

纺织化学实验

江汉良 编

西北纺织学院

一九八八年八月

TU

实验目的	1
实验的程序与要求	2
实验室规则	3
实验室意外事故的处理	5
实验中常用的仪器	6
实验一、基本操作	9
一、天平使用	9
二、灯的使用和加热	9
三、玻璃仪器的洗涤	11
四、药品的取用	12
五、容量瓶、滴定管和移液管的洗涤和使用	13
六、液体和固体的分离	15
七、干燥器的使用	18
八、比重计的使用	19
九、启普发生器的使用	19
十、蒸馏	20
十一、玻璃工操作	20
十二、实验及计算中的有效数字	22
实验二、分析天平的使用	23
实验三、溶液的配制与酸碱滴定	29
实验四、水的净化	32
实验五、COD值的测定	37
实验六、胶体的制备及其特性在分析中的应用	39
实验七、阴离子表面活性剂(A、B、S)含量测定——萃取比色	41
实验八、氨基酸的纸色谱	46
实验九、薄层色谱法	50
实验十、光谱法与色谱法简介	52
实验十一、高聚物的分子量测定	71
实验十二、酸碱对高聚物中化学键破坏的测定	77
实验十三、高聚物的定性分析	78
实验十四、高聚物的定量分析	81
实验十五、织物的酸度、碱度和PH值及树脂总量的测定	85
实验十六、胱氨酸的测定	86
实验十七、织物上甲醛测定	88
实验十八、织物上淀粉、油脂和蜡质的测定	90
实验十九、织物上皂和表面活性剂的测定	91

实验二十、麻的化学成份分析.....93

附 录

一、化学药品的规格.....	96
二、常用酸碱溶液的浓度.....	97
三、纺织工厂常用的化学药品和助剂的性质与用途.....	97

实验目的

化学是一门实验科学。实验是化学课程不可缺少的一个重要环节。它的目的是:

1. 培养学生正确地掌握一定的实验操作技能。有正确的操作,才能得出准确的数据和结果,而后者又是正确结论的主要依据。因此,化学实验中基本操作的训练具有极其重要的意义。
2. 培养学生独立思考和独立工作能力。学生需要学会联系课堂讲授的知识,仔细地观察和分析实验现象,认真地处理数据并概括现象,从中得出结论。
3. 培养学生的科学工作态度和习惯。科学工作态度是指实事求是的作风,忠实于所观察到的客观现象。如发现实验现象与理论不符时,应检查操作是否正确或所用的理论是否合适等。科学工作习惯是指操作正确、观察细致、安排合理等,这些都是作好实验的必要条件。

实验的程序与要求

1. 预习 充分预习实验教材是保证做好实验的一个重要环节。预习时应当搞清实验的目的、内容、有关原理、操作方法及注意事项等,并初步估计每一反应的预期结果,根据不同的实验及指导教师的要求做好预习报告。(如有需要,某些实验内容可到实验室中在教师的指导下进行预习。)对于实验内容后面的“实验前准备的思考题”,预习时应认真思考。

2. 提问和检查 实验开始前由指导教师进行集体或个别提问和检查。一方面了解学生的预习情况,另一方面可以具体指导学生的学习方法。查问的内容主要是实验的目的、内容、原理、操作和注意事项等。如发现个别学生准备不够,教师可以停止他进行本次实验,在指定日期另行补做。

3. 进行实验 学生应遵守实验室规则,接受教师指导,按照实验教材上规定的方法、步骤及药品的用量进行实验。细心观察现象,如实记录于实验报告中。同时,应深入思考,分析产生现象的原因。如有疑问,可相互讨论或询问教师。

4. 做实验报告 实验完毕后,应当堂(或在指定时间内)做好实验报告,由课代表收齐交给指导教师。实验报告要记载清楚、结论明确、文字简练、书写整洁。不合格者,教师可退回学生重做。教师在接受报告时,可以提出实验中的问题,对学生进行再次查问。

实验室规则

1. 实验前清点仪器。如发现有破损或缺少,应立即报告教师,按规定手续向实验准备室补领。实验时仪器如有损坏,亦应按规定手续向实验准备室换取新仪器。未经教师同意,不得拿用别的位置上的仪器。

2. 实验时保持肃静,集中思想,认真操作,仔细观察现象,如实记录结果,积极思考问题。

3. 实验时应保持实验室和桌面清洁整齐。火柴梗、废纸屑、废液、金属屑等应投入废纸篓或倒入废液钵中,严禁投入或倒入水槽内,以防水槽和下水管道堵塞或腐蚀。

4. 实验时要爱护国家财物,小心地使用仪器和实验设备,注意节约水、电、药品。使用精密仪器时,必须严格按照操作规程进行,要谨慎细致。如发现仪器有故障,应即停止使用,及时报告指导教师。

