

高等学校“十三五”规划教材

大学化学基础实验

刘瑾 主编

王颖 李真 副主编



DAXUE HUAXUE JICHU SHIYAN



化学工业出版社

高等学校“十三五”规划教材

大学化学基础实验

刘瑾 主编

王颖 李真 副主编



化学工业出版社

· 北京 ·

《大学化学基础实验》将四大化学实验进行了充分融合,在介绍实验基本知识和基本操作后,按基础,性质和表征,综合、设计与研究性三个层次来组织实验教学,全书共 100 个实验项目,可满足本科阶段的用书需求。附录为化学实验常用仪器与数据表。

《大学化学基础实验》可作为化学类、化工类、材料类、轻工类、环境类、能源类、土木类等各专业的教材,也可供相关人员参考。

大学化学基础实验

图书在版编目 (CIP) 数据

大学化学基础实验/刘瑾主编. —北京:化学工业出版社, 2018. 8

高等学校“十三五”规划教材

ISBN 978-7-122-32671-3

I. ①大… II. ①刘… 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 (2018) 第 158837 号

责任编辑:宋林青

责任校对:边涛

文字编辑:刘志茹

装帧设计:关飞

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印刷:大厂聚鑫印刷有限责任公司

装订:三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 29³/₄ 彩插 1 字数 782 千字 2018 年 10 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询:010-64518888 (传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:68.00 元

版权所有 违者必究

前言

本书是根据工科基础化学实验课程的教学基本要求,融合了面向 21 世纪工科(化工类)化学化工系列课程体系教学改革成果和我校承担的安徽省基础化学实验示范中心及安徽省基础化学实验开放实训基地建设等教学研究改革成果,结合我校基础化学实验教学实际编写的教材。本书既可作为化学化工类、材料类专业的基础化学实验课程教材,也可供环境生态、能源矿冶、机械电子、土木建筑类专业作为参考。全书改变了传统的无机及分析化学、有机化学、物理化学各自组织实验的课程体系,将实验课分为基础、性质与表征、综合、设计与研究性三个层次来组织实验课教学。

第一层次是基础实验,包括无机及分析化学、有机化学基础实验的单元操作练习、基本操作训练和一些小型实验和基本制备与合成实验,通过无机、有机合成实验培养学生对化学反应过程的理解和认识。基础实验使学生掌握基本操作技术、熟悉实验仪器、学会实验方法,为后续实验准备条件、打好基础。第二层次是物质的性质与表征实验,将化合物性质和化学反应与仪器分析、物理化学结合起来,以产物表征、组成分析、结构分析和性质测试为主,达到培养学生综合运用化学知识能力的目的。第三层次是综合、设计与研究性实验,主要内容是各分支学科重要知识的有机结合,包括多步复杂和较大的实验,按照一定命题,由学生自己查阅文献资料,设计实验方案,分析实验结果,最后得出结论。通过这些实验,学生不仅可以获得专业技术知识,受到科学研究的初步训练,培养实践能力和创新精神,还可将科研成果吸收到教学中来,使学生具有一定的综合研究能力,让学生尽早了解学科发展前沿,培养学生科学思维和独立开展化学实验的能力。

本书由刘瑾担任主编,王颖、李真任副主编,主要编写人员有宣寒、陈艳、曹田、朱绍峰、胡先海、胡寒梅、王秀芳、瞿其曙、宋小杰、程从亮、金杰、任琳等。

本书在编写过程中得到安徽建筑大学领导、材料与化学工程学院和基础化学实验示范中心建设领导小组的关心和全力支持,部分同学在本书编校过程中也给予了很多帮助,在此表示衷心的感谢。

本书以我校的实验教学实践以及部分教师的科研成果为基础,同时参考了部分兄弟院校已出版的教材、著作、中外文期刊等文献资料,在此一并表示衷心的感谢。安徽省教育厅实验教学示范中心和基础化学实验开放实训基地建设对本书的出版给予了有力支持,特此致谢!

由于编者水平与经验有限,疏漏之处在所难免,敬请读者批评指正。

安徽建筑大学《大学化学基础实验》编写组

2018 年 4 月

目录

第一部分 基本知识和基本操作 /1

第一章 绪论	1	二、电渗析水	26
第一节 大学化学基础实验课程的目的	1	三、去离子水	26
第二节 大学化学基础实验课程的要求	1	第三章 基本操作	28
一、实验前的预习	1	第一节 玻璃仪器的洗涤和干燥	28
二、学习方法	2	一、玻璃仪器的洗涤	28
三、实验过程与记录	2	二、仪器的干燥	29
四、实验报告	2	三、干燥器的使用	30
第三节 实验报告格式举例	2	第二节 试剂的配制和取用	31
第四节 数据处理及误差分析	6	一、固体试剂的取用	31
一、有效数字	6	二、液体试剂的取用	31
二、实验数据的采集与处理	7	第三节 加热与冷却	32
三、准确度和精密度	9	一、加热装置	32
四、分析结果的报告	12	二、加热操作	33
第二章 基本知识	14	三、冷却方法	34
第一节 化学实验基本知识	14	第四节 玻璃量器及其使用	34
一、化学实验规则	14	一、滴定管	35
二、化学实验安全规则	14	二、移液管和吸量管	38
三、化学实验意外事故的处理	15	三、容量瓶	39
四、消防知识	15	四、量筒和量杯	39
五、三废处理	16	第五节 称量仪器及其使用	39
第二节 常用玻璃仪器	16	一、托盘天平	40
一、常用玻璃仪器简介	16	二、电子天平	40
二、有机化学实验的玻璃仪器	20	三、称量方法	43
第三节 试剂规格与存放	23	第六节 电位滴定仪及其使用	44
一、化学试剂的规格	23	一、概述	44
二、化学试剂的存放	24	二、仪器结构	46
第四节 试纸与滤纸	24	三、仪器的使用	48
一、用试纸检验溶液的酸碱性	24	第七节 酸度计及其使用	50
二、用试纸检验气体	25	一、基本原理	50
三、滤纸	25	二、雷磁 25 型酸度计	52
第五节 常用溶剂——纯水	25	三、pHS-2C 型酸度计	54
一、蒸馏水	26	第四章 分离及提纯	57
		第一节 常压蒸馏	57

