

21

世纪高等院校教材

大学实验化学

周昕 罗虹 刘文娟 主编



科学出版社

www.sciencep.com

21 世纪高等院校教材

大学实验化学

周 昕 罗 虹 刘文娟 主编

科学出版社

北京

内 容 简 介

本书将传统的化学实验教学体系进行整合,按照“重组基础、趋向前沿、反映现代、综合交叉”的原则编写而成。

全书共分为九部分:化学实验基本知识 with 技能,基本操作及基本技能实验,元素及其化合物的性质与鉴定实验,常数与物性测定实验,合成与制备实验,化学信息实验,综合性、设计性及研究创新性实验,绿色化学实验,附录。编写时,注重学生分析问题、解决问题及创新意识能力的培养,努力做到实验原理简明扼要,实验内容能反映专业及学科特点。

本书可作为高等院校化学、应用化学、材料化学、生物、医学类、医学检验类、药学类、环境工程、冶金、地质、轻工、食品等 专业学生化学类实验课程用书,也可供相关专业人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

大学实验化学/周昕,罗虹,刘文娟主编. —北京:科学出版社,2007
21 世纪高等院校教材
ISBN 978-7-03-019891-4

I. 大… II. ①周… ②罗… ③刘… 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 136818 号

责任编辑:赵晓霞 杨向萍 王国华 / 责任校对:陈玉凤
责任印制:张克忠 / 封面设计:耕者工作室

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

*

2007 年 9 月第 一 版 开本:B5(720×1000)

2007 年 9 月第一次印刷 印张:28 1/4

印数:1—8 500 字数:535 000

定价:34.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换〈环伟〉)

《大学实验化学》编委会

主 编 周 昕 罗 虹 刘文娟

副主编 王 平 梁 俊 贾晓辉

编 委 (以姓氏笔画为序)

王晓娟 匡云飞 匡 汀 刘传湘

李 辉 肖静水 林英武 蒋军辉

魏传晚

主 审 袁亚莉 聂长明

前 言

本书面向教学内容与课程体系改革，力图突破二级学科界限，将沿袭多年的传统的无机化学、分析化学、有机化学、物理化学、仪器分析五大化学实验教学体系进行整合，按照“重组基础、趋向前沿、反映现代、综合交叉”的原则，使实验教学更具系统性、整体性和综合性，建立与理论教学并行的、既相互联系又相对独立的实验教学新体系。

整合后的大学实验化学实验教学体系分为化学实验基本知识与技能，基本操作及基本技能实验，元素及其化合物的性质与鉴定实验，常数与物性测定实验，合成与制备实验，化学信息实验，综合性、设计性及研究创新性实验，绿色化学实验，附录。共九部分，99个实验。希望通过新的化学实验教学体系的教学，能够更好地达到以下目的：

- (1) 使学生巩固并加深对化学基本概念和基本原理的理解。
- (2) 使学生掌握大学实验化学的基本操作知识和技能。
- (3) 使学生学会正确地使用常用基本仪器，能正确地处理数据和表达实验结果。
- (4) 使学生掌握一些化学物质的制备、提纯和检验方法。
- (5) 培养学生运用整体化学知识的能力，使其认识到绿色化学实验的重要性。
- (6) 培养学生独立思考问题、分析问题、解决问题的能力；培养学生科学思维与方法，创新意识与能力；培养学生适应化学科学及化学学科与交叉科学迅速发展的能力。
- (7) 培养学生实事求是、严谨认真的科学态度，整洁、卫生的良好习惯，为继续学好相关课程及今后参加实际工作和开展科学研究打下良好的基础。

本书由南华大学化学化工学院周昕、罗虹、刘文娟老师任主编，王平、梁俊、贾晓辉老师任副主编，参加编写的人员还有王晓娟、林英武、魏传晚、匡云飞、匡汀、肖静水、李辉、蒋军辉、刘传湘老师。

