

SPT 高等院校选用教材

工科类

国家工科化学基础课程教学基地(天津大学)教改教材

基础化学实验教程

古凤才 肖衍繁 主编

科学出版社

内 容 简 介

本书是根据工科化工类基础化学实验课程的教学基本要求,并融合面向 21 世纪工科(化工类)化学系列课程体系教学改革成果而编写的基础化学实验教材。

全书共包括三部分,第一部分,介绍了化学实验的基本原理、基本方法与基本技术;第二部分,按照“基本实验-综合性实验-设计性实验”三个层次,选编了基本操作与基本原理验证性实验,制备实验,定量分析、分离与仪器分析实验,基本物理量与物化参数测定共 96 个实验;第三部分,附录部分包括化学实验中的常用仪器与数据表。

本书既可作为化工、材料类专业基础化学实验课程的教学改革教材,或过渡性教材使用,也可供应用化学、环境化学、轻工、矿冶类专业作为实验教学参考书。

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验教程/古凤才,肖衍繁主编,-北京:科学出版社,2000
(国家工科化学基础课程教学基地(天津大学)教改教材高等院校选用教材)
ISBN 7-03-008656-2

I.基… II.①古…②肖… III.化学实验-高等院校-教材 IV.06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2000)第 65340 号

科 学 出 版 社 出 版

北京东黄城根北街 16 号
邮政编码:100717

北 京 双 青 印 刷 厂 印 刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2000 年 9 月 第 一 版 开本:787×960 1/16

2000 年 9 月 第 一 次 印 刷 印张:38 3/4

印数:1—3 000 字数:740 000

定 价: 47.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换〈环伟〉)

前 言

基础化学实验课程是高等学校化学教育中培养科学思维与方法、创新意识与能力,全面推进素质教育的最基本的教学形式之一。现行的实验课程体系及教材虽然对人才培养方面起过重要的作用,但也存在着为理论课教学配套多、发挥自身能动性作用欠缺,以及内容分块而不能充分展示制备、结构、性能的基本关系等局限性。

自 1996 年以来,我们结合教育部“面向 21 世纪工科(化工类)化学系列课程体系教学改革的研究与实践”课题,并受天津大学国家工科化学基础课程教学基地的委托,边研究边实践,逐步探索出突破原四大化学实验分科设课的构架,将其重组为独立设课的基础化学实验,并在教学实践的基础上编写了这本教材。

本教材立足于课程的整体性和基础性,扼要地叙述了化学实验的基本原理、基本方法与基本技术;并从工科特点出发,分五章选编了 96 个实验。每一章力求按三个层次选编包括以强化基本能力训练为目的的基本实验;精选以培养分析与解决较复杂问题能力的综合性实验(或系列实验);再辅以增强创造意识与能力的设计性实验。在编写过程中,还适当考虑了部分兄弟院校的实际情况,尽量使本教材也可以作为课程体系改革前的过渡性教材使用。

本教材由古凤才、肖衍繁主编。编写人员有:古凤才、肖衍繁、侯文祥、齐欣、孙艺环、游德华、严乐美、赵桂英、刘瑞贤、温绍颖、刘宇、王莉、安颖、聂建明、赵海涛。陈丽、鲁静、时雨荃也参加了部分工作。

本教材在编写过程中,参阅了本校及部分兄弟院校已出版的教材和有关著作,从中借鉴了许多有益的内容。天津大学化学系杨宏秀教授、高鸿宾教授、杨宏孝教授、田宜灵教授和张文勤教授都对本书的编写提出过许多建设性意见,在此一并表示衷心的感谢。

