

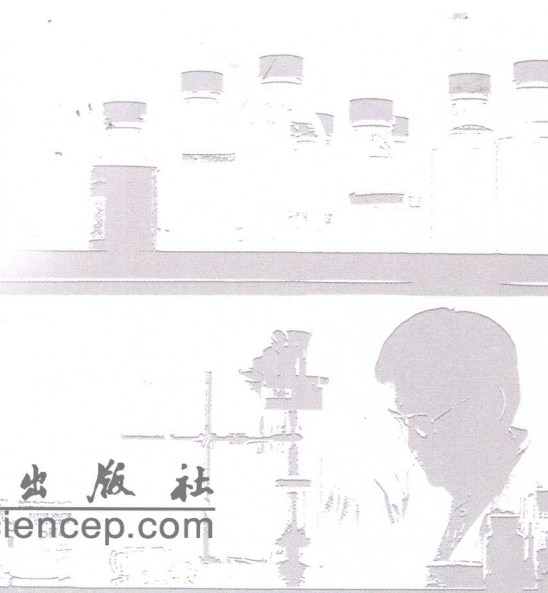
普通高等教育“十一五”国家级规划教材配套教材

基础化学实验

魏庆莉 罗世忠 解从霞 主编



科学出版社
www.sciencep.com



普通高等教育“十一五”国家级规划教材配套教材

基础化学实验

魏庆莉 罗世忠 解从霞 主编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书是“普通高等教育‘十一五’国家级规划教材”《基础化学教程(无机与分析化学)》(傅洵等,2007,科学出版社)的配套实验教材。全书将原无机化学与分析化学实验的基本内容统一安排,既强化基础,又注重能力和创新精神的培养。主要内容包括:基础化学实验基本知识与技术,基本实验(基本操作训练、化学基本原理的应用及常数测定、定量分析实验、元素及其化合物的性质实验),综合性实验和准设计性实验。准设计性实验不仅有利于学生创新能力的培养,而且能提高撰写科技论文的能力。

本书适用于普通高等学校化学、应用化学、材料科学、化学工程与工艺、环境科学、轻化工程等相关专业的本科生,也可供相关专业教师及学生参考。

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验 / 魏庆莉, 罗世忠, 解从霞主编. —北京: 科学出版社, 2008
(普通高等教育“十一五”国家级规划教材配套教材)

ISBN 978-7-03-022042-4

I. 基… II. ①魏…②罗…③解… III. 化学实验-高等学校-教材 IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 099655 号

责任编辑: 杨向萍 陈雅娴 / 责任校对: 刘亚琦

责任印制: 张克忠 / 封面设计: 耕者设计工作室

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>

双青印刷厂印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2008 年 9 月第 一 版 开本: B5(720×1000)

2008 年 9 月第一次印刷 印张: 17 1/2

印数: 1—3 500 字数: 336 000

定价: 26.00 元

(如有印装质量问题, 我社负责调换〈双青〉)

前 言

基础化学实验是一门独立的基础实验课程,是化学实验的重要分支,在课程体系和人才培养方面占有很大的比重和重要的地位,也是学生学习其他化学实验课的基础。基础化学实验是中学生进入大学后接触的第一门化学实验课,虽然该课程独立开设,但在内容上和无机与分析化学课程密切结合,实验课与理论课两者既相互独立、自成教学体系,又互为依托、相辅相成、各有特色。

基于对大学基础化学实验教学基本要求的深刻理解以及对普通高等学校一年级学生的基础知识及动手能力的了解,结合多年的教学经验,我们编写了《基础化学实验》。本书既强化基础,又注重能力和创新精神的培养。主要内容包括:基础化学实验基本知识与技术,基本实验(基本操作训练、化学基本原理的应用及常数测定、定量分析实验、元素及其化合物的性质实验,共40个实验),综合性实验(6个实验)和准设计性实验(8个实验)。不同专业可以根据实际需要选择合适的实验项目。

本书的编写特点主要体现在:

(1) 强化基础,注重基本技能的训练。基本实验部分精选经典实验,在确保训练学生基本技能的前提下,增加了反映高新技术与实际应用相关的内容。强调实验的可操作性、适用性,注重实验的科学化、现代化、系列化、应用化、微型化和绿色化。内容涉及基本操作训练、无机合成、组分提纯、定性和定量分析与化学常数的测定。

(2) 注重能力和创新精神的培养。本书除基本实验和综合实验内容外,还编排了准设计性实验。准设计性实验介于综合性和设计性实验之间,可以使综合性实验设计化,设计性实验指导化。学生在充分查阅文献、运用已有的理论知识反复推敲后,在教师的指导下设计出最佳方案。该类实验不仅能使学生较全面地巩固所学的理论知识 and 基本操作技能,而且通过查阅文献能扩大知识面,提高用计算机分析及处理数据、综合整理实验报告及撰写科技论文的能力,为大学二年级进行设计性实验打下良好的基础,有利于提高教学质量。

本书由魏庆莉、罗世忠、解从霞担任主编,参加编写的还有王春芙、李会平、张振英和于莹。编写分工如下:魏庆莉(第1章、第2章2.1~2.5节),李会平(第2章2.6节),张振英(第3章),罗世忠(第4、5章),王春芙(第6章),解从霞(第7、8章),于莹(附录)。全书由魏庆莉统稿。

在本书编写过程中,青岛科技大学教务处给予了立项支持,科学出版社和青岛

科技大学化学与分子工程学院给予了极大的帮助和支持,青岛科技大学傅洵教授对本书的编写提出了宝贵意见,在此一并表示感谢。同时感谢基础化学实验中心和基础化学教研室全体教师的大力支持和帮助。在编写过程中,编者还参阅了兄弟院校已出版的多本相关实验教材,谨表谢意。

由于编者业务水平和教学经验所限,书中难免有不妥与错误之处,欢迎读者批评指正。

编 者

2008年5月于青岛

目 录

前言

第一部分 基础化学实验的基本知识与技术

第 1 章 绪论	3
1.1 基础化学实验的学习目的和方法	3
1.2 实验报告格式示例	5
1.2.1 制备或提纯实验示例	5
1.2.2 测定实验示例	6
1.2.3 性质验证实验示例	8
1.3 化学实验室规则	8
1.4 化学实验室安全与事故处理	9
1.4.1 化学实验室安全规则	9
1.4.2 化学实验意外事故的处理	10
1.5 实验室三废处理	11
1.5.1 废气的处理	11
1.5.2 废液的处理	12
1.5.3 废渣的处理	12
1.6 实验结果的数据表达与分析	13
1.6.1 有效数字及其运算规则	13
1.6.2 实验数据的采集	14
1.6.3 实验数据的分析	14
第 2 章 基础化学实验基本知识	24
2.1 常用玻璃量器的洗涤、干燥与使用	24
2.1.1 仪器的洗涤	24
2.1.2 仪器的干燥	26
2.1.3 玻璃量器的使用	27
2.2 试剂的配制、保管与取用	33
2.2.1 常用试剂的规格	33
2.2.2 试剂溶液的配制	34
2.2.3 试剂的保管与取用	34

2.2.4 标准溶液及其配制	37
2.3 溶解、熔融、蒸发和结晶	38
2.3.1 实验室常用的加热方法	38
2.3.2 试纸和滤纸的使用方法	42
2.3.3 溶解与熔融	43
2.3.4 蒸发与浓缩	44
2.3.5 蒸干和灼烧	45
2.3.6 结晶与重结晶	45
2.4 沉淀的生成、分离和洗涤	45
2.4.1 沉淀的生成	45
2.4.2 沉淀与溶液的分离和洗涤	46
2.4.3 沉淀的干燥和灼烧	52
2.5 纯水的制备和检验	54
2.5.1 纯水的制备	55
2.5.2 纯水的检验	56
2.5.3 纯水的合理利用	57
2.6 常用分析仪器的原理及使用方法	57
2.6.1 分析天平	57
2.6.2 酸度计	62
2.6.3 电导率仪	65
2.6.4 分光光度计	68
2.6.5 原子吸收分光光度计	70
2.6.6 气相色谱仪	71