本书由南华大学化学化工学院袁亚莉教授和聂长明教授主审，他们对本书内容的修改、完善提出了宝贵的意见，在此表示感谢。

在编写过程中，还得到了南华大学教务处、南华大学化学化工学院其他老师及科学出版社赵晓霞编辑的许多帮助。本书部分内容参考了本校及兄弟学校已出版的教材和专著的相关内容，在此谨表示衷心的感谢。

由于编者水平有限，书中的缺点和错误在所难免，敬请有关专家、同行和读者批评指正。

编 者

2007年8月

目 录

前言

第 1 部分 化学实验基本知识与技能	1
1.1 绪论	1
1.1.1 大学实验化学实验目的	1
1.1.2 大学实验化学的学习方法	1
1.1.3 实验报告格式示例	3
1.1.4 微型化学实验简介	5
1.2 实验室基本知识	6
1.2.1 实验室规则	6
1.2.2 实验室安全守则	7
1.2.3 实验室事故的处理	8
1.2.4 实验室的防火与灭火常识	10
1.2.5 实验室“三废”的处理	11
1.3 实验数据处理	12
1.3.1 测量误差	12
1.3.2 有效数字及其运算规则	16
1.3.3 化学实验中的数据处理	19
1.4 煤气灯的使用	21
1.5 玻璃管(棒)的加工	22
1.5.1 玻璃管的洗净	22
1.5.2 玻璃管的切割	22
1.5.3 拉玻璃管	23
1.5.4 制备熔点管及沸点管	23
1.6 常用玻璃仪器与材料	24
1.6.1 常用玻璃仪器与材料的规格、作用及注意事项	24
1.6.2 常用玻璃仪器的洗涤与干燥	31
1.6.3 常用玻璃仪器的使用方法	34
1.7 实验常用合成仪器和装配	41

1.7.1	常用玻璃仪器	41
1.7.2	玻璃仪器的连接与装配	45
1.7.3	常用装置图	47
1.8	称量仪器	51
1.8.1	台秤及其使用	51
1.8.2	分析天平	52
1.9	加热、冷却与控温仪器	58
1.9.1	加热	58
1.9.2	冷却	61
1.9.3	控温仪器	62
1.10	试纸、滤纸	63
1.10.1	试纸	63
1.10.2	滤纸	65
第2部分	基本操作及基本技能实验	66
实验1	实验室常识、玻璃仪器的认识、玻璃仪器洗涤和干燥	66
实验2	玻璃管(棒)加工	66
实验3	天平称量练习	68
实验4	常用定容玻璃仪器的操作练习	70
实验5	酸碱标准溶液的配制与浓度的标定	71
实验6	恒温槽的安装、灵敏度及黏度的测定	75
实验7	电极的制备及原电池电动势的测定	79
实验8	普通蒸馏和分馏	84
实验9	熔点、沸点的测定及温度计的校正	88
实验10	萃取和重结晶	95
实验11	纸层析	102
实验12	从茶叶中提取咖啡因	105
实验13	从槐米中提取芦丁	107
实验14	卵磷脂的提取	109
实验15	番茄红素的提取	112
第3部分	元素及其化合物的性质与鉴定实验	115
实验16	解离平衡与沉淀反应	115
实验17	混合离子的分离与定性分析	119
实验18	过氧化氢含量的测定(高锰酸钾法)	121

