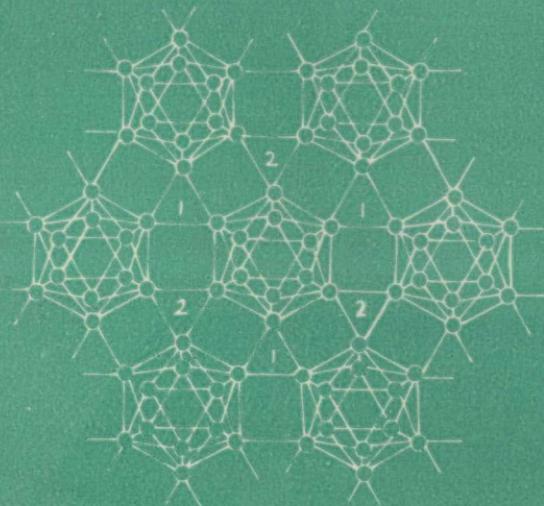
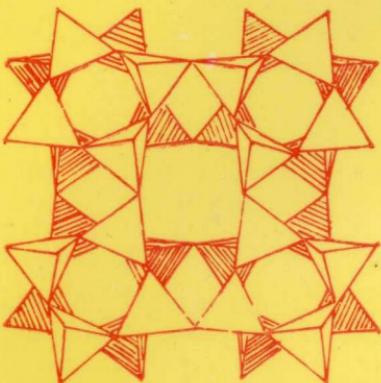
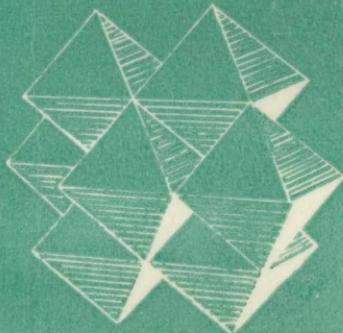


大学化学实验改革课题组



大学化学新实验

(二)



兰州大学出版社

66284

(中) 深圳市報00期

大学化学新实验

(二)



主 编：周效贤

赵明仁 王兴国

副主编：马经德 赵明信 王兴国

刘万祺

孙尔康著 宋文忠

编 委：俞 庄 森

程銘

许金钩

刻同保 陆忼若

中華書局影印 沈宣良

陈光锋 二〇一〇

样本书



200662844



兰州大学出版社
ISBN 7-5608-0081-2
定价：38.00元

18989

(甘)新登字第08号

兰州大学出版社

内容简介

本书选编的71个新实验是由全国25所高等学校提供，经10所院校组成的“大学基础化学实验课系统改革研究”课题组共同编审完成的，是广大教师为更新化学实验教学内容而辛勤劳动的结晶，在一定程度上反映了目前我国基础化学实验内容的新貌。

经过精选的实验有两类：一类是内容新颖、实用性强、方法简便、结果可靠、易于采用的实验。它有利于学生基本操作和基本技能的训练；另一类是具有综合性或研究性、使用现代测试仪器和计算机的实验，有助于学生熟悉和掌握现代科学技术的实验手段。

本书可作为综合性大学、工科大学、高等师范院校及其他各类学校化学、化工、材料、生物、制药、地质、冶金、食品、农药等专业的学生实验教学用书，并可作为有关教师进行化学实验教学改革、更新实验内容的参考书。

新编教材

大学化学新实验

(二)

周效贤 主编

兰州大学出版社出版

(兰州大学校内)

张掖地区河西印刷厂印刷 甘肃省新华书店发行

开本：850×1168毫米 1/32 印张：12.5

1993年4月第1版 1993年4月第1次印刷

字数：310 千字 印数：1—3000册

ISBN 7-311-00575-2/O·78 定价：6.50元

序 言

大学化学实验改革课题组，经多年协作研究，已于1990年出版了《大学化学新实验》一书（浙江大学出版社出版），受到各校师生的欢迎和好评，促进了实验内容的更新，并推动了又一批“新实验”的开发。两年来经过认真的审查和筛选，复核和修改，《大学化学新实验》续集即将和读者见面。这本续集一方面仍保持其新颖、实用、多科性等特色，另一方面更加强了实验的综合性和研究性，本书单列的综合实验有13个，占18%，各分科也有不少实验具有综合性、研究性等特点。本书内容有些是取材于生产实际的模拟实验，如废铝箔制备硫酸铝、胃舒平药片中铝和镁含量的测定等；有些则是根据科研成果设计的学生实验，如超导体 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8-\tau}$ 的制备和检测、甜味剂P4000的合成等。本书内容既含有一般化学基本技能的训练，也注意加强现代常用波谱仪器和计算机应用，如弱碱离解常数的测定及其数据的计算机处理、 $^1\text{H NMR}$ 法测定磁化率、计算机在化学实验中的应用等。汇编入本书的实验都已经过若干学校多年试用，这些实验能启发学生学习的主动性，并有利于实际工作能力的培养。续集的出版是实验内容校际交流的有效形式，它将为各校更新必修内容，增添选修内容提供可靠的、实用的资料。

