

21世纪高等院校教材

实验化学 (上册)

陈虹锦 主编



科学出版社

www.sciencep.com

21 世纪高等院校教材

实 验 化 学

(上 册)

陈虹锦 主编

马 荔 黄孟娇 副主编

科 学 出 版 社

北 京

内 容 简 介

本书是基础化学实验系列课程教材。本书有目的、有针对性地对学生进行各方面的训练,其基本内容分为:①基础化学实验的知识,包括实验室安全知识、实验数据的记录及处理、化学试剂的规格及取用、气体钢瓶的识别及应用等;②基本实验技能训练,包括玻工基本操作、滴定分析基本操作、无机及有机合成的基本操作、基本仪器的使用等;③基本性质实验;④基本合成实验。书中还设置了一些旨在训练学生综合能力的综合性、设计性实验,以逐步锻炼学生综合实验能力。

本书适合化学、化工、生命、医学、药学、环境等本科专业的低年级学生使用,也可供有关人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

实验化学(上册)/陈虹锦主编. —北京:科学出版社,2003
(21世纪高等院校教材)

ISBN 7-03-012116-3

I. 实… II. 陈… III. 化学实验—高等学校—教材 IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2003)第 075517 号

策划编辑:刘俊来 杨向萍/文案编辑:吴伶伶/责任校对:包志虹
责任印制:安春生/封面设计:陈 敬

科 学 出 版 社 出 版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

丽源印刷厂 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2003年8月第 一 版 开本:BS(720×1000)

2003年8月第一次印刷 印张:20 3/4

印数:1—3 000 字数:403 000

定价:26.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换〈新欣〉)

前 言

化学是一门实践性很强的科学。在学习化学理论知识的同时,必须通过化学实验课程来达到两个目的:一是验证理论知识,加深对理论的了解和掌握,同时使学生学会用所学的知识对实验现象和结果进行分析及讨论;二是通过实验这个实践环节,培养学生独立处理问题、解决问题的能力和设计水平,为今后专业课程的学习与科研工作训练良好的实验技能、打下扎实的综合基础。

《实验化学》是上海交通大学化学化工学院基础化学实验中心的有关教师总结多年基础化学实验教学的经验,本着提高学生综合实验能力的宗旨而开设的一门独立的新系列课程。它不局限于对理论知识的验证,而是从基础知识、基本训练到设计性实验、研究性实验和综合实验,有步骤地引导学生从掌握最基本的实验技能到熟练进行综合实验设计,可全面提高学生的独立工作能力、综合设计能力、科学研究能力以及团队协作精神。

本书是《实验化学》的上册,着重介绍实验化学的基础知识,以及对学生进行基本实验技能的训练、基本化合物的合成和测试训练,为后续的系列实验打下基础。本书由陈虹锦任主编、马荔和黄孟娇任副主编。在本书的编写过程中,得到我们基础化学实验中心的许多教师的大力帮助,如吴旦老师、谢少艾老师对本书中有关基础化学知识、基本化学实验技能以及无机与化学分析有关的实验内容的编写给予了很大的帮助;章烨老师、孟庆华老师对相关的有机化学的实验内容的编写和资料收集也给予很大支持,在此一并表示衷心感谢!另外,在本书的编写过程中,在实验的设计和验证过程中,基础化学实验中心的全体教师都给予了积极的支持与帮助,使我们的实验改革和本书的编写工作得以顺利地进行,为此也向他们表示最真诚的谢意。

由于我们的能力有限和对基础化学实验教学的改革还处于探索阶段,书中难免会有一些不妥和错误之处,欢迎读者批评指正。

编 者

2003年7月于上海

目 录

前言

第一部分 化学实验基础知识

第 1 章 绪论	3
1.1 化学实验的目的	3
1.2 化学实验课的要求	3
1.3 实验报告格式	5
第 2 章 化学实验室的基本常识	10
2.1 化学实验室的概貌	10
2.2 化学实验用水	10
2.3 化学试剂的规格	13
2.4 试剂的存放	14
2.5 化学实验室安全知识	14
2.6 常见危险品及安全预防措施	15
2.7 事故紧急处理	19
2.8 三废处理	21
2.9 实验室安全规则	22
2.10 实验室规则	23
第 3 章 化学实验中的误差分析和数据处理	25
3.1 实验记录	25
3.2 实验数据的处理	25
3.3 误差的传递	35
3.4 实验数据的处理方法	37
第 4 章 基础化学实验中常用的简单仪器	41
第 5 章 化学实验的基本操作	52
5.1 玻璃工操作和塞子钻孔	52
5.2 玻璃仪器的洗涤与干燥	56
5.3 试剂的取用和溶液的配制	58
5.4 无机化学实验基本操作	62
5.5 气体	64

