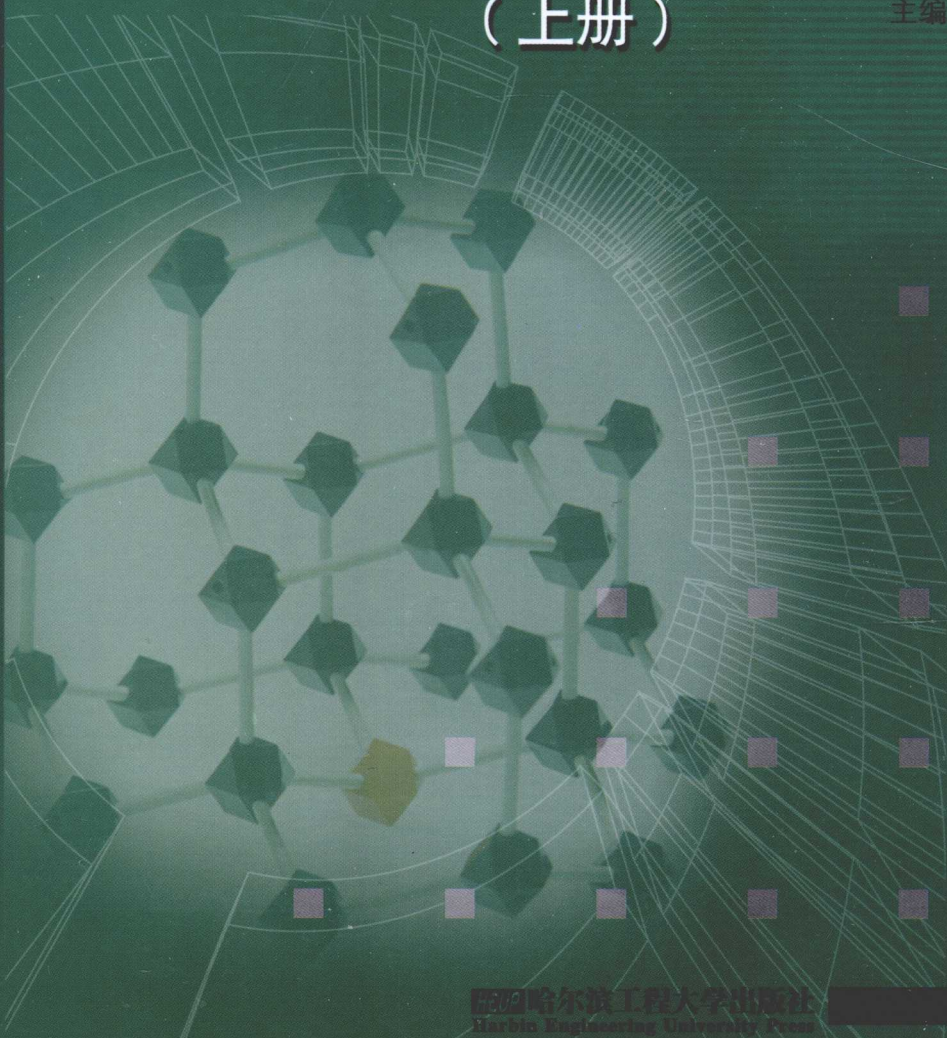


新世纪理工系列

基础化学实验

(上册)

主编 王旭



哈尔滨工程大学出版社
Harbin Engineering University Press

NEW CENTURY

基础化学实验

(上册)

主 编 王 旭
副主编 崔继文 高洪福
主 审 武冬梅

内容简介

本书由绪论、基本操作技术、基本分离技术、物质基本性质、物质的合成与提取技术、设计性实验和现代技术实验七部分组成,涉及无机化学和有机化学实验。内容包括相关实验所需要掌握的基本实验技能和需要学会的各种实验方法,并提供了必要的背景参数和背景知识。在实验教材建设和实验内容的选择上淡化二级学科实验特点,充分体现了化学学科的相容性。

本书结构体系新颖,主要读者对象为医学、药学、生物、材料化工等各专业的本科学生,也可供其他专业的师生及相关科技人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验. 上册 / 王旭主编. —哈尔滨: 哈尔滨工程大学出版社, 2010. 7

