



“十一五”浙江省重点教材建设项目

普通高等院校化学化工类系列教材

令狐文生 李纯清 鲁越青 等 编

化学综合强化实验

Comprehensive Reinforced
Experiments in Chemistry

清华大学出版社



“十一五”浙江省重点教材建设项目

普通高等院校化学化工类系列教材

令狐文生 李纯清 鲁越青 等 编

化学综合强化实验

Comprehensive Reinforced
Experiments in Chemistry

清华大学出版社

北京

版权所有,侵权必究。侵权举报电话:010-62782989 13701121933

图书在版编目(CIP)数据

化学综合强化实验/令狐文生等编. --北京:清华大学出版社,2011.6
(普通高等院校化学化工类系列教材)

ISBN 978-7-302-25898-8

I. ①化… II. ①令… 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(2011)第116172号

责任编辑:冯 昕

责任校对:赵丽敏

责任印制:李红英

出版发行:清华大学出版社

地 址:北京清华大学学研大厦A座

<http://www.tup.com.cn>

邮 编:100084

社 总 机:010-62770175

邮 购:010-62786544

投稿与读者服务:010-62776969, c-service@tup.tsinghua.edu.cn

质 量 反 馈:010-62772015, zhiliang@tup.tsinghua.edu.cn

印 装 者:北京国马印刷厂

经 销:全国新华书店

开 本:185×260

印 张:8.25

字 数:200千字

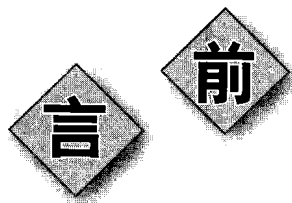
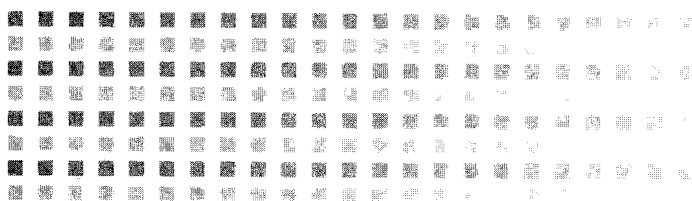
版 次:2011年6月第1版

印 次:2011年6月第1次印刷

印 数:1~2500

定 价:22.00元

产品编号:042038-01



根据绍兴文理学院主要培养应用型人才的办学定位和绍兴以化工、医药作为地方性支柱产业的特色,化学化工学院在学校的支持下开展了“3+1”模式应用型人才培养的尝试。其目的在于进一步深化教学改革,强化学生的动手能力,将理论学习与实践活动紧密结合。但是目前学院还没有一本结合本院教师科研工作,联系当地产业发展,专门针对强化学生化学综合实践能力的配套教材。鉴于这一实际情况,我们发动广大教师和合作企业兼职教师结合自己的科研和工作实际,编写了这本大学生化学综合强化实验,以满足强化实践教学的需要。

本教材共列出 22 个实验,实验内容主要来源于学校广大教师的科研项目和校企合作过程中遇到的一些实际生产问题,包含了无机、有机、物化、仪器分析、化工原理、材料等方面的综合知识,具有一定的广泛性、研究性、探索性和启发性。

本教材由令狐文生、李纯清、鲁越青、李建法、陶菲菲、陈斌、董坚、沈永森、许映杰、方萍、许秋梅、沈润溥、曾敏峰、刘伟、姚献东、黄俊杰、王林霞等老师经多次讨论认真修改后定稿。

