

大学化学实验

(下册)

主 编 朱卫华
副主编 陈 敏 刘 华



科学出版社

大学化学实验

(下册)

主 编 朱卫华

副主编 陈 敏 刘 华

科学出版社

北 京

内 容 简 介

《大学化学实验》是根据非化学专业对化学基本理论、基本知识和基本技能的需求,结合大学化学课程体系的特点,按由浅入深、循序渐进的原则编写的一套大学化学实验教材。全书分上、下两册,本书为下册。

本书包括化学实验基础知识、物理化学实验、仪器分析实验以及附录四部分,主要介绍化学实验室常识、物理量的测量与控制、常用分析仪器等知识,包括 20 个物理化学实验和 30 个仪器分析实验,并在附录中列出了常用实验数据。本书充分考虑不同层次和不同专业的教学需要,紧密联系生产和生活实际,具有适用面广和实用性强的特点。

本书可作为高等学校化工、材料、生物、食品、环境、农学、医学、药学及其他相关专业的化学实验教材,也可供相关教师和学生参考。

图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验.下册/朱卫华主编. —北京:科学出版社,2013.2

ISBN 978-7-03-036583-5

I. ①大… II. ①朱… 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(2013)第 019426 号

责任编辑:陈雅娴 / 责任校对:刘亚琦

责任印制:闫 磊 / 封面设计:华路天然工作室

科学出版社 出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

骏杰印刷厂印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2013 年 1 月第 一 版 开本:720×1000 B5

2013 年 1 月第一次印刷 印张:19 1/4

字数:373 000

定价:38.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

前 言

随着科学技术的飞速发展和生产水平的快速提高,化学与其他学科相互渗透、交叉融合,这大大促进了其他学科的发展以及新兴交叉学科的形成,也进一步确立了化学中心科学的地位。纵观化学的发展历史,无论是国民经济和社会发展,还是人民生产与生活,都离不开化学。在人类未来发展的道路上,化学必将继续发挥举足轻重和无可替代的作用。

化学是一门实验科学,通过化学实验课程的学习,学生不仅可以掌握系统、扎实的基础知识和实验技能,还能培养科学思维与方法、创新意识与能力。著名化学家戴安邦先生曾对化学实验给予高度评价:“为贯彻全面的化学教育,既应由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。”

为了适应 21 世纪对人才培养的需要,我们根据非化学专业对化学基本理论、基本知识和基本技能的需求,结合各专业人才培养计划的特点,参考了国内外有关实验教材,组织具有多年丰富教学经验的教师编写了本实验教材。教材内容涵盖了化学实验的基本知识、无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验、常见仪器介绍、物理化学实验、仪器分析实验和实验常用数据等,实验的编排兼顾基础实验、综合实验以及设计实验的内容,体现了知识性和实用性的特点。

全书由朱卫华任主编,上册由邱凤仙、贺敏强担任副主编,下册由陈敏、刘华担任副主编,参加编写的有赵谦、朱荣贵、李敏智、孟素慈、曹金星。

本书的出版得到科学出版社、江苏大学教务处和化学化工学院的大力支持,在此一并表示感谢!

由于编者水平和经验有限,书中难免有疏漏和不当之处,恳请各位专家和读者批评指正。

编 者

2012 年 10 月

目 录

前言

第一部分 化学实验基础知识

第1章 化学实验室常识	3
1.1 化学实验室规则	3
1.2 化学实验室安全守则	4
1.3 化学实验的目的与要求	4
1.3.1 实验预习	4
1.3.2 实验记录	5
1.3.3 实验报告	5
1.4 常用危险化学品的分类及标志	5
1.4.1 常用危险化学品的分类	6
1.4.2 常用危险化学品的标志	8
1.5 高压气体钢瓶的使用	8
1.5.1 高压气体钢瓶型号、规格	9
1.5.2 高压气体钢瓶颜色标志	9
1.5.3 高压气体钢瓶的安全使用	9
1.5.4 气体减压阀的构造及正确使用	10
第2章 物理量的测量与控制	12
2.1 温度的测量	12
2.1.1 温度与温标	12
2.1.2 温度测量仪器	13
2.2 压力的测量与真空技术	20
2.2.1 概述	20
2.2.2 气压计	20
2.2.3 真空技术	23
2.3 原电池电动势的测量	26
2.3.1 测量基本原理	26

