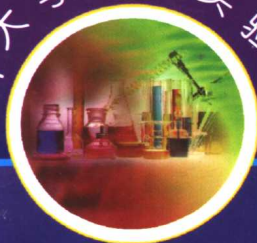


工科大学化学实验教程



高等学校教材

化学基本操作与物质制备实验

■ 关鲁雄 主编

中南大学出版社

64.15

化学基本操作 与物质制备实验

关鲁雄 主编

中南大学出版社

2002 年 9 月

化学基本操作与物质制备实验

关鲁雄 主编

☐责任编辑 李宗柏

☐出版发行 中南大学出版社

社址:长沙市麓山南路 邮编:410083

发行科电话:0731-8876770 传真:0731-8710482

电子邮件:csucbs @ public. cs. hn. cn

☐经 销 湖南省新华书店

☐印 装 中南大学印刷厂

☐开 本 787×960 1/16 ☐印张 27 ☐字数 432 千字

☐版 次 2002 年 11 月第 1 版 ☐2002 年 11 月第 1 次印刷

☐书 号 ISBN 7-81061-571-8/O · 030

☐定 价 32.00 元

图书出现印装问题,请与经销商调换

化学基本操作与物质制备实验

内 容 简 介

《化学基本操作与物质制备实验》包括工科大学化学实验的基础知识、化学基本操作以及有机化合物和无机化合物基本制备方法等内容,共收入 72 个实验。本书对“四大化学实验”的基本操作内容作了系统介绍,对元素性质实验与定性分析实验内容进行了融合,并结合生产、科研实际增加了综合性、设计性实验内容。

本书可作为综合性大学理工科各专业的基础化学、有机化学实验教材,也可作高校教师及实验室技术人员的参考书。

前 言

化学实验与研究是创新能力培养的必由之路,其作用是理论教学所无法取代的,化学实验有其自身的系统性与教学规律,不同于理论教学。如何保持化学实验自身的独立性和系统性,更大程度地发挥它在人才培养中应起的作用,是目前化学实验课程改革的研究方向。教学改革的新形势,呼吁具有鲜明特色的化学实验新教材的问世。

为了适应新世纪人才培养的需要,更侧重于现代工程技术人才化学素质教育与创新能力培养,我们将传统的《无机化学实验》、《有机化学实验》、《分析化学实验》和《物理化学实验》四门实验课融合为一门新的实验课程——《工科大学化学实验》。该课程以物质制备(含无机合成和有机合成)为龙头,将化学基本操作、物理化学实验研究方法和现代分析手段有机地融合,呈现给学生一个完整的工科化学实验知识体系。

全书分三册出版,包括:《化学基本操作与物质制备实验》分册、《物理化学实验研究方法》分册和《现代分析化学实验》分册。三个分册既前后呼应又相对独立,体现了化学实验体系的网络性与模块性,不仅满足“四大化学实验融合”的教学改革需求,也适用于“四大化学分别设课”的传统教学的需要,并能兼顾不同专业学生对化学实验课程的不同需求。

在编写方法上,本书改变了传统的以实验项目为线索的编写方法,而采用以实验基本方法和手段为线索的编写方法,每一章先介绍有关的基本原理、基本手段和基本仪器,再配以可供选择的多个实验项目,增加了综合性、设计性实验内容。在实验手段的介绍上,强调了知识的完整性。而在实验项目的安排上,强调了内容的可选性。学生可以在完成基本要求的前提下,根据自己的能力和兴趣选做不同的实验内容。这样有助于提高学生学习的主动性,有利于学生能力和素质的培养。

《化学基本操作与物质制备实验》分册包括工科大学化学实验的基础知识、化学实验基本操作以及有机化合物和无机化合物制备基本方法等内容,共收入72个实验。该书的编写有以下特点:

(1)融合“四大化学实验”的基本操作内容,强化化学基本操作训练。

(2)将元素性质实验与定性分析实验内容相融合,改书本知识的验证性实验为研究方法的训练实验。

(3)尽量减少昂贵和有毒试剂的使用,实现了实验仪器的微型化。

(4)物质制备实验结合生产、科研实际,增加了综合性、设计性实验内容。

(5)本书的编写全面贯彻我国法定计量法的规定。

本书由关鲁雄主编。参加本书编写工作的有:关鲁雄(第一、三、四章及附录);陈国辉(第五章和第二章部分内容);古映莹(第六章);雍伏曾(第二章和第一、三章部分内容)。参加本书部分编写工作的有:蒋金枝、胡慧萍(第五章部分内容);黄可龙、潘春跃、刘又年、曾东铭、钱东、杨幼萍、桑商斌(第六章部分内容)。

全书由关鲁雄负责组织编写。全书在构思过程中得到了张平民教授的大力帮助、指导,在编写过程中得到了中南大学化学化工学院领导和教职工的大力支持,在此深表谢意。

目 录

第一章 工科大学化学实验基础知识	(1)
1.1 工科大学化学实验的目的	(1)
1.2 工科大学化学实验守则	(1)
1.3 工科大学化学实验安全知识	(2)
1.3.1 工科大学化学实验室安全注意事项	(2)
1.3.2 化学实验室一般伤害事故的处理	(3)
1.3.3 化学实验室火灾事故的紧急处理	(3)
1.4 工科大学化学实验的学习方法	(4)
1.4.1 实验前的预习	(4)
1.4.2 实验记录	(5)
1.4.3 实验报告	(5)
1.4.4 实验数据的有效数字	(5)
1.5 化学实验室三废治理方案	(10)
1.5.1 化学实验室废水的处理	(11)
1.5.2 化学实验室废气的处理	(17)
1.5.3 化学实验室废渣的处理	(18)
第二章 化学实验的基本仪器与操作	(19)
2.1 玻璃仪器及其使用	(19)
2.1.1 常用玻璃仪器的种类	(19)
2.1.2 玻璃仪器的洗涤和干燥	(23)
实验一 玻璃仪器的洗涤和干燥	(26)
2.1.3 玻璃工操作	(27)
2.1.4 塞子打孔与活塞配置	(29)

实验二 简单玻璃工操作	(29)
2.2 衡量仪器及其使用	(30)
2.2.1 容量仪器及其使用方法	(30)
2.2.2 衡器及其使用方法	(36)
实验三 分析天平的使用	(44)
2.3 常用化学试剂及其取用方法	(47)
2.3.1 常用化学试剂的等级	(47)
2.3.2 常用试剂的纯化与干燥	(48)
2.3.3 试剂的取用方法	(60)
2.4 加热仪器及其使用	(61)
2.4.1 燃烧加热器及其使用方法	(61)
2.4.2 电热加热器及其使用方法	(65)
2.4.3 水浴、油浴与沙浴加热器	(66)
2.4.4 温度计与测温方法	(67)
2.5 实验装置及其安装	(70)
2.5.1 回流装置	(70)
2.5.2 蒸馏装置	(71)
2.5.3 气体吸收装置	(72)
2.5.4 搅拌装置	(72)
2.5.5 仪器装置方法	(73)
2.6 化学物质的分离与提纯	(74)
2.6.1 固-液分离方法	(75)
2.6.2 固-固分离方法	(76)
2.6.3 液-液分离方法	(80)
实验四 氯化钠的提纯	(93)
实验五 硫酸铝的制备	(95)
实验六 水的净化	(97)
实验七 减压蒸馏	(105)
实验八 水蒸气蒸馏	(105)
实验九 重结晶	(106)
实验十 色谱法	(107)