本教材受到 2010 年度浙江省高校自选主题重点教材建设项目和绍兴文理学院应用型本科教材出版基金资助,特此感谢。

由于编者水平有限和时间紧张,尽管编写过程中尽可能细心谨慎,各种疏漏和谬误仍然难免,真诚希望有关专家和读者批评指正,以便下一步修订时完善。

编者

2011 年 2 月



录

目

导言	1
----------	---

第1部分 综合型强化实验

实验1 镍镉可充放电池的制备和测试	5
实验2 改性硅藻土的制备及其吸附处理染料废水研究	9
实验3 室温离子液体[bmim]PF ₆ 的合成以及结构表征	13
实验4 中空纤维超滤膜分离实验	17
实验5 蔬菜、水果中多种农药残留的测定	22
实验6 中氮茚类衍生物的合成	24
实验7 ICP-AES测定水样中的微量Cu和Fe	28
实验8 TiO ₂ 的制备及其光催化氧化处理染料废水研究	31
实验9 六磺酸基液体荧光增白剂的制备与性能研究	35
实验10 环氧树脂纳米复合材料的制备和性能研究	39
实验11 吡啶-N-氧化物的制备	44
实验12 可降解聚苹果酸的制备与性能	47
实验13 珍珠及珍珠粉的扫描电镜形貌观察	51
实验14 反相高效液相色谱法快速测定葡萄酒中有机酸的含量	53

第2部分 设计型创新实验

实验15 Ni(OH) ₂ 纳米材料的制备和表征	59
实验16 茶叶的NMR指纹图谱研究	62
实验17 污泥焚烧过程中重金属的迁移规律研究	64
实验18 天然高分子凝胶的制备及其对除草剂的控制释放	68
实验19 Co@NaY分子筛的制备及其催化费托合成馏分油	71
实验20 废塑料催化热解制油研究	74
实验21 分散染料的合成和后处理	76
实验22 DL-扁桃酸(苦杏仁酸)的合成——卡宾法	79

第3部分 化学类主要大型仪器简介

仪器 1	傅里叶变换红外光谱仪	85
仪器 2	气相色谱仪	88
仪器 3	气质联用仪	91
仪器 4	高效液相色谱仪	94
仪器 5	电感耦合等离子体发射光谱仪	96
仪器 6	核磁共振波谱仪	99
仪器 7	总有机碳测定仪	102
仪器 8	差示扫描量热仪	104
仪器 9	原子吸收分光光度计	106
仪器 10	紫外可见光谱仪	109
仪器 11	X 射线衍射仪	112
仪器 12	扫描式电子显微镜(SEM)	115
仪器 13	透射式电子显微镜(TEM)	118

附 录

附录 A	绍兴文理学院化学类主要大型仪器一览表	123
附录 B	实验室管理制度	124
附录 C	化学文献检索主要数据库	125

导 言

一、化学实验的重要意义

化学是一门中心科学。化学学科发展迅速,为相关学科的发展提供了基础。据估计,在21世纪,化学化工产品在国际市场上将成为仅次于电子产品的第二大类产品。化学离不开实验,化学实验是化学学科与现代生产力发展的基本支点。

实验教学是培养学生创新能力、提高学生分析解决问题能力的重要手段之一,也是增强学生就业竞争力的有力措施之一。化学实验是在现代化学科学研究中,认识主体直接获得感性经验和事实材料的根本途径和重要手段,是检验和发展假说的实践基础,是最重要的一种教学形式,是学生将理论学习与实践结合最为有效的途径。

有一句格言很恰当地表达了化学实验的重要性:“我听见因而我忘记,我看见因而我记得,我亲手做因而我理解。”由于化学是一门实践性非常强的学科,化学专业学生动手能力的培养一直以来都是化学化工学院教学工作的重点之一。

二、实验教学体系与内容

根据应用型人才培养的目标和定位,需要建立以实践和创新能力培养为主线,分层次、多元化的实验教学体系。坚持传授知识、培养能力和提高素质协调发展,着力培养学生的实践能力和创新能力。在课程设置上实现实验教学的相对独立,在教学内容安排和进度上实现与理论教学的有机结合。同时,密切实验教学与科研和生产实践的结合,形成良性互动,实现基本技能培养、综合应用和初步科研能力培养、生产实践和创新能力培养的有机衔接。

化学类专业实验教学体系共分为四个层次,整体框架如下:

