



普通高等教育“十一五”国家级规划教材

实验化学 (上册)

(第二版)

主 编 陈虹锦

副主编 马 荔 黄孟娇

 科学出版社
www.sciencep.com

普通高等教育“十一五”国家级规划教材

实 验 化 学

(上册)

(第二版)

主 编 陈虹锦

副主编 马 荔 黄孟娇

科 学 出 版 社

北 京

内 容 简 介

本书是基础化学实验系列课程教材之一。其基本内容包括三个部分：第一部分为化学实验基础知识，包括绪论、化学实验室的基本常识、化学实验中的误差分析和数据处理、基础化学实验中常用的简单仪器、化学实验的基本操作、基本仪器的使用、化学实验室常见的测量计及其使用方法 7 章；第二部分为实验，包括基本操作实验、基本原理实验、有机合成实验、综合实验、微波和微型实验 5 章，将基本实验技能训练，如玻璃工基本操作、滴定分析基本操作、无机化学和有机合成的基本操作等贯穿于各个实验中，另外将有关的无机化学实验、分析化学实验和有机化学实验融合在一起形成综合性、设计性实验，旨在逐步锻炼学生综合实验能力；第三部分为附录。

本书适合高等院校化学、化工、生命、农学、医学、环境、药学等专业的低年级本科生使用，也可以供有关人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

实验化学 (上册) / 陈虹锦主编. —2 版. —北京: 科学出版社, 2007
(普通高等教育“十一五”国家级规划教材)

ISBN 978-7-03-019215-8

I. 实… II. 陈… 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 (2007) 第 139403 号

责任编辑: 刘俊来 丁 里 王国华/责任校对: 邹慧卿

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>

保海印刷有限责任公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2003 年 8 月第 一 版 开本: B5 (720×1000)

2007 年 9 月第 二 版 印张: 26 3/4

2007 年 9 月第四次印刷 字数: 507 000

印数: 7 001—11 000

定价: 32.00 元

(如有印装质量问题, 我社负责调换<明辉>)

第二版前言

2003年7月,经过多年基础化学实验教学的实践,配合实验化学体系的改革,在科学出版社的支持下,我们出版了《实验化学》(上册),在同行中得到了较好的评价和反响。经过几年的使用和探索实践,我们又积累了一些经验,并有了一些新的体会。第二版教材被列入普通高等教育“十一五”国家级规划教材。为此,在调查、研究和讨论的基础上,我们对第一版教材进行了整合、更新,重新编排。第二版教材在原有教材内容的基础上有了以下几方面的改变:

(1) 进一步完善化学实验基础知识,包括化学实验室的基本常识、化学实验中的误差分析和数据处理、基础化学实验中常用的简单仪器、化学实验的基本操作、基本仪器的使用、化学实验室常见的测量计及其使用方法等。

(2) 加强实验技能的综合训练,以素质、能力培养为主线,将实验分为基本操作实验、基本原理实验、有机合成实验、综合实验、微波和微型实验。

(3) 将涵盖的实验内容,包括无机化学、分析化学、有机化学实验及有关的综合设计实验进行整合与更新,形成新的体系。注重实验原理,简化实验步骤。

(4) 加强综合设计训练,将实验的综合性、设计性贯穿于具体实验中,加强无机化学、分析化学与有机化学实验之间的联系,使学生在实验过程中对学过的化学理论知识融会贯通,学会化学实验技能和方法的综合运用。

(5) 更加注重学生能力的培养,增加了实验预习内容和实验思考题。实验思考题针对实验过程中的问题和涉及的实验原理而提出,力争使学生通过实验的教学过程,综合能力得到更进一步提高。

化学是实践性学科,有关的原理、知识以及应用能力必须依靠化学实验的操作和在实验进行过程中的体验才能获得。基础化学实验知识的获得和技能的培养,对于化学理论知识的理解,特别是对于综合实验能力的培养以及科研能力的培养有着潜移默化的作用。希望通过本教材的介绍,使学生了解基础化学实验中的有关问题,通过实验教学,培养学生实事求是的科学态度和缜密的分析问题的能力。

本书再版过程中,我们得到了上海交通大学基础化学实验中心广大教师和实验室人员的大力帮助,在此表示衷心的感谢!

