



面向21世纪高等学校规划教材

Mianxiang 21shiji Gaodeng Xuexiao Guihua Jiaocai

化学实验

■ 张升晖 杨春海 主编

HUAXUE SHIYAN



中国计量出版社
CHINA METROLOGY PUBLISHING HOUSE



面向21世纪高等学校规划教材

Huaxue Shiyan

化学实验

张升晖 杨春海 主编



中国计量出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

化学实验/张升晖 杨春海主编. —北京: 中国计量出版社, 2007. 10. I. 化…
面向 21 世纪高等学校规划教材
ISBN 978-7-5026-2722-5

I. 化… II. ①张…②杨… III. 化学实验—高等学校—教材 IV. 06—3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2007) 第 140496 号

内 容 提 要

本教材大致分为基础化学实验、化学原理实验和综合设计实验三个层次。分六章: 第一章, 化学实验基础知识; 第二章, 基础化学实验; 第三章, 化学基本原理及化合物性质实验; 第四章, 物质的分离技术及定性、定量分析实验; 第五章, 化合物制备实验; 第六章, 课程综合实验; 第七章, 课程设计实验。共有 61 项实验内容, 各内容之间紧密配合, 融会贯通。

本书可作为一般高等院校化学实验课教材, 也可供从事各类化学实验的技术人员参考。

中国计量出版社 出版

地 址 北京和平里西街甲 2 号 (邮编 100013)
电 话 (010) 64275360
网 址 <http://www.zgjl.com.cn>
发 行 新华书店北京发行所
印 刷 北京市媛明印刷厂印刷
开 本 787mm×1092mm 1/16
印 张 11.75
字 数 269 千字
版 次 2007 年 9 月第 1 版 2007 年 9 月第 1 次印刷
印 数 1—3 000
定 价 22.00 元

如有印装质量问题, 请与本社联系调换
版权所有 侵权必究

教材编委会

主任 陈宗道 刘国普

副主任 刘宝兰 陆兆新 刘树兴 刘静波

委员 (按姓氏笔画排序)

马汉军	邓放明	邓洁红	刘学军
刘振春	李波	李代明	李向阳
李宗军	陈力力	张大力	张升晖
陈厚荣	张瑞宇	肖玫	杨春海
吴卫国	吴少雄	林松毅	武军
岳喜庆	赵晓红	赵晨霞	赵瑞香
唐克华	高淑云	秦文	夏湘
黄广民	黄艾祥	彭珊珊	

策划 刘宝兰 杨庚生

— 本 书 编 委 会 —

主 编 张升晖

(湖北民族学院)

杨春海

(湖北民族学院)

副主编 田大昕

(湖北民族学院)

参 编 刘信平

(湖北民族学院)

李耀华

(湖北民族学院)

瞿万云

(湖北民族学院)

主 编 田 大 昕 副 主 编 田 大 昕

编写说明

近年来,随着食品科技的迅速发展和食品新产品的不断推出,人们不仅对各类食品的安全使用问题日益重视,而且对与食品安全相关的各类知识也日益关注。另一方面,为了保障与人民生命和生活息息相关的各类食品的使用安全,政府的相关部门也加大了对食品生产各环节的监管的力度。经过各食品相关主管部门的不懈努力,我国已基本形成并明确了卫生与农业主管部门抓原材料监管、质监部门抓各类食品生产环节的监管、工商部门从事食品成品监管的制度完善的食品监管体系。

目前,食品质量问题已成为全社会关注的焦点。为了适应当前的经济发展,为了从根本上解决与食品质量相关的各类实际问题,需要从最基础的专业教育抓起。这就对我国食品类高校的教育工作提出了更高的要求。

当前,食品行业的快速发展和结构性调整使其对本行业的技术水平、知识结构和人才特点提出了更加具体的要求。因此,为了进一步提高食品专业教材的编写水平,以适应市场对素质全面、适应性强、有创新能力的高技术专门人才的需求,由中国计量出版社牵头组织了西南大学(原西南农业大学)、南京农业大学、山东农业大学、湖南农业大学、四川农业大学、陕西科技大学、吉林农业大学、湖北民族学院和中国农业大学等59所高校参与食品质量与安全以及食品科学与工程专业高校教材编写与出版工作。此次的教材编写的出版工作旨在为各食品类相关院校在教材建设方面的信息交流搭建一个平台,以促进各院校之间在教学内容方面相互取长补短,从而使该套教材的参编与使用院校的课程设置更趋合理化,最终培养出更加适应当前社会经济发展的应用型人才。为了达到这一要求,我们必须严把教材写作质量关,想方设法使参编教师的丰富教学实践很好地融入教学理论体系之中,从而推出教师

