

高
等
学
校
教
材

大学化学实验

主编 蒋晶洁 康旭珍 徐春祥

(供药学、临床药学、医学检验等专业使用)



高等教育出版社
HIGHER EDUCATION PRESS

高等学校教材

大学化学实验

Daxue Huaxue Shiyan

(供药学、临床药学、医学检验等专业使用)

主编 蒋晶洁 康旭珍 徐春祥



高等教育出版社·北京
HIGHER EDUCATION PRESS BEIJING

内容提要

大学化学是一门注重实践与实验的学科,根据不同专业的教学目标和要求,开设独立的大学化学实验课程,已被越来越多的高等学校所重视。本书是一本注重培养学生思考能力、动手能力和学习能力的实验课教材,书中详细地介绍了大学化学实验的基本操作和常用精密仪器的性能和使用方法,编写了 74 个实验,各校可根据教学需要选用。

本书可供高等医药院校的药学、临床药学、医学检验等专业的本科学生使用,也可供从事大学化学实验教学的教师参考。

图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验/蒋晶洁,康旭珍,徐春祥主编. —北京:高等教育出版社,2011. 1

ISBN 978-7-04-030723-8

I. ① 大… II. ① 蒋… ② 康… ③ 徐… III. ① 化学实验—高等学校—教材 IV. ① O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 215773 号

策划编辑	郭新华	责任编辑	谭燕	封面设计	张志奇
责任绘图	尹莉	版式设计	王莹	责任校对	殷然
责任印制	尤静				

出版发行	高等教育出版社	购书热线	010-58581118
社 址	北京市西城区德外大街 4 号	咨询电话	400-810-0598
邮政编码	100120	网 址	http://www.hep.edu.cn http://www.hep.com.cn
经 销	蓝色畅想图书发行有限公司	网上订购	http://www.landaco.com http://www.landaco.com.cn
印 刷	化学工业出版社印刷厂	畅想教育	http://www.widedu.com
开 本	787×960 1/16	版 次	2011 年 1 月第 1 版
印 张	21.25	印 次	2011 年 1 月第 1 次印刷
字 数	390 000	定 价	29.00 元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

物料号 30723-00

前 言

为了适应 21 世纪我国高等医药教育事业的发展及药学、临床药学和医学检验等专业大学化学实验教学改革的需要,进一步提高高等医药院校药学、临床药学和医学检验专业大学化学实验的教学水平,我们在总结多年实验教学经验的基础上,编写了这本教材。《大学化学实验》可供高等医药院校的药学、临床药学、医学检验等专业的本科学生使用,也可供从事大学化学实验教学的教师参考。

大学化学是一门实践性很强的学科,通过大学化学实验的教学,可以使学生熟练地掌握化学实验的基本操作技能,加深对大学化学基本理论的理解,为药学、临床药学和医学检验等专业的本科学生参加科学研究打下良好基础。

本教材是参编作者在多年大学化学实验教学实践和参考国内外有关实验教材的基础上编写完成的。为了增加学生的实验基础知识,本教材编写了“大学化学实验的基本操作”和“大学化学实验的精密仪器”,比较系统地介绍了大学化学实验中常用器皿和仪器的性能及使用方法。全书共编写了 74 个实验,各校可根据实际情况选取实验内容。

《大学化学实验》由哈尔滨师范大学蒋晶洁教授、晋中学院康旭珍教授和哈尔滨医科大学徐春祥教授主编。参加编写工作的有哈尔滨师范大学蒋晶洁、曲凤玉,沈阳药科大学李铁福,哈尔滨医科大学徐春祥、王英骥、黄静、齐炜、王蕴鹏、宋小丹,哈尔滨医科大学大庆校区李森,大连医科大学刘有训,山西医科大学张爱平,中国医科大学李柏林,重庆医科大学范琦,第三军医大学刘毅敏,福建医科大学戴伯川,北华大学陈彪,中南大学周明达,安徽医科大学顾志红,浙江大学宣贵达,广西医科大学李雪华,第二军医大学李武宏,齐齐哈尔医学院刘亚琴,蚌埠医学院陶兆林,广东药学院陆家政,江苏大学陈敏,昆明医学院章小丽,牡丹江医学院石秀梅、高静,贵阳医学院徐黔江,嘉应学院苑星海,泰山医学院赵福岐,济宁医学院孙勤枢,青岛大学李珊,承德医学院王宏伟。哈尔滨师范大学蒋晶洁教授、曲凤玉教授和晋中学院康旭珍教授预做了全部实验,哈尔滨医科大学齐炜绘制了全部插图。