由于编者学识有限,书中难免有错误和不妥之处,恳请广大读者批评指正。

编 者

2007年8月于上海

第一版前言

化学是一门实践性很强的科学。在学习化学理论知识的同时,必须通过化学实验课程来达到两个目的:一是验证理论知识、加深对理论的了解和掌握,同时使学生学会用所学的知识对实验现象和结果进行分析及讨论;二是通过实验这个实践环节,培养学生独立处理问题、解决问题的能力和设计水平,为今后专业课程的学习与科研工作训练良好的实验技能、打下扎实的综合基础。

《实验化学》是上海交通大学化学化工学院基础化学实验中心的有关教师总结多年基础化学实验教学的经验,本着提高学生综合实验能力的宗旨而开设的一门独立的新系列课程。它不局限于对理论知识的验证,而是从基础知识、基本训练到设计性实验、研究性实验和综合实验,有步骤地引导学生从掌握最基本的实验技能到熟练进行综合实验设计,可全面提高学生的独立工作能力、综合设计能力、科学研究能力以及团队协作精神。

本书是《实验化学》的上册,着重介绍实验化学的基础知识,以及对学生进行基本实验技能的训练、基本化合物的合成和测试训练,为后续的系列实验打下基础。本书由陈虹锦任主编、马荔和黄孟娇任副主编。在本书的编写过程中,得到我们基础化学实验中心的许多教师的大力帮助,如吴旦老师、谢少艾老师对本书中有关基础化学知识、基本化学实验技能以及无机与化学分析有关的实验内容的编写给予了很大的帮助;章焯老师、孟庆华老师对相关的有机化学的实验内容的编写和资料收集也给予很大支持,在此一并表示衷心感谢!另外,在本书的编写过程中,在实验的设计和验证过程中,基础化学实验中心的全体教师都给予了积极的支持与帮助,使我们的实验改革和本书的编写工作得以顺利地进行,为此也向他们表示最真诚的谢意。

由于我们的能力有限和对基础化学实验教学的改革还处于探索阶段,书中难免会有一些不妥和错误之处,欢迎读者批评指正。

编 者

2003年7月于上海

目 录

第二版前言

第一版前言

第一部分 化学实验基础知识

第 1 章 绪论	3
1.1 化学实验的目的	3
1.2 化学实验课的要求	3
1.2.1 预习	4
1.2.2 实验	4
1.2.3 实验报告	5
1.3 实验报告格式	5
第 2 章 化学实验室的基本常识	10
2.1 化学实验室的概貌	10
2.2 化学实验用水	10
2.2.1 实验室用水规格	10
2.2.2 纯水的制备方法	11
2.2.3 纯水的检验方法	11
2.2.4 纯水的合理选用	13
2.3 化学试剂	13
2.3.1 化学试剂的规格	13
2.3.2 化学试剂的存放	14
2.4 化学实验室安全知识	15
2.5 常见危险品及安全防护措施	15
2.5.1 易燃、易爆品	15
2.5.2 有毒化学品及其预防措施	18
2.6 事故紧急处理	20
2.6.1 火灾紧急处理	20
2.6.2 中毒紧急处理	20
2.6.3 烫伤和试剂灼伤	21
2.6.4 试剂或异物溅入眼内	21

2.7 “三废”处理	22
2.8 实验室安全规则	23
2.9 实验过程中的行为规范	24
第3章 化学实验中的误差分析和数据处理	26
3.1 实验记录	26
3.2 实验数据的处理	26
3.2.1 准确度和精密度	27
3.2.2 误差产生的原因及减免方法	28
3.2.3 数据处理	31
3.2.4 可疑数据的取舍	35
3.3 误差的传递	37
3.3.1 系统误差的传递规律	37
3.3.2 偶然误差的传递规律	37
3.4 实验数据处理方法	38
3.4.1 实验数据列表表示法	38
3.4.2 实验数据图形表示法	39
3.4.3 实验数据方程式表示法	41
第4章 基础化学实验中常用的简单仪器	43
第5章 化学实验的基本操作	54
5.1 玻璃工操作和塞子钻孔	54
5.1.1 玻璃工操作	54
5.1.2 塞子打孔	57
5.2 玻璃仪器的洗涤与干燥	58
5.2.1 洗涤要求及方法	58
5.2.2 仪器的干燥	59
5.3 试剂的干燥、取用和溶液的配制	60
5.3.1 试剂的干燥	60
5.3.2 试剂的取用	62
5.3.3 溶液的配制	64
5.4 试纸的使用	65
5.5 气体	66
5.5.1 气体的发生	66
5.5.2 气体的收集	67
5.5.3 气体的干燥和净化	68
5.5.4 气体钢瓶	68

