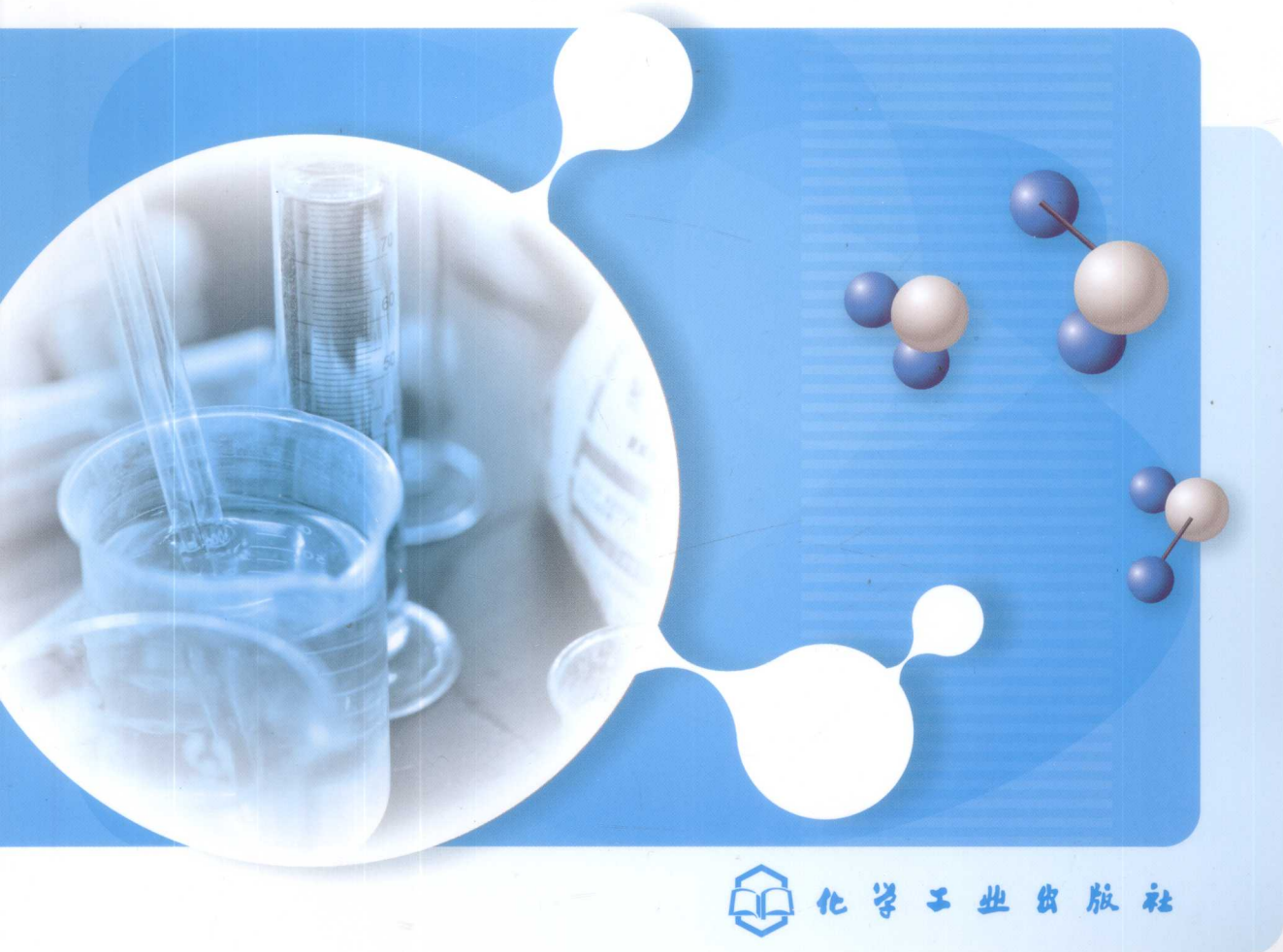


大学化学实验新体系系列教材

新编大学化学实验(二)

—— 基本操作

扬州大学 徐州师范大学 盐城师范学院 合编
盐城工学院 徐州工程学院 淮海工学院 淮阴工学院



大学化学实验新体系系列教材

新编大学化学实验(二)

—— 基本操作

扬州大学 徐州师范大学 盐城师范学院
盐城工学院 徐州工程学院 淮海工学院 淮阴工学院 合编



化学工业出版社

· 北 京 ·

“大学化学实验新体系系列教材”共包括四个分册：基础知识与仪器、基本操作、仪器与参数测量、综合与探究性实验。本书是第二分册。

本书分为基本操作实验、常数测定实验、含量测定实验、物质性质实验、制备与纯化实验共五章。每个实验包括实验目的、实验原理、仪器及试剂、实验步骤、注意事项、思考题、参考文献等内容。

本书内容广泛而新颖，可作为化学、化工、材料、环境、生物、制药等专业的本科生实验课教材，也可供从事化学实验和科研的相关人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

新编大学化学实验 (二) —— 基本操作/扬州大学
等合编. —北京: 化学工业出版社, 2010. 8
(大学化学实验新体系系列教材)
ISBN 978-7-122-08665-5

I. 新… II. 扬… III. 化学实验-高等学校-教材
IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 105494 号

责任编辑: 宋林青 袁俊红
责任校对: 郑捷

文字编辑: 林媛
装帧设计: 史利平

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印装: 化学工业出版社印刷厂

787mm×1092mm 1/16 印张 17 $\frac{3}{4}$ 字数 467 千字 2010 年 8 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888(传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 25.00 元