第三章 基本理化数据及其测定	(111)
3.1 溶液的组成与溶液浓度的测定	(111)
3.1.1 溶液的概念	(111)
3.1.2 溶液组成的表示方法	(111)
3.1.3 溶液浓度的测定	(112)
实验十一 溶液的配制与标定	(114)
实验十二 分光光度法测定矿石中铁的含量	(119)
3.2 物质的酸碱性 with 溶液 pH 值的测定	(123)
3.2.1 酸碱理论	(123)
3.2.2 物质的酸碱性规律	(125)
3.2.3 物质酸碱性的实验方法	(126)
3.2.4 溶液 pH 值的测定	(128)
实验十三 醋酸电离常数和电离度的测定	(133)
实验十四 电离平衡	(136)
3.3 难溶物质的生成与溶解	(138)
3.3.1 溶解过程	(138)
3.3.2 溶解度的表示方法	(139)
3.3.3 影响溶解度大小的因素	(141)
3.3.4 溶解度的测量	(143)
3.3.5 难溶物质的生成与溶解	(144)
实验十五 硝酸钾溶解度与温度的关系	(150)
实验十六 碘酸铜溶度积的测定	(153)
实验十七 难溶物质的生成与溶解	(156)
3.4 物质的氧化还原性与电极电势的测定	(158)
3.4.1 氧化还原反应的基本概念	(159)
3.4.2 原电池	(160)
3.4.3 标准电极电势	(164)
3.4.4 条件对氧化还原反应的影响——能斯特方程式	(168)
3.4.5 电解池	(169)
3.4.6 常见的氧化还原反应	(170)
实验十八 氧化还原与电化学	(172)

3.5 配合物的生成与性质	(175)
3.5.1 配合物的基本概念	(175)
3.5.2 配合平衡与配离子的稳定性	(177)
3.5.3 配合物的应用	(178)
实验十九 配合物的生成和性质	(181)
实验二十 磺基水杨酸合铜(II)配合物的组成和稳定常数的测定	(183)
3.6 分子量与分子量的测定	(188)
3.6.1 分子量的概念	(188)
3.6.2 分子量的测定	(190)
实验二十一 气体密度法测定二氧化碳的分子量	(194)
实验二十二 凝固点下降法测定硫的分子量	(198)
第四章 元素化学性质的实验方法	(201)
4.1 元素的化学性质	(201)
4.1.1 酸碱性	(201)
4.1.2 溶解性	(201)
4.1.3 氧化还原性	(201)
4.1.4 稳定性	(201)
4.1.5 配合反应	(202)
4.1.6 元素的化学性质与周期表的关系	(202)
4.2 离子的分离与鉴定	(202)
4.2.1 阳离子的分离与鉴定	(203)
4.2.2 阴离子的分离与鉴定	(204)
实验二十三 碱金属和碱土金属	(206)
实验二十四 碳族元素	(209)
实验二十五 IB, IIB 元素——铜、银、锌、镉、汞	(213)
实验二十六 VIB, VIIB 元素——铬和锰	(218)
实验二十七 VIII 元素——铁、钴、镍	(221)
实验二十八 无机化合物性质(综合性实验)	(223)
实验二十九 离子的分离与鉴定(设计性实验)	(227)

第五章 有机化合物的制备实验	(232)
5.1 有机物制备的基础知识	(232)
5.1.1 有机化学反应的基本类型	(232)
5.1.2 影响有机反应的基本因素	(233)
5.1.3 有机化合物的表征	(236)
实验三十 熔点的测定	(242)
实验三十一 蒸馏与沸点测定	(243)
实验三十二 折光率的测定	(252)
实验三十三 旋光率的测定	(253)
实验三十四 红外光谱的测定	(253)
5.2 基本的有机制备反应	(254)
5.2.1 卤代烃的制备方法	(254)
实验三十五 正溴丁烷的制备	(257)
5.2.2 醇和醚的制备	(259)
实验三十六 2-甲基-2-己醇的制备	(261)
实验三十七 β -苯乙醚的制备	(263)
5.2.3 羧酸及羧酸酯的制备	(264)
实验三十八 肉桂酸	(265)
实验三十九 乙酸乙酯	(267)
实验四十 苯甲酸和苯甲醇	(269)
实验四十一 阿斯匹林(乙酰水杨酸)	(271)
5.2.4 含氮化合物的制备	(274)
实验四十二 乙酰苯胺	(277)
实验四十三 甲基橙	(279)
5.2.5 金属有机化合物的制备	(281)
实验四十四 二茂铁的合成	(282)
5.3 天然化合物的提取与分离	(284)
5.3.1 天然化合物知识简介	(284)
5.3.2 天然化合物的提取与分离	(284)
实验四十五 从茶叶中提取咖啡因	(285)
实验四十六 从毛发中提取胱氨酸	(288)