5.6 容量分析基本操作	68
5.7 无机制备和重量分析中常用的基本操作	81
5.8 有机化学基本操作	96
第6章 基本仪器的使用	131
6.1 分析天平的构造原理和电子天平的使用方法	131
6.2 pH计的使用和溶液pH的测定	139
6.3 电导率仪及其操作方法	145
6.4 分光光度计的构造原理及溶液浓度的测定	149
6.5 旋光仪的原理及使用	151
6.6 阿贝折射仪的原理与使用	154
6.7 恒温槽的原理及使用	158
第7章 化学实验室常见的测量计及其使用方法	164
7.1 温度计	164
7.2 气压计	167
7.3 密度计	169

第二部分 实 验

第8章 基本操作实验	173
实验1 煤气灯的使用和玻工操作	173
实验2 滴定分析基本操作练习	174
实验3 氯化钠的提纯	176
实验4 氯化物中氯含量的测定	178
实验5 混合碱的测定(双指示剂法)	179
实验6 $\text{BaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中 Ba 含量的测定	181
实验7 纯水的制备与检验及水的总硬度测定	183
实验8 邻二氮菲吸光光度法测定铁	188
实验9 铜合金中铜含量的测定	192
实验10 重结晶及过滤	194
I 萘的重结晶	195
II 单一溶剂重结晶苯甲酸	195
实验11 层析分离	196
I 偶氮苯和苏丹Ⅲ的分离	197
II 柱层析分离甲基橙与次甲基蓝染料	197
实验12 天然有机化合物的提取	198
I 从槐花米中提取芦丁	199

II 油脂的提取	201
第 9 章 基本原理实验	202
实验 13 单、多相离子平衡	202
实验 14 配合物的生成和性质	204
实验 15 氧化还原反应与电化学	207
实验 16 乙酸电离常数和电离度的测定	210
实验 17 化学反应速率及活化能	212
实验 18 铅铋合金中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 含量的连续测定	216
实验 19 水中化学需氧量(COD)的测定	218
实验 20 硫酸铵中氮含量的测定	220
实验 21 沉淀滴定法测定调味品中氯化钠的含量	222
第 10 章 合成实验	225
实验 22 硫酸亚铁铵的制备	225
I 常规实验	226
II 微型实验	227
实验 23 三草酸根合铁(III)酸钾的制备	228
实验 24 卤代烃的制备	229
I 溴乙烷的制备	231
II 叔丁基氯的制备	232
实验 25 醇的制备——Grignard 反应	233
I 2-甲基-2-丁醇的制备	235
II 三苯甲醇的制备	237
实验 26 Friedel-Crafts 反应	238
I 对叔丁基苯酚的制备	240
II 苯乙酮的制备	241
实验 27 脂肪酮的制备——环己酮的制备	242
实验 28 羧酸酯的制备	244
I 苯甲酸乙酯的制备	246
II 邻苯二甲酸二丁酯(增塑剂)的制备	247
实验 29 羧酸的制备	248
I 正丁酸的制备	250
II 4-氯苯氧乙酸的制备	251
实验 30 醚的制备——苯基正丁基醚的制备	252
实验 31 坎尼扎罗反应	253
I 苯甲醇和苯甲酸制备	254

II 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	255
实验 32 重氮化反应及其应用	256
I 间硝基苯酚的制备	258
II 甲基橙的制备	259
实验 33 光化学反应	260
I 偶氮苯的光化异构体的制备	261
II 苯叶啉醇和苯叶啉酮的制备	262
第 11 章 综合实验	264
实验 34 非金属元素性质综合实验	264
实验 35 金属元素性质综合实验	269
实验 36 金属元素综合设计性实验	273
实验 37 自制莫尔盐中硫酸亚铁含量的测定	275
实验 38 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_2$ 的制备及组成、性质测定	276
实验 39 茶叶中咖啡因提取和元素的分离和鉴定	278
实验 40 废干电池的综合利用	281
第 12 章 微波和微型实验	284
实验 41 微波化学实验	284
I β -萘甲醚的制备	285
II 巴比土酸的制备	285
实验 42 微型有机化学实验	286
I 二氯卡宾的制备与反应	288
II Diels-Alder 反应(9,10-二氢蒎-9,10- α,β -马来酸酐的合成)	288
第三部分 附 录	
附录 1 弱酸、弱碱的解离常数(298K)	293
附录 2 实验室常用酸、碱的浓度	294
附录 3 常用酸碱指示剂	294
附录 4 无机化合物在水中的溶解度	295
附录 5 溶度积常数(291~298K)	297
附录 6 常见的共沸混合物	299
附录 7 不同温度下水的饱和蒸气压	300
附录 8 标准电极电势(298K)	302
附录 9 配离子的累计稳定常数(291~298K)	309
附录 10 常用有机溶剂的物理常数	310
附录 11 容量分析常用基准物质	310