第一层次,基础化学实验:采用课程教学形式,传授基础化学知识,培养基本实验技能和科学素养。该层次涵盖原来“四大化学”体系中的无机化学、分析化学、有机化学等课程的基础实验操作和基本技能训练。包括:化学实验常识、基本仪器设备的使用、常见元素和化合物的性质、常用化学分析技术、基本物理量及参数测定、基本有机和无机制备实验等。这一层次重在基本操作技能和规范化的训练,学习实验方法和技术,培养严谨求实的科学素养,巩固和加深对相关理论课程知识的理解。

第二层次,中级化学实验:采用课程教学形式,深化相关化学知识,培养综合应用和实践能力,鼓励创新思维。该层次主要包括物理化学、仪器分析、化学工程基础等课程的实验操作和技能训练。包括:实验仪器设备的构造、原理与使用,重要物理和化学过程的变化规律和检测控制方法,基础化学工业过程的模拟和控制。该层次强调理论知识和实验现象的结合,通过分析探讨实验过程中的变化,巩固所学知识,注重综合应用、独立分析解决问题能

力的培养,鼓励学生的创新思维。实验项目设置以综合性项目为主,并结合专业方向开设设计性、研究性实验。

第三层次,专业实验:采用课程教学形式,传授专业知识,培养初步的科研能力和创新能力。专业实验以研究性实验为主,采用“自主、合作、探究”的新型实验教学模式,以问题为导向,以任务为驱动,学生独立完成查阅文献、方案制定、结果分析等过程,写出研究报告,重点培养学生的主动意识和创新能力。

第四层次,能力拓展实验:面向化学、应用化学、药学等专业不同层次学生的发展需要,进行合理分流,采用多种形式相结合,强化学生的生产实践和创新能力。

三、进行化学实验的基本方法

化学实验教学有两种模式:第一种是在一定的时间内完成所规定的实验内容;第二种是时间和内容在一定范围内可以由学生自由选择。后者往往以设计实验的形式进行。学生必须在老师的指导下,自行查阅资料,选择实验内容,制定实验方案,向实验室提交所需要的仪器、设备和化学试剂清单,并向指导老师报告实验的意义、目的以及创新点。设计实验除了在规定的实验时间内进行外,还可以在开放实验室进行。设计实验必须要有结果,并且在班级中进行报告和交流。要达到上述目的,不仅要有正确的学习态度,还需要有正确的学习方法。

本教材的教学内容主要针对第二种教学模式,目的在于通过本教材的学习,使学生在综合应用前面基础实验课程知识的基础上,进一步提高创新实践能力,为应用型人才的培养奠定基础。

第

1部分

综合型强化实验

化学综合强化实验

镍镉可充放电池的制备和测试

前言

镍镉电池具有良好的大电流放电特性、耐过充放电能力强、维护简单等特点,在日常生活中有广泛应用,如矿灯电源及数码相机电源等。本实验通过制作正负极,并测试其充放电性能,了解镍镉电池的制备工艺,将所学电化学方面的理论知识用到分析镍镉电池的电化学性能上来。

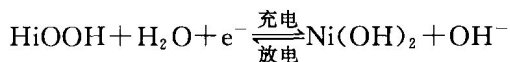
一、实验目的

1. 设计可充放的模拟电池。
2. 学会模拟电池的充放电技术。
3. 得到 $\text{Ni}(\text{OH})_2$ 材料的充放电容量。

二、原理

电池主要由正极和负极两部分组成。电池正极部分由易发生还原反应的物质(称为正极活性物)和起导电作用的基体(称为正极集流体)组成,负极部分由易发生氧化反应的物质(称为负极活性物)和起导电作用的基体(称为负极集流体)组成,电池的正极和负极放入同一电解质中即可组装成一个模拟电池。若电池在充电的情况下可发生放电时的逆反应,则该电池为可充电池;否则为不可充电池,又称为一次性电池。市场上销售的锌锰电池和纽扣电池通常是一次性电池,而镍镉电池、金属氢化物镍电池、锂离子电池和铅酸电池均是可充电池。本实验主要设计以镍为正极的镍镉可充电池。