2.3.2 液体接界电势与盐桥	27
2.3.3 常用电极及制备	27
2.3.4 综合电位差计的使用方法	29
2.4 电导测量及仪器	30
2.4.1 电导及电导率	30
2.4.2 电导的测量	31
2.5 旋光度的测量	33
2.5.1 旋光度与物质浓度的关系	33
2.5.2 旋光仪的构造和测定原理	34
2.5.3 旋光度的测定与影响因素	36
第3章 常用分析仪器	38
3.1 可见分光光度计	38
3.1.1 工作原理和仪器构造	38
3.1.2 主要性能指标	38
3.1.3 基本操作步骤	39
3.1.4 注意事项	40
3.2 紫外-可见分光光度计	40
3.2.1 工作原理和仪器构造	41
3.2.2 主要性能指标	41
3.2.3 基本操作步骤	41
3.2.4 注意事项	42
3.3 荧光分光光度计	42
3.3.1 荧光分光光度计的工作原理	42
3.3.2 F93 荧光分光光度计	43
3.3.3 Cary Eclipse 荧光分光光度计	44
3.4 红外光谱仪	45
3.4.1 工作原理和仪器构造	45
3.4.2 红外光谱样品的制备	45
3.4.3 主要性能指标	49
3.4.4 基本操作步骤	49
3.4.5 注意事项	50
3.5 原子吸收分光光度计	50
3.5.1 工作原理和仪器构造	50
3.5.2 主要性能指标	51

3.5.3 基本操作步骤	51
3.5.4 注意事项	52
3.6 等离子发射光谱仪	52
3.6.1 工作原理和仪器构造	52
3.6.2 主要性能指标	53
3.6.3 基本操作步骤	53
3.6.4 注意事项	55
3.7 原子荧光分光光度计	55
3.7.1 工作原理和仪器构造	55
3.7.2 主要性能指标	56
3.7.3 基本操作步骤	56
3.7.4 注意事项	57
3.8 电泳仪	57
3.8.1 基本操作步骤	57
3.8.2 注意事项	58
3.9 气相色谱仪	58
3.9.1 工作原理和仪器结构	58
3.9.2 主要性能指标	59
3.9.3 基本操作步骤	60
3.9.4 注意事项	61
3.10 高效液相色谱仪	61
3.10.1 工作原理和仪器构造	62
3.10.2 主要性能指标	63
3.10.3 基本操作步骤	63
3.10.4 注意事项	64
3.11 离子色谱仪	64
3.11.1 工作原理和仪器构造	64
3.11.2 主要性能指标	64
3.11.3 基本操作步骤	65
3.11.4 注意事项	66
3.12 元素分析仪	67
3.12.1 工作原理和仪器构造	67
3.12.2 主要性能指标	67
3.12.3 基本操作步骤	68

3.12.4 注意事项	69
3.13 气相色谱-质谱联用仪	69
3.13.1 工作原理和仪器构造	69
3.13.2 主要性能指标	70
3.13.3 基本操作步骤	71
3.13.4 注意事项	73
3.14 X射线粉末衍射仪	73
3.14.1 工作原理和仪器构造	73
3.14.2 主要性能指标	74
3.14.3 基本操作步骤	75
3.14.4 注意事项	76
3.15 核磁共振波谱仪	76
3.15.1 工作原理和仪器构造	77
3.15.2 主要性能指标	78
3.15.3 基本操作步骤	78
3.15.4 注意事项	80
3.16 同步热分析仪	81
3.16.1 工作原理和仪器结构	81
3.16.2 主要性能指标	82
3.16.3 基本操作步骤	82
3.16.4 注意事项	83
3.17 电化学工作站	84
3.17.1 工作原理和仪器构造	84
3.17.2 主要性能指标	84
3.17.3 基本操作步骤	85
3.17.4 注意事项	85

第二部分 物理化学实验

实验一 恒温槽的安装与性能测试	89
实验二 燃烧热的测定	93
实验三 液体的饱和蒸气压	99
实验四 二组分金属相图的绘制	102
实验五 二组分完全互溶体系气-液平衡相图的绘制	107