大学化学实验改革课题组全体同志团结协作，连续研究，不断讨论，为这两本“新实验”参考教材的出版付出了辛勤的劳动，它必将在实验内容的更新和教学质量的提高方面发挥积极作用。

高等学校化学教育研究中心主任

华彤文

1992年6月

编者的话

化学是一门以实验为基础的科学，实验在化学教学中具有重要的地位。随着化学学科迅猛的发展，不断改革和提高化学实验课的教学质量，以培养既具有扎实的基础理论知识，又具有良好实验技能的化学专门人才，是化学教育工作者的一项重要任务。基于这个原因，1986年在国家教委和高等学校化学教育研究中心的组织和领导下，由兰州大学、浙江大学、苏州大学、北京医科大学、杭州大学、厦门大学、西北大学、南京大学、北京大学、清华大学等十所院校组成的“大学基础化学实验课系统改革研究”课题组与全国有志于改革实验教学的同行一起，围绕着基础化学实验改革的主题，开展了积极的探索和研究工作。七年来，课题组进行了广泛的调查研究，分析了国内外各类学校的教学资料，探讨了教学目标、教材建设、教学评估以及教学组织管理等方面的问题，从国内实际出发提出了多种改革方案，进行反复实践。课题组已召开了十次多种形式的研讨会，使研究工作不断深入，并已取得了一些可喜的研究成果。课题组1988年汇编出版了《大学化学实验改革文集》，1990年又编审出版了《大学化学新实验》一书，促进了基础化学实验教学改革的经验交流和实验内容的更新。

《大学化学新实验》一书出版后，受到化学界同仁的肯定和采用学校教师的好评。1990年11月在南京大学召开的基础化学实验改革第八次研讨会上，与会的82所高校的代表热切期望继续出版《大学化学新实验》续集。为此，课题组在广泛征稿和各校推荐的基础上，经两次审稿、严格筛选和多次修改、复核后，又汇

编出版《大学化学新实验》续集，书中共收集新实验71个，由全国25所高等院校提供，诚望这些新实验能对实验内容的不断更新起到抛砖引玉的作用。

参加本书编审工作的有马经德、沈富良、方国女（无机化学实验部分）；赵明仁、许金钩、陈亮曾、王尊本（分析化学实验部分）；王兴国、陆婉芳、刘同保、程铁明（有机化学实验部分）；刘万祺、俞庆森、顾仁教、陈武锋（物理化学实验部分）；孙尔康、宗汉兴、周效贤（综合实验部分）等同志，傅献彩教授对本书的出版给予了热情的关怀和支持，并亲自参加综合实验的审稿，提出了许多宝贵意见，还为本书写了国际单位制的介绍。全书由周效贤同志作了最后编审。

《大学化学新实验》续集的面世和大学基础化学实验教学改革的研究，自始至今得到了高等学校化学教育研究中心主任华彤文教授，国家教委高教司理科处陈祖福处长及各校领导的关怀和支持，在此表示衷心的感谢。

限于篇幅，有许多新实验未能收入，特表歉意。由于编者水平有限，书中的疏漏和谬误在所难免，恳请读者批评指正。

编 者

1992年3月

(八) 量含菌丁古虱中草熙宝断毒量造 五十多类
虫概量含腺长素合胆子离 一三九 六十多种

目 录

(九) 沔代崩骨血要王中造舞由脑普 五十多类

(十) 无机化学实验部分 沔降蒸膨木 八十多类

(十一) 量概量含代里各中造合胆脑颈擦脑盐 六十多种

实验一 无机物结构模型的制作 (1)

实验二 酶催化反应—尿素水解反应速度的测定 (2)

实验三 磷酸二氢根离子 pK 的测定 (16)

实验四 次氯酸钠溶液的电解制备 (23)

实验五 从低品位萤石矿制取氟硅酸钠 (29)

