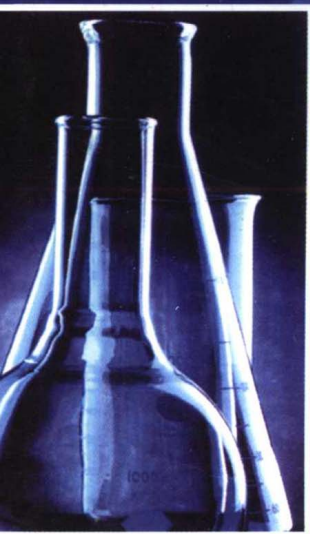


DAXUEHUAXUESHIYAN

大学化学实验

(修订版)

天津大学无机化学教研室 编



天津大学出版社
TIANJIN UNIVERSITY PRESS

大学化学实验

(修订版)

天津大学无机化学教研室 编

天津大学出版社

内容简介

本书根据高等学校工科普通化学课程教学指导小组对实验教学的要求,并融合本教研室教学、科研成果编写而成,为天津大学出版社2001年出版的《大学化学》配套教材。

全书共包括四个部分。第一部分为化学实验基本知识;第二部分为基本实验仪器及基本操作;第三部分是实验,共包括35个实验,其中有基础实验18个,应用综合实验9个,设计实验4个,开放实验4个;第四部分是常用测量仪器;最后是附录。

本书可作为高等工科院校非化工类专业及工科大专院校、电大、职大化工等专业的实验教材。

图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验/天津大学无机化学教研室编. —修订本. —天津:天津大学出版社,2003.2

ISBN 7-5618-1056-3

I. 大… II. 天… 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006388号

出版发行 天津大学出版社

出版人 杨风和

地址 天津市卫津路92号天津大学内(邮编:300072)

电话 发行部:022-27403647 邮购部:022-27402742

印刷 河北省昌黎县人民胶印厂

经销 全国各地新华书店

开本 148mm×210mm

印张 7.125

字数 218千

版次 1998年8月第1版

印次 2003年2月第2次

印数 4001—7000

定价 12.00元

修订说明

本书根据高等学校工科普通化学课程教学指导小组对实验教学的要求，在 1998 年《大学化学实验》（第一版）的基础上修订而成，是天津大学出版社 2001 年出版的《大学化学》配套教材。

本书既保持第一版中对化学基本理论、基本知识和实验技能训练的要求及科学作风、科学习惯的训练，加强与工程实际联系、重视对学生能力的培养等特点，又反映了近年来本教研室实验教学改革探索和科学研究的情况。

第二版对保留的第一版中 24 个实验进行了适当的修改和补充，并新增添 11 个实验。主要特点是：(1) 扩充了反映近代化学新进展、新技术以及与工业实际、日常生活密切相关的实验内容，增加了实验的应用性和趣味性，以提高学生求知的兴趣；(2) 结合本教研室科研成果，增加了几个采用近代实验新技术的综合性开放实验，以满足专业对化学要求较高及对化学有较大兴趣的学生需要，从而开发学生的创造能力和扩大学生的知识面，努力做到教学与科研、生产接轨；(3) 在教材编写中，注重环保意识的教育，增加了“三废”处理等有关内容；(4) 增加了微型实验内容。

参加本书修订的有杨秋华（实验二、十、十一、十三、二十六、二十八、二十九），宋宽秀（实验一、三、五、七、十二、十五、十九、三十一、三十二、三十四），王俊珍（实验六、八、十六、十八、二十、二十一、二十二、二十三、二十四、三十三、第二部分、附录），傅希贤（实验四、九、十四、十七、二十五、二十七、三十、三十五、绪论、第一、四部分）。由傅希贤统稿。

本教材在编写过程中，得到本校及部分兄弟院校已出版教材的有益启示，得到教研室，特别是实验室全体同志的支持和帮助，深表谢意。

由于编者水平所限，难免有错误和不当之处，请读者批评指正。

编者

2002 年 10 月

第一版

前 言

本书是在天津大学普通化学实验教材的基础上,依据高等学校《普通化学教学基本要求》中对实验的基本要求,结合教师的科学研究,参阅了国内外一些新编教材及国外文献中部分新实验内容编写而成的。本书是天津大学无机化学教研室所编《大学化学》的配套教材。

