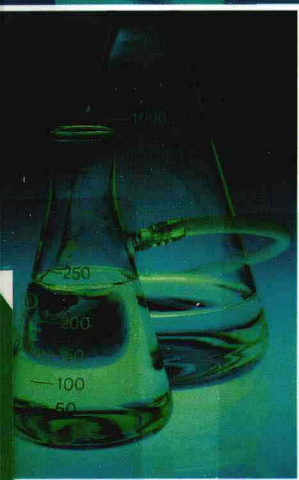


DAXUEHUAXUESHIYAN

大学化学实验

主 编 杨秋华
副主编 曲建强 邱海霞 马骁飞



天津大学出版社
TIANJIN UNIVERSITY PRESS

大学化学实验

主 编 杨秋华

副主编 曲建强 邱海霞 马晓飞



内容提要

本书是依据教育部高等教育司编写的《高等学校工科本科基础实验教学基本要求》和化学学科发展的需要,为高等工科院校非化学化工类专业编写的化学实验教材。内容分三部分,第一部分主要介绍了化学实验基本知识、化学实验的基本操作、常见仪器及基本测量仪器的使用;第二部分是实验,共编入 51 个实验,涉及内容有基本化学原理与基本操作实验,制备性实验,应用性实验,综合、设计性实验及研究性实验;第三部分为附录。

本书是在天津大学原有的大学化学实验教材基础上,引进 10 多年来实验教学改革及科研成果编写而成的。本书可作为高等学校工科非化学化工类专业的大学化学实验教材,也可供农、林、医等院校各相关专业师生选用和参考。其特点是具有较强的综合性和选择性,可供不同层次(大本或大专)、不同年级的学生使用(如研究性实验,可供大本高年级学生选做)。

图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验/杨秋华主编. —天津:天津大学出版社,
2012. 5

ISBN 978-7-5618-4360-4

I. ①大… II. ①杨… III. ①化学实验 - 高等学校 -
教材 IV. ①O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 104614 号

出版发行	天津大学出版社
出 版 人	杨欢
地 址	天津市卫津路 92 号天津大学内(邮编:300072)
电 话	发行部:022-27403647 邮购部:022-27402742
网 址	publish.tju.edu.cn
印 刷	昌黎县思锐印刷有限责任公司
经 销	全国各地新华书店
开 本	148mm×210mm
印 张	11.375
字 数	331 千
版 次	2012 年 5 月第 1 版
印 次	2012 年 5 月第 1 次
印 数	1-3 000
定 价	22.00 元

凡购本书,如有缺页、倒页、脱页等质量问题,烦请向我社发行部门联系调换

版权所有 侵权必究

前 言

《大学化学实验》教材主要依据教育部高等教育司编写的《高等学校工科本科基础实验教学基本要求》和化学学科发展的需要,在天津大学原有的大学化学实验教材基础上,引进 10 多年来实验教学改革及科研成果编写而成的。

《大学化学实验》内容分为三部分共 10 章:第一部分为基本知识和基本操作共 5 章,分别介绍了化学实验基本知识,化学实验基本操作,气体的制备、净化及气体钢瓶的使用,物质的分离与提纯及基本测量仪器的使用;第二部分为实验共 5 章,分别为基本化学原理和基本操作实验,制备性实验,应用性实验,综合、设计性实验及研究性实验;第三部分为附录。

基本化学原理和基本操作实验共 13 个,实验目的主要是加深学生对化学反应原理的理解和掌握;制备性实验,共计 6 个,实验目的是训练和提高学生制备实验的基本操作能力;应用性实验包括 12 个,实验目的是培养学生运用化学知识和技能解决实际问题的能力;综合、设计性实验包括 8 个,实验目的是培养学生对所学知识能融会贯通、对所学技能会综合运用的能力,同时调动学生的主动性、积极性,培养学生独立思考和创造能力;研究性实验包含 12 个,实验内容紧跟学科发展前沿,绝大多数由教师的最新科研成果转化而来,目的是培养学生的创新意识与科学研究能力。