一、基本原理	57
二、简单蒸馏操作	59
三、沸点测定的方法	61
第二节 分馏	61
一、简单的分馏操作	63
二、精密分馏	64
第三节 减压蒸馏	65
第四节 水蒸气蒸馏	68
一、基本原理	68
二、水蒸气蒸馏操作	69
三、水蒸气蒸馏的操作要点和注意事项	70
四、直接水蒸气蒸馏	70
第五节 萃取分离	70
一、基本原理	70
二、萃取体系	72
三、萃取操作	72
第六节 色谱分离法	74
一、薄层色谱分离法	74
二、柱色谱法	77

第七节 固液分离	79
一、固液分离方法	79
二、重量分析基本操作	82
第八节 重结晶	86
第九节 升华	87
一、基本原理	87
二、实验操作	88

第五章 基本物理量的测定技术 90

第一节 真空技术	90
一、真空的获得	90
二、真空的测量	92
第二节 压力的测定	98
一、压力的测定	99
二、测压仪表	99
第三节 温度的测定	102
一、温标	103
二、常用温度计	104

第二部分 实验部分/115

第六章 基本实验 115

实验一 简单玻璃加工操作	115
实验二 二氧化碳分子量的测定	116
实验三 硫酸亚铁铵的制备	118
实验四 摩尔气体常数的测定	120
实验五 盐酸溶液的配制与标定	124
实验六 氢氧化钠溶液的配制与标定	125
实验七 高锰酸钾溶液的配制与标定	126
实验八 EDTA 溶液的配制与标定及水中 硬度测定	128
实验九 硫代硫酸钠溶液的配制与标定	131
实验十 水中碱度的测定(双指示剂法)	134
实验十一 混合碱的 pH 滴定(电位 滴定法)	136
实验十二 过氧化氢含量的测定(高锰 酸钾法)	139
实验十三 水质化学需氧量的测定	140
实验十四 硫酸铜中铜含量的测定 (碘量法)	144
实验十五 水中溶解氧(DO)的测定 (碘量法)	145
实验十六 沉淀滴定法测定调味品中 氯化钠的含量	148

实验十七 纯水的制备与检验	150
实验十八 邻二氮杂菲分光光度法 测定铁	153
实验十九 熔点的测定	155
实验二十 荧光黄和碱性湖蓝 BB 的分离 (柱色谱)	156
实验二十一 从橙皮中提取柠檬烯	157
实验二十二 工业乙醇的蒸馏及沸点的 测定	159
实验二十三 环己烯的制备	160
实验二十四 正溴丁烷的制备	161
实验二十五 2-甲基-2-己醇的合成	163
实验二十六 乙酸乙酯的制备	164
实验二十七 乙酰乙酸乙酯的制备	166
实验二十八 4-苯基-2-丁酮的合成	168
实验二十九 苯甲醇和苯甲酸的制备	169
实验三十 微波合成乙酰水杨酸	172
实验三十一 苯片呐醇和苯片呐酮的 制备	173
实验三十二 水溶液中的离子平衡和水的 净化	174
实验三十三 金属材料的电化学腐蚀与 防护	178
实验三十四 人造能源——固体乙醇的	

制备	182
实验三十五 微波水热合成法制备纳米材料	183
实验三十六 丙酮碘化反应速率常数及活化能的测定	184
实验三十七 液体或固体密度的测定	187
实验三十八 粗食盐的提纯	189
实验三十九 五水硫酸铜的制备和质量分数的测定	191
实验四十 2-硝基-1,3-苯二酚的制备	192
实验四十一 环己酮的制备	194
实验四十二 乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备	194

第七章 性质和表征实验

实验四十三 燃烧热的测定	198
实验四十四 纯水的饱和蒸气压的测定	201
实验四十五 溶液偏摩尔体积的测定	204
实验四十六 双液系的气-液平衡相图	206
实验四十七 Sn-Bi 二组分金属相图的绘制	209
实验四十八 电导法测定乙酸解离常数	211
实验四十九 一级反应——蔗糖水解反应速率常数的测定	213
实验五十 二级反应——乙酸乙酯水解速率常数的测定	216
实验五十一 最大气泡法测溶液的表面张力	219
实验五十二 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 差示扫描量热分析实验(DSC)	224
实验五十三 磁化率的测定	229
实验五十四 偶极矩的测定	233
实验五十五 晶体结构分析——X射线粉末法	237
实验五十六 X射线衍射物相分析	242
实验五十七 镍在硫酸溶液中的阳极钝化行为	245
实验五十八 黏度法测定聚合物的分子量	247
实验五十九 热重分析法	252
实验六十 核磁共振实验	254
实验六十一 磺基水杨酸合铁(Ⅲ)的组成和 $K_{\text{稳}}$ 测定——分光光度法	255
实验六十二 GPC 法测聚丙烯酰胺聚合物的分子量及分布	258

实验六十三 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 溶胶的制备、纯化及性质研究	261
实验六十四 卡尔·费休法测定无水乙醇中微量水	264
实验六十五 荧光光度分析法测定维生素 B_2	267
实验六十六 气相色谱定性分析——纯物质对照法	268
实验六十七 毛细管色谱法分析白酒中若干微量成分的含量	270
实验六十八 氟离子选择电极测定自来水中的微量氟	271
实验六十九 聚乙烯和聚苯乙烯红外光谱的测绘——薄膜法	273
实验七十 苯甲酸红外吸收光谱的测绘——KBr压片法	275
实验七十一 Ag/氧化石墨烯复合物作 SERS 基底对罗丹明 B 的检测	277
实验七十二 自来水中钙镁含量的测定	278
实验七十三 高效液相色谱法测定饮料中咖啡因的含量	280
实验七十四 高效液相色谱法测定面粉中过氧化苯甲酰的含量	282
实验七十五 紫外分光光度法测定水杨酸的含量	283
实验七十六 自动电位滴定法测定酱油中总酸和氨基酸态氮	284
实验七十七 电池电动势的测定及应用	286
实验七十八 离子迁移数的测定——希托夫法	290

第八章 综合、设计与研究性实验 ...