5.4 高分子和表面活性剂的合成	(291)
5.4.1 高分子的合成	(291)
实验四十七 苯乙烯的自由基悬浮聚合和乳液聚合	(296)
实验四十八 聚己二酸乙二酯的制备及其分子量测定	(298)
5.4.2 表面活性剂的制备	(301)
实验四十九 肥皂的制备	(308)
实验五十 十二烷基硫酸钠的制备	(309)
5.5 有机合成新方法	(311)
5.5.1 相转移催化	(311)
5.5.2 酶催化	(312)
实验五十一 相转移催化法制备苯甲醇	(313)
实验五十二 苦杏仁酸的合成	(314)
实验五十三 乙醇的生物合成	(315)
5.5.3 外消旋化合物的拆分	(317)
实验五十四 外消旋苦杏仁酸的拆分	(318)
5.5.4 有机电化学合成	(320)
实验五十五 碘仿的合成	(324)
实验五十六 山梨醇的制备	(325)
第六章 无机化合物的制备实验	(329)
6.1 无机合成实验的基本原理	(329)
6.1.1 无机化合物制备的基本反应	(329)
6.1.2 选择合成路线的基本原则	(330)
6.1.3 无机化合物的常见制备方法	(330)
6.1.4 无机化合物的分离与提纯	(332)
6.1.5 无机化合物的分析与表征	(333)
6.2 非水溶剂与低温合成实验	(333)
实验五十七 氨基钠的制备	(333)
实验五十八 非水体系硝酸六氨合铬(Ⅲ)的制备及其磁化率的测定	(337)
6.3 高温合成实验	(343)
实验五十九 焦磷酸钾的制备和无氟镀铜	(343)

实验六十 LaNi_5 型稀土贮氢合金的制备及电化学性能测试(研究性实验)	(347)
6.4 电解合成实验	(350)
实验六十一 电解法制备过二硫酸钾	(350)
6.5 沉淀合成实验	(354)
实验六十二 化学沉淀法制备 ZnO 压敏陶瓷	(354)
实验六十三 化学共沉淀法制备镍锌铁氧体粉料	(356)
6.6 水热合成实验	(359)
实验六十四 水热法制备纳米氧化铁材料	(359)
实验六十五 ZSM—5 型沸石分子筛的水热合成	(362)
6.7 固相反应合成实验	(366)
实验六十六 室温固相反应法合成硫化镉半导体材料	(366)
6.8 设计性、研究性实验	(368)
实验六十七 有机稀土配合物的合成及其荧光特性	(368)
实验六十八 锰锌铁氧体磁性粉体的制备及其磁性能测试	(373)
实验六十九 羟基磷酸钙骨水泥的合成	(374)
实验七十 锂离子电池正极材料 LiCoO_2 的制备及其电化学性能	(374)
实验七十一 PVC 热稳定剂——盐基性铅盐的合成及应用	(376)
实验七十二 小型镍氢电池的组装	(379)
附录一 工科大学化学实验报告参考格式	(385)
附录二 不同温度下的饱和水蒸气压	(401)
附录三 实验室常用酸、碱的浓度	(402)
附录四 常用酸碱指示剂与试纸	(403)
附录五 某些弱酸和弱碱的电离常数(25°C)	(404)
附录六 某些难溶电解质的溶度积常数($18 \sim 25^\circ\text{C}$)	(405)
附录七 常用的标准电极电势	(407)
附录八 某些配离子的稳定常数	(409)
附录九 某些试剂的配制	(410)
附录十 国际原子量表	(411)
附录十一 常见有机化合物的物理常数	(412)
附录十二 有机化学文献和手册中常见的英文缩写	(413)
参考文献	(418)