化学实验是大学化学教学的重要组成部分。通过实验课程不仅可以巩固、加深学生对所学理论的理解及训练学生的基本实验技能,更重要的是培养学生的科学素养,观察、分析以及综合运用化学知识的能力。为此,在选材上力求结合工程专业特点,联系实际,尽量使验证实验与应用实验、设计实验相互穿插;加强化学理论实验与基本操作训练的有机结合。在编写上,既注意启发、引导学生独立思考和灵活运用所学的知识,又注意使教学与科研、生产实际接轨。

全书有 27 个实验,内容包括:基本理论和基本操作;化合物的性质及应用;电化学及其应用;水质分析等。本书教学适应性强,系统性好,便于自学,能满足高等工科院校各专业不同类型、层次,不同学时时的教学要求。

参加本书编写的有王俊珍(实验二、十二、二十、二十六及 I、II、IV 和附录部分)、白树林(实验六、八、九、十、十一)、宋宽秀(实验四、十三、十五、十七、二十五)、傅希贤(实验五、十八、十九、二十四)、李孝增(实验三、七、二十二、二十七)、杨秋华(实验一、十四、十六)、时雨荃(实验二十一、二十三)。全书由傅希贤统稿,由沈君朴教授审定。

本书编写过程中得到教研室全体同志及王正烈教授的大力支持和帮助,特此致谢。

由于水平所限,错误和不当之处请读者批评指正。

编者

1997.12

目 录

绪论	1
一、大学化学实验课的目的	1
二、大学化学实验课的学习方法	1
三、实验报告格式举例	2

第一部分 化学实验基本知识

一、安全知识	5
二、测量误差与表示方法	8
三、有效数字与计算规则	10
四、实验数据的处理	11

第二部分 基本实验仪器及操作

一、化学实验常用仪器	14
二、常用玻璃仪器的洗涤和干燥	19
三、玻璃量器的使用	22
四、化学试剂及取用	26
五、气体钢瓶的使用	29
六、试纸的使用	30
七、加热	30
八、固液分离	34

第三部分 实验

I. 基础实验	39
实验一 摩尔气体常数的测定	39
实验二 化学反应热的测定	43
实验三 化学反应速率	47

实验四	凝固点降低法测定溶质的摩尔质量	52
实验五	醋酸解离常数的测定	56
实验六	溶液中的离子平衡	59
实验七	磷酸的 pH 滴定	63
实验八	水中氯离子含量的测定 (离子选择电极法)	66
实验九	水的硬度测定	70
实验十	水的净化(微型)	73
实验十一	氧化还原反应	80
实验十二	原电池、金属的腐蚀与防护	83
实验十三	无机化合物	87
实验十四	硫酸亚铁铵的制备(常量与微量)	92
实验十五	配位化合物	96
实验十六	物质结构与性质的关系	100
实验十七	无水乙醇的制备	106
实验十八	塑料的性质、简单鉴别和粘接	109
II. 应用综合实验		113
实验十九	金属表面处理技术	113
实验二十	钢中锰含量的测定	119
实验二十一	水体化学需氧量的测定	124
实验二十二	V _C 药片中抗坏血酸含量的测定	129
实验二十三	纸上色谱法鉴定 Fe ³⁺ 、Co ²⁺ 、Ni ²⁺ 、Cu ²⁺ 离子	132
实验二十四	虾皮中 Ca 含量的测定	136
实验二十五	印染废水的脱色处理	139
实验二十六	从印刷电路烂板液中制备 CuSO ₄ ·5H ₂ O	142
实验二十七	食品中微量元素的鉴定	145
III. 设计实验		150
实验二十八	从化学实验废液中回收 Ag 和 CCl ₄	150
实验二十九	茶叶或紫菜中某些微量元素的鉴定	152
实验三十	日常生活中的化学	154