高等教育出版社郭新华编辑对本教材的编写和出版给予了帮助和指导,责任编辑谭燕对本教材进行了认真细致的编辑加工,提出了许多修改建议,对提高本教材的编写质量起了很大的作用,在此一并表示谢意。

本教材在编写过程中,参考了国内一部分已正式出版的高等学校的教材和

著作,从中借鉴了一些有益的内容,在此对这些教材和著作的编著者表示衷心的感谢。

全书采用了中华人民共和国法定计量单位。

由于编者水平有限,书中难免存在缺点和错误,敬请读者批评指正,以便再版或重印时改正。

编 者

2009 年 12 月

目 录

实验室规则	1
实验室安全守则和意外事故处理办法	2
大学化学实验测定实验报告	4
大学化学实验制备实验报告	5
大学化学实验性质实验报告	6
大学化学实验的基本操作	7
大学化学实验的精密仪器	49
实验 1 氯化钠的提纯	76
实验 2 化学反应速率和活化能的测定	79
实验 3 酸碱解离平衡和沉淀-溶解平衡	84
实验 4 离子交换法净化水	89
实验 5 离子交换法测定 PbI_2 的标准溶度积常数	94
实验 6 氧化还原反应	97
实验 7 配位化合物	102
实验 8 卤素	105
实验 9 氧和硫	108
实验 10 氮和磷	113
实验 11 碱金属和碱土金属	117
实验 12 铬和锰	121
实验 13 铁、钴和镍	125
实验 14 铜和银	131
实验 15 锌、镉和汞	136
实验 16 常见阳离子和阴离子的鉴定	141
实验 17 硫代硫酸钠的制备	148
实验 18 硫酸亚铁铵的制备	150
实验 19 吸光光度法测定 $[\text{Ti}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ 的分裂能	153
实验 20 三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备及组成的测定	155
实验 21 磺基水杨酸合铜(Ⅱ)的组成和标准稳定常数的测定	158
实验 22 苯甲酸的提纯与熔点的测定	161

实验 23	工业乙醇的蒸馏及乙醇沸点的测定	164
实验 24	乙醇-丙酮混合溶液的分馏	166
实验 25	从茴香籽中提取茴香油	168
实验 26	从茶叶中提取咖啡因	170
实验 27	薄层色谱法鉴定去痛片中的非那西汀和咖啡因	172
实验 28	柱色谱法分离有机颜料	175
实验 29	纸色谱法鉴定氨基酸	177
实验 30	1-溴丁烷的制备	179
实验 31	2-甲基-2-己醇的制备	181
实验 32	丁醚的制备	184
实验 33	苯乙酮的制备	187
实验 34	乙酸乙酯的制备	189
实验 35	阿司匹林的制备	191
实验 36	乙酰苯胺的制备	193
实验 37	甲基橙的制备	195
实验 38	有机化合物的元素定性分析	197
实验 39	有机化合物的鉴定	200
实验 40	电子天平称量练习	207
实验 41	酸碱标准溶液的配制及标定	209
实验 42	测定药用乙酸溶液的质量浓度	212
实验 43	测定混合碱中碳酸钠和碳酸氢钠的质量分数	214
实验 44	测定阿司匹林片剂中阿司匹林的质量分数	216
实验 45	乙酸的解离度和标准解离常数的测定	218
实验 46	测定生理盐水的质量浓度	221
实验 47	KMnO ₄ 标准溶液的配制及标定	223
实验 48	过氧化氢溶液的质量浓度的测定	225
实验 49	水样中化学需氧量的测定	227
实验 50	葡萄糖酸钙注射液的质量浓度的测定	229
实验 51	I ₂ 和 Na ₂ S ₂ O ₃ 标准溶液的配制及标定	231
实验 52	葡萄糖注射液的质量浓度的测定	234
实验 53	维生素 C 注射液的质量浓度的测定	236
实验 54	EDTA 标准溶液的配制及标定	238
实验 55	葡萄糖酸锌片中葡萄糖酸锌的质量分数的测定	241
实验 56	自来水中 Ca ²⁺ 、Mg ²⁺ 质量浓度的测定	243

