



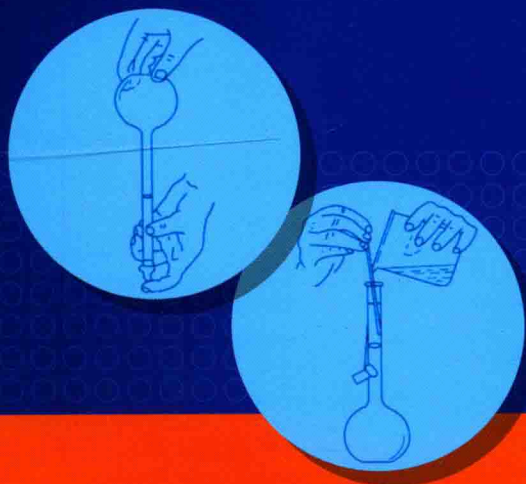
高 | 等 | 学 | 校 | 教 | 材

实验化学(I)

第三版

徐志珍 王 燕 李梅君 主编

SHIYAN HUAXUE



化学工业出版社

高 | 等 | 学 | 校 | 教 | 材

实验化学(I)

第三版

徐志珍 王 燕 李梅君 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书是面向 21 世纪工科化学系列课程改革新体系模式中的《实验化学》课程系列教材之一, 本教材打破了传统的无机、分析、有机与物化等独立开设化学实验课的体系, 将几门课的基础化学实验进行整体优化组合, 以基本操作与技能为主线, 内容包括五个部分: 化合物的制备、物质性质、物性常数测定、物质组成分析以及综合设计实验。为使学生掌握必备的实验技能及方法, 本次修订对实验内容进行了调整, 更新了实验中涉及的常用仪器, 引入了一些现代合成新方法, 完善了实验指导部分, 使教材内容更完整, 使用面更广。

本书为高等院校理工类专业的实验教材, 也可供从事化学实验或化学研究的工作人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

实验化学 (I) / 徐志珍, 王燕, 李梅君主编. —3 版. —北京: 化学工业出版社, 2016.7
高等学校教材
ISBN 978-7-122-27101-3

I. ①实… II. ①徐…②王…③李… 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 (2016) 第 106031 号

责任编辑: 宋林青
责任校对: 吴 静

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: 北京永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 10 $\frac{3}{4}$ 字数 253 千字 2016 年 11 月北京第 3 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: 32.00 元

版权所有 违者必究

前言

《实验化学(I)》第一版于1999年3月出版,第二版于2006年3月出版,该书是《实验化学》课程系列教材之一,经过一些高等院校多年来的使用,取得了一定的成效,深受广大师生欢迎。为进一步深化实验化学课程的教学与改革,根据编者多年的教学经验及用书单位的反馈意见,在保持教材原有的指导思想和特色的基础上,对第二版内容作了适当修改和更新,使学生能更好地掌握必备的化学实验技能和方法,具有良好的实验素养和严谨的科学态度,具备获取知识的能力和开拓创新的精神。第三版具体作了如下修改:

1. 进一步完善了第1章“化学实验基本知识”。随着科学技术的发展,更新了实验中涉及的常用仪器的使用说明,使教材使用起来更加方便。

2. 对第2~5章的内容进行了重新编排,更新了部分实验内容,引入了一些现代合成新方法,如微波合成法等,体现教材的先进性。

3. 细化了实验指导部分,使学生在预习时可以更好地掌握实验的基本理论、操作的关键步骤和需要注意的事项,提高实验教学效果。

第三版由徐志珍、王燕、李梅君修改,全书由徐志珍统稿。本次修订得到了华东理工大学教务处、化学工业出版社等的大力支持,在此表示感谢。我们也对为本书第一版、第二版做出过贡献的同仁及在使用本书过程中提出过中肯意见和建议的同行们表示衷心的感谢。