实验三十一	含 Cr (VI) 废液的处理	157
IV. 开放实验		161
实验三十二	B-Z 振荡反应	161
实验三十三	阿斯匹林的制备	165
实验三十四	粒状除氟剂的制备与除氟性能	169
实验三十五	纳米钙钛矿型 $\text{SrFeO}_{3-\delta}$ 的制备及其光催化降解水溶性染料	173

第四部分 常用测量仪器

一、称量仪器	178
二、PXD-2 型通用离子计	184
三、电导率仪	185
四、酸度计	188
五、分光光度计	192
六、阿贝折光仪	195
七、HP8453 紫外-可见分光光度计	198
八、BIO-RADFTS3000 型红外分光光度计	199
九、WCT-1 微机差热天平	199
十、BDX 自动 X 射线衍射仪	202

附 录

附录一	物理和化学数据手册简介	205
附录二	不同温度下饱和水蒸气的压力 (Pa)	206
附录三	乙醇的百分含量与折光率	208
附录四	地下水、地面水高锰酸盐指数的国家标准	209
附录五	实验室常用酸碱的浓度	209
附录六	常用酸碱指示剂	210
附录七	实验室中某些试剂的配制	210
附录八	常见阳离子的主要鉴定反应	212
附录九	常见阴离子的主要鉴定反应	216

绪 论

一、大学化学实验课的目的

大学化学实验是大学化学教学不可缺少的重要组成部分。其内容不仅涉及理论的验证、操作的训练等基础性内容，还涉及新实验技术、自行设计的综合性内容，通过学生独立地实验操作、观察和记录实验现象、分析归纳问题、撰写报告等的训练过程达到以下目的：

- (1) 巩固、深化和提高学生在课堂中学到的基本知识、基本理论和基本技术，特别是以此为工具获取新知识的能力；
- (2) 培养学生独立思考、分析问题、解决问题的能力 and 创新思维方式；
- (3) 培养学生严谨求实的工作作风和科学态度。

二、大学化学实验课的学习方法

在学习中学生不仅要有正确的学习态度，还要有正确的学习方法，要抓好以下三个环节。

(一) 预习

为保证实验教学质量，避免边做边翻书的“照方抓药”式实验，学生必须认真做好预习。

- (1) 认真阅读实验教材及其相关内容。
- (2) 明确本次实验的目的、原理和方法，相关仪器的操作及注意事项，做到心中有数。
- (3) 写出简明扼要的预习报告，切忌照抄书本。无预习报告者不得进行实验。

(二) 实验

实验是培养学生独立工作和思维能力的重要环节，必须认真独立

地完成。

(1) 认真操作、细心观察，如实记录实验现象和数据。

(2) 实验过程中应勤于思考，随时分析归纳，遇到疑难问题或反常现象更应认真分析查找原因，若不能解决，或同学之间交流或与教师讨论，并改进重做。

(3) 遵守实验室规则，注意安全，爱护仪器设备，节约水、电、药品，保持整洁。

(三) 实验报告

实验报告是实验的总结，也是训练书面表达能力的手段，从一个方面反映了学生的学习态度、实验水平与能力。实验报告要求格式正确、文字简明、报告完整、书写整洁。

三、实验报告格式举例

大学化学实验大致可分为制备实验、测定性实验和验证性实验三类。

(一) 制备实验

应写出制备原理、流程（用“框图”表示）、原料量、产量、产率、产品质量及性质检测等。

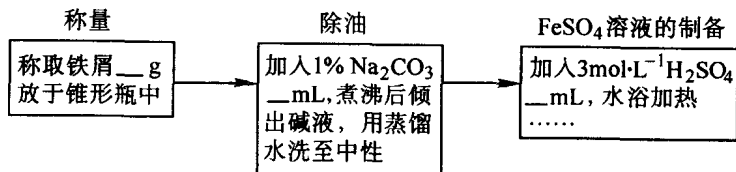
制备实验报告格式示例

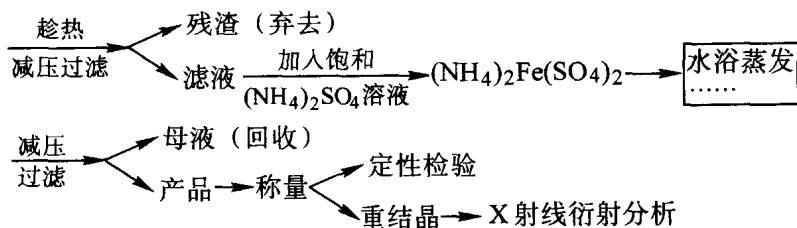
实验名称：硫酸亚铁铵的制备

实验目的：(略)