实验七十九 化学反应摩尔焓变的测定与废液处理	293
实验八十 表面处理技术	300
I 电抛光	300
II 钢铁发蓝	301
III 金属与非金属电镀	302
实验八十一 可溶性硫酸盐中硫的测定——硫酸钡重量法	307
实验八十二 水泥熟料分析	309
实验八十三 自然水源质量分析	314
实验八十四 废弃物的综合利用	316
I 含铬废液的处理与比色测定(分光光度法)	316

II 废干电池的综合利用	317	性能的测试	344
III 从废版液中回收锌	319	I 电沉积工艺条件——Hull 槽试验	344
IV 从废定影液中制取单质银或 硝酸银	320	II 沉积层结构与性能测试	347
实验八十五 植物生长调节剂中间体对 氯苯氧乙酸的制备	320	实验九十五 三草酸合铁(III)酸钾的制备、 组成测定及表征	349
实验八十六 从茶叶中提取咖啡因	322	实验九十六 GC-ECD 法测定蔬菜中拟除虫 菊酯类农药残留量	354
实验八十七 Fe^{3+} 掺杂纳米 TiO_2 材料的 制备及光催化性能研究	323	实验九十七 植物叶绿体色素的提取、分离、 表征及含量测定	356
实验八十八 表面活性剂的性质实验	324	实验九十八 沸石分子筛合成及其性质 表征	359
实验八十九 石墨相 C_3N_4 的制备及催化 性能研究	327	实验九十九 金属酞菁的合成、表征和 性能测定	364
实验九十 硫化铜化合物的制备及对有机 染料的芬顿矿化	329	I 金属酞菁的合成	365
实验九十一 城市污水综合分析	331	II 金属酞菁的表征与性能测试	367
I 挥发酚的测定	331	III 设计实验	368
II 苯系物 ($\text{C}_6 \sim \text{C}_8$) 的测定	333	实验一百 甲烷部分氧化反应催化研究	370
III 城市污水苯胺的测定	334	I 催化剂的制备	370
实验九十二 硅酸盐水泥全分析	336	II 程序升温还原法表征多相催化剂	371
实验九十三 壳聚糖的制备	343	III 催化剂性能评价	373
实验九十四 镍电沉积及镀层的结构与			

第三部分 附录/375

附录 1 常用仪器操作规格	375	说明书	403
附录 1.1 DP-AF-II 型饱和蒸气压实验装置 使用说明书	375	附录 1.13 阿贝折光仪	405
附录 1.2 7200 型分光光度计	379	附录 1.14 GC7900 操作规范——TCD 检测器	408
附录 1.3 pH5-3C 型精密 pH 计使用操作 规程	381	附录 1.15 GC7900 操作规范——ECD 检测器	409
附录 1.4 DYJ 电泳实验装置使用 说明书	382	附录 1.16 GC7900 操作规范——FID 检测器	410
附录 1.5 SDC-II 数字电位差综合测试仪 使用说明书	384	附录 1.17 JXL-II 微电脑控制金属相图 实验炉	411
附录 1.6 SHR-15A 燃烧热实验仪使用 说明书	386	附录 1.18 高效液相色谱仪	413
附录 1.7 Renishaw 显微共焦激光拉曼光谱仪 操作说明	388	附录 1.19 A3-F 型原子吸收分光光度计 (火焰法) 常用测定操作	419
附录 1.8 WYG-4 型圆盘旋光仪	389	附录 1.20 Cary Eclipse 荧光分光光度计 操作规程	420
附录 1.9 WZZ-2 自动旋光仪说明书	392	附录 1.21 F-4600 荧光分光光度计标准 操作规程	421
附录 1.10 WRT-3P 热重分析仪使用 说明	395	附录 2 重要理化数据	424
附录 1.11 美谱达 V-1100D 型可见分光 光度计使用说明	400	附录 2.1 化学中与国际单位并用的一些 单位	424
附录 1.12 燃烧热实验——热量计使用		附录 2.2 几种常见酸碱的密度和浓度	425

附录 2.3	定性分析试液配制方法	425	附录 2.18	不同温度下水的表面张力	452
附录 2.4	特殊试剂的配制	426	附录 2.19	不同温度下液体的密度 (单位为 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	453
附录 2.5	某些离子和化合物的颜色	427	附录 2.20	常压下共沸物的沸点和组成	453
附录 2.6	某些氢氧化物沉淀和溶解时 所需的 pH	429	附录 2.21	高分子化合物特性黏度与分子量 关系式中的参数	454
附录 2.7	溶度积常数	429	附录 2.22	几种化合物的磁化率	454
附录 2.8	标准电极电势	430	附录 2.23	某些液体的折射率 (25°C)	454
附录 2.9	络合物的稳定常数 ($18\sim 25^{\circ}\text{C}$)	436	附录 2.24	乙醇水溶液的混合体积与浓度的 关系	455
附录 2.10	化合物的分子量	440	附录 2.25	几种溶剂的冰点下降常数	455
附录 2.11	标准缓冲溶液在不同温度下的 pH (定量分析用)	442	附录 2.26	弱电解质的解离常数 (约 $0.01\sim$ $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 水溶液)	455
附录 2.12	常用缓冲溶液的配制	442	附录 2.27	一些物质的热力学数据 (298.15K)	456
附录 2.13	常用指示剂	443	附录 3	常见离子鉴定方法	461
附录 2.14	一些无机物质常用的俗名	445	附录 3.1	常见阳离子的鉴定方法	461
附录 2.15	一些有机物质常用的俗名	446	附录 3.2	常见阴离子的鉴定方法	463
附录 2.16	常见无机化合物在水中的溶解度 (单位为 $\text{g}\cdot 100\text{g H}_2\text{O}^{-1}$)	448			
附录 2.17	不同温度下水的饱和蒸气压 (单位为 Pa)	451			