好教、学生好用的优秀教材。为此，我们特别邀请了许多所知名高校及科研机构的专家从事相关教材的审稿工作，从而为我们成功推出该套框架好、内容新、适应面广并且与国际接轨的好教材提供了必要的保障，以此来满足食品专业高等教育的不断发展和当前全社会范围内食品安全体系建设的迫切需要。

本次教材的编写尤其注重了理论体系的前沿性，不仅将食品科技发展的新理论合理融入教材中，而且使读者通过教材的学习可以深入把握国际食品科技发展的全貌，这对我国新世纪应用型人才的培养大有裨益。相信该套教材的推出必将会推动我国食品类高校教材体系建设的逐步完善和不断发展，从而对国家新世纪人才培养战略起到积极的促进作用。

教材编委会

2007 年 8 月

前言

• FOREWORD •

本实验教材把原来单独按某一课程设置相应实验改为按学生应具备的实验能力和化学实验类型加以改革,打破无机化学,有机化学、分析化学等课程的界限,内容安排从简单验证性单元训练到组合式的综合设计性训练演进,做到实验原理和技术的统一,并努力反映当代化学实验和学科的渗透发展。

教材大致分为基础化学实验,化学原理实验和综合设计实验三个层次。基础化学实验课程,做到课程内容设置在课程之内和不同课程之间的融汇贯通及紧密配合。在化学原理实验课程中,适当提高深度,正确对待基础和传统向“新”和“用”靠拢,避免低层次重复和单课的独立性,服从整体性和系统性。在综合设计性实验中,注重为学生毕业后怎样适应即将来临的知识经济时代的发展和要求着想。充分考虑学生的需要,力求达到系统性、基础性、科学性和先进性。不仅为学生现在学习和实践所用,也考虑到他们将来从事科研工作之需,在设计实验教学内容时,尽可能照顾到化学在当代生物、材料、能源、环境等领域中的应用和交叉发展。

本书按照实验的类别编排了61个实验,为师生提供了充分的选择余地。任课教师在完成第一部分的教学内容以后,可以根据教学要求和实际情况重新组织教学内容。

参加本书编写工作的有湖北民族学院化学与环境工程学院无机教研室的杨春海、刘信平、瞿万云老师,有机教研室的田大听、李耀华老师,全书由湖北民族学院张升晖教授主编,编书过程中还得到了湖北民族学院史伯安、余爱农二位教授的大力支持和帮助,在此表示衷心的感谢。

由于编写时间仓促,水平有限,谬误之处在所难免,希望读者指正

编者

2007年8月

目 录

• CONTENTS •

第一章 化学实验基础知识	(1)
第一节 实验室规则及安全知识	(1)
第二节 实验室用水的规格、制备及检验方法	(5)
第三节 化学试剂及有关知识	(8)
第四节 干燥与干燥剂	(13)
第五节 搅拌与搅拌器	(17)
第六节 加热方法与制冷技术	(18)
第七节 水银温度计的校正	(21)
第二章 基础化学实验	(22)
实验一 玻璃工操作及玻璃仪器的洗涤与干燥	(22)
实验二 分析天平的称量练习	(25)
实验三 滴定分析操作练习	(31)
实验四 酸碱标准溶液的配制和标定	(38)
实验五 重结晶及过滤	(40)
实验六 粗食盐的提纯	(44)
实验七 液-液萃取	(47)
实验八 从茶叶中提取咖啡因	(51)
实验九 蒸馏及沸点的测定	(53)
实验十 水蒸气蒸馏	(56)
实验十一 有机物折光率的测定	(59)
实验十二 有机物旋光度的测定	(62)
实验十三 薄层色谱分离菠菜叶色素	(63)
第三章 化学基本原理及化合物性质实验	(67)
实验一 盐类水解与沉淀平衡	(67)
实验二 银氨配离子配位数及稳定常数的测定	(70)
实验三 氧化还原反应	(72)
实验四 渗透现象和溶液渗透压的测定	(75)



面向21世纪高等学校规划教材

实验五	胶体与吸附	(78)
实验六	配合物的性质	(81)
实验七	醇、酚、醛、酮的性质	(84)
实验八	羧酸及其衍生物、胺的性质	(86)
实验九	杂环化合物和生物碱的性质	(88)