实验 19	有机化合物元素的定性分析	124
实验 20	配合物的形成与配位平衡	126
实验 21	氧化还原反应	130
实验 22	食醋 (HAc) 含量及铵盐中铵态氮的测定	133
实验 23	EDTA 溶液的配制、标定及水的硬度测定	135
实验 24	硫酸铜中铜含量的测定	139
实验 25	沉淀滴定	141
实验 26	维生素 C 含量的测定 (碘量法)	143
实验 27	碱液中 NaOH 及 Na_2CO_3 含量的测定	145
实验 28	p 区元素 (1)	146
实验 29	p 区元素 (2)	150
实验 30	d 区元素	154
实验 31	ds 区元素	158
实验 32	同离子效应与缓冲溶液	163
实验 33	溶胶	166
第 4 部分	常数与物性测定实验	171
实验 34	燃烧热的测定	171
实验 35	液体的饱和蒸气压	177
实验 36	溶液的吸附作用和表面张力的测定	180
实验 37	二元液系相图	184
实验 38	乙酸的解离平衡与解离常数的测定	188
实验 39	化学反应速率的影响因素及反应级数的测定	190
实验 40	乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定	193
实验 41	银氨配离子配位数及稳定常数的测定	196
第 5 部分	合成与制备实验	199
实验 42	环己烯的制备	199
实验 43	萘的精制	200
实验 44	1-溴丁烷的制备	202
实验 45	叔丁氯的制备	203
实验 46	2-甲基-2-己醇的制备	204
实验 47	间硝基苯酚的制备	206
实验 48	双酚 A 的制备	208
实验 49	乙醚的制备	209

实验 50	正丁醚的制备	211
实验 51	环己酮的制备	212
实验 52	苯甲醇和苯甲酸的制备	214
实验 53	己二酸的制备	217
实验 54	肉桂酸的制备	219
实验 55	乙酸乙酯的制备	220
实验 56	8-羟基喹啉的制备	222
实验 57	α -苯乙胺的制备及拆分	224
第 6 部分 化学信息实验		227
实验 58	紫外光谱推测芳香族化合物结构	227
实验 59	红外光谱	229
实验 60	核磁共振	235
实验 61	利用气-固色谱法分析 O_2 、 N_2 、 CO 及 CH_4 混合气体	241
实验 62	原子吸收分光光度法测定自来水中 Mg 的含量 (标准曲线法)	243
实验 63	原子吸收分光光度法测定人发中的锌 (标准加入法)	247
实验 64	紫外吸收光谱法测双组分混合物	249
实验 65	分光光度法测水样中的 Fe^{3+}	251
实验 66	磷酸的电位滴定	255
实验 67	吸光度的加和性试验及水中微量 $Cr(VI)$ 和 $Mn(VII)$ 的同时 测定	256
实验 68	水中微量氟的测定——离子选择电极法	259
实验 69	苯系物的分析 (苯系物的气相色谱法定性与定量分析)	262
实验 70	高效液相色谱法测定可乐中的咖啡因	266
实验 71	分子荧光光度法测定二氯荧光素	270
实验 72	单扫描示波极谱法测定胱氨酸或半胱氨酸	271
实验 73	溶出伏安法测定水中微量铅和镉	273
实验 74	差热分析	275
实验 75	水样的化学需氧量的测定 (重铬酸钾法)	279
第 7 部分 综合性、设计性及研究创新性实验		282
实验 76	电泳	282
实验 77	水热法制备 SnO_2 纳米粉	284
实验 78	铁氧体法处理含铬废水	286

实验 79	硫酸亚铁铵的制备及其纯度检验	289
实验 80	乙酸异丁酯的合成及折射率的测定	293
实验 81	过氧化钙的合成	295
实验 82	石灰石中钙含量的测定(高锰酸钾法)	297
实验 83	碳酸钠的制备及产品纯度的测定	299
实验 84	乙酰水杨酸的制备及有效成分的测定	301
实验 85	离子交换树脂制备去离子水及水质分析	303
实验 86	从废定影液中回收银	306
实验 87	无机离子的纸上色谱	308
实验 88	差热分析法测定碳酸氢钾的分解热	311
实验 89	亲核试剂在伯碳上的竞争反应	315
实验 90	水泥熟料 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定	318
实验 91	常见阴离子的分离与鉴定	322
实验 92	常见阳离子未知液的定性分析	324
实验 93	水质的化学评价	330
实验 94	沉淀溶解平衡与乙酸银的溶度积常数的测定	337
实验 95	硫酸铜的提纯及其质量鉴定	340
第 8 部分	绿色化学实验	344
实验 96	微波合成	344
实验 97	分子力学模型	347
实验 98	仿生合成	348
实验 99	计算机模拟化学实验技术	351
第 9 部分	附录	355
附录 1	化学实验常用仪器、装置及使用	355
9.1.1	pH 计	355
9.1.2	温度计与恒温槽	357
9.1.3	大气压力计	369
9.1.4	磁天平	371
9.1.5	表面张力测定仪	373
9.1.6	旋转黏度计与扭力天平	375
9.1.7	阿贝折光仪与旋光仪	376
9.1.8	电位差计	382
9.1.9	电导率仪	384