限于修订者水平,书中难免有疏漏和不妥之处,恳请同行和读者批评指正。

编者

2016年3月

第一版前言

本书是华东理工大学工科化学系列基础实验课程改革教材。据教育部教育发展研究中心报道：跨世纪的中国教育人才培养的历史性转变是从以学科为中心向以学习者为中心的转变。因此，要打破学科中心主义的课程结构，实行学科综合、知识与能力的综合。一些学科的严格分界将被整体优化组合的课程所代替，同时摒弃把知识分得过细，强调加强综合性与整体性的素质教育。考虑到基础的无机、分析、有机、物化与生化等化学实验课都统一于普遍性的化学原理和常用的实验测试手段与方法，不过是处理问题的方面与层次不同；同时，我校总结了多年来实验教学改革实践，已成立了化学实验教学中心这一新体制，所以现在工科化学系列课程中开设一门广谱性的《实验化学》课程是顺理的，也是适时的。

《实验化学》课程整套教材包括《实验化学(I)》、《实验化学(II)》与《实验化学原理与方法》。这套教材力求以实验原理与方法为主线，把基础的无机、分析、有机、物化与生化等化学实验概括为物质性质、化合物制备、物质组成分析与结构分析、物性常数与过程参数测定和综合研究等五种题材的实验内容，据此形成了不同的版块，将几门基础化学实验整体优化组合，有重点地由浅入深从第一学期安排到第五学期。第五学期后，结合高年级的化学选修课再开设《高等实验化学》课。

为了进一步加强实验原理的教学，提高实验课的理论思维以及使学生能比较系统地掌握实验方法与技术的共性，编写了《实验化学原理与方法》教材。每学期讲授其中与实验内容配套的相关章节。

参加本书编写的还有方国女、萧繁花、高永煜、王燕等，化学实验中心的叶汝强、樊行雪、张济新、邹文樵等在多方面给予积极支持与鼓励，并提出许多宝贵意见，在此表示衷心感谢。

实验教学的改革是一个任重而道远的任务。我们期望在教学实践中经过教、学等多环节的努力，积极探索、不断总结，逐步臻于完善。

本教材由同济大学陈秉垷教授审阅，特致谢意。

编者

1998年6月

第二版前言

《实验化学（I）》第一版于1999年3月出版，是《实验化学》课程的系列教材之一。为遵循教育部有关“大力改革实验教学的形式和内容，开设综合性、创新性实验”的改革精神，根据使用院校的反馈意见，特对本书进行了修订。本版在保持第一版编写的指导思想和教材特色的基础上，本着提高学生独立分析与解决实际问题的能力和创新能力，对第一版作了如下修改：

1. 考虑到教材的完整性及使用的方便性，新增第1章“化学实验的基本知识”，融合了化学实验的基本技能及操作。

2. 为使教材能反映科学技术的发展，更新了实验中所涉及的仪器，为此，书末新增“附录”，对仪器使用的原理和方法作了详细的阐述。

3. 对原有的第1~4章的内容及编排做了调整，突出应用性和综合设计性实验。在编者开发新实验的基础上，精选了一些与材料科学、环境保护、生活实践等有关的新实验，以体现化学在其他学科及生活中的重要性。

第二版由李梅君、徐志珍、王燕、虞大红、张玉良、魏晓芳、吴海霞修订。全书由李梅君统稿。

本次修订得到了华东理工大学教务处、化学工业出版社等的大力支持，在此表示感谢。感谢为本书第一版做出过贡献的同仁及在使用本书过程中提出过中肯意见和建议的同行。

限于修订者水平，本书难免有疏漏和不妥之处。恳请同行和读者批评指正。

编者

2006年1月

目 录

第1章 化学实验基本知识

1

1.1 实验室安全知识	1
1.1.1 学生实验守则	1
1.1.2 实验室安全守则	1
1.1.3 实验室中发生意外事故的急救处理	2
1.1.4 安全用电	3
1.1.5 灭火常识	3
1.1.6 实验室“三废”处理	4
1.1.7 实验室常用的安全标志	5
1.2 化学实验的学习要求	5
1.2.1 实验预习	5
1.2.2 实验操作	6
1.2.3 实验报告	6
1.2.4 实验报告格式	6
1.3 化学实验基本知识和基本操作	10
1.3.1 实验室用水及制备	10
1.3.2 玻璃器皿的洗涤与干燥	11
1.3.3 容量器皿及其使用	13
1.3.4 天平与称量	20
1.3.5 加热装置和加热方法	22
1.3.6 简单玻璃加工技术	26
1.3.7 试剂的取用和配制	27
1.3.8 试纸的使用	30
1.3.9 固液分离及沉淀的洗涤	30
1.3.10 蒸发、浓缩与结晶	33
1.3.11 气体钢瓶及使用规则	34
1.4 化学实验测定技术	35
1.4.1 pHs-3C 型酸度计	35
1.4.2 722s 型分光光度计	40
1.4.3 电导率仪	42