ISBN 978 - 7 - 81133 - 756 - 3

I. ①基… II. ①王… III. ①化学实验 - 高等学校 - 教材 IV. ①06 - 3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 169552 号

出版发行 哈尔滨工程大学出版社
社 址 哈尔滨市南岗区东大直街 124 号
邮政编码 150001
发行电话 0451 - 82519328
传 真 0451 - 82519699
经 销 新华书店
印 刷 黑龙江省地质测绘印制中心印刷厂
开 本 787mm × 960mm 1/16
印 张 8.75
字 数 176 千字
版 次 2010 年 7 月第 1 版
印 次 2010 年 7 月第 1 次印刷
定 价 34.00 元(上、下册)
<http://press.hrbeu.edu.cn>
E-mail: heupress@hrbeu.edu.cn

编 委 (以姓氏笔画顺序排列)

王 旭 王桂艳 李光植

张瑞仁 杨兆柱 高洪福

郭晓玲 崔继文

前 言

为了培养出符合新世纪发展需要的、具有扎实的基础理论、基本知识和基本技能,并具有发现问题、分析问题及解决问题能力的高素质人才,使学生在以后的学习及工作中利用化学观念开拓自己的创新思维,提高创新能力,我们将附属于理论课程中,处于从属地位的无机化学实验、有机化学实验进行综合,建立化学实验课程新体系,形成一门系统、完整的新课程——基础化学实验。

本书由绪论、基本操作技术、基本分离技术、物质基本性质、物质的合成与提取技术、设计性实验和现代技术实验七部分组成,内容包括相关实验需要掌握的基本实验技能和需要学会的各种实验方法,并提供了必要的背景参数和背景知识。在实验教材建设和实验内容的选择上淡化二级学科实验特点,充分体现了化学学科的相容性;使基础化学实验与有关课程相衔接,涵盖医学、药学、生物、材料化工等专业所涉及到的化学基础知识和基本操作技能。

本书在编写过程中力求体现如下特色:

一、系统性。突破原有实验课程依附理论教学的传统框架,较好地融合了无机化学和有机化学实验的知识,构筑了相对独立和完整的基础化学实验新体系;

二、先进性。顺应教改的需要,对无机化学和有机化学实验,根据其内在规律和联系进行重组、交叉、融会、整合,选择综合性强的实验,并增加了辐射面宽、知识容量大、实用性和可操作性强,并具有启发性的设计性实验;

三、新颖性。按实验技术的共性划分和选编实验,增强了化学实验的系统性;在合成实验中强调了实验的多型化,将常量、半微量化学实验结合安排;将绿色化学引入实验教学,培养学生环保意识;在实验选择上,兼顾医药学、生物和材料化工等专业特点,使学生能了解化学与其他学科间的相互交融、渗透与联系。

本书是长期从事基础化学教学的教师集体研究和初步实践的结果,各部分执笔者是:王旭教授(前言,绪论)、崔继文副教授(基本操作技术)、张瑞仁副教授(实验1~10)、高洪福讲师(实验11~21)、杨兆柱副教授(实验22~37)、郭晓玲讲师(实验38~51)、王桂艳副教授(实验52~57,附录I~VI)、李光植副教授(实验58~64,附录VII~XI,参考文献)。全书由王旭教授主编并统稿,武冬梅教授(上册)和周淑晶教授(下册)主审。

本书在编写过程中,参考或引用了一些专家学者的论著,在此一并致谢!本教材主要体现教学改革的新思路,是一种新的尝试,对于书中存在的不妥之处,恳请广大读者批评指正,在此谨表真诚的谢意。