5.6 容量分析基本操作	70
5.6.1 量筒	70
5.6.2 移液管	71
5.6.3 吸量管	72
5.6.4 定量、可调移液器	73
5.6.5 滴定管	75
5.6.6 容量瓶	79
5.6.7 碘量瓶	80
5.6.8 容量器皿的校准	81
5.6.9 标准溶液的配制和标定	83
5.6.10 分析试样的准备和分解	84
5.7 无机制备和重量分析中常用的基本操作	84
5.7.1 加热设备及控制反应温度的方法	84
5.7.2 沉淀(晶体)的分离与洗涤	91
5.7.3 无机制备实验基本步骤	95
5.7.4 重量分析法基本操作	96
5.8 有机化学基本操作	100
5.8.1 熔点的测定	100
5.8.2 沸点的测定	102
5.8.3 重结晶及过滤	104
5.8.4 升华	110
5.8.5 萃取	112
5.8.6 蒸馏	117
5.8.7 减压蒸馏	119
5.8.8 水蒸气蒸馏	125
5.8.9 色谱法	128
5.8.10 无水无氧操作技术	134
第6章 基本仪器的使用	137
6.1 分析天平的构造原理和电子天平的使用方法	137
6.1.1 分析天平的原理	137
6.1.2 双盘等臂电光天平	138
6.1.3 单盘不等臂电光天平	139
6.1.4 电子天平	140
6.1.5 分析天平的使用规则	141
6.1.6 试样的称量方法	142

6.2	pH 计的使用和溶液 pH 的测定	144
6.2.1	测量原理	144
6.2.2	pH 测定基本原理	146
6.2.3	pH 计的使用	147
6.3	电导率仪及其操作方法	149
6.3.1	工作原理	149
6.3.2	仪器构造及使用方法	150
6.3.3	DDSJ-308A 型电导率仪的使用方法	153
6.4	可见分光光度计的构造原理及溶液浓度的测定	154
6.4.1	光吸收基本原理	154
6.4.2	722 型光栅分光光度计的外形构造及光学系统图	155
6.4.3	722 型分光光度计的使用方法	155
6.4.4	722-2000 型分光光度计的使用方法	156
6.5	旋光仪的原理及使用方法	157
6.5.1	基本原理	157
6.5.2	使用方法	159
6.6	阿贝折射仪的原理与使用方法	160
6.6.1	测量原理	160
6.6.2	使用方法	162
6.7	恒温槽的原理及使用	163
6.7.1	恒温槽的组成	163
6.7.2	使用方法	166
6.7.3	超级恒温槽简介	167
6.8	红外、紫外分光光度计的结构和使用	168
6.8.1	紫外-可见分光光度计的原理及结构	168
6.8.2	TU-1901 紫外-可见分光光度计的使用方法	169
6.8.3	傅里叶变换红外光谱仪原理及结构	169
6.8.4	Avatar 360 傅里叶变换红外光谱仪使用方法	170
6.8.5	紫外-可见与红外光谱分析方法简介	170
第 7 章	化学实验室常见的测量计及其使用方法	176
7.1	温度计	176
7.1.1	简介	176
7.1.2	水银温度计的读数校正	176
7.2	气压计	179
7.2.1	构造	179

7.2.2 使用方法	179
7.2.3 读数的校正	180
7.3 密度计	181

第二部分 实 验

第 8 章 基本操作实验	185
实验一 煤气灯的使用和玻璃工操作	185
实验二 滴定分析基本操作练习	187
实验三 氯化钠的提纯	189
实验四 氯化物中氯含量的测定	192
实验五 混合碱的测定(双指示剂法)	194
实验六 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中 Ba 含量的测定	196
实验七 纯水的制备与检验及水的总硬度测定	199
实验八 邻二氮菲吸光光度法测定铁含量	205
实验九 铜合金中铜含量的测定	209
实验十 重结晶及过滤	212
I 萘的重结晶	212
II 单一溶剂重结晶苯甲酸	213
实验十一 层析分离	214
I 偶氮苯和苏丹Ⅲ的分离	214
II 柱层析分离甲基橙与次甲基蓝染料	215
实验十二 天然有机化合物的提取	216
I 从槐花米中提取芦丁	217
II 油脂的提取	219
第 9 章 基本原理实验	220
实验十三 酸碱平衡和沉淀平衡	220
实验十四 配合物的生成和性质	223
实验十五 氧化还原反应与电化学	227
实验十六 乙酸电离常数和电离度的测定	230
实验十七 化学反应速率及活化能测定	233
实验十八 碘基水杨酸合铜配合物的组成及稳定常数的测定	237
实验十九 铅铋合金中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 含量的连续测定	240
实验二十 水中化学需氧量的测定	242
实验二十一 硫酸铵中氮含量的测定	245
实验二十二 非水滴定法测定硫酸铵的含量	248

