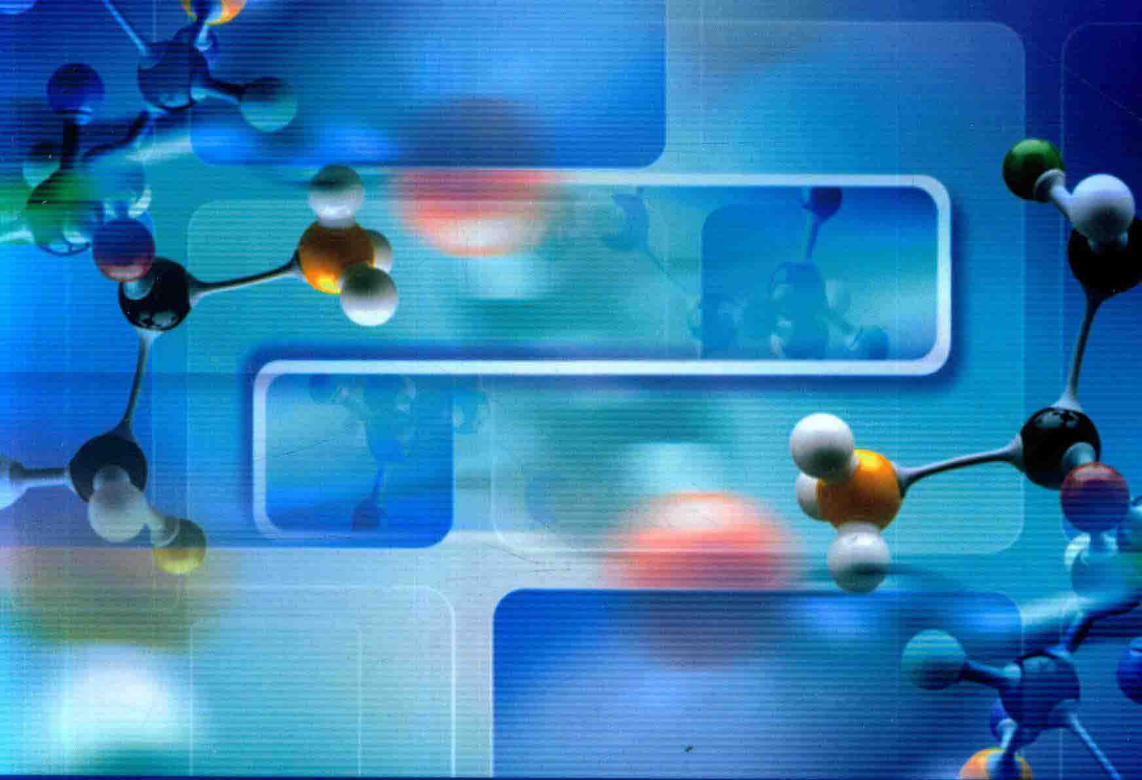




大学化学实验

CHEMISTRY EXPERIMENT

包新华 程知萱 李明星 段智明
主 编



科学出版社

大学化学实验

包新华 程知萱 李明星 段智明 主编

科学出版社

北京

内 容 简 介

本书是上海大学近年来教学改革成果,主要内容包括三部分:第一部分为第一至三章,介绍大学化学实验的学习要求、基本知识及基本操作和技术;第二部分为第四章实验部分,主要包括基本技能训练、浓度测定、无机化合物的制备与提纯以及表征、化学特征常数的测定等;第三部分为附录,包括化学实验中的常用数据及危险化学品名录。

本书内容基础、广泛,可作为理工类本科生的化学通识教育,也可作为基础化学实验课程教材。

图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验 / 包新华等主编. —北京: 科学出版社, 2017.6