编 者
2010年6月

目 录

1	绪论	1
1.1	基础化学实验的目的	1
1.2	实验室的安全规则和实验室守则	1
1.3	实验室事故的预防和处理	2
1.4	实验预习、实验记录和实验报告	4
2	基本操作技术	21
2.1	玻璃仪器的清洗及干燥	21
2.2	化学试剂的分类、规格、存放及取用	24
2.3	加热与冷却操作	26
2.4	塞子和玻璃管的加工	29
2.5	溶解、结晶与固液分离	32
2.6	干燥与干燥剂	35
2.7	搅拌	38
2.8	熔点的测定和温度计的校正	41
2.9	旋光度的测定	45
2.10	折光率的测定	46
3	基本分离技术	49
实验一	萃取与洗涤	49
实验二	蒸馏和沸点的测定	52
实验三	分馏	56
实验四	水蒸气蒸馏	59
实验五	减压蒸馏	61
实验六	重结晶和过滤	64
实验七	升华	68

实验八 色谱法	69
4 物质基本性质及简单制备实验	78
实验九 化学反应速率和活化能的测定	78
实验十 电离平衡和沉淀平衡	81
实验十一 氧化还原平衡与配位平衡	85
实验十二 主族元素及其化合物性质(I)	89
实验十三 主族元素及其化合物性质(II)	92
实验十四 副族元素及其化合物性质(I)	95
实验十五 副族元素及其化合物性质(II)	98
实验十六 元素定性分析	101
实验十七 烃的性质	105
实验十八 卤代烃的性质	107
实验十九 醇和酚的性质	108
实验二十 醛和酮的性质	112
实验二十一 羧酸及其衍生物的性质	114
实验二十二 胺类化合物的性质	117
实验二十三 杂环化合物和生物碱的性质	119
实验二十四 蛋白质的性质	120
实验二十五 糖的性质	122
实验二十六 四碘化锡的制备	126
实验二十七 三草酸合铁(III)酸钾的制备	127
实验二十八 乙酰水杨酸的制备	129

1 绪 论

1.1 基础化学实验的目的

化学是以实验为基础的学科,而基础化学实验是医药类、生物类专业重要的必修基础课程,为了培养符合新世纪发展需要的、具有扎实的基础理论、基础知识、基本技能,并具有发现问题、分析问题及解决问题能力的高素质人才,使学生在今后的学习及工作中利用化学观念开发自己的创新思维,提高创新能力,为此,我们希望通过学习基础化学实验课程,达到以下目的:

- (1) 初步掌握基础化学实验的一些基本操作技能和原理;
- (2) 巩固课堂学习的内容,并运用所学的理论知识来理解实验中的现象,使理论联系实际;
- (3) 培养严谨的观察和分析能力,实事求是、严谨认真的科学态度和勤俭节约、爱护公物的优良品德。

1.2 实验室的安全规则和实验室守则

1.2.1 实验室基本要求

1. 遵守实验制度,听从教师指导,尊重实验室工作人员的职权。
2. 实验前要预习,做到实验目的明确、掌握实验原理及操作步骤,制订好实验计划。
3. 进入实验室要衣着整洁(穿实验服),保持肃静,不得高声喧哗。实验过程中不得擅自离开岗位。
4. 熟悉实验室及其周围环境,熟悉灭火器材和急救药箱的位置及其使用方法。一旦发生事故发生应立即采取应急措施,并迅速报告指导教师和实验室工作人员。
5. 实验开始前,认真检查实验仪器设备是否存在破损、漏气、漏电等不安全因素。如发现异常应立即报告指导教师。
6. 实验进行中,严格按照操作步骤进行,注意观察现象,并及时做好实验记录。
7. 保持实验室整洁,公用仪器及药品用后立即归还原处。严禁乱扔杂物,废物倒入指定回收瓶或废液缸中。
8. 实验室内严禁吸烟、进餐和做与实验无关的事情。

9. 实验完毕,清洗仪器,整理器材,擦净桌面,切断水、电、火源。经指导教师允许方可离开。

10. 值日生应负责整理公共物品,检查水、电、火源,打扫实验室,关好门窗。

1.2.2 实验室安全守则

1. 一切易燃、易爆物质的操作都要远离火源进行。

2. 产生有毒、有刺激性气味的气体的操作都要在通风橱中进行。当要借助于嗅觉判别少量的气体时,决不能用鼻子直接对着瓶口或试管口闻气体,而应当用手轻轻煽动少量气体进行嗅闻。