参考文献	465
------	-----

<<< 第一部分 >>>

基本知识和基本操作

第一章 绪 论

第一节 大学化学基础实验课程的目的

随着世界科学技术的飞速发展，现代化学的发展已进入到理论与实践并重的阶段。在我国高等教育进入大众化教育的背景下，在全面推进通识和素质教育的形势下，基础化学实验作为高等理工院校化工、材料、环境、生物等工程专业的**主要基础课程**，是培养学生动手能力和创新能力的重要课程。本书突破了原四大化学实验分科设课的界限，使之融合为一体，按照基本化学原理、化合物制备、合成、结构、性能的基本关系和化学实验技能培养重新组织实验课教学。该课程以**内含基本原理、基本方法和基本技术的化学实验**作为素质教育的媒体，通过实验教学过程达到以下目的：

① 以基本实验，性质与表征，综合、设计与研究实验三个层次的实验教学，模拟化学知识的产生与发展为化学理论的基本过程，培养学生以化学实验为工具获取新知识的能力。

② 经过严格的实验训练后，使学生具有一定的分析和解决较复杂问题的实践能力，收集和处理化学信息的能力，文字表达实验结果的能力，培养学生的科学精神、创新思维意识和创新能力以及团结协作精神。

第二节 大学化学基础实验课程的要求

为了达到上面提出的课程目标，规范实验教学过程，学生应在以下环节严格要求自己。

一、实验前的预习

弄清实验目的和原理，仪器结构、使用方法和注意事项，药品或试剂的等级、物化性质（熔点、沸点、折射率、密度、毒性与安全等数据）。实验装置、实验步骤要做到心中有数，避免边做边翻书的“照方抓药”式实验。实验前认真地写出预习报告。预习报告应简明扼

要，但切忌照抄书本。实验过程或步骤可以用框图或箭头等符号表示（参照本章第三节）。

二、学习方法

本教材的基本实验是在教学过程中经多年使用较为成熟的，因而容易做出结果。但不要认为生产或科研中的实际问题都可以如此顺利解决，应当自己多问几个为什么。对于性质和表征实验，要搞清楚化合物的性质和相关的表征手段，这些手段基于什么理论和原理，以及表征方法的使用条件和局限性；对于综合、设计和研究实验，重在培养创新和开拓意识，以及综合应用化学理论和实践知识的能力，对这部分实验，首先要明确需要解决的问题，然后根据所学的知识（必要时应当查阅文献资料）和实验室能提供的条件选定实验方法，并深入研究这些方法的原理、仪器、实验条件和影响因素，以此作为设计方案的依据。预习后写出预习报告并和指导教师讨论、修改、定稿后即可实施。本书所选的实验项目较为简单，目的是给学生在“知识”和“应用”之间架设一座“能力”的桥梁。

三、实验过程与记录

为培养学生严谨的科学研究的精神，要养成专心致志地观察实验现象的良好习惯，在需要等待的时间内不能做其他事情。善于观察、勤于思考、正确判断是能力的体现。实验过程中要准确记录并妥善保存原始数据，不能随意乱记在纸片上，更不能涂改。对可疑数据，如确知原因，可用铅笔轻轻圈去，否则宜用统计学方法判断取舍，必要时应补做实验核实，这是科学精神与态度的具体体现。实验结束后，请指导教师签字，留作撰写实验报告的依据。

四、实验报告

实验报告不仅是概括与总结实验过程的文献性质资料，而且是学生以实验为工具，获取化学知识实际过程的模拟，因而同样是实验课程的基本训练内容。实验报告从一定角度反映了一个学生的学习态度、实际水平与能力。实验报告的格式与要求，在不同的学习阶段略有不同，但基本应包括：实验目的、实验原理、实验仪器（厂家、型号、测量精度）、药品（纯度等级）、实验装置（画图表示）、原始数据记录表（附在报告后）、实验现象与观测数据。实验结果（包括数据处理）用列表或作图形式表达并讨论。

处理实验数据时，宜用列表法、作图法，具有普遍意义的图形还可以回归成经验公式，得出的结果应尽可能地与文献数据进行比较。通过这种形式培养科学的思维模式，锻炼文献查阅能力和文字表达能力。

对实验结果进行讨论是实验报告的重要组成部分，往往也是最精彩的部分。它包括实验者的心得体会（是指经提炼后学术性的体会，并非感性的表达），做好实验的关键所在，实验结果的可靠程度与合理性评价，分析并解释观察到的实验现象。如能进一步提出改进意见，或提出另一种比实验更好的合成路线等，就是创新思维，它往往蕴含着创新能力。努力培养思考分析问题的习惯，尤其是培养发散性思维和收敛思维模式，为具有真正的创新性思维打下基础。