药品应按规定量取用,自瓶中取出药品后,不应将药品倒回原瓶中,以免带入杂质;取用药品后,应立即盖上瓶塞,以免搞错瓶塞,沾污药品;并随即将瓶放回原处。

5. 实验时必须按正确操作方法进行,注意安全。

6. 实验完毕后将玻璃仪器洗涤干净,放回原处。整理好桌面,打扫干净水槽和地面,最后洗净双手。

7. 实验完毕后必须检查电插头或闸刀是否拉开,水龙头是否关闭等。实验室内的一切物品(仪器、药品和产物等)不得带离实验室。

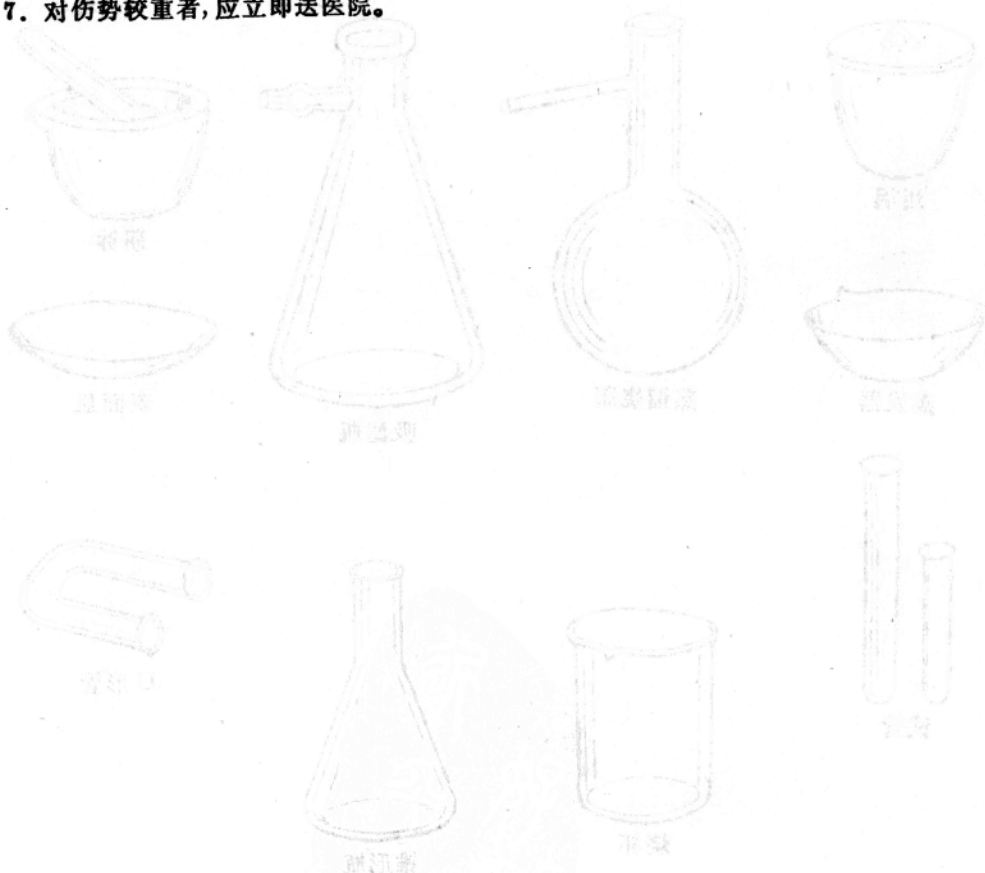
实验室安全守则

化学药品中有很多是易燃、易爆炸、有腐蚀性或有毒的。所以在化学实验时，首先必须在思想上十分重视安全问题，决不能麻痹大意。其次，在实验前应充分了解安全注意事项。在实验过程中要集中注意力，遵守操作规程，以避免事故的发生。