由于编者学识水平与经验有限,难免有不当甚至谬误之处,恳请有关专家和读者批评指正。

编 者

2000 年 3 月于天津

目 录

第一部分 化学实验的基本原理、基本方法与基本技术

第一章 绪论	1
1.1 基础化学实验课程的目的	1
1.2 基础化学实验课程的要求	1
1.3 实验报告格式举例	3
第二章 化学实验的基本知识	6
2.1 化学实验基本知识	6
2.1.1 化学实验规则	6
2.1.2 化学实验安全规则	6
2.1.3 化学实验意外事故的处理	7
2.1.4 消防	7
2.1.5 三废处理	8
2.2 常用玻璃仪器	9
2.2.1 常用玻璃仪器简表	9
2.2.2 玻璃仪器的洗涤和干燥.....	15
2.2.3 干燥器的使用.....	19
2.3 化学试剂的规格、存放及取用	19
2.3.1 化学试剂的规格.....	19
2.3.2 试剂的存放.....	20
2.3.3 试剂的取用.....	21
2.3.4 试剂的配制.....	22
2.4 气体的制备、净化及气体钢瓶的使用	23
2.4.1 气体的发生.....	23
2.4.2 气体的收集.....	25
2.4.3 气体的净化与干燥.....	25
2.4.4 气体钢瓶、减压阀及使用	26
2.5 试剂与滤纸.....	28
2.5.1 用试纸检验溶液的酸碱性.....	28

2.5.2 用试纸检验气体	28
2.5.3 滤纸	29
2.6 常用溶剂	30
2.6.1 纯水	30
2.6.2 常用有机溶剂及纯化	33
2.7 常见有机化学实验装置	39
2.7.1 蒸馏装置	39
2.7.2 分馏装置	40
2.7.3 回流装置	40
2.7.4 机械搅拌回流装置	40
2.7.5 玻璃仪器的安装及拆卸	41
第三章 化学实验的基本操作	43
3.1 玻璃工操作	43
3.2 玻璃量器及其使用	45
3.2.1 滴定管	46
3.2.2 吸管	50
3.2.3 容量瓶	51
3.2.4 量筒和量杯	53
3.2.5 微量进样器	53
3.2.6 量器的校准	53
3.3 称量仪器的使用	55
3.3.1 托盘天平	55
3.3.2 化学天平	56
3.3.3 电光分析天平	57
3.3.4 电子分析天平	60
3.3.5 试样的称取方法	62
3.4 加热与冷却	63
3.4.1 加热装置	63
3.4.2 加热操作	67
3.4.3 冷却方法	71
3.5 干燥	72
3.6 熔点的测定和温度计的校正	73
3.6.1 熔点的测定方法	73
3.6.2 温度计校正	74

第四章 化学实验中的分离与提取	76
4.1 固液分离	76
4.1.1 固液分离的方法	76
4.1.2 重量分析的基本操作	79
4.2 重结晶	83
4.2.1 溶剂的选择	83
4.2.2 重结晶操作	84
4.3 升华	85
4.4 蒸馏	87
4.4.1 简单蒸馏原理	87
4.4.2 简单蒸馏操作	88
4.5 分馏	90
4.5.1 理想溶液的分馏原理	90
4.5.2 共沸混合物分馏简介	92
4.5.3 分馏柱与填料	93
4.5.4 分馏操作	94
4.6 减压蒸馏	95
4.6.1 减压蒸馏原理	95
4.6.2 减压蒸馏装置及操作	95
4.7 水蒸气蒸馏	98
4.7.1 水蒸气蒸馏原理	98
4.7.2 水蒸气蒸馏装置与操作	99
4.8 萃取分离	100
4.8.1 基本原理	100
4.8.2 实验方法	101
4.8.3 萃取分离的操作	102
4.9 薄层色谱分离法	103
4.9.1 概述	103
4.9.2 薄层色谱分离法	103
第五章 化学实验中的基本原理与基本方法	106
5.1 无机化合物制备方法和原理简述	106
5.1.1 无机合成简述	106
5.1.2 选择合成路线的基本原则	107
5.1.3 无机化合物的常规制备方法	109