实验二十三 沉淀滴定法测定调味品中氯化钠的含量	249
实验二十四 胃舒平药片中铝、镁的测定	252
第10章 有机合成实验	256
实验二十五 卤代烃的制备	256
I 溴乙烷的制备	258
II 叔丁基氯的制备	259
实验二十六 醇的制备反应	260
I 2-甲基-2-丁醇的制备	262
II 三苯甲醇的制备	264
实验二十七 弗瑞德-克来福特反应	265
I 对叔丁基苯酚的制备	267
II 苯乙酮的制备	268
实验二十八 脂肪酮的制备——环己酮的制备	270
实验二十九 羧酸酯的制备	271
I 苯甲酸乙酯的制备	274
II 邻苯二甲酸二丁酯(增塑剂)的制备	275
实验三十 羧酸的制备	277
I 正丁酸的制备	278
II 4-氯苯氧乙酸的制备	279
实验三十一 醚的制备——苯基正丁基醚的制备	280
实验三十二 坎尼查罗反应	282
I 苯甲醇和苯甲酸制备	283
II 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	284
实验三十三 重氮化反应及其应用	285
I 间硝基苯酚的制备	287
II 甲基橙的制备和变色范围测定	288
实验三十四 光化学反应	290
I 偶氮苯的光化异构体的制备	291
II 苯频哪醇和苯频哪酮的制备	292
第11章 综合实验	294
实验三十五 非金属元素性质综合实验	294
实验三十六 金属元素性质综合实验	301
实验三十七 金属元素综合设计性实验	306
实验三十八 有机化合物的性质	309
I 烃的性质实验	309

II 烃的含氧衍生物	313
III 烃的含氮衍生物	321
IV 糖类的性质	324
实验三十九 硫酸亚铁铵的制备和硫酸亚铁质量分数的测定	333
I 硫酸亚铁铵的制备	333
II 硫酸亚铁铵中的 Fe^{2+} 含量测定(设计实验)	336
实验四十 三乙二酸合铁(III)酸钾的制备和 Fe^{3+} 、 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 配比测定	337
I 三乙二酸合铁(III)酸钾的制备	338
II 三乙二酸合铁(III)酸钾中 Fe^{3+} 、 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 配比的测定(设计实验)	340
实验四十一 用废铝制备铝的化合物和产物组成测定以及应用研究	341
实验四十二 顺、反式-二甘氨酸合铜(II)的制备和铜含量的测定	343
实验四十三 硫代硫酸钠的制备、性质检验和含量测定	345
I 硫化硫酸钠的制备、性质检验	346
II 产物 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 含量的测定	349
实验四十四 杂多酸的合成、表征和催化活性研究	349
实验四十五 纳米 ZnO 的制备和质量分析	352
实验四十六 三氯化六氨合钴(III)的制备及组成测定	355
实验四十七 茶叶中咖啡因提取和金属离子的分离和鉴定	358
实验四十八 废干电池的综合利用	361
实验四十九 乙酰乙酸乙酯的制备及性质实验	364
实验五十 α 、 β -酮油酸的提取及其顺丁烯二酐加成物的制备	368
实验五十一 苯甲酸的合成及其纯度测定	372
第 12 章 微波和微型实验	374
实验五十二 微波化学实验	374
I β -萘甲醚的制备	374
II 巴比土酸的制备	376
实验五十三 微型有机化学实验	377
I 二氯卡宾的制备与反应	378
II 9,10-二氢蒽-9,10- α , β -马来酸酐的合成	380

第三部分 附 录

附录 1 弱酸、弱碱的解离常数(298K)	385
附录 2 实验室常用酸、碱的浓度	386
附录 3 常用酸碱指示剂	386
附录 4 无机化合物在水中的溶解度	387

附录 5	溶度积常数(291~298K)	389
附录 6	常见的共沸混合物	391
附录 7	不同温度下水的饱和蒸气压	392
附录 8	标准电极电势(298K)	394
附录 9	配离子的累积稳定常数(291~298K)	401
附录 10	常用有机溶剂的物理常数	402
附录 11	容量分析常用基准物质	402
附录 12	国际相对原子质量表	404
附录 13	常用仪器汉英对照表	406
参考文献		412