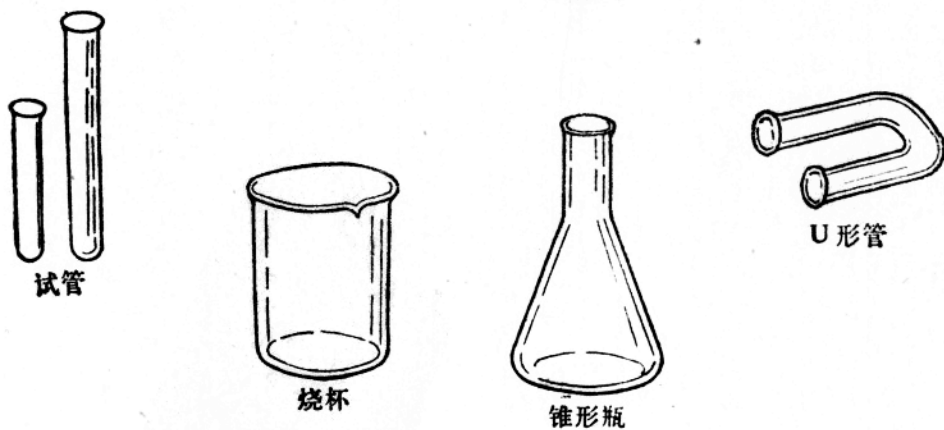
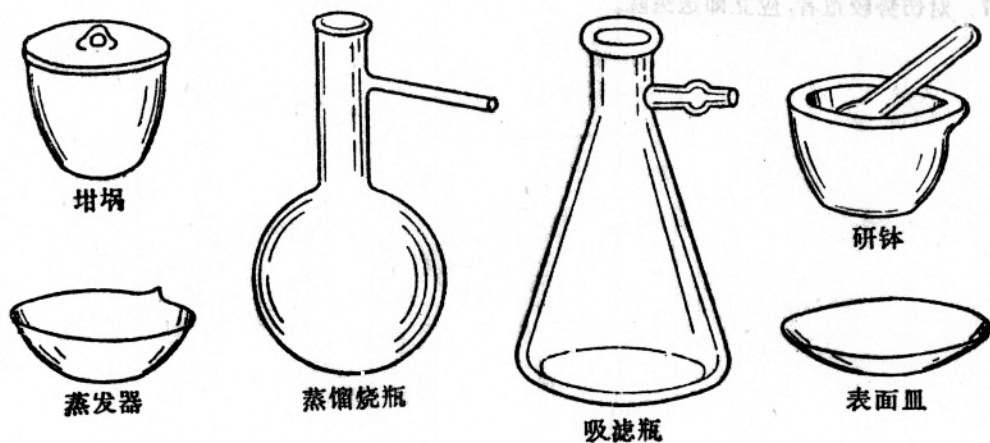
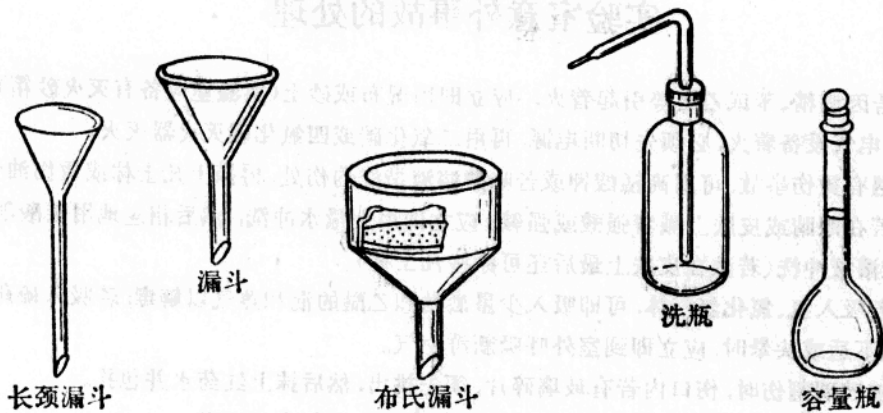
1. 加热试管时不要将试管口指向自己或别人，不要俯视正在加热的液体，以免液体溅出，受到伤害。
2. 嗅闻气体时，应用手轻拂气体，偏向自己后再嗅。
3. 使用酒精灯，应随用随点，不用时盖上灯罩。不要用已点燃的酒精灯去点燃别的酒精灯，以免酒精流出而失火。
4. 浓酸、浓碱具有强腐蚀性，切勿溅在衣服、皮肤、尤其眼睛上。稀释浓硫酸时，应将浓硫酸慢慢倒入水中，而不能将水向浓硫酸里倒，以免迸溅。
5. 能产生有刺激性或有毒气的实验，应在通风橱内(或通风处)进行。
6. 有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物等，特别是氰化物)不得进入口内或接触伤口。也不能将有毒药品随便倒入下水管道。
7. 对于易燃物质，应尽可能使其远离火焰。
8. 实验完毕，应洗净双手后，才可离开实验室。实验室内严禁饮食、吸烟。

