



普通高等院校规划教材

★ 陈战国 焦 桓 编著

综合化学实验教程

COMPREHENSIVE CHEMICAL
EXPERIMENTS

陕西师范大学出版总社

DJ 普通高等院校规划教材

综合化学实验教程

陈战国 焦 桓 编著



陕西师范大学出版总社

图书代号 JC17N0786

图书在版编目(CIP)数据

综合化学实验教程 / 陈战国,焦桓编著. —西安: 陕西师范大学出版总社有限公司, 2017. 8

ISBN 978-7-5613-9410-6

I. ①综… II. ①陈… ②焦… 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 175767 号

综合化学实验教程

ZONGHE HUAXUE SHIYAN JIAOCHENG

陈战国 焦 桓 编著

责任编辑 王宪沛 杨雪玲

责任校对 杨雪玲

封面设计 鼎新设计

出版发行 陕西师范大学出版总社

(西安市长安南路 199 号 邮编 710062)

网 址 <http://www.snupg.com>

经 销 新华书店

印 刷 陕西省富平县万象印务有限公司

开 本 787mm × 1092mm 1/16

印 张 7.5

字 数 173 千

版 次 2017 年 8 月第 1 版

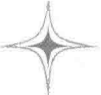
印 次 2017 年 8 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978-7-5613-9410-6

定 价 19.00 元

读者购书、书店添货或发现印装质量问题,请与本社高等教育出版中心联系。

电话:(029)85303622(传真) 85307864



前言



如何通过化学实验课程,培养和提高学生综合运用化学知识的能力,是实验教学必须考虑的重要问题。综合性实验的开设,是解决此问题的有效方法。综合性实验内容与四大化学基础实验内容区别很大,其中的某些实验项目直接取材于科研实验,对学生来说,可以更好地发挥科研反哺教学的作用。使学生通过该类实验,对科学研究的过程有一个清晰的了解,也有助于学生进行毕业设计活动。为了适应实验教学改革的需要,作为陕西师范大学重点教改项目“综合化学实验课程教学内容及方法的改革研究与实践”的任务之一,借鉴兄弟院校开设综合化学实验的成功经验,我们完成了《综合化学实验教程》的编写工作。本教程主要由三章构成:第一章综合化学实验教学及须知;第二章操作技术服务指南;第三章综合化学实验。共编写了28个实验,包括有机化合物合成、结构鉴定和纯度检测,配合物制备及纯度检测,无机材料的制备及应用,化学测量,精细化学品制备,天然产物提取分离等。每个实验均可在8 h内完成。所编写的实验力求实用、新颖、污染小、综合性强。最后附有常用化学数据表、综合化学实验常用试剂的配制和实验报告参考格式。

本教程是在陕西师范大学教材建设基金和学校重点教改项目支持下完成的,陕西师范大学化学化工学院薛东、张国防、李高强、王超、俞斌勋为

本教程的编写提出了许多宝贵意见和建议。2015 届毕业生朱毅萱、2017 届研究生侯丹、惠文萍参加了部分文字工作。本教程的编写过程还得到了陕西师范大学教务处、陕西师范大学化学化工学院、陕西师范大学有机化学教学团队的大力支持,在此一并表示衷心感谢!

由于编者的水平有限,编写过程中的错误在所难免,敬请读者批评指正。

编者

2017 年 5 月

Mulu 目录

第一章 综合化学实验教学及须知	1
1.1 综合化学实验与综合化学实验教学	1
1.2 化学试剂	5
1.3 实验室用水	6
第二章 操作技术服务指南	9
2.1 玻璃仪器的洗涤	9
2.2 玻璃仪器的干燥	10
2.3 溶液的配制	12
2.4 溶液配制和贮存注意事项	15
2.5 物质分离的方法	15
2.6 常用有机溶剂纯化处理方法	23
2.7 后处理常用方法	27
2.8 双溶剂重结晶指南	31
2.9 培养单晶指南	33
第三章 综合化学实验	35
第一节 有机化合物合成、结构鉴定和纯度检测	35
实验1 二茂铁的合成	35
实验2 一乙酰基二茂铁的制备	38
实验3 一乙酰基二茂铁的纯化及其结构的鉴定	39
实验4 局部麻醉剂利多卡因的合成(一)	43
实验5 局部麻醉剂利多卡因的合成(二)	44
实验6 3- α -呋喃基丙烯酸的制备及含量的测定	47

