

化学实验

307 林智鑫

题干新信息一定要注意用上! 有哪些不知道

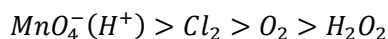
的性质、方法?

(本文档较详细, 可浏览后理解性记忆)

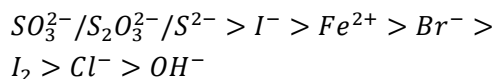
(每部分的分割线前为相对重点内容)

一些性质

· 氧化性



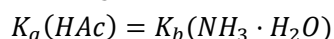
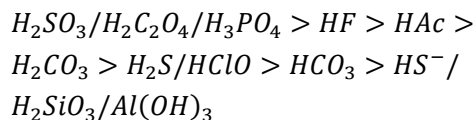
· 还原性



金属中只有铂、金还原性比不过离子

· 碱性 $Mg(OH)_2 > NH_3 \cdot H_2O$

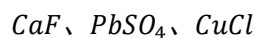
· 酸性



碳酸溶解度低, 故反应时可当做 HSO_3^- 强于 H_2CO_3 .

同理, $HClO$ 不能溶解 $CaCO_3$

· 沉淀



Ag_2SO_4 、 $CaSO_4$ 、 $MgCO_3$ 微溶, 无信息则当沉淀

作答思路

· 列式不算也能得大半分

· 好处: 直接作用+根本目的。如吸收 Cl_2 , 避免污染空气。

· 为沉淀完全, 肯定加过量了; 调节 pH , 肯定刚刚好, 并且不能把它拉进别人的化方里。

· 成本(原料钱、能源、利用率...)、环保、连续性

· 流程关注各种元素到何处去, 以助判物质走向。

· 填空写操作, 一般都是打开关闭什么东西, 且一般不止一处, 可据此猜测。尽量写全, 如之前加液的也顺手关了。

· 填空注意全面, 如可能有多重原因、多方面。控制实验条件, 要具体写明怎么控制。

“生成”原本就有的物质, 也是算生成的。

· 空气搞事情: 还原性、易水解潮解

· 只要能证明用于吸收之物未尽, 则认为可除尽。如 SO_2 通入酸高, 酸高不变色或变浅, 则 SO_2 除尽(另外, 变浅证明有 SO_2)

实验规范

· 加热停实验防倒吸: 先熄灭酒精灯, 继续通XX, 直至装置冷却

· 加热后发现忘加某物, 必须冷却后再补加。

· 已倒吸: 拔出X与X之间的导管

· 一切带刻度的仪器都不可烘干(否则刻度线会不准)

· K 、 Na 除外的实验剩余药品不能放回原处。

安全

· 加热前必先除水蒸气

· 实验装置不可完全封闭

· 可燃性气体, 先排尽内的空气, 再点燃酒精灯加热。

· 可燃性气体验纯

用拇指堵住试管口, 管口朝下移近酒精灯火焰点燃, 若听到轻微的爆鸣声, 则收集的可燃性气体已经纯净。

· 玻璃棉/细沙/清水: 避免反应放出的热量炸裂集气瓶

· 可能会变出的污染物质例: H_2S 、 HCN 、 Cl_2 ……

· 闻气体: 用手在集气瓶口上方轻轻扇动, 使少量气体飘入鼻孔。

· 不能吸收的有毒气体, 点燃/用气球收集。

· 事故处理

活泼金属着火: 沙土盖灭

酒精灯碰倒: 湿抹布盖灭

浓酸/碱沾身: 大量水冲+稀硼酸/ $NaHCO_3$

Hg : 用硫粉覆盖

易忘现象

- 溶液颜色，液面升降（液面差），微溶是浑浊，倒吸，气体逸出（气泡），液体溢出
- 固体表面产生气泡，溶解，变小变细，颜色
- 气体颜色，加深/变浅。

物质存放

- 浓硝、高锰酸钾、 AgX 、氯水等易分解，棕色瓶+阴暗处保存
- 强氧化性腐蚀橡胶，大部分有机溶剂溶解橡胶。碱性与玻璃塞反应生成的 Na_2SiO_3 溶于水具有黏合性，瓶塞无法打开。氢氟酸存塑料瓶。
- 其他用语：密封保存、水封（挥发）、水解、氧化