第四章 物质的分离技术及定性、定量分析实验

(90)

实验一	柱色谱法	(90)
实验二	氨基酸的纸层析	(91)
实验三	水溶液中 Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Ba^{2+} 等离子的 分离和检出	(93)
实验四	阴离子定性分析	(95)
实验五	混合碱的测定 (双指示剂法)	(99)
实验六	铵盐中含氮量的测定	(101)
实验七	水的总硬度的测定	(103)
实验八	铋、铅含量的连续测定	(105)
实验九	KMnO_4 标准溶液的配制与标定	(106)
实验十	过氧化氢含量的测定	(108)
实验十一	土壤中有有机质含量的测定	(109)
实验十二	维生素 C 含量的测定	(111)
实验十三	银合金中银含量的测定 (佛尔哈德法)	(113)
实验十四	可溶性氯化物中氯含量的测定 (莫尔法)	(115)
实验十五	邻菲咯啉分光光度法测定铁	(116)

第五章 化合物制备实验

(119)

实验一	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的制备与提纯	(119)
实验二	硫酸亚铁铵的制备	(121)
实验三	无机颜料的制备	(124)
实验四	杂多化合物的制备	(126)
实验五	配合物的合成	(128)
实验六	正溴丁烷的合成	(129)
实验七	2-甲基-2-己醇的合成	(131)
实验八	邻硝基苯酚和对硝基苯酚的合成	(133)
实验九	苯乙酮的制备	(135)
实验十	肉桂酸的制备	(136)
实验十一	苯氧乙酸的合成	(137)
实验十二	苯甲醇和苯甲酸的合成	(139)
实验十三	乙酸乙酯的合成	(141)
实验十四	乙酰苯胺的合成	(143)

第六章 课程综合实验

(146)

实验一	魔芋精粉中 SO_2 含量的测定	(146)
-----	---------------------------------	-------

实验二	地下水和地面水中高锰酸盐指数的测定	(147)
实验三	用丙酸制备 3, 4-己二酮	(148)
实验四	天然产物挥发油的提取和分析	(150)
实验五	用三种方法氧化 1-辛醇制备辛醛	(152)
第七章	课程设计实验	(154)
实验一	设计醇醛缩合实验方案	(154)
实验二	设计迈克尔反应实验方案	(155)
实验三	设计二糠基二硫醚的实验方案	(157)
实验四	关于彭特盐的应用 (研究式实验)	(158)
实验五	固体超强酸的制备和应用 (研究式实验)	(159)
附录		(161)
附录 1	常见无机化合物的溶解度	(161)
附录 2	常见气体在水中的溶解度	(163)
附录 3	常用酸、碱的浓度	(163)
附录 4	常见离子和化合物的颜色	(164)
附录 5	常用试剂的配制方法	(166)
附录 6	常用缓冲溶液的配制方法	(168)
参考文献		(174)

第一章 化学实验基础知识

第一节 实验室规则及安全知识

一、化学实验室规则

(1) 进入实验室前应认真预习,明确实验目的,了解实验的基本原理、方法、步骤,以及有关的基本操作和注意事项。

(2) 遵守纪律,不迟到、早退,不在实验室大声喧哗,保持室内安静。

(3) 实验前,先清点所用仪器,如发现破损,立即向指导教师声明补领。如在实验过程中损坏仪器,应即时报告,并填写仪器破损报告单,经指导教师签字后交实验室工作人员处理。

(4) 实验时听从教师的指导,严格按操作规程正确操作,仔细观察,积极思考,并随时将实验现象和数据如实记录在专用的记录本上。

(5) 公用仪器 and 试剂瓶等用毕立即放回原处,不得随意乱拿乱放。试剂瓶中试剂不足时,应报告指导教师,即时补充。

(6) 实验时要保持桌面和实验室清洁整齐。废液倒入废液缸,火柴梗、用后的试纸、滤纸等废物投入废物篓内,严禁投放在水槽中,以免腐蚀和堵塞水槽及下水道。

(7) 实验中严格遵守水、电、煤气、易燃、易爆以及有毒药品等的安全使用规则。注意节约水、电和试剂。

(8) 实验完毕,将实验桌面、仪器和药品架整理干净。值日生负责做好整个实验室的清洁工作,并关好水、电开关及门窗等。实验室一切物品不得带离实验室。

(9) 实验后,根据原始记录,联系理论知识,认真分析问题,处理数据,按要求格式写出实验报告,即时交给指导教师批阅。

二、实验室安全知识

进行化学实验,经常要使用水、电、煤气、各种仪器和易燃、易爆、腐蚀性以及有毒的药品等,因此,实验室安全极为重要。如不遵守安全规则而发生事故,不仅会导致实验失败,而且还会伤害人的健康,并给国家财产造成损失。因此,必须做到认真预习,熟悉各种仪器、药品的性能,掌握实验中的安全注意事项,集中精力进行实验,严格遵守操作规程。此外,还必须了解实验室一般事故的处理等安全知识。