版权所有 违者必究

《新编大学化学实验》编委会

总 主 编：刁国旺

副总主编：薛怀国 沐来龙 许兴友 张根成

邵 荣 堵锡华 马卫兴

编 委（以姓名拼音为序）：

蔡照胜（盐城工学院）	仇立干（盐城师范学院）
陈 艳（徐州工程学院）	沙 鸥（淮海工学院）
刁国旺（扬州大学）	邵 荣（盐城工学院）
丁元华（扬州大学）	王佩玉（扬州大学）
堵锡华（徐州工程学院）	王香善（徐州师范大学）
冯长君（徐州师范大学）	许兴友（淮阴工学院）
李 亮（徐州师范大学）	薛怀国（扬州大学）
李增光（扬州大学）	颜朝国（扬州大学）
李宗伟（扬州大学）	严 新（盐城工学院）
刘 巍（扬州大学）	杨锦明（盐城师范学院）
刘英红（淮海工学院）	张根成（盐城师范学院）
马卫兴（淮海工学院）	朱霞石（扬州大学）
沐来龙（徐州师范大学）	

《新编大学化学实验（二）

——基本操作》编写组

主 编：朱霞石

副主编：李增光 李宗伟 仇立干 沙 鸥

参 编（以姓名拼音为序）：

蔡可迎	蔡照胜	陈 艳	堵锡华	花 蓓
李 靖	刘文龙	刘 燕	嵇正平	吴 宏
严 新	王贻胤	王佩玉	杨锦明	张扣林
张永才				

序

关于化学实验的重要性和化学实验教学在培养创新人才中的作用，我国老一辈化学家从他们的创新实践中提出了非常精辟的论述。傅鹰教授提出：“化学是实验的学科，只有实验才是最高法庭。”黄子卿教授指出：“在科研工作中，实验在前，理论在后，实验是最基本的。”戴安邦教授对化学实验教学的作用给予了高度的评价：“为贯彻全面的化学教育，既要有化学教学传授化学知识和技术，更须通过实验训练科学方法和思维，还应培养科学精神和品德。而化学实验课是实施全面的化学教育的一种最有效的教学形式。”老一辈化学家的论述为近几十年来化学实验的改革指明了方向，并取得了丰硕的成果。

什么是创新人才？创新人才应具备的品质是：对科学的批判精神，能发现和提出重大科学问题；对科学实验有锲而不舍的忘我精神；对学科的浓厚兴趣。而学生对化学实验持三种不同态度：一类是实验的被动者，这类学生不适合从事化学方面的研究工作；一类是对实验及研究充满激情，他们可以放弃节假日，埋头于实验室工作，他们的才智在实验室中得以充分体现，他们是“创新人才”的苗子；一类是对实验既无热情也不排斥，只是把实验当成取得学分的手段，这类学生也许能成为合格的化学人才，但决不能成为创新人才。因此，对待实验室工作的态度是创新人才的“试金石”，有远见的化学教育工作者应创造机会让优秀学生脱颖而出。

近三十年来，各高校对实验教学的重视程度有所提高，并取得了系统性的认识和成果，但目前的实际情况尚不尽如人意，在人们的思想中，参加实验教学总是排在科学研究、理论教学工作之后，更不愿把精力放在教学实验的研究工作上。但是，以扬州大学刁国旺教授为首的教学集体以培养创新人才为己任，长期投入、潜心钻研、追求创新，研究出一批新实验，形成了富有特色的化学实验教学新体系，编写了新的实验教材，受到了同行的高度好评，成为江苏省人才培养模式创新实验示范区、大学化学实验课程被评为江苏省精品课程，刁国旺教授荣获江苏省教学名师，这种精神是难能可贵的。《新编大学化学实验》就是他们的最新研究成果，全书特色鲜明：（1）全：全书收集了教学实验 214 个，囊括了基础综合探究性各类实验，可能是目前国内收编教学实验最多的化学实验教科书之一，是实验教学改革成果的结晶。（2）新：收集的实验除了经典的基本实验外，相当多的实验是新编的，有的就是作者的科研成果转化而来，使实验训练接近最新的科学前沿。本教材也以全新的模式展现给读者。（3）细：从实验教学出发，教材在编写时细致周到，既为学生提供了必要的提示，也为教师在安排实验教学上提供了很大的自由度。

期望《新编大学化学实验》的出版能给我国化学实验教学带来新活力、增添新气象、开创新局面，培养出更多的创新人才。

高盘良

2010 年 5 月 16 日

编写说明

众所周知，化学是一门以实验为基础的学科，许多化学理论和定律是根据大量实验进行分析、概括、综合和总结而形成的，同时实验又为理论的完善和发展提供了依据。化学实验作为化学教学中的独立课程，作用不仅是传授化学知识，更重要的是培养学生的综合能力和科学素质。化学实验课的目的：使学生掌握物质变化的感性知识，掌握重要化合物的制备、分离和表征方法，加深对基本原理和基本知识的理解掌握，培养用实验方法获取新知识的能力；掌握化学实验技能，培养独立工作和独立思考的能力，培养细致观察和记录实验现象、正确处理实验数据以及准确表达实验结果、培养分析实验结果的能力和一定的组织实验、科学研究和创新的能力；培养实事求是的科学态度，准确、细致、整洁等良好的科学习惯和科学的思维方法，培养敬业、一丝不苟和团队协作的工作精神和勇于开拓的创新意识。为此，教育部化学与化工学科教学指导委员会制定了化学教学的基本内容，并对化学实验教学提出了具体要求。江苏省教育厅也要求各教学实验中心应逐渐加大综合性与设计性实验的比例，加强对学生动手能力的培养。扬州大学化学教学实验中心作为省级化学实验教学示范中心，始终注重实验教学质量，于1999年起尝试实验教学改革，于2001年在探索和实践建立一套独特的实验教学体系，并编写了《大学化学实验讲义》（以下简称《讲义》），该《讲义》按照实验技能及技术的难易程度和实验教学的认知规律分类，分别设立基础实验、综合实验和探究实验。其中基础实验又分成基础实验一和基础实验二，分别在大学一、二年级开设，主要训练学生大学本科阶段必须掌握的基本实验技能技巧、物质的分离与提纯、常用仪器的性能及操作方法、常规物理量测量及数据处理等，了解化学实验的基本要求。在完成基础实验训练后，学生于三年级开设综合性实验。该类实验以有机合成、无机合成为主线，辅之以各种分析测量手段，一方面学生可学到新的合成技术，同时又可以利用在一、二年级掌握的基本实验技术，对合成的产品进行分离提纯、分析检测，并研究相关性质等。综合性实验一方面可帮助学生复习、强化前面已学过的知识，进一步规范实验操作技能和技巧；另一方面也可培养学生综合应用基础知识和提高解决实际问题的能力。在此基础上，开设探究性与设计性实验，该实验内容主要来自最新的实验教学改革成果，也有部分为最新的科研成果。按照设计要求，该类实验，教科书只给出实验目的与要求，学生必须通过查阅参考文献，撰写实验方案，经指导老师审查通过后独立开展实验，对于实验过程中发现的问题尽可能自行解决。该类实验完全摒弃了以往实验教学中常用的保姆式教育，放手让学生去设计、思考，独立自主地解决实际问题，使学生动手能力得到了显著提高。经过4年的教学实践证明，采用这一课程体系，综合性与设计性实验的课时数占总实验课时数可以达到40%左右。师生普遍反映该课程体系设计科学、合理，学生在基础知识、基础理论和实践技能培训方面得到全面、系统训练的同时，综合解决实际问题的能力得到进一步加强。《讲义》经4年的试用，不断完善，并于2006年与徐州师范大学联合编写了《大学化学实验》系列教材，由南京大学出版社正式出版发行。两校从2006年夏起，以本套丛书作为本校化学及近化学各专业基础化学实验的主要教材，至2010年，先后在化学、应用化学、化学工程与工艺、制药工程及高分子材料与工程等专业近4000名学生中使用，师生普遍反映良好，该教材也被评为普通高等教育“十一五”国家级规划教材和江苏省精品教材。但在实际使用过程中，也发现原教材存在诸多不足。为此，扬州大学、徐州师范大学以及盐城师范学院、盐城工学院、徐州工程学院、淮海工学院和淮阴工学院一起于2008年春在扬州召开了实验教学