实验 57	邻二氮菲吸光光度法测定铁	245
实验 58	紫外吸光光度法测定维生素 B ₁₂ 注射液的质量浓度	248
实验 59	双波长紫外吸光光度法测定复方磺胺甲噁唑片剂的有效成分	250
实验 60	分子荧光分析法测定维生素 B ₂ 注射液的质量浓度	255
实验 61	红外光谱仪的性能检查及阿司匹林红外吸收光谱的测绘	257
实验 62	原子吸收光谱法测定葡萄糖酸钙口服液中钙的质量浓度	260
实验 63	气相色谱法测定维生素 E 注射液的质量浓度	263
实验 64	高效液相色谱法测定对乙酰氨基酚滴剂的质量浓度	267
实验 65	萘的摩尔燃烧焓的测定	270
实验 66	摩尔中和焓的测定	276
实验 67	凝固点降低法测定萘的摩尔质量	280
实验 68	异丙醇-环己烷双液系相图的绘制	284
实验 69	电导法测定 PbSO ₄ 的标准溶度积常数	288
实验 70	电极制备及原电池电动势的测定	292
实验 71	旋光法测定蔗糖水解的反应速率常数	296
实验 72	电导法测定乙酸乙酯皂化的反应速率常数	300
实验 73	吸光光度法测定丙酮碘化的反应速率常数和活化能	304
实验 74	Fe(OH) ₃ 溶胶的制备及电泳	309
附录 1	常见阳离子的主要鉴定反应	312
附录 2	常见阴离子的主要鉴定反应	315
附录 3	常见离子的颜色	317
附录 4	常见化合物的颜色	318
附录 5	常用酸碱指示剂	321
附录 6	实验室常用酸、碱溶液的组成	322
附录 7	某些常用试剂的配制	323
附录 8	常见化合物的摩尔质量	325
参考文献		329