实验六 由废铝箔制备硫酸铝 (33)

实验七 高氯酸乙酰丙酮·四甲基乙二胺合镍(II)的合成
及在溶剂中的变色反应 (36)

实验八 由钛白粉生产中的副产物硫酸亚铁制备氧化铁
颜料 (39)

实验九 纸层析法分离与鉴别 Fe^{3+} 、 Co^{2+} 、 Ni^{2+} 、
 Ca^{2+} 离子 (44)

实验十 从混合型轻稀土精矿中制备高纯二氧化铈和混合
稀土氧化物 (48)

实验十一 $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ 和 $Na_4P_2O_7 \cdot 10H_2O$ (十二多类)

(十二) 的制备(微型、设计性实验) (55)

实验十二 二草酸合铜(II)酸钾的制备和组成测定 (61)

实验十三 草酸合铜(II)酸钾的制备和组成测定 (61)

(十三) 分析化学实验部分

(十四) 量概量含腺长素合胆子离中金合瑞 一十三种类

实验十三 尿素的测定 (64)

实验十四 “胃舒平”药片中铝和镁含量的测定 (67)

实验十五	微量滴定法测定烟草中尼古丁的含量	(71)
实验十六	Fe^{3+} 、 Ni^{2+} 、 Cu^{2+} 离子混合液分别含量测定 及其应用	(75)
实验十七	普通电镀液中主要成份的分析	(79)
实验十八	水泥熟料的快速滴定分析	(83)
实验十九	盐酸和醋酸混合液中各组分含量的测定	(88)
实验二十	$\text{HCl}-\text{FeCl}_3$ 混合液中各组分含量的测定	(94)
实验二十一	NaH_2PO_4 和 Na_2HPO_4 混合液中各组分 含量的测定(设计实验)	(99)
实验二十二	弱碱离解常数的测定及其数据的计算机 处理	(102)
实验二十三	分光光度法测定水中微量的氨氮和亚硝酸 盐氮	(109)
实验二十四	催化动力学分光光度法测定矿泉水中的 痕量碘	(114)
实验二十五	用氢氧化铝共沉淀富集—萃取光度法测 定微量铊	(118)
实验二十六	分光光度法测定溴百里酚蓝的 pK_a 值	(122)
实验二十七	光度法测定三元配合物的组成和稳定常数	(126)
实验二十八	荧光分光光度法直接测定海水中的痕量可溶 性铝	(131)
实验二十九	氯化一原子荧光法测定人发中的硒	(134)
实验三十	火焰原子吸收法测定有色废水中的六价铬	(137)
实验三十一	铝合金中镁的火焰原子吸收法测定	(141)
实验三十二	非火焰原子吸收光谱法测定自来水中的镉	(145)

实验三十三 旋转圆盘电极同时快速测定镀液中 Fe^{2+} 和 合 Fe^{3+} 离子含量 (148)

实验三十四 PVC离子选择电极的制作及测试 (153)

四十一 有机化学实验部分

实验三十五 4—氯苯甲醛的 Cannizzaro 反应 (158)

实验三十六 三氯化铁对安息香的氧化反应 (163)

实验三十七 2—萘酚的氧化偶联反应 (165)

实验三十八 $\text{NaBH}_4\text{--BF}_3\text{--Et}_2\text{O}$ 体系对羧酸的选择性还原 (169)

实验三十九 阳离子交换树脂催化合成二甲氨基甲烷 (173)

实验四十 丙二酸亚异丙酯的合成及其烃化反应 (176)

实验四十一 山梨酸的合成 (183)

实验四十二 甜味剂 P4000 的合成 (188)

实验四十三 Z, E— α —苯基肉桂酸的合成与分离 (192)

实验四十四 TCNQ 的合成 (196)

实验四十五 1, 4—二氢吡啶类化合物的合成 (204)

实验四十六 6, 6'—双喹啉甲烷的合成 (209)

实验四十七 肉桂皮中香精油的提取和鉴定 (216)

实验四十八 假相薄层色谱技术在取代苯异构体鉴定中的应用 (220)

四十二 物理化学实验部分

实验四十九 具有恒定温度环境的反应量热计的应用 (224)

实验五十 溶解度的测定(设计性实验) (228)