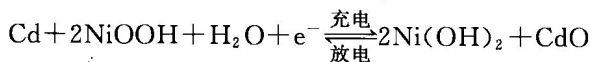
以镍为正极的可充电池主要有镍镉(Ni-Cd)电池和镍氢(Ni-MH)电池。两者所使用的正极活性物质均为活性 $\text{Ni}(\text{OH})_2$,其充、放电反应为:



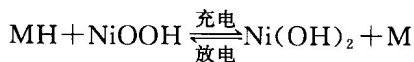
常用的镍电极为烧结镍电极。近几年研制成功的粘结式泡沫镍、纤维镍电极,是用泡沫镍或纤维镍作为基体,将活性物质 $\text{Ni}(\text{OH})_2$ 与导电材料、粘结剂以一定比例混合呈糊状,涂于基体,干燥,以一定压力压制而成的。

镍镉电池中的负极活性物质为固体CdO。负极制作工艺与正极类似,活性物质与导电

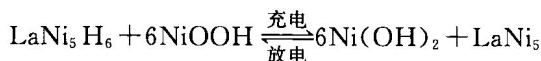
材料、粘结剂以一定比例混合呈糊状,涂于基体,干燥,以一定压力压制而成。镍镉电池的电化学工作原理为:



电池中的负极活性物质是 LaNi_5 系、 Ti-Ni 系等储氢材料,其制作工艺与正极相似。镍氢电池的电化学工作原理为:



式中, M 代表储氢合金。当使用 LaNi_5 系作为负极材料时,其电池反应为:



其特点是:充放电时电解液的浓度不发生变化;电池的电压几乎与镍镉电池一样;电池容易密封;能经受强过充电和过放电;快速充放电特性好。由于负极的活性物质为氢,能以相当高的密度充填于储氢合金中,并且电极上的吸氢反应能够平稳地进行,因此电池的能量密度可达到镍镉电池的 2 倍左右。

所谓电池的容量,就是把处于完全充电状态的电池,放电到所规定的放电终止电压(对镍氢电池为 1.0 V)时能够取出的电量。其表示方法有总电量和总电能两种,前者称为安时容量($\text{A} \cdot \text{h}$),后者称为瓦时容量($\text{W} \cdot \text{h}$)。一般情况下使用安时容量。决定电池容量的因素有:活性物质的量,温度,极板厚度,极板孔率,放电速率等。碱性(介质为碱)蓄电池常用“小时率”和“倍率”两种方式表示放电速率。小时率是以时间(h)表示的放电速率,它对应的放电电流 $I_{\text{放}}$ 在数值上为电池的额定容量 C 除以小时率 H 所得的商,即

$$I_{\text{放}} = \frac{C}{H}$$

式中, $I_{\text{放}}$ 为放电电流(A 或 mA); C 为电池额定容量($\text{A} \cdot \text{h}$ 或 $\text{mA} \cdot \text{h}$); H 为小时率(h)。例如,一个额定容量为 $10 \text{ A} \cdot \text{h}$ 的电池,若以 5 h 率放电,即为 2 A 电流放电。倍率是以额定容量的倍数来表示的放电速率,它对应的放电电流在数值上为额定容量的倍数。例如,额定容量为 $10 \text{ A} \cdot \text{h}$ 的电池,若以 5 倍率放电,则放电电流为 50 A。显然,小时率和倍率在数值上互为倒数,两种表示方式可随意使用。但习惯上,小时率常用于放电电流小于 1 倍率时,而倍率则常用于放电电流大于 1 小时率时,镍镉和镍氢电池的充、放电曲线如图 S1-1 所示。