下面以有机制备等实验报告的格式为例，作为示范，也可参照前面的要求并在教师指导下拟定实验报告格式。

第三节 实验报告格式举例

基础实验大致可分为三种类型，即制备与合成实验、物理量测定与分析实验和基本操作

实验。制备与合成实验主要写出相关化学原理、步骤、原料量、产量、产率、产品质量及性质等。物理量测定与分析实验主要是物质相关物理量的测定及数据处理等。所有原始数据都要准确无误记录，计算时应该有具体数据处理过程。基本操作实验主要是对基本化学实验技术的综合训练性实验，重在强调某一基本操作的灵活运用。总的来说，任何化学实验的实验报告格式都应包括实验目的、实验原理、实验步骤、数据处理和问题讨论等，典型实验报告参考格式如下。

实验××× 1-溴丁烷的制备

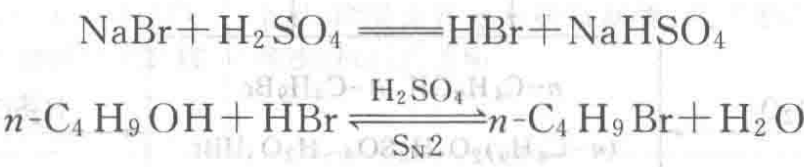
姓名_____ 班级_____ 学号_____ 实验日期_____

一、实验目的

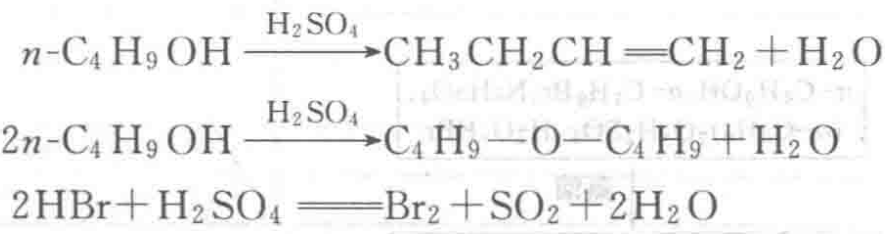
- 1. 学习以丁醇、溴化钠和硫酸制备 1-溴丁烷的原理和方法。
- 2. 初步学会回流的原理、装置和操作以及气体吸收装置的作用和安装。
- 3. 进一步练习液体的洗涤、干燥和蒸馏操作。

二、实验原理

主反应：



上述反应是一个可逆反应，本实验采用增加 HBr 的量来增大正丁醇的转化率。若反应体系温度过高，可能发生下列一系列副反应：



因此，反应体系温度的控制是本实验的关键。

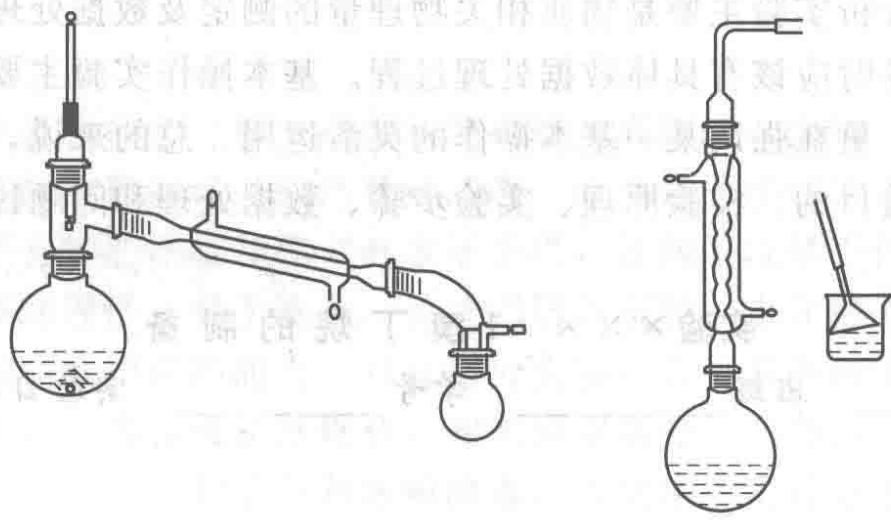
三、主要物料及产物的物理常数

名 称	分子量	性 状	折射率	相对密度	熔点/℃	沸点/℃	溶解度/g·(100mL 溶剂) ⁻¹		
							水	醇	醚
正丁醇	74.12	无色透明液体	1.39931	0.80978	−89.2~−89.9	117.71	7.920	∞	∞
正溴丁烷	137.03	无色透明液体	1.4398	1.299	−112.4	101.6	不溶	∞	∞

