

化学实验操作总结

2019 年的某一天

307 陈仲豪

一、物质的分离提纯

1、实验开始时候，常加入乙醇等有机溶剂

(1) 对于非极性分子物质而言，加大了在水中溶解度，便于充分反应

(2) 对于离子晶体和极性分子物质，可以降低溶解度，促进沉淀（晶粒）形成，便于析出

2、过滤和洗涤

(1) 过滤（仪器：漏斗，滤纸、玻璃棒）

注意：一贴二低三靠

滤纸紧贴漏斗壁，滤纸边缘略低于漏斗边缘，液面略低于滤纸边缘

烧杯口紧靠玻璃棒，玻璃棒下端紧靠三层滤纸，漏斗下端颈尖紧靠烧杯内壁

滤纸破损或以上出现问题会导致滤液中仍然有浑浊

过滤方式：减压过滤：加快过滤速度，得到较干燥晶体

趁热过滤：防止降温溶质晶体析出

(2) 沉淀洗涤：一般用蒸馏水，加水没过沉淀。待水慢慢流出后，重复操作 2-3 次

常用洗涤剂：①蒸馏水：主要适用于除去沉淀吸附的可溶性杂质。

②冷水：除去沉淀的可溶性杂质，降低沉淀在水中的溶解度而减少沉淀损失。

③沉淀的饱和溶液：减小沉淀的溶解。

④有机溶剂(酒精、丙酮等)：适用于易溶于水的固体，既减少了固体溶解，又利用有机溶剂的挥发性，除去固体表面的水分，产品易干燥。

洗涤方式

检测有无洗涤干净：取最后一次的洗涤液，加入试剂（检验特殊离子），若无明显现象，则沉淀洗涤干净

3、萃取和分液（条件：溶质互不相溶）

(1) 萃取

萃取剂选择原则：萃取剂和原溶液中的溶剂不互溶，原溶液溶质在其中的溶解度高于在原溶剂中的溶解度

(2) 分液（分离互不相溶的两种液体）

注意事项：分液漏斗在使用前应该检漏

打开活塞，使漏斗内外大气相通才可放出液体

密度大的在下层，从下口放出，上层液体从上层放出

4、蒸发结晶

仪器：玻璃棒，酒精灯、蒸发皿

适用范围：温度对溶解度影响不大的物质（和降温结晶相对）

注意：玻璃棒要不断搅拌，防止局部温度过高

当有大量晶体析出时，停止加热，用余热蒸干

液体不超过溶剂的三分之二

5、蒸馏

仪器：蒸馏烧瓶、温度计、直形冷凝管、牛角管、锥形瓶、酒精等、石棉网

适用范围：分离沸点相差较大的液体混合物

注意事项：垫上石棉网使液体受热均匀

测量馏分沸点的温度计水银球置于蒸馏烧瓶支管口处

进水口在下，出水口在上

加入沸石防止暴沸（如果忘记加入，冷却后再加入）
液体不超容积三分之二且不能全部蒸干

6、渗析（分离溶液和胶体）

仪器：烧杯、半透膜袋、玻璃棒

不断更换烧杯中的水或改用流水保持浓度差提高渗析效果

二、安全操作

1、防倒流倒吸

- （1）用试管加热固体时，试管口略向下倾斜，防止冷凝水回流使试管炸裂
- （2）加热法制取排水法收集易溶气体时，要先撤出导管再灭酒精等或加安全瓶

2、防爆炸

- （1）点燃可燃性气体前，要对气体进行验纯
- （2）用氢气还原氧化铜时候，应先通入氢气，排尽装置内空气

3、防暴沸

- （1）配制硫酸溶液时，将密度大的硫酸缓缓倒入水中
- （2）加热液体混合物要加沸石(如果忘记加先冷却再加沸石)
- （3）使用毛细管向浓硫酸中加液体

4、防中毒

有毒气体进行尾气处理，保持通风

三、常见的除杂试剂

1、干燥剂

浓硫酸：不能干燥碱性气体和还原性气体

无水氯化钙：不能用来干燥氨气或乙醇等有机物

硅胶、五氧化二磷

碱石灰：不能干燥酸性气体；也可以用来吸收装置外的水和二氧化碳

无水硫酸镁：常常用来干燥有机试剂

（液体干燥剂一般装在洗气瓶中，固体干燥剂一般装在干燥管或 U 形管中）

2、除杂试剂

序 号	原物	所含杂质	除杂质试剂	除杂质的方法
1	N ₂	O ₂	灼热的铜丝网	洗气 $2\text{Cu} + \text{O}_2 = 2\text{CuO}$
2	CO ₂	H ₂ S	硫酸铜溶液	洗气 $\text{NaHCO}_3 + \text{H}_2\text{S} = \text{NaHS} + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2\uparrow$
