

宁夏大学「十五」教材建设丛书

陈育宁 主编



综合化学实验

胡奇林
陈小燕

主编

宁夏人民教育出版社



综合化学实验

胡奇林
陈小燕

主编

ZONGHEHUAXUESHIYAN

宁夏人民教育出版社



图书在版编目(CIP)数据

综合化学实验 / 胡奇林, 陈小燕主编. —银川: 宁夏人民教育出版社, 2007. 9
(宁夏大学“十一五”教材建设丛书 / 陈育宁主编)

ISBN 978-7-80596-989-3

I. 综… II. ①胡…②陈… III. 化学实验 - 高等学校 - 教材 IV. 06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 136169 号

综合化学实验

胡奇林 陈小燕 主编

责任编辑 杨立国 柳毅伟

装帧设计 郭红霞

责任印制 吴宁虎

印刷 宁夏施尔福印刷有限公司

宁夏人民教育出版社 出版发行

地址 银川市北京东路 139 号出版大厦 (750001)

网址 www.nxcbn.com

电子信箱 nxcbmail@126.com

邮购电话 0951-5044614

开本 787mm × 1092mm 1/16

印张 11.75

字数 200 千

印数 1200 册

版次 2008 年 3 月第 1 版

印次 2008 年 3 月第 1 次印刷

书号 ISBN 978-7-80596-989-3/G·936

定价 17.00 元

版权所有 翻印必究

序

陈育宁

教材建设是高等学校教学基本建设的重要组成部分,选用和编写高质量的教材,是高校不断提高教学水平、保障教学质量的基础。

为了落实教育部《关于进一步加强高等学校本科教学工作的若干意见》和宁夏大学“十一五”教学工作规划及教材建设的主要任务,更新课程体系,提高教学质量,以适应现代化建设和市场经济的需要,适应培养面向21世纪新型高素质人才的需要,启动宁夏大学“十一五”教材建设工程,编写、出版“宁夏大学‘十一五’教材建设”丛书,是必要和及时的。

这套丛书的编写和出版,必须坚持为我校的教育教学工作服务,要根据我校专业建设、课程建设、生源状况、教学水平及师资力量等实际情况,充分发挥我校学科优势和专业特长,努力使教材建设不断深化,整体水平不断提高;要逐步建立以国家规划教材的使用为重点,特色鲜明的自编教材为补充的学校教材建设与管理体制;要不断扩大教材种类,提高教材质量,探索教材建设与供应新途径,建立教材编写与选用新机制,开拓教材使用与管理新局面。

近年来,我校的教育教学工作随着学校规模的不断扩大和办学实力的增强,有了新的发展和提高。2005年,教育部与宁夏回族自治区政

府签署协议,共建宁夏大学,为我校加快发展提供了新的机遇。实现学校的发展目标,培养高素质的建设人才,主动服务于国家和地方经济社会发展,是我校面临的重要战略任务。而高层次、高质量的人才培养,必须要求有高水平、高质量的教材建设。为此,本科教育的学科、专业及课程设置,都要作相应的调整。“宁夏大学‘十一五’教材建设”丛书的编写和出版,要适应这一调整,紧紧把握中国高等教育改革与发展的脉搏,与时俱进,面向未来,服务社会;要结合21世纪社会、经济、科技、文化、教育发展的新特点,吸收新成果,解决新问题;要根据素质教育和学分制教学管理的需要,突出适用性和针对性;要在加强基础课、实验课教材编写与出版的同时,不断深化基础理论研究,拓宽教材知识面,努力实现整套教材科学性、系统性、开放性、前瞻性和实践性的有机结合,充分体现起点高、水平高,结构严密、体系科学,观点正确、应用性强的特点。

我们相信,在我校广大教师和科研骨干的努力下,在出版界同人的支持下,“宁夏大学‘十一五’教材建设”丛书的编写出版,必将提高质量,多出精品,形成特色;必将面向市场,走向社会,服务教学,为宣传宁夏大学,树立宁夏大学学术形象,推动宁夏大学本科教学水平不断提高发挥积极作用。