实验步骤：

原料量的计算：





实验结果

理论产量计算：产量_____；产率_____

产品检验及测试

问题与讨论

(二) 测定性实验

应写出实验目的，测定的简单原理、实验方法，数据记录及处理，误差及误差分析。

测定实验报告格式示例

实验名称：钢中锰含量的测定

实验目的：(略)

实验步骤：

一、标准溶液的配制及其光密度测定

1. 系列 KMnO_4 标准溶液配制。(略)
2. 系列 KMnO_4 溶液光密度的测定。(略)

二、钢中锰含量的测定

1. 试样溶液的显色处理。(略)
2. 试样溶液光密度的测定。(略)

实验数据记录及处理：

编号	KMnO_4 标准溶液				钢样溶液	
	1	2	3	4	1	2
光密度						
锰的含量 G/mg						

1. 绘制工作曲线。(用方格纸)

2. 计算钢中锰的含量:

$$\text{Mn \%} = \frac{G}{cV} \times 100 \%$$

(三) 验证性实验

一般分为实验步骤、实验现象、反应方程式、解释或结论等。在报告中要注意这四部分内容一一对应。

验证实验报告格式示例

实验名称: 离子平衡

实验目的: (略)

实验内容:

实验步骤	现象	反应方程式	解释或结论
一、 1. $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HAc}$ 3mL + 1~2滴甲基橙摇匀 ↗ 不加 NaAc 比较 ↘ 加少许 NaAc(s) 2.	溶液呈红色 溶液由红变黄	$\text{HAc} \rightleftharpoons \text{H}^+ + \text{Ac}^-$	同离子效应使 HAc 的 α 降低
二、			
⋮	⋮	⋮	⋮

第一部分 化学实验基本知识

一、安全知识

在进行化学实验时，经常会接触到水、电、煤气及易燃易爆或有毒、腐蚀性的化学药品，为防患于未然，进入实验室必须严格遵守实验室的安全规则，并学会一般自救和救护方法。

(一) 化学实验室安全规则

(1) 实验室内绝对禁止吸烟、饮食和打逗。

(2) 对于性质不明的化学试剂严禁任意混合，以免发生意外事故。

(3) 使用具有强腐蚀性的浓酸、浓碱、溴、洗液时，应避免溅在皮肤或衣服上，更要注意保护眼睛，以免灼伤。

(4) 产生有毒、恶臭和刺激性气体的实验，应在通风橱内进行。

(5) 使用易燃的有机试剂（如乙醇、乙醚、丙酮、苯等）时，应远离火源，用完后立即塞紧瓶塞。

(6) 加热试管中的液体时，不得将试管口指向别人或自己，也不可俯视正在加热的液体，以免溅出液体伤人。

(7) 嗅闻气体时，决不能将鼻孔直接对准气体逸出的瓶口或试管口，而应用手将少量气体轻轻扇向自己。

(8) 有毒试剂（如含砷、汞的化合物和铅盐、镉盐、钡盐、铬酸盐、氰化物、氟化物等）不要接触皮肤或洒落在桌面上，剩余药品或废液不准倾入水槽，应回收统一处理。

(9) 实验后的残渣、金属片、滤纸等不得倒入水槽，应倒入指定地点，最后由值日生统一处理。

(10) 使用电器设备时不能用湿手操作，以防触电，用后要拔下电源插头。

(11) 实验室内所有仪器和药品不得带出室外，用毕应清洗整理好放回原处。

(12) 实验结束，应将实验台整理干净，洗净双手，并关闭水、煤气阀门，拉下电闸，关好门窗，方可离开。

(二) 实验室意外事故的处理

(1) 割伤 轻微的划伤，可在伤口处涂上红药水或贴上创可贴；若伤口内有异物应先取出，洗净伤口，用酒精或 3% H_2O_2 消毒，然后涂红药水、洒消炎粉并用绷带包扎。伤口过深出血过多时，可用云南白药止血或用止血带，并立即送往医院救治。

