



北京市高等教育精品教材立项项目

基础化学实验

吴肇亮 俞 英 等编 张常群 审

上册

石油工业出版社
Petroleum Industry Press

北京市高等教育精品教材立项项目

基础化学实验

(上册)

吴肇亮 俞 英 等编 张常群 审

石油工业出版社

内 容 提 要

根据高等学校化工类和应用化学专业教学基本要求,本教材涵盖了大学化学实验课程的内容,分上、下两册出版。上册主要包括化学实验室基础知识、误差理论、常用物理量测定、常用分离方法、容量分析方法、定量分析概论等实验理论知识,以及无机化合物制备、性质、无机化学反应常数测定及化学分析的实验内容。下册主要包括有机化学实验基础知识、仪器分析的基本理论、有机化合物的制备与结构表征、有机化合物性质及有机化学反应常数测定等实验内容。

本书适于作为高等学校、中等专科学校化学、化工类专业的教学或参考用书,也可作为实验技术人员和研究人员参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验.上册/吴肇亮,俞英等编.

北京:石油工业出版社,2003.3

北京市高等教育精品教材立项项目

ISBN 7-5021-4112-X

I.基…

II.①吴…②俞…

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(2003)第000696号

石油工业出版社出版

(100011 北京安定门外安华里二区一号楼)

石油工业出版社印刷厂排版印刷

新华书店北京发行所发行

*

787×960毫米 16开本 18.25印张 464千字 印1—3000

2003年3月北京第1版 2003年3月北京第1次印刷

ISBN 7-5021-4112-X/TE·2928(课)

定价:25.00元

前 言

本书根据教育部关于大学工科化学课程基本要求中关于实验部分的要求编写而成。根据教育改革的精神,书中将大学化学实验课程的内容综合编写,体现了原无机化学、分析化学(包括仪器分析)、有机化学、物理化学的实验课程内容的要求,同时体现了各实验内容间的相互联系。这样有利于培养学生综合应用化学理论的能力,有利于系统、有效地安排实验技术的训练,有利于学生学习化学实验的基本方法,为学生通过化学实验课增加知识、培养能力、提高素质创造更好的条件。在实验内容的安排上,力图体现实验课程的独立性,体现原各化学实验课程的循序渐进,又体现实验知识、方法、技术方面的综合,在学时上保持一定灵活性,以适应化学实验独立开课,精简学时,开放实验室的要求。

本书由于篇幅限制,分上、下两册。上册主要包括化学实验室基础知识、误差理论、常用物理量测定、常用分离方法、容量分析方法、定量分析概论等实验理论知识,以及无机化合物制备、性质、无机化学反应常数测定及化学分析的实验内容。下册主要包括有机化学实验基础知识、仪器分析的基本理论、有机化合物的制备与结构表征、有机化合物性质及有机化学反应常数测定等实验内容。两册书的附录部分介绍了常用仪器的基本原理及使用方法,并提供了本书实验所需的物性和常数。

为了便于学生阅读,在实验原理及实验步骤部分说明比较详细。力图使学生预习后可以基本理解,实验时便于思考。多数实验列出较多的思考题,以启发学生思考,学习理论联系实际的方法,提高实验技术,保证实验质量,学习设计实验方法。

本书是在石油大学(北京)化学实验讲义基础上补充、修改而成。上册由梁咏梅、俞英、吴肇亮等执笔,下册由周小虹、张坤山、俞英、吴肇亮等执笔。赵树英、张有序、詹亚力、杨娣红、刘华及石油大学(北京)化学实验室教师协助完成了部分工作。