5.1.4 无机制备中的分离与纯制	111
5.1.5 无机制备中的结构鉴定和分析	113
5.2 混合离子的分离与鉴定	113
5.2.1 鉴定反应的灵敏度和选择性	114
5.2.2 鉴定反应进行的条件	116
5.2.3 分离方法	118
5.2.4 离子分离与鉴定的原则和方法	119
5.3 误差理论与数据处理	121
5.3.1 准确度与精密度	122
5.3.2 误差的分类与减免	122
5.3.3 实验数据的记录与处理	124
5.3.4 误差的传递	127
5.3.5 实验结果的表达	129
5.4 定量分析的一般步骤	133
5.4.1 试样的抽取和制备	133
5.4.2 试样的分解	134
5.4.3 分析测定方法的选择	135
第六章 基本物理量的测定技术	136
6.1 密度的测量	136
6.1.1 密度定义及术语	136
6.1.2 液体密度的测量	140
6.1.3 固体密度的测量	146
6.2 真空的获得与测量	148
6.2.1 真空获得与测量的基础知识	148
6.2.2 真空的获得	151
6.2.3 真空测量——真空计	162
6.2.4 真空检漏与修补	171
6.3 压力的测量	176
6.3.1 概述	176
6.3.2 液柱式压力计——U型管压力计	182
6.3.3 弹性式压力计	189
6.4 温度的测量	198
6.4.1 概论	198
6.4.2 玻璃液体温度计	203

6.4.3 热电偶温度计	213
6.4.4 热敏电阻温度计	226

第二部分 实 验

第七章 基本操作与基本原理验证性实验	230
实验一 玻璃工操作	230
实验二 单、多相离子平衡	231
实验三 氧化还原反应	236
实验四 物质结构和性质的关系	238
实验五 平衡原理综合实验	243
第八章 重要元素及化合物性质实验	244
实验六 <i>p</i> 区重要非金属化合物的性质	244
实验七 <i>p</i> 区重要金属化合物的性质	249
实验八 常见阴离子的分离与鉴定	254
实验九 <i>d</i> 区重要化合物的性质(一)	259
实验十 <i>d</i> 区重要化合物的性质(二)	263
实验十一 <i>ds</i> 区重要化合物的性质	269
实验十二 常见阳离子的分离和鉴定	273
实验十三 元素性质综合实验	276
第九章 制备实验	277
9.1 无机制备	277
9.1.1 基本实验	277
实验十四 试剂氯化钠的制备	277
实验十五 去离子水的制备	280
实验十六 硫酸亚铁铵的制备(常量和微型实验)	283
实验十七 高锰酸钾的制备	286
实验十八 四碘化锡的制备及最简式的确定	288
实验十九 氮化硼的制备	290
9.1.2 系列实验	293
实验二十 五水合硫酸铜的制备	293
实验二十一 硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	295
实验二十二 硫酸铜中铜含量的测定	297
实验二十三 硫酸铜中结晶水及其脱水温度的测定	298

9.1.3 综合性实验	303
实验二十四 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备、组成测定及表征	303
9.1.4 设计性实验	310
实验二十五 活性氧化锌的制备	310
实验二十六 磷系列化合物的制备	311
实验二十七 硫代硫酸钠的制备	313
9.2 有机制备	314
9.2.1 基本实验	314
实验二十八 环己烯的制备	314
实验二十九 苯甲醇的制备	316
实验三十 正丁醚的制备	317
实验三十一 正丁醛的制备	318
实验三十二 苯乙酮的制备	320
实验三十三 苯甲酸的制备	322
实验三十四 乙酸丁酯的制备(固体超强酸催化剂)	324
实验三十五 对甲苯磺酸钠的制备	325
实验三十六 肉桂酸的制备	327
实验三十七 苯甲醇与苯甲酸的制备	328
9.2.2 系列实验(1)	330
实验三十八 溴乙烷的制备	330
实验三十九 苯乙醚的制备	332
9.2.3 系列实验(2)	333
实验四十 溴苯的制备	333
实验四十一 三苯甲醇的制备	334
9.2.4 系列实验(3)	336
实验四十二 硝基苯的制备	336
实验四十三 苯胺的制备	339
实验四十四 乙酰苯胺的制备	341
9.2.5 系列实验(4)	343
实验四十五 乙酸乙酯的制备	343
实验四十六 1-溴丁烷的制备	346
实验四十七 乙酰乙酸乙酯的制备	347
实验四十八 正丁基乙酰乙酸乙酯和 α -庚酮的制备	349
9.2.6 设计性实验	350