本书可作为高等学校工科非化学化工类专业的大学化学实验教材,也可供农、林、医等院校各相关专业师生选用和参考。其特点是具有较强的综合性和选择性,可供不同层次(大本或大专)、不同年级的学生使用(如研究性实验,可供大学本科高年级学生选做)。它是作为

天津大学主编的《大学化学》(第3版)配套实验教材出版的。《大学化学》教材的配套教学资源网址:<http://course.tju.edu.cn/chemistry/>;《大学化学实验》配套教学资源网址:<http://www2.tju.edu.cn/inst/chemexp/index.htm>。

本书由杨秋华担任主编,曲建强、邱海霞、马晓飞任副主编。参加本书编写工作的有杨秋华、曲建强、邱海霞、马晓飞、余莉萍、马亚鲁、高洪苓、王建辉、严乐美等老师。

本教材是在继承我校原有的化学实验教材(如《实验无机化学》、《大学化学实验》及《基础化学实验教程》等)中的适用内容,并参阅校外同类实验教材的基础上进行编写或修订的,在此对同行尤其是前辈老师的贡献表示衷心的感谢和敬意。

编者

2012年1月

目 录

绪论	(1)
1. 大学化学实验课程的目的	(1)
2. 大学化学实验课程的基本要求	(1)
3. 实验报告格式示例	(2)

第一部分 基本知识和基本操作

第1章 化学实验的基本知识	(5)
1.1 实验室基本常识	(5)
1.2 化学实验数据处理与表达	(12)
第2章 化学实验基本操作	(23)
2.1 大学化学实验常用玻璃仪器的洗涤和干燥	(23)
2.2 试剂的取用和试纸、滤纸的使用	(35)
2.3 称量仪器的使用	(39)
2.4 玻璃量器的使用	(48)
2.5 加热操作	(58)
第3章 气体的制备、净化及气体钢瓶的使用	(66)
3.1 气体的制备	(66)
3.2 气体的收集	(68)
3.3 气体的净化与干燥	(69)
3.4 气体钢瓶、减压阀及使用	(70)
第4章 物质的分离与提纯	(73)
4.1 蒸发、浓缩与结晶	(73)
4.2 固液分离	(74)
4.3 蒸馏	(78)
4.4 萃取分离	(81)
4.5 薄层色谱分离法	(84)

4.6	离子交换分离法	(88)
第5章	基本测量仪器的使用	(92)
5.1	酸度计	(92)
5.2	pXD-2 型通用离子计	(99)
5.3	电导仪和电导率仪	(101)
5.4	722S 型分光光度计	(107)
5.5	HP8453 紫外-可见分光光度计	(110)
5.6	BIO-RADFTS3000 型红外分光光度计	(111)
5.7	BDX 自动 X 射线衍射仪	(111)
5.8	透射电子显微镜	(113)

第二部分 实验

第6章	基本化学原理和基本操作实验	(125)
实验1	摩尔气体常数的测定	(125)
实验2	化学反应热的测定	(128)
实验3	反应速率与活化能的测定	(131)
实验4	凝固点降低法测定溶质的摩尔质量	(136)
实验5	溶液中的离子平衡	(140)
实验6	氧化还原反应	(144)
实验7	原电池、金属腐蚀与防护	(146)
实验8	无机化合物	(149)
实验9	物质结构和性质的关系	(153)
实验10	配位化合物	(159)
实验11	塑料的性质、简单鉴别与黏结	(162)
实验12	工业品 $\text{Pb}(\text{OAc})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 的提纯	(166)
实验13	磷酸的 pH 值测定	(167)
第7章	制备性实验	(170)
实验14	洗洁精的配制	(170)
实验15	无水乙醇的制备	(172)
实验16	从印刷电路烂板液中制备 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	(174)

