

山东省教育厅“九五”立项教材

DA XUE  
JI CHU HUA XUE  
SHI YAN

---

# 大学基础化学实验

---

邱光正 张天秀 刘耘 主编

山东大学出版社

山东省教育厅“九五”立项教材

# 大学基础化学实验

邱光正 张天秀 刘 耘 主编

江苏工业学院图书馆  
藏书章

山东大学出版社

## 图书在版编目 (CIP) 数据

大学基础化学实验/邱光正,张天秀,刘耘主编. — 济南:山东大学出版社,2000.11

ISBN 7-5607-2196-6

I. 大...

Ⅱ. ①邱...②张...③刘...

Ⅲ. 化学实验-高等学校-教材

Ⅳ. O6-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2000)第 56116 号

山东大学出版社出版发行

(山东省济南市山大南路 27 号 邮政编码:250100)

山东省新华书店经销

山东滨州新华印刷厂印刷

787×1092 毫米 1/16 26.5 印张 606 千字

2000 年 11 月第 1 版 2000 年 11 月第 1 次印刷

印数:1—3600 册

定价:38.50 元

**版权所有,盗印必究!**

凡购本书,如有缺页、倒页、脱页,由本社发行部负责调换

# 前 言

如何通过实验课来培养学生的实践能力和创新精神,这是当前人才培养模式改革的重点,也是国家教育部和山东省教育厅“面向 21 世纪教学内容与教学体制改革”中的一个重要课题,本书的编写就是围绕着这一主题进行了一些初步的探索。

在我校以往的基础化学实验教学模式中,存在着几个突出的问题。一是将课时较少的实验课又分割成无机、有机、分析、物化 4 门单开的实验,部分实验内容陈旧、重复,没有条件开设综合设计性实验,也给独立设课、单独考核带来了困难,使实验课长期处于相关理论课的从属地位。二是实验内容是以孤立地介绍验证性实验为主,缺少综合性、设计性实验。三是对实验的基本原理、基本方法、基本操作技术缺少系统全面的论述。用这种教学模式塑造出来的学生,综合能力不足,创新精神不强。

针对以上问题,本书在编写中作了以下几方面的改进。首先,将原来单设的 4 门实验整合为一门大实验课,模糊了无机、有机、分析、物化 4 门实验的界限。这样既有利于按照“强化综合性,淡化验证性”的原则重新选择和组合实验内容,更便于独立设课、独立考核,也能更有效地强化各个实验教学环节,强化实验课的地位。其次,本书的基本结构由三部分构成:第一篇实验原理及方法是将基础化学实验涉及的一般性原理和常用的基本实验技术加以集中概括,使之不再隶属于某些单个实验,而是作为实验通法自成一体,独立成篇。在组织教学中,这部分内容既可以有选择地集中讲解,也可以穿插在各实验中分散应用,还可以让学生自行查阅。这样做不仅使实验理论更显系统和完整,而且有助于学生在掌握一般规律的基础上综合运用。基本实验是根据我校的专业特点,精选了基础化学的经典实验,编排的原则是:删除重复内容,减少验证性实验,增加新实验,并增添了计算机辅助教学的内容。其排列顺序是由简单到复杂,并兼顾与相关理论课的同步。第三篇综合设计性实验,是让学生在完成基本实验的基础上集中一段时间(如 1 周)选做 1~2 个实验。在编写时,教材中只对这部分实验的目的、原理和方法给予提示性的指导。要求学生以此为线索,通过查阅资料,综合运用所学知识设计实验方案,自选仪器设备,自配试剂,独立完成,并以小论文的形式写出实验报告。期望以此诱导学生的发散性思维,唤起他们的创新意识,为学生尽早走上探索之路奠定基础。

本书的编写和出版,得到山东省教育厅和山东轻工学院领导的关心和大力支持,并得到了校内外专家的多方面指导和帮助,在此谨向他们表示衷心的感谢。目前,教学改革正在不断深入,本书的编写只是走出了探索性的一步。由于编者水平所限,本书肯定存在一些问题,恳请专家和读者不吝指正。