2.1 化合物的制备部分概述	45
2.1.1 利用水溶液中离子反应制备无机物	45
2.1.2 分子间化合物的制备	45
2.1.3 无水化合物的制备	46
2.1.4 由矿石、废渣(液)制取化合物	46
2.2 化合物制备实验	49
实验一 硫酸亚铁铵的制备	49
实验二 过氧化钙的合成	51
实验三 葡萄糖酸锌的制备	53
实验四 从盐泥中制取七水硫酸镁	54
实验五 高锰酸钾的制备	56
实验六 微波法制备磷酸锌	58
2.3 物质性质部分概述	59
2.3.1 酸碱性	59
2.3.2 氧化还原性	60
2.3.3 配位性	62
2.3.4 溶解性	63
2.3.5 稳定性	65
2.3.6 混合离子的分离与鉴定	66
2.4 物质性质实验	67
实验七 非金属化合物的性质	67
实验八 金属化合物的性质(一)	74
实验九 金属化合物的性质(二)	78
实验十 废液中回收重金属	84
实验十一 阳离子的分离与鉴定	86

3.1 概述	96
3.2 化学基本常数测定实验	96
实验十二 醋酸离解平衡常数的测定	96
I 直接 pH 值法	96
II 电位滴定法	98
实验十三 分光光度法测定化学反应的平衡常数	100
实验十四 溶度积常数的测定	103
I 硫酸钙溶度积的测定(离子交换法)	103
II 硫酸钡溶度积的测定(电导率法)	106

实验十五	$[\text{Ti}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ 分裂能的测定 (分光光度法)	107
------	---	-----

实验十六	硼酸的线性滴定与解离常数的测定	109
------	-----------------	-----

第4章 物质组成分析——定量分析 112

4.1	概述	112
4.2	物质组成分析实验	113
	实验十七 酸碱标准溶液的配制和浓度比较	113
	实验十八 食用醋酸含量的测定	115
	I NaOH 标准溶液的标定	115
	II 食用醋酸含量的测定	117
	实验十九 碱灰中总碱度的测定	119
	I HCl 标准溶液的标定	119
	II 碱灰中总碱度的测定	120
	实验二十 石灰石中钙、镁含量及微量铁的测定	121
	I EDTA 标准溶液的配制和标定	121
	II 石灰石中钙、镁含量的测定	124
	III 石灰石中微量铁的测定	125
	实验二十一 酸牛乳中的酸度测定	128
	实验二十二 气相色谱法测定烷烃混合物的组成及含量	130

第5章 综合性与设计性实验 136

5.1	概述	136
5.2	综合性实验	136
	实验二十三 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的制备及铜含量分析	136
	I $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的制备	136
	II 硫酸铜中铜含量的测定	139
	实验二十四 三草酸合铁(III)酸钾的合成及配离子组成、电荷数的测定	141
	I 三草酸合铁(III)酸钾的合成	141
	II 三草酸合铁(III)酸钾配离子的组成测定	143
	III 三草酸合铁(III)酸钾配离子电荷数的测定	146
	实验二十五 由鸡蛋壳制备丙酸钙及其组成测定	150
	I 丙酸钙的制备及其防霉性质试验	150
	II 丙酸钙中钙含量的测定	151
	实验二十六 纳米 ZnO 的制备及性质测定	152
	I 纳米 ZnO 的制备	152
	II 纳米 ZnO 纯度的测定	154
	III 纳米 ZnO 的谱图表征	155

IV 纳米 ZnO 抗紫外能力的测定	156
5.3 设计性实验	157
实验二十七 氨基酸金属螯合物的制备及表征	157
实验二十八 废干电池的综合利用	159
实验二十九 净水剂聚合硫酸铁的制备	160