3	CO ₂	CO	氧化铜	洗气 $\text{CuO} + \text{CO} = \text{Cu} + \text{CO}_2$
4	CO ₂	HCl	饱和小苏打溶液	洗气 $\text{NaHCO}_3 + \text{HCl} = \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2\uparrow$
5	H ₂ S	HCl	饱和 NaHS 溶液	洗气 $\text{NaHS} + \text{HCl} = \text{NaCl} + \text{H}_2\text{S}$
6	SO ₂	HCl	饱和 NaHSO ₃	洗气 $\text{NaHSO}_3 + \text{HCl} = \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O} + \text{SO}_2\uparrow$

溶液

7	Cl ₂	HCl	饱和 NaCl 溶液	洗气用饱和食盐水, HCl 易溶而 Cl ₂ 不溶
8	CO ₂	SO ₂	饱和小苏打溶液	二氧化硫沸点-10℃, 二氧化碳-78℃, 所以降温到-10℃到-78℃之间, 二氧化硫液化, 两种物质就分离了。
9	碳粉	MnO ₂	浓盐酸	加浓盐酸 $\text{MnO}_2 + 4\text{HCl}(\text{浓}) = \text{MnCl}_2 + \text{Cl}_2\uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$
10	MnO ₂	碳粉	-----	1.加热后过滤将混合物在氧气中点燃 $\text{C} + \text{O}_2 = \text{CO}_2$ 2.通入灼热的氧化钙 $\text{C} + \text{CaO} = \text{Ca} + \text{CO}_2\uparrow$ (条件:高温) 3.通入灼热的氧化铁 $3\text{C} + 2\text{Fe}_2\text{O}_3 = 3\text{CO}_2\uparrow + 4\text{Fe}$
11	碳粉	CuO	盐酸或硫酸	过滤加稀盐酸 $\text{CuO} + 2\text{HCl} = \text{CuCl}_2 + \text{H}_2\text{O}$
12	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	NaOH 溶液 (过 量), 再通 CO ₂	过滤、加热固体
13	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	NaOH 溶液	因为氧化铝是两性氢氧化物, 所以可以和氢氧化钠溶液反应
14	Al ₂ O ₃	SiO ₂	盐酸 NH ₃ ·H ₂ O	过滤、加热固体
15	SiO ₂	ZnO	盐酸	过滤
16	CuO	ZnO	NaOH 溶液	过滤 $\text{ZnO} + 2\text{NaOH} = \text{Na}_2\text{ZnO}_2 + \text{H}_2\text{O}$
17	BaSO ₄	BaCO ₃	稀硫酸	过滤 $\text{BaCO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{BaSO}_4 + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$
18	NaOH	Na ₂ CO ₃	Ba (OH) ₂ 溶液 (适量)	过滤
19	NaHCO ₃	Na ₂ CO ₃	通入过量 CO ₂	-----