实验 17	去离子水的制备	(176)
实验 18	硫酸亚铁铵的制备(常量和微型实验)	(182)
实验 19	无机颜料(铁黄)的制备	(187)
第 8 章 应用性实验		(190)
实验 20	水的硬度测定	(190)
实验 21	原子吸收光谱法测定自来水中钙、镁的含量	(193)
实验 22	水中氯离子含量的测定(离子选择电极法)	(195)
实验 23	离子选择性电极法测定自来水中氟含量	(199)
实验 24	B-Z 振荡反应	(202)
实验 25	纸上色谱法鉴定 Fe^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+}	(206)
实验 26	水体化学需氧量的测定	(209)
实验 27	钢中锰含量的测定	(213)
实验 28	食品中微量元素的鉴定	(217)
实验 29	金属表面处理技术	(221)
实验 30	印染废水的脱色处理	(227)
实验 31	日常生活中的化学	(229)
第 9 章 综合、设计性实验		(231)
实验 32	平衡原理综合实验	(231)
实验 33	元素性质综合实验	(232)
实验 34	配合物 $[\text{CoCl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$ 的制备、水合反应速率及 活化能的测定	(233)
实验 35	从化学实验废液中回收 Ag 和 CCl_4	(236)
实验 36	磷系列化合物的制备	(237)
实验 37	硫代硫酸钠的制备	(239)
实验 38	茶叶或紫菜中某些微量元素的鉴定	(241)
实验 39	含 Cr(VI) 废液的处理	(242)
第 10 章 研究性实验		(246)
实验 40	阿司匹林的制备	(246)
实验 41	粒状除氟剂的制备与除氟性能	(249)
实验 42	淀粉与丙烯腈接枝共聚物及其皂化产物的合成 ...	(252)

实验 43	多糖稳定剂制备纳米氧化锌及其表征	(259)
实验 44	金纳米粒子的制备	(262)
实验 45	水热法制备纳米尖晶石型 NiFe_2O_4 及表征	(264)
实验 46	8-羟基喹啉铝配合物的合成与发光性质研究	(267)
实验 47	氧化锆纳米粉末的合成制备、团聚控制与材料表征	(270)
实验 48	纳米钙钛矿型 $\text{SrFeO}_{3-\delta}$ 的制备及其光催化降解水溶性染料	(275)
实验 49	$\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 的制备、组成测定及表征	(281)
实验 50	聚丙烯酸钠/蒙脱土吸水性纳米复合物的合成及表征	(291)
实验 51	5-氟尿嘧啶-1-丙酸的制备和结构鉴定	(295)

第三部分 附录

附录 1	中华人民共和国法定计量单位(摘录)	(298)
附录 2	弱酸、弱碱在水中的解离常数(25 °C, 离子强度 $I=0$)	(301)
附录 3	微溶化合物的溶度积(18 ~ 25 °C, $I=0$)	(304)
附录 4	标准电极电势(25 °C, 标准态压力 $p^\ominus = 100 \text{ kPa}$)	(307)
附录 5	常见配离子的累积稳定常数(离子强度 $I \approx 0$, 温度 293 ~ 298 K)	(316)
附录 6	实验室常用酸、碱溶液的浓度	(318)
附录 7	实验室中常用试剂的配制	(319)
附录 8	常用缓冲溶液的 pH 范围	(322)
附录 9	酸碱指示剂	(323)
附录 10	氧化还原指示剂	(324)
附录 11	金属离子指示剂	(325)
附录 12	离子鉴定反应	(327)
附录 13	离子常见反应	(338)

附录 14	常见离子和化合物的颜色	(342)
附录 15	不同温度下水的饱和蒸气压/Pa	(348)
附录 16	乙醇的百分含量与折光率	(351)
附录 17	GB 5749—2006 生活饮用水卫生标准水质部分常规 指标及限值	(352)
附录 18	地下水国家标准(GB/T 14848—93)、地表水国家 标准(GB 3838—2002)中的高锰酸盐指数	(353)
参考文献		(354)
元素周期表		