实验四十九 苯甲酸乙酯的制备	350
第十章 定量分析、分离与仪器分析实验	352
10.1 基本实验	352
实验五十 分析天平的使用	352
实验五十一 酸碱标准溶液的配制和浓度比较	353
实验五十二 酸碱标准溶液浓度的标定	356
实验五十三 混合碱的测定	359
实验五十四 EDTA 标准溶液的配制和标定	361
实验五十五 铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定	363
实验五十六 石灰石中钙、镁含量的测定	365
实验五十七 KMnO_4 标准溶液的配制和标定	367
实验五十八 石灰石中钙含量的测定	368
实验五十九 离子交换法测钠	371
实验六十 钴镍的萃取分离	373
实验六十一 纸上层析法分离氨基酸	376
实验六十二 α -萘醌磺酸含量的测定(薄层层析法)	379
实验六十三 天然色素的提取及薄层色谱分析	381
实验六十四 邻二氮菲分光光度法测定微量铁	383
实验六十五 离子选择性电极法测定水中氟含量	386
实验六十六 水样中镉的极谱分析	389
实验六十七 原子吸收光谱法测定自来水中钙、镁的含量	390
实验六十八 原子吸收光谱法测定含铜废液中铜的含量	392
实验六十九 光谱定性分析	393
实验七十 气相色谱法分析空气中的氧、氮含量	396
实验七十一 醇系物的气相色谱分析	398
10.2 综合性实验	400
实验七十二 洗衣粉中活性组分与碱度的测定	400
实验七十三 铝合金的综合分析	401
10.3 设计性实验	404
实验七十四 漂粉精中有效氯和固体总钙量的测定	404
第十一章 基本物理量与物化参数的测定实验	406
11.1 基本物理量测定	406
实验七十五 气体常数的测定	406
实验七十六 恒温槽的调节及黏度测定	409

实验七十七	易挥发液体摩尔质量的测定	415
实验七十八	凝固点降低法测定摩尔质量	418
实验七十九	液体饱和蒸气压的测定	422
11.2	热力学性质测定	425
实验八十	乙酸解离常数的测定	425
实验八十一	平衡常数的测定	430
实验八十二	反应焓的测定	434
实验八十三	用氧弹法测量燃烧反应的反应焓	441
实验八十四	二组分凝聚系统相图	446
实验八十五	二组分液相完全互溶系统的沸点-组成图	450
实验八十六	三组分液体溶解度图	453
11.3	电化学性质的测定	458
实验八十七	离子迁移数的测定	458
实验八十八	原电池热力学	461
11.4	动力学性质的测定	466
实验八十九	反应速率与活化能的测定	466
实验九十	蔗糖水解反应速度常数的测定	473
实验九十一	过氧化氢催化分解	477
实验九十二	甲酸氧化动力学	482
实验九十三	乙酸乙酯皂化反应	486
11.5	表面与胶体性质的测定	490
实验九十四	用最大气泡法测定液体的表面张力	490
实验九十五	溶胶的制备、 ζ 电势与电解质聚沉值的测定	493
11.6	结构参数的测定	496
实验九十六	偶极矩的测定	496

第三部分 附 录

第十二章	化学实验室中的常用仪器	503
12.1	pXD-2型通用离子计	503
12.1.1	测量原理	503
12.1.2	使用方法	504
12.2	电导仪和电导率仪	504
12.2.1	测量原理	505