20	Na ₂ CO ₃	NaHCO ₃	-----	加热	$2\text{NaHCO}_3 = \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$
21	NaCl	NaHCO ₃	盐酸		蒸发结晶
22	NH ₄ Cl	(NH ₄) ₂ SO ₄	BaCl ₂ 溶液 (适量)		过滤
23	FeCl ₃	FeCl ₂	通入过量 Cl ₂		$\text{Cl}_2 + 2\text{FeCl}_2 = 2\text{FeCl}_3$
24	FeCl ₃	CuCl ₂	铁粉、Cl ₂		过滤
25	FeCl ₂	FeCl ₃	铁粉	过滤	$\text{Cu} + 2\text{FeCl}_3 = \text{CuCl}_2 + 2\text{FeCl}_2$
26	Fe(OH) ₃	FeCl ₃	(半透膜)		渗析
	胶体				
27	CuS	FeS	稀盐酸或稀硫酸	过滤	$\text{FeS} + 2\text{H}^+ = \text{Fe}^{2+} + \text{H}_2\text{S}\uparrow$
28	I ₂	NaCl	-----		升华
29	NaCl	NH ₄ Cl	-----	固体的话直接加热	$\text{NH}_4\text{Cl} = \text{NH}_3 + \text{HCl}$
30	KNO ₃	NaCl	蒸馏水		重结晶
31	乙烯	SO ₂ 、H ₂ O	碱石灰		洗气
32	乙烷	乙烯	溴水	洗气通入溴水或者酸性高锰酸钾溶液	$\text{CH}_2=\text{CH}_2 + \text{Br}_2 \rightarrow \text{CH}_2\text{Br}-\text{CH}_2\text{Br}$
33	溴苯	溴	稀 NaOH 溶液	加入氢氧化钠	$2\text{NaOH} + \text{Br}_2 = \text{NaBr} + \text{NaBrO} + \text{H}_2\text{O}$ 分液
34	硝基苯	NO ₂	稀 NaOH 溶液	加入氢氧化钠	$2\text{NO}_2 + 2\text{NaOH} = \text{NaNO}_2 + \text{NaNO}_3 + \text{H}_2\text{O}$ 分液
35	甲苯	苯酚	NaOH 溶液	加入氢氧化钠	$\text{Ph-OH} + \text{NaOH} = \text{Ph-ONa} + \text{H}_2\text{O}$ 分液
36	乙醛	乙酸	饱和 Na ₂ CO ₃ 溶	一加饱和碳酸钠	$2\text{CH}_3\text{COOH} + \text{Na}_2\text{CO}_3 =$

		液	$2\text{CH}_3\text{COONa} + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$	蒸馏	21.乙醇 (水) ——
					加氧化钙蒸馏
37	乙醇	水	新制生石灰	蒸馏	
38	苯酚	苯	NaOH 溶液、 CO_2	分液	
39	乙酸乙酯	乙酸	饱和 Na_2CO_3 溶液	分液	
40	溴乙烷	乙醇	蒸馏水	分液	用水
41	肥皂	甘油	食盐	加入 NaCl, 发生盐析进行过滤	
42	葡萄糖	淀粉	(半透膜)	加入稀硫酸水解 $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5$ (淀粉) + $\text{H}_2\text{O} = \text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ (葡萄糖)	

四、实验思路

1、防干扰

防止氧气、水蒸气、二氧化碳等空气成分进入装置

在反应前常常通入氮气排出空气，并用煮沸的水配制溶液，用碱石灰等干燥剂

2、酒精灯的点燃顺序

目的：保证实验的安全进行和产品的纯度

先点燃生成气体装置下的酒精灯（反应有可燃性气体参与）防止不纯爆炸

或者排尽空气（水，氧气）防止产品损失和杂质引入

3、酒精灯的熄灭

目的：防止倒吸（这里的倒吸既有液体倒吸，也有气体回流）

一般规律：先点燃后熄灭，后点燃先熄灭

4、启普发生器（固液不需加热型）

条件：固体为块状物且不溶于水；反应生成难溶于溶液的气体

反应绝对不可以加热；反应不可过于剧烈

优点：可以随开随用，随关随停，便于控制反应速率

5、气密性的检查

(1) 微热法

将导管插入水中，用热毛巾捂住装置，导管口有气泡冒出，若松开手后导管内形成一段稳定的液柱，说明气密性良好

(2) 液差法（分液漏斗 or 长颈漏斗）

用弹簧夹夹住导管，向装置中注水

分液漏斗：如果水不滴下，那么气密性良好

长颈漏斗：如果长颈漏斗导管中形成一段高于液面的水柱且液面差不变，气密性良好

(3) 外压法

6、检验产物要排除其他产物的干扰

7、玻璃球泡的作用：增大反应物接触面积，加快化学反应速率

8、某些盛液体的装置可以通过液面气泡的放出速率进而观察并控制气流速度

9、常见催化剂：活性炭、二氧化锰、 Fe^{3+} （实在答不出来硬扯）

10、实验前后常通入氮气，目的是

实验前：排尽装置中的空气（或其他干扰气体）

实验后：将所需气体完全收集

排尽残余在装置中的有害气体

11、分析不同制备方法优劣的角度

（1）看反应物或生成物有无有害物质

（2）看原子利用率的高低

12、毛细管作用

（1）防止倒吸（针对极易溶于水的气体）

（2）减缓气体流速，使之被充分吸收

13、分离 xx 晶体

（1）蒸发浓缩、趁热过滤、洗涤、干燥（物质溶解度随温度升高而降低）

（2）蒸发浓缩，冷却结晶、过滤、洗涤、干燥（物质溶解度随温度升高而升高）