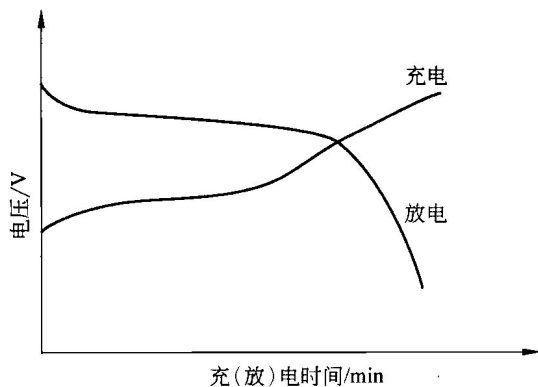


图 S1-1 Ni-MH 电池充放电曲线

三、主要仪器和试剂

主要仪器：压片机，恒电流自动充放电仪（配置计算机），电子天平。

主要试剂： $\text{Ni}(\text{OH})_2$ 粉，导电碳，聚四氟乙烯乳液，泡沫镍网， CdO 粉， 6 mol/L KOH 。

四、实验步骤

1. 正极片的制作：准确称取一定量（ 600 mg 左右，不能太多）的 $\text{Ni}(\text{OH})_2$ 粉和一定量的导电物质（石墨粉，为 $\text{Ni}(\text{OH})_2$ 粉的 $1/3$ ）。将两种物质混合均匀，滴入 6 滴粘合剂（聚四氟乙烯乳液或羧甲基纤维素水溶液等），称重，加入少许蒸馏水，调匀呈糊状物。取一块约 $2\text{ cm} \times 7\text{ cm}$ 的泡沫镍网，称重，然后将活性糊状物均匀涂布于泡沫镍网一端的两边，烘干，然后在压片机上以一定压力压制。再称泡沫镍质量，计算泡沫镍上活性 $\text{M}(\text{OH})_2$ 的量（因为制作过程有损失）。

2. 负极片的制作：与正极片的制作工艺相似。本实验要测定正极的比容量，故负极的容量应比正极过剩，选择负极活性物质的量（可用 CdO 或 MH ）比正极的多 $1/4$ 左右较适宜。

3. 电解液的配置：通常用 6 mol/L KOH 50 mL 左右（以浸没电极上的所有活性物质为宜）。使用完后保留，不要倒掉。

4. 组装成模拟电池：正极和负极用隔膜（多孔性绝缘物质，如无纺布等）隔开放入电解液中，接上导线即可。

5. 电池恒流充放电测试仪的使用：把模拟电池的正、负极导线接到电池恒流充放电测试仪的正、负极上并固定好。开始时，设置电池的充电电流均为 100 mA ，并充电 30 min ，然后让电池放电，放电电流为 100 mA ，放电至电压降至 1 V 时停止，记录充放电过程。

五、数据记录和处理

实验时要记录称重结果和充放电过程的电流及电压与时间的关系。画出充、放电的电压-时间曲线，最后算出电极比容量和活性物质的利用率。

六、注意事项

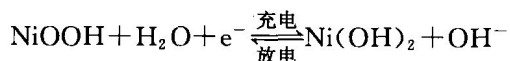
1. 充电过程的电压通常为 $1.5 \sim 1.8\text{ V}$ 。若电压出现少许下降，可认为正常。

2. 制作的电极性能较差时，可使充电电压一开始就超过 1.8 V 甚至更高，这时建议把充放电电流降低一半，即 $\text{Ni}(\text{OH})_2$ 活性物质的充放电电流为 50 mA ，充电时间不变。若放电不到 1 min ，亦可降低放电电流后重新放电，以保证能画出充、放电曲线。

七、讨论

1. 活性物质的理论放电比容量，即放电时 1 g 活性物质发生氧化或还原反应所产生的

最大电量,可用法拉第定律计算。例如,在镍镉或镍氢电池中, $\text{Ni}(\text{OH})_2$ 充放电反应



为单电子反应,因此,

$$1 \text{ g Ni}(\text{OH})_2 \text{ 能放出的电量} = 1 \times 96\,500 \text{ C} \times 1/92.69 = 1041 \text{ C} = 289.2 \text{ mA} \cdot \text{h}$$

(注意: $1 \text{ mA} \cdot \text{h} = 10^{-3} \text{ A} \times 3600 \text{ s} = 3.6 \text{ C}$, $\text{Ni}(\text{OH})_2$ 的摩尔质量为 92.69 g/mol 。)

根据上述方法,请计算 CdO 和 LaNi_5 的理论放电比容量。实验测得的放电比容量与理论值的比值称为活性物质利用率。请计算出活性物质利用率,并说明活性物质利用率小于 100% 的可能原因。按照实验的条件,充电时是否充到了 $\text{Ni}(\text{OH})_2$ 电极的理论比容量?

