

工科大学化学实验

曾淑兰 主编

天津大学出版社



378956

工科大学化学实验

曾淑兰 主编



天津大学出版社

内 容 提 要

本书是根据《普通化学教学基本要求》中对实验的具体要求,为工科高等院校非化工类专业编写的化学实验教材。内容分两部分。上半部分包括化学实验的基本知识、基本操作、基本测量仪器;下半部分是实验,共编入 25 个实验,涉及内容有基本操作和基本理论部分,无机化合物性质及应用,电化学及其应用,有机化合物与高分子化合物,水质分析等。

本书特点是实验联系应用。本书可作为工科高等院校非化工类专业的教材,也可作为工科大专院校化工类专业及工厂培训用的教材。

(津)新登字 012 号

工科大学化学实验

主编 曾淑兰

天津大学出版社出版

(天津大学内)

河北省永清县印刷厂印刷

*

开本:850×1168 毫米 1/32 印张:4.5 字数:120 千字

1994 年 6 月第一版 1994 年 6 月第一次印刷

印数:1—5000

ISBN 7-5618-0635-3
O·66 定价:4.00 元

前 言

本书是在天津大学普化实验教材的基础上,结合教师的科学研究并参阅了国内外最新实验内容编写而成的。

实验课程不仅是为了巩固和加深学生对所学理论的理解以及训练基本实验技能,更重要的是逐步培养学生(尤其非化工类学生)运用化学知识的能力。为此,在选材上除了保证必要的基本理论和基本技能训练外,力求联系实际,联系工程专业特点,扩大知识面,提高学习兴趣。对化合物性质实验部分,进行了较大改变,突破了“验证”的框框,以解决实际问题为主,从应用中巩固和提高实验能力。在编写上则注意启发、引导学生独立思考和灵活运用所学知识。我们希望能在化学知识和工程应用之间架起一座桥梁。

全书有 25 个实验,分为五类:基本操作和基本理论;无机化合物的性质及应用;电化学及其应用;有机化合物与高分子化合物;水质分析、水的净化与污水处理。

本书包括了“普通化学课程基本要求”提出的基本操作和基本仪器。总学时数为 44 学时,可以根据学时数和专业特点选取不同实验内容。

参加本书编写的有曾淑兰、王俊珍、白树林、时雨荃、宋宽秀、李孝增和单志兴同志。天津大学普化教研室及无机实验室全体同志给予了大力支持和协助,特此致谢。

本书由田汝川、马福华和杨宏秀三位教授审阅。

由于水平所限,恳请广大读者批评指正。

编者

1993 年

目 录

I. 基本知识

- 一、实验须知 (1)
- 二、实验室安全规则 (1)
- 三、测量误差与有效数字 (2)

II. 基本操作

- 一、常用玻璃仪器的洗涤与干燥 (6)
- 二、基本量度仪器的使用方法 (8)
- 三、试剂及其取用方法 (13)
- 四、加热方法 (16)
- 五、溶液与沉淀的分离 (20)
- 六、气体的发生、净化、干燥和收集 (24)
- 七、干燥器及点滴板的使用 (26)

III. 基本测量仪器

- 一、普通化学天平 (28)
- 二、25 型酸度计 (29)
- 三、721 型分光光度计 (34)
- 四、DDS-11A 型电导仪 (36)
- 五、PXD-2 型通用离子计 (37)
- 六、阿贝折射仪 (39)

IV. 实验内容

- 一、基本操作和基本理论部分
 - 实验一 电光天平的使用及摩尔气体常数的测定 ... (42)
 - 实验二 化学反应热的测定 (49)

实验三	化学反应速率	(52)
实验四	溶液的凝固点降低及其应用	(56)
实验五	缓冲溶液	(61)
实验六	工业品 $\text{Pb}(\text{OAc})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 的提纯	(63)
实验七	磷酸的 pH 滴定	(64)
实验八	物质结构和性质的关系	(67)
实验九	钢中锰含量的测定	(71)
实验十	碘量法测定维生素 C 的含量	(74)
二、无机化合物的性质及应用		
实验十一	元素和无机化合物的性质及应用	(78)
实验十二	从含卤素的 CCl_4 废液中回收 CCl_4	(83)
实验十三	纸上色谱法(无机化合物的一种简易鉴别方法)	(84)
三、电化学及其应用		
实验十四	原电池、金属的腐蚀与防腐.....	(88)
实验十五	金属及非金属的表面处理技术——化学镀与磷化	(91)
实验十六	铝的阳极氧化与电镀铜	(96)
四、有机化合物与高分子化合物		
实验十七	苯乙烯的聚合.....	(100)
实验十八	塑料的简易鉴别与粘接.....	(101)
实验十九	无水乙醇的制备.....	(104)
实验廿	薄层色谱法(有机物的简便分离方法)	(106)
五、水质分析、水的净化与污水处理		
实验廿一	水的硬度测定.....	(110)
实验廿二	水中氯离子含量的测定.....	(112)
实验廿三	水的净化(离子交换法).....	(116)