第一章 工科大学化学实验基础知识

1.1 工科大学化学实验的目的

化学是建立在实验基础上的科学。工科大学化学实验是学生化学实验技能与化学素质培养不可缺少的一个重要环节。它的目的是:

(1)理论联系实际,使工科大学化学教学中的重要理论和概念得到巩固和深化,并扩展课堂中所获得的知识。

(2)培养学生掌握常用的实验操作技能,熟悉常用仪器的使用方法,获得准确的实验数据和结果。

(3)培养学生独立思考和独立工作的能力,学会联系课堂知识,独立设计和进行实验,仔细观察和分析实验现象,学会正确处理数据及解释现象,从中得出科学的结论。

(4)培养学生严谨科学的工作态度和作风。培养学生的创新能力,为学习其他课程和今后从事化学领域的科研生产打下坚实的基础。

1.2 工科大学化学实验守则

(1)实验前应认真预习,明确目的要求,了解实验步骤、方法和基本原理。

(2)实验开始前先清点仪器,如发现缺损,应立即报告教师(或实验室工作人员),并按规定手续向实验员补领。实验中如有仪器破损,应及时报告并按规定手续向实验员换取新仪器。未经教师同意,不得挪用其他仪器。

(3)实验时应保持肃静,集中精力,认真操作,仔细观察现象,如实记录实验结果,积极思考问题。

(4)实验时应保持实验室和桌面的整洁。实验中的废弃物应倒入废

液缸中,严禁投入或倒入水槽内,以防水槽和下水管堵塞或腐蚀。

(5)实验时要爱护国家财产,注意节约水、电、药品。按照化学实验基本操作规定的方法取用药品。必须严格按照操作规程使用精密仪器。如发现仪器有故障,应立即停止使用,并及时报告指导教师。

(6)实验室内的一切物品(仪器、药品和产品等)不得带出实验室。

(7)实验完毕,将玻璃仪器洗涤干净,放回原处。整理桌面,打扫水槽和地面卫生。

(8)根据实验要求整理原始记录,及时写出实验报告。

1.3 工科大学化学实验安全知识

1.3.1 工科大学化学实验室安全注意事项

在化学实验中,经常使用水、电及各种仪器、药品。化学药品中有许多属于易燃、腐蚀或剧毒物品。因此,重视安全操作,熟悉化学实验室的安全知识是非常必要的。

(1)一切有毒或有恶臭的实验,都应在通风橱中进行。一切易燃、易爆物质的操作都要远离火源,并严格按照操作规程操作。

(2)加热试管时不要将试管口指向自己或别人,不要俯视正在加热的液体,以免被液体溅出伤害。

(3)在嗅闻气体时,不能将鼻子直接对着容器口,而应用手把少量气体扇向自己再闻。

(4)实验室内严禁饮食、抽烟、赤足或穿背心、拖鞋。

(5)有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铜盐、砷的化合物、汞的化合物,特别是氰化物)不得进入口内或接触伤口,也不能将有毒废液直接倒入下水道。

(6)使用电器时要谨防触电,不要用湿的手或物体接触电插销,实验结束后应切断电源。

(7)实验完毕后,关好煤气开关,拉开电闸,洗净双手,关好水龙头,经教师检查后方可离开实验室。

1.3.2 化学实验室一般伤害事故的处理

(1) 烫伤 可用高锰酸钾溶液或苦味酸溶液涂洗灼伤处,再搽上凡士林或烫伤油膏。烫伤处切勿用水冲洗。

(2) 受强酸腐蚀 应立即用干布抹干再用大量水冲洗,然后搽上饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水,再搽上凡士林。