四、主要物料及用量

正丁醇 7.4g (9.2mL, 0.1mol)、浓硫酸 14mL、无水溴化钠 13g (0.13mol)、饱和碳酸氢钠、无水氯化钙。

五、实验装置图

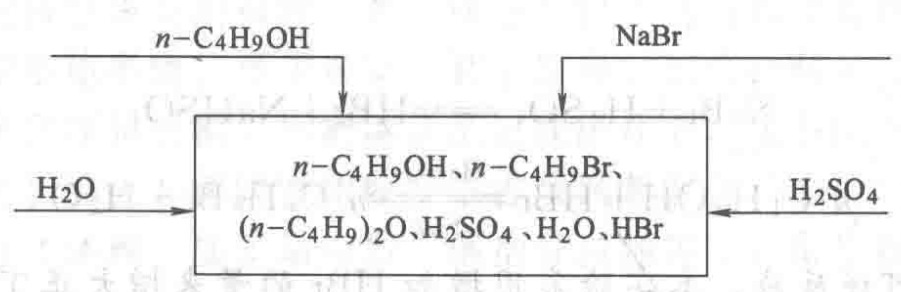


(a) 蒸馏装置

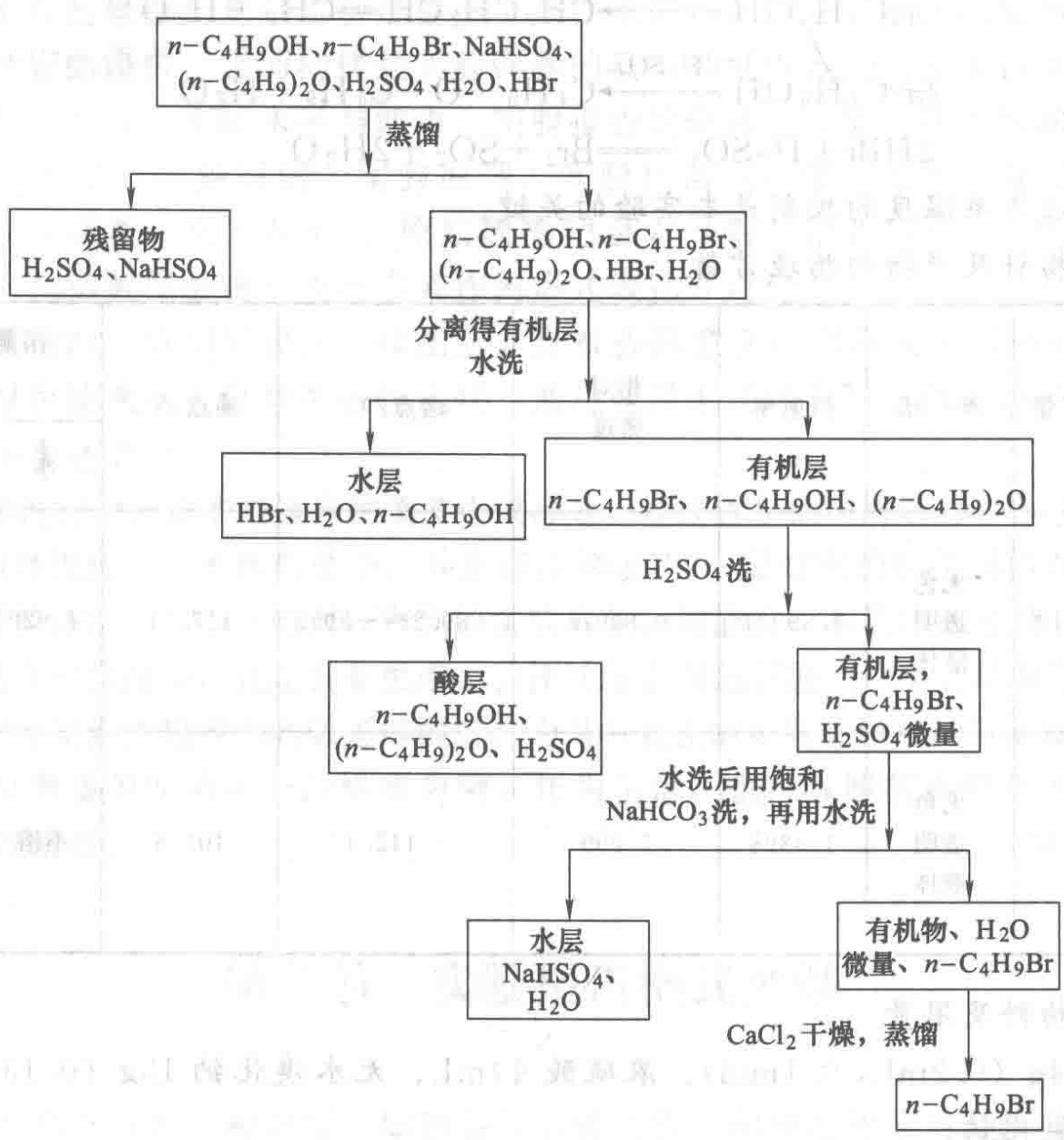
(b) 反应装置

六、实验流程图

合成流程:



粗产物分离纯化流程:



七、实验步骤和现象记录

时间	步 骤	现 象	备 注
08:00	按图(b)安装反应装置,用250mL的单口圆底烧瓶加入水10mL+浓H ₂ SO ₄ 14mL,振荡,水浴冷却+正丁醇9.2mL	放热,烧瓶烫手,不分层	接收器里加5%NaOH溶液20mL
08:25	搅拌下加入NaBr 13g+沸石	NaBr没有全溶,已呈现白雾状	
08:45	开始加热(1h)	沸腾,瓶中白雾状物增多,并从冷凝管上升,为气体吸收装置所吸收。瓶中的液体由一层变成三层,上层开始时极薄,中层为橙黄色,上层越来越厚,中层越来越薄,最后消失。上层颜色由淡黄色变成橙黄色	
09:45	停止加热,稍冷,装冷凝管吸收装置+沸石,小火加热,蒸出n-C ₄ H ₉ Br	馏出液浑浊,分层,瓶中越来越少,最后消失,消失后过片刻停止蒸馏。蒸馏瓶冷却析出无色透明结晶,产物在下层	白色晶体为NaHSO ₄
10:35	粗产物用15mL水洗;在干燥分液漏斗中用10mL浓H ₂ SO ₄ 洗;15mL水洗;15mL饱和NaHCO ₃ 洗;15mL水洗;粗产物置50mL锥形瓶中+2g CaCl ₂ 干燥	加一滴浓H ₂ SO ₄ 沉至下层,证明产物在上层;两层交界处有些絮状物;粗产物有些浑浊,稍摇后透明	
11:35	产物滤入150mL单口圆底烧瓶里+沸石,按图(a)装置进行蒸馏,收集99~103℃馏分	99℃以前馏出液很少,长时间稳定在101~102℃,后升至103℃温度下降,瓶中液体很少,停止蒸馏无色液体	接收瓶为45g
12:35	蒸馏完毕		接收瓶+产物53g 产物C ₂ H ₅ Br 8g
12:45	用折射率测试仪测折射率		折射率为1.4405
13:00	实验结束,整理仪器,打扫卫生		