实验五十一 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 热分解相变过程的综合

研究实验	(232)
实验五十二 ^1H NMR法测量氯仿—丙酮的氢键结合常数	(239)
实验五十三 动电势扫描法测定铁的实际体系E—pH图	(243)
实验五十四 固体氧化物的半导体特性及其导电活化能的测定	(249)
实验五十五 可燃气—氧气—氮气三元系爆炸极限的测定	(254)
实验五十六 酵母酶催化反应 K_m 和 r_{on} 的测定	(259)
实验五十七 ^1H NMR法测量磁化率	(264)
实验五十八 四丁基碘化铵的Stockes半径的测定	(270)
综合实验部分	
实验五十九 由煤矸石制备硫酸铝	(275)
实验六十 氯化镍氨的制备、组成分析及物性测定	(282)
实验六十一 超导体 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{8-x}$ 的制备及检测	(289)
实验六十二 亚硫酸、亚硫酸根·五氨合钴(Ⅲ)的制备及取代反应的速率常数的测定	(297)
实验六十三 2—甲基—2—亚硝基丙烷的制备及其物性的测定	(304)
实验六十四 环戊二烯与对苯二醌的反应及速率常数的测定	(312)
实验六十五 酒石酸钙单晶的制备和测定	(317)
实验六十六 2—羧基丙酸(吡啶—4—甲酰基)腙 Mn (Ⅱ)配合物的合成及结构测定	(322)

实验六十七	酞菁铜大环配合物的合成及表征	(331)
实验六十八	酞菁铁的制备及光电导性能测试	(335)
实验六十九	硝酸钇与DL— α —丙氨酸配合物的制备 和结构测定	(344)
实验七十	反式-[Co(en) ₂ Cl ₂] ₃ [Fe(C ₂ O ₄) ₃]·4½H ₂ O 的制备及其组成和性能测定	(351)
实验七十一	计算机在化学实验中的应用	(361)
附录一	关于法定计量单位的一些问题	(370)
附录二	中华人民共和国法定计量单位	(386)

无机化学实验部分

实验一 无机物结构模型的制作

实验目的

1、制作 α 菱形硼、仲钼酸根离子、12—钼磷酸根离子或12—钨磷酸根离子和天然硅酸盐阴离子等结构模型。

2、观察和分析它们的结构特征，进一步理解结构和性质的关系。

3、提高空间想象力，加深立体感，培养勤俭节约的品德。

实验原理

α 菱形硼的结构可视为由 B_{12} 二十面体基本结构单元按面心立方最密堆积组成。每个 B_{12} 单元和周围12个 B_{12} 单元相连接，在垂直于三重轴(C_3)的密堆积层上，每个 B_{12} 单元利用处于腰部

的6个B原子和周围6个 B_{12} 单元通过三中心二电子键连成层型结构，如图1—1所示，由图可看出：(1)相间的3个三中心二电子键(标号为2的)在空间所处的位置稍高些，另外3个(标号为1的)稍低些。(2)同一层处于腰部的每个B

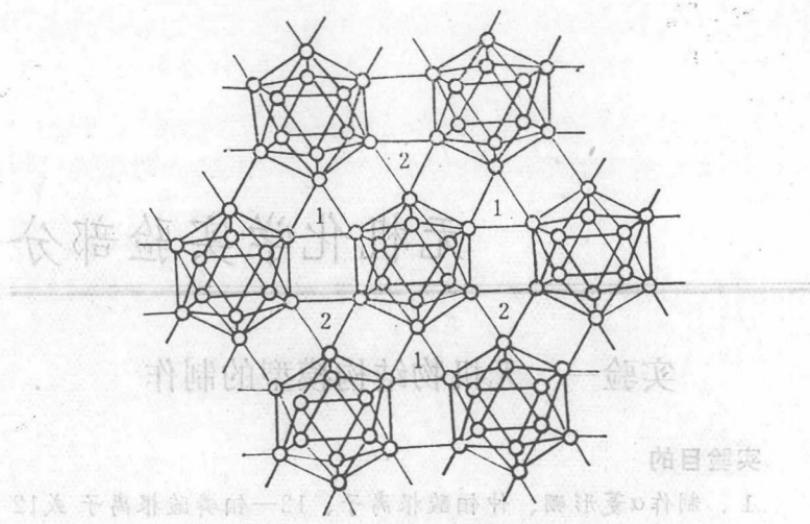


图 1—1 α 菱形硼中的密堆积层
(图中每一个小圆圈代表一个B原子)