由于编者水平有限,书中会存在不少缺点、错误,欢迎读者批评、指正。

编者

2002年10月于北京

目 录

绪言	(1)
----------	-------

原 理 部 分

第一章 实验室基础知识	(5)
1.1 实验室用水	(5)
1.2 化学试剂	(5)
1.3 常用化学器皿	(7)
1.4 玻璃仪器洗涤与洗液	(10)
1.5 常用容量器皿的使用和校正	(11)
1.6 实验室安全知识	(17)
第二章 误差与数据处理	(21)
2.1 有效数字及其运算规则、数据记录	(21)
2.2 误差	(22)
2.3 测定结果的数据处理	(27)
2.4 实验资料的整理和表达	(31)
2.5 误差传递	(35)
2.6 国际单位制和化学中的法定计量单位	(38)
第三章 常用物理量的测定	(41)
3.1 质量的测定及天平	(41)
3.2 温标及温度测量	(45)
3.3 压力的测量	(59)
第四章 实验中常用的分离方法	(68)
4.1 沉淀分离法	(68)
4.2 萃取分离法	(69)
4.3 离子交换分离法	(70)
4.4 挥发和蒸馏分离法	(72)
4.5 色谱分离法	(72)
第五章 滴定分析法	(75)
5.1 滴定分析法概论	(75)

5.2 酸碱滴定法	(77)
5.3 配位滴定法	(91)
5.4 氧化还原滴定法	(98)
5.5 沉淀滴定法	(107)
第六章 定量分析概论	(110)
6.1 分析化学和定量分析	(110)
6.2 定量分析方法	(111)
6.3 定量分析一般过程	(112)

实 验 部 分

实验一 分析天平称量练习	(117)
实验二 常见阴离子的分离与鉴定	(118)
实验三 常见阳离子的分离与鉴定	(125)
实验四 盐酸溶液配制和标定	(134)
实验五 混合碱的分析(双指示剂法)	(136)
实验六 离子交换法测定 PbCl_2 的溶度积	(138)
实验七 $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_n]^+$ 离子配位数的测定	(140)
实验八 硝酸钾的制备及溶解度测定	(143)
实验九 从碳酸氢铵和氯化钠制备碳酸钠	(145)
实验十 恒温槽调节及液体粘度测量	(148)
实验十一 乙醇水溶液偏摩尔体积的测定	(152)
实验十二 醋酸溶液标定及其电离常数测定	(156)
实验十三 甲基红电离平衡常数测定	(161)
实验十四 过氧化氢分解	(166)
实验十五 EDTA 标准溶液的配制和标定	(170)
实验十六 硫代硫酸钠溶液的标定	(174)
实验十七 氯化物中氯含量的测定	(175)
实验十八 中和热的测定	(177)
实验十九 中和热及电离热的测定	(182)
实验二十 液体饱和蒸气压的测定	(186)
实验二十一 二组分沸点—组成相图	(190)
实验二十二 用凝固点下降法测溶质摩尔质量	(194)
实验二十三 二组分金属固液平衡相图的测绘	(197)

实验二十四	三组分体系液-液平衡相图测绘	(200)
实验二十五	硫酸亚铁铵的制备	(205)
实验二十六	焦磷酸钾的制备和无氰镀铜	(208)
实验二十七	无水二氯化锡的制备	(211)
实验二十八	直接电位法——氟离子选择电极使用	(213)
实验二十九	钴(III)配合物的制备及其组成分析	(216)
实验三十	邻二氮杂菲分光光度法测定铁	(220)
实验三十一	油品酸价的测定(非水溶液滴定)	(223)
实验三十二	工业苯酚纯度的测定	(225)
实验三十三	水的硬度测定	(228)
实验三十四	水泥熟料的某些氧化物含量测定	(230)
实验三十五	燃烧热的测定	(236)
实验三十六	氨基甲酸铵分解平衡	(241)

附录部分

附录一	干湿球湿度计	(249)
附录二	自动平衡记录仪	(250)
附录三	酸度计(pH计)	(252)
附录四	电导率仪	(255)
附录五	分光光度计	(258)
附录六	阿贝折光仪	(260)
附录七	自动电位滴定仪	(263)
附录八	直流稳压电源	(266)
附录九	某些离子和化合物的颜色	(267)
附录十	国际相对原子质量表(1989年)	(271)
附录十一	水的粘度	(273)
附录十二	水的密度	(274)
附录十三	水的饱和蒸气压	(275)
附录十四	水的气化热	(276)
附录十五	水的折射率	(276)
附录十六	汞的密度	(276)
附录十七	某些液体的密度	(277)
附录十八	20℃乙醇水溶液的密度与折射率	(278)
附录十九	甘油水溶液的密度	(278)