实验六 强电解质溶液无限稀释摩尔电导率的测定	112
实验七 原电池电动势的测定及应用	115
实验八 蔗糖水解反应速率常数的测定	120
实验九 乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定	124
实验十 丙酮的碘化反应	128
实验十一 溶液表面张力的测定	133
实验十二 液体黏度和密度的测定	138
实验十三 表面活性剂临界胶束浓度的测定	142
实验十四 界面法测定离子的迁移数	146
实验十五 配合物磁化率的测定	149
实验十六 黏度法测定高聚物的相对分子质量	156
实验十七 偶极矩的测定	162
实验十八 恒电位法测定金属极化曲线	168
实验十九 溶胶界面电泳	173
实验二十 热分析法测定五水硫酸铜的失重过程	178

第三部分 仪器分析实验

实验二十一 7220 型可见分光光度计的性能检定	185
实验二十二 邻二氮菲分光光度法测定水中铁含量	189
实验二十三 水体中阴离子表面活性剂含量的测定	193
实验二十四 工业废水中挥发酚的测定	196
实验二十五 紫外分光光度法同时测定维生素 C 和维生素 E 的含量	199
实验二十六 安钠咖注射液中咖啡因含量的测定	202
实验二十七 奎宁的荧光特性和含量测定	205
实验二十八 荧光分析法测定维生素 B ₂ 片剂中核黄素的含量	208
实验二十九 荧光法测定阿司匹林中水杨酸和乙酰水杨酸	211
实验三十 红外吸收光谱鉴定有机化合物	214
实验三十一 原子荧光光谱测定水中痕量砷、汞	217
实验三十二 原子吸收分光光度法测定饮用水中钙含量	221
实验三十三 ICP-AES 法测定矿泉水中微量元素	224
实验三十四 电位滴定法测定混合碱	227
实验三十五 磷酸的电位滴定	231
实验三十六 氟离子选择电极测定水中氟含量	234

实验三十七	乙酰氨基酚的电化学反应机理及其浓度测定——循环伏安法	239
实验三十八	气相色谱法测定苯系物	243
实验三十九	内标法分析低度白酒中的杂质	247
实验四十	萘、联苯、菲的高效液相色谱分析	250
实验四十一	高效液相色谱法测定饮料中食品添加剂	253
实验四十二	高效液相色谱法测定人血浆中扑热息痛含量	257
实验四十三	血清蛋白醋酸纤维薄膜电泳	259
实验四十四	乙酰苯胺的元素分析	263
实验四十五	GC-MS 鉴定苯类有机混合物	265
实验四十六	离子色谱法测定地表水中的痕量阴离子	268
实验四十七	薄层色谱法分离和鉴定氨基酸	273
实验四十八	薄层色谱法分离复方新诺明中 TMP 及 SMZ	276
实验四十九	X 射线衍射法测定二氧化硅的物相	278
实验五十	有机化合物的氢核磁共振谱的测定及解析	282

第四部分 附 录

附录一	常用物理化学常量	287
附录二	国际单位制基本单位	287
附录三	压力单位换算	287
附录四	水的蒸气压	288
附录五	不同温度下一些液体的密度($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)	289
附录六	几种常用物质的蒸气压	290
附录七	不同温度下水的折光率	290
附录八	几种常用液体的折光率	291
附录九	乙醇-水溶液的表面张力($\text{mN} \cdot \text{m}^{-1}$)	291
附录十	水-空气界面的表面张力	291
附录十一	不同温度下高纯水的电导率	291
附录十二	293.15K 时乙醇-水溶液的折光率	292
附录十三	不同温度下 KCl 溶液的电导率 $[\kappa/(\text{S} \cdot \text{m}^{-1})]$	293
附录十四	常用氘代溶剂和杂质峰在 ^1H 谱中的化学位移(ppm)	294

参考文献	296
------	-----

第一部分

化学实验基础知识

第 1 章 化学实验室常识

1.1 化学实验室规则

(1) 实验前必须对实验内容进行认真预习,了解实验目的、实验原理、实验步骤和实验中的注意事项。

(2) 按时到实验室上课,不得迟到早退。进入实验室应穿长袖、过膝实验服,严禁穿短裤、拖鞋或凉鞋进入实验室。书包、衣物以及其他与实验无关的物品须放在指定地方,不得影响实验。