绪 论

1. 大学化学实验课程的目的

大学化学实验是高等院校大学化学教学不可缺少的重要组成部分,它担负着培养学生掌握大学化学实验基本操作技能及进行科学实验初步训练的任务。大学化学实验课程的内容不仅涉及大学化学理论的验证、操作的训练等基础性内容,还涉及与新实验技术、测试仪器、学科的发展趋势和最新科研成果相结合的研究性实验和综合性实验。通过对学生进行独立实验操作、观察和记录实验现象、分析归纳问题、撰写实验报告等的训练,最终达到以下目的。

①巩固、深化和提高学生在大学化学理论课堂中学到的基本知识、基本理论和基本技术,特别是提高学生以此为工具获取新知识的能力;

②培养学生的独立思考、分析问题、解决问题的能力和开拓的创新意识;

③培养学生严谨求实的工作作风、实事求是的科学态度、良好的实验室工作习惯和相互协作的团队精神。

2. 大学化学实验课程的基本要求

为达到大学化学实验课程的目的,学生在学习中不仅要有正确的学习态度,还要有科学的学习方法。学生应该在以下三个环节严格要求自己。

①实验前应认真做好预习,认真阅读实验教材及其相关内容,明确每次实验的目的、原理和方法,了解相关仪器的使用方法及注意事项,要做到心中有数,避免边做实验边翻书的“照方抓药”式实验,写出简明扼要的预习报告。无预习报告者不得进行实验。对于设计性实验,要根据实验提示和要求,查阅有关手册和参考书,设计出自己的实验方案,经指导教师审查后,方可进入实验室。

②实验时应保持安静,集中精力,认真操作,细心观察实验现象,如实记录实验现象和数据,积极思考问题,并运用所学理论、知识解释实验现象,研究实验中的问题。若遇到异常情况或疑难问题应认真分析

原因,仔细做重复实验,也可在教师指导下解决。实验过程中要遵守实验室规则,注意安全,爱护仪器设备,节约水、电、药品,保持实验室内安静有序,桌面整洁。

③实验结束,要认真、及时地写好实验报告。实验报告是实验的总结,也是训练书面表达能力的手段,从一个方面反映了学生的学习态度、实验水平与能力。实验报告中要对实验中出现的现象和问题进行认真的讨论,要求格式正确、文字简明、报告完整、书写整洁。

3. 实验报告格式示例

大学化学实验大致可分为三种类型:制备性实验、测定性实验、验证性实验。

(1) 制备性实验

制备性实验报告主要写出物质制备原理、流程、反应条件、原料量、产量、产率、产品质量,有些可能还要求性质表征等。流程一般可用“框图”表示,每一步操作可作为一个“框图”。

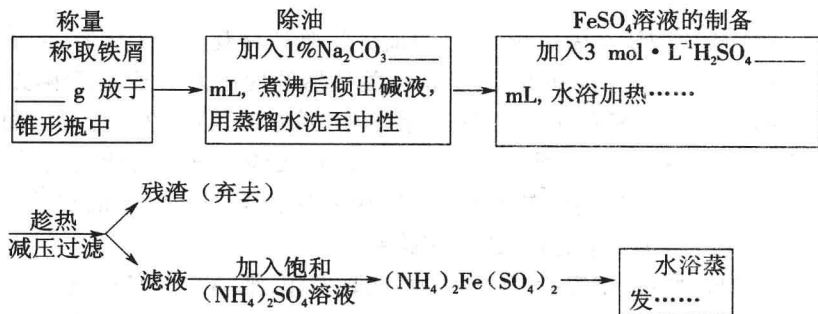
制备性实验报告格式示例

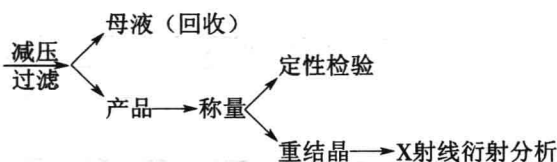
【实验名称】硫酸亚铁铵的制备

【实验目的】(略)

【实验步骤】

原料量的计算:





【实验结果】

理论产量计算:

实际产量 = _____;

产率(计算): _____;