附录二十	甘油水溶液的粘度	(279)
附录二十一	某些液体的饱和蒸气压	(279)
附录二十二	KCl 水溶液的电导率	(280)
附录二十三	25℃无限稀释离子摩尔电导率及温度系数	(281)
附录二十四	各温度下醋酸电离常数	(281)
附录二十五	25℃水溶液中标准电极电势	(282)
附录二十六	几种电极的电极势与温度关系式	(283)
附录二十七	镍铬—考铜热电偶分度表	(283)
附录二十八	各温度下氯化钾溶解热	(283)

绪 言

实验是人类研究自然规律的一种基本的科学方法。化学是研究物质的组成（成分、含量）、结构、性能和制备的科学。纯物质的分子中所含的元素和各元素的含量，分子中原子间的结构关系，混合物中各物质组分、结构及其含量，各物质的物理和化学性能，各物质的制备、分离、提纯，各种物理化学常数的测定等都需要通过化学及物理实验认识、测定、验证。因此，可以说化学是一门起源于实验的科学。化学实验在化学课程的学习和化学学科的研究中具有特别重要的作用。

随着化学学科的发展，人们将有关化学的错综复杂的现象、知识、规律、理论进行分门别类，形成了无机化学、有机化学、分析化学和物理化学等分支学科。它们相应的实验分为四个分支学科的实验：分析化学实验主要研究物质的组分、含量、结构的定性和定量测定方法；无机化学实验、有机化学实验主要研究无机物、有机物的化学性质和制备、分离、提纯方法；物理化学实验主要研究物质的物性测定和各种物理化学常数测定方法。这种学科的科学分类在化学学科的发展中做出了重要的贡献，使人们学习化学知识和方法时，容易掌握各分支学科的内在规律和它们之间的差异。

但是，物质的组成、结构、性能和制备是有内在联系的，各分支学科间的联系也是不可分割的。学科之间的综合也是研究和应用中另一个重要的科学方法，近代科学发展的交叉趋势正说明了学科综合的重要意义。大学科之间的交叉重要，化学的分支学科之间的综合更为重要。科学研究，特别是实验研究，从方案制定、手段使用、现象观察、理论应用等各个环节都不是按学科分类的，要求人们有综合各学科的知识、理论、技能的能力。

为了使學生能够掌握科学的分析方法和科学的综合方法，本课程在学习实验内容上严格区分四大化学分支学科。希望学生通过化学实验，能够获得感性知识，掌握实验技能和综合理论分析方法，提高解决问题能力。同时使学生能巩固化学理论知识，为后修课奠定必要的基础。

学习化学实验要明确以下几点：

1. 学习化学实验课程的目的。

化学实验是一门基础实验课，通过本课程应在实验操作技术、实验方法、实验结果处理等方面得到训练；提高独立思考、进行实验研究、解决实际问题的能力；培养实事求是、严格细致、追求真理的科学作风；加深对前修基本原理、基础知识的理解，为后修课程奠定基础。

2. 学习化学实验课程的方法。

(1) 预习:

为了使实验课得到良好效果,实验前必须进行预习。阅读、理解实验教材、教科书及参考书的有关内容。了解实验内容、步骤、方法和注意事项。写好实验预习报告(包括实验要求、程序、实验记录准备)。实验前经教师检查,预习合格进入实验。

(2) 实验:

化学实验必须在理论指导下进行,正确的方案和熟练的技能是实验成功的基础。实验技能是长期实践中逐步训练获得的。要重视实验,养成良好的实验习惯,尊重实验结果。

在实验中必须做到:认真操作,严格控制实验条件;细心观察现象,完整、准确地进行测量;及时、如实地做好现象和资料的记录。实验课中应勤于思考,努力分析实验现象和测定的规律,独立解决遇到的实验问题,必要时可以在老师指导下解决。

实验课后,认真、独立地书写实验报告。实验报告包括实验目的与基本原理,主要实验步骤,现象、资料记录,数据处理(包括计算、列表、作图),实验现象及实验结果讨论。结果讨论中要针对本实验情况,讨论实验现象、测量结果误差、实验方法和操作方法等方面的各类问题。