2. 如何测定单个电极(例如正极或负极)的放电容量?

主要参考文献

- [1] 华南理工大学物理化学实验室. 物理化学实验[M]. 广州: 华南理工大学出版社, 2003.
- [2] 李求忠, 陈燕君. 镍氢与镍镉电池的性能及其影响因素[J]. 宁德师专学报: 自然科学版, 2010, 22(2): 131-136.

(黄健生)

改性硅藻土的制备及其吸附处理染料废水研究

前言

纺织印染废水的污染物主要是原料本身的夹带物,以及加工过程中所用的浆料、油剂、染料、化学助剂等,具有水量大、色度高、组分复杂、难以降解等特点,其处理技术一直受到国内外研究者的广泛关注。早在 1915 年,就有人利用硅藻土的吸附性能将硅藻土作为水处理剂用于小型水处理装置,近年来也有不少关于硅藻土用于废水处理的报道。但是,多年来对硅藻土的研究基本上都集中在吸附性能的改善上,即通过对硅藻土进行改性而增加其吸附能力,但是对于硅藻土吸附处理废水后废渣的处理和回收利用研究不多,硅藻土往往一次利用后就废弃。硅藻土由于比表面积有限,即使经过改性吸附容量也较低,同时硅藻土虽然价廉,但是属于不可再生资源,一次使用后就废弃,一则浪费资源,二则成本也较高,不符合可持续发展的社会需要。

本实验把硅藻土的吸附作用和金属的催化作用有机地结合起来,采用等体积浸渍法制备担载型的金属(Cu、Fe)/硅藻土吸附剂,以对苯二甲酸作为模型化合物,对金属/硅藻土的吸附、催化氧化性能进行研究,尤其是对金属/硅藻土的循环使用行为进行研究,希望为开发能够循环使用的金属/硅藻土催化吸附剂提供一定的理论和实验基础。

一、实验目的

1. 掌握等体积浸渍法制备改性金属/硅藻土吸附剂的基本原理和方法。
2. 了解紫外-可见分光光度计、ICP 以及 X 射线粉末衍射仪的基本原理和操作方法。
3. 掌握改性金属/硅藻土吸附对苯二甲酸等不同有机污染物的试验方法。
4. 锻炼设计实验方案、开展科学研究的能力。

二、主要仪器和试剂

主要仪器: 79-1 磁力加热搅拌器,台式离心机,超声波清洗器,分析电子天平,鼓风电热恒温干燥箱,箱式电阻炉,紫外灯,玻璃转子流量计,X 射线多晶衍射仪,紫外-可见分光光度计,ICP。

主要试剂：对苯二甲酸，硝酸铁，硝酸铜，氢氧化钠（均为分析纯），硅藻土（为原土）。

三、实验步骤

1. 金属/硅藻土催化吸附剂的制备和表征

本实验所用载体为预处理过的硅藻土原土。硅藻土原土预处理过程如下：首先将硅藻土原土研磨过筛，取粒径在 20~40 目（注：目是孔径的单位，表示一平方英寸上打孔的数量）的硅藻土颗粒，在 800℃ 焙烧 1 h，以除去其中易挥发和易分解的物质，然后用蒸馏水洗涤，烘干后作为载体备用。

催化剂制备采用等体积浸渍法。将一定浓度的硝酸铁或硝酸铜溶液加入一定量的硅藻土中，快速搅拌均匀后室温下静置 2 h，空气气氛 80℃ 下干燥 10 h，最后在 200℃ 条件下焙烧 2 h。担载金属后的改性硅藻土以 $x\% \text{Fe}$ （或 Cu ）硅藻土表示，其中 $x\%$ 表示以 Fe （或 Cu ）为基准计量的改性硅藻土中的金属质量百分含量。