产品等级: _____。

【问题与讨论】

(2) 测定性实验

测定性实验报告主要应写出实验目的,测定的简单原理,实验方法,数据记录及数据处理,误差及误差分析。所有原始数据都要记录准确无误,并应有具体数据处理过程。

测定性实验报告格式示例

【实验名称】钢中锰含量的测定

【实验目的】(略)

【实验步骤】

1. 标准溶液的配制及其吸光度的测定

(1) 系列 KMnO_4 标准溶液的配制。(略)

(2) 系列 KMnO_4 标准溶液吸光度的测定。(略)

2. 钢中锰含量的测定

(1) 试样溶液的显色处理。(略)

(2) 试样溶液吸光度的测定。(略)

【实验数据记录与处理】

编号	KMnO ₄ 标准溶液				钢样试液	
	1	2	3	4	1	2
吸光度						
锰的含量 G/mg						

1. 绘制工作曲线(用坐标纸)

2. 计算钢中锰的含量

$$\text{Mn}\% = \frac{G}{cV} \times 100\%$$

(3) 验证性实验

验证性实验主要是物质性质的验证,一般可分为实验步骤、实验现象、反应方程式及解释或结论等项,借以加深对反应原理和物质性质的理解和记忆。在报告中要注意这四部分内容一一对应。

验证性实验报告格式示例

【实验名称】离子平衡

【实验目的】(略)

【实验内容】

实验步骤	实验现象	反应方程式	解释或结论
一、			
1. 0.1 mol · L ⁻¹ HOAc 3 mL 加 1~2 滴甲基橙, 摇匀		HOAc $\rightleftharpoons$ H ⁺ + OAc ⁻	
比较 ↗ 不加 NH ₄ OAc ↘ 加少许 NH ₄ OAc	溶液呈红色 溶液由红变黄		同离子效应 使 HOAc 的 α 降低
2.			
二、			
.....			

第一部分 基本知识和基本操作

第1章 化学实验的基本知识

1.1 实验室基本常识

1.1.1 实验室规则

①实验开始前先清点仪器设备,如发现缺损,应立即报告教师(或实验室工作人员),并按规定手续向实验室工作人员补领。实验中如有仪器破损,应及时报告并按规定手续向实验室工作人员换取新仪器。

②实验时要爱护国家财产,注意节约水、电、试剂。按照化学实验基本操作规定的方法取用试剂。必须严格按照操作规程使用精密仪器,如发现仪器有故障,应立即停止使用,并及时报告指导教师。

③实验时应保持实验室和桌面的整洁。实验中的废弃物,尤其是废酸、废碱,应倒入废液缸中,严禁投入或倒入水槽内,以防水槽和下水管堵塞或腐蚀。

④实验室内的一切物品(仪器、试剂和产品)均不得带出实验室。

⑤实验完毕,将玻璃仪器清洗干净,放回原处。整理桌面,打扫水槽和地面卫生,清倒废物桶,洗净双手,关好水、电、煤气和门窗。

⑥对实验的内容和安排不合理的地方可提出改进意见。对实验中出现的一切反常现象进行讨论,并大胆提出自己的看法,做到主动学习。同时,逐渐熟悉化学实验的基础知识及获得物质变化的感性认识。

1.1.2 化学实验室安全守则

①在实验室内绝对禁止饮食、吸烟和打逗。

②必须熟悉实验室的环境,了解水、电、煤气阀门、急救箱和消防用品等的放置地点和使用方法。煤气开关应该经常检查,保持完好,煤气灯和橡皮管使用前也要仔细检查,发现漏气立即关闭煤气开关并熄灭室内所有火源,打开门窗,及时报告抢修。