原子，除与 B_{12} 单元内部的 5 个 B 原子成键外，还与相邻两个

B_{12} 单元中的 B 原子形成三中心二电子键。层间，每个 B_{12} 单元与上下两层中的各 3 个 B_{12} 单元分别形成 3 个正常的 B—B 键，即二中心二电子键。

钼、钨化学的一个重要特点是易形成多酸及其盐。例如钼酸盐，在 pH 为 6~8 时可形成 $[Mo_7O_{24}]^{6-}$ 离子，当 pH 为 1.5~2.9 时形成 $[Mo_8O_{26}]^{4-}$ 离子。当酸化含有其它含氧阴离子（如 PO_4^{3-} 、 AsO_4^{3-} 、 SiO_4^{4-} 等）或金属离子的钼酸盐或钨酸盐时，可形成具有固定组成的钼或钨的杂多酸根阴离子，如 $[PMo_{12}O_{40}]^{3-}$ 、 $[PW_{12}O_{40}]^{3-}$ 、 $[TeMo_6O_{24}]^{6-}$ 、 $[MnMo_9O_{32}]^{6-}$ 、 $[CeMo_{12}O_{42}]^{8-}$ 等。经研究表明：在钼

或钨的多酸根阴离子中，钼或钨原子位于由氧原子构成的正八面体中心作为结构单元，由八面体结构单元以公用边和公用角等方式构成多酸根阴离子。在钼或钨的杂多酸根阴离子中，杂离子以不同的多面体配位形式存在，如在 $[PMo_{12}O_{40}]^{3-}$ 和 $[PW_{12}O_{40}]^{3-}$ 中，P 位于由氧原子构成的四面体中心，在 $[TeMo_6O_{24}]^{6-}$ 中，Te 位于由氧原子构成的八面体中心，在 $[CeMo_{12}O_{42}]^{8-}$ 中，Ce 位于由氧原子构成的二十面体中心。

在硅酸盐中，其基本结构单元是 $[SiO_4]$ 四面体，四面体的连接方式决定硅酸盐中硅氧骨干的结构型式。由于 Al^{3+} 离子的大小和 Si^{4+} 相似， Al^{3+} 可以无序地或有序地置换 Si^{4+} ，这时铝处于四面体配位中，同硅一起组成硅铝氧骨干，形成硅铝酸盐。硅酸盐阴离子可按其结构中硅（铝）氧骨干的形式分成四类：

1、分立的硅酸根，如 $[SiO_4]^{4-}$ 、 $[Si_2O_7]^{6-}$ 、 $[Si_3O_9]^{6-}$ 、 $[Si_4O_{12}]^{8-}$ 、 $[Si_6O_{18}]^{12-}$ 、 $[Si_{12}O_{30}]^{12-}$ 等。

2、链型硅酸根，包括单键（如 $[SiO_3]^{2n-}$ 等）和双键（如 $[Si_4O_{11}]^{6n-}$ 等）两类。

3、层型硅酸根，如 $[Si_2O_5]^{2n-}$ 等。

4、骨架型硅酸根，如 $[AlSi_3O_8]^{n-}$ 等。

实验步骤

一、制作结构单元

1、材料的准备：收集废包装盒、废牛皮纸和废旧铁丝，自备浆糊，自备工具。

2、将废包装盒展开，参照图 1—2 画出边长 8 cm 的正四面体（a）、正八面体（b）和边长 4 cm 的正二十面体（c）展开图，用小刀沿各线段划痕，但不要划透，然后沿边缘剪下，再用浆糊粘合成相应的多面体。

3、将制得的多面体沿着各个面均匀地涂上一层浆糊，并粘上一层牛皮纸，晾干。

二、各种无机物结构模型的制作

1、 α 菱形硼结构模型的制作

(1) 将自制的3个 B_{12} 二十面体结构单元按照图1—3所示用6根长约20cm的铁丝连接在一起，构成一组。共作2组。

观察 B_{12} 单元中的B原子与同层中相邻的两个 B_{12} 单元中的B原

子形成三中心二电子键的情

况。

(2) 将自制的7个 B_{12} 二十面体结构单元按照图1—1所示用18根铁丝(其中6根长约28cm, 12根长约20cm)将其连接在一起成为一组，构成一个密堆积层。观察同一层中，三中心二