第二节 配合物制备及纯度检测	49
实验 7 富血铁的制备及含量的测定	49
实验 8 铜(Ⅱ)配合物的合成和摩尔质量的测定	51
实验 9 蛋氨酸铜的制备与组成的测定	54
第三节 无机材料的制备及应用	56
实验 10 氧化铁纳米颗粒的制备及用于奶制品中三聚氰胺的测定	56
实验 11 氧化型石墨烯的制备	59
实验 12 硝酸钾的制备及含量的测定	62
第四节 化学测量	65
实验 13 荧光法测定乙酰水杨酸和水杨酸	65
实验 14 蔗糖水解动力学参数的测定	70
实验 15 原子吸收分光光度法测定饮用水中的镁	73
实验 16 电位自动滴定测定白酒中的总酸和总酯	76
实验 17 水中化学需氧量的测定	78
实验 18 漂白精的制备及有效氯的测定	80
第五节 精细化学品制备	82
实验 19 由废餐盒(聚乳酸材料)制备乳酸钙	82
实验 20 聚氨酯泡沫塑料的制备	86
实验 21 酚醛树脂的合成	88
实验 22 双(2,4,6-三氯苯基)草酸酯的合成及荧光棒的制作	90
实验 23 雪花膏的配制	92
实验 24 液体香波的配制	94
实验 25 表面活性剂——十二烷基硫酸钠的合成	96
第六节 天然产物提取分离	98
实验 26 从黄连中提取黄连素	98
实验 27 水蒸馏法提取姜油	100
实验 28 从果皮中提取果胶及果冻的制备	102
附录	104
附录 1 常用化学数据表	104
附录 2 综合化学实验常用试剂的配制	107
附录 3 实验报告参考格式	112

第一章

综合化学实验教学及须知

综合化学实验技术是化学专业的学生必须具备的实验技能知识,包括化学实验的基本常识、化学实验的操作方法、化学实验的研究方法、化学实验常用仪器的规范操作,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。综合化学实验是在学生完成各专业实验训练的基础上的较高层次的实验,每个实验都会涉及多个二级学科的知识 and 实验技能,包括有机化学实验技能、无机化学实验技能、分析化学实验技能和物理化学实验技能等。通过对典型实验的实际操作训练,达到提高学生对化学知识和实验技能综合性的运用能力,为以后毕业设计和科学研究奠定良好的基础。

1.1 综合化学实验与综合化学实验教学

综合化学实验是检验基础化学技能和进行化学研究最基本的训练。它是通过实验活动,运用综合的化学知识和技能,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,许多化学概念的提出、规律的揭示、化学理论的产生几乎都是建立在化学家大量实验研究的基础上。

迄今近千万种新物质、新材料的问世及应用,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,它是理论发展的唯一基础和源泉。同时,在化学理论向化学应用的转化和开发中,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,不但要有丰富、扎实的专业实验技术和技能,还要有综合运用这些技能的能力。

所以,在化学专业的学习中,必须注重综合化学实验的实践活动,注重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 综合化学实验课教学目的

综合化学实验课的教学目的是使学生在完成化学专业各二级学科理论知识和实验技能

的同时,通过实验的实践活动,综合运用各专业的基本知识及掌握基本的实验技术,完成一个小型的科研课题。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、分析及鉴别物质;所谓完成一个小型的科研课题就是如何合成、制备物质,如何将它们与生产实际联系起来,开发、扩展它们的应用。