附录 12 国际相对原子质量表	312
附录 13 常用仪器汉英对照表	314
参考文献	320

第一部分

化学实验基础知识

第 1 章 绪 论

1.1 化学实验的目的

化学是一门实验性非常强的自然科学,要真正地掌握好化学理论知识和方法,化学实验是必不可少的一个重要环节。基础化学实验作为高等理工院校化工、化学、材料、环境、生命、医药等专业的基础课程的一部分,面对人才培养模式的改革和需求的不同,有必要针对沿袭多年的四大基础化学实验体系,即无机化学、分析化学、有机化学、物理化学实验体系进行改革和整合,以适应新的形式和需求。经整合后的基础化学实验体系分为基础知识、基本技能训练;基本合成;基本性能测试及表征;综合、开放实验四个模块。希望学生通过新的基础化学实验体系的教学,达到四个目的。

(1) 通过实验课程掌握基本实验技能和基本实验方法,培养独立思考问题、解决问题的能力,树立严谨的治学作风,培养良好的素质及科学素养。

(2) 通过基本实验—设计性实验—综合性实验三个层次的教学,培养学生获取新知识和掌握科学研究方法的能力。

(3) 培养学生准确、细致、整洁等良好的科学习惯;培养学生实事求是的科学精神,形成科学思维方法和开拓创新能力。

(4) 经过严格的实验训练,使学生具有一定的分析和解决较复杂问题的能力,收集和处理分析化学信息的能力;文字表达能力及团结协作精神。

1.2 化学实验课的要求

化学实验是一门独立的课程,必须端正学习态度,更重要的是要有正确的学习方法。学习时注重下面三个环节。

1.2.1 预习

实验预习是实验成败的关键之一,要根据实验目的,了解实验的内容和步骤,做到心中有数。对实验中可能遇到的问题及疑难点,应查阅有关资料,确定正确的实验方案,使实验得以顺利进行。

(1) 阅读实验相关的内容,研究并领会实验原理,了解实验步骤和操作过程中的注意事项。实验前要写好预习报告,主要内容包括实验目的,简要的原理(主反

应和重要副反应方程式), 写出简明实验步骤和流程图, 使用原料、产物和主要副反应产物, 查阅有关物理常数及主要试剂规格、用量(g、mL)。仪器可用示意图代替。注明实验方法、实验步骤, 操作要点。

(2) 对于一些简单的设计性实验首先要明确需要解决的问题, 再根据所学的知识, 通过查阅有关资料, 根据实验室可提供的条件, 与教师讨论后选定实验方法, 设计实验方案。

(3) 书写要求简明扼要, 实验内容按不同实验的要求, 可用框图、箭头或表格的形式表达。有些文字可用符号简化。查出和计算出必须的参数和预答思考题及预测实验现象, 估计实验中可能出现的问题, 设想解决办法, 标出操作中的关键步骤, 并留出相应的表格和空格, 便于实验中记录实验现象及数据。

1.2.2 实验

实验中必须认真、仔细, 根据教材上所规定的或自己设计的方法、步骤和试剂用量进行操作, 应做到以下六点。

(1) 实验过程中保持肃静, 严格遵守实验室安全和操作规则。

(2) 认真操作, 细心观察实验现象。包括气体的生成、沉淀的产生、颜色的变化、温度、压力、流量、pH的变化等。

(3) 对实验中产生的现象, 应用所学的理论进行分析, 得出结论。如果发现实验现象和理论或预想的不符合, 应认真检查原因, 并细心地重做此实验。必要时, 可以做空白实验或对照实验。

(4) 实验中遇到疑难问题时, 提倡师生间和同学间的讨论, 提高实验效率, 逐步提高解决问题的能力。

(5) 每个学生必须准备一本实验记录本并编上页码。记录时, 文字要简明扼要、书写整齐、字迹清楚如实、详细地把实验现象、数据记录在预习报告所留出的空格或表格内。数据记录要真实、有效、规范。