(2) 烫伤 切勿用冷水冲洗，更不要将烫起的水泡挑破。可在伤处涂敷 ZnO 、獾油或京万红烫伤药膏。也可在伤处（未破）用饱和 NaHCO_3 、10% KMnO_4 溶液等擦拭作为应急处理，再涂抹烫伤药膏。

(3) 酸（或碱）伤 酸（或碱）液洒到皮肤上时，先用大量水冲洗，然后用饱和 NaHCO_3 、稀氨水（或 2% HAc 溶液）冲洗，再用水冲洗后，外敷 ZnO （或硼酸）软膏。若酸（或碱）液溅入眼内，应立即用大量水冲洗，再用 2% $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 溶液（或用 3% H_3BO_3 溶液）冲洗，最后用蒸馏水冲洗，随后可赴医院检查。

(4) 吸入有毒或刺激性气体（如溴蒸气、氯气、氯化氢等），可立即吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气解毒。吸入 H_2S 或 CO 气体而感到不适者，应立即到室外呼吸新鲜空气。

(5) 毒物误入口内 立即将 5~10 mL 稀 CuSO_4 溶液加入一杯温开水中内服，然后用手指伸入咽喉部，促使呕吐，并立即送医院治疗。

(6) 触电 首先切断电源，必要时进行人工呼吸。

(7) 火灾 不慎起火时，切勿惊慌失措，应尽快切断电源或煤气源，将一切可燃物移至远处，并根据不同的着火情况采取不同的灭火措施。如小火可用石棉布或湿抹布覆盖。对金属 K 、 Na 、 Mg 、 Al 等引起的着火，应用干燥的细砂覆盖灭火。有机溶剂着火，切勿用水灭火，可用四氯化碳或二氧化碳灭火器等扑灭。如遇电器设备着火，应先切断电源，再用四氯化碳灭火器，也可用干粉灭火器或 1211 灭火

器灭火。注意及时报警。

表 1 常用灭火器种类及其使用范围

灭火器种类	药液成分	适用范围
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 、 NaHCO_3	一般失火及油类着火。但因产生的泡沫能导电, 所以不可用于扑灭电器设备着火
二氧化碳灭火器	液态 CO_2	电器设备失火, 小范围油类和忌水化学品失火
四氯化碳灭火器	液态 CCl_4	电器设备及汽油、丙酮等失火
干粉灭火器	NaHCO_3 等盐类及适量润滑剂、防潮剂	油类、电器设备、可燃性气体、精密仪器、图书文件及遇水易燃的物质
1211 灭火器	CF_2ClBr 液化气体	用于油类、有机溶剂、精密仪器、高压电器设备, 灭火效果好。但大量使用, 排放的 Cl 等对 O_3 层有破坏作用

(三) 实验室常见“三废”的处理

在化学实验中常有各种有毒废液、废气或废渣产生, “三废”的随意排放将严重污染环境。对学生在学习期间进行“三废”处理的教育, 了解一般的化学处理方法, 有助于树立环境保护意识, 提高对社会的责任感。

1) 废液处理

(1) 中和法 对于酸含量小于 3%~5% 的酸性废水(无硫化物)或碱含量小于 1%~3% 的碱性废水, 常采用中和法处理, 使 pH 值在 6~8 范围, 此时可稀释排放。