综合实验技术在技能上的要求:综合运用各类实验研究的基本方法和原理;加强规范实验操作方法和技巧;善于观察、分析化学现象和测量数据并获得结果;学会如何选择、安装、调试和使用各种仪器,以及如何进行实验方案的设计和实验条件的选择等;具备独立解决实际问题的能力。

除此之外,综合化学实验课的教学目的还在于通过实验的实践活动,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,综合化学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 综合化学实验课学习方法与教学基本要求

综合化学实验课的学习是以学生为主,通过实践活动运用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、系统化和综合化。同时要求对典型的实验技术、仪器的使用进行针对性地规范演示和指导。

在实验课教学中,要抓住实验预习、实验操作、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,这是做好综合化学实验的前提。学生通过对实验教材和相关资料的仔细阅读学习,明确实验目的与要求、实验方法与原理,明确基本仪器装置的操作方法,明确在本实验中自己应掌握哪些技能,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

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,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、严谨的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。整个操作过程中要做到轻(动作轻、讲话轻)、细(细心观察、细致操作)、准(试剂用量准、结果及记录准确)、洁(使用的仪器清洁,实验桌面整洁,实验结束把实验室打扫清洁)。

实验完成后,原始记录须经指导教师检查、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形式。其内容主要包括:实验目的、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及处理、实验结果的讨论、经验与教训及思考题的回答等。其中对实验结果的讨论是报告的重要组成部分,通过对实验现象的分析与解释、实验方法与结果的评价及讨论,提高和加深对涉及的化学原理和知识的理解。经验与教训部分可以使学生总结自己在实验活动中的收获与体会,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。学生要做到通过一次实验的实践,在能力和技能上有所收获。综合化学实验报告的书写形式为科研小论文的形式,要求学生每个实验中所涉及的研究课题的研究动向有明确的了解,研究过程和结果要用科研论文的形式规范表达。

1.1.3 综合化学实验安全知识

综合化学实验中,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,需了解周围环境,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,养成实验结束后立即关闭水、电、气源,不随意乱放仪器、药品的好习惯。

③保持实验室内通风良好,严防易挥发试剂或气源泄露。

④规范使用化学药品。使用前需明确其性质及注意事项,使用时严格按照实验要求操作。严禁混合或使用未标明的药品。

⑤实验仪器和装置的安装组合与使用应严格按照实验要求规范操作,确认科学合理且无泄漏时方能使用。

⑥实验进行中,不得擅自离开岗位。发生意外事故时,应及时设法急救,并迅速报告指导教师。

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,就能把所有的事故和隐患消除在萌芽状态。

(1) 火灾与爆炸事故的预防与处理

火灾与爆炸事故的发生是实验室事故中概率最大的,引发原因主要有:

①缺乏基本知识。如大多数可燃蒸气与空气的混合物都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时引

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的含有过氧化物的乙醚,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。因此,此类灾害的预防关键是要了解反应的性质和特点,科学规范地操作,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),及时灭火。应根据发生火灾物质的性质选用不同方式、不同器材进行灭火。

国际上根据可燃物的性质把火灾分为四类,可以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,应严格执行领用制度、操作规程,实验时应有必要的人身防护措施,如使用防护衣、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,应及时采取急救措施。

①中毒:应根据毒物性质服用解毒剂,并及时送医院急救。腐蚀性毒物中毒应灌注牛奶缓解,且不可服催吐剂。若为酸性物质中毒,先饮水,再服用氢氧化铝膏剂加鸡蛋白。若为碱性物质中毒,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:应根据灼伤原因采取不同的处理方法。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 220 V 或 380 V。我国规定 36 V、50 Hz、10 mA 的交流电为安全电压,超过 45 V、100 mA 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、使用电源插座及连接导线。

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操作,不可在有负载情况下开启电器。
- ⑤电器的检查、安装工作不得带电操作。若发生触电或引发火灾,应首先切断电源,再处理。