(3) 进入实验室后,严格遵守实验室规则,保持室内安静、整齐,保证实验有良好的实验环境。按要求进行实验分组,经实验教师同意后,开始实验操作。

(4) 实验过程中,虚心接受实验教师的指导,严格按操作规程进行实验。实验中要细心大胆,仔细观察,如实记录,认真思考分析,切实提高实验操作能力。

(5) 实验过程中不得大声喧哗、随便离开座位。实验台面、试剂架上必须保持整洁。试剂用完应立即盖严,放回原处。

(6) 易燃、易爆品的使用应按指导教师的要求进行,不得违反操作规程。使用仪器设备时,按要求安全操作。实验中如发现异常现象,应立即停止实验,及时向指导教师汇报处理。实验中如发生事故,应立即停止实验并向指导教师报告,注意保护现场,认真检查分析事故原因。

(7) 爱护公物,做到实验物品轻拿轻放。实验过程中如有仪器破损,应及时填写仪器报损单,经指导教师签署意见后向仪器室领取。实验室的任何物品不得擅自带出实验室。

(8) 节约使用水、电和实验耗材。实验中产生的废弃物按要求分类回收,严禁直接倾倒入实验室水槽中。

(9) 实验结束后,认真、如实地书写实验报告,不得抄袭和拼凑实验数据,按时送交实验指导教师批阅。

(10) 离开实验室前,关闭电源、气源和水源,做好仪器设备的整理、复原等工作,做好实验室的清洁卫生工作,经指导教师检查同意后方可离开。

1.2 化学实验室安全守则

化学实验中所使用的试剂种类繁多,其中不少为易燃、易爆、有毒或腐蚀性的物质,若使用不当,很容易导致事故的发生。因此,进行实验时必须严格按照操作规程,加强安全保护措施,保证实验正常进行。

(1) 实验开始前应检查仪器是否完整无损,装置是否正确稳妥,征得指导教师同意后,方可进行实验。

(2) 实验进行时,不准随便离开岗位,密切注意反应进行的情况和装置有无漏气、破裂等现象。

(3) 熟悉易燃、易爆、有毒或腐蚀性试剂的理化性质,按规定进行取用,同时采取必要的防护措施。

(4) 在进行有可能发生危险的实验时,要根据实验情况采取必要的安全措施,如戴防护眼镜、面罩或穿防护衣服等。

(5) 严禁在实验室内吸烟或进食,实验结束后仔细洗手。

(6) 充分熟悉安全用具(如灭火器材、沙箱及急救药箱)的放置地点和使用方法,并妥善保管。安全用具和急救药品不准移作他用。

1.3 化学实验的目的与要求

本书实验内容包含物理化学实验和仪器分析实验两部分,主要学习运用物理化学方法和现代仪器研究物质组成、结构和性能的原理与方法。通过化学实验课程的学习,帮助学生掌握基本测试方法和典型仪器的应用,培养学生准确记录实验现象、数据,正确处理和分析实验结果的能力,提高灵活运用知识、理论联系实际的能力,逐步培养创新思维,提高创新意识。

1.3.1 实验预习

为达到实验目的并取得较好效果,在实验前必须做好预习。预习时要认真阅读实验教材和相关参考文献,明确实验目的和要求,掌握实验原理,熟悉实验方法和步骤。预习时还需思考实验中的注意事项,做到胸有成竹。

在预习的基础上,完成预习笔记,预习笔记中应包括:

(1) 实验目的和实验原理。

(2) 简单明了的实验步骤或相应的记录表格。

(3) 实验的注意事项和预习中的存疑。

1.3.2 实验记录

在实验过程中,应认真完成实验,细心观察实验现象,并及时记录观察到的现象和测得的实验数据。具体有以下几点要求:

(1) 完整记录实验条件。实验的结果与实验条件密切相关,实验条件为分析实验中出现的问题和产生误差的大小提供了重要依据。实验条件一般包括环境条件(室温、气压和空气湿度等)、操作条件(温度、压力、气体流量、升温速率等)、试剂规格(名称、生产厂家、纯度、浓度等)和仪器条件(名称、型号、生产厂家等)。

(2) 如实记录实验结果。在认真观察实验现象的基础上,及时将实验现象和所测得的结果记录在预习报告(实验记录本)上。实验记录务必实事求是,不可捏造事实和编造数据。实验记录必须详细及时,不可不记或补记。实验记录还需做到字迹工整,以免过后无法看懂。