通过 ICP 法测定改性硅藻土的金属含量，通过 X 射线衍射（XRD）分析方法测定担载在硅藻土上的金属组分的存在形式。

2. 吸附-催化氧化实验

将适量的对苯二甲酸溶解于 0.02 mol/L 的 NaOH 溶液中，配置成模拟的废水备用。称取 1.0 g $x\% \text{Fe}$ （或 Cu ）/硅藻土催化吸附剂，置于 250 mL 锥形瓶中，然后加入 100 mL 一定浓度的对苯二甲酸水溶液，室温下静置，每隔一定时间取样分析，直到对苯二甲酸浓度基本保持不变，达到吸附平衡。然后将吸附后的溶液滤去，回收 $x\%$ 金属/硅藻土。将 $x\%$ 金属/硅藻土在一定温度、空气气氛下再生 1 h，使吸附的对苯二甲酸被催化氧化分解。 $x\%$ 金属/硅藻土同时得到再生，继续循环使用。

3. 分析方法

本实验采用紫外分光光度法测定对苯二甲酸的浓度，对苯二甲酸溶液的紫外吸收光谱如图 S2-1 所示。对苯二甲酸在 200 nm、241 nm 处各有一个吸收峰，因在 200 nm 处的吸收峰存在肩峰干扰，故选择 241 nm 处的吸收峰进行定量分析。

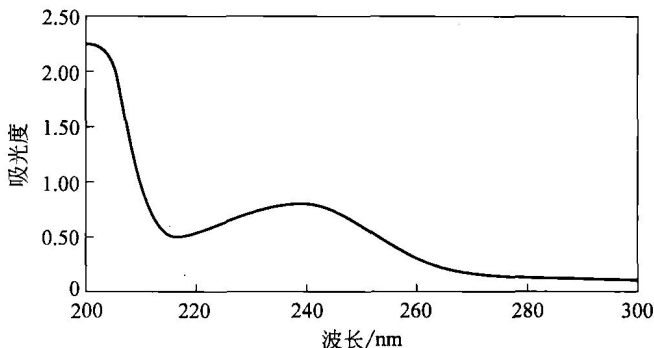


图 S2-1 对苯二甲酸的紫外吸收光谱图

金属/硅藻土对溶质的吸附能力以吸附量衡量，吸附量定义为单位质量硅藻土（1 g）吸

附的对苯二甲酸的质量(mg),单位为 mg/g。

四、数据处理

1. 根据金属/硅藻土的 XRD 图谱,分析样品中金属组分的存在形式。
2. 根据对苯二甲酸紫外-可见光谱的吸光度,建立对苯二甲酸吸光度与浓度的标准曲线。
3. 以时间为横坐标,金属/硅藻土吸附量为纵坐标作图,分析金属/硅藻土制备条件、金属种类、含量、吸附时间、循环使用、再生条件等对金属/硅藻土吸附量的影响,数据分别记入表 S2-1~表 S2-3。

表 S2-1 不同担载量的 Cu/硅藻土和 Fe/硅藻土的吸附量

担载金属量	0	2%	5%	8%	10%
Fe/硅藻土/(mg/g)					
Cu/硅藻土/(mg/g)					

表 S2-2 不同硅藻土循环使用情况对比

使用次数	再生温度/℃	空白硅藻土/(mg/g)	Fe/硅藻土/(mg/g)	Cu/硅藻土/(mg/g)
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				

表 S2-3 金属/硅藻土吸附剂循环使用过程中的金属(Cu 或 Fe)含量的变化(ICP 法测定)

担载金属的种类	%	
	Cu	Fe
空白硅藻土金属含量		
担载 5%金属后硅藻土吸附催化剂的金属含量		
一次使用后硅藻土吸附催化剂的金属含量		
九次使用后硅藻土吸附催化剂的金属含量		