参考文献

162

第1章

化学实验基本知识

1.1 实验室安全知识

1.1.1 学生实验守则

(1) 实验前应认真预习，明确实验目的、原理、方法和安全注意事项，写好预习报告并交指导教师检查，否则不得进入实验室。

(2) 进入实验室必须遵守实验室的各项规章制度，不得迟到、早退和无故缺席。病假、事假应事先请假。实验室应保持安静，不得大声喧哗。

(3) 在教师指导下，根据实验内容和操作规程独立完成实验。实验中应认真操作，仔细观察，积极思考，准确、如实地将实验现象和数据记录在实验记录本上。

(4) 实验中应注意安全，如发现问题应立即向老师如实报告。进入实验室必须穿白大褂，戴防护眼镜和手套，严禁将食物带入实验室，手机等非实验用品不得带入实验室。

(5) 爱护实验室仪器设备，严格遵守实验室水、电、燃气、易燃、易爆及有毒有害药品的安全使用规则，节约水、电、燃气和试剂药品，严禁将实验室的一切物品带出室外。

(6) 实验中应注意实验桌面的干净整洁，注意“三废”处理，实验室的废液等应倒入废液缸内，严禁倒入水槽；废渣应回收到固定容器；废玻璃应放入废玻璃回收箱内；废橡胶手套等回收到固定容器；废纸等应倒入垃圾箱内。

(7) 实验结束后，应请指导教师检查数据，签字认可。然后洗净玻璃仪器，放回原处。整理实验仪器设备，清理实验桌面，最后检查燃气、水、电是否关好，得到指导教师许可后才能离开实验室。

(8) 每次做完实验后，应按时、认真完成实验报告，及时交给指导教师批阅。

1.1.2 实验室安全守则

进入化学类实验室，必须遵守实验室的安全规定，主要包括以下几个方面。

(1) 着装规定：进入实验室必须穿工作服，戴防护眼镜和防护手套，不能穿短裤或裙子，不能穿拖鞋、凉鞋、高跟鞋，长发必须束起，不得披散长发，禁止佩戴隐形眼镜。离开实验室须换掉工作服、防护眼镜和防护手套。

(2) 饮食规定：实验室中严禁饮食和吸烟，食物和水等不得带入实验室，食品不得存放在有化学药品的冰箱和储藏柜里。任何化学药品不得入口或接触伤口，实验完毕应洗净双手。

(3) 环境卫生规定：实验过程中应注意环境卫生，保持实验桌面的整洁，垃圾、废液、废玻璃等分类处理，玻璃仪器保持干净，仪器设备整齐排列。

(4) 用电规定：实验室内电器设备的使用必须按操作规程进行，电器设备功率不得超过电源负荷，使用电器时，外壳应接地，湿手切勿接触电器设备等。

(5) 安全规定：进入实验室前必须进行实验室安全教育，应了解实验室安全用具的使用方法和存放地点等，如水、电、气的阀门，消防用品、喷淋装置、洗眼器、急救箱等。实验进行时，不得擅自离开实验室。实验结束时，必须关好水、燃气、电源开关和门窗。