基本操作

加入

- 混合液体，烧杯/试管， $\rho_{大} \lambda \rho_{小}$
- 稀释浓硫酸：向烧杯中加入一定量的蒸馏水，沿烧杯内壁缓慢倒入浓硫酸并不断用玻璃棒搅拌。
- 缓慢加入+搅拌。是为了保证过量（避免反应剧烈）。例： Na_2CO_3 加入 $CuCl_2$ 溶液制 $CuCO_3$ ；因为 CO_3^{2-} 水解呈碱性，可能使 Cu^{2+} 转化为 $Cu(OH)_2$ 沉淀，降低产率。
- 搅拌可使 XX 混合均匀；加快反应速率；加快散热等
- 调节分液漏斗旋塞，减慢 X 的滴加速度。
- 加粉末固体：将试管横放，把盛药品的药匙或纸槽送入试管底部，再直立试管。块状用镊子。
- 倒液，瓶塞倒放，标签向手心

加热

- 恒温加热：水浴、油浴、沙浴。
- 3 要点：受热均匀，温度可控，避免明火加

热（如乙醇易挥发、易燃，明火加热乙醇就很危）

- 防反应放热过多：冰水浴、缓缓通入/滴入

试管加热固体：试管口略向下倾斜，防冷凝水倒流，炸裂。

先预热，再固定在药物部位加热。

- 若容器外壁有水，要擦干防炸裂。

检漏

- 实验前要检查装置气密性。此时药品都还没加。

前置操作，使装置封闭：如关闭止水夹等，烧杯中注水至没过导管，将导管伸入装有水的水槽中。

图上没有止水夹，也可以写“用止水夹封闭某段导管”。

①微热法。让两端导管入水（烧杯先加水），从而全封闭。

一端微热（容器）/热毛巾，若导管口产生气泡，且停止加热后导管内形成一段水柱。

②液差法。除加水侧外的地方都封闭。

从未封闭的一端注入适量水，使 A 中液面高于 B 中液面，静置，若液面差不变。

分液漏斗：向分液漏斗中加水，打开旋塞，静置，若一段时间后水不再滴下。（水形成了液封）

③抽气法。

向外拉动或向里推动注射器活塞，若活塞能回到原位。

洗涤

- 玻璃仪器洗净标准：既不聚成水滴，也不成股流下

- 残留物洗涤

油污：碱煮水洗

S ： CS_2 或热的 $NaOH$ 溶液

Ag ：稀硝酸

$AgCl$ ：氨水

MnO_2 ：热的浓盐酸

I_2 ：酒精/ $NaOH$ 溶液

除杂

O_2 ：灼热的铜网（加热前必先除水蒸气）

H_2S : $CuSO_4$ 溶液/酸高/ $NaOH$ 溶液(看和谁在一起, 以及是除杂还是尾气处理。 $CuSO_4$ 最佳)

N_2 : 通过装有灼热的镁粉的硬质玻璃管

MnO_2 : 浓盐酸共热

C: 空气/氧气中加热灼烧

工艺流程

- 粉碎/研磨: 增大(固液)接触面积, 加快反应速率, (充分反应)提高浸取率
- 万能搅拌、增触面积、适当升温、适当增浓、延长时间

· 酸浸一般用盐酸不用硫酸: 可能形成 $CaSO_4$ 沉淀覆盖在表面; 盐酸便宜。

- 醇浸: 非金属矿, 降低溶液极性, 提高溶解程度。

- 烧: 除去可燃性杂质/转化

- 提高转化率通法:

非竞争: 及时移去产物

竞争: 选用选择性更好的催化剂

- 吸收塔: 上喷液下进气, 有利于充分吸收(像冷凝管一样下进上出的话要充满, 太浪费了)

评价常用语

- 工艺简单、操作方便

- 污染环境、产物不纯、产率低副反应、反应慢

相对常规的解释原因

- 注意用电离水解等基本原理来分析, 产生的 H^+/OH^- 和其他离子有没有什么影响? 如 NH_4^+ 水解。

- 温度

反应放热警告。

反应速率; 平衡移动; 副反应程度; 催化剂活性/选择性

- 温度高的影响:

气体溶解度下降

逸出(NH_3)/分解(铵盐、 H_2O_2)/挥发(浓硝酸)/氧化(SO_2)/水解(ClO^-)等,

导致反应物浓度减小

- 促进(HCO_3^-)水解, 避免产生碳酸盐沉淀; 防止生成胶体。

例: 调 pH 沉铁、铝加了热: 防止生成 A、B 胶体, 以便沉淀完全

- 减小压强, 使液体沸点降低, 防止XX受热分解等。

低温蒸发/干燥, 真空干燥, 减压蒸馏

“隔绝空气低温干燥”

- 干燥的 HCl 气流

- 气压 XX, 把 A 中的液体压入 B

相对稀奇古怪(拓宽思路)

- “固中生固”为什么不好: 生成的X覆盖在X的表面, 阻止反应进一步进行(搅拌可解)。 $CaSO_4$ 警告。

如 $Mg(OH)_2$ 中除 $Ca(OH)_2$, 就要在加 $MgCl_2$ 溶液后补“充分搅拌”, 再过滤洗涤干燥。

- 通升华物等的导管较粗: 防XX凝华(或凝固等)堵塞导管。

- 将棉花置于导管口, 防止固体粉末进入导管。

- 证明是X元酸: 用 $NaOH$ 溶液滴定浓度已知的溶液, 消耗 $NaOH$ 物质的量为酸浓度几倍。

- 制无氧水: 将(蒸馏水)煮沸后迅速冷却。类似的, 煮沸溶液可以除去溶液中的气体。

- 石棉绳裹玻璃管上: 保温, 防止XX冷凝。管套管等也是一样保温。

- 要保持在 $0^\circ C$ 以下, 可用冰盐水

- 用注射器推气, 保证反应充分: 反复推拉注射器活塞。

- Y形管一般液入固(不然倒不干净)

- 加热时: 试管1/3, 蒸发皿烧瓶2/3
分液漏斗3/4

- $T \nearrow, P \nearrow (PV = nRT)$

- 排水法必不能收集到纯净的气体, 因为有水蒸气!