编 者  
2000 年 9 月

# 目 录

大学基础化学实验的学习方法.....	(1)
--------------------	-----

## 第一篇 实验原理及方法

<b>第一章 化学实验基本常识</b> .....	(5)
1.1 实验室安全知识 .....	(5)
1.2 化学实验常用仪器介绍 .....	(7)
1.3 加热装置和加热方法.....	(14)
1.4 液体体积的量度.....	(18)
1.5 试剂的配制和取用.....	(24)
1.6 试纸的使用.....	(26)
1.7 固液分离.....	(27)
1.8 天平与称量.....	(30)
1.9 简单玻璃工及塞子的加工.....	(35)
1.10 气体的制备及实验室常用气体钢瓶的标识和使用 .....	(38)
<b>第二章 化学实验统计学初步</b> .....	(42)
2.1 误差理论.....	(42)
2.2 实验数据处理.....	(67)
<b>第三章 滴定分析与重量分析</b> .....	(76)
3.1 滴定分析.....	(76)
3.2 重量分析.....	(85)
<b>第四章 常见离子的分离与鉴定</b> .....	(90)
4.1 离子鉴定的基本原理.....	(90)
4.2 离子鉴定的主要方法.....	(91)
4.3 常见阴离子的分离与鉴定.....	(92)
4.4 常见阳离子的分离与鉴定.....	(98)
<b>第五章 物质分离原理及方法</b> .....	(110)
5.1 沉淀分离法和共沉淀分离法 .....	(110)
5.2 结晶和重结晶 .....	(113)
5.3 蒸馏、萃取、升华的原理与操作 .....	(115)
5.4 干燥方法 .....	(120)
5.5 离子交换分离 .....	(121)

5.6	色谱法简介 .....	(124)
<b>第六章</b>	<b>实验室常用仪器的原理及其使用方法</b> .....	(129)
6.1	温度计 .....	(129)
6.2	压力计 .....	(144)
6.3	流量计 .....	(157)
6.4	电性测量仪器 .....	(160)
6.5	光性测量仪器 .....	(175)
<b>第七章</b>	<b>化学合成</b> .....	(187)
7.1	无机合成 .....	(187)
7.2	有机合成 .....	(193)

## 第二篇 基本实验

实验一	粗食盐的提纯 .....	(203)
实验二	分析天平的称量练习 .....	(205)
实验三	容量器皿的校准 .....	(207)
实验四	酸碱标准溶液的配制与比较 .....	(210)
实验五	酸碱标准溶液浓度的标定 .....	(213)
实验六	食用醋酸总酸量的测定 .....	(215)
实验七	碱液中 NaOH 及 Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 含量的测定(双指示剂法) .....	(216)
实验八	氯化钡中钡的测定(重量法) .....	(217)
实验九	简单玻璃工操作 .....	(219)
实验十	熔点的测定及温度计的校正 .....	(222)
实验十一	沸点的测定 .....	(225)
实验十二	恒温槽的组装及性能测定 .....	(226)
实验十三	胶体的制备 .....	(231)
实验十四	液体粘度的测定 .....	(233)
实验十五	EDTA 标准溶液的配制和标定 .....	(236)
实验十六	水的硬度测定 .....	(238)
实验十七	铅铋混合液中 Pb <sup>2+</sup> , Bi <sup>3+</sup> 的连续滴定 .....	(239)
实验十八	KMnO <sub>4</sub> 标准溶液的配制与标定 .....	(240)
实验十九	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 含量的测定(KMnO <sub>4</sub> 法) .....	(242)
实验二十	褐铁矿中铁含量的测定 .....	(243)
实验二十一	水中化学耗氧量(COD)的测定 .....	(245)
实验二十二	硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定 .....	(247)
实验二十三	硫酸铜中铜含量的测定 .....	(249)
实验二十四	用重铬酸钾电位滴定硫酸亚铁铵溶液 .....	(250)