2005年8月于银川

宁夏大学“十一五”教材建设丛书

编 委 会

主 编 陈育宁

副主编 王燕昌 赵 明

委 员 (以姓氏笔画为序)

于有志 马春宝 王玉炯 王宏伟

石文典 田军仓 田振夫 刘 明

刘万毅 刘旭东 米文宝 李宁银

李建设 何凤隽 张秉民 张磬兰

周玉忠 俞世伟 郭 琳 樊静波

霍维洮

出 版 人 高 伟

选题策划 巴 岱 杨立国

选题统筹 马红薇 张燕宁

特约审读 导 夫

综合化学实验

Contents

目录

第一部分 化学实验基础知识

一、实验室注意事项	003
二、取用试剂应注意的事项	003
三、常用试剂的规格	004
四、试纸的使用	005
五、实验用纯水	005
六、实验室意外事故的处理	006
七、实验室“三废”处理措施	006

第二部分 初级综合化学实验

实验 2-1 日常生活中的化学	009
实验 2-2 双波长分光光度法同时测定药物中的维生素 C 和维生素 E	017
实验 2-3 环境友好产品——过氧化钙的合成及含量分析	019
实验 2-4 取代芳基席夫碱类化合物的室温研磨合成及 其表征	022
实验 2-5 池塘水样中化学需氧量(COD)的测定	024
实验 2-6 镇静催眠药巴比妥酸的制备	027
实验 2-7 加碘盐中 KIO_3 含量的测定(分光光度法)	029
实验 2-8 印刷电路板的制作	031
实验 2-9 化学趣味实验	034

第三部分 基础综合化学实验

实验 3-1	从肉桂皮中提取肉桂油及其主要成分的鉴定	041
实验 3-2	果品的总酸度及维生素 C 含量的测定	045
实验 3-3	微波合成磷酸锌及磷钼蓝法测定其磷含量	048
实验 3-4	无溶剂快速合成查耳酮及产物的表征	051
实验 3-5	薄层色谱分离菠菜叶绿素(微型实验)	052
实验 3-6	热致变色材料的合成与结构表征	055
实验 3-7	石灰石中 MgO 、 CaO 的简易测定	057
实验 3-8	用易拉罐为原料制备氢氧化铝	059
实验 3-9	无溶剂条件下肉桂醛不饱和酮的制备	061
实验 3-10	安息香及安息香醚的合成与表征	064

第四部分 中级综合化学实验

实验 4-1	三草酸合铁(III)酸钾的制备、组成测定及表征	069
实验 4-2	红辣椒中红色素的提取和分离	074
实验 4-3	乙酸正丁酯的制备及酯化率的测定	077
实验 4-4	甲基橙的合成及离解常数的测定	079
实验 4-5	微波条件下 $\text{SiO}_2/\text{K}_2\text{CO}_3$ 促进的无溶剂法制备肉桂腈	084
实验 4-6	碘盐的制备	086
实验 4-7	硫酸四氨合铜(II)的制备及络离子组成测定	088
实验 4-8	氧载体模拟化合物的制备、表征和载氧的作用	093
实验 4-9	新鲜蔬菜中 β -胡萝卜素的分离和含量测定	098

综合化学实验

实验 4-10	循环伏安法测定配合物的稳定性	102
实验 4-11	高压反应: α -氯萘水解制 α -萘酚	106
实验 4-12	植物叶绿体色素的提取、分离、表征及含量测定	108
实验 4-13	水热法制备纳米氧化铁材料	113

第五部分 研究性与设计性化学实验

实验 5-1	超分子主体化合物:杯[4]芳烃的合成、表征及应用	117
实验 5-2	分子筛的制备及其物性测定	120
实验 5-3	杯[4]芳烃对嘧啶的分子识别和分子开关	123
实验 5-4	液体结构的分子动力学模拟	126
实验 5-5	固体酸催化合成乙酸正丁酯的工艺技术	137
实验 5-6	从玉米黄浆中提取玉米黄色素及其蛋白质制备复合氨基酸	138
实验 5-7	煤基活性炭材料性质分析和评价	139
实验 5-8	池塘水质分析	140
实验 5-9	从双氰胺废渣合成过氧化钙	141