ISBN 978-7-03-053363-0

I. ①大… II. ①包… III. ①化学实验—高等学校—教材 IV. ①06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2017)第 132897 号

责任编辑: 王艳丽

责任印制: 谭宏宇 / 封面设计: 殷 靓

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>

南京展望文化发展有限公司排版

苏州越洋印刷有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2017 年 6 月第 一 版 开本: B5(720×1000)

2017 年 6 月第一次印刷 印张: 5 3/4

字数: 100 000

定价: 24.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

■ 前 言

化学是一门既古老又现代的学科,在推动人类文明的过程中起到了关键作用。人类文明进入 21 世纪,随着科学技术的进步,许多与化学密切相关的学科和高科技领域迅速发展,如材料、环境、生命、能源、信息等领域。化学作为一门中心学科,越来越广泛地与其他学科相互交叉与渗透。因此,高等院校理工类学生掌握一些化学的思维、方法和能力是非常必要的。

21 世纪高等教育的主流已经转向人才综合素质和创新能力的培养。从创新能力培养的角度看,实践教学的重要性日益凸显。实验教学是实践教学的重要环节,对创造性思维和创新能力的培养起着重要作用。

上海大学自 2011 年实行大类招生,本科一年级学生不分专业实施教学,二年级开始专业分流。2016 年起,对本科一年级新生开设的大学化学和大学化学实验课程分别设置 20 课时。大学化学实验实施的教学计划是每周 2 课时,每学期 10 周。国内现有的教材和实验教学内容已不能适应这一改革要求,为适应上海大学基础化学实验教学改革的需要,作者在包新华主编的《无机化学实验》(科学出版社)和李明星主编的《工程化学实验》(科学出版社)基础上,重新编写本教材中的实验以适应 20 实验课时的教学需求。

化学是一门启发性很强、主动性要求很高的实验科学。大学化学实验是大学化学教学体系的重要组成部分。将大学化学实验课程与大学化学理论课程的教学改革有机地结合起来,利用有限的实验课时,提高学生在实验中应用化学知识的能力显得尤为重要。本教材结合大学化学教学内容,选择了包括热力学、动力学、化学平衡等教学内容的 10 个实验项目。通过实验不仅能让学生更好地掌握理论课所学的知识,还能培养学生基础化学实验操作技能,养

成良好的实验习惯和尊重科学、实事求是的科学素养,为后续实验课打下基础。

本教材由包新华、程知萱、李明星、段智明主编,参编人员有冯利、安保礼和陈杰老师,李明星教授负责审阅,冯利老师负责实验验证,最后由包新华统稿定稿。感谢上海大学基础化学实验中心的大力配合和支持。

由于编者的水平有限,不足或疏漏之处在所难免,恳请使用本教材的老师 and 同学们给予批评指正。

编 者

2017 年 5 月

■ 目 录

前言

第一章 大学化学实验学习要求	001
第一节 大学化学实验的目的	001
第二节 化学实验守则	001
第三节 大学化学实验的基本要求和学习方法	002
第四节 化学实验安全教育	006
第二章 大学化学实验基本知识	008
第一节 常用器皿与仪器	008
第二节 化学实验室用水知识	013
第三节 实验结果的表示	014
第三章 大学化学实验基本操作和技术	018
第一节 玻璃仪器的洗涤	018
第二节 加热与冷却	019
第三节 量器及其使用	021
第四节 称量仪器的使用	025
第五节 固、液分离与结晶	028
第六节 常用仪器的测试原理及使用注意事项	031
第四章 实验部分	038
实验一 实验基本技能训练	038
实验二 氯化铵生成焓的测定	039