1. 化学实验室安全守则

(1) 实验开始前,检查仪器是否完整无损,装置是否正确。了解实验室安全用具放置的位置,熟悉使用各种安全用具(如灭火器、砂桶、急救箱等)的方法。

(2) 实验进行时,不得擅自离开岗位。水、电、煤气、酒精灯等一经使用完毕立即关闭。实验结束后,值日生和最后离开实验室的人员应再一次检查它们是否被关好。



(3) 决不允许任意混合各种化学药品, 以免发生事故。

(4) 浓酸、浓碱等具有强腐蚀性的药品, 切勿溅在皮肤或衣服上, 尤其不可溅入眼睛中。

(5) 极易挥发和引燃的有机溶剂 (如乙醚、乙醇、丙酮、苯等), 使用时必须远离明火, 用后要立即塞紧瓶塞, 放入阴凉处。

(6) 加热时, 要严格遵守操作规程。制备或对具有刺激性、恶臭和有毒的气体进行实验时, 必须在通风橱内进行。

(7) 实验室内任何药品不得进入口中或接触伤口, 对有毒药品更应特别注意。有毒废液不得倒入水槽, 以免与水槽中的残酸作用而产生有毒气体。防止污染环境, 增强自身的环境保护意识。

(8) 实验室电器设备的功率不得超过电源负载能力。电器设备使用前应检查是否漏电, 常用仪器外壳应接地。使用电器时, 人体与电器导电部分不能直接接触, 也不能用湿手接触电器插头。

(9) 进行危险性实验时, 应使用防护眼镜、面罩、手套等防护用具。

(10) 不能在实验室内饮食、吸烟。实验结束后必须洗净双手, 方可离开实验室。

2. 实验室意外事故的一般处理

(1) 割伤 先取出伤口内的异物, 然后在伤口处抹上红汞药水或撒上消炎粉后用纱布包扎。

(2) 烫伤 可先用稀高锰酸钾 (KMnO_4) 或苦味酸溶液冲洗灼伤处。再在伤口处抹上黄色的苦味酸溶液、烫伤膏或万花油, 切勿用水冲洗。

(3) 酸蚀伤 先用大量水冲洗, 然后用饱和碳酸氢钠 (NaHCO_3) 溶液或稀 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 洗, 最后再用水冲洗。

(4) 碱蚀伤 先用大量水冲洗, 再用约 $0.3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HAc 溶液洗, 最后再用水冲洗。如果碱溅入眼中, 则先用硼酸溶液洗, 再用水洗。

(5) 吸入刺激性、有毒气体 吸入氯气、盐酸 (Cl_2 、 HCl)、溴蒸气时, 可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气使之解毒。吸入硫化氢 (H_2S) 气体而感到不适时, 立即到室外呼吸新鲜空气。

(6) 毒物进入口中 若毒物尚未咽下, 应立即吐出来, 并用水冲洗口腔; 如已吞下, 应设法促使呕吐, 并根据毒物的性质服解毒剂。

(7) 起火 若因酒精、苯、乙醚等引起着火, 立即用湿抹布、石棉布或砂子覆盖燃烧物。火势大时可用泡沫灭火器。若由通电器设备引起的火灾, 应先切断电源, 用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器灭火, 不能用泡沫灭火器, 以免触电。

(8) 触电 首先切断电源, 必要时进行人工呼吸。

(9) 若伤势较重, 则应立即送医院; 火势较大时, 则应立即报警。

三、标准磨口玻璃仪器介绍

1. 常用标准磨口玻璃仪器介绍

在实验化学中, 还常常用到由硬质玻璃制成的标准磨口玻璃仪器。由于玻璃仪器的大小及用途不同, 标准磨口的大小也不同, 通常应用的标准磨口系列编号有 10, 14, 19, 24, 29, 34, 40, 50 等多种, 它们表示锥形磨口最大端直径的长度 (单位为 mm)。有的标准磨