③实验室内严禁任意混合药品,尤其是性质不明的化学试剂,更不能尝其味道,以免发生意外事故。注意不同试剂及溶剂的瓶盖、瓶塞不能混乱使用。

④凡产生或使用 H_2S , CO , Cl_2 , SO_2 等有毒的、恶臭的、有刺激性气体的实验,务必在通风橱内进行。

⑤氢气、过氧化物、干燥的重氮盐、硝酸酯、多硝基化合物、高氯酸盐等,具有爆炸性,使用时,必须严格按照操作规程进行实验,以防爆炸。

⑥使用易燃有机溶剂(如乙醇、苯、丙酮、乙醚等)时要远离火源,用完后立即塞紧瓶塞。切勿将易燃有机溶剂倒入废液缸,更不能用开口容器(如烧杯)盛放有机溶剂,以防止易燃有机物的蒸气外逸,不可用火直接加热装有易燃有机溶剂的烧瓶。回流或蒸馏液体时应放沸石,以防止液体过热,暴沸而冲出,引起火灾。

⑦使用具有强腐蚀性的浓酸、浓碱、溴、洗液等时,应避免接触皮肤和溅在衣服上,更要注意保护眼睛。

⑧加热液体的操作要十分小心,不能俯视正在加热的液体,以免溅出的液体把眼、脸灼伤。加热试管中的液体时,不能将试管口对着自己或别人。当需要借助于嗅觉鉴别少量无毒气体时,绝不能用鼻子直接对准瓶口或试管口嗅闻气体,而应用手把少量气体轻轻地扇向鼻孔进行嗅闻。

⑨使用有毒试剂(如氟化物、氰化物、铅盐、镉盐、钡盐、六价铬盐、汞的化合物和砷的化合物等)时,不要接触皮肤或洒落在桌面上,严防进入口内或接触伤口,剩余药品或废液不得倒入下水道或废液桶内,应倒入相应回收瓶中统一处理。

⑩实验后的残渣、金属片、滤纸等不得倒入水槽,应倒入指定地点,最后由值日生统一处理。

⑪使用电器设备时,不要用湿手接触仪器,以防触电。用后拔下电源插头。

1.1.3 实验室意外事故的应急处理

①割伤:轻微的划伤,可在伤口处涂上红药水或贴上创可贴;若伤口内有异物,应先取出,洗净伤口,用酒精或3%的 H_2O_2 消毒,然后涂红药水、洒消炎粉并用绷带包扎;伤口过深、出血过多时,可用云南白药止血或用止血带,并立即送往医院救治。

②烫伤:切勿用水冲洗,更不要把烫起的水泡挑破,可在伤处涂敷 ZnO 、獾油或京万红烫伤药膏,也可在伤处(未破)用饱和 NaHCO_3 或10% KMnO_4 溶液等擦拭作为应急处理,再涂抹烫伤药膏。

③酸(或碱)伤:酸(或碱)液洒到皮肤上时,先用大量水冲洗,再用饱和碳酸氢钠、稀氨水(或2%乙酸溶液)冲洗,最后再用水冲洗,涂敷氧化锌软膏(或硼酸软膏)。若酸(或碱)溅入眼内,应立即用大量水冲洗,再用2% $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 溶液(或3%硼酸溶液)冲洗眼睛,然后用蒸馏水冲洗,随后可赴医院检查。

④溴腐伤:先用 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 或10% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液洗涤伤口,然后用水冲净,并涂敷甘油。

⑤当吸入刺激性或有毒气体时,应立即到室外呼吸新鲜空气。如果气体为溴蒸气、氯气、氯化氢等时,可立即吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气解毒,或者用碳酸氢钠溶液漱口。

⑥遇毒物误入口内时,立即将5~10 mL稀 CuSO_4 溶液加入一杯温开水内服,然后用手指伸入咽喉部促使呕吐,用清水漱口后,立即送医院治疗。

⑦不慎触电时,立即切断电源,必要时进行人工呼吸或送医院。

⑧汞容易挥发,它通过人的呼吸进入人体内,逐渐积累会引起慢性中毒。注意不要把汞洒落在桌上或地上。若不小心将金属汞散落在实验室里(如打碎温度计),必须及时尽可能收集起来,并用硫黄粉盖在洒落的地方,使汞转化成不易挥发的硫化汞,再设法扫净;或喷上用盐酸酸化过的高锰酸钾溶液(5:1 000,体积比),1~2 h后清除。