3. 实验注意事项。

(1) 按时进实验室后,熟悉环境,了解各种设施位置,清点仪器。

(2) 爱护实验仪器设备,要按实验内容和有关附录中的规定使用仪器。仪器设备安装完毕或连接线路后,经教师检查,才能接通电源,开始实验。如仪器破损,应及时报告任课教师,进行登记、处理。

(3) 保持实验室安静、整洁,养成良好的实验室工作习惯。实验结束,玻璃仪器按要求洗刷干净,摆放整齐;清理桌面、地面,洗净双手,保持清洁卫生。

(4) 注意实验室用电、用水、防火、防爆、防毒等方面的安全。按规定操作,减少或防止气体、液体和固体残渣的污染。

原 理 部 分

第一章 实验室基础知识

1.1 实验室用水

正确选用化学实验用水是实验成功的保证。实验者应对用水级别和规格有一定了解。
表 1-1 引自国家标准 GB 6682—1992《分析实验室用水规格和实验方法》。

表 1-1 分析实验室用水的级别及主要技术指标

指标名称	一级	二级	三级
pH 范围 (25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率 (25℃), $\text{mS}\cdot\text{m}^{-1}$	≤ 0.01	≤ 0.10	≤ 0.50
可氧化物质 [以 (O) 计], $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	—	< 0.08	< 0.4
蒸发残渣 ($105 \pm 2^\circ\text{C}$), $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	—	≤ 1.0	≤ 2.0
吸光度 (254 nm, 1 cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	—
可溶性硅 [以 (SiO_2) 计], $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	< 0.01	< 0.02	—

一级水：可用二级水经过蒸馏、离子交换混合床和 $0.2\ \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤方法制备，或用石英蒸馏装置进一步蒸馏制得。主要用于有严格要求的分析实验，包括对微粒有要求的实验，如高效液相色谱分析用水。

二级水：可用蒸馏、反渗透、去离子（离子交换和电渗析法）后再经蒸馏等方法制备。主要用于无机痕量分析，如原子吸收光谱分析等。

三级水：可用蒸馏、反渗透或去离子等方法制备。适用于一般化学分析实验。

蒸馏法设备简单，易操作，但能耗高、产率低，而且只能除掉水中非挥发性杂质，蒸馏水中还会溶入二氧化碳。

离子交换法可以去掉水中离子，但不能除掉水中非离子型杂质，使去离子水中常含有微量的有机物。

电渗析法是在外电场作用下，利用阴阳离子交换膜对溶液中离子的选择性渗透而使杂质离子从水中分离出来。电渗析法与离子交换法相似，也不能除掉非离子型杂质。但电渗析器的使用周期长，再生处理也比离子交换柱简单。

1.2 化学试剂

定量分析所用试剂的质量直接影响分析结果的准确度，因此分析者有必要对试剂的种

类和规格有一定的了解，以便根据不同的实验和要求正确地选取试剂。

化学试剂按用途可分为标准试剂、高纯试剂、专用试剂和一般试剂。其中一般试剂是实验室使用得最普遍的试剂。

1.2.1 标准试剂

标准试剂是衡量其他物质化学量的标准物质，其主体含量高而且控制严格、准确可靠。

1.2.2 一般试剂

常用试剂的规格是不同的，不同用途需要使用不同规格的试剂。例如定量分析应使用纯度较高的化学药品，不纯的试剂会使分析结果完全无效。而在医药方面使用的试剂在对人类或牲畜有毒成分方面可能要求更高，其他无毒成分要求则不高，它与高纯试剂要求是不同的。化学试剂的规格主要是以其中所含杂质多少来划分的，通常可分为四个等级。除此之外，还包括近年来大量使用的生化试剂。化学试剂的规格和适用范围见表1-2。

表 1-2 试剂规格和适用范围

等级	名 称	英文名称	符 号	标 签 标 志	适 用 范 围
一级	优级纯	Guaranteed Reagent	G.R.	绿色	纯度很高，适用于精密分析和科学研究工作
二级	分析纯	Analytical Reagent	A.R.	红色	用于多数定性定量分析和一般科学研究工作
三级	化学纯	Chemical Pure	C.P.	蓝色	用于一般定性分析工作
四级品	实验试剂；	Laboratorial Reagent	L.R.	棕色或其他 颜色	用于实验辅助试剂
生化试剂	医用	Biochemistry	B.R.	咖啡色	用于生物化学实验
	生化试剂； 生物染色剂	Reagent		玫红色	