改革经验交流会及实验教材建设会议，在充分肯定《大学化学实验》教材取得成功经验的基础上，也提出了许多建设性的建议，并决定成立《新编大学化学实验》编写委员会，对《大学化学实验》教材进行改编。会议决定，《新编大学化学实验》仍沿用《大学化学实验》的编写体系，即全套共由四个分册组成，第一分册介绍实验基础知识、基本理论和基本操作以及常规仪器的使用方法等，刘巍任主编；第二分册为化学实验基本操作实验，朱霞石任主编；第三分册为仪器及参数测量类实验，丁元华任主编；第四分册为综合与探究实验，颜朝国任主编。全书由刁国旺任总主编，薛怀国、沐来龙、许兴友、张根成、邵荣、杜锡华和马卫兴等任副总主编，刁国旺、薛怀国负责全套教材的统稿工作。

本次改编时，在保留原教材编写体系的同时，根据实际教学需要，又作了以下几点调整：

(1) 为反映实验教学的发展历史，同时也为适应不同学校的教学需求，适当增加了部分基础实验内容，安排了部分利用自动化程度相对较低的仪器进行测量的实验，有利于加深学生对实验测量基本原理的认识。

(2) 为强化实验的可操作性，注意从科研和生产实践中选择实验内容。

(3) 考虑到现代分析技术发展迅速，在仪器介绍部分，增加了现代分析技术经常使用的较先进仪器的介绍，以适应不同教学之需要，也可供相关专业人员参考。

(4) 部分实验提供了多种实验方案，一方面可拓宽学生的知识视野，同时也便于不同院校根据自身的实验条件选择适合自己的教学方案。

(5) 吸收了近几年实验教学改革的最研究成果。

全套教材共收编教学实验 214 个，涉及基础化学实验教学各个分支的教学内容，各校可根据具体教学需求，自主选择相关的教学内容。

希望本套教材的出版，能为我国高等教育化学实验教学的改革添砖加瓦。

本套教材是参编院校从事基础化学实验教学工作者多年来教学经验的总结，编写过程中得到扬州大学郭荣教授、胡效亚教授等的关心和支持；北京大学高盘良教授担任本套教材的审稿工作，提出了许多建设性的意见，并欣然为本书作序，在此一并表示谢意！

本套教材由扬州大学出版基金资助。

由于编者水平有限，加之时间仓促，不足之处在所难免，恳请广大读者提出宝贵意见和建议，以便再版时修改。

编委会
2010 年 5 月

前 言

本书是《新编大学化学实验》丛书的第二分册，融合了原无机化学、分析化学、有机化学等实验中的基本内容，突破了原有的实验体系，在总结多年实验教学改革经验的基础上，编者从已有的实验内容及近年开发的实验中，精心选择了 102 个实验。全书由基本操作实验、常数测定实验、含量测定实验、物质性质实验及纯化与制备实验五个部分组成。每个实验均包括实验目的、实验原理、仪器及试剂、实验步骤、结果与讨论、注意事项、思考题、参考文献八个部分。

本册由朱霞石主编，李增光、仇立干、沙鸥任副主编。参加本书编写的人员还有堵锡华、刘文龙、王赅胤等。其中李宗伟编写实验 1.1、2.6、4.8~4.12、4.14~4.16、5.2、5.6、5.10、5.14、5.15；李增光编写实验 1.4~1.9、4.17~4.25、5.19~5.22、5.28、5.29；堵锡华编写实验 3.11、3.12；刘文龙编写实验 2.11~2.15；王赅胤编写实验 3.1、3.4、3.5、3.8；张扣林编写实验 1.3、2.1~2.5；花蓓编写实验 4.1、5.1、5.7、5.8；刘燕编写实验 1.2、2.7、2.10、4.2、4.3、4.13；张永才编写实验 5.3~5.5、5.9、5.16、5.17；嵇正平编写实验 3.7、3.18、3.19；王佩玉编写实验 3.16、3.17；仇立干编写实验 3.6、4.4~4.7、5.11~5.13；严新编写 3.13~3.15、5.18；吴宏编写实验 3.2、3.10；杨锦明编写实验 5.23~5.27；蔡照胜编写实验 5.30~5.33；陈艳编写实验 1.10；李靖编写实验 2.8；蔡可迎编写实验 2.9；朱霞石编写实验 3.3、3.9。