口仪器也常用两个数字表示磨口大小，例如 10/30，它表示此磨口大端直径 10mm，磨口长度为 30mm。凡属同类规格的标准内外磨口均可互相紧密连。

常用标准磨口玻璃仪器见图 1—1。



短颈圆底烧瓶



短颈平底烧瓶



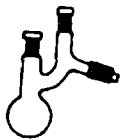
梨形烧瓶



梨形蒸馏烧瓶



梨形克氏蒸馏瓶



圆形克氏蒸馏瓶



圆形蒸馏烧瓶



直形三口烧瓶



斜口三口烧瓶



梨形三口烧瓶



三角烧瓶



抽滤瓶



克氏蒸馏头



蒸馏头



二口连接管



接头



球形分液漏斗



60° 漏斗



恒压式筒形滴液漏斗



砂芯漏斗

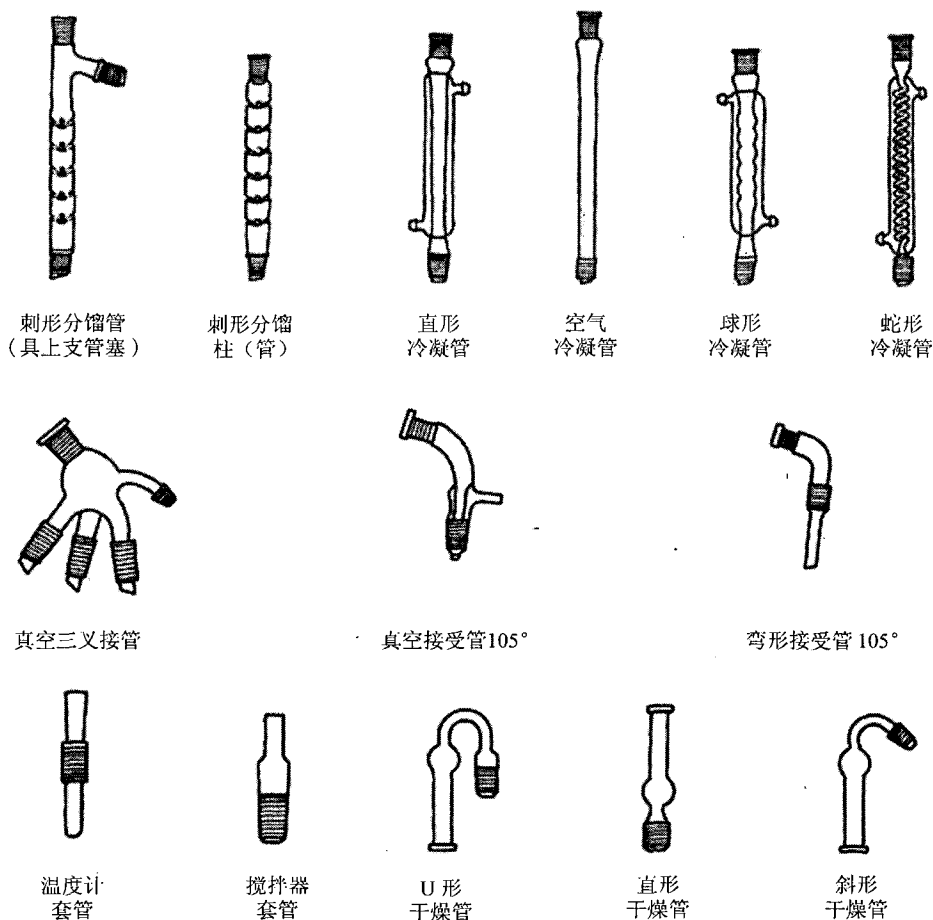


图 1—1 常用标准磨口玻璃仪器

2. 使用标准磨口玻璃仪器的注意事项

(1) 组装仪器之前，磨口接头部分应用洗涤剂清洗干净，再用纸巾或布擦干，以防止磨口对接不紧密，导致漏气。洗涤时，应避免使用去污粉等固体摩擦粉，以免损坏磨口。

(2) 组装仪器时，应将各部分分别夹持好，排列整齐，角度及高度调整适当后，再进行组装，以免磨口连接处受力不均衡而折断。

(3) 仪器使用后，应尽快清洗并分开放置。否则，容易造成磨口接头的粘结，难以拆开。对于带活塞、塞子的磨口仪器，活塞、塞子不能随意调换，应垫上纸片配套存放。

(4) 常压下使用磨口仪器，一般不涂润滑剂，以免污染反应物或产物。但是，当反应中有强碱存在时，则应在磨口处涂抹润滑剂，以防止磨口连接处受碱腐蚀而粘结。

(5) 如遇玻璃磨口接头粘结难以拆开时，可用木棒或实验桌边缘轻轻敲击接头处，使其松开。

四、微型化学实验仪器介绍

微型化学实验是 20 世纪 80 年代崛起的一种实验方法。由于其试剂用量仅为常量实验的 $1/10 \sim 1/1000$ ，显著地降低了实验成本，减少了环境污染，省时，节能。另外，微型实验仪

器体积小，贮存、携带方便，因此，备受化学工作者的青睐。

常用微型化学实验仪器见图 1—2。



图 1—2 国产微型化学制备仪器示意图

这套仪器中，有些是常规仪器的微型化，如圆底烧瓶、空气冷凝管、直形冷凝管（10# 磨口，12 cm 长）、球形冷凝管、锥形瓶（5 mL）、接液管等，其形状与常规仪器完全一样。有些与常规仪器有一定差别，如微型蒸馏头、微型分馏头和真空指型冷凝器（即真空冷指）等。它们可根据需要组装成一些成套仪器进行蒸馏、回流、分馏、升华等基本操作。

第二节 实验室用水的规格、制备及检验方法

在化学实验室中，根据任务和要求的不同，对水（ H_2O ）的纯度要求也不同。对于一般的分析实验工作，采用蒸馏水或去离子水即可，而对于超纯物质分析，则要求用纯度较高的“高纯水”。