1.2.3 高纯试剂

高纯试剂的杂质含量比优级纯和标准试剂低，主体含量与优级纯相当。高纯试剂也属于通用试剂，主要用于微量或痕量组分分析中试样的分解及试液的制备。

1.2.4 专用试剂

专用试剂是指具有特殊用途的试剂。例如仪器分析法专用试剂中有色谱分析标准试剂、紫外及红外光谱试剂、核磁共振分析用试剂等。专用试剂与高纯试剂一样，主体含量较高，杂质含量很低。二者不同的是，专用试剂在特殊的应用上（如发射光谱分析）只需控制有干扰的杂质含量在不会产生明显干扰的限度下。

选用试剂时，应根据实验要求取用。既要注意节约，不可盲目追求高纯度，又要能满足实验结果的准确度要求。一般滴定分析中配制标准溶液及物理化学常数测定使用分析纯试剂；仪器分析通常使用专用试剂或优级纯试剂；而微量、超微量分析应选用高纯试剂。

1.3 常用化学器皿

考虑到防止溶解、腐蚀及便于清洗、加热，化学实验室用于与液体或气体样品、试剂接触的仪器多用玻璃制品。由于耐高温、防离子、提高强度等各种要求，还有用陶瓷、搪瓷、塑料、金属制品或木制品的。在大学化学实验室中由于无机化学、有机化学、分析化学的许多操作重复性高，大量使用有标准规格的玻璃仪器。由于不同实验的特殊要求，许多化学实验室还使用一些非标准规格的玻璃仪器。图 1-1 所示为一些常用的玻璃及其他材料制的仪器。