附 录

附录一	与化学有关的 INTERNET 网址	145
附录二	与实验有关的基本参数及数据	157
附录三	酸碱标准溶液的配制	166
附录四	常用实验仪器简介	168

参考文献	174
后记	179



第一部分

化学实验
基础知识

一、实验室注意事项

1. 遵守实验室各项制度,尊重教师的指导及实验室工作人员的职权和劳动。
2. 经常保持实验室的整洁和安静,注意桌面和仪器的整洁。
3. 保持水槽干净,切勿把固体物品投入水槽中,废纸和废屑应投入废纸箱内,废酸和废碱小心倒入废液缸内,切勿倒入水槽,以免腐蚀下水管。
4. 爱护仪器,节约试剂、水和电等。
5. 实验时,未经教师许可,不得擅自离开实验室。
6. 避免浓酸、浓碱等腐蚀性试剂溅在皮肤、衣服或鞋袜上。用 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等溶样时,操作应在通风橱中进行。通常应把浓酸加入水中,而不要把水加入浓酸中。
7. 汞盐、氰化物、 As_2O_3 、钡盐、重铬酸盐等试剂有毒,使用时要特别小心。氰化物与酸作用放出剧毒的 HCN ,严禁在酸性介质中加入氰化物。
8. 使用 CCl_4 、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有毒或易燃有机溶剂时要远离火源和热源,用过的试剂要倒入回收瓶中,不要倒入水槽中。
9. 试剂切勿入口。实验器皿切勿用作餐具。离开实验室时要仔细洗手,若曾使用过毒物,还应漱口。
10. 每个实验人员都必须知道实验室内电闸、水闸和煤气阀的位置,实验完毕离开实验室时,应把这些闸、阀关闭。

二、取用试剂应注意的事项

1. 取用试剂时应注意保持清洁。瓶塞不许任意放置,取用后应立即盖好并密封以防被其他物质沾污或变质。
2. 固体试剂应用洁净干燥的小勺取用。取用强碱性试剂后的小勺应立即洗净,以免腐蚀。
3. 用吸管吸取试剂溶液时,决不能用未经洗净的同一吸管插入不同的试剂瓶中取用。



4. 所有盛装试剂的瓶上应贴有明显的标签,写明试剂的名称、规格。绝对不能在试剂瓶中装入不是标签所写的试剂,因为这样往往会造成差错。没有标签标明名称和规格的试剂,在未查明前不能随便使用。书写标签最好用绘图墨汁,以免日久褪色。

5. 在分析工作中,试剂的浓度及用量应按要求适当使用,过浓或过多,不仅造成浪费,而且还可能产生副反应,甚至得不到正确的结果。

三、常用试剂的规格

化学试剂的规格是以其中所含杂质多少来划分的,一般可分为四个等级,其规格和适用范围见表 1-1。

表 1-1 试剂规格和适用范围

名称	英文名称	符号	适用范围	标签标志
优级纯 (保证试剂)	Guaranteed reagent	GR	纯度很高,适用于精密分析工作和科学研究工作	绿色
分析纯 (分析试剂)	Analytical reagent	AR	纯度仅次于一级品,用于多数分析和科学研究工作	红色
化学纯	Chemically pure	CP	纯度较二级差些,适用于一般分析工作	蓝色
实验试剂 (医用)	Laboratorial reagent	LR	纯度较低,适用做实验辅助剂	棕色或其他颜色
生物试剂	Biological reagent	BR 或 CR	—	黄色或其他颜色