使用挥发性、腐蚀性强或有毒物质时，必须穿戴防护工具，如防护面罩、防护手套、防护眼镜等，并在通风橱中进行。高温实验操作时必须戴高温手套。

(6) 试剂取用规定：必须按操作规程取用化学试剂和药品，切记不能随意混合化学药品，以免发生事故。取用时需要注意以下几方面。

① 倾倒试剂和加热溶液时，不可俯视，以防溶液溅出伤人。

② 不要俯身直接嗅闻试剂药品的气味，应用手将试剂药品的气流慢慢扇向自己的鼻孔。

③ 使用浓酸、浓碱、溴等有强腐蚀性试剂时，要使用手套，注意切勿溅在皮肤和衣服上。严禁用嘴直接吸取强酸、强碱，应用洗耳球吸取。

④ 一切涉及有刺激性气体或有毒气体的实验必须在通风橱中进行；涉及易挥发和易燃物质的实验都必须在远离火源的地方进行，并尽可能在通风橱中进行。

⑤ 一切有毒药品必须妥善保管，按照实验规则取用。有毒废液不可倒入下水道中，应集中存放，并及时加以处理。

⑥ 实验室不允许存放大量易燃物品。某些容易爆炸的试剂，如浓高氯酸、有机过氧化物、芳香族、多硝基化合物和硝酸酯等要防止受热和敲击。

⑦ 在实验中，仪器装置和操作必须正确，以免引起爆炸。

1.1.3 实验室中发生意外事故的急救处理

(1) 玻璃割伤：应先取出伤口中的碎片，洗净伤口，贴上“创可贴”或在伤口处擦上红汞或碘酒，用纱布包扎好伤口。如伤口较大，应立即就医。

(2) 烫伤：伤势不重，搽些烫伤膏。伤势重时，应立即就医。

(3) 酸灼伤：先用大量水冲洗，然后用饱和碳酸氢钠或稀氨水等冲洗，再用水冲洗，涂上凡士林。若酸溅入眼内，先用水冲洗后，再用 3% NaHCO_3 溶液冲洗，并立即就医。

(4) 碱溅伤：立即用水冲洗，然后用 1% 柠檬酸或硼酸饱和溶液冲洗，再用水冲洗，涂上凡士林，若碱溅在眼内，除冲洗外，应立即就医。

(5) 吸入刺激性或有毒气体：吸入 Br_2 或 Cl_2 等刺激性气体时，可吸入少量乙醇和乙醚混合蒸气以解毒。吸入 H_2S 时，立即到室外呼吸新鲜空气。

(6) 误食毒物：将 5~10mL 稀硫酸铜溶液 (1%~5%) 加入一杯温水中内服，并用手指插入喉部，以促使呕吐，然后立即就医。

(7) 触电：立即切断电源，必要时对伤员进行人工呼吸。

(8) 火灾：实验室发生火灾时，如果是乙醇、苯、醚等有机溶剂或与水发生剧烈作用的化学药品（如金属钠）着火，火势小时，立即用沙土覆盖，火势较大时，则可用 CO_2 灭火器，千万不可用水扑救。但如果是电器设备着火，则应用 CCl_4 灭火器，绝不可用水或泡沫灭火器。

以上仅举出几种预防事故的措施和急救方法，如需更详尽地了解，可查阅有关的化学手册和文献。

为了紧急处理实验室的意外事故，实验室须配备常用急救药品，如创可贴、红汞、碘酒、烫伤膏、消毒棉、消毒纱布等，配备灭火器、灭火毯等。

1.1.4 安全用电

化学实验与电的关系相当密切，对实验人员来说，掌握一定的电气安全知识是十分必要的。

电对人体的伤害可分为电击和电伤两类。电击是指电流通过人体内部，破坏人体心脏、肺及神经系统等的正常功能。电伤也叫电灼，是指由电流的热效应、化学效应或机械效应对人体造成的伤害。电伤常发生在人体的外部，例如电弧的灼伤、通电金属在大电流下熔化飞溅而使皮肤遭受伤害等。

为了安全用电，在实验中应注意如下几点。

(1) 用电线路及电气设备绝缘必须良好，灯头、插座、开关等的带电部分绝对不能外露，以防触电。有金属外壳的电气设备应接地线。绝不允许用潮湿的手进行操作。

(2) 不要乱拉乱接电线，以防触电或发生火灾。

(3) 不许带电修理或安装设备！不许用电笔试高压电！

(4) 防止设备超负荷工作或局部短路，要使用合格的保险丝。

(5) 电器使用完毕后应拔掉电源插头；插拔电源插头时不要用力拉拽电线，以防止电线的绝缘层受损造成触电。

1.1.5 灭火常识

实验室发生起火的原因一般有以下几种情况：明火加热过程中，易燃物燃烧起火；能自燃的物品在长期存放过程中自燃起火；少数化学反应（如金属钠与水的反应）有时会引起爆炸或燃烧；电火花、电线老化等因电路引起的燃烧。

实验过程中万一不慎起火，切不可惊慌，首先判断起火的原因，立即采取灭火措施。

(1) 防止火势扩展 立即切断火源和电源，停止通风，迅速地将周围易燃物品，特别是有机溶剂移开。

(2) 扑灭火焰 在容器中发生的局部小火可用湿布、灭火毯或沙子覆盖燃烧物。火势较大时应立即使用灭火器灭火。灭火器性能是不同的，应根据起火原因使用相应的灭火器。表 1-1 给出实验室常用灭火器及其应用范围。