9.1.10 分光光度计	388
9.1.11 原子吸收分光光度计	391
9.1.12 气相色谱仪	393
9.1.13 高效液相色谱仪	393
9.1.14 傅里叶变换红外光谱仪	400
9.1.15 真空装置	402
9.1.16 常用压缩气体钢瓶	403
附录 2 重要理化数据	405
附录 3 常见阳离子的鉴定	422
附录 4 常见阴离子的鉴定	431
附录 5 常用化学信息网址资料	434
参考文献	436

第 1 部分 化学实验基本知识与技能

1.1 绪 论

1.1.1 大学实验化学实验目的

化学是一门以实验为基础的学科。大学实验化学是化学课程的重要组成部分，是学习化学的一个必需的重要环节，是高等院校化学工程与工艺、高分子材料、制药工程、应用化学、环境工程、生物工程、医学检验、临床检验、药学、基础医学、护理、麻醉、影像、给水排水工程及冶金、地质、轻工、食品等专业学生必修的重要的专业或专业基础课程。

为了更好地实现人才培养的目标，在“大学实验化学”的平台上，突破二级学科的界限，对无机化学、有机化学、物理化学、分析化学、仪器分析五大化学基础课实验进行重新整合，按照“重组基础，趋向前沿，反映现代，综合交叉”的原则，使实验教学更加具有系统性、整体性和综合性，建立与理论教学并行的、既相互联系又相对独立的实验教学新体系。

整合后的大学实验化学实验教学体系分为化学实验基本知识与技能，基本操作及基本技能实验，元素及化合物的性质与鉴定实验，常数与物性测定实验，合成与制备实验，化学信息实验，综合性、设计性、研究创新性实验，绿色化学性实验，附录，共九部分。希望通过对新的实验化学教学体系的教学，能够更好地达到以下目的：

- (1) 使学生巩固并加深对化学基本概念和基本原理的理解。
- (2) 使学生掌握大学实验化学的基本知识、基本操作和技能。
- (3) 使学生学会正确地使用基本仪器，能正确地处理数据、表达实验结果。
- (4) 使学生掌握一些化学物质的制备、提纯和检验方法。
- (5) 培养学生运用整体化学知识的能力，使其认识到绿色化学实验的重要性。
- (6) 培养学生独立思考问题、分析问题、解决问题的能力，科学思维与方法，创新意识与能力。
- (7) 培养学生实事求是、严谨认真的科学态度，整洁、卫生的良好习惯，为继续学好相关课程及今后参加实际工作和开展科学研究打下良好的基础。

1.1.2 大学实验化学的学习方法

学习并掌握好大学实验化学，首先要有明确的学习目的、端正的学习态度，

同时还要有好的学习方法。大学实验化学的学习方法大致分以下三个方面：

1. 预习

(1) 认真阅读，钻研实验教材、教科书和有关参考书中的相关内容。

(2) 明确实验目的，弄清实验原理。

(3) 了解实验内容、方法、步骤、基本操作和实验过程中的注意事项，思考实验所附的注解及思考题。

(4) 写出实验预习报告（包括实验目的、实验原理、实验步骤、实验所附的思考题、实验注意事项等）。

2. 认真做好实验

(1) 认真听指导老师的要求，再按照实验教材上给出的方法、步骤、试剂用量和操作规程进行实验。要做到认真操作、仔细观察并如实记录实验现象。遇到问题要善于分析，力争自己解决，若自己解决不了，可请教指导老师或同学。如果发现实验现象与理论不相符，应认真查明原因，经指导老师同意后重做实验，直到得出正确的结果。