此外,还有光谱纯试剂、基准试剂、色谱纯试剂等。

光谱纯试剂(符号 SP)的杂质含量用光谱分析法已测不出或者杂质的含量低于某一限度,这种试剂主要用来作为光谱分析中的标准物质。

基准试剂的纯度相当于或高于保证试剂。基准试剂用做容量分析中的基准物是非常方便的,也可用于直接配制标准溶液。

在分析工作中,选择试剂的纯度除了要与所用方法相当外,其他如实验用水、操作器皿也要与之相适应。若试剂都选用 GR 级的,则不宜使用普通的蒸馏水或去离子水,而应使用经两次蒸馏制得的二重蒸馏水。所用的器皿的质地要求较高,使用过程中不应有物质溶解到溶液中,以免影响测定的准确度。



四、试纸的使用

在实验室经常使用某些试纸来定性检验一些溶液的性质或某些物质的存在,此法操作简单,使用方便。试纸种类颇多,常用的有石蕊试纸、pH 试纸、淀粉-碘化钾试纸及醋酸铅试纸。

1. 石蕊试纸的使用:石蕊试纸用于试验溶液的酸碱性。试验前先将石蕊纸剪成纸条,放在干燥洁净的表面皿上,再用玻璃棒蘸取要试验的溶液,滴在试纸上,然后观察石蕊试纸的颜色。切不可将试纸投入溶液中试验。

2. pH 试纸的使用:pH试纸用于检验溶液的pH值,使用方法与石蕊试纸相同,但最后需将pH试纸所显示的颜色与比色板比较,才可知道溶液的pH值。

3. 淀粉-碘化钾试纸的制取及使用:它主要用以定性地检验氧化性气体(Cl_2 , Br_2 等)。在一张滤纸条上,滴加 1 滴淀粉溶液和 1 滴碘化钾溶液即成淀粉-碘化钾试纸,然后将试纸粘在玻璃棒一端悬放在管口的上方(若逸出的气体较少,可将试纸伸进试管,但注意,切勿使试纸接触溶液或试管壁)。

4. 醋酸铅试纸的制取及使用:醋酸铅试纸用以检验反应中是否有 H_2S 气体产生。在滤纸条上,滴加 1 滴醋酸铅溶液即成醋酸铅试纸,使用方法同淀粉-碘化钾试纸。

五、实验用纯水

纯水是分析化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤剂。根据分析的任务和要求的不同。对水的纯度要求也有所不同。一般的分析工作,采用蒸馏水或去离子水即可;超纯物质的分析,则需纯度较高的“超纯水”。在一般的分析实验中,离子选择电极法、络合滴定法和银量法用水的纯度较高。

纯水常用以下三种方法制备:

1. 蒸馏法:蒸馏法能除去水中的非挥发性杂质,但不能除去易溶于水的气体。同量蒸馏而得的纯水,由于蒸馏器由玻璃、铜和石英等材料制成因而含有微量杂质。

2. 离子交换法:这是应用离子交换树脂来分离出水中的杂质离子的方法。因此用此法制得的水通常称为“去离子水”。此法的优点是容易制得大量的水(因而成本低),而且纯度较高。

3. 电渗析法:这是在离子交换技术基础上发展起来的一种方法。它是在外电场



的作用下,利用阴、阳离子交换树脂对溶液中离子的选择性透过而将杂质离子自水中分离出来的方法。

纯水并不是绝对不含杂质,只不过其杂质的含量极度微少而已。随制备方法和使用仪器的材料不同,其杂质的种类不同。如用玻璃蒸馏器制得的纯水含有较多的(相对而言) Na^+ 、 SiO_3^{2-} 等离子;用铜蒸馏器制得的则含有较多的 Cu^{2+} 离子等;用离子交换法或电渗析法制备的水则含有微生物和某些有机物等。