实验三	化学反应速率、速率常数的测定	
	—— $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 与 I^- 的氧化还原反应	042
实验四	醋酸解离平衡常数和解离度的测定(pH 电位法)	046
实验五	Fe^{3+} 与磺基水杨酸配合物的组成和标准稳定常数的测定	
	(分光光度法)	048
实验六	氢氧化钠溶液浓度的测定	053
实验七	氧化还原与电化学(一)	055
实验八	氧化还原与电化学(二)	058
实验九	五水硫酸铜制备和提纯	061
拓展实验	五水硫酸铜的热重分析	063
实验十	苯甲酸的重结晶和红外光谱测定	066
主要参考文献		069
附 录		070
附录 1	一些常见弱酸、弱碱的标准解离常数(298.15 K)	070
附录 2	水溶液中的标准电极电势(298 K)	071
附录 3	一些物质的溶度积 $K_{\text{sp}}^\ominus$ (298 K)	074
附录 4	一些常见配离子的稳定常数 $K_{\text{稳}}^\ominus$	075
附录 5	一些物质的热力学函数值(298.15 K)	076
附录 6	不同温度下一些常见无机化合物的溶解度	079
附录 7	危险化学品名录(部分)	083
附录 8	国际原子量表	085

第一章

大学化学实验学习要求



第一节 大学化学实验的目的

化学是建立在实验基础上的科学。任何化学上的发现、发明几乎都离不开实验,化学的理论、学说、定律都来源于实验并且不断地经受实践的检验。大学化学实验,目的是使学生巩固和加强课堂所学的基础理论知识,培养学生的实验操作技能、实事求是的科学态度,提高学生的科学素养,更重要的是培养学生的创新思维和创新实践能力。

第二节 化学实验守则

(1) 每次开始实验前,应按实验需要清点教师所发的实验仪器。如发现仪器破损或缺少仪器,应立即报告教师,补齐实验仪器。实验时如有损坏,按学校仪器赔偿制度进行处理。未经教师同意,不得动用实验规定外的药品和仪器。

(2) 实验时应集中注意力,认真操作,仔细观察,如实记录,积极思考。

(3) 实验时应随时保持实验室和实验台面清洁整齐。

(4) 各种含有强腐蚀性或有害重金属离子的废液应倒入废液缸或其他规定的回收容器内,严禁倒入水槽。废纸屑、金属屑等固体废物应投入指定的回收容器中。

(5) 使用药品和试剂应注意下列几点:① 药品应按规定取用;② 药品自药瓶中取出后,不应倒回原药瓶中,以免带入杂质而引起瓶中药品变质;③ 试剂瓶使用后,应立即盖上盖子,并放回原处,以免误盖其他瓶盖而混入杂质;④ 各种公用的试剂和物品都放在指定的位置,使用后要及时物归原处。

(6) 使用精密仪器时,要细心谨慎。如发现仪器出现故障,要停止使用,及时

报告指导教师,由教师处理,以避免仪器损坏。

(7) 实验结束后,应将玻璃仪器洗刷干净,放回原处,整理好药品及自己的实验台面。实验室的一切物品(仪器或药品等)均不得带离实验室。

(8) 原始记录经指导教师确认签字后,方可离开实验室。

(9) 值日生打扫实验室时,应检查自来水开关、电器开关及煤气开关是否关紧。经教师同意后才能离开实验室。

(10) 认真书写实验报告,并将原始记录连同实验报告一起,准时交给指导教师。

第三节 大学化学实验的基本要求和学习方法

学生在学习大学化学实验时,不仅需要有良好的学习态度,还需要有正确的学习方法。现将学习方法归纳为如下几方面。

1. 预习和预习报告

学生进入实验室前,必须对实验内容进行预习,预习应包括以下几部分内容:

(1) 认真阅读实验教材,明确实验目的,了解实验原理,熟悉实验内容、主要操作步骤及数据的处理方法,了解仪器的基本操作。

(2) 查阅大学化学理论课和参考资料的相关内容,进一步理解实验原理,搞清实验的关键步骤。

(3) 查阅化学品安全技术说明书(MSDS),了解实验中所用到的药品和试剂的物理化学性质(如 pH、闪点、燃点和反应活性等),以及它们的毒性、环境危害及对使用者健康可能产生的危害(如致癌性和致畸性等),提高化学品使用的安全意识。

