产技术的迅猛发展和其他科学一起为人类创造了巨大的无与伦比的物质财富。化学及其制品已逐渐渗透到人类生活、生产和国民经济的各个领域，达到人人、事事、处处都离不开化学及其制品的程度。尤其是在化学工作者的不断努力下，新化合物和化学信息的数量还在猛增。20 世纪 90 年代前六年化合物增加的数量（1 000 万种）就相当于有历史记载以来到 1990 年的 1 000 多年间人类发现和合成化合物的总量（也是 1 000 万种）。美国化学文摘 CA 收录的化学文献，1960 年是 10 万条，1990 年猛增到 75 万条，30 年间的信息量增加 10 倍。20 世纪的化学科学及其生产技术的发展，为下世纪科学发展的其他先导科学如生命科学、材料科学、环境科学、医学、能源科学和电子技术打下了坚实的基础。但是，在实现了现代人类文明的同时，也给人类带来了负面的影响。大量的化学制品及其副产品、生产技术使人类生存、发展的物质基础遭到十分严重的破坏，对人类和人类赖以生存的自然环境的可持续发展产生了巨大威胁。

人类是在解决旧问题、发现新问题的不断自我更新和自我完善过程中逐步进化的。实际上是为民造福的科学技术解决了生活和生产中的旧问题，却衍生出不利方面的新问题，其实并无可非议。因为居于一定历史时期的人，受当时各种客观条件的局限，对构成人类发展的这条绵长的因果链锁，不可能预见到遥远的彼端。但是纵观近代化学发展的历史，化学实验试剂和样品用量是随着科学技术的发展，实验仪器精确程度的提高而逐渐减少的。在 16 世纪中叶，当时工业的前沿，冶金工业中化学分析的样品用量为数千克。1700 年 Homberg 在研究化学计量关系时，样品的用量为 10~100g。19 世纪 30~40 年代，由于 Dalton 和 Gay-Lussac 等人的卓越工作，化学得到迅速的发展，当时已能造出灵敏度达到 0.5mg 的分析天平，以至重量分析样品称取量已在 1g 以下。1900 年 Nernst 设计了一种可称到小数后 5、6 位的扭力天平，试图进行 1mg 样品的分析。1911 年奥地利学者 F. Emich 等开展了主要原料用量在 mg 级的有机合成的研究探索。1915 年出现了能够称准小数后第 6 位的 Kuhlmann 天平。次年 Frilz

Pregl 试验成功用 3~5mg 有机物作碳、氢等元素的微量分析的方法，是当时常规分析用量的 1/100。为表彰他的贡献，1923 年度诺贝尔化学奖授予 Pregl。

与此同时，在化学实验教学中也存在着逐渐减少试剂用量的趋势。早在 1835 年爱尔兰教师 D. R. Reid 就提倡实验小型化 (Small-Scale)。Emich 与 Pregl 的工作为有机实验的小型化、微量化奠定了基础。至 40 年代半微量有机合成、半微量定性分析等教学中的应用出现了一个高潮。美国化学家 Nicholas D. Cheronis 在 1941 年举行的美国化学会上系统介绍了半微量实验的仪器与技术，在普通化学和有机化学中的应用，受到广泛重视。他与同事合作撰写了几本专著：《半微量与常量有机化学》、《半微量与定性分析》、《半微量有机实验》等都有较大影响。同一期间，苏联 B. H. Алексеев 著有《半微量定性分析教程》(原版苏联国营化学出版社，1950 年出版；中译本黄仁永等译，商务印书馆 1953 年)，Г. Лиц-Вщенигер 著《半微量有机合成》等。据不完全统计，美国化学教育杂志在 1945 至 1988 年间共发表有机实验小型化的文章 50 余篇，其中 J. T. Stock 等有较为系统的工作。1975 年美籍华裔学者马祖圣 (T. S. Ma) 总结他们的经验，编著《化学中的微型操作》等书也有较大影响。我国自 50 年代起半微量定性分析在大学化学实验中得到广泛应用。李善馥编译 Cheronis 的著作《半微量有机制备法》在许多学校得到采用。不少中学化学教师也因陋就简地开展过小型化的实验。国内学者从事半微量有机制备的经验专著《半微量有机制备实验》已于 1990 年天津科学技术出版社出版。这些事实说明，化学实验的小型化、微型化的趋势源远流长，是化学科学发展的必然趋势。这些长期积累的半微量有机制备的实践经验，各种高精度的现代实验仪器的广泛使用，为微型有机实验在 20 世纪 80 年代脱颖而出提供了坚实的基础。可见微型化学实验的出现不是偶然的。

表 1-2 车间空气中有害物质的最高允许浓度 (摘录)