实验室意外事故的处理

1. 若因酒精、苯或乙醚等引起着火, 应立即用湿布或砂土(实验室应有灭火砂箱)等扑灭。若遇电气设备着火, 必须先切断电源, 再用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火。
2. 遇有烫伤事故, 可用高锰酸钾或苦味酸溶液揩洗灼伤处, 再搽上凡士林或烫伤油膏。
3. 若在眼睛或皮肤上溅着强酸或强碱, 应立即用大量水冲洗, 然后相应地用碳酸氢钠溶液或硼酸溶液冲洗(若溅在皮肤上最后还可涂些凡士林)。
4. 若吸入氯、氯化氢气体, 可即吸入少量酒精和乙醚的混和蒸气以解毒; 若吸入硫化氢气体而感到不适或头晕时, 应立即到室外呼吸新鲜空气。
5. 被玻璃割伤时, 伤口内若有玻璃碎片, 须先挑出, 然后抹上红药水并包扎。
6. 遇有触电事故, 首先应切断电源, 然后在必要时, 进行人工呼吸。
7. 对伤势较重者, 应立即送医院。

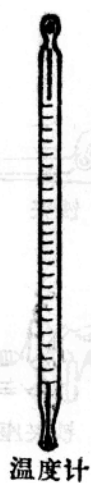


实验中常用仪器





量筒



温度计



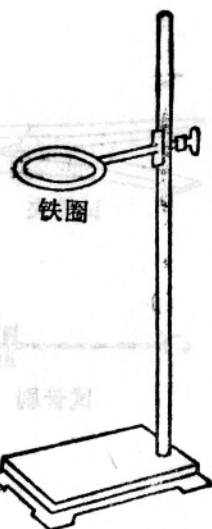
比重计



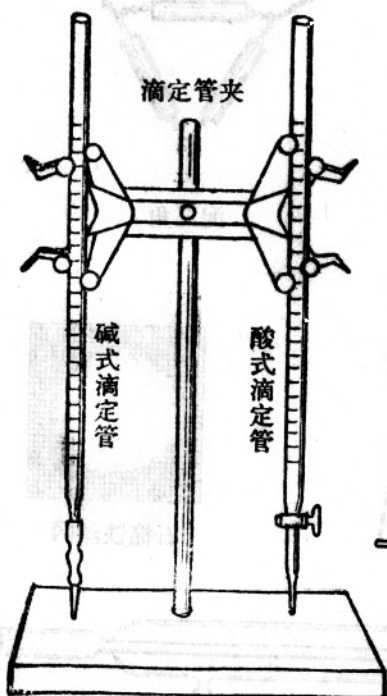
称量瓶



接引管



铁圈



滴定管夹

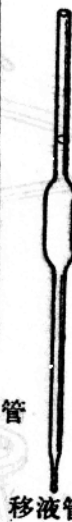
碱式滴定管

酸式滴定管

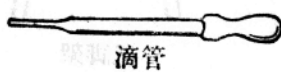
铁架



吸量管



移液管



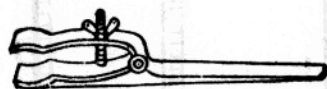
滴管



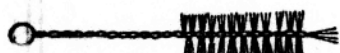
启普发生器



试管夹



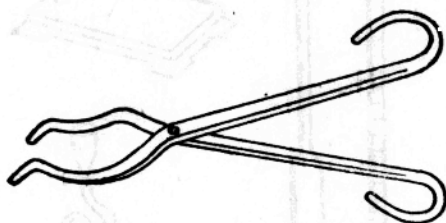
铁夹



试管刷



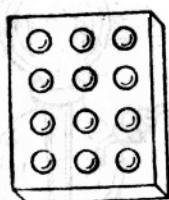
铁夹座



坩埚夹



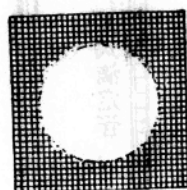
泥三角



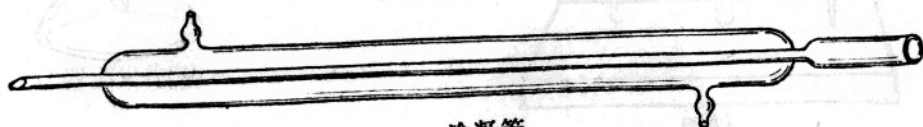
点滴板



三脚架



石棉铁丝网



冷凝管

实验一 基本操作

一、天平的使用

实验中由于对重量^①准确度的要求不同,需使用不同类型的天平进行称量。常用的天平有台天平(也叫台秤)、化学天平和分析天平等。一般来说,台天平的感量(称量的精确程度)是0.1克,化学天平的感量是0.01克,而分析天平的感量则为0.0001克。

台天平 使用台天平前需先把游码放在刻度尺的零处,检查天平的摆动是否平衡。如果平衡,则指针摆动时所指示的标尺上的左右格数应相等,当指针静止时应指在标尺的中线。如果不平衡,可以调节螺旋,使之平衡。