第二部分 基本实验

第3章 基本操作训练	77
实验1 常用仪器的认领、洗涤和使用	77
实验2 分析天平的称量练习	78
实验3 容量器皿的校准	80
实验4 酸碱标准溶液的配制与浓度的比较	83
实验5 粗食盐的提纯	86
实验6 硝酸钾的制备与提纯	88
实验7 硫酸亚铁铵的制备	90
第4章 化学基本原理的应用及常数测定	93
实验8 乙酸离解常数的测定——电位滴定法	93

实验 9	H_3BO_3 的测定——线性滴定法	95
实验 10	BaSO_4 溶度积常数的测定——电导率法	98
实验 11	离子选择性电极测定水中微量的氟	100
实验 12	氯离子选择性电极法测定氯化铅的溶度积常数	103
实验 13	邻二氮杂菲分光光度法测定微量铁	105
实验 14	磺基水杨酸合铁(Ⅲ)配合物的组成及稳定常数的测定	108
实验 15	化学反应焓变的测定	111
实验 16	化学反应速率与活化能的测定	115
实验 17	排放水中微量铜的测定	120
实验 18	气相色谱法分析苯系物	122
第 5 章	定量分析	125
实验 19	碱灰中总碱度的测定	125
实验 20	有机酸摩尔质量的测定	127
实验 21	铵盐中氨的测定——甲醛法	129
实验 22	EDTA 标准溶液的配制和标定	131
实验 23	水的硬度测定——配位滴定法	133
实验 24	铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定	136
实验 25	高锰酸钾标准溶液的配制和标定	138
实验 26	石灰石中钙含量的测定	140
实验 27	过氧化氢含量的测定	142
实验 28	铁矿石中铁含量的测定—— $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 法	144
实验 29	水样化学耗氧量(COD)的测定—— $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 法	147
实验 30	碘和硫代硫酸钠溶液的配制和标定	150
实验 31	维生素 C 含量的测定	154
实验 32	氯化物中氯离子含量的测定	157
实验 33	$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中钡含量的测定——重量法	162
实验 34	钢铁中镍含量的测定——丁二酮肟镍重量法	165
第 6 章	元素及其化合物的性质	168
实验 35	p 区(Ⅰ): 卤素、氧、硫、氮、磷	168
实验 36	p 区(Ⅱ): 锡、铅、铋、铊、铝	175
实验 37	d 区: 铬、锰、铁、钴、镍	179
实验 38	ds 区: 铜、银、锌、镉、汞	186
实验 39	电离平衡和沉淀反应	191
实验 40	常见阴离子混合液的分离与鉴定	195

第三部分 综合实验和准设计性实验

第 7 章 综合实验	205
实验 41 五水硫酸铜的制备、提纯及其铜含量测定	205
实验 42 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成及组成测定	210
实验 43 “胃舒平”药片中铝和镁的测定	215
实验 44 蛋壳中 Ca、Mg 总量的测定——配位滴定法	217
实验 45 硅酸盐水泥中硅、铁、铝、钙、镁含量的测定	219
实验 46 三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备及其组成的测定	222
第 8 章 准设计性实验	226
实验 47 番茄、番茄汁饮料中维生素 C 含量的测定	226
实验 48 酱油中 NaCl 的测定	228
实验 49 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备及组成测定	230
实验 50 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的制备及其质量分数的测定	232
实验 51 实验室(碘量法)含铬废液的处理与检测	234
实验 52 碘量法废液中碘的回收	236
实验 53 从废电池回收锌皮制备硫酸锌	238
实验 54 聚合氯化铝钙的合成、性能参数的测定及应用	239