实验二十五	醋酸电离度与电离常数的测定	(252)
实验二十六	电离平衡和沉淀反应	(254)
实验二十七	邻二氮杂菲分光光度法测定铁	(259)
实验二十八	磺基水杨酸法测定铁的含量	(263)
实验二十九	天然水中亚硝酸盐氮含量的测定(盐酸- $\alpha$ 萘胺分光光度法)	(264)
实验三十	s 区金属元素及化合物性质与应用	(266)
实验三十一	p 区主要非金属元素及化合物性质和应用(I)(卤素)	(268)
实验三十二	p 区主要非金属元素及化合物性质与应用(II)(氧、硫、氮、磷)	(272)
实验三十三	p 区主要金属元素及化合物性质与应用(铝、锡、铅、铋、铊)	(277)
实验三十四	d 区主要金属元素及化合物性质与应用(铬、锰、铁、钴、镍)	(281)
实验三十五	ds 区主要金属元素及化合物性质和应用(铜、银、锌、镉、汞)	(286)
实验三十六	常见阳离子的分离和鉴定	(290)
实验三十七	蛋壳中 Ca, Mg 含量测定的多种方法(I)——配位滴定法	(292)
实验三十八	蛋壳中 Ca, Mg 含量测定的多种方法(II)——酸碱滴定法	(293)
实验三十九	环己烯的制备	(294)
实验四十	1-溴丁烷的制备	(296)
实验四十一	苯甲醇的制备	(297)
实验四十二	正丁醚的制备	(298)
实验四十三	环己酮的制备	(299)
实验四十四	苯乙酮的制备	(300)
实验四十五	正丁醛的制备	(301)
实验四十六	己二酸的制备	(302)
实验四十七	苯甲酸的制备	(303)
实验四十八	乙酸正丁酯的制备	(304)
实验四十九	肉桂酸的制备	(306)
实验五十	乙酸乙酯的制备	(307)
实验五十一	乙酰乙酸乙酯的制备	(308)
实验五十二	呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	(310)
实验五十三	2-甲基-2-丁醇的制备	(311)
实验五十四	从茶叶中提取生物碱	(312)
实验五十五	燃烧热的测定	(313)
实验五十六	粘度法测定高聚物相对分子质量	(320)
实验五十七	电导法测定难溶盐的溶解度	(324)
实验五十八	离子选择性电极的制备和性能测试	(327)
实验五十九	液相平衡	(329)
实验六十	蔗糖水解反应速度常数的测定	(332)
实验六十一	乙酸乙酯皂化反应速度常数的测定	(335)

实验六十二	差热分析	(338)
实验六十三	液体饱和蒸气压的测定	(341)
实验六十四	固体在溶液中的吸附	(345)
实验六十五	比表面的测定——溶液吸附法	(348)
实验六十六	电泳	(350)
实验六十七	磁化率的测定	(352)

### 第三篇 综合设计性实验

综合设计性实验要求	(359)
实验一 由废铝片或废牙膏皮制取氧化铝	(359)
实验二 废铁屑制备硫酸亚铁铵及产品分析	(361)
实验三 茶叶中微量铁的测定	(362)
实验四 平面镜的制作	(363)
实验五 无甲醇乙醇的制备及白酒中甲醇的测定	(364)
实验六 食品、药品中总碘的测定	(365)
实验七 皮革铬鞣液的配制及微量六价铬的测定	(366)
实验八 电解法制备烧碱	(367)
实验九 天然产物的提取	(368)
实验十 氯丁橡胶接枝 MMA 胶粘剂的制备	(372)
实验十一 聚己内酰胺的制备	(372)
实验十二 2-庚酮的合成及性质试验	(374)
实验十三 三氯化六氨合钴的制备及组成测定	(375)
实验十四 由锌灰制备硫酸锌和提取金属镉	(376)
实验十五 粗氧化铜制备硫酸铜试剂及组分测定	(376)
实验十六 锌钡白(立德粉)合成及组分测定	(377)
实验十七 水泥中铁、铝、钙、镁含量的测定	(377)
附录	(379)



# 大学基础化学实验的学习方法

实验是探索未知世界的重要途径。基础化学实验的基本原理和方法有哪些,如何掌握实验的基本技能,怎样灵活地运用这些原理、方法和技能去解决科学研究和化工生产中的实际问题,这正是学习这门课程的目的。

实验主要由学生独立完成,而教师仅起辅助指导作用。因此要求学生必须有高度的学习自觉性和正确的学习方法。

学习本书前,你应当对本书的结构有所了解。本书分为三篇:实验原理及方法、基本实验和综合设计性实验。后两篇是本书的主体,是实验教学的主要部分,而第一篇则是这些实验所涉及的实验基本原理和基本方法。因此,在学习时,学生不仅要根据教师预先布置的实验项目认真阅读实验内容,而且要查阅第一篇与实验项目有关的内容,才能收到良好的效果。