12.2.2 使用方法	506
12.2.3 注意事项	508
12.3 酸度计	508
12.3.1 测量原理	508
12.3.2 使用方法	510
12.4 883型笔录式极谱仪	515
12.4.1 测量原理	515
12.4.2 使用方法	515
12.4.3 注意事项	516
12.5 直流电位差计	517
12.5.1 工作原理	517
12.5.2 UJ-25型电位差计的线路分析及使用方法	518
12.6 102G型气相色谱仪	521
12.6.1 测量原理	521
12.6.2 使用方法	523
12.6.3 注意事项	524
12.7 722S型分光光度计	525
12.7.1 测量原理	525
12.7.2 使用方法	525
12.7.3 注意事项	527
12.8 阿贝折射仪	527
12.8.1 测量原理	527
12.8.2 使用方法	529
12.8.3 折射仪的维护	530
12.9 旋光仪	530
12.9.1 偏振光与旋光度	531
12.9.2 旋光仪的结构及测量原理	532
12.10 Q-24型中型石英摄谱仪	534
12.10.1 测量原理	534
12.10.2 使用方法	535
12.10.3 注意事项	537
12.11 WFX-1F2B型原子吸收分光光度计	538
12.11.1 测量原理	538
12.11.2 使用方法(以火焰原子吸收法为例)	540

12.11.3 注意事项	542
12.12 HP8453 紫外-可见分光光度计	542
12.12.1 测量原理	542
12.12.2 使用方法	543
12.13 BIO-RAD FTS3000 型红外分光光度计	548
12.13.1 测量原理	548
12.13.2 使用方法	549
12.14 WCT-1 微机差热天平	553
12.14.1 测量原理	554
12.14.2 使用方法	556
12.15 磁天平	557
12.15.1 测量原理	557
12.15.2 使用方法	559
12.16 BDX 自动 X 射线衍射仪	560
12.16.1 测量原理	560
12.16.2 使用方法	564
第十三章 常用数据表	568
13.1 常见阳离子的主要鉴定反应	568
13.2 常见阴离子的主要鉴定反应	572
13.3 常见阳离子与常用试剂的反应	574
13.4 常见阴离子与常用试剂的反应	576
13.5 常见离子和化合物的颜色	578
13.6 不同温度下水的饱和蒸气压/Pa	581
13.7 元素的相对原子质量	583
13.8 常用化合物的相对分子质量	585
13.9 实验室常用酸、碱溶液的浓度	587
13.10 酸碱指示剂	588
13.11 氧化还原指示剂	589
13.12 金属离子指示剂	589
13.13 实验室中一些试剂的配制方法	591
13.14 常用缓冲溶液的 pH 范围	592
13.15 微溶化合物的溶度积	593
13.16 弱酸、弱碱在水中的解离常数	595
13.17 金属离子-氨羧络合剂络合物的稳定常数($\lg K_{MY}$)	597

13.18	EDTA 的 $\lg\alpha_{Y(H)}$ 值	598
13.19	水的表面张力	599
13.20	水的折射率	599
13.21	0~100℃ 水的黏度	599
13.22	不同温度下液体的密度	600
13.23	不同温度下 KCl 的溶解热	601
13.24	摩尔凝固点降低常数	601
13.25	25℃ 时在水溶液中一些电极的标准电极电势	602
参考文献		604

第一部分

化学实验的基本原理、基本方法与 基本技术

第一章 绪 论

1.1 基础化学实验课程的目的

化学的发展已进入到理论与实践并重的阶段。在全面推进素质教育的形势下,基础化学实验作为高等理工院校化工、材料等专业的主要基础课程,突破了原四大化学实验分科设课的界限,使之融合为一体,按照制备、结构、性能的基本关系重新组织实验课教学。该课程以内含基本原理、基本方法和基本技术的化学实验作为素质教育的媒体,通过实验教学过程达到以下目的:

(1)以基本实验-综合性实验-设计性实验三个层次的实验教学,模拟化学知识的产生与发展为化学理论的基本过程,培养学生以化学实验为工具获取新知识的能力。

(2)培养学生的科学精神、创新思维习惯和创新能力。

(3)经过严格的实验训练后,使学生具有一定的分析和解决较复杂问题的实践能力,收集和处理化学信息的能力,文字表达实验结果的能力,以及团结协作精神。

1.2 基础化学实验课程的要求

为了达到上面提出的课程目标,学生应在以下环节严格要求自己:

1. 实验前的预习

弄清实验目的和原理;仪器结构、使用方法和注意事项;药品或试剂的等级、物化性质(熔点、沸点、折光率、密度、毒性与安全等数据);实验装置;实验步骤。要做到心中有数,避免边做边翻书的“照方抓药”式实验。实验前认真地写出预习报告。预习报告应简明扼要,但切忌照抄书本。实验过程或步骤可以用框图或箭头等符