- 硫会与催化剂反应, 使催化剂中毒。

器材

- 恒压滴液漏斗

· 干燥管大进小出：增大气体与干燥剂的接触面积

· 分液漏斗放液前，要打开上方玻璃塞

器材特殊作用

· 中间插根玻璃管：平衡压强。长颈漏斗也可起到此作用。

还可能有“冷凝回流 XX，提高产率/XX 利用率”的作用。

· 伸入液面：液封，（避免气体从导管/长颈漏斗逸出）

· 问“装置 A”作用，重要的内部装置作用也要讲，如 A 是个带倒置漏斗的氨气吸收装置，答“吸收 NH_3 + 防倒吸”。

· 空瓶子，短入。

安全瓶。当下一瓶是吸收装置时。（纯“缓冲气流”的极少，一般都有安全瓶的作用）。

缓冲气流。若多种气体一起通入，可使气体充分混合。若题有比例，需用上，可写“控制 X 与 Y 按 X:Y 比例混合”。

· 倒置漏斗等除防倒吸外，还可增加气体与溶液的接触面积，加快吸收速率。

· 瓶装液未滿，短入，可储存气体。

· 把气通入不溶液体，可监控气体流速（与比例）。

定量

· 通气：

① 排尽装置中的空气（如会与空气反应）

② 使反应产生的气体全部进入后续装置/全部驱赶至 XX 被吸收

③ 正式实验中还一直通，可能是为了稀释 XX 气体，以避免反应剧烈/防倒吸。

· 量气

① 恢复室温后；② 调节左右两管液面相平；

③ 读数时视线与凹液面最低处相平。

若不相平，判断哪边压强偏大，再 $pV = nRT$

· 顺利流下管：测气体体积时需要。

减小液体滴入带来的实验误差

若测质量，不能有，否则

“分液漏斗上方的气体无法被吸收”。

且需赶气装置。

· 小心空气。如含量测定， O_2 可能与还原剂反应。

· 定量实验要防水蒸气等反向进入。极易潮解/吸水/与水反应（如 Na_2O_2 、 $FeCl_3$ ）的物质，在普通实验里也需要干燥装置。

· 滴定实验必须多做几次再计算，若题目没有，可能设问。

· 测定纯度，宜转化为式量大的沉淀，可减小误差。同理，测 H_2 体积比测质量合理得多。

· 在干燥器中干燥：避免吸收空气中的水蒸气

· \cap 形导管连接瓶与量筒，导管中会残留液体

结晶

· 粗品进一步提纯：重结晶

· 无杂质较为简便。

$FeCl_3$ 溶液制无水 $FeCl_3$ ：在 HCl 气流中蒸干。

具体操作：蒸发皿，搅拌，出现大量固体即停，余热蒸干。

· 有杂质：

① 蒸发浓缩冷却结晶过滤洗涤干燥（一般套路）

② 蒸发结晶、趁热过滤

· 一开始给的是固体，且走冷却结晶，则“充分溶解+蒸发浓缩”可合为“制成（热）饱和溶液”

· 受热分解或含结晶水，只能冷却结晶。

· 结合待提纯物与杂质的溶解度选择步骤。

A 中除 B（溶解度温度均正相关），

（关键：A 溶解度变化大吗，B 相对易溶还是难溶）

A 变化大，冷结。若 B 偏易溶，则浓缩完直接冷结；若不怎么易溶，则浓缩完趁热过滤再冷结。若特意说 A “不溶”于冷水，就无需浓缩；且要“在冷水中冷却结晶”。

A 变化小，走蒸结。若 B 偏易溶，蒸结后趁热过滤把 A 滤出来；若不易溶，则常温滤掉杂质或蒸浓再趁热过滤（看什么时候好滤

掉), 后蒸发结晶。

· 如苯甲酸, 热水溶解度高冷水低, 杂质相对不怎么易溶, 故: 制成热饱和溶液, 趁热过滤, 再冷却结晶, 洗涤、干燥。

· 溶解后, 又加少量水:

防止在趁热过滤过程中损失XX

· 趁热过滤后, 又加少量水:

稀释溶液, 防止降温过程中杂质析出, 提高产品纯度。

蒸发

· 除水, 使溶液饱和, 冷却时易析出更多晶体。

· 若溶解度有极大值点, 一般要写“在对应温度蒸发浓缩”, 即结合具体条件

· 减压蒸发: 使X在较低温度下快速蒸发

过滤

· 过滤不干净可能原因:

玻璃棒下端靠在单层滤纸处, 导致滤纸破损; 漏斗中液面高于滤纸边缘

· 易被氧化的物质, 过滤和洗涤要强调无氧气。且固体上方始终要有一层液体, 即不等上一次溶液流完, 就要加下一次的洗涤剂。

洗涤

· 常见目的: 洗去杂质; 洗去污染物; 提高原料利用率(洗涤液再利用)

· 沿玻璃棒向漏斗/过滤器(工业)中加水至没过晶体/沉淀, 让水自然流下, 重复2~3次。

· 有机溶剂: ①除去表面吸附的杂质和水分(目的/作用, 不管用谁洗前半句必写); ②(降低溶剂极性, 降低溶解度)减少溶解损失; ③乙醇易挥发, 使固体快速干燥, (防止X被空气氧化[干得快暴露时间短])。