学生在学习过程中要抓好以下三个环节:

## 1. 预习

预习是实验前必须完成的准备工作。这一环节是作好实验的前提。为保证教学质量,任课教师在实验前应逐个检查学生的预习情况。对预习不合格者,教师会停止他参加本次实验,或要求他当场预习,合格后再做实验。

预习应达到下列要求:

- (1) 阅读实验教材,明确本次实验的目的及全部内容。
- (2) 明确本次实验的主要原理及方法,阅读实验中有关的操作技术及注意事项。
- (3) 按教材规定写出简明的预习报告。预习报告的主要内容包括:实验题目、实验目的、简要的操作步骤、要记录的实验现象及测量数据的表格,回答教材中的预习题。

## 2. 实验

实验是培养学生独立工作和思维能力的重要环节,必须认真独立地完成。

(1) 按教材内容,认真操作,细心观察,如实地将实验现象或原理数据填写在预习报告中。

(2) 对于设计性实验,审题要确切,查阅资料要充分,方案要合理。在实验中发现设计存在问题时,应找出原因及时修改,直至达到满意结果。

(3) 在实验中遇有疑难问题或反常现象时,应认真分析原因,在教师指导下重作或补充进行某些实验。

(4) 养成良好的习惯,台面保持整洁,仪器布局合理,工作紧张有序。不喧哗,不串位,遵守实验室规则。

(5) 注意安全,节约水、电、药品,爱护仪器、设备。

### 3. 实验报告

实验报告是每次实验的总结,也是训练书面表达能力的重要手段,必须认真如实填写。要求格式正确,报告完整,书写工整。实验报告和预习报告是评定实验学习成绩的重要依据。

一份合格的实验报告包括以下内容:

(1) 实验题目

(2) 实验目的

(3) 实验内容

尽量采用表格、框图、符号等形式简明地表示实验内容,避免照抄书本。

(4) 实验现象或数据记录

实验现象要表达正确,数据记录要完整,严禁假造数据和抄袭他人数据。

(5) 解释、结论或数据计算

对现象加以简明解释,写出主要反应方程式,写出简要的结论。数据计算要列出计算式。

(6) 讨论

针对实验中遇到的疑难问题提出自己的见解或收获。对定量实验可分析产生误差的原因,对实验方法、实验内容可提出自己的改进意见。此项内容可作为实验成绩附加分的依据。

在第一篇第二章中,列出了实验报告格式示例,供学生参考。

# 第一篇

## 实验原理及方法



# 第一章 化学实验基本常识

## 1.1 实验室安全知识

在进行化学实验时,经常使用水、电、煤气和各种药品、仪器,如果我们马马虎虎,不遵守操作规则,不但实验失败,还要造成事故(如失火,中毒,烫伤或烧伤等)。出了事故,国家财产受到损失,还会损害人的健康。因此,必须从思想上重视安全工作,严格遵守操作规则,事故是完全可以避免的。

### 1.1.1 实验室安全规则

1. 一切有毒或有刺激性气味的实验,都应在通风橱内进行。
2. 一切挥发性和易燃物质的实验,都应在远离火种的地方进行,并尽可能在通风橱内进行。
3. 强氧化剂(如氯酸钾、高氯酸)及其混合物(如氯酸钾与红磷、碳、硫等的混合物)不能研磨,否则易发生爆炸。
4. 钾、钠、白磷等暴露在空气中易燃,所以钾、钠应保存在煤油中,白磷可保存在水中。取用时用镊子。乙酸、乙醇、乙醚、丙酮等有机溶剂易燃,用时必须远离明火,用完立即盖紧瓶塞。
5. 浓酸浓碱具有强腐蚀性,切勿溅在衣服或衣服上,尤其是眼睛的安全要特别注意。稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢地注入水中,并搅拌,切勿将水注入浓硫酸中以免溅出。
6. 加热试管时,切勿将试管口指向别人或自己,也不可俯视正在加热的液体,以免液体溅出伤人。
7. 不纯的氢气遇火易爆炸,操作时必须严禁接近烟火。点燃前必先检验并确保纯度。银氨液不能保存,久置也易爆炸。
8. 汞易挥发,当被人吸入到体内后,可引起慢性中毒。一旦有汞洒落在桌面或地上,必须尽可能立即收集起来,并用硫磺粉盖在洒落的地方,使其变成不挥发的硫化汞。
9. 有毒药品(如砷、汞的化合物,镉盐、铅盐,重铬酸钾等)的剩余废液不能随便倒入下水道,并避免进入口内或接触伤口。
10. 酒精灯或煤气灯随用随点,不用时酒精灯须盖上罩子,煤气灯须关紧龙头。实验室所有药品不得带出室外,实验过后应将手洗净,值日生和最后离开实验室的人员都应该负责检查水、煤气龙头是否关好,电闸是否拉开,门窗是否关好。