八、实验结果及处理 (包括产率计算)

因其他试剂过量,理论产量按正丁醇计算。0.1mol 正丁醇能产生 0.1mol [即 $0.1 \times 137 = 13.7(g)$] 正溴丁烷。

$$\text{产率} = \frac{8}{13.7} \times 100\% = 58\%$$

九、讨论

醇能与硫酸生成盐,而卤代烷不溶于硫酸,故随着正丁醇转化为正溴丁烷,烧瓶中分成三层,上层为正溴丁烷,中层可能为硫酸氢正丁酯,中层的消失即表示大部分的正丁醇已转化为正溴丁烷,上、中两层呈橙黄色,可能是副反应产生的溴所致。从实验可知,溴在正溴丁烷中的溶解度较在硫酸中大。

蒸去正溴丁烷后,烧瓶冷却析出的结晶是硫酸氢钠,投料时应严格按教材上的顺序。投料后,一定要混合均匀,反应时,保持回流平稳进行,防止导气管发生倒吸,洗涤粗产物时,注意正确判断产物的上下层关系。干燥剂用量要合理。

十、思考题

- 1. 反应后的粗产物中含有哪些杂质? 各步洗涤的目的何在?
- 2. 分液时,如何判断产物在上层还是在下层?

实验成绩 _____ 教师签名 _____

第四节 数据处理及误差分析

一、有效数字

1. 有效数字位数的确定

在测量和数学运算中，确定该用几位数字是很重要的。初学者往往认为在一个数值中小数点后面位数越多，这个数值就越准确，或在计算结果中保留的位数越多，准确度就越高。这两种认识都是错误的。正确的是：记录和计算测量结果都应 与测量的误差相适应，不应超过测量的精确程度，即测量和计算所表示的数字位数，除末位数字为可疑值外，其余各位数都应是准确可靠的。实验中从仪器上直接能测得的数字（包括最后一位可疑数字），叫作有效数字。实验数据的有效数字与测量的精度有关。常用仪器的精度见表 1-1。

表 1-1 常用仪器的精度

仪器名称	仪器精度	例 子	有效数字位数
托盘天平	0.1g	15.6g	3 位
1/100 天平	0.01g	15.61g	4 位
电光天平	0.0001g	15.6068g	6 位
10mL 量筒	0.1mL	8.5mL	2 位
100mL 量筒	1mL	96mL	2 位
移液管	0.01mL	25.00mL	4 位
滴定管	0.01mL	50.00mL	4 位
容量瓶	0.01mL	100.00mL	5 位

任何超出或低于仪器精度的数字都是不恰当的。例如上述滴定管的读数为 50.00mL，不能当作 50mL，也不能当作 50.000mL，因为前者降低了实验的精确度，后者则夸大了实验的精确度。关于有效数字的确定，指出以下几点。

① “0” 在数字中是否包括在有效数字的位数中，与 “0” 在数字中的位置有关。当 “0” 在数字前面，只表示小数点的位置（仅起定位作用），不包括在有效数字中；如果 “0” 在数字的中间或末端，则表示一定的数值，应包括在有效数字的位数中，如表 1-2 所示。

表 1-2 有效数字位数确定示例

数值	0.68	6.8×10^{-3}	0.02350	6.08
有效数字位数	2 位	2 位	4 位	3 位

② 采用指数表示法，“10” 不包括在有效数字中。对于很小或很大的数字，采用指数表示法更为简便合理。

③ 对数值的有效数字位数，仅由小数部分的位数决定，首数（整数部分）只起定位作用，不是有效数字。因此对数运算时，对数小数部分的有效数字位数应与相应的真数的有效数字位数相同。例如： $\text{pH} = 7.68$ ， $c(\text{H}^+) = 2.1 \times 10^{-8} \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ，其有效数字为两位，而不是三位。

通常物质含量在 1%~10% 时，一般取三位有效数字；含量大于 10% 时，一般取四位有效数字。

2. 有效数字的运算规则

① 几个数据相加或相减时，它们的和或差只能保留一位不确定数字，即有效数字的保

留应以小数点后位数最少的数据来定小数点后的位数，即取决于绝对误差最大的那个数。例如将 0.0121、25.64 及 1.05782 三个数相加，结果应为 26.71，只有最后一位是不确定值。

② 在乘除法中，有效数字的位数取决于相对误差最大的那个数，即有效数字位数最少的那个数，以它为标准确定最后结果的有效数字的位数。

如： $33.63 \times 0.5841 \times 0.05300 / 1.1689 = 0.8855$ 。

修约有效数字时注意：用电子计算器做运算时，可以不必对每一步的计算结果进行位数确定，但最后计算结果应保留正确的有效数字位数。对最后结果多余数字取舍原则是“四舍六入五留双”，即当尾数 ≤ 4 时，舍去；当尾数 ≥ 6 时，进位；当尾数等于 5 时，5 后没数时就留双（即 5 前一位为双数时舍去 5），5 后有数时就进位。看保留下来的末位数是奇数还是偶数，是奇数就将 5 进位，是偶数，则将 5 舍弃。根据此原则，如将 4.175 和 4.165 处理成三位有效数字，则分别为 4.18 和 4.16。

二、实验数据的采集与处理

1. 数据的采集

数据的采集主要有两种方式：一种是人工采集通过计量或测定，记录相应的实验数据；另一种是自动采集，一般用于计算机与相应的分析仪器联机上，根据程序设计进行实时采集。人工采集应注意养成记录所有原始数据及计量、测定的有关条件的良好习惯，例如，用减量法称取 3 份质量均为 0.2~0.3g 的基准物质，应按以下方式记录（最好表格化）：