实验廿四	药剂还原法处理含铬废水·····	(123)
实验廿五	印染废水的脱色处理·····	(126)

附录

附录一	物理和化学数据手册简介·····	(128)
附录二	不同温度下饱和水蒸汽的压力·····	(129)
附录三	实验室常用酸碱的浓度·····	(131)
附录四	酸碱指示剂·····	(132)
附录五	塑料的燃烧鉴别·····	(133)
附录六	塑料的溶解性·····	(134)
附录七	塑料外观与其性能简易辨别法·····	(135)
附录八	乙醇百分含量与折光率·····	(136)

I、基本知识

一、实验须知

化学是一门实验学科,因而实验课是化学课程的重要组成部分。为了做好实验,特提出以下几点要求:

1. 实验前必须进行充分预习,要求:(1)了解本实验目的,弄清实验原理以及实验的主要内容;(2)了解实验所用仪器的正确操作方法和注意事项;(3)在预习基础上写出预习报告,报告内容包括实验目的,简单原理和实验步骤及数据记录等。进入实验室后交教师检查预习报告,无预习报告不得进行实验。

2. 应在指定位置进行实验,实验过程应细心观察现象,认真和实事求是地记录实验现象和测量数据,独立完成规定的实验内容。

3. 爱护仪器设备,节约水、电、煤气和化学药品。

4. 保持实验室肃静、整洁。每次实验完毕应将仪器洗净,放置整齐并请教师检查。

5. 实验数据及记录需经教师当场审阅方可离开实验室。实验报告应按期完成并交教师批阅。

6. 轮流值日 值日时负责清扫实验室,关闭煤气、水和电的总阀,经教师同意后再离开实验室。

二、实验室安全规则

在进行化学实验时,不可避免地要遇到有毒、易燃和易爆物品。因此,进入化学实验室必须遵守实验室的安全规则。

1. 实验室内禁止吸烟、进食和打闹。

2. 不得任意混合各种试剂药品,以免发生意外事故。

3. 产生有毒和有刺激性气体的实验,应在有通风设备的地方进行。

4. 使用酒精、乙醚、苯等易燃、易挥发物质时,应远离火源。

5. 加热试管时,不要将试管口对着别人和自己,也不要俯视正在加热的液体,以免溅出液体伤害眼、脸。

6. 嗅闻气体时,应用手将少量气体轻轻扇向自己,不要用鼻子对准气体逸出的管口。

7. 洗液、浓酸和浓碱等具有强腐蚀性,应避免洒在衣服和皮肤上,以免灼伤。

8. 使用汞盐、铅盐、砷盐、氰化物和氟化物等有毒物质时,不要接触皮肤和洒落在桌面上,用后的废液不能随意倾入水槽,应回收统一处理。

9. 实验后的残渣、浓酸、金属片、滤纸等不能倒入水槽,以免水管腐蚀和堵塞,应投入废物桶内,由值日生统一清理。

10. 水、电、气用完后应立即关闭。不要用湿手触摸电器设备,以防触电。

11. 实验室所有仪器和药品(包括制备的产品)不得带出室外,用毕应放回原处。

12. 实验完毕,应将实验桌整理干净,洗净双手方可离开实验室。

三、测量误差与有效数字

(一)测量误差

为了评价实验测量结果的质量,首先需了解准确度、误差及精确度的概念。

1. 准确度和误差

准确度是指某一测量值或一组测量值的平均数与“真实值”接近的程度,常用误差来表征。误差越大,准确度越差。

严格说来,“真实值”是无法测得的。在实际工作中,常用专门机构提供的数据,如手册上的数据作为真实值。

误差又分绝对误差与相对误差,绝对误差是测量值与“真实值”的差值:

$$\text{绝对误差} = \text{测量值} - \text{真实值}$$

但是,往往更感兴趣的是相对误差。它是绝对误差与“真实值”之比:

$$\text{相对误差} = (\text{绝对误差} / \text{真实值}) \times 100\%$$

2. 精密度和偏差

精密度表示几次平行测量结果相互接近的程度,精密度可用偏差来量度。

单次测量结果与多次测量结果的算术平均值之间的差值称绝对偏差:

$$\text{绝对偏差} = \text{单次测量值} - \text{多次测量的平均值}$$

绝对偏差与多次测量的平均值之比为相对偏差:

$$\text{相对偏差} = (\text{绝对偏差} / \text{多次测量的平均值}) \times 100\%$$

3. 误差产生的原因

引起误差的原因很多,一般分系统误差和偶然误差。

系统误差是由某种固定原因造成的,如测定方法,测量仪器和操作者本人的因素。这种误差的大小、正负有一定规律,重复测量时会重复出现,无法相互抵消,但可被发现和克服。

偶然误差是一些难以控制的偶然因素造成的,如仪器性能的微小变化等。这种误差有时大,有时小,它的出现服从统计规律,可以采取多次测量,取平均值的办法来减小和消除。

(二) 有效数字

在记录测量结果时,怎样反映出实验误差的大小,这就需要了解有效数字的概念。

1. 有效数字的概念

从仪器上能直接读出的(包括最后一位估计读数在内)几位数字叫有效数字。最后这位数字虽是估计的,但决非臆造,因而是有有效的。

有效数字与数学上的数字有不同的含义。数学上的数只表示大小,有效数字不仅表示量的大小,还表示测量结果的可靠程度,反映所用仪器和实验方法的准确度。例如,某物质在托盘天平上称量得 3.6g,托盘天平只可称量至 0.1g(估计读数),因此该物的质量为 $3.6 \pm 0.1\text{g}$,有效数字是两位。用托盘天平称量的绝对误差为 0.1g,相对误差为:

$$(0.1/3.6) \times 100\% = 3\%$$

如果用电光天平称量,因电光天平可称量至 0.0001g,该物称得为 3.6015g,五位有效数字,此时绝对误差为 0.0001g,相对误差为:

$$(0.0001/3.6015) \times 100\% = 0.003\%$$

记录数据时,不能随便写。任何超过或低于仪器准确限度的有效数字的数字都是不恰当的。例如,用电光天平称量物质的质量为 3.6105g,若记成 3.61g,则相对误差就变为:

$$(0.01/3.61) \times 100\% = 0.3\%$$

夸大了误差,缩小了准确度。

有效数字的位数可用下面数值来说明:

数值	23.00	23.0	23	0.2030
有效数字位数	4位	3位	2位	4位
	0.203	0.0203	0.0023	
	3位	3位	2位	

由此可以看出,“0”在数字前仅起定位作用,不是有效数字;“0”在数字中间或最后,既表示一定数量,又是有效数字。所以 23.00为 4位有效数字,0.0203为 3位有效数字,而 0.0023就只有 2位有效数字。

2. 有效数字的运算规则

1) 加减法 和或差的有效数字按各原始数据中, 小数点后位数最少的计。例如

$$\begin{array}{r} 0.0121 \\ 1.056 \\ +) 25.64 \\ \hline 26.7081 \end{array} \quad \Longrightarrow \quad \begin{array}{r} 0.01 \\ 1.06 \\ +) 25.64 \\ \hline 26.71 \end{array}$$

有效数字应为 26.71, 四位有效数字。因为在 25.64 这个原始数据中的 4 为估计值, 再保留小数点后第三位数字就无意义了。

2) 乘除法 积和商的有效数字按原始数据中有效数字位数最少的确定。注意 10 的方次不影响有效数字的位数。例如:

$$\begin{array}{r} 1.312 \\ \times) 23 \\ \hline 3936 \\ 2624 \\ \hline 30.176 \end{array} \quad \Longrightarrow \quad \begin{array}{r} 1.3 \\ \times) 23 \\ \hline 39 \\ 26 \\ \hline 29.9 \rightarrow 30 \end{array}$$

因为 23 这个数字中 3 是估计值, 3 乘以任何数都将是可疑值, 即 30.176 中的 0 为可疑值, 所以只能保留两位有效数字, 最后结果为 30。

II 基本操作

一、常用玻璃仪器的洗涤与干燥

化学实验常常是在玻璃仪器中进行的。用不清洁的仪器进行实验,往往得不到正确的结果,因此进行实验前首先应将仪器洗涤干净,用完后也应立即洗净。

(一)玻璃仪器的洗涤

洗涤仪器的方法很多,应根据实验要求、污物的性质和污染程度选择洗涤方法。

1. 用水刷洗 主要是洗去可溶性物质和附在仪器上的尘土及不溶性物质。对于试管、烧杯、量筒等口径较大的玻璃仪器或瓷器,可在容器内先注入 $\frac{1}{3}$ 的自来水,选用大小合适的刷子洗刷,然后用水冲洗,如果将水倾出后,内壁能均匀地被水润湿而不沾附水珠,应算洗干净,然后根据实验要求决定是否需用蒸馏水冲洗。