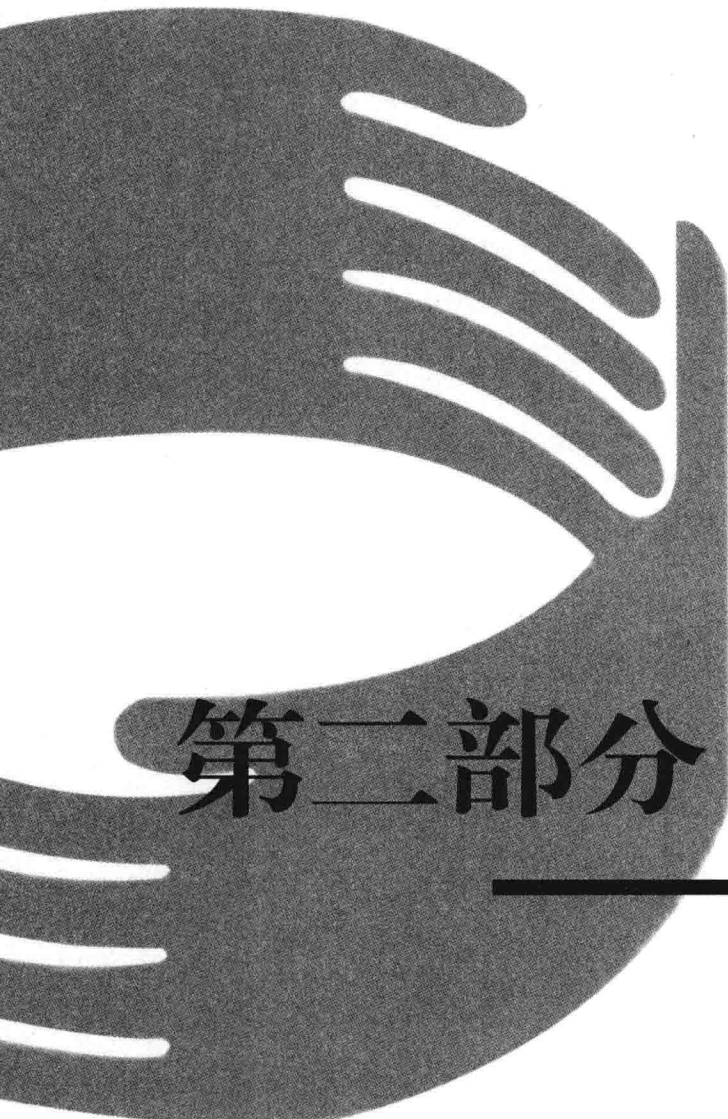
六、实验室意外事故的处理

1. 被玻璃割伤,伤口内若有玻璃碎片,需先挑出碎片,然后涂上红药水并包扎好。
2. 若遇有烫伤,可用高锰酸钾或苦味酸溶液揩洗灼伤处,再抹上烫伤油膏。
3. 若在眼睛或皮肤上溅有强酸或强碱,应立即用大量水冲洗,然后相应地用5%碳酸氢钠溶液或3%硼酸溶液清洗,最后再用水冲洗。
4. 若吸入 Cl_2 或 HCl 气体时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气进行解毒;吸入 H_2S 气体而感到不适或头晕时,应立即到室外呼吸新鲜空气。
5. 遇有触电事故,首先应立即切断电源,必要时进行人工呼吸。
6. 如遇起火,要立即灭火,首先移走易燃药品、切断电源,再根据着火情况选择用湿布或沙土灭火。或用二氧化碳或四氯化碳灭火。

七、实验室“三废”处理措施

为防止环境污染,保障教学、科研实验的顺利进行。实验过程中所产生的废气、废渣、废液大多数是有害的,必须经过处理才能排放。根据国家有关规定,结合实际情况,特制定如下“三废”处理措施:

1. 废气:产生少量有毒气体的实验应在通风橱内进行。通过排风设备将少量毒气排到室外;产生大量有毒气体的实验必须具备吸收或处理装置。
2. 废渣:实验中的少量有毒的废渣不能倒入垃圾桶,要集中采用焚烧及深埋法处理。
3. 废液:实验中产生的废液不能直接倾入下水道,废酸、废碱用中和法处理,有机溶剂提取液如丙酮、石油醚、氯仿等必须集中后统一回收再利用。



第二部分

初 级 综 合
化 学 实 验