物质名称	最高允许浓度 mg/m ³	物质名称	最高允许浓度 mg/m ³
甲苯	100	环己烷	100
甲醛	3	吡啶	4
乙醚	500	有机汞化合物	0.005
乙腈	3	汞	0.02
丙酮	400	二氧化硫	15
丙烯腈	2	钒化合物	0.1
苯及其同系物的 二及三硝基化合物	1	五氧化二砷	0.3
环己醇	50	三氧化铬、铬酸 盐等 (换算为 CrO ₃)	0.05
		三氯化磷	0.5

随着科技的发展，人们对自然、环境保护工作越来越重视。1995 年度诺贝尔化学奖第一次颁发给三位环境化学家，表明环境化学已和其他学术领域一样进入学术界主流科学之列。早在 1978 年原德国首先实施了环境标志，至今他们已公布了 81 种产品类型的环境标志。继西德之后，加拿大、日本于 1988 年，法国于 1991 年相继开展环保标志工作。丹麦、芬兰、冰岛、瑞典于 1989 年实施了统一的北欧标志，欧盟 (EV) 也于 1991 年实施了生态标志计划。

亚洲一些国家和地区如新加坡、马来西亚、韩国和我国台湾省也开展了环境标志工作。

联合国环境规划署 (UNEP) 在 UNEP/GC 14/19 号决议中提出危害全球的六种化学品是：镉、铅、汞、 CO_2 、 NO_x 和光化学氧化剂、二氧化硫及其衍生物；三种化学过程是：煤和其他矿物燃料的生产和应用、滥用杀虫剂、石油污染；一种化学现象：富营养化。近年来我国国民经济发展迅速，但是至今仍沿用着能耗高、粗放经营的传统工业发展模型。“三废”排放量大、污染严重、消耗高、效益差。因此我们必须将传统的速度型发展战略改成效益型和资源节约型发展战略。当务之急是加速推行清洁生产工艺，促进社会经济的可持续发展。在国际上，中国政府已签署了关于保护臭氧层的《蒙特利尔破坏臭氧层物质管制协定书》和防止气候变暖的《气候变化框架公约》。目前在我国也正在积极推广、宣传环境标志产品，已和世界环境标志认证工作接轨，保护生态平衡。各国政府对三废的排放、空气和工作场所空间有害物质的最高允许浓度等都以法规形式作了严格的规定。表 1-2 是我国制定的车间空气中有害物质最高允许浓度。对化学实验室内空气中有害物质的最高允许浓度，也可参照表 1-2 的规定执行。

各国政府对水资源的保护也制定了严格的标准和措施。在发达国家，由于实行了昼夜连续自动的环境监测，对上述环保法规执行情况的监督是很严格的。一旦发现三废排放超过标准，有关单位不仅要受到停水、停煤气的惩罚，而且保险公司还要索赔。

在发达国家大学化学系都非常重视三废的处理问题，一般都设置由教授负责处理本系三废的工作班子。图 1-2 是美国一所大学近年来用于三废处理的费用增长情况示意图。该校 1988 年处理三废的费用是 1984 年的 8 倍，达到 16 万美元之巨。其他院校也有类似情况。化学系的三废中化学物质的种类很多，但每种数量却不大，过去采用的三废经稀释后排入下水道的做法已经被禁止。必须要分门别类地把各种化学废物加以收集、处理，再按规定送到指定地方堆放。在国外的某些学校用于三废处理的开支已大于化学系用来购买化学试剂的费用，成为沉重的负担。

Mayo 等人为了降低化学实验室中的有害气体，从着眼于环境保护和实验室安全的需要，首先围绕着改善化学实验室的空气品质作了较为系统的测试和研究。他们分别测定了有机化学实验室各种单元操作中试剂的挥发量 (表 1-3) 与在实验室空气中的浓度 (表 1-4)。

表 1-3 单元操作中试剂的挥发量

操 作 过 程	挥发量 g
1. 液体转移 (由试剂瓶倒 5mL 试剂到试管, 多次操作)	
a. 在 8.17 分钟内转移丙醛 (沸点 49°C) 10 次	2.72~2.53
b. 在 3.8 分钟内转移丙醛 5 次	0.69~0.62
c. 在 5.13 分钟内转移异丁醛 (沸点 61°C) 10 次	1.54
2. 打开丙醛试剂瓶瓶盖 21.3 分钟	0.19~0.16

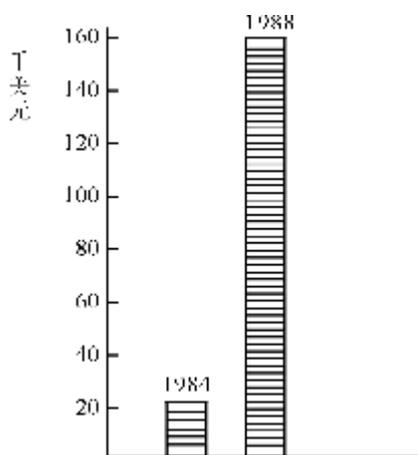


图 1-2 美国 Vermont 大学处理三废经费增长情况