管口太小的仪器,如滴定管、移液管的洗涤方法是在管内罐(吸)入少量水,然后使仪器成水平状并转动仪器使水浸润管内任何部位,排出水后,再如此洗涤数次,最后用蒸馏水洗两遍。

2. 用洗衣粉或洗洁净刷洗 洗衣粉和洗洁净中含碱性物质及表面活性剂等,能去油污,洗涤效果较好。用水刷洗过的仪器仍有水珠沾附容器的内壁,表明仪器内壁有油脂或其它垢迹污染,此时可用湿的刷子沾洗衣粉(或洗洁净)等刷洗,去除油污,再用自来水冲洗干净,最后用少量蒸馏水冲洗二、三次。

用毛刷洗涤试管时,注意刷子的毛必须“顺着”伸入试管中,并用手指抵住试管末端,避免将底部穿破,如果刷毛“逆着”露出铁丝

容易将试管弄破。不要同时抓住一把试管洗涤,应该一支一支地洗。

3. 用洗液清洗 进行精确的定量实验时,一些容量仪器(容量瓶、移液管、滴定管等)要用洗液清洗。用洗液洗是一种化学处理方法,常用的洗液为铬酸洗液(将 $5\text{gK}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶于 10ml 热水中,冷却后以浓硫酸稀释至 100ml)。这种洗液具有很强的氧化性和去污能力。在玻璃容器中(尽量少带水分或不带水分以免将洗液稀释)注入少量洗液,转动仪器使其内壁全部为洗液浸润,放置一段时间后,将洗液倒回原瓶,然后用自来水冲洗干净,最后用蒸馏水冲洗二、三次。

(二) 仪器的干燥

洗净的仪器如需干燥可采用以下方法:

1. 烘干 洗净的仪器可放在电热干燥箱(烘箱)内烘干。仪器放进烘箱之前应尽量将水倒净,以免水珠滴到电炉丝上损坏电炉丝。有刻度的量具不宜在烘箱中烘干。

2. 烤干 烧杯和蒸发皿可以放在石棉网上用小火烤干,试管可直接用小火烤(如图 1)操作时,试管略为倾斜,管口向下,先加热试管底部,逐渐向管中移动,如管口凝结水滴,可用碎滤纸吸去,烤至无水珠后,将试管口朝上,再烘烤片刻,以赶尽水气。

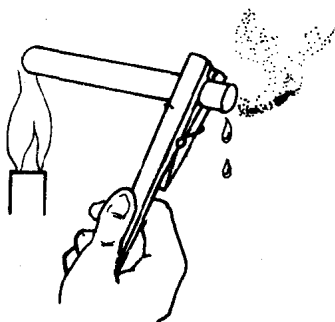


图 1 在灯焰上烤干试管

3. 晾干 洗净的仪器可倒置在干净的仪器架上晾干待用。

4. 吹干 急需干燥仪器来不及烘干时,可用热吹风机将仪器吹干。最好将洗净的仪器用少量乙醇润湿,然后倾出乙醇晾干或

吹干。

二、基本量度仪器的使用方法

(一)液体体积的量度仪器

1. 量筒 量筒是化学实验中最常用来量度液体体积的仪器。它有各种不同的容积(图 2),可以根据不同的需要来选用。例如需要量取 8ml 液体,如果使用 100ml 量筒则所得液体的误差至少有 1ml 即 8 ± 1 ml,为了提高测量的准确度,可以换用 10ml 量筒,此刻,量出体积的误差可以降低到 0.1ml,即 8.0 ± 0.1 ml。读取量筒的刻度值,一定要使视线与量筒内液面(半月形弯曲面)的最低点处在同一水平线上(见图 3),以免造成测量的误差。

量筒不能做反应器用,不能装热的液体,也不能加热。

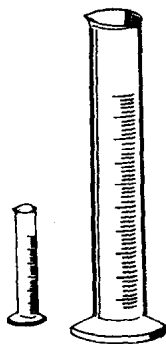


图 2 量筒

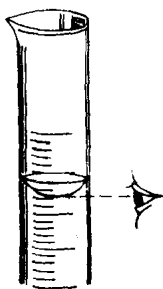


图 3 量筒刻度的读法

2. 移液管 移液管是用来精确移取一定体积液体的仪器。它有球形和刻度两种形式(图 4)。移液管的容量有多种,球形移液管多为 25ml 和 50ml,在球部以上细管刻有一标度线,当所吸液体弯月面与标线相切,液体自然流完,则液体体积在一定温度下,即等于管上所标体积,如 25.00ml。