### 1.1.2 实验室一般伤害的急救

1. 割伤:立即用消毒棉棒揩净伤口。若伤口内有异物应先小心挑出,然后在伤口上抹上红药水或紫药水,洒上消炎粉或敷上消炎膏并用绷带包扎。若伤口过大,立即去医院救治。

2. 烫伤:可用高锰酸钾或苦味酸溶液揩洗伤处,在伤口处抹烫伤药(如万花油等)。不要把烫出的水泡弄破,不要用凡士林或油脂涂伤口。

3. 受酸腐伤:先用大量水冲洗,再用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水冲洗,最后再用蒸馏水冲洗,然后擦上碳酸氢钠油膏或凡士林。

4. 受碱腐伤:先用大量水冲洗,再用醋酸溶液或硼酸溶液冲洗,最后擦上凡士林。

5. 酸或碱不慎溅入眼中:须用大量水冲洗,再用碳酸氢钠溶液(酸溅入)或硼酸溶液(碱溅入)冲洗,随后立即到医生处检查。

6. 吸入溴蒸气、氯气、氯化氢气体,可吸入少量酒精或乙醚混合蒸气。

每个实验室里都应备有药箱和必要的药品,以备急用。如果伤势较重者,应立即送往医院。

### 1.1.3 消防

消防,应以防为主。万一不慎起火,切不要惊慌,只要掌握灭火的方法,就能迅速将火扑灭。

在失火以后,应立即采取以下措施:

#### 1. 防止火势蔓延

关闭煤气龙头,停止加热;拉开电闸;把一切可燃的(特别是有机物质和易燃、易爆物质)移到远处。

#### 2. 灭火

物质燃烧需要空气和一定温度。所以,通过降温或将燃烧物与空气隔绝,就能达到灭火的目的。

通常灭火,人们自然会想到水,因为水来源丰富,使用方便,水可以使燃烧区的温度降低而达到灭火的目的。但化学实验室有其特殊性,例如:水能和某些化学物品(如金属钠)发生剧烈反应,因而引起更大的火灾。又如某些有机溶剂(如苯、汽油)着火时,因水与其不溶,有机溶剂比水轻而浮在水面上,不仅不能灭火,反而使火场扩大。在此情况下应用砂土和石棉布灭火。化学实验室常用的灭火方法如下:

(1) 一般起火,油类、有机物燃烧,用泡沫灭火器(碳酸氢钠与硫酸铝溶液作用,产生氢氧化铝和二氧化碳泡沫)。用灭火器喷射起火处,泡沫把燃烧物质包住,使燃烧物与空气隔绝而灭火。此法不适用于电线走火引起的火灾。

(2) 若电线走火引起的火灾可用二氧化碳或四氯化碳灭火器(四氯化碳沸点低,相对密度大,不会被引燃)。用灭火器喷射燃烧物的表面,二氧化碳和四氯化碳气体使燃烧物和空气隔绝而灭火。此法对轻金属及其他能起强烈分解、甚至发生爆炸的化学药品不能使用(如钠、钾、铝等金属)。