附 录

附录 1 298.15K 时弱酸在水中的离解常数	245
附录 2 298.15K 时弱碱在水中的离解常数	246
附录 3 常用酸碱试剂的浓度和密度	246
附录 4 常用酸碱指示剂	247
附录 5 常用酸碱混合指示剂	247
附录 6 常用酸碱缓冲溶液及配制方法	248
附录 7 常用的沉淀指示剂	248
附录 8 常用氧化还原性指示剂	248
附录 9 常用金属指示剂的使用情况	249
附录 10 常见难溶电解质的溶度积 $K_{\text{sp}}^{\ominus}$ (298.15K, 离子强度 $I=0$)	249
附录 11 标准电极电势(298.15K)	250
附录 12 条件电极电位(298.15K)	253
附录 13 一些常见配离子的稳定常数	254
附录 14 常见离子和化合物的颜色	254

附录 15	某些试剂的配制	256
附录 16	常见化合物的相对分子质量	258
附录 17	常用基准物质及其干燥条件与应用	261
附录 18	常见阳离子与常用试剂的反应总表	262
附录 19	常见阴离子与常用试剂反应总表	266

第一部分

基础化学实验的基本知识与技术



第1章 绪 论

1.1 基础化学实验的学习目的和方法

化学是一门以实验为基础的自然科学,许多化学理论与规律源自实验,同时又被实验所检验。对科学工作者而言,实验技术是十分重要的。化学实验课是传授知识和技能、训练科学思维和方法、培养科学精神和职业道德、全面实施化学素质教育的最有效的形式之一。

在基础化学的学习中,实验占有极其重要的地位。基础化学实验是化学化工类专业学生所学的第一门专业基础课,是一门独立设置的课程,但又和无机与分析化学理论课有紧密的联系。本实验课程包括基础化学中的重要原理、无机化合物的制备与提纯、分析鉴定、元素及化合物的性质等化学实验,通过实验教学达到以下目的:

(1) 通过仔细观察实验现象,获得化学感性知识,巩固和扩展课堂中所学知识,为理论联系实际提供具体的条件。

(2) 熟练掌握实验操作的基本技术,正确使用化学实验中的各种常见仪器。

(3) 加深对基础化学理论的理解,确立准确的“量”的概念,了解并掌握影响实验结果的关键环节,掌握实验数据的处理方法。

(4) 培养严谨的科学态度和良好的工作作风,以及独立思考、分析问题、解决问题的能力。

(5) 逐步掌握科学研究的方法,养成良好的学习习惯和实验习惯,为学习后续课程及将来的科研和生产工作打好基础。

要达到上述目的,必需有正确的学习态度和学习方法。基础化学实验的学习方法,大致可从预习、实验和实验报告三个方面来掌握。

1. 预习

实验前充分预习是做好实验的前提。预习的内容包括:

(1) 阅读实验教材和教科书中的有关内容,必要时参阅有关资料。

(2) 明确实验目的和要求,透彻理解实验的基本原理。

(3) 明确实验内容、操作过程和实验时应当注意的事项。

(4) 实验前认真思考实验中可能出现的问题,并从理论上加以解决。

(5) 查阅有关教材、参考书、手册,获得该实验所需的化学反应方程式、常数等。

(6) 通过对实验的理解,在记录本上简要写出实验预习报告,其中实验步骤尽可能用方框图、箭头等符号表示。

写出预习笔记,实验前未进行预习者不准进行实验。

2. 实验

实验是培养独立工作和思维能力的重要环节,必须认真、独立完成实验内容。根据实验教材所规定的方法、步骤、试剂用量和实验操作规程进行操作,实验中应该做到以下几点:

(1) 认真操作,细心观察。对每一步操作的目的、作用以及可能出现的问题进行认真地探究,并把观察到的现象、测得的实验数据及时、详细、如实地记录下来,不得涂改,也不得记录在纸片上。

(2) 深入思考。如果发现观察到的实验现象与理论不符合,首先要尊重实验事实,然后认真分析原因,并重做实验。必要时可做对照实验、空白实验或自行设计实验来核对,直至得出正确的结论。