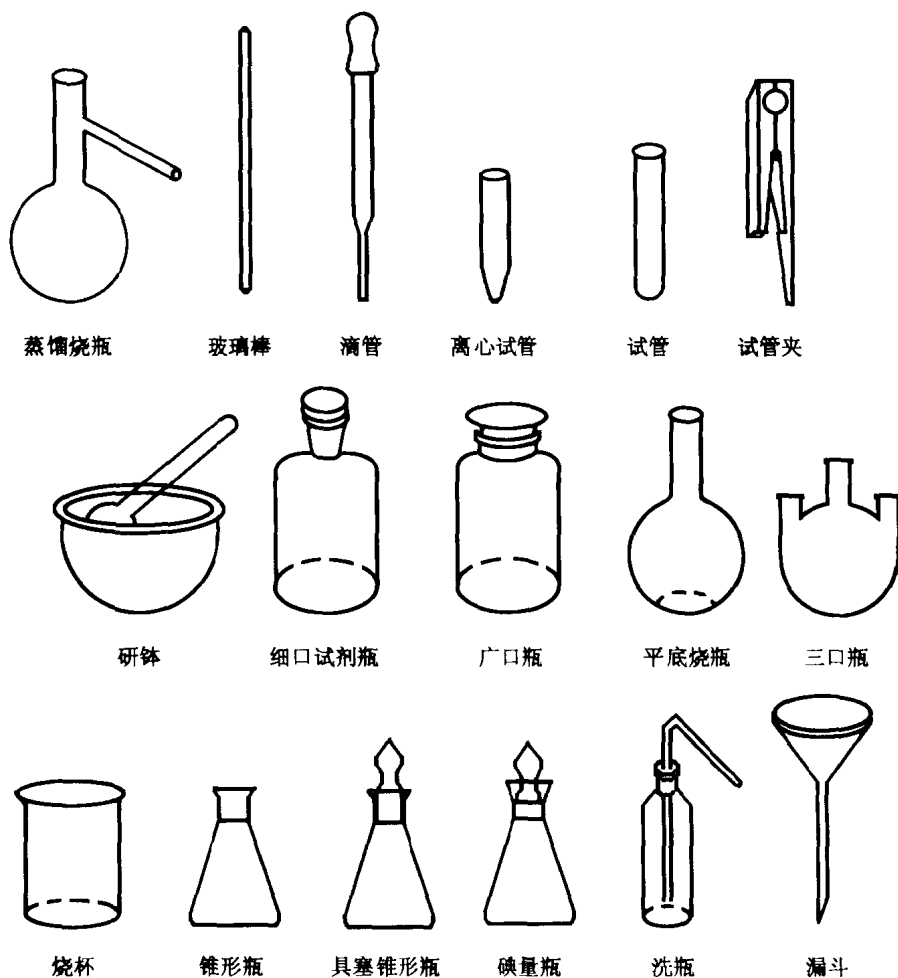


图 1-1 化学实验常用仪器

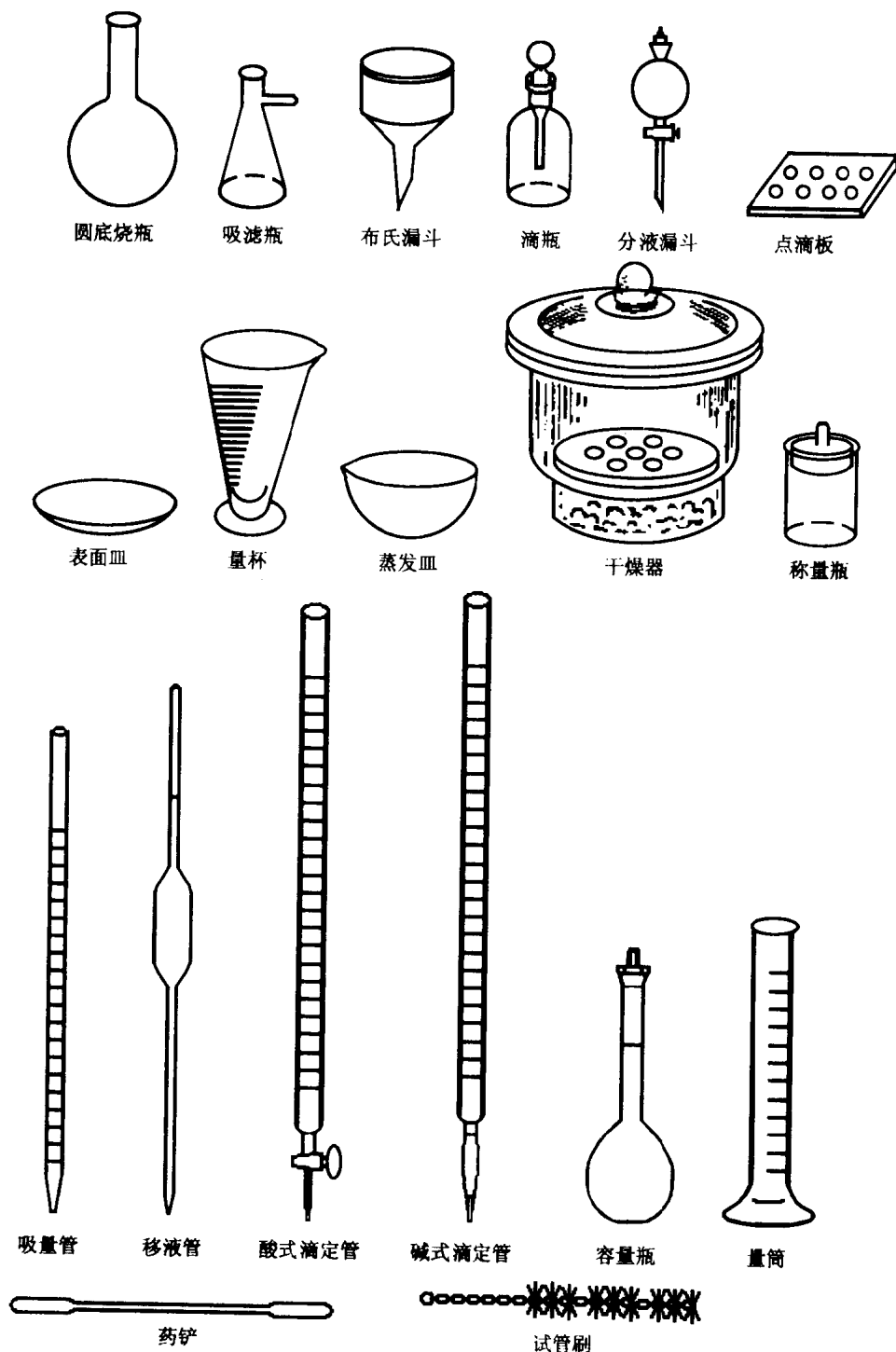