3. 不用湿的手接触电源,水电用完后应立即关闭。

4. 点燃的火柴用后应立即熄灭,不得乱扔。

5. 加热、浓缩液体的操作要十分小心,不能俯视正在加热的液体,在加热操作过程中,试管口决不允许对着自己或别人。浓缩溶液时,特别是有晶体出现后,要不停地搅动,不能离开工作岗位,应尽量戴上防护眼镜。

6. 防止有毒的药品(如铬盐、钡盐、铅盐、氰化物、砷的化合物等)进入口中或接触伤口。剩余的药品或废液不许倒入下水道,应回收集中处理。实验结束后,应将手洗干净后才能离开实验室。

7. 具有强腐蚀性的浓酸、浓碱,应避免接触皮肤或溅到衣服上,更要注意保护眼睛,必要时应戴上防护眼镜。

8. 强氧化剂(如氯酸钾、硝酸钾、高锰酸钾等)及其混合物不能研磨,以免引起爆炸。银氨溶液不能留存,因久置后会析出黑色的氮化银沉淀,极易爆炸。

1.3 实验室事故的预防和处理

基础化学实验中有很多试剂属易燃、易爆、有毒药品,如果疏忽大意,操作不当就会发生事故。然而,只要严格遵守实验室安全规则和实验室守则,认真执行操作规程,杜绝麻痹大意,事故是完全可以避免的。

1.3.1 火灾

使用易燃试剂和溶剂,稍有不慎便会着火,因此,要十分小心。易燃试剂要远离火源存放,一旦着火,立即切断火源、电源,并采取措施防止火势蔓延(如移走易燃、易爆物品等)。应根据起火原因的不同选择适当的灭火方法:

(1) 一般起火时,小火用湿布、沙子盖灭;大火可用水、泡沫灭火器、二氧化碳灭火器灭火。

(2) 活泼金属如钠、钾、镁等引起的着火,不能用水、泡沫灭火器、二氧化碳灭火器灭火,只能用沙土、干粉等灭火。

(3) 回流或蒸馏易燃有机物时,要缓慢升温,装置不能漏气,尾气要导至室外。有机溶剂着火,切勿使用水、泡沫灭火器灭火,而应该用二氧化碳灭火器、专用防火布、沙土、干粉等灭火。

(4) 电器着火时,首先关闭电源,再用防火布、干粉、沙土等灭火,切不要用水、泡沫灭火器灭火,以免触电。

(5) 当身上衣服着火时,切勿惊慌乱跑,应赶快脱下衣服或用专用防火布覆盖着火处,或就地卧倒打滚,也可起到灭火作用。

1.3.2 爆炸

具有不稳定化学键和易分解原子团的化合物,如过氧化物、重氮和叠氮化合物、硝基和亚硝基化合物、硝酸酯类、炔和重金属炔化物等,受冲击、震动、摩擦、火花、暴晒、高温及与酸碱、水、氧化性物质接触,即会猛烈反应爆炸燃烧并释放出毒气。因此,这类试剂应置于阴凉、干燥、通风处存放并采取防震措施。实验中的这类残渣要小心销毁。一旦爆炸着火,要用灭火器灭火,切勿用沙子灭火。某些气体状态化合物,与空气混合达到一定浓度即形成爆炸性混合物,遇火花即爆炸燃烧。实验室中常见气体的爆炸极限列于表 1-1。

表 1-1 常见气体的爆炸极限

气体	爆炸极限/V%	气体	爆炸极限/V%
氢气	4.0 ~ 74.0	甲醇	6.72 ~ 36.50
一氧化碳	12.5 ~ 74.2	乙醇	3.28 ~ 18.95
氨气	15.0 ~ 27.0	乙醚	1.83 ~ 36.50
甲烷	4.5 ~ 13.1	丙酮	2.55 ~ 12.80
乙炔	2.5 ~ 80.0	苯	1.41 ~ 7.10

实验室中要防止这类气体逸出,转移挥发性溶剂必须在通风橱中进行。室内保持通风良好。另外实验装置系统密闭也会发生爆炸着火事故。

1.3.3 中毒

有毒气体或液体会通过呼吸道、皮肤、伤口侵入肌体,发生中毒。使用或反应中产生毒气的实验应在通风橱中进行,或有气体吸收装置。接触这类物质要戴防护眼镜、防毒面罩、橡皮手套等。不幸中毒要立即送往医院。