(3) 实验完成后,需将实验所得的原始数据、谱图等记录交指导教师检查、签字后方可离开实验室。

1.3.3 实验报告

实验结束后,如何完成一份高质量的实验报告也是实验课程的重要内容。通过完成实验报告,学生在实验数据处理、作图、误差分析、归纳总结等方面的能力可以得到提高。完成实验报告时,需注意以下几点:

(1) 实验报告的内容应包括实验目的、实验原理、实验装置、仪器、试剂、材料、实验步骤、数据记录预处理、分析与讨论等。

(2) 书写实验报告时,应认真思考、正确推导、耐心计算、规范作图,重点放在数据处理和结果的分析讨论上。

(3) 讨论的内容可包括实验现象的分析解释、实验结果的误差分析、查阅相关文献的情况、实验的改进意见等。

1.4 常用危险化学品的分类及标志

根据全球化学品统一分类和标签制度(GHS),我国对常用化学品的分类和危险性有明确的标准(GB 13690—2009),化学品分类和危险性象形图标识方法则参照(GB/T 24774—2009),在化学品的生产、使用、储存和运输过程中应加以特别注意。

1.4.1 常用危险化学品的分类

常用化学品按理化危险、健康危害和环境危害分为三大类,其中理化危险大类中又分为以下 16 类。

1. 爆炸物

爆炸物(或混合物)是指本身能够通过化学反应产生气体的固态或液态物质(或物质的混合物),而产生的气体的温度、压力和速度能对周围环境造成破坏。其中也包括发火物质,即使它们不放出气体。

发火物质(或发火混合物)则是指通过非爆炸性放热化学反应产生的热、光、声、气体、烟或所有这些的组合来产生效应的物质或混合物。

爆炸性物品是含有一种或多种爆炸性物质(或混合物)的物品。烟火物品是包含一种或多种发火物质(或混合物)的物品。

2. 易燃气体

易燃气体是在 20℃ 和 101.3kPa 下,与空气有易燃范围的气体。

3. 易燃气溶胶

气溶胶是指喷射罐(系任何不可重新罐装的容器,该容器由金属、玻璃或塑料制成)内装强制压缩、液化或溶解的气体(包含或不包含液体、膏剂或粉末),配有释放装置,可使所装物质喷射出来,在气体中形成悬浮的固态或液态微粒,或形成泡沫、膏剂或粉末,或处于液态或气态。

4. 氧化性气体

氧化性气体一般指通过提供氧气,比空气更能导致或促使其他物质燃烧的气体。

5. 压力下气体

压力下气体是指高压气体在压力大于等于 200kPa(表压)下装入储器的气体,包括压缩气体、液化气体、溶解液体、冷冻液化气体。

6. 易燃液体

易燃液体是指闪点不高于 93℃ 的液体。

7. 易燃固体

易燃固体是容易燃烧或通过摩擦可能引燃或助燃的固体。易于燃烧的固体为粉状、颗粒状或糊状物质,它们在与燃烧着的火柴等火源短暂接触(即可点燃)和火焰迅速蔓延的情况下,都非常危险。

8. 自反应物质或混合物

自反应物质或混合物是即使没有氧(空气)也容易发生激烈放热分解的热不稳定液态、固态物质或混合物。不包括爆炸物、有机过氧化物或氧化物质及其混合物。

自反应物质或混合物如果在实验室试验中其组分容易起爆、迅速爆燃或在封闭条件下加热时显示剧烈效应,应视为具有爆炸性质。

9. 自燃液体

自燃液体是指即使少量也能在与空气接触后 5min 内引燃的液体。

10. 自燃固体

自燃固体是指即使少量也能在与空气接触后 5min 内引燃的固体。

11. 自热物质或混合物

自热物质是发火液体或固体以外,与空气反应不需要能源供应就能够自发发热的固体或液体物质或混合物。这类物质与发火液体或固体不同,因为这类物质只有数量很大(千克级)并经过长时间(几小时或几天)才会燃烧。

12. 遇水放出易燃气体的物质或混合物

遇水放出易燃气体的物质或混合物是指通过与水作用,容易自燃或放出危险数量的易燃气体的固态或液态物质或混合物。

13. 氧化性液体

氧化性液体是本身不一定燃烧,但通常因放出氧气可能引起或促使其他物质燃烧的液体。

14. 氧化性固体

氧化性固体是本身不一定燃烧,但通常因放出氧气可能引起或促使其他物