· 是否沉淀完全: 静置, 取少量上清液

· 是否洗涤干净: 取最后一次洗涤液少许

· 检验洗干净了没, 应尽量检验未反应的离子(量相对大)

· 尽量不检验 NH_4^+ , 量少要出气体强铵所难。

· 洗涤时不能搅拌, 试纸会破损的。

· 滤液是“沉淀”的饱和溶液, 这点可能对检验有影响。例: 滤去 $ZnCO_3$ 后, 检验 SO_4 , 应先加稀盐酸至无气泡, 再加入 $BaCl_2$ 溶液。

干燥

· 固体加热至恒重的标志: 连续两次称量质量差不超过0.1g。

· “自然晾干”也是一种干燥。

蒸馏

· 要蒸馏烧瓶, 没支管的不可以

· 暴沸形成大气泡, 要加固体镇住让它变小。

若原本没有s就加碎瓷片/沸石

· 先停止加热, 再关冷凝水。

· 减压蒸馏例: I_2 的 CCl_4 溶液中分离 I_2 , 不然 I_2 升华。

使A可在较低温度下气化, 避免某高温分解/升华等。

· 有机液体除水, 若沸点差距 $\leq 30^\circ C$, 应加除水固体(如 CaO ; 但 $CaCl_2$ 、 $MgCl_2$ 、 $CuSO_4$ 等可与乙醇反应)干燥, 变为离子晶体增大沸点差。(不用加碎瓷片, 有固体了)

分离乙醇+乙酸同理, 先变一个为离子晶体。

· 蒸馏, 收集不同温度下的馏分。(不能蒸完一种就停了; 你知道你加的碎瓷片有多脏吗?)

· 温度计水银球放支管口处, 测气体温度, 确保获取的是某温度下的馏分。如果本来就打算蒸出纯净物也就不需要温度计了。

其他分离提纯方法

· 萃取常用语句: 加入XX萃取2~3次, 静置, 分液

· 萃取、分液经常一起写, 莫要漏

· 一次萃取不干净: 二次萃取。

· 省钱N萃: 例: 加热 CCl_4 使蒸发, 在上方冷凝萃 I_2 再流下去, 如是反复, 最后减压蒸馏分离 I_2 , CCl_4 还能重复利用。

使用溶剂量少, 可连续萃取, 萃取效率高

· 同离子效应降低溶解度, 一般加 $NaCl$

· 制取液体时，初制得的粗品里，反应物气体可能溶进去（如 Cl_2 可溶于非极性液体）

· 升华：如固体提纯 I_2 ，可罩个干冷烧杯再加热。

类似但本质不同的，检查 NH_4Cl 是否纯净，可取少量产品加热，若试管底部无残留物则纯净（可在试管上方重新化合形成 NH_4Cl ）
实验中制备这类物质的话，导管要较粗，避免XX堵塞导管。

· 加热可以除气体

有机

· 分离提纯套路

①过滤（除固体）

②水洗、分液（洗去大部分易溶于水的液体）
（不直接上③是为了节约 $NaOH$ 溶液等用量）

③用 $NaOH$ /饱和 $NaHCO_3$ 溶液洗、分液（问除去什么，能反应的都写上，就当水什么都不洗干净。如 HBr 、 HAc ）

④再水洗、分液（洗去③中加入或生成的物质）

概述：分别用水、饱和 $NaHCO_3$ 溶液和水洗涤

⑤加入除水固体，过滤

⑥蒸馏，收集 $A \sim B^\circ C$ 馏分。

· 温度要求较严格的反应，加浓硫酸后要先冷却下来再进行，避免发生副反应

· 浓硫酸脱水性，可使有机物炭化，再与C反应产生 CO_2 与 SO_2 ，故气体中要除去它们。