(3) 若金属和有机溶剂燃烧时,用砂土和石棉布。把砂土抛洒在着火物的表面,或用石棉布盖在火焰处,使燃烧物和空气隔绝。

## 1.2 化学实验常用仪器介绍

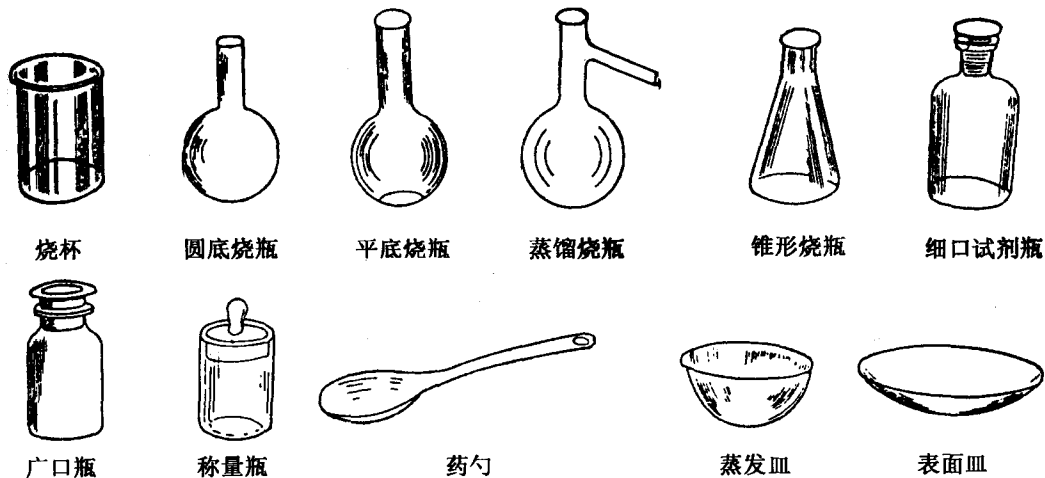
化学实验常用仪器中,大部分为玻璃制品和一些瓷质类器皿。玻璃仪器种类很多,按用途大体可分为容器类、量器类和其他器皿类。容器类包括试剂瓶、烧杯、烧瓶等。根据它们能否受热又可区分为可加热的和不宜加热的器皿。量器类有量筒、移液管、滴定管、容量瓶等。量器类一律不能受热。其他器皿包括具有特殊用途的玻璃器皿,如冷凝管、分液漏斗、干燥器、分馏柱、砂芯漏斗、标准磨口玻璃仪器等。瓷质类器皿包括蒸发皿、布氏漏斗、瓷坩埚、瓷研钵等。化学实验中常用的仪器如图 1-1-1~1-1-6 所示。

标准磨口玻璃仪器(简称标准口玻璃仪器)通常应用在有机化学实验中。标准磨口是根据国际通用技术标准制造的。国内已经普遍生产和使用。现在常用的是锥形标准磨口,其锥度为 1:10,即锥体大端直径与锥体小端直径之差:磨面的锥体轴向长度=1:10。根据需要,标准磨口制作成不同的大小。通常以整数数字表示标准磨口的系列编号,这个数字是锥体在端直径(以 mm 表示)的最接近的整数。下面是常用的标准磨口系列:

编号	10	12	14	19	24	29	34
大端直径(mm)	10.0	12.5	14.5	18.8	24.0	29.2	34.5

有时也用 D/H 两个数字表示标准磨口的规格,如 14/23,即大端直径为 14.5mm,锥体长度为 23mm。

使用标准磨口玻璃仪器时须注意:磨口处必须洁净,不能沾有固体杂物或硬质杂物,以免磨口对接不严,导致漏气;装配仪器时,要注意安装顺序正确,装置整齐、稳妥,保证磨口连接处不受到压力。用后应立即拆卸洗净,否则磨口的连接处将会发生粘结,难以拆开;一般用途的磨口不需涂润滑剂,以免沾污反应物或生成物,但若反应中有强碱性物质或进行减压蒸馏时,磨口应涂润滑脂(真空活塞脂)。