(2) 化学沉淀法 对含 Cd 废液, 可加入消石灰或碱性试剂, 使其形成氢氧化物沉淀而除去。

含汞及其化合物、含铅盐及重金属废液, 可加入 Na_2S 或 $(\text{NH}_4)_2\text{S}$, 使其生成难溶硫化物沉淀而除去。

含氰化物废液, 可加入硫酸亚铁, 使其成为氰化亚铁沉淀而除去。

含六价 Cr 或含砷及其化合物废液, 先加入 FeSO_4 , 再加入

NaOH (或 Na_2CO_3), 调 pH 值在 6~8 或至 9, 使六价 Cr 转化成 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 沉淀, 而亚砷酸钠、砷酸钠则与 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 产生共沉淀除去。

2) 废气和废渣

少量有毒气体, 通过排风设备排出室外, 被大量空气稀释。大量有毒气体, 需要根据其化学性质安装相应的气体吸收装置进行处理。例如, 酸性气体用碱液吸收, 碱性气体用酸液吸收, CO 可点燃转化为 CO_2 后排放。

有毒废渣, 应先将可溶于水的有毒废渣处理, 再深埋于指定地点。有回收价值的废渣应回收利用。

二、测量误差与表示方法

化学实验中经常使用仪器对一些物理量进行测量, 常见的测量方法可归纳为直接测量 (如温度计测定反应温度, 量筒量出某液体体积等) 和间接测量 (如平衡常数测定、滴定分析等) 两类。实验证明, 由于实验方法、实验仪器、实验条件和操作人员之间差异的局限, 任何测量都无法得到绝对准确的结果, 或者说, 存在某种程度上的不可靠性。这种测量结果与“真实值”之间的差距就是误差。

在实验过程中, 一方面要有目的地拟定实验方案, 选择一定精度的仪器和适当的方法; 另一方面, 必须在处理实验数据时, 了解误差产生的原因, 科学地分析并寻求被研究变量间的规律, 以获得可靠的测量结果。为了减少误差, 评价实验结果的准确性, 需了解准确度与精密度的概念。

(一) 准确度和误差

准确度是指某一测量值或一组测量值的平均值与“真实值”接近的程度, 一般以误差来表征。误差越小, 说明测量结果的准确度越高。

严格说来, “真实值”是无法测知的。在实际工作中, 常用专门机构提供的数据, 如公认的手册上的数据作为真实值。

误差又分为绝对误差和相对误差。绝对误差是实验测量值与真实值的差值, 一般用 E 表示。

绝对误差 (E) = 测量值 - 真实值

绝对误差只能显示误差变化的范围, 不能确切地表示测量的准确度。

相对误差是绝对误差与真实值的商, 表示误差在真实值中所占的比例, 常用百分数表示。

$$\text{相对误差} = \frac{\text{绝对误差}}{\text{真实值}} \times 100\%$$

(二) 精密度和偏差

精密度是指在相同条件下, 几次平行测量结果相互接近的程度。精密度的高低一般用偏差来衡量, 也有绝对偏差和相对偏差之分。

单次测量结果与多次测量结果的平均值之间的差值称为绝对偏差, 即

绝对偏差 = 单次测量值 - 多次测量结果的平均值

绝对偏差与多次测量结果的平均值之比为相对偏差, 即

$$\text{相对偏差} = \frac{\text{绝对偏差}}{\text{多次测量结果的平均值}} \times 100\%$$

精密度是在无法求得准确度时, 从重现性角度来表达实验结果的量。偏差越大, 表示测量结果的精密度越低。显然, 测量结果的精密度高, 准确度不一定高; 测量结果的精密度低, 其准确度也不会高。因此, 要求准确度高, 精密度也一定要高, 精密度是保证准确度的先决条件。

(三) 误差的分类

误差按其产生的原因可分为系统误差 (可测误差) 和偶然误差 (随机误差)。

系统误差是由某种固定原因造成的, 如测定方法不够完善, 仪器不够精确, 试剂不够纯或操作者本人的因素等造成。这种误差的大小、正负有一定规律, 重复测量时会重复出现, 无法相互抵消, 但可被认知并设法进行校正。

偶然误差是一些难以控制的偶然因素造成的, 产生的直接原因往往难于发现和控制, 例如, 测量过程中压力、温度及仪器中某些活动部件的微小变化, 机械振动及磁场的干扰等。因此, 产生的偶然误差