在吸入刺激性或有毒气体如氯气、氯化氢气体时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气解毒。因吸入硫化氢气体而感到不适(头晕、胸闷)时,应立即到室外呼吸新鲜空气。

如有毒物质进入口中,可内服一杯含有 5 ~ 10 mL 稀硫酸铜溶液的温水,再用手指伸入到咽喉部,促使呕吐,然后立即送医院治疗。

1.3.4 触电

使用电器时,应防止人体与电器导电部分直接接触,不能用湿手或手握湿的物体接触电插头。实验完成后应及时切断电源,再拔下电源插头。如不慎触电时,立即切断电源。必要时进行人工呼吸,找医生抢救。

1.3.5 药品灼伤

如腐蚀性药品不慎溅到皮肤上应立即用干净的干布或吸水纸揩干,再用大量水冲洗后视具体情况选用相应药品洗涤。如酸灼伤皮肤可用5%碳酸氢钠溶液或稀氨水冲洗;碱灼伤皮肤可用饱和硼酸溶液或1%醋酸溶液冲洗;溴灼伤立即用石油醚冲洗,再用2%硫代硫酸钠溶液冲洗,然后用甘油擦洗;最后再用水冲洗,必要时送医院治疗。

酸(或碱)溅入眼睛内,应立即用大量水冲洗,再用3%~5%碳酸氢钠溶液冲洗,然后立即到医院治疗。

1.3.6 玻璃割伤

一般轻伤,及时挤出污血,用消过毒的镊子取出玻璃碎片,用蒸馏水洗净伤口,涂上碘酒或红汞水,再用绷带包扎;如果为大伤口,应立即用绷带扎紧伤口上部,使伤口停止出血,急送医院。

1.3.7 烫伤

切勿用水冲洗,在伤口上涂上苦味酸溶液,玉树油、兰油烃或硼酸油膏。重伤者,应立即送医院。

1.4 实验预习、实验记录和实验报告

1.4.1 实验预习

为了使实验能够达到预期的效果,在实验前必须认真预习,做好充分准备工作。预习时,学生要仔细阅读有关实验内容,领会实验原理,熟悉实验的各个步骤及注意事项,同时还应查阅相关资料,并在实验记录本上写好预习笔记。

合成实验的预习笔记包括以下内容:

- (1) 实验题目和实验目的;
- (2) 主反应和重要的副反应方程式;
- (3) 原料、产物和副产物的物理常数;
- (4) 原料用量(g, mL, mol),计算过量试剂的过量百分数,计算理论产量;

- (5) 正确而清楚地画出实验仪器装置图;
- (6) 用图表形式表示整个实验步骤的流程。

性质实验的预习笔记包括以下内容:

- (1) 实验题目;
- (2) 反应原理和方程式;
- (3) 操作步骤;
- (4) 实验现象。

1.4.2 实验记录

实验记录是实验的原始资料,是分析实验成败原因、改进实验方案、深入理论探讨的依据,必须做到完整、忠实、简练。实验者必须重视。

实验记录必须注意以下问题:

- (1) 实验者必须一边实验一边直接记录,不许事后凭记忆补写,或以零星纸条暂记再转抄;
- (2) 实验者不可只记录符合自己设想的事项而随便舍弃与预料相反的事实,预料之外的现象尽管始见时可能令人不解,但却可能导致意想不到的重要发现;
- (3) 实验者可用缩写和略语记录,但缩写和略语等应尽可能与通用语一致并前后统一;
- (4) 实验者发现书写错误应在旁边做适当更正,但不应撕页。订正时,用横线将有错误的地方划去,但不能涂抹得无法辨认,以便日后发现或怀疑订正有错误时可查考。订正时不要只改个别数字或文字,要把差错的整个数据或句子全部重写,必要时应记上订正日期和理由。