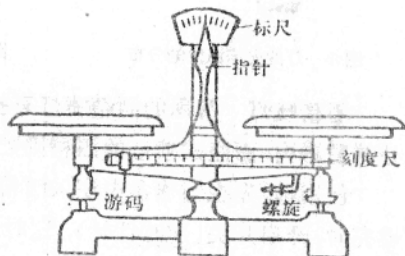


图4 台天平

称量时,将要称的物品放在左台上(或左盘内),然后在右台上(或右盘内)添加砝码。砝码通常从大的加起,如果偏重,就换放小的砝码,10克以下的砝码用游码代替,直到天平平衡为止。台天平的砝码和游码可以用干净的手指直接拿取和移动。

称固体药品时,应在两台上(或两盘内)各放一张重量相仿的腊光纸,然后用药匙将药品放在左台(或左盘)的纸上(称NaOH、KOH等易潮解或有腐蚀性的固体时,应衬以表面皿)。称液体药品时,要用已称过重量的容器盛放药品,称法同前。

化学天平 化学天平的构造和使用方法可参看分析天平。

分析天平 分析天平的构造和使用方法在实验三“分析天平的使用”中说明。

二、灯的使用和加热

灯的使用

在实验室的加热操作中,常使用酒精灯、酒精喷灯、煤气灯或电炉等。酒精灯的温度通常可达400~500℃,酒精喷灯或煤气灯的温度分布如图5所示,最高温度处通常可达1000℃左右。

酒精灯 点燃酒精灯需用火柴,切勿用已点燃的酒精灯直接去点燃别的酒精灯。熄灭灯焰时,切勿用口去吹;可将灯罩盖上,火焰即灭;然后再提起灯罩,待灯口稍冷,再盖上灯罩;这样可以防止灯口破裂。长时间加热时最好预先用湿布将灯身包围,以免灯内酒精受热大量挥发而发生危险。不用时,必须将灯罩盖好,以免酒精挥发。

^① 这里的“重量”实际上指的是“质量”,但习惯上沿用“重量”,以后所用的“重量”均指“质量”。

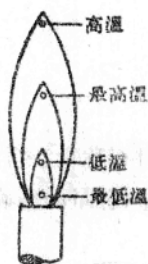


图 5 灯的火焰温度的分布

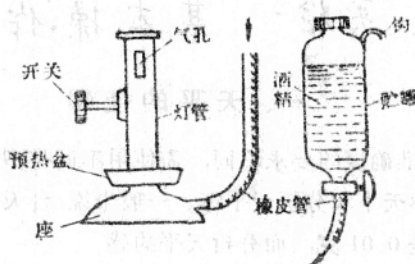


图 6 挂式酒精喷灯的结构

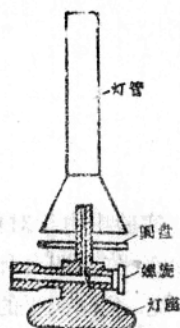


图 7 煤气灯

酒精喷灯 常用的酒精喷灯有挂式(图6)及座式两种。挂式喷灯的酒精贮存在悬挂于高处的贮罐内,而座式喷灯的酒精则贮存在灯座内。

使用前,先在预热盆中注入酒精,然后点燃盆中的酒精以加热铜质灯管。待盆中酒精将燃完时,开启开关(逆时针转),这时由于酒精在灯管内气化,并与来自气孔的空气混和。如果用火点燃管口气体,即可形成高温的火焰。调节开关阀门可以控制火焰的大小。用毕后,旋紧开关,即可使火焰熄灭。

应当指出:在开启开关、点燃管口气体以前,必须充分灼热灯管;否则酒精不能全部气化,会有液态酒精由管口喷出,可能形成“火雨”(尤其是挂式喷灯),甚至引起火灾。

挂式喷灯不使用时,必须将贮罐的开关关好,以免酒精漏失,甚至发生事故。

煤气灯 煤气灯的式样不一,常用的一种构造如图7所示。使用时把灯管向下旋转以关闭空气入口;再把螺旋向外旋转以开放煤气入口。慢慢打开煤气管阀门,用火柴在灯管口点燃煤气,然后把灯管向上旋转以导入空气,使煤气燃烧完全,形成蓝色火焰。

煤气燃烧时,若空气量不足,则火焰发黄色光,即应加大空气入口,增加空气量。若空气过多,则会产生“侵入”火焰。这时火焰缩入管内,煤气在管内空气入口处燃烧,而灯管口火焰消失,或者变为一条细长的绿色火焰。同时煤气灯管中发出嘶嘶的声音,可闻到煤气臭味,而灯管被烧得很热。此时应立即关闭煤气管阀门。待灯管冷却后,关闭空气入口,重新点燃使用。