(3) 衣服起火 切勿惊慌乱跑，引起火势扩展，应立即在地上打滚将火熄灭，或立即将衣服脱掉将火熄灭。

表 1-1 实验室常用灭火器及其应用范围

灭火器名称	应用范围
泡沫灭火器	用于一般灭火和油类灭火。灭火器内装有碳酸氢钠和硫酸铝,使用时,这两物质反应产生氢氧化铝和二氧化碳泡沫包住燃烧物,隔绝空气而灭火。因泡沫导电,因此不能用于扑灭电器着火
二氧化碳灭火器	用于扑灭电器设备着火和小范围油类及忌水化学品着火。灭火器内装有二氧化碳
干粉灭火器	用于扑灭电器设备、油类、可燃气体、精密仪器、图书资料及忌水化学品着火。灭火器内装有碳酸氢钠等盐类物质与适量的润滑剂和防腐剂
四氯化碳灭火器	用于扑灭电器设备、小范围汽油等有机溶剂着火。灭火器内装 CCl ₄ 液化气

(4) 有机溶剂燃烧 有机溶剂引起的火焰,切勿用水灭火,可用灭火毯或沙子覆盖灭火,大火应使用泡沫灭火器灭火。

(5) 活泼金属燃烧 活泼金属如钠、钾、镁、铝等引起的火焰,应用干燥沙子覆盖灭火,严禁用水或四氯化碳灭火器,也不能用二氧化碳灭火器。

1.1.6 实验室“三废”处理

化学实验室中常常会遇到各种有毒有害的废渣、废液和废气(简称“三废”),若不妥善处理,会造成环境污染,对人体健康有害。根据实验室“三废”排放的特点,本着减少污染、适当处理、回收利用的原则,处理实验室的“三废”。

(1) 废气的处理

每个实验室均需设有抽风排气系统,该系统可以将室内少量的有毒气体排到室外,利用室外大量的空气稀释废气。对有毒气产生的实验必须在通风橱中进行,对产生大量有害气体的实验,必须安装气体吸收装置吸收有害气体。对氮、硫、磷等酸性氧化物气体,可用导管通入碱液中,使其被吸收后排出。

(2) 废液的处理

每个实验室须配备废液回收桶,酸碱废液、含重金属废液和有机溶剂废液必须分类回收处理。

酸碱废液的处理:经过中和处理,使其 pH 值在 6~8 范围,用大量水稀释后排放。若有沉淀,须加以过滤后再稀释排放。

含汞废液的处理:在少量含汞废液中加入硫化钠,使其生成硫化汞后再处理。

含铅、镉等废液的处理:可用碱或石灰乳将废液 pH 值调至 9,使废液中的 Pb²⁺、Cd²⁺生成氢氧化物沉淀,加入硫酸亚铁作为共沉淀剂,沉淀物可与其他无机物混合进行烧结处理,清液可排放。

含铬废液的处理:采用还原剂(如铁粉、锌粉、亚硫酸钠、硫酸亚铁、二氧化硫或水合肼等),在酸性条件下将 Cr(VI)还原为 Cr³⁺,然后加入碱(如氢氧化钠、氢氧化钙、碳酸钠、石灰等),调节废液 pH 值,生成低毒的 Cr(OH)₃ 沉淀,分离沉淀,清液可排放。

有机溶剂废液的处理:对易氧化分解的废液,可加过氧化氢、高锰酸钾等氧化剂将其氧化分解。对易发生水解的废液,可加碱处理。对含有油脂、蛋白质等的废液,可采取生物化学处理法处理。