我国已建立了实验室用水规格的国家标准（GB/T 6682—1992）。该标准中规定了实验



室用水的技术指标、制备方法及检验方法。

一、规格

实验室用水规格见表 1—1。

表 1—1 实验室用水的级别及主要指标

指标名称	一级	二级	三级
pH 范围 (25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率 (κ) / $\mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ (25℃) $\leq$	0.1	1.0	5.0
吸光度 (A) (254 nm, 1 cm 光谱) $\leq$	0.001	0.01	—
密度 ρ (SiO_2) / $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1} \leq$	0.02	0.05	—
可氧化物的限度实验	—	符合	符合

该标准中只规定了一般技术指标,在实际工作中,有些实验对水有特殊要求,还要检查有关项目,例如 Cl, Fe, Cu, Zn, Pb, Ca, Mg 等离子。

二、制备方法

一级水基本不含有溶解或胶态离子杂质及有机物。它可用二级水经进一步处理制得,例如可用二级水经过蒸馏、离子交换混合床和 0.2 μm 过滤膜的方法,或者用石英装置进一步蒸馏制得。

二级水可含有微量的无机、有机或胶态杂质。可采用蒸馏、反渗透或去离子后再经蒸馏等方法制备。

三级水适用于一般实验室试验工作。它可以采用蒸馏、反渗透或者去离子等方法制备。

制备试验室用水的原料水,应当是饮用水或比较纯净的水。如有污染,则必须进行预处理。

三级水是最普遍使用的纯水,过去多采用蒸馏方法制备,故通常称为蒸馏水。为节省能源和减少污染,目前多改用离子交换法、电渗析法制备。

(1) 蒸馏法 使用的蒸馏器有玻璃、铜、石英等材料制成。蒸馏法设备成本低,操作简单,但能量消耗大,只能除去水中非挥发性杂质,不能除去溶解在水中的气体。

(2) 离子交换法 这是应用离子交换树脂来分离出水中的杂质离子的方法。用这种方法制得的纯水通常称为去离子水。此法的优点是容易制得大量的水,成本低,除去离子的能力强。缺点是设备及操作较复杂,不能除去非电解质(如有机物)杂质,而且尚有微量离子交换树脂溶在水中。

(3) 电渗析法 这是在离子交换技术基础上发展起来的一种方法。它是在外电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而使杂质离子从水中分离出来的方法。此方法除去杂质的效率较低,适用于要求不很高的分析工作。

三、检验方法

1. pH 的测定

用酸度计测定纯水的 pH 时,先用 pH 为 5.0~8.0 的标准缓冲溶液校正 pH 计,再将 100 mL 三级水注入烧杯中,插入玻璃电极和甘汞电极,测定 pH。