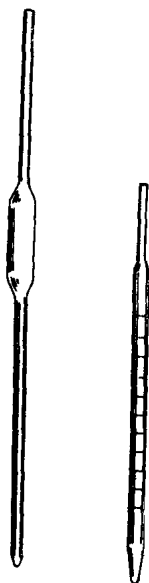


图 4 移液管

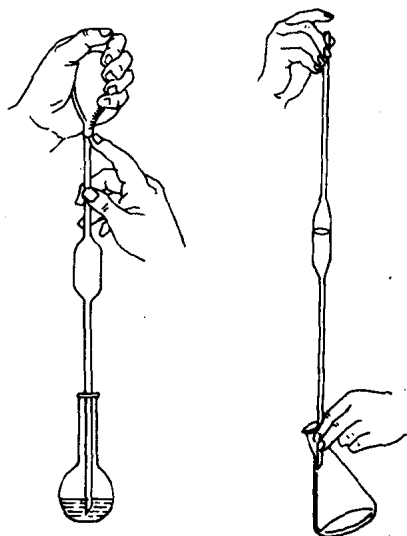


图 5 移液管的使用

刻度移液管常用的有 2ml、5ml 和 10ml。

移取液体时,将移液管的尖端深深地插入液体并接近容器的底部,如图 5 所示;再用吸耳球在移液管上端慢慢吸取,先吸取 3~5ml 溶液冲洗移液管 2~3 次弃去,然后再将液体吸至高于刻度线处,迅速用食指堵住管的上口。

将移液管垂直提离液面,微动食指,使管内液体的弯月面下降到刻度线处,用食指压紧管口,将移液管伸入盛液体的干净容器(锥形瓶、烧杯等),移液管的尖口靠紧接受器的内壁,注意保持移液管为垂直状,如图 5 所示。松开食指,使液体自然流出,待液体不再流时,稍停片刻(约 3~5 秒),再将移液管取出。此时移液管尖端尚留有少量液体,不可吹入盛液瓶内,因移液管的容量只计算自然流出的液体。

3. 容量瓶 它是为配制准确浓度的溶液用的。容量瓶是一种

细颈平底瓶,瓶口配有磨口塞或塑料塞,颈部刻有标线,瓶上标明使用温度及容量,如 20°C 、100ml,即说明当液体弯月面与标线相切, 20°C 时,液体的准确体积为100.00ml。

使用容量瓶,首先应检查是否漏水。检查方法如下:

在瓶内盛约半满的水,塞好瓶塞,一手拿瓶,另一手食指顶住瓶塞,如图6(b),然后瓶将倒置(图6c),观察瓶塞周围是否有水漏出。如不漏,将瓶塞旋转 180° ,再次检查是否漏水。不漏的容量瓶才能使用。

用固体配制液时,应在烧杯中将固体溶解,然后将溶液转移至容量瓶中,如图6(a)。用蒸馏水洗涤烧杯3~4次,洗涤液均应倒入容量瓶中,然后再往瓶内加蒸馏水,当液面低于标线约1~2cm时,用滴管滴加蒸馏水至标线处,塞好瓶塞,按检查漏水方法将容量瓶反复倒转,以使瓶内溶液混合均匀。

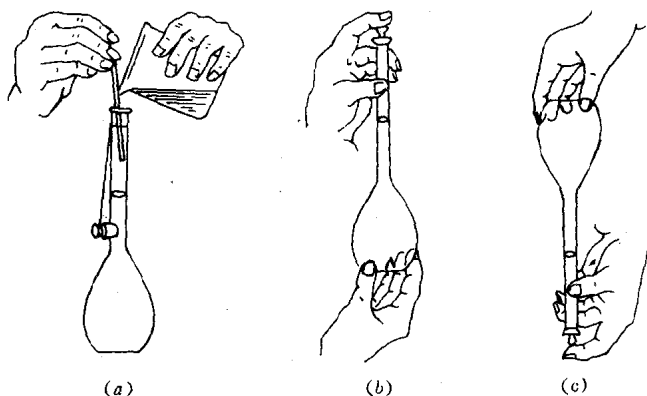


图6 容量瓶的使用

4. 滴定管 滴定管有两种形式,一种是下端具有玻璃活塞的“酸式滴定管”;另一种是下端具有乳胶管和玻璃球的“碱式滴定管”。如图7所示。