(3) 废渣的处理

实验过程中产生的废渣应统一收集,按其毒性、危害性的情况采取相应的处理,尽可

能减少其毒害性。

1.1.7 实验室常用的安全标志

为了提示实验室安全的重要性，在实验室的合适位置有必要张贴安全警示标志，了解这些标志，对提高安全意识，加强实验规范操作，防范事故的发生有一定的帮助作用。

实验室常见的安全警示标志分为四类，红色为禁止标志，黄色为警示标志，蓝色为指令标志，绿色为提示标志。常见如图 1-1 所示。



图 1-1 实验室常见的安全警示标志

1.2 化学实验的学习要求

化学是一门实践性很强的学科，化学实验教学在培养化学类及相关专业人才的实践能力和科学素养方面具有重要的作用。化学实验是以学生自主完成实验为主，因此必须注意以下几点学习要求。

1.2.1 实验预习

实验前必须做好实验预习，实验预习应做到下列要求。

(1) 认真阅读实验教材及相关参考资料,明确实验目的、原理、步骤、注意事项和安全事项,写好实验预习报告。

(2) 实验预习报告内容应包括实验目的、原理、步骤和注意事项,设计好记录实验现象或数据的形式或表格,写出定量分析实验的计算公式等。

(3) 实验前任课教师要检查学生的预习报告,没有预习或预习不合格,不能进入实验室。

1.2.2 实验操作

在教师指导下,严格按照实验内容和操作规程完成相关实验,要做到以下几点。

(1) “做”:在预习的基础上,自己动手独立完成实验,掌握正确规范的操作,注意实验安全事项。

(2) “看”:仔细观察实验现象,包括物质的状态和颜色的变化,沉淀的生成和溶解,气体的产生等。

(3) “想”:手脑并用,对实验过程中产生的现象勤于思考、仔细分析,尽量自己解决问题。

(4) “记”:及时如实记录实验现象和数据,养成规范记录和正确表达实验数据的习惯。

(5) “论”:善于对实验中产生的现象进行理性讨论,提倡师生和同学间的讨论。

(6) “洁”:实验过程中台面整洁,仪器装置和试剂摆放整齐,实验结束时洗净玻璃仪器,整理台面,废液、废物分类处理。

1.2.3 实验报告

实验完毕后,要及时认真写出实验报告,在指定时间交给任课教师批改。实验报告一般包括以下内容。

(1) 实验题目。

(2) 实验目的:说明实验要达到的主要目的。

(3) 方法原理:简要说明实验的基本原理,写出主要化学反应方程式和相关计算公式。

(4) 实验步骤:简明扼要地写出可操作的实验步骤,用流程图、表格、框图、符号等形式表示,不要照抄教材。

(5) 实验结果和数据处理:数据记录和数据处理要正确,要有计算式,并注意有效数字,实验结果可用文字、表格、图形等形式表达。绝对不允许伪造数据或抄袭他人数据。若发现上述行为者,报告成绩记为零分并通报批评。

(6) 实验讨论:主要针对实验中遇到的问题(尤其是与理论有差异的现象或结果)和教材上的典型思考题进行分析,提出自己的见解,与老师进行讨论,提高发现问题和解决问题的能力。

1.2.4 实验报告格式

实验化学(I)的实验报告大致可分为化合物制备、元素及化合物的性质、定量分析和物性参数测定等类型。各类实验的实验报告格式推荐如下。

(1) 制备实验

CuSO₄ · 5H₂O 的制备

一、实验目的

1. 工业 CuO 制备 CuSO₄ · 5H₂O 的原理和方法。
2. 用氧化还原、水解反应等化学原理，掌握控制溶液的 pH 值除去杂质离子的方法。
3. 巩固无机制备基本操作。

二、实验原理

本实验以工业 CuO 为原料，制备过程分酸解、除杂、结晶和纯度检验四步。

酸解：
$$\text{CuO} + \text{H}_2\text{SO}_4 \longrightarrow \text{CuSO}_4 + \text{H}_2\text{O}$$

除杂：分除去不溶性杂质和可溶性杂质。不溶性杂质的去除是酸解将硫酸铜溶出后，不溶性物质通过过滤方法除去。可溶性杂质主要是 Fe²⁺、Fe³⁺ 等，去除方法是氧化水解法。具体为用氧化剂 H₂O₂ 将 Fe²⁺ 氧化成 Fe³⁺，然后调节溶液的 pH 值至 3.5~4.0，使 Fe³⁺ 水解成为 Fe(OH)₃ 沉淀，过滤除去。反应如下：