本书可用作综合性大学和高等师范院校化学、化工、生化、环境、食品、轻工、医学等专业学生的大学化学实验教材，亦可供其他大专院校从事化学实验工作的有关人员参考。

由于编者水平有限，时间仓促，疏漏之处在所难免，敬请有关专家和广大读者批评指正。

编 者
2010 年 5 月

目 录

第 1 章 基本操作实验	1	第 3 章 含量测定实验	70
实验 1.1 玻璃加工技术	1	实验 3.1 有机酸含量分析	70
实验 1.2 常用玻璃仪器的洗涤和干燥与 溶液的粗略配制	2	实验 3.2 混合碱含量的测定	72
实验 1.3 溶液的精确配制与标定	4	实验 3.3 工业用水总硬度的测定	74
实验 1.4 熔点的测定	6	实验 3.4 过氧化氢含量的测定	77
实验 1.5 蒸馏及沸点的测定	10	实验 3.5 工业铁矿石中铁含量的测定	80
实验 1.6 减压蒸馏	14	实验 3.6 间接碘量法测定胆矾中铜的 含量	83
实验 1.7 水蒸气蒸馏	19	实验 3.7 氯化物中氯含量的测定 (莫尔法)	86
实验 1.8 简单分馏	21	实验 3.8 氯化钡中钡含量的测定	88
实验 1.9 升华	23	实验 3.9 合金钢中镍的测定	91
实验 1.10 重结晶提纯法	25	实验 3.10 邻二氮菲分光光度法测定 微量铁	93
第 2 章 常数测定实验	30	实验 3.11 硫酸铵化肥中氮含量的测定	95
实验 2.1 阿佛加德罗常数的测定	30	实验 3.12 铋、铅混合液中铋、铅的连续 滴定	97
实验 2.2 摩尔气体常数 R 的测定	32	实验 3.13 硼酸含量的测定	99
实验 2.3 二氯化铅溶度积的测定	34	实验 3.14 水果糖中还原糖的测定	100
实验 2.4 CO_2 相对分子质量的测定	37	实验 3.15 饼干中 NaHCO_3 、 Na_2CO_3 含量 的测定	102
实验 2.5 硝酸钾溶解度的测定和溶解度 曲线的绘制	40	实验 3.16 食用醋中乙酸含量和植物油酸 值测定	104
实验 2.6 化学反应焓变的测定	41	实验 3.17 水中化学需氧量 (COD) 的 测定	106
实验 2.7 化学反应速率与化学平衡	44	实验 3.18 明矾中铝含量的测定	108
实验 2.8 磺基水杨酸合铁 (Ⅲ) 配合物的 组成及其稳定常数的测定	48	实验 3.19 直接碘量法测定抗坏血酸的 含量	109
实验 2.9 六水合钛配离子分裂能的测定	51	第 4 章 物质性质实验	112
实验 2.10 离子交换法测定三草酸合铁 (Ⅲ) 配离子的电荷	54	实验 4.1 电离平衡与沉淀平衡	112
实验 2.11 化学反应平衡常数的测定	56	实验 4.2 氧化还原反应	116
实验 2.12 pH 法测定铜氨配合物的逐级稳 定常数	58	实验 4.3 氧和硫的性质	119
实验 2.13 光度法测定过氧化氢合钛 (Ⅳ) 配合物的组成和稳定常数	60	实验 4.4 氮和磷的性质	124
实验 2.14 配合物分光化学序测定	64	实验 4.5 卤素及其化合物的性质	127
实验 2.15 分光光度法测定 $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ 的稳定常数	67		

实验 4.6	碱金属和碱土金属的性质	130	实验 5.8	硫酸亚铁铵的制备	222
实验 4.7	ds 区元素 (铜、银、锌、镉、汞) 的性质	133	实验 5.9	碱式碳酸铜 $[\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3]$ 的 制备	224
实验 4.8	铁、钴、镍的性质	137	实验 5.10	三草酸合铁 (Ⅲ) 酸钾的合成 和组成测定	226
实验 4.9	钛、钒、铬、锰及其化合物的性 质实验	143	实验 5.11	由铬铁矿制取重铬酸钾	229
实验 4.10	碳、硅、硼	149	实验 5.12	硫酸铝钾 (明矾) 的制备及单 晶培养	231
实验 4.11	铝、锡、铅	152	实验 5.13	由软锰矿制备高锰酸钾 (固体 碱熔氧化法)	233
实验 4.12	砷、锑、铋	156	实验 5.14	废干电池的综合利用	235
实验 4.13	配合物的生成与性质	160	实验 5.15	从盐泥中提取七水合硫酸镁 及其含量测定	237
实验 4.14	常见无机阳离子的分离与 鉴别	163	实验 5.16	过氧化钙的制备及含量分析	239
实验 4.15	常见无机阴离子的分离与 鉴别	169	实验 5.17	甲酸铜的制备	240
实验 4.16	电解和电镀	172	实验 5.18	碘盐的制备及检测	242
实验 4.17	有机化合物元素定性分析	175	实验 5.19	偶氮苯光化异构化反应和薄板 层析	243
实验 4.18	烷烃、烯烃、炔烃的制备和 性质	179	实验 5.20	正丁醚和 β -萘乙醚的制备	245
实验 4.19	芳香烃的性质	183	实验 5.21	正溴丁烷的制备和折射率的 测定	247
实验 4.20	醇、酚和醚的性质	185	实验 5.22	肉桂酸的合成	249
实验 4.21	醛和酮的性质	190	实验 5.23	邻氯苯甲酸的制备	252
实验 4.22	羧酸及其衍生物的性质	193	实验 5.24	乙酰乙酸乙酯的制备	254
实验 4.23	含氮化合物的性质	196	实验 5.25	苯乙酮的制备——傅-克反应 实验	257
实验 4.24	蛋白质的性质	199	实验 5.26	邻苯二甲酸二丁酯的制备	259
实验 4.25	糖的性质——旋光仪和显微镜 的使用	202	实验 5.27	邻硝基苯酚和对硝基苯酚的 制备	261
第 5 章 制备与纯化实验		206	实验 5.28	叔戊醇的合成——格氏反应	263
实验 5.1	物质的分离和提纯—— KNO_3 的 制备	206	实验 5.29	双酚 A 的制备	265
实验 5.2	由粗食盐制备试剂级氯化钠	207	实验 5.30	十二烷基硫酸铵的制备	267
实验 5.3	由钛铁矿制取二氧化钛	211	实验 5.31	二苯脲的制备	268
实验 5.4	四碘化锡的制备	213	实验 5.32	水杨醛氨基酸 Schiff 碱的 制备	270
实验 5.5	硫代硫酸钠的制备	215	实验 5.33	对羟基苯甲腈的制备	271
实验 5.6	锌钡白的制备	217			
实验 5.7	由孔雀石制备五水硫酸铜并测定 其结晶水	219			