1.2 化学试剂

化学试剂是指纯度达到一定要求的化学制品,是化学实验用品的主体。了解化学试剂的分类、规格标准,以及合理使用和储存方法的知识,对于化学专业人员是必需的。

1.2.1 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、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的基准试剂;有用于物质分离、制备、鉴定、测定的专用试剂,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。

1.2.2 化学试剂使用注意事项

化学实验中,化学试剂的合理选用、规范操作、科学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 C. P. 或 L. R. 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 A. R. 或 G. R. 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,再根据条件开瓶。开瓶时瓶口不可对人,用后加盖。化学试剂,有的见光分解,有的遇空气氧化,有的在过高室温下瓶内蒸汽压很大,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。固体试剂取用需要清洁、干燥的钥匙(有塑料、玻璃或牛角的)取用,不得用手直接拿取,要求专勺专用。液体试剂取用时应先倒入干净的容器中,或用量筒量取,或用滴管吸取。液体药品一般用滴管将液体滴入试管中时,应用左手垂直地拿持试管,右手持滴管胶皮头将滴管放在试管口的正上方,然后

挤捏橡皮头,使液体恰好滴入试管中。绝不可将滴管伸入试管中,否则,滴管口容易碰上试管壁,并可能沾上其他液体,再将此滴管放入药品瓶中则会污染药品。若所用的是滴瓶上的滴管,使用后应立即插回原来的滴瓶中。不得把沾有液体药品的滴管横放或倒置,以免液体流入滴管的橡皮头而被污染。用量筒量取液体时,应左手持量筒,并以大拇指指示所需体积的刻度处;右手持药品瓶(药品标签应在手心处),瓶口紧靠量筒口边缘,慢慢注入液体到所指刻度。读取刻度时,视线应与液面在同一水平面上。如果不慎倾出了过多的液体,只好把它弃掉或给他人使用,不得倒回原瓶。取用浓酸、浓碱等腐蚀性药品时,务必注意安全。如果酸、碱等洒在桌上,应立即用湿布擦去,如果沾到眼睛或皮肤上,要立即用大量清水冲洗。

④试剂分装后,其标签须注明品名、规格、分装日期、出厂日期等。

⑤试剂使用后,应及时盖好,严防密封不良或泄露,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 $-\text{O}-\text{O}-$ 、 $-\text{O}-\text{Cl}-$ 、 $=\text{N}-\text{Cl}-$ 、 $=\text{N}-\text{X}$ 、 $-\text{N}=\text{O}$ 、 $-\text{N}=\text{N}-$ 、 $-\text{N}=\text{C}$ 、 $-\text{NO}_2$ 、 $-\text{C}\equiv\text{C}-$ 、 $-\text{N}=\text{C}=\text{}$ 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,除及时密封外,应根据试剂性质,创造贮存条件,分类存放。

1.3 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的实验用纯水。

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。采取一定的措施,尽可能除去这些物质,即可获取不同等级的实验用纯水。

1.3.1 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),并详细制定了其主要技术指标,见表 1-1。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 1-1 实验室用水的级别与主要技术指标

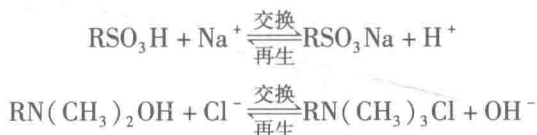
项目	一级	二级	三级
pH(25 ℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25 ℃)/mS·m ⁻¹	≤0.01	≤0.10	≤0.50
可氧化物质(以[O]计)/mg·L ⁻¹	—	<0.08	<0.04
吸光度(254 nm,1 cm 光程)	≤0.001	≤0.01	—
蒸发残渣(105±2 ℃)/mg·L ⁻¹	—	≤1.0	≤2.0
可溶性硅(以 SiO ₂ 计)/mg·L ⁻¹	≤0.01	≤0.02	—