称量物的质量	倒出的试样的质量
$m_{(1)} = 26.9678\text{g}$	
$m_{(2)} = 26.6886\text{g}$	$m_1 = 26.9678 - 26.6886 = 0.2792\text{g}$
$m_{(3)} = 26.3958\text{g}$	$m_2 = 26.6886 - 26.3958 = 0.2928\text{g}$
$m_{(4)} = 26.1758\text{g}$	$m_3 = 26.3958 - 26.1758 = 0.2200\text{g}$

这种记录方式便于复核，实验记录本上必须有原始数据记录，不能直接记下（仪器有去皮功能除外）：

$$\begin{aligned} m_1 &= 0.2792\text{g} \\ m_2 &= 0.2928\text{g} \\ m_3 &= 0.2200\text{g} \end{aligned}$$

对有些实验，还应记录温度、大气压力、湿度、天气、仪器及其校正情况和所用试剂等，在数据采集过程中，不要使用铅笔、橡皮擦或涂改液。万一看错刻度或记错读数，允许改正数据，但不能涂改数据，例如，用酸度计测量某溶液酸度时，记录数据是 $\text{pH} = 5.66$ ，后来仔细一看发现记错了，应该是 $\text{pH} = 5.56$ ，这时不能把原来记录的数据中的 6 涂改为 5，可以在原数据上划一杠，旁边写上正确的数据，即按以下方式改正： $\text{pH} = \cancel{5.66} 5.56$ 。

2. 实验数据处理的基本步骤与基本方法

实验所得到的数据往往较多，在这些数据中有些是能用的，有些是不能用的，有些则是可疑的。首先要将实验数据进行分析整理，将有明显过失理由的测定值舍去不用。对于可疑的数据（即其中一个测定值与其他测定值相差较大，又没有明显的过失理由），就应采取可疑数据的取舍方法决定能否舍去。其次，再根据计量或测定的目的要求进行数据处理。最后报告结果或对测定结果进行分析、评价。

对数据处理应有不同的要求。一般物质组成的测定，只需求出测定数据的集中趋势（即

平均值)以及测定数据的分散程度(即精密度);而要求较高的测定,还应求出平均值的可靠性范围等。

实验数据处理有不同的方法,一般有列表法、作图法以及方程式法。通常配合使用列表法与作图法,有时三种方法配合应用。一般情况下,列表法总是以清晰明了见长,可以一眼看出实验测量了哪些量,结果如何。而作图法则更加形象直观,可以很容易找出数据的变化规律,并能利用图形确定各函数的中间值、最大与最小值或转折点,可以求得斜率、截距、切线,还可以根据图形特点,找到变量间的函数关系,求得拟合方程的待定系数。另外,根据多次测量数据所得到的图像一般具有“平均”的意义,从而可以发现和消除一些随机误差。因此,在基础学习阶段,应学会用列表法与作图法来处理实验数据。

在此主要简单介绍列表法与作图法中需注意的问题。

(1) 列表法 有些实验的结果是数据,实验完成后,采用列表法将所获得的数据尽可能整齐、有规律地表达出来,便于处理和运算。列表时应注意以下几点:

- ① 每一个表在表格的上方都应有简明、达意、完整的名称。
- ② 表中每一行或每一列的第一栏,要写出该行或列数据的名称和单位。
- ③ 有的表横向表头列出有关项目或试验编号,纵向表头列出数据的名称。

通常按操作步骤的顺序排列,例如若先称试样,再进行滴定,则把天平称样数据记在上面,而滴定所消耗的标准溶液体积记在下面;若是两个相减的数,应把被减数放在上格,减数放在下格,因此滴定的初读数应记在下格,而终读数则应记在上格(见“实验五盐酸溶液的配制和标定”数据记录与处理部分)。

④ 表中数据应以最简单的形式表示,公共的乘方因子应在第一栏的名称下注明。

⑤ 数字排列要整齐,位数和小数点要对齐。

⑥ 原始数据可与处理结果(根据有关公式计算所得中间的以及最后的结果)并列在一张表上,处理方法和运算过程及公式(包括代入具体数据后的公式)应在表下简要注明。这样就既有原始数据,又有分析结果,简明扼要,一目了然。

(2) 作图法 作图法应注意以下几点。

① 坐标标度的选择。常用的作图纸为直角毫米坐标纸,在作图时,习惯上以自变量作为横坐标、因变量为纵坐标,且相应坐标轴旁应说明所代表的变量的名称及量纲。

a. 按法定计算单位的规定,坐标的标注应当是一纯数的式子,使图上各点表示的是 x 、 y 数值的变化。 x 、 y 坐标的标注式分别写在 x 、 y 轴的下方和左方。例如温度、压力、体积、时间的标注分别写成 T/K 、 p/kPa 、 V/mL 、 t/s 。

b. 要能表示出全部有效数字,使得从图中读出的物理量的精密度与测量的精密度一致。通常使实验数据的绝对误差在图纸上相当于 $0.5\sim 1$ 小格(最小分度),即 $0.5\sim 1\text{mm}$ 为好。例如用 1°C 分度的温度计测量温度时,读数有 0.1°C 的误差,则选择的比例尺寸最好使 1°C 相当于 $0.5\sim 1$ 小格,即 1°C 相当于5或10小格。

c. 坐标标度应取容易读、便于计算的分度,即每单位坐标格子应代表1、2或5的倍数,并把数字标示在图纸逢5或逢10的细线上。切忌把单位坐标格子取成3、6、7、9或小数。

d. 应考虑充分利用图纸的全部面积,使全图布局合理,不要使各点过分集中偏于某一角落。如无特殊需要(如直线外推求截距),就不必把变量的零点作原点。可根据具体情况,从稍低于最小测量值的整数开始,稍高于最大测量值的整数为终点。图形若为直线或近乎直线的曲线,则应将它安排在图纸的对角线附近。