(6) 实验完毕后, 将记录和实验产品一并交教师审阅并保存实验记录。

1.2.3 实验报告

实验报告是实验的最后一项工作, 是实验的总结, 是一个把感性认识上升到理性认识的重要环节, 也是可以培养学生的分析、归纳能力、总结能力、书写能力的重要环节。

实验报告一般应包括以下内容。

(1) 实验名称, 日期, 当时环境温度, 实验者及班级代号、学号、指导教师姓名。

(2) 实验目的。

(3) 实验原理。实验原理是实验的依据, 要求简明扼要。尽量用化学的语言

表达。

(4) 实验步骤及操作重点。通过简图、表格、化学反应方程式、符号等简洁明了地表示出实验的过程。

(5) 实验结果。表达实验的数据处理及实验结果。根据实验现象、数据进行整理、归纳、计算。

(6) 结果讨论。对实验进行小结,包括对实验的条件与结果的讨论。也可对实验的内容和安排不合理的地方提出自己的意见,实验中的一切现象(包括异常现象)都应进行讨论,提出自己的看法,做到生动、活泼、主动的学习。

1.3 实验报告格式

这里提供的实验报告的格式,是为低年级的学生示范的,高年级的学生可以根据要求在教师的指导下拟定实验报告格式。但总的原则是简洁明了,尽量用化学的语言及符号、图、表等表达清楚。

【例 1.1】“无机制备实验”报告格式

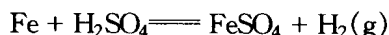
姓名 班级 学号 实验日期

实验指导教师 成绩

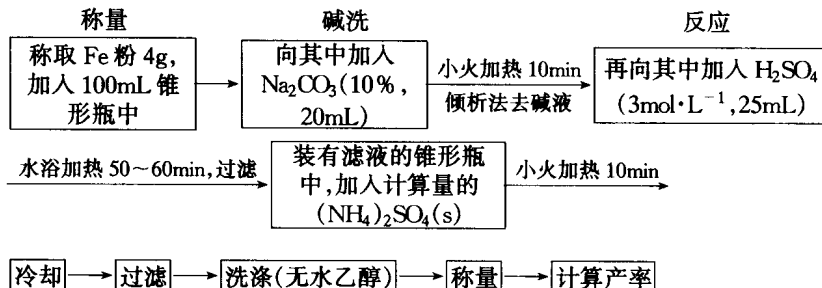
课程名称:实验化学一 实验名称:硫酸亚铁铵的制备

一、实验目的(略)

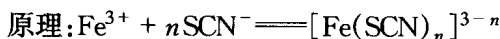
二、实验原理



三、实验步骤



四、Fe³⁺ 的限量分析



方法: 目视比色法。

五、实验结果

理论产率的计算:

产量: 产率:

产品等级:

六、问题与讨论

【例 1.2】“测定实验”报告格式

姓名 班级 学号 实验日期

实验指导教师 成绩

课程名称:实验化学二 实验名称:乙酸电离常数和电离度的测定

一、实验目的(略)

二、实验原理(略)

三、实验内容

1. 实验步骤

HAc 浓度的标定 $\xrightarrow{\text{NaOH 标准溶液}}$ 不同浓度 HAc 的配制 $\rightarrow$ 不同浓度 HAc 的 pH 的测定。

2. 实验数据及处理

(1) HAc 浓度的标定

	I	II	III
NaOH 浓度/(mol·L ⁻¹)	0.1985		
HAc 体积/mL	25.00		
NaOH 体积(终)/mL	25.05	25.02	24.96
NaOH 体积(初)/mL	0.00	0.00	0.00
NaOH 体积/mL	25.05	25.02	24.96
计算公式			
HAc 浓度/(mol·L ⁻¹)			
HAc 平均浓度/(mol·L ⁻¹)			

(2) HAc 溶液的 pH 的测定

编号	V _{HAc} /mL	V _水 /mL	c	lgc	pH	2pH	[H ⁺]	K _{HAc}	α
1	5	100							
2	10	100							
3	15	100							
4	20	100							
5	25	100							

(3) 绘制 2pH-lgc 图(略)

(4) 数据计算

3. 结果讨论

【例 1.3】基本操作实验报告

因基本操作实验内容差别较大,很难有固定的格式。可仿照合成实验报告格式,将“产率计算”改成“数据记录和处理”。

姓名 _____ 班级 _____ 学号 _____ 实验日期 _____

实验指导教师 _____

成绩 _____

课程名称: 实验化学三

实验名称: 溴乙烷的制备

一、实验目的

1. 掌握从醇制备溴代烷的原理和实验技能。
2. 学习蒸馏装置和分液漏斗的使用方法。

二、实验原理

主反应: $\text{NaBr} + \text{H}_2\text{SO}_4 \longrightarrow \text{NaHSO}_4 + \text{HBr}$