第 1 章 基本操作实验

实验 1.1 玻璃加工技术

【实验目的】

1. 了解煤气灯的构造并掌握正确的使用方法及正常火焰部分的温度。
2. 掌握玻璃管的切割、弯曲、拉制、熔烧等技术，掌握制作弯管、滴管、玻璃棒等基本操作技术。

【仪器及试剂】

煤气灯，酒精灯，石棉网，锉刀，大烧杯。

玻璃管，玻璃棒，橡皮塞，乳胶头。

【实验步骤】

1. 玻璃管（棒）的切割与圆口

将玻璃管（棒）平放在垫有隔板的桌面上，左手握紧并按住要切割的地方，右手用锉刀的棱边在要切割的部位用力向前或向后锉出一道与玻璃管（棒）垂直的凹痕，然后双手持玻璃管，大拇指在凹痕后面面向外推，同时其他手指向里拉，轻轻向后一折，即将玻璃管（棒）折断成两段。

2. 弯曲两支 90° 的玻璃管

先在切割好的玻璃管的一头套一乳胶头，然后将玻璃管放在煤气灯上并用小火预热一下，同时双手持玻璃管，之后把要弯曲的部分放入煤气灯的氧化焰加热，两手缓慢而均匀地转动玻璃管。待玻璃管充分软化后，将其从火焰中取出，两手弯曲玻璃管并用嘴吹气至所需角度为止。

3. 拉制 4 支滴管

拉玻璃管时，加热玻璃管的方法与弯玻璃管基本一样，不过要烧至更软一些才从火焰中取出。在同一平面来回转动玻璃管并逐渐向两旁拉至所需的细度，一手持玻璃管使它垂直片刻，然后放在石棉网上，冷却后截取所需长度。在火焰上将玻璃管入口的一端熔烧一下使其光滑；熔烧滴管大口一端时，要完全烧软并垂直向台面上轻轻地压一下使其翻口，冷却后装上乳胶滴头，即成滴管。

4. 拉制 2 支玻璃棒

拉玻璃棒时，加热玻璃棒的方法与弯玻璃管基本上一样。在同一平面来回转动玻璃棒并逐渐向两旁拉至所需的细度，一手持玻璃棒使它垂直片刻，放在石棉网上冷却后，用锉刀截取所需长度。

5. 熔光 4 根玻璃棒

在一手转动的情况下将玻璃棒的一端放入煤气灯的氧化焰中熔烧至椭圆形为止。然后接着熔烧玻璃棒的另一端，之后将玻璃棒放于石棉网上冷却。

【注意事项】

1. 本实验危险性较大，应注意防火、防割伤、防烫伤。

2. 用锉刀锉玻璃棒或玻璃管时, 由里向外锉时只能锉一下, 不准来回锉, 同时要防止划破手。

3. 灼热过的玻璃管、玻璃棒, 要按先后顺序放在石棉网上冷却, 切不可直接放在实验台面上, 防止烧焦台面; 未冷却之前, 切不可用手去摸, 防止烫伤。

4. 实验完毕, 由教师检查产品后清扫桌面。

【思考题】

1. 使用煤气灯有哪些注意事项? 为何在操作煤气灯的过程中会发生爆鸣现象?
2. 在切割玻璃管(棒)中, 如何防止割伤和刺伤皮肤?
3. 为什么要对玻璃棒(管)的切割断面进行焙烧? 刚灼烧过的玻璃制品应放在哪里?
4. 怎样拉制玻璃管?
5. 为什么被加热的物体总是放在氧化焰处?

【参考文献】

1. 北京轻工业学院等著. 基础化学实验. 北京: 中国标准出版社, 1999.
2. 北京师范大学编. 无机化学实验. 第3版. 北京: 高等教育出版社, 2001.
3. 徐丽英主编. 无机及分析化学实验. 上海: 上海交通大学出版社, 2004.
4. 罗士平等主编. 基础化学实验(上). 北京: 化学工业出版社, 2005.

实验 1.2 常用玻璃仪器的洗涤和干燥与溶液的粗略配制

【实验目的】

1. 学习根据污染物及污染程度选择适当的洗涤玻璃仪器的方法。
2. 练习玻璃仪器的快速干燥方法。
3. 掌握溶液粗略配制过程与方法及有关浓度的计算。
4. 熟悉溶液粗略配制中器皿、量具的选择, 练习台秤、量筒的使用及试剂的取用方法。

【实验原理】

1. 仪器的洗涤与干燥

化学实验中使用的玻璃仪器一定要清洁干净。实验工作中应根据污染物及器皿本身的化学或物理性质, 有针对性地选用洗涤方法。实验室常用的洗涤方法有: ①水洗; ②用去污粉或合成洗涤剂刷洗; ③用铬酸洗液洗; ④特殊污染物的去除; ⑤超声波清洗。

用上述各种方法洗涤后的仪器, 经自来水多次、反复冲洗后, 再用去离子水冲洗两到三次, 并遵循“少量多次”的洗涤原则, 每次用水量一般为总容量的 5%~20%。已洗净仪器的器壁可以被水润湿, 可留下一层既薄又均匀的水膜, 无水珠附着。