煤气是易燃有毒的气体。煤气灯用毕,必须随手关闭煤气管阀门,以免发生意外事故。

加 热

常用的受热仪器有烧杯、烧瓶、锥形瓶、蒸发皿、坩埚、试管等。这些仪器一般不能骤热,受热后也不能立即与潮湿的或过冷的物体接触,以免由于骤热骤冷而破裂。加热液体时,液体体积一般不应超过容器容积的一半。在加热前必须将容器外壁擦干。

烧杯、烧瓶和锥形瓶加热时必须放在石棉铁丝网(或铁丝网)上;否则容易因受热不均而破裂。

蒸发皿、坩埚灼热时,应放在泥三角上(图8);如需移动则必须用坩埚夹夹取。

在火焰上加热试管时,应使用试管夹夹住试管的中上部(微热时也可用拇指和食指持试

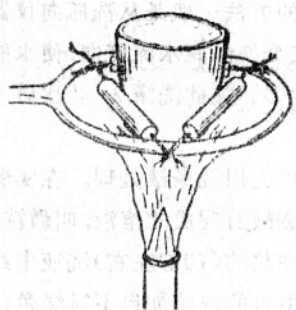


图 8 坩埚的灼烧

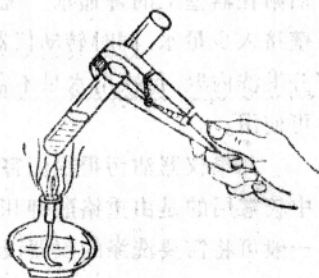


图 9 用试管加热液体



图 10 用试管加热潮湿的固体

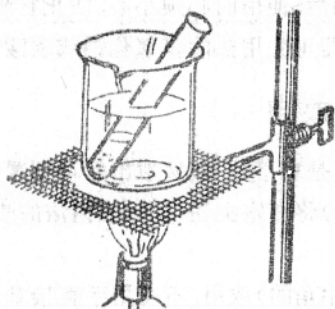


图 11 烧杯代替水浴加热

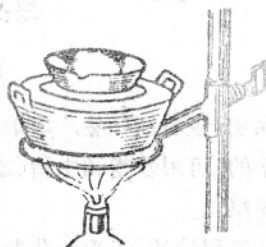


图 12 蒸气浴加热

管), 试管与桌面成约 60° 的倾斜(图 9)。如果加热液体, 应先加热液体的中上部, 慢慢移动试管, 热及下部, 然后不时上下移动或摇荡试管, 务使各部分液体受热均匀, 以免管内液体因受热不均而骤然溅出。

如果加热潮湿的或加热后有水产生的固体时, 应将试管口稍微向下倾斜, 使管口略低于底部(图 10), 以免在试管口冷凝的水流向灼热的管底而使试管破裂。

如果要在一定范围的温度下进行较长时间的加热, 则可使用水浴(图 11)、蒸气浴(图 12)或砂浴等。水浴或蒸气浴是具有可移动的同轴圆盖的铜制水锅[也可用烧杯代替(图 11)]。砂浴是盛有细砂的铁盘。应当指出: 离心试管由于管底玻璃较薄, 不宜直接加热, 应在热水浴中加热。

三、玻璃仪器的洗涤

为了使实验结果正确, 必须将实验仪器洗涤干净。现以洗涤试管为例, 说明洗涤方法。

在试管内装入约 $1/4$ 的水, 摇荡片刻, 倒掉, 再装水摇荡, 倒掉, 若管壁能均匀地被水所湿润而不沾附水珠, 可认为基本上已洗涤清洁(图 13)。

洗涤时也可使用试管刷。刷洗时注意将试管刷前部的毛捏住后放入管内, 以免铁丝顶端将试管戳破。如有需要, 可用去污粉刷洗(但不要用于去污粉刷洗有刻度量器, 以免擦伤器壁)。



图 13 试管的清洁情况

按上法洗净后,需再用去离子水(或蒸馏水)洗涤,以除去沾附在器壁上的普通水。洗涤的方法一般是从洗瓶向仪器内壁挤入少量水,同时转动仪器或变换洗瓶水流方向,使水能充分淋洗内壁,每次用水量不需太多。如此洗涤 2~3 次后,即可使用。

如果仪器沾污得很厉害,可先用洗涤液处理。在实验室中较常用的是由重铬酸钾和浓硫酸所配成的溶液,叫做洗液。一般可将需要洗涤的仪器浸泡在热的(70°C 左右)洗液中约十几分钟。取出后,再用水冲洗。用过的洗液如果不显绿色(+3 价铬离子的颜色),一般仍可倒回原瓶再用(不要随便废弃)。洗液有强烈的腐蚀性,使用时必须小心,防止它溅在皮肤或衣服上。有油渍的仪器可先用热的氢氧化钠或碳酸钠溶液处理。