$\text{HBr} + \text{C}_2\text{H}_5\text{OH} \rightleftharpoons \text{C}_2\text{H}_5\text{Br} + \text{H}_2\text{O}$

副反应: $2\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} \xrightarrow[140^\circ\text{C}]{\text{H}_2\text{SO}_4} \text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5 + \text{H}_2\text{O}$

$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} \xrightarrow[170^\circ\text{C}]{\text{H}_2\text{SO}_4} \text{CH}_2=\text{CH}_2 + \text{H}_2\text{O}$

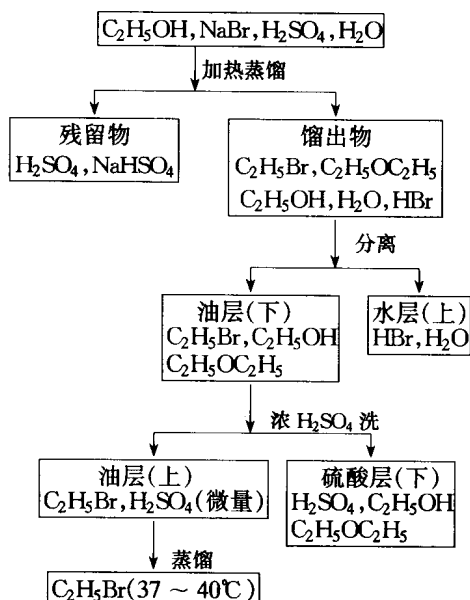
三、主要试剂用量及规格

试剂	规格	用量
95% $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	化学纯	7.6g (10mL, 约 0.17mol)
浓 H_2SO_4	工业品	19mL (约 0.32mol)
NaBr	化学纯	15g (约 0.15mol)

四、主要装置图(略)

五、实验步骤和现象记录

1. 流程图



2. 现象记录

步 骤	现 象	备 注
(1) 在蒸馏瓶中加入 10mL 95% C_2H_5OH 及 9mL H_2O		加少量水可防止反应进行时发生大量泡沫,减少副产物乙醚的生成和避免氢溴酸的挥发
(2) 在不断振摇和冷水冷却下,逐渐加 19mL 浓 H_2SO_4 ,冷却至室温	放 热	
(3) 振摇下,逐渐加 15g 研细的 $NaBr$ 及几粒沸石		
(4) 按图安装好蒸馏装置		
(5) 小火加热,约 0.5h 后逐渐加大火焰	开始加热时有很多泡沫发生,冷凝管中有馏出液,乳白色油状物沉在水底。馏出液由浑浊变成澄清	
(6) 停止加热		
(7) 馏出物用分液漏斗分出油层(下层)	油层(上层)变透明	接收器内放少许冷水并浸于冷水中,接液管的末端刚浸没在接收器的冷水中,瓶中残留物趁热倒出,以免 $NaHSO_4$ 冷后结块不易倒出
(8) 将油层在冰水冷却下,逐滴加入 5mL 浓 H_2SO_4		
(9) 用分液漏斗分去下层 H_2SO_4		
(10) 将溴乙烷倒入蒸馏瓶中,加沸石,改用水浴加热,进行蒸馏		
(11) 收集 37~40℃ 的馏分	接收器外围用冰水冷却 无色液体 接收瓶 53.0g 接收瓶 + C_2H_5Br 64.0g C_2H_5Br 质量为 11g	浓 H_2SO_4 除去乙醚、乙醇、水等杂质
(12) 产物外观,质量		

六、产率计算

产品溴乙烷,无色透明液体,产量 11.0g,溴乙烷的摩尔质量为 $108.9g \cdot mol^{-1}$,其理论产量为 $m = 108.9g \cdot mol^{-1} \times 0.15mol = 16g$,则产率为

$$\text{产率} = \frac{11.0g}{16g} \times 100\% = 68.75\%$$

七、讨论

(1) 硫酸洗涤时发热,表明粗产品中乙醚、乙醇或水分过多。这可能是反应时加热太猛,使副产物增多。另外,也可能由于从水分中分出粗油层时带进了一些水分。

(2) 乙烷沸点很低,硫酸洗涤时发热可使一部分产品挥发损失。

实验指导教师在学生实验中起着重要作用。为此,要求教师要做到坚持预做预备实验。实验课开始前,检查学生的预习情况,传授实验基本知识和实验操作。指导实验时,应坚守工作岗位,及时发现和指出学生的操作错误与不良学风,集中