其他微量杂质可在硫酸铜结晶时留在母液中而除去。

结晶：CuSO₄ · 5H₂O 在室温时溶解度较小，因此蒸发硫酸铜溶液至晶膜出现，冷却结晶即可。

纯度检验：用目视比色法检验杂质 Fe³⁺ 的含量。具体为以 KSCN 为显色剂，对照标准色列测定 CuSO₄ · 5H₂O 中杂质 Fe³⁺ 的含量，以此说明 CuSO₄ · 5H₂O 的试剂级别。

三、实验步骤

以工业 CuO 为原料，制备 CuSO₄ · 5H₂O 分粗制和精制两步进行。

1. 粗制

称取 4g CuO 于 150mL 烧杯中 $\xrightarrow[17\text{mL}]{+3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4}$ $\xrightarrow[\text{搅拌}]{\text{小火加热 } 5\text{min}}$ $\xrightarrow[30\text{mL}]{+\text{H}_2\text{O}}$ $\xrightarrow[\text{搅拌}]{\text{加热 } 15 \sim 20\text{min}}$ 趁热抽滤 $\rightarrow$ $\left\{ \begin{array}{l} \text{沉淀弃去} \\ \text{滤液于蒸发皿} \xrightarrow[\text{搅拌}]{\text{小火蒸发浓缩}} \text{出现晶膜} \xrightarrow{\text{冷却结晶}} \text{抽滤} \rightarrow \left\{ \begin{array}{l} \text{母液 (弃)} \\ \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O (粗制品)} \end{array} \right. \end{array} \right.$

2. 精制

粗制品于烧杯中 $\xrightarrow[40\text{mL}]{+\text{H}_2\text{O}}$ $\xrightarrow[\text{搅拌}]{\text{加热溶解}}$ $\xrightarrow[<40^\circ\text{C}]{\text{冷却}}$ $\xrightarrow[5\text{mL}]{+3\% \text{H}_2\text{O}_2}$ $\xrightarrow{\text{搅拌}}$ $\xrightarrow[3.5 < \text{pH} < 4]{+2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}}$ $\xrightarrow[10\text{min}]{\text{加热煮沸}}$ Fe(OH)₃ ↓ $\xrightarrow{\text{趁热抽滤}}$ $\left\{ \begin{array}{l} \text{Fe}(\text{OH})_3 \downarrow \text{ (弃)} \\ \text{滤液于蒸发皿} \xrightarrow[\text{pH}=1 \sim 2]{+1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \cdot \text{H}_2\text{SO}_4} \xrightarrow[\text{搅拌}]{\text{小火蒸发浓缩}} \text{出现晶膜} \xrightarrow{\text{冷却结晶}} \end{array} \right.$ $\rightarrow$ $\left\{ \begin{array}{l} \text{母液 (弃)} \\ \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O (精制品), 称取产量} \end{array} \right.$

3. 产品纯度的检验

精制品 1g 于烧杯中 $\xrightarrow[10\text{mL}]{+\text{H}_2\text{O}}$ $\xrightarrow[2\text{mL}]{+1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \cdot \text{H}_2\text{SO}_4}$ $\xrightarrow{\text{溶解}}$ $\xrightarrow[2\text{mL}]{+3\% \text{H}_2\text{O}_2}$ $\xrightarrow{\text{加热煮沸}}$ $\xrightarrow{\text{趁 H}_2\text{O}_2}$ $\xrightarrow{\text{冷却}}$ $\xrightarrow{\text{滴加 } 1:1 \text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}}$ $\xrightarrow{\text{搅拌}}$ 溶液呈深蓝色 $\xrightarrow{\text{过滤}}$ $\xrightarrow[\text{洗涤}]{\text{滴加 } 6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}}$ $\xrightarrow{\text{蓝色褪去}}$ $\xrightarrow[\text{至中性}]{+\text{H}_2\text{O} \text{ 洗涤}}$ $\xrightarrow{\text{滤纸上}}$ $\xrightarrow[\text{Fe}(\text{OH})_3 \downarrow]{\text{滴加 } 2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HCl}}$ $\xrightarrow[3\text{mL}]{} \text{蓝色褪去}$