有些化学实验需要在无水条件下进行, 仪器常常需要干燥后才能使用。常用的干燥方法有晾干、烘干、烤干、吹干及有机溶剂快速干燥。

2. 溶液的粗配

根据所配溶液的用途以及溶质的特性, 溶液的配制可分为粗配和精配。

如果实验对溶液浓度的准确度要求不高, 利用台秤、量筒、烧杯等低准确度的仪器配制就能满足需要, 即粗配, 浓度的有效数字为 1~2 位。例如作为溶解样品、调节溶液 pH 值、分离或掩蔽离子、显色等使用的溶液就属于这种类型。

有些溶液无法确定其准确浓度。例如固体 NaOH 易吸收空气中的 CO₂ 和水分、浓

H_2SO_4 具有吸水性、浓 HCl 中的氯化氢很容易挥发、 KMnO_4 不易提纯等,因此这类溶液的配制一般也是先粗配。

溶液的浓度有多种表示方法,如质量分数($\frac{m}{m} \times 100\%$)、体积分数($\frac{V}{V} \times 100\%$)、质量体积浓度(m/V)、体积比浓度、物质的量浓度(n/V)等。在工厂生产的控制分析和例行分析中,还常常用相对密度(d)、波美度($^\circ\text{Bé}$)和滴定度等表示溶液的浓度。

溶液粗配的步骤:计算→选择合适器皿与量具→称量(用台秤)或量取(量筒)→溶解→定容(量筒、量杯、带刻度烧杯均可)→玻璃棒搅拌均匀溶液→试剂瓶→贴上标签并注明溶液的名称、浓度和日期。

【仪器及试剂】

台秤,角匙,玻棒,量筒(10mL、50mL),烧杯,表面皿,酒精灯或电炉,石棉网试剂瓶,洗瓶。

浓硫酸(相对密度 $1.84\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ 、质量分数 98%), CuSO_4 (化学纯, s), NaOH (化学纯, s), $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (工业品, s),乙醇,标签纸,胶水。除特别说明,所有试剂均为分析纯。

【实验步骤】

1. 仪器洗涤与干燥

- (1) 洗净实验柜中部分仪器。
- (2) 在酒精灯上烘干两支洗净的试管。
- (3) 用有机溶剂快速干燥法,干燥一只 100mL 烧杯。

2. 溶液的粗配

(1) 以质量体积浓度表示的溶液(m/V)的配制 配制 $10\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 硫酸铜溶液 50mL,在台秤上用 100mL 烧杯称取 0.5g 固体硫酸铜并溶于水,稀释至 50mL,转入试剂瓶。贴上标签,用黑笔注明溶液名称、浓度和日期。

(2) 以物质的量浓度表示的溶液(n/V)的配制 配制 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 氢氧化钠溶液 100mL,用表面皿在台秤上称取 0.4g NaOH 固体并放入 250mL 烧杯中,加入少量蒸馏水搅动使固体完全溶解后,用蒸馏水稀释至 100mL,搅匀并转入试剂瓶中。贴上标签,用黑笔注明溶液名称、浓度和日期。

(3) 以体积分数表示的溶液的配制 配制 2% 硫酸溶液 100mL:用 10mL 量筒量取 2.0mL 浓 H_2SO_4 ,在不断搅拌下慢慢沿烧杯壁倾入盛有 50mL 蒸馏水的烧杯中,冷却后用蒸馏水稀释到 100mL,转入试剂瓶。贴上标签,用黑笔注明溶液名称、浓度和日期。

(4) 配制 25mL 铬酸洗液 取 1.25g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (工业品即可),先用 3.5mL 的蒸馏水加热溶解,稍冷后,将 25.0mL 浓 H_2SO_4 沿容器壁慢慢加入 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液中(千万不能将水或溶液加入 H_2SO_4 中),边倒边用玻璃棒搅拌,并注意不要溅出,混合均匀,冷却后,转入洗液瓶备用。

【注意事项】

1. 仪器的洗涤和干燥方法详见本实验教材第一分册的相关内容。
2. 凡是已洗净的仪器内壁,绝不能再布或纸去擦拭,否则,布或纸的纤维将会留在仪器壁上反而沾污了仪器。玻璃棒洗净后,应放入清洁的烧杯中,绝不允许放在实验台上。
3. 一般带有刻度的计量仪器,如移液管、容量瓶、滴定管等不能用加热的方法干燥,以免受热变形而影响仪器的精密度。
4. 新配制的铬酸洗液为红褐色,氧化能力很强。当洗液用久后变为黑绿色,即说明洗液无氧化洗涤力,再加入高锰酸钾可使洗液再生。

5. 废液必须先倒入废液桶中, 后注水洗涤。实验用水应做到少量多次。

【思考题】

1. 如何判断玻璃仪器是否洗涤干净?
2. 铬酸洗液的去污原理是什么? 如何使用? 如何判断其是否失效? 如何使其再生?
3. 什么是“少量多次”洗涤原则? 为什么要实行“少量多次”的洗涤原则?

【参考文献】

1. 北京师范大学编. 无机化学实验. 第3版. 北京: 高等教育出版社, 2001.
2. 徐丽英主编. 无机及分析化学实验. 上海: 上海交通大学出版社, 2004.
3. 罗士平等主编. 基础化学实验(上). 北京: 化学工业出版社, 2005.

实验 1.3 溶液的精确配制与标定

【实验目的】

1. 掌握精确配制溶液的方法及器皿、量具的选择。
2. 练习电子天平的使用, 学习正确的精确称量方法。
3. 学习刻度移液管、容量瓶及碱式滴定管的操作技术。

【实验原理】

1. 溶液的精配

定量分析实验中, 往往需要配制准确浓度的溶液, 就必须使用比较准确的仪器(如移液管、电子天平、容量瓶等)来配制, 即精配, 浓度要求准确到4位有效数字。已知准确浓度的溶液称为标准溶液。