四、药品的取用

取用药品前,应看清标签。取用时,如果瓶塞顶是扁平的,瓶塞取出后可倒置桌上;如果瓶塞顶不是扁平的,可用食指和中指(或中指和无名指)将瓶塞夹住(或放在清洁的表面皿上),绝不可将它横置桌上。

固体药品需用清洁、干燥的药匙(塑料、玻璃或牛角的)取用,不得用手直接拿取。

药匙的两端为大小两个匙,取大量固体时用大匙,取少量固体时用 small 匙(取用的固体要放入小试管时,也可用小匙)。

液体药品一般可用量筒量,或用滴管吸取。用滴管将液体滴入试管中时,应用左手垂直地拿持试管,右手持滴管橡皮头将滴管放在试管口的正中上方(图 14),然后挤捏滴管的橡皮头,使液体滴入试管中。绝不可将滴管伸入试管中(图 15),否则,滴管口易沾有试管壁上的其它液体,如果再将此滴管放入药品瓶中,则会沾污该瓶中的药品。若所用的是滴瓶中的滴管,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置或将滴管口向上斜放,以免液体流入滴管的橡皮头。

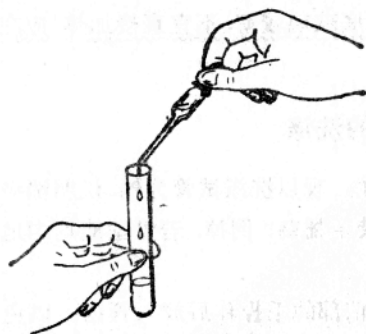


图 14 用滴管滴加少量液体药品的正确操作

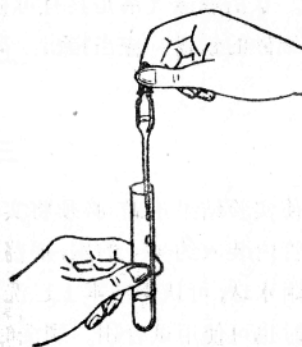


图 15 用滴管滴加少量液体药品的不正确操作

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(图 16)到所指刻度。读取刻度时,视线应与液面在同一水平面上。如果不谨慎,倾出了过多的液体,只好把它弃去或给他人用,不得倒回原瓶。

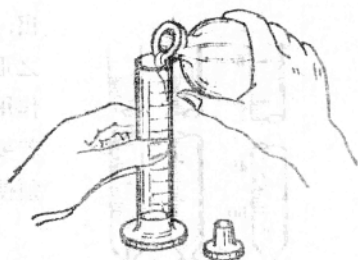


图 16 用量筒量取液体的操作

药品取用后,必须立即将瓶塞盖好。实验室中药品瓶的安放,一般均有一定的次序和位置,不得任意更动。若需移动药品瓶,使用后应立即放回原处。

取用浓酸浓碱等腐蚀性药品时,要防止沾到眼睛、皮肤上或洒在衣服上。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(参看实验室意外事故的处理)。

五、容量瓶、滴定管和移液管的洗涤和使用

常用的量器除量筒外,尚有容量瓶、移液管和滴定管等。量筒只能用来量取对体积不需十分精确的液体,而容量瓶、移液管和滴定管则有较高的精确度,容积在 100 毫升以下的这些量器的精确限度一般可到 0.01 毫升。

容量瓶 容量瓶主要是用来精确地配制一定体积和一定浓度的溶液的量器。如果是用浓溶液(尤其是浓硫酸)配制稀溶液,应先在烧杯中加入少量去离子水,将一定体积的浓溶液沿玻璃棒分数次慢慢地注入水中,每次加入浓溶液后,应搅拌之。如果是用固体溶质配制溶液,应先将固体溶质放入烧杯中用少量去离子水溶解,然后,将杯中的溶液沿玻璃棒小心地注入容量瓶中(图 17),再从洗瓶中挤出少量水淋洗烧杯及玻璃棒 2~3 次,并将每次淋洗的水注入容量瓶中。最后,加水到标线处。但需注意,当液面将接近标线时,应使用滴管小心地逐滴将水加到标线处(注意:观察时视线、液面与标线均应在同一水平面上)。塞紧瓶塞,将容量瓶倒转数次(此时必须用手指压紧瓶塞,以免脱落),并在倒转时加以摇荡,以保证瓶内溶液浓度上下各部分均匀。瓶塞是磨口的,不能张冠李戴,一般可用橡皮圈系在瓶颈上。