实验记录的项目和格式如下。

日期: ×年×月×日 室温: ×℃ 气压: ×Pa

时 间	步 骤	现 象	备 注

1.4.3 实验报告

实验报告是实验的总结,必须认真写出并及时上交,实验报告的格式可以根据实验内容、类型的不同而异。一般应包括以下内容。

1. 制备实验报告 题目、实验目的、实验原理(包括主反应和副反应)、实验装置图、主要反应试剂和产物的物理常数(包括相对分子质量、密度、熔点、沸点、溶解度)、实验步骤流程、实验记录(日期、时间、步骤、现象、备注)、实际产量、产率和问题讨论。

2. 性质实验报告 题目、日期、实验目的、实验原理、操作步骤、现象、反应式、解释、结论和问题讨论。

实验报告格式如表 1-2, 表 1-3, 表 1-4 所示。

表 1-2 基础化学实验报告格式(I)

实验题目			
姓 名		同 组 人	
实验地点		起止时间	
实验步骤	实验现象		解 释
讨论:			
思考题:			

表 1-3 基础化学实验报告格式(Ⅱ)

实验题目			
姓 名		同 组 人	
实验地点		起止时间	
一、实验目的： 二、实验原理： 三、实验仪器及药品： 四、实验内容：			
时 间	操作步骤	现 象	注 释
五、产品性状：			
六、产率：			
七、讨论：			
八、思考题：			

表 1-4 基础化学实验报告格式(Ⅲ)

实验题目									
姓 名		同 组 人							
实验地点		起止时间							
一、实验目的： 二、实验原理： 三、主要试剂、产物、副产物的物理常数：									
名 称	相对分子 质量	状 态	熔 点 /℃	沸 点 /℃	相对密度 d_4^{20}	折射率 n_D^{20}	溶解性		
							水	乙醇	乙醚
四、药品与试剂的用量及产物的理论产量：									
名 称	实际用量	理论用量	过量/%		理论产量				
五、主要仪器、器材名称及型号：									
六、仪器装置图：									
七、流程图：									

续表

八、实验记录:			
时 间	操作步骤	现 象	注释或备注

九、产品外观与产率计算:

1. 产品外观

2. 产率 = $\frac{\text{实际产量}}{\text{理论产量}} \times 100\% =$

十、总结与讨论:

(可根据自己在实验过程中对本次实验的理解和体会进行总结和讨论。如讨论影响产品产率低的原因;实验失败的原因所在;实验成功了有哪些经验与收获。)

十一、思考题:

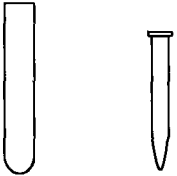
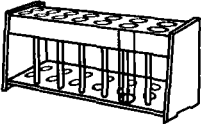
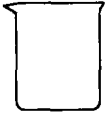
教师评语:

____年____月____日

1.5 实验常用的仪器和装置

1.5.1 无机化学实验常用仪器的识别及用途(见表 1-5)

表 1-5 无机化学实验常用仪器

仪 器	规 格	用 途	注意事项
普通试管 离心试管 	玻璃质,分硬质试管和软质试管,普通试管和离心试管。无刻度的普通试管以管口外径管长表示,离心试管以容量表示	用作少量试剂的反应容器,便于操作和观察。也可用于少量气体的收集。离心试管主要用于沉淀分离	普通试管可直接用火加热,硬质试管可加热至高温,加热时应用试管夹夹持,加热后不能骤冷。离心试管只能用水浴加热
试管夹 	由木料和粗金属丝、塑料制成,形状各有不同	夹持试管	防止烧损和锈蚀
试管架 	有木质、铝质和塑料质等,有大小不同、形状不一的各种规格	放置试管	加热后的试管应用试管夹夹好悬挂于架上
毛刷 	以大小和用途表示,如试管刷等	洗刷玻璃器皿	使用前检查顶部竖毛是否完整,避免顶端铁丝戳破玻璃仪器
烧杯 	玻璃质,分普通型和高型,有刻度和无刻度。规格以容量表示	用作较大量反应物的反应容器,反应物易混合均匀。也用作配制溶液时的容器或简易水浴的盛水器	加热时应放置于石棉网上,使受热均匀。刚加热后不能直接置于桌面上,应垫以石棉网