图 1-1 (续) 化学实验常用仪器

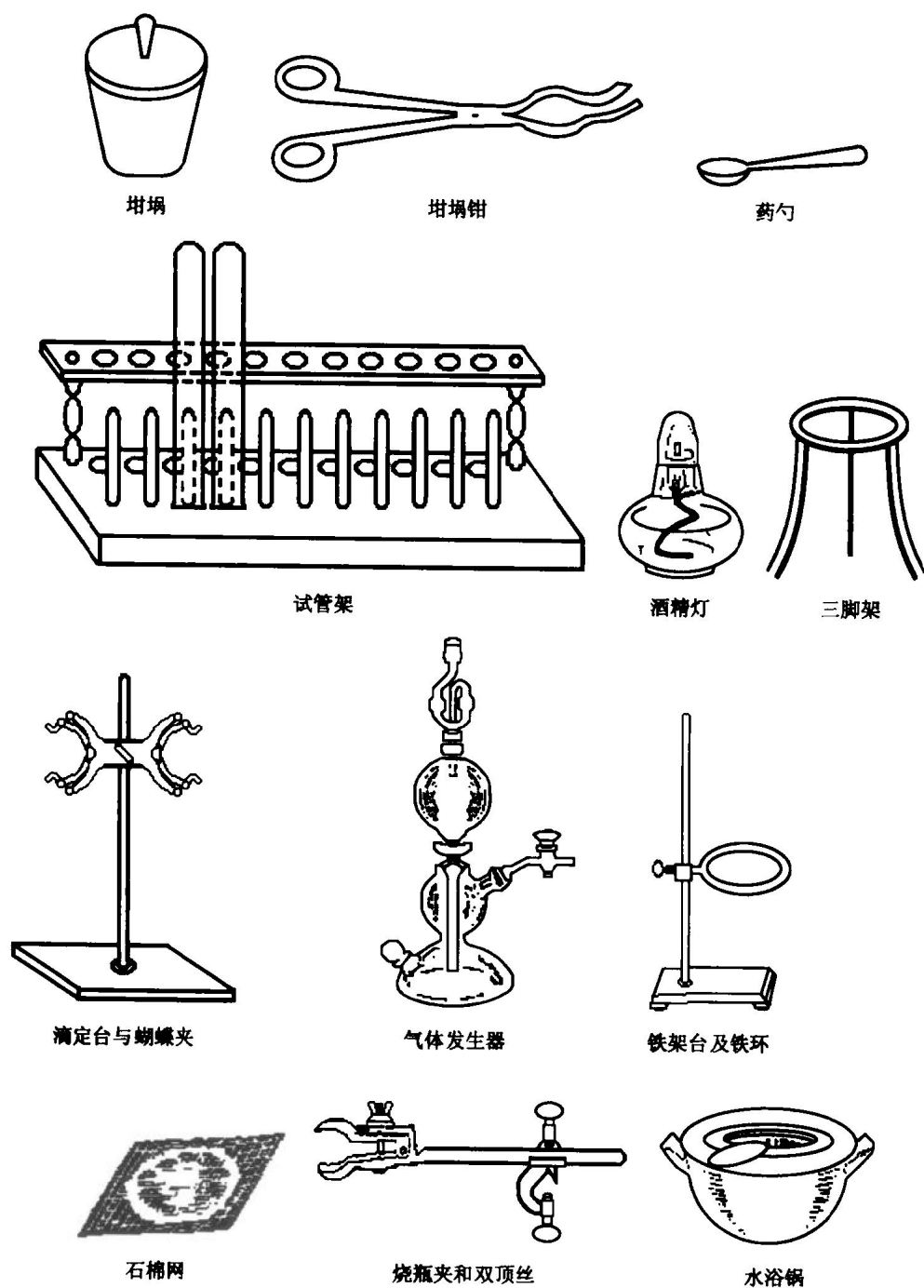


图 1-1 (续) 化学实验常用仪器