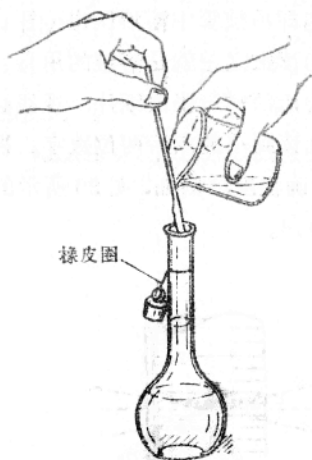


图 17 将溶液沿玻璃棒注入容量瓶中

滴定管 滴定管主要是滴定时用来精确量度液体的量器,刻度由上而下,与量筒刻度相反。常用滴定管的容量限度为 50 毫升,刻度为 0.1 毫升,而读数可估计到 0.01 毫升。滴定管的阀门有两种(图 18),一种是玻璃活塞(a),另一种是装在橡皮管中的玻璃小球(b)。对前者,旋转玻璃活塞(切勿将活塞横向移动,以致活塞松开或脱出,使液体从活塞旁边漏失),可使液体沿活塞当中的小孔流

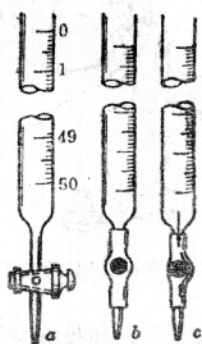


图 18 滴定管的阀门

出；对后者，用大拇指与食指稍微捏挤玻璃小球旁侧的橡皮管，使之形成一隙缝(c)，液体即可从隙缝流出。若要量度对玻璃有侵蚀作用的液体如碱液，只能使用带橡皮管的滴定管（碱式滴定管）。若要量度能侵蚀橡皮的液体如 KMnO_4 、 I_2 、 AgNO_3 溶液等，则必须使用带玻璃塞的滴定管（酸式滴定管）。

使用的酸式滴定管的玻塞需涂有润滑脂（一般可用凡士林代替）薄层。润滑脂的涂法如下：先将活塞取下，将活塞筒及活塞洗净并用滤纸碎片将水吸干，然后在活塞筒小口一端的内壁及活塞大头一端的表面分别涂一层很薄的润滑脂（活塞筒及活塞的中间小孔处不得沾有润滑脂）。再将活塞小心塞好，旋转活塞，使润滑脂均匀地分布在磨口面上。最后检查一下是否漏水。

滴定管在装入滴定溶液前，除了需用洗涤液、水及去离子水依次洗涤清洁外，还需用少量滴定溶液（每次约 10 毫升）洗涤 2~3 次，以免滴定溶液的浓度被管内残留的水所稀释。洗涤滴定管时，应先将管平持（上端略向上倾侧）并不断转动，使洗涤的水或溶液与内壁的任何部分充分接触；然后右手将滴定管持直，左手开放阀门，使洗涤的水或溶液通过阀门下面的一段玻璃管而流出（起洗涤作用）。在洗涤带有玻璃活塞的滴定管时，还需注意用手托住活塞筒部分（或用橡皮圈圈牢活塞），以防止活塞脱落而打碎。

滴定管装好溶液后必须把滴定管阀门下端的气泡逐出，以免造成读数误差。逐去气泡的方法如下：一般可迅速打开滴定管阀门，利用溶液的急流把气泡逐去。对于碱式滴定管，也可把橡皮管稍折向上，然后稍微捏挤玻璃小球旁侧的橡皮管，气泡即易被管中溶液压出（图 19）。

滴定管应保持垂直。滴定前后均需记录读数，终读数与初读数之差就是溶液的用量。初读数应调节在刻度刚为“0”或“0”之下。读数时最好在滴定管的后面衬一张白纸片，视线必须与液面在同一水平面上，观察溶液弯月面底部所在的位置，仔细读到小数点后两位数字。视线不平或者没有估计到小数点后第二位数字，都会影响测定的精确程度。例如，图 20 所示的读数应记作 24.43，不能误读为 24.34 或 24.53，也不能简化为 24.4。



图 19 逐去气泡

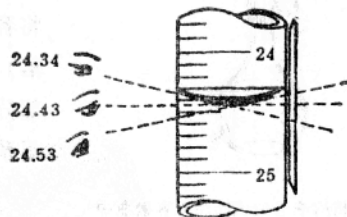


图 20 刻度的读取

滴定开始前，先把悬挂在滴定管尖端的液滴除去。滴定时用左手控制阀门，右手持锥形瓶（瓶口应接近滴定管尖端，不要过高或过低），并不断摇荡底部，使溶液均匀混和（图 21）。