配制准确浓度溶液的试剂必须是其组成与化学式完全符合的高纯物质, 并在保存和称量时, 组成及质量稳定不变, 而且是相对分子质量较大的物质, 即通常所说的基准物质。

2. 溶液浓度的标定

测定溶液浓度的方法多种多样。用滴定法和波美计来测量就是其中的两种。

溶液的相对密度是随溶液的质量分数而变化的, 对一个未知浓度的溶液, 测出其相对密度后, 便可从相关化学手册上查到相应的质量分数。一般溶液的相对密度值在1~2之间, 差值很小, 用密度计测量, 读数差也很小, 误差较大。为了克服这一缺点, 生产上常使用波美计, 用波美计测得的溶液的相对密度称为波美度。波美计有轻表和重表两种, 重表用来测定比水重的液体, 其度数越大, 相对密度越大。轻表用来测定比水轻的液体, 其度数越大, 相对密度越小。

对于很多不符合基准物质条件的物质, 不能直接配制标准溶液。一般是先将这些物质配成近似所需浓度的溶液, 再用基准物质通过酸碱滴定法、配合滴定法、氧化还原滴定法或沉淀滴定法等精确测定其浓度, 这一过程称为标定。

【仪器及试剂】

台秤, 电子天平, 角匙, 玻棒, 量筒(10mL、50mL), 烧杯, 表面皿, 试剂瓶, 容量瓶, 称量瓶, 移液管(10mL、25mL), 洗耳球, 碱式滴定管, 波美计, 锥形瓶, 滴定管夹, 铁架台, 洗瓶。

浓硫酸(相对密度 $1.84\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ 、质量分数 98%), NaOH (化学纯, s), $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (分析纯, s), Na_2CO_3 (分析纯, s), 邻苯二甲酸氢钾(分析纯, s), 酚酞(0.2%), 胶水, 标签纸。

【实验步骤】

1. 溶液的精确配制

(1) 用递减称量法配制 $0.05\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{Na}_2\text{CO}_3$ 溶液 250mL 在一洁净干燥的称量瓶中装入约 2g 无水固体 Na_2CO_3 , 在台秤上粗称后, 再在电子天平上准确称取 $1.0\sim 1.6\text{g}$ 于 100mL 洁净烧杯中, 用少量水溶解并转入 250mL 容量瓶中, 用洗瓶以少量水洗烧杯 3 次, 转入容量瓶中, 容量瓶内的水达 $2/3$ 容积时平摇几下, 再加蒸馏水至标线后将容量瓶的盖子盖好, 颠倒摇动 15 次以上。根据实际称得无水 Na_2CO_3 的质量计算其浓度, 保留四位有效数字。

(2) $0.05\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{Na}_2\text{CO}_3$ 溶液的定量稀释 用移液管移取 25.00mL $0.05\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{Na}_2\text{CO}_3$ 溶液于 100mL 容量瓶中, 加水至 $2/3$ 后初步混合, 接着再加水稀释至刻度, 摇匀。计算所得溶液的准确浓度。

(3) 用固定质量称量法准确配制 $0.0500\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液 100mL 在台秤上粗称一洁净干燥的称量瓶后装入约 $1\text{gH}_2\text{C}_2\text{O}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 固体。在电子天平上准确称量一洁净干燥的小烧杯, 向烧杯中敲入 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 直至电子天平读数正好增加了 0.6304g 为止。加适量水溶解, 然后转到 100mL 容量瓶中, 用洗瓶以少量水洗烧杯 3 次, 瓶内的水达 $2/3$ 容积时平摇几下, 再加蒸馏水至标线后将容量瓶的盖子盖好, 颠倒摇动 15 次以上。

(4) 配制 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NaOH}$ 溶液 200mL 事先计算出应称取固体 NaOH 多少克, 按步骤 (3) 配制。

2. 溶液浓度的标定

(1) 硫酸溶液质量分数的测定 将体积分数 2% 硫酸溶液注入一洁净的 250mL 量筒中, 然后将清洁干燥的波美计慢慢放入液体中。为了避免波美计在液体中上下沉浮和左右摇动与量筒壁接触以致打破, 所以在浸入时, 应该用手轻轻扶住波美计的上端, 并让它浮在液面上, 待波美计不再摇动且不与器壁相碰时读数, 读数时视线要与凹液面最低处相切。用完波美计后要洗净并放回盒内。由波美度换算为相对密度, 查表 1.3-1 就可得到被测溶液的质量分数。

表 1.3-1 硫酸的相对密度与质量分数对照表 (20°C)

相对密度 d	1.0051	1.0118	1.0184	1.0250	1.0317	1.0385	1.0453	1.0522	...
质量分数 $w/\%$	1	2	3	4	5	6	7	8	...

(2) $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 氢氧化钠溶液浓度的标定 准确称取 $0.4\sim 0.6\text{g}$ 邻苯二甲酸氢钾 ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) 试剂 2~3 份, 分别置于 250mL 锥形瓶中, 加 $20\sim 30\text{mL}$ 水溶解后, 加入 1~2 滴 0.2% 酚酞指示剂, 用 NaOH 溶液滴定至溶液呈微红色, 0.5min 不褪色, 即为终点^①。计算 NaOH 溶液的准确浓度及相对平均偏差。

(3) 用 NaOH 滴定 H_2SO_4 , 测定 H_2SO_4 的物质的量浓度 用刻度移液管吸取 2% 硫酸溶液 4.00mL 2~3 份于锥形瓶中, 加 20.0mL 蒸馏水, 摇匀后加入 1~2 滴 0.2% 酚酞指示剂, 用 NaOH 溶液滴定至溶液呈微红色, 0.5min 不褪色, 即为终点。计算 H_2SO_4 的物质的量浓度及相对平均偏差。

① 标定 NaOH 溶液时, 用酚酞作为指示剂, 终点为微红色, 0.5min 不褪色。若较长时间微红色慢慢褪去, 是由于溶液吸收了空气中的 CO_2 所致。

【结果与讨论】

计算出所配溶液的浓度, 注意有效数字。

【注意事项】

1. 台秤、电子天平、移液管、容量瓶、滴定管的使用等基本操作见本系列教材第一分册的相关内容。
2. 注意精配实验中正确使用相关实验仪器。
3. 在使用电子天平时, 根据所称物质性质不同正确选择相应仪器。

【思考题】

1. 某同学在粗配草酸溶液时, 用电子天平称取 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 固体, 用量筒取水配成溶液, 该操作对否? 为什么?
2. 从滴定管中流出半滴溶液的操作要领是什么?
3. 在滴定分析中, 为什么需要用操作溶液润洗滴定管及移液管几次? 滴定中使用的锥形瓶或烧杯, 是否也要用操作溶液润洗?
4. 滴定时为什么每次都应从零刻度以下附近处开始?
5. 如何正确使用容量瓶及移液管?