(2) 要严格遵守实验室规则（详见本书 1.2.1 小节）。严守纪律，保持肃静，严禁携带任何食品入内（包括水）。爱护国家财产，小心使用仪器和设备，节约药品、水、电和煤气。保持实验室整洁、卫生和安全。

(3) 实验完毕后，要认真清扫地面，检查台面是否整洁，注意关闭水、电、气、门窗，经指导教师允许后方可离开实验室。

3. 写好实验报告

实验报告是对每次实验的真实记录、概括和总结，是对实验者综合素质及能力的一种考核。每个学生在做完实验后都必须对实验过程、实验现象进行分析和解释并及时、独立、认真完成实验报告，交指导教师批阅。

一份合格的实验报告应包含以下内容：

(1) 实验名称。实验题目。

(2) 实验目的。实验所要达到的目的及要求。

(3) 实验原理。介绍实验的基本原理和主要反应方程式或流程图。

(4) 实验所用的仪器、药品及装置。要写明实验所用仪器的型号、数量、规格和药品的名称、数量、规格。

(5) 实验内容及步骤。简明扼要，尽量用表格、流程图、符号表示，不要全盘抄书。

(6) 实验现象和数据的记录。如实记录，依据所用仪器的精密度，保留正确的有效数字。

(7) 解释、结论和数据处理。化学现象的解释最好用化学反应方程式。如还不完整,应另加文字简要叙述,结论要精炼、完整、正确,数据处理要有依据,计算要正确。

(8) 问题与讨论。对实验中遇到的疑难问题提出自己的见解。分析产生误差的原因,对实验方法、实验内容、实验装置等提出意见或建议。实验报告要求做到内容真实、文字工整、图表清晰、形式规范。

除此之外,还要记录实验时间、实验地点、实验气温、实验湿度、实验合作者、实验指导教师等。

1.1.3 实验报告格式示例

物质提纯实验报告格式示例

实验名称:氯化钠的提纯

200__级__专业__班;学号__;姓名__;同组人__

实验时间:200__年__月__日;星期__;室温__;湿度__

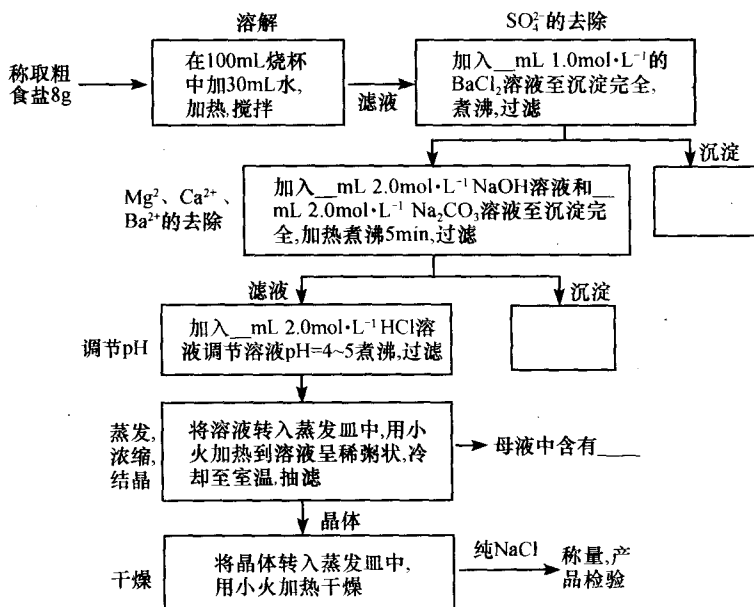
第__实验室__教师,审批__

一、实验目的

(略)