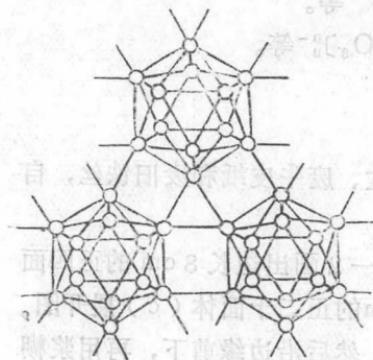


图1—3 α 菱形硼中的三中心键

电子键在空间不同高度的分

布情况。注意图中标号为1的三

中心键低于标号为2的三中心键。

(3) 将以上3组仿照面心立方最密堆积的方式排列，将7个 B_{12} 单元为一组的排在中间一层，将3个 B_{12} 单元为一组的两组分别排在上方和下方，并将 B_{12} 二十面体的位置相互错开，用18根长约5cm的木棍或粗铁丝将这三层连接起来，构成 α 菱形硼结构模型。观察中间一层的每个 B_{12} 二十面体结构单元分别与上下两层的各3个 B_{12} 二十面体结构单元共形成6个正常的二中心二电子B—B键。

2、多钼(VI)酸根离子结构模型的制作

(1) 制作仲钼酸根离子结构模型

参照图1—4将7个自制的边长8cm的正八面体用针线沿着公用边和公用顶点缝合在一起，制成仲钼酸根离子结构模型。制作时可先将2个八面体共边连接缝合好，如图1—5所示，共作2组，再将3个八面体共边连接缝合好，如图1—6所示。最后将这3组再进行共边和共顶点缝合，其中5个八面体在同一层共边和共顶点连接，另一组两个共边的八面体在上一层通过共边和共顶点连接在一起，如图1—4所示。

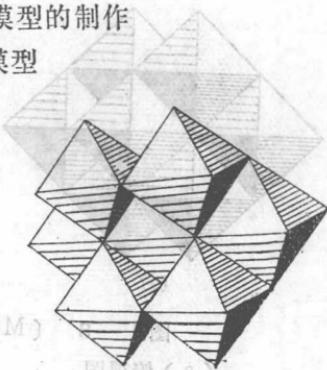


图1—4 $[Mo_7O_{24}]^{6-}$ 的结构

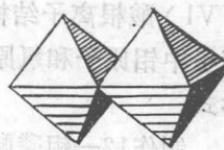


图1—5 二个八面体共边连接

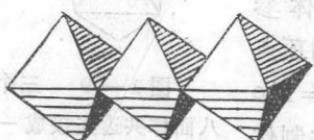


图1—6 三个八面体共边连接

(2) 制作八钼酸根离子结构模型

按照图1—7所示，将4个自制的边长8cm的正八面体用针线缝合在一起，构成一组，共作2

组。将其中一组中的一个八面体插在另一组共边八面体正上方的空穴中，然后用针线将公用的顶点缝合好，就制成了八钼酸根离子的结构模型，如图 1—8 所示。

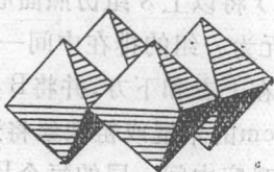
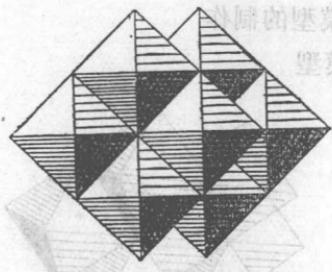
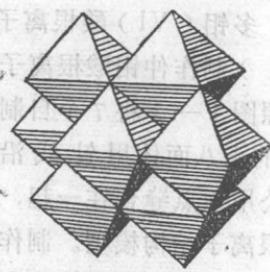


图 1—7 四个八面体共边连接



(a)



(b) 侧视图

图 1—8 $(Mo_8O_{26})^{4-}$ 离子的结构示意图
(a) 俯视图 (b) 侧视图

观察和分析钼原子和氧原子在空间的分布情况。根据自制的多钼(VI)酸根离子结构模型，分别求出仲钼酸根离子和八钼酸根离子中钼原子和氧原子的数目，并写出其化学式。

3、制作 12—钼磷酸根离子或 12—钨磷酸根离子结构模型

将 3 个自制的边长 8 cm 的正八面体参照图 1—9 所示共边连接，再将共用的顶点缝合在一起组成一组 M_3O_{10} ，式中 $M = Mo$ 或 W 。观察其中有一个公用的顶点。共制作 4 组 M_3O_{10} 。

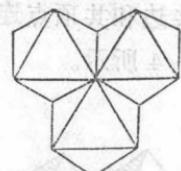


图 1—9 三个八面体共边连接成一个公共点