(3) 当实验中遇到难以解释的疑难问题和异常现象时,可提请实验指导教师解答。

(4) 勤于思考,注意培养严谨的科学态度和实事求是的科学作风,不能弄虚作假、随意修改数据。若定量实验失败或产生的误差较大,应努力寻找原因,并经实验指导教师同意后重做实验。

(5) 在实验过程中应保持严谨的态度,严格遵守实验室规则。实验后做好结束工作,包括清洗、整理仪器和药品,清理实验台面,清扫实验室,检查电源开关,关好门窗。

3. 实验报告

实验报告是实验的总结,是把感性认识上升到理性认识的重要环节,是培养学生分析、归纳、总结、写作能力的重要步骤。实验报告要求字迹端正、整齐清洁、语句通顺、格式统一,一般应包括以下内容:

(1) 实验名称,日期,环境温度,实验者姓名及班级代号、学号,指导教师姓名。

(2) 实验目的。

(3) 实验原理。要求简明扼要,尽量用化学语言表达。

(4) 实验步骤。通过简图、表格、化学反应方程式、符号等简洁明了地表示。

(5) 实验现象和数据记录。根据实验现象进行数据整理、归纳、计算,表达要正确,数据记录要完整。绝对不允许主观臆造或抄袭他人的报告。

(6) 结果讨论与分析。对实验进行小结,包括对实验现象与结果的分析讨论。也可对实验的整体设计提出自己的意见和建议,实验中的一切现象(包括异常现象)都应进行讨论,定量实验应分析实验误差产生的原因。对实验方法、教学方法和实验内容等提出意见或建议。

(7) 思考题的解答。

1.2 实验报告格式示例

基础化学实验大致可分为以下几种类型:制备或提纯实验、测定实验、性质验证实验。现将几种不同类型的实验报告格式介绍如下,以供参考。

1.2.1 制备或提纯实验示例

姓名: 班级: 学号: 同组者: 实验日期:
实验名称: 指导教师: 成绩:

实验 X 粗食盐的提纯

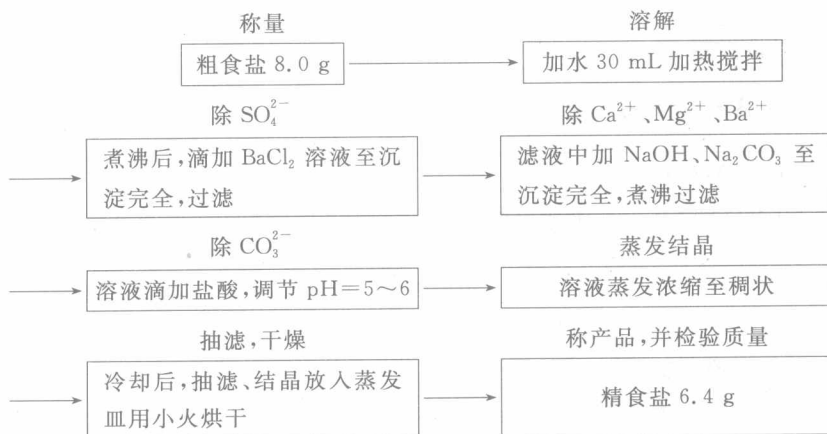
一、实验目的

- (1) 学习提纯粗食盐。
- (2) 学习溶解、加热、过滤、蒸发、结晶、干燥等无机制备中的基本操作。

二、实验原理

略。

三、实验步骤



四、产品纯度检验

检验项目	检验方法	实验现象	
		粗食盐	精食盐
SO_4^{2-}	加入 BaCl_2 溶液	白色沉淀	无色溶液
Ca^{2+}	加入 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液	白色沉淀	无色溶液
Mg^{2+}	加入 NaOH 溶液和镁试剂	天蓝色溶液	紫色溶液

结论:得到的精食盐中已除去 SO_4^{2-} 、 Ca^{2+} 和 Mg^{2+} 。

五、实验结果

产 率: $6.4/8.0 \times 100\% = 80\%$ 。

产品质量:合格。

六、问题与讨论

根据产品产率和质量讨论做好实验的关键所在。

1.2.2 测定实验示例

姓名: 班级: 学号: 同组者: 实验日期:

实验名称: 指导教师: 成绩:

实验 X 氯化铅的溶度积常数及自来水中微量氯的测定

一、实验目的

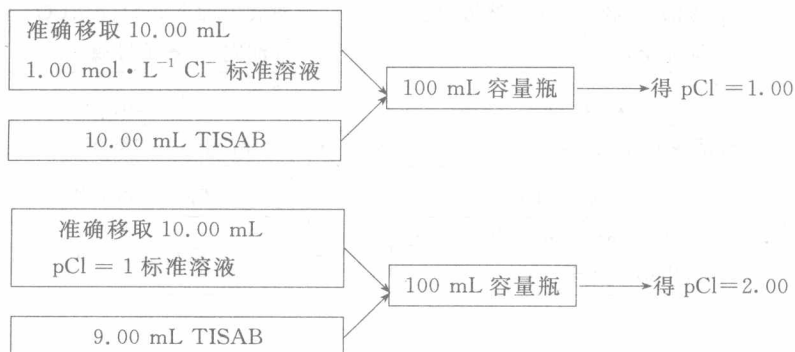
- (1) 学习直接电位法测定氯离子含量及溶度积常数的原理和方法。
- (2) 学习使用酸度计。

二、实验原理

略。

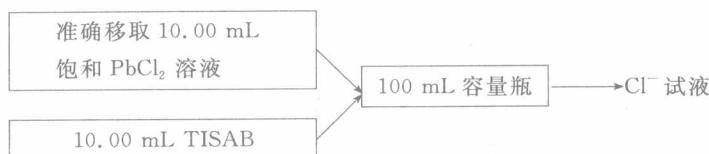
三、实验步骤

1. 标准系列溶液的配制



用同样的方法制得 $pCl=3.00$ 、 $pCl=4.00$ 、 $pCl=5.00$ 的溶液。

2. Cl^- 试液的配制



3. E 的测定

(1) 洗空白值: 用去离子水洗氯电极至空白值 $+300\text{ mV}$ (-300 mV)。

(2) 系列标准溶液 E 的测定: 将洗好的氯电极用待测液冲洗后, 从稀至浓依次测 $pCl=5.00$ 、 $pCl=4.00$ 、 $pCl=3.00$ 、 $pCl=2.00$ 的溶液的电动势 E 。

(3) Cl^- 试液 (饱和试液) E 的测定: 再用去离子水洗氯电极至空白值 $+300\text{ mV}$ (-300 mV), 测待测液的电动势 E 。

四、数据处理

1. 数据记录

pCl	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00	Cl^- 试液
E/mV	52	107	162	214	252	121

2. 绘图

3. 计算 $[Cl^-]$ 及 $K_{sp}^\ominus$

从图 1.1 中查出 E_x 对应 $pc_x = 2.317$, 则

$$c_x = [Cl^-] = 4.82 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$$

$$\begin{aligned}
 K_{sp, PbCl_2}^\ominus &= [Pb^{2+}][Cl^-]^2 \\
 &= 1/2[Cl^-]^3 \\
 &= 1/2[10 \times 4.82 \times 10^{-3}]^3 \\
 &= 6.00 \times 10^{-5} (\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})^3
 \end{aligned}$$

五、注意事项

略。

六、问题与讨论

略。

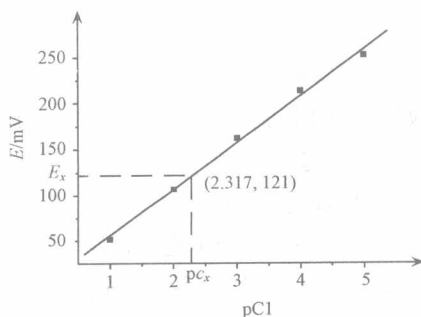


图 1.1 Cl^- 标准溶液的工作曲线