二、实验步骤

1. 提纯操作步骤



得 NaCl 晶体 _____ g, NaCl 的收率为 _____ %。

检验项目	检验方法	实验现象	
		粗食盐	精 NaCl
SO_4^{2-}	加入 BaCl_2 溶液		
Ca^{2+}	加入 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液		
Mg^{2+}	加入 NaOH 溶液和镁试剂		

2. 产品纯度检验

有关的离子反应方程式 (略)。

三、问题与讨论

(略)

物理化学常数的测定实验报告格式示例

实验名称：乙酸解离平衡与解离常数的测定

200 _____ 级 _____ 专业 _____ 班；学号 _____；姓名 _____；同组人 _____

实验时间：200 _____ 年 _____ 月 _____ 日；星期 _____；室温 _____；湿度 _____

第 _____ 实验室 _____ 教师，审批 _____

一、实验目的

(略)

二、实验原理

(略)

三、实验步骤

(略)

四、实验记录和结果

室温 _____ °C pH 计编号 _____ 乙酸标准溶液浓度 _____ $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$

实验编号	1	2	3	4
$c(\text{HAc})/(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$				
pH				
$c(\text{H}^+)/(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$				
$K_a^\ominus(\text{HAc})$				

乙酸解离常数的平均值 $K_a^\ominus(\text{HAc}) = \frac{\sum K_{a_i}^\ominus(\text{HAc})}{n}$

标准偏差 $s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [K_{a_i}^\ominus(\text{HAc}) - \bar{K}_a^\ominus(\text{HAc})]^2}{n-1}}$

五、问题与讨论

(略)

元素及化合物性质实验报告格式示例

实验名称: s 区元素

200 ____ 级 ____ 专业 ____ 班; 学号 ____; 姓名 ____; 同组人 ____

实验时间: 200 ____ 年 ____ 月 ____ 日; 星期 ____; 室温 ____; 湿度 ____

第 ____ 实验室 ____ 教师, 审批 ____

一、实验目的

(略)

二、实验步骤

实验步骤	实验现象	反应方程式	解释和结论
钠、钾、镁、钙与水反应			
(1) 取绿豆大小金属钠, 吸干煤油置于 30mL 水中			
(2) ……			

三、问题与讨论

(略)

1.1.4 微型化学实验简介

微型化学实验 (microscale chemical experiment 或 microscale laboratory, ML) 是在微型化的仪器装置中进行的化学实验, 是 20 世纪 80 年代初发展起来的一种化学实验新方法。其试剂用量比相应的常规实验节约 90% 以上, 是绿色化学的组成部分。近 20 年来, 微型化学实验在国内外得到了迅速发展。自 1982 年起, 美国的 Mayo 等从环境保护和实验室安全考虑, 在基础有机化学实验中采用微型实验取得了成功, 并相继出版了微型化学实验教材, 掀起了研究和应用微型实验的浪潮。90 年代以来举行的历次国际化学教育大会 (ICCE) 和国际纯粹与应用化学联合会 (IUPAC) 学术大会都把微型化学实验列为会议议题。美国化学教育杂志 (*J. Chem. Educ.*) 从 1989 年 11 月起开辟了微型化学实验专栏。

1989 年, 我国高等学校化学教育研究中心把微型化学实验课题列入科研计划, 由华东师范大学和杭州师范学院牵头, 成立了微型化学实验研究课题组, 开始在无机化学实验、普通化学实验和中学化学实验中进行微型实验的系统研究和应用。1992 年, 我国第一本《微型化学实验》出版。2000 年, 由杭州师范学院、天津大学、大连理工大学主持编写的《微型无机化学实验》在科学出版社出版。迄今为止, 已有 800 多所大学、中学开展微型化学实验研究, 并在教学中应用。