试管



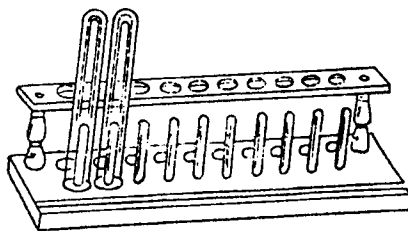
离心试管



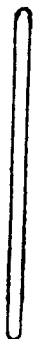
吸管



试管刷



试管架和试管



玻璃棒



试管夹



洗瓶



分液漏斗



滴瓶



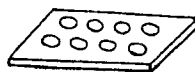
漏斗



布氏漏斗



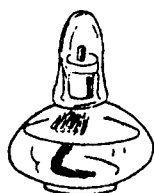
吸滤瓶



点滴板



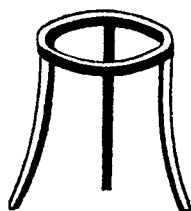
研钵



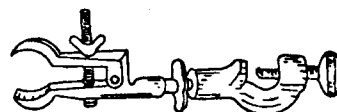
酒精灯



石棉网



三脚架



铁夹



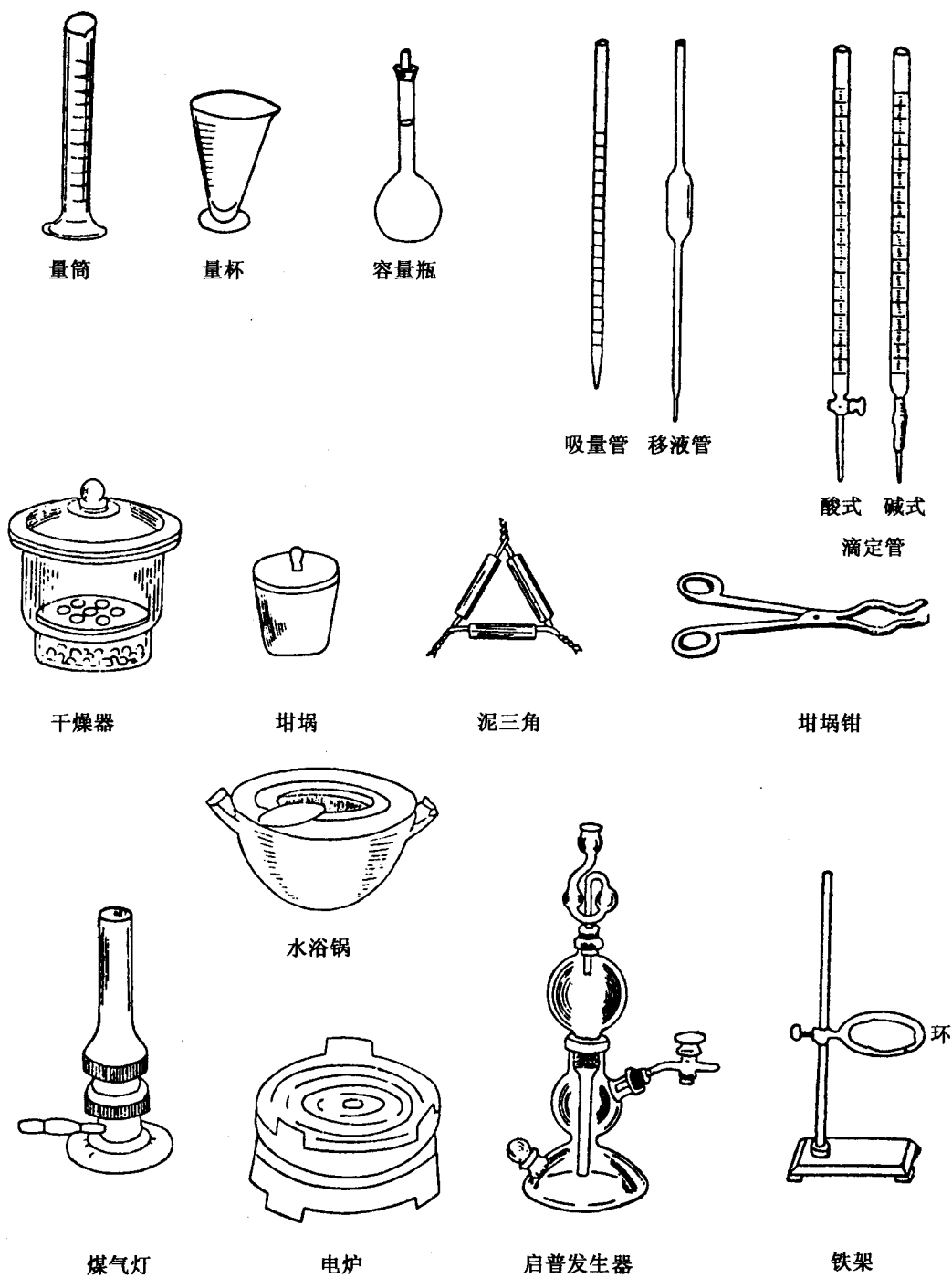


图 1-1-1 化学实验常用仪器