第一部分

化学实验基础知识

第1章 绪 论

1.1 化学实验的目的

化学是一门实验性非常强的自然科学。在学习过程中,要真正地掌握好化学理论知识及研究方法,达到融会贯通,化学实验是必不可少的一个重要环节。基础化学实验作为高等理工院校化学、化工、材料、环境、生命、医药等专业的基础课程的一部分,对培养学生的综合能力有着极为重要的作用。面对人才培养模式的改革,为适应不同的需求,在不断实践的过程中,根据国家教学示范实验中心建设的要求,我们对沿袭多年的四大基础化学实验体系,即无机化学、分析化学、有机化学、物理化学实验体系进行改革和整合。整合后的基础化学实验作为一门独立的课程,其课程体系分为基础知识、基本技能训练,基本合成,基本性能测试及表征,综合、开放实验四个模块。希望通过实行新的基础化学实验体系,达到以下几个目的:

(1) 通过实验课程掌握基本实验技能和基本实验方法,培养学生独立思考问题、解决问题的能力,树立严谨的治学作风,培养良好的素质及科学素养。

(2) 通过基本实验、设计性实验、综合性实验三个层次的教学,逐步提高学生获取新知识和掌握科学研究方法的能力。

(3) 培养学生准确、细致、整洁等良好的科学习惯;培养学生实事求是的科学精神,形成科学思维方法和开拓创新能力。

(4) 经过严格的实验训练,使学生具有一定的分析和解决较复杂问题的能力、收集和处理分析化学信息的能力、文字表达能力以及团结协作精神。

(5) 通过整个实验过程,培养学生对实验方案设计原理的了解和思考,促使学生逐步形成带着问题学习的良好学习习惯。

(6) 通过实验过程,使学生对化学原理与实际应用融会贯通,加深对基本概念的理解,提高应用能力。

1.2 化学实验课的要求

如上所述,化学实验是一个独立的课程体系,为了使实验课程达到上述学习效果,学生应端正学习态度,更重要的是要建立一套正确、有效的学习方法。在实验教学的过程中要注重预习、实验、实验报告三个环节。

1.2.1 预习

预习是实验成败的关键因素之一。首先要根据实验目的,了解实验的内容、步骤以及每一步要达到的目的或可能有的现象,将实验的整体过程在头脑中建立起一个框架,做到心中有数。然后对实验中可能遇到的问题及疑点、难点,查阅有关资料,制定可行的实验方案,使实验得以顺利进行。实验的预习步骤如下:

(1) 阅读与实验相关的内容,研究并领会实验原理,了解及考虑实验步骤和操作过程中的注意事项。实验前要根据自己对实验预习的体会写好预习报告。预习报告的主要内容包括实验目的,简要的实验原理(主反应和重要副反应方程式),简明的实验步骤和流程图,使用的原料、产物和主要副反应产物,实验方法和操作要点,与实验相关的物理化学常数及主要试剂规格、用量等。

(2) 对于一些简单的设计性实验,首先要明确需要解决的问题,再根据所学的知识,通过查阅有关资料,结合实验室可提供的条件,选定实验方法,设计实验方案。必要时先和指导教师讨论后再做设计。

(3) 预习报告的书写要求简明扼要,实验内容按不同实验的要求,可用框图、箭头或表格的形式表达,有些文字可用符号简化,如实验所用仪器或实验步骤。另外,预答思考题及预测实验现象,估计实验中可能出现的问题,设想解决办法,标出操作中的关键步骤。必须考虑留出相应的表格和空格,便于实验中记录实验现象及数据。

总之,预习要达到了了解概貌、预测难题和现象、明确思路的效果。

1.2.2 实验

学生应根据教材上所规定的或自己设计的方法、步骤和试剂用量进行操作,完成实验应做到以下几点:

(1) 实验过程中保持安静,严格遵守实验室安全和操作规范。

(2) 认真操作,细心观察实验现象,包括气体的生成,沉淀的产生,颜色、温度、压力、流量、pH 的变化等。

(3) 对实验中产生的现象,应本着实事求是的科学态度进行如实的记录,应用所学的理论进行分析,得出结论。如果发现实验现象和化学原理或预想的不符合,应认真检查原因,并细心地重做此实验。必要时,可以做空白实验或对照实验加以检验或校正。

(4) 实验中遇到疑难问题时提倡师生间、同学间的讨论,从而提高实验效率,逐步提高解决问题的能力。

(5) 每个学生必须准备一本有页码的预习报告本记录实验数据和现象。记录