号表示(参照附例)。

2. 学习方法

本教材所选的基本实验是在教学过程中经多年使用较为成熟的,因而容易做出结果。但不要认为生产或科研中的实际问题都可以如此顺利地解决,应当多问自己几个为什么。对于综合性实验,更要搞清楚解决问题的思路,切忌囫圇吞枣。为了培养创新和开拓意识,还安排了部分较为简单的设计性实验,对这部分实验,首先要明确需要解决的问题,然后根据所学的知识(必要时应当查阅文献资料)和实验室能提供的条件选定实验方法,并深入研究这些方法的原理、仪器、实验条件和影响因素,以此作为设计方案的依据。最后写成预习报告并和指导教师讨论、修改、定稿后即可实施。所选的题目较为简单,目的是给学生在“知识”和“应用”之间架设一座“能力”的便桥。

3. 实验记录

实验过程中要准确记录并妥善保存原始数据,不能随意乱记在纸片上,更不能涂改。对可疑数据,如确知原因,可用铅笔轻轻圈去;否则宜用统计学方法判断取舍,必要时应补做实验核实,这是科学精神与态度的具体要求。实验结束后,请指导教师签字,留作撰写实验报告的依据。

4. 实验报告

实验报告不仅是概括与总结实验过程的文献性质资料,而且是学生以实验为工具,获取化学知识实际过程的模拟,因而同样是实验课程的基本训练内容。实验报告从一定角度反映了一个学生的学习态度、实际水平与能力。实验报告的格式与要求,在不同的学习阶段略有不同,但基本应包括:实验目的;实验简明原理;实验仪器(厂家、型号、测量精度);药品(纯度等级);实验装置(画图表示);原始数据记录表(附在报告后);实验现象与观测数据;实验结果(包括数据处理)用列表或作图形式表达;讨论。

要养成专心致志地观察实验现象的良好习惯,在需要等待的时间内不能做其他事情。善于观察、勤于思考、正确地判断是能力的体现。

处理实验数据时,宜用列表法、作图法,具有普遍意义的图形还可以回归成经验公式,得出的结果应尽可能地与文献数据进行比较。通过这种形式培养学生科学的思维模式,锻炼文献查阅能力和文字表达能力。

对实验结果进行讨论是实验报告的重要组成部分,往往也是最精彩的部分。它包括实验者的心得体会(是指经提炼后学术性的体会,并非感性的表达),做好实

验的关键所在,实验结果的可靠程度与合理性评价,分析并解释观察到的实验现象。如能进一步提出改进意见,或提出另一种比实验更好的合成路线等,就是创新思维,它往往蕴含着创新能力。当然,一般情况下的讨论是初级的,有些见解可能是肤浅的。重要的是有意识地培养思考分析的习惯,尤其是培养发散性思维模式,为具有真正的创新性思维打基础。

下面以无机制备和测定等实验报告的格式为例,为低年级学生示范。高年级学生可参照前面的要求并在教师指导下拟定实验报告格式。

1.3 实验报告格式举例

一年级化学实验大致可分为三种类型:一是无机制备实验;二是测定性实验;三是验证性实验。制备实验主要写出物质制备原理、流程、原料量、产量、产率、产品质量及性质等。原料经多步化工操作过程处理,最终得到产品。一般流程可用“框图”表示,每一操作可作为一个“框图”。性质测定实验主要是测定数据及数据处理过程。所有原始数据都要记录准确无误,计算时应该有具体数据处理过程。验证性实验主要是物质性质的验证,可加深对无机反应原理和物质性质的理解。一般可分为实验步骤、实验现象、反应方程式及解释、结论等。在实验报告中要注意这四部分应该一一对应。

“无机制备实验”报告格式示例

实验名称:五水合硫酸铜的制备

_____系_____专业_____年级_____班

学号_____姓名_____实验日期_____

一、实验目的(略写)

二、简略实验步骤