实验室规则

(1) 不得无故缺课,因故未做的实验应该及时补做,否则实验课成绩为不及格。

(2) 实验前一定要进行预习,检查仪器和药品是否齐全。

(3) 实验时要遵守纪律,保持肃静,不准大声喧哗,不得到处走动,要认真操作,仔细观察实验现象,如实记录所观察到的现象。

(4) 遵守试剂取用规则,注意节约药品。爱护实验设备,精心使用仪器,注意节约水、电。

(5) 使用精密仪器时,应严格按照操作规则进行操作,要小心谨慎。如果发现仪器出现故障,应立即停止使用,并及时报告指导教师。

(6) 认真执行仪器设备的损坏赔偿制度,仪器设备如有损坏,应及时登记、补领,并按照规定赔偿。

(7) 注意实验室的整洁卫生,废纸、火柴杆及各种废液等应放入废液缸或其他回收容器内,严禁投入或倒入水槽内,以防堵塞或腐蚀水槽及下水管道。

(8) 实验结束后,应将所用仪器洗净并放回原处,整理好药品,擦净实验台面,清理水槽和周围地面,最后关好自来水开关,拉下电闸。指导教师检查合格后才能离开实验室。

(9) 每次实验后由学生轮流值日,负责打扫和整理实验室,并检查自来水开关、煤气开关、门、窗是否关好,电闸是否拉下。经指导教师检查合格后方可离开。

(10) 根据原始数据记录,认真写好实验报告,按时交给指导教师。

实验室安全守则和意外事故处理办法

一、安全守则

(1) 为了防止损坏衣物、伤害身体,实验时必须穿长袖实验服,不得穿拖鞋进入实验室。

(2) 一切有毒或有刺激性的气体的实验操作都应在通风橱内进行。

(3) 一切易燃、易爆的实验操作都要在远离明火处进行,并严格按照操作规则进行操作。

(4) 绝对不允许随意混合各种化学药品,以免发生意外事故。

(5) 浓酸、浓碱具有很强的腐蚀性,切勿溅在皮肤或衣服上,更应注意保护眼睛。稀释浓硫酸时,应将浓硫酸缓慢地倒入水中,并不断搅拌,绝不能相反操作,以免进溅而发生危险。

(6) 有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、汞化合物、砷化合物等,特别是氰化物)不能进入口中或接触伤口,剩余的废液要回收,不能随便倒入下水道。

(7) 加热试管时,不要将试管口对着自己或别人,更不能俯视正在加热的液体,以免液体溅出而烫伤。

(8) 嗅闻气体时,应用手轻拂气体,扇向自己后再嗅。

(9) 严禁在实验室内饮食和吸烟,或将餐具带进实验室。实验完毕,必须洗净双手。

(10) 如果发生意外事故,应保持镇静,不要惊慌失措。如有烧伤、烫伤、割伤,应立即报告指导教师,及时进行救治。

二、意外事故处理办法

(1) 若遇乙醇、苯或乙醚等有机溶剂着火时,应立即用湿布或沙土等扑灭。若遇电气设备着火,必须先切断电源,再用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器灭火。

(2) 遇有烫伤事故,可用高锰酸钾溶液或苦味酸溶液清洗烫伤处,再涂上凡士林或烫伤膏。

(3) 若眼睛或皮肤上溅有强酸或强碱,应立即用大量水冲洗,然后相应地用碳酸氢钠或硼酸溶液冲洗。

(4) 若吸入氯气、氯化氢等气体,可立即吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气以解毒;若吸入硫化氢气体而感到不适或头晕时,应立即到室外呼吸新鲜空气。

(5) 被玻璃割伤时,如果伤口内有玻璃碎片,应先挑出,然后涂上红药水并包扎。

(6) 遇有触电事故,应立即切断电源,必要时进行人工呼吸。

(7) 对伤势较重者,应立即送往医院救治。

大学化学实验测定实验报告

实验名称：_____ 室温：_____ 气压：_____
姓名_____ 年级_____ 组_____ 实验室_____ 指导教师_____ 日期_____

一、实验目的

二、实验原理(简述)

三、实验装置图

四、数据记录 and 结果处理

五、问题和讨论

附注

指导教师签名_____

大学化学实验制备实验报告

实验名称：_____ 室温：_____ 气压：_____
姓名 _____ 年级 _____ 组 _____ 实验室 _____ 指导教师 _____ 日期 _____

一、实验目的

二、实验原理(简述)

三、装置图

四、简单流程及主要现象和反应式

五、实验结果

产品外观：_____

产量：_____

产率：_____

六、问题和讨论

附注

指导教师签名 _____

大学化学实验性质实验报告

实验名称：_____ 室温：_____ 气压：_____
姓名_____ 年级_____ 组_____ 实验室_____ 指导教师_____ 日期_____

一、实验目的

二、实验内容

实验步骤	实验现象	解释和反应式

三、实验结论

四、讨论

附注

指导教师签名_____

大学化学实验的基本操作

一、常用玻璃仪器的洗涤和干燥

(一) 玻璃仪器的洗涤

为了使实验得到正确的结果,实验所用的仪器必须是洁净的。洗涤玻璃仪器的方法很多,应根据污垢的性质选用适当的洗涤方法。一般说来,附着在仪器上的污垢既有可溶性物质,也有尘土和其他不溶性物质,还有油污和有机化合物。常用玻璃仪器的洗涤方法有:

(1) 冲洗法 可溶性污垢可用水冲洗,这主要是利用水把可溶性污垢溶解而除去。为了加速污垢的溶解,冲洗时应不断振荡仪器。

(2) 刷洗法 玻璃仪器的内壁附着不易冲洗掉的污垢时,可用毛刷刷洗,利用毛刷对器壁的摩擦将污垢除去。

(3) 药物洗涤法 对于用刷洗法刷洗不掉的不溶性污垢,要用洗涤剂或药剂洗涤。最常用的是用毛刷蘸取肥皂液或合成洗涤剂来刷洗,主要是除去油污或一些有机化合物污垢。用肥皂液或合成洗涤剂等仍刷洗不掉的污垢,或者因仪器口小、管细而不使用毛刷刷洗,可用铬酸洗液洗涤。用铬酸洗液洗涤时,可往仪器内注入少量洗液,使仪器倾斜并慢慢转动,让仪器内壁全部被洗液润湿,转动仪器使洗液在内壁流动,经流动几圈后,把洗液倒回原瓶内。对沾污严重的仪器可用洗液浸泡一段时间,或者用热洗液洗涤,效果更好。倾出洗液后,再用自来水把仪器壁上残留的洗液洗去。决不允许将毛刷放入洗液中!能用其他洗涤方法洗干净的仪器,就不要用铬酸洗液洗,因为铬酸洗液有毒,排入下水道后会对环境造成严重污染。铬酸洗液的吸水性很强,应随时把装洗液的瓶子盖严,以防洗液吸水而降低去污能力。铬酸洗液可以反复使用,当洗液的颜色转变为绿色时,就失去了去污能力,不能继续使用。

洗涤后的玻璃仪器是否洗净,可加入少量水振荡一下,然后将水倒出,并将仪器倒置。如果玻璃仪器透明,器壁不挂水珠,说明仪器已洗净;如果仪器透明度不好或器壁挂有水珠,则说明仪器未洗净。

未洗净的玻璃仪器必须重新洗涤,直到洗净为止。洗净的玻璃仪器再用少量清水涮洗数次,必要时还要用少量蒸馏水或去离子水涮洗三遍。

凡是已经洗净的玻璃仪器,决不能再布或纸去擦拭仪器内壁。否则,布或

纸的纤维会留在器壁上,沾污仪器。

(二) 玻璃仪器的干燥

(1) 晾干法 晾干法是利用仪器上残存水分的自然挥发而使仪器干燥。通常是将洗涤后的玻璃仪器倒置在干净的搪瓷盘中,对于倒置不稳的仪器应倒插在仪器柜里的格栅板中,或插在实验室的干燥板上,干燥板应挂在空气流通、无灰尘的墙壁上。

(2) 烤干法 烤干法是利用加热使水分迅速蒸发而使仪器干燥。烤干法常用于干燥可加热或耐高温的玻璃仪器,如试管、烧杯、锥形瓶等。在加热前要先将玻璃仪器外壁擦干,烧杯和锥形瓶可置于石棉网上用小火烤干;试管则可以直接用火烤干,将试管口向下倾斜,以免水珠倒流炸裂试管,加热时火焰不要集中在一个部位,应从底部开始,缓慢移至管口,如此反复烘烤到不见水珠后,再把管口朝上,把水蒸气赶净。

(3) 快干法 快干法一般只在实验中临时使用。将玻璃仪器洗净后倒置稍控干,注入少量(3~5 mL)能与水互溶且挥发性较大的有机溶剂(如无水乙醇、丙酮或乙醚等),将玻璃仪器转动使溶剂在内壁流动,待内壁全部润湿后倾出有机溶剂(应回收),擦干仪器外壁,再用电吹风机迅速将仪器内壁残留的挥发性物质赶走,达到快干的目的。