(3) 受强碱腐蚀 应立即用大量水冲洗,然后用醋酸溶液(20g/L)或硼酸饱和溶液清洗,再搽上凡士林。

(4) 受液溴腐蚀 应立即用苯或甘油清洗伤处,再用水冲洗。

(5) 受白磷烧伤 用1%硝酸银溶液或1%硫酸铜溶液或高锰酸钾浓溶液洗涤后,进行包扎。

(6) 吸入刺激性气体(如 Br_2 蒸气, Cl_2 气等) 可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气以解毒,然后到室外呼吸新鲜空气。

(7) 误服毒物入口 可把5~10 mL稀硫酸铜溶液加入一杯温水中,内服,然后用手指伸入喉部促使呕吐,再送医院治疗。

(8) 遇有触电事故,应首先切断电源,必要时就地进行人工呼吸。

(9) 被玻璃割伤,须先挑出伤口处的玻璃碎片,然后抹上红药水,再进行包扎。

(10) 对伤势较重者,应立即送医院急救。

1.3.3 化学实验室火灾事故的紧急处理

(1) 首先防止火势扩展,主要措施有:

① 关闭火源,停止加热。

② 停止通风,减少空气流动。

③ 拉开电闸,以免引燃电线。

④ 把一切可燃物质(特别是有机物质和易爆炸物质)移至远离火源处。

(2) 及时扑灭火焰,主要方法有:

① 把沙土或石棉布覆盖在着火物体上(实验室都应备有沙箱和石棉布,放在固定处)。

② 根据起火原因用不同类型的灭火器进行灭火。不要随使用水灭火,因为水能与某些化学药品(如金属钠)发生剧烈反应,反而会引起更

大的火灾。

(3)实验人员衣服着火时,切勿惊慌乱跑,可选用以下方法处理:应迅速脱下衣服或用石棉布覆盖在着火处,或就地卧倒打滚,将火扑灭。

1.4 工科大学化学实验的学习方法

要达到实验目的,必须有正确的学习态度和学习方法。工科大学化学实验的学习方法,大致可以分为预习、实验和填写实验报告三个步骤。

1.4.1 实验前的预习

学生进入实验室前,必须做好预习。实验前的预习,归纳起来是看、查、写三个字。

看:仔细阅读与本次实验有关的全部内容。本实验课程在体系上将传统的无机化学、有机化学、物理化学和分析化学实验融合为一体。在内容安排上,先介绍相关的基础知识再安排可供选择的实验内容,强调了知识的系统性和完整性。因此,课前的阅读尤为重要。

查:通过查阅书后附录、有关手册以及与本次实验相关的教程内容,了解实验中要用到的或可能出现的基本原理、化学物质的性质和有关理化常数。

写:在看和查的基础上认真写好预习报告。每个学生都应准备一本实验预习笔记本。预习报告的具体内容及要求是:

(1)实验目的和要求,实验原理和反应方程式,需用的仪器和装置的名称及性能,溶液浓度和配制方法,主要试剂和产物的物理常数,主要试剂的规格用量都要一一写在预习笔记本上。

(2)根据实验内容用自己的语言正确地写出简明的实验步骤(不是照抄!),关键之处应加以注明。步骤中的内容可用符号简化。例如,化合物只写分子式;加热用“ Δ ”,加用“+”,沉淀用“ $\downarrow$ ”,气体逸出用“ $\uparrow$ ”表示,仪器以示图代之。这样在实验前已形成了一个工作提纲,实验时按此提纲进行。

(3)合成实验应列出粗产物纯化过程及原理。

(4)对于实验中可能会出现的问题(包括安全问题和导致实验失败的因素)要写出防范措施和解决办法。