实验 1.4 熔点的测定

【实验目的】

1. 了解有机化合物熔点的基本原理。
2. 掌握用毛细管测定熔点操作方法。

【实验原理】

通常当结晶物质加热到一定的温度时, 即从固态变为液态, 此时的温度可视为该物质的熔点。大部分纯粹的固体有机化合物一般都有固定的熔点, 即在一定压力下, 固-液两态之间的变化是非常敏锐的, 熔程(初熔至全熔的温度差值)不超过 $0.5 \sim 1^\circ\text{C}$ 。如该物质含有杂质, 则熔点往往较纯物质为低, 且熔程也较长。根据熔点和熔程的长短又可定性地看出是否为已知化合物和该化合物的纯度, 对于鉴定纯的固体有机化合物来讲具有很大价值。值得注意的是液晶类化合物具有较宽的熔程, 甚至高达几十摄氏度。物质的温度与蒸气压曲线见图 1.4-1。

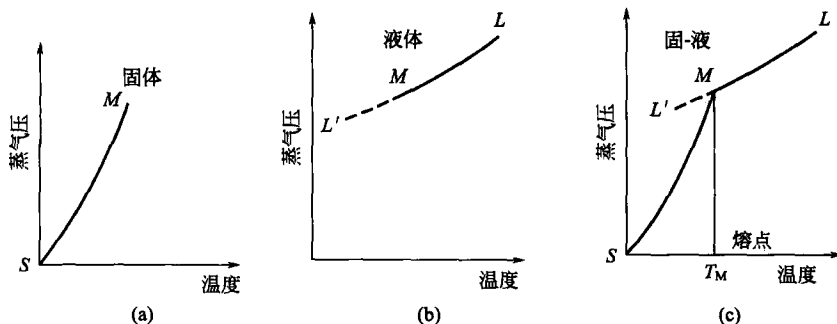


图 1.4-1 物质的温度与蒸气压曲线图

反过来,在某些情况下熔程很小时也不一定是纯的有机化合物,如 α -萘酚和萘混合物,当萘的摩尔分数为0.605, α -萘酚的摩尔分数为0.395时,能像纯物质一样在一定的温度时熔化。熔点为61℃,同样具有较短的熔程。但这不是纯的有机化合物,而是最低共熔混合物,这个温度为最低共熔点。

同样两个同一熔点的化合物不见得是同一化合物,但可以用混合熔点法进行测定,为了防止形成新的化合物或固溶体,至少测定三种比例(即1:9,1:1和9:1)的熔点,若和单独测定的熔点相同,一般说来是同一化合物。如果不相同则肯定不是同一化合物。

【仪器及试剂】

b形管,熔点管,温度计,表面皿,玻管(0.6cm,约50cm),酒精灯。

浓硫酸,萘,苯甲酸,水杨酸。

【实验步骤】

1. 熔点管制备

取一根清洁干燥的直径1cm、壁厚1mm左右的玻璃管,两手同时握住玻管向相同方向旋转,放在灯焰上加热。火焰由小到大,受热区间约5cm,不断旋转玻管,当烧至发黄变软时从火中取出,在做左右手反方向来回旋转的同时水平地向两边拉开。先慢后快地将其拉长,使之成为内径1mm左右的毛细管。截取8cm左右的小段,一端在酒精灯上用小火封闭(封闭时将毛细管呈45°角度在小火的边缘处一边转动,一边加热至小球状出现)。冷却后放置在试管内备用。

内径0.5mm和1mm左右的熔点管都有商品出售,可以直接使用。

2. 样品填装

放少许待测熔点的干燥样品(约0.1g)于洗净并晾干的表面皿上,用玻棒或不锈钢刮刀将它研成粉末并集成一堆。将熔点管开口端向下插入粉末中,反复插入数次,然后把熔点管开口端向上,在另一表面皿上轻轻地敲击,以使粉末落入和填紧管底。然后取一支长约50cm的干净玻管,垂直于一干净的表面皿上,将熔点管从玻管上端自由落下,让样品充分打实。为了使管内装入高约2~3mm紧密结实的样品,一般需如此重复数次。一次不宜装入太多,否则不易夯实。样品装好后必须拭去沾在管外的粉末,以免沾污加热溶液。要测得准确的熔点,样品一定要研得极细,装得结实,使热量的传导迅速均匀。对于蜡状样品,为了解决研细及装管的困难,只得选用较粗口径(2mm左右)的熔点管。

3. 熔点测定装置

在实验室中最常用的熔点测定装置是b形管和熔点测定仪。

提勒(Thiele)管又称b形管,如图1.4-2(a)所示。管口装有开口木塞,温度计插入其中,刻度应面向木塞开口,温度计上套上一根由乳胶管剪成的尽可能细的橡皮圈(这个橡皮圈起到固定温度计的作用)。调整温度计水银球的中线位于b形管上下两叉管口之正中间,装好样品的熔点管,借少许浴液黏附于温度计下端,使样品部分置于水银球侧面中部[见图1.4-2(c)]。b形管中装入加热液体(浴液),高度达上叉管处即可。

在图示的部位加热,受热的浴液沿管上升运动,从而促成了整个b形管内浴液呈对流循环,使得温度较为均匀。

在测定熔点时,凡是样品熔点在220℃以下的,可采用浓硫酸作为浴液。因高温时,浓硫酸将分解放出三氧化硫及水。对环境污染较大,不利于操作(长期不用的熔点浴应先逐渐加热到200℃去掉吸入的水分后再用,如加热过快,就有冲出的危险,当有机物和其他杂质触及硫酸时,会使硫酸变黑,有碍熔点的观察,此时可加入少许硝酸钾晶体共热后使之脱色)。