(4) 烘干法 当干燥比较多的玻璃仪器时,通常使用电烘箱。将洗净的仪器倒置稍控干后,放在电烘箱内的隔板上,关好电烘箱门,将电烘箱内温度控制在约 105 °C,恒温加热约 30 min 即可。

二、化学试剂的取用

根据试剂中杂质的含量,我国生产的化学试剂基本上可以分为四级,其规格和适用范围如表 1 所示。

表 1 试剂规格和适用范围

等级	名 称	符 号	标签颜色	适 用 范 围
一级	优级纯	GR	绿色	精密的分析研究
二级	分析纯	AR	红色	精密的定性定量分析
三级	化学纯	CP	蓝色	一般定性及化学制备
四级	实验试剂	LR	棕色或黄色	一般的化学实验

可以根据实验的要求,选用不同等级的试剂。在一般化学实验中,化学纯等级的试剂足以满足实验要求。

化学试剂在实验准备室分装时,常把固体试剂装在易于拿取的广口瓶中,液体试剂或配制的溶液则装在易于倒取的细口瓶或带有滴管的滴瓶中。见光易分解的试剂,应盛放在棕色瓶内。每一个试剂瓶上都应贴有标签,上面写明试剂的

名称、浓度(溶液)和日期,并在标签上涂一薄层石蜡。

取用试剂前应看清标签,取用时先打开瓶塞,将瓶塞倒放在实验台上。如果瓶塞顶不是扁平的,可用食指和中指将瓶塞夹住或放在清洁的表面皿上,绝不能将它横放在实验台面上。不能用手接触化学试剂,用完试剂后,一定要把瓶塞盖严,绝不允许将瓶塞“张冠李戴”。然后把试剂瓶放回原处,以保持实验台整齐干净。

(一) 固体试剂的取用

(1) 要用清洁、干燥的药匙取用固体试剂。药匙的两端为大、小两个匙,分别用于取较多的固体试剂和少量固体试剂。用过的药匙洗净晾干后,存放在干净的器皿中。

(2) 注意不要多取,多取的试剂不能倒回原试剂瓶,可放在指定的容器中以供他用。

(3) 称取一定质量的固体试剂时,应把固体试剂放在称量纸上称量。具有腐蚀性或易潮解的固体试剂必须放在表面皿或玻璃容器内称量。

(4) 往试管(特别是湿试管)中加粉末状固体试剂时,可用药匙取,或将取出的试剂放在对折的纸条上,平放伸进试管中约 $2/3$ 处,然后直立试管,再把固体试剂放下去。

(5) 往试管中加入块状固体试剂时,应将试管倾斜,使试剂沿管壁缓慢滑下,不能垂直悬空投入,以免击破管底。

(6) 固体试剂的颗粒较大时,可在清洁干燥的研钵中研碎,然后取用。

(7) 有毒的固体试剂要在教师指导下取用。

(二) 液体试剂的取用

从试剂瓶取用液体试剂时要用倾注法,先将瓶塞倒放在实验台面上,把试剂瓶上贴有标签的一面握在手心中,逐渐倾斜试剂瓶,让试剂沿着洁净的试管壁流入试管,或沿着洁净的玻璃棒注入烧杯中。取出所需量的液体试剂后,应将试剂瓶口在容器或玻璃棒上靠一下,再逐渐竖起试剂瓶,以免残留在瓶口的液滴流到试剂瓶的外壁。

从滴瓶中取少量液体试剂时,应先提起滴管,使滴管口离开液面,用手指紧捏滴管上部的橡胶头,以赶出滴管中的空气,然后把滴管伸入试剂中,放松手指吸入试剂,再提起滴管,垂直地放在试管口或烧杯的上方将液体试剂逐滴滴入。

使用滴瓶时要注意以下几点:

(1) 滴加试剂时禁止将滴管伸入试管中。

(2) 滴瓶上的滴管只能专用,不能放错,使用后应立即将滴管插回到原来的滴瓶中。不得将滴管乱放,以免沾污。