1.3.2 水的纯化方法

从天然水到纯水的制备工序,一般分为三步:第一步是水的预处理,主要通过砂滤、膜滤除去水中的悬浮物与颗粒状物质,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);第三步是后处理,可通过紫外、超滤除去细菌及小颗粒物质,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架上的活性基团—N(CH₃)₃OH、—SO₃H 与水中的杂质离子发生交换反应,除去水中的杂质、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杂质离子的定向迁移,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。电渗析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

这是一种膜分离法技术。它利用膜对溶剂(水)有选择性透过的功能,按常规渗透现象进行。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的情况下进行蒸馏。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。

1.3.3 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的贮存方法。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,再根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。

【参考文献】

[1]胡满成,张昕. 化学基础实验[M]. 北京:科学出版社,2002.

[2]北京师范大学无机化学教研室,等. 化学基础实验[M]. 2版. 北京:高等教育出版社,2013.

第二章

操作技术服务指南

2.1 玻璃仪器的洗涤

实验中所用玻璃仪器的洁净与否直接影响实验的成败,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。

除常规洗涤法外,尚有一些特殊的洗涤方法: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。

在分析化学实验中,常用的毛刷刷洗和去污粉刷洗的操作并不推荐出现在分析化学的洗涤操作中,如玻璃器皿的内壁玷污严重,一般多为采用化学洗涤液浸泡的方式完成玻璃仪器的洗涤,实验室常用化学洗涤液的配置与使用方法如下:

(1) 铬酸洗液

强氧化性、强腐蚀性、有毒洗液(注意:铬酸洗液腐蚀性极强,使用时必须非常小心,不要将铬酸洗液溅于裸露的皮肤上)。配制时取20g重铬酸钾研细,溶于40mL水中,搅拌下缓慢加入360mL浓硫酸即成。用于除油垢或还原性污物,一般采用冷或热液浸泡。具体操作如下(下述各个洗液使用方法同此):

①取实验用铬酸洗液试剂瓶。一只手握住铬酸洗液试剂瓶,将标签向着手心,沿器皿瓶口将铬酸洗液倾倒入玻璃器皿中,大约体积1/3时停止,轻轻旋转并倾斜玻璃器皿,使铬酸洗液比较均匀地浸润玻璃器皿的内壁。根据玻璃器皿的玷污程度决定浸泡时间,如果器皿玷污严重,可适当延长浸泡时间,也可将器皿充满铬酸洗液,长时间浸泡,或者将铬酸洗液稍许加热,起到更好的洗涤效果。

②浸泡完毕将铬酸洗液回收到原试剂瓶中,用自来水洗涤3遍,洗涤过程与铬酸洗液相同,每次洗涤仅使用约玻璃器皿1/3体积的水即可。

③再用一次去离子水洗涤3遍,洗涤过程与上相同。

④根据玻璃器皿洁净程度的要求,还可用二次蒸馏水将玻璃器皿接着洗涤3次。

用以上方法洗涤后,经自来水冲洗干净的仪器上不应留有 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Cl^- 等离子。使用蒸馏水的目的只是为了洗去附在仪器壁上的自来水,应符合少量(每次用量少)、多次(一般洗 3~4 次)的原则。

(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%)可除去器皿表面吸附的重金属离子;也可采用混酸如 1:1 或 1:2 盐酸与硝酸的混酸,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它有机物,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 氢氧化钠溶于 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) 有机溶剂洗液

采用汽油、丙酮、乙醇、二甲苯、乙醚等有机溶剂溶解有机残污,达到清洗的目的。

(8) 乙醇-浓硝酸洗液

此法用于特难洗净的有机残物的清除。该洗液只能现配现用,且具有危险性,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。

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。不能用布或纸擦拭已洗净的容器,因为布和纸的纤维会留在器壁上弄脏仪器。

2.2 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。一般玻璃量器无须专门干燥,更不能加热干燥,用时仅需用同试液或同溶剂润洗 3 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。玻璃仪器的干燥方法有以下几种,如图 2-1。