(4) 认真书写实验预习报告,写出实验目的、原理(简单扼要)、实验步骤。实验步骤部分要留出空间以便记录实验现象和数据。

(5) 通过预习,应做到对实验内容和实验步骤心中有数,保证实验顺利进行。

2. 实验

实验操作开始前,认真听取教师的讲解,结合自己的预习情况,及时提出问题,寻求教师和同学的帮助。

学生按拟定的实验步骤独立操作,仔细观察实验现象,认真测定数据,当场记录实验现象和数据。原始数据不得涂改,如记录错误可在原始数据上作出记号,再在旁边写上正确的实验数据。

实验中要勤于思考,碰到疑难问题或对实验现象有怀疑,可与教师讨论,获得指导。

实验中还应注意动手能力的培养,对正确的实验操作应该多加练习,努力提高自己的实验技能。

如果实验失败或遇到实验中的异常现象和结果,应尊重实验事实,仔细分析原因,经教师同意,可重做实验或做空白实验加以验证。努力提高自己的科学思维能力。

3. 实验报告

结束实验操作仅是完成实验的一半,接下来更为重要的是分析实验现象,整理实验数据,把直接的感性认识提高到理性思维。因此,要求学生认真、独立完成实验报告。

实验报告要求写出实验目的、简要的原理、主要仪器和试剂、简明的实验步骤;根据原始记录写出实验现象、测定数据等;写出实验结果和讨论,包括对实验现象、所测数据或产品产量进行分析、解释和获得结论;进行原始数据的处理、误差分析和实验讨论。特别鼓励学生对实验现象以及出现的问题进行讨论,提出自己的见解,或对实验提出改进的意见或建议。

大学化学实验大致可分为物质化学性质和常数的定性和定量测定、化合物性质检验和鉴定以及化合物制备三大类。实验报告要按一定格式书写,叙述要简明扼要,实验记录、数据处理要使用表格形式,作图要准确清楚。

知识链接

各种类型的实验报告样式

1. 制备实验报告

实验名称:五水硫酸铜制备

一、实验目的

1. 学习由粗氧化铜为原料制备五水硫酸铜的原理和方法。
2. 学习加热、溶解、过滤、蒸发、结晶等无机化合物制备的基本操作。

二、实验原理(简单扼要)

本实验制备反应为:



三、主要仪器和试剂

仪器、用品:电子台秤,天然气灯,烧杯,布氏漏斗,吸滤瓶。

试剂、材料: CuO(s) , $\text{H}_2\text{SO}_4(3\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1})$ 。

四、实验内容

4 g 粗 CuO ,加 20 mL $3\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$,中火、搅拌、微沸 3 min,氧化铜粉溶解。加入 10 mL 去离子水,微沸 10 min,控制溶液体积在 25 mL 左右。趁热抽滤,滤液转入蒸发皿,水蒸气浴蒸发浓缩至出现晶膜。冷却、结晶、抽滤、称量。

五、实验结果

产品外观(形状、颜色、颗粒大小): 蓝色、粒径约 2 mm 菱形晶体

产量: 8.6 g

理论产量: 12.5 g

$$\text{产率} = \frac{8.6}{12.5} \times 100\% = 68.8\%$$

六、讨论

对产率和操作中遇到的问题进行讨论。

2. 常数测定实验报告

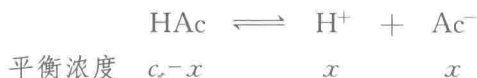
实验名称: 醋酸解离度和解离平衡常数的测定

一、实验目的

1. 学习测定醋酸解离度和解离平衡常数的方法。
2. 掌握用移液管和容量瓶配制一定浓度的溶液的方法。
3. 掌握 pH 计的使用。

二、实验原理(简单扼要)

醋酸在水溶液中存在下列解离平衡:



解离平衡常数为

$$K_{\text{HAc}}^{\circ} = \frac{[\text{H}^+] \cdot [\text{Ac}^-]}{[\text{HAc}]} = \frac{x^2}{c-x} \quad (1-1)$$

解离度

$$\alpha = \frac{[\text{H}^+]}{c} = \frac{x}{c} \quad (1-2)$$

根据所测醋酸的 pH, 可计算 K_{HAc}° 和解离度 α 。

三、主要仪器和试剂

仪器、用品: pH 计, 50 mL 容量瓶, 移液管, 50 mL 烧杯。

试剂、材料: $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HAc 标准溶液。

四、实验内容

(1) 用移液管移取 25 mL、10 mL HAc 标准溶液分别放入两个 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。然后倒入编号的小烧杯中, 供测定 pH 之用。

(2) 用 pH 计由稀到浓分别测定 1~3 号 HAc 溶液的 pH, 记录数据。

五、数据处理(可如下列表表示)

编号	HAc 原始体积	HAc 浓度/(mol · L ⁻¹)	pH	[H ⁺]	K _{HAc} [⊖]	α
1	5 mL	0.011 07	3.34	4.57×10 ⁻⁴	1.97×10 ⁻⁵	4.1%
2	25 mL	0.055 35	3.00	1.00×10 ⁻³	1.84×10 ⁻⁵	1.8%
3	原溶液	0.110 7	2.85	1.41×10 ⁻³	1.83×10 ⁻⁵	1.3%

测定温度 24 ℃, 解离平衡常数的平均值 $K_{\text{平均}}^{\ominus}$ 1.88×10⁻⁵。

相对偏差和相对误差计算。

六、讨论(略)

3. 性质实验报告

实验名称: 氧化还原反应与电化学

一、实验目的(略)

二、实验原理(略)

三、主要仪器和试剂

仪器、用品: 试管、试管架。

试剂、材料: H₂SO₄(3.0 mol · L⁻¹), NaOH(6.0 mol · L⁻¹), KBr(0.1 mol · L⁻¹)。

四、实验内容、实验现象及解释(如下表所示)

实验序号	实 验 方 法	实验现象	现象解释
1(1)	3 滴 0.5 mol · L ⁻¹ KBr+3 滴 0.1 mol · L ⁻¹ FeCl ₃ +5 滴 CCl ₄	CCl ₄ 层不变色	Fe ³⁺ 不能氧化 Br ⁻
	3 滴 0.5 mol · L ⁻¹ KI+3 滴 0.1 mol · L ⁻¹ FeCl ₃ +5 滴 CCl ₄	CCl ₄ 层变紫红色	2I ⁻ +2Fe ³⁺ ====I ₂ +2Fe ²⁺
1(2)	1 滴溴水+3 滴 0.1 mol · L ⁻¹ FeSO ₄ +5 滴 CCl ₄	CCl ₄ 层由橙色到无色	Br ₂ + 2Fe ²⁺ ====2Br ⁻ +2Fe ³⁺
	1 滴碘水+3 滴 0.5 mol · L ⁻¹ FeSO ₄ +5 滴 CCl ₄	CCl ₄ 层保持紫红色	I ₂ 不能氧化 Fe ²⁺
...	...	...	...

说明: 对于性质实验, 最好用表格的方式给出实验方法、实验现象, 并用反应方程式或文字给出解释。

五、讨论(略)

第四节 化学实验安全教育

一、化学实验室简介

化学实验室是进行化学实验和科学探究的场所,有符合实验室安全规范的设计和布局,通常配备通风橱、药品柜和实验台等设施,并对水电气等管路的布置有一定要求。首次进入并使用实验室时,需要严格遵守化学实验室安全准则,并了解实验室的安全出口和水电气使用方法等,以及清楚洗眼器、喷淋装置、灭火细沙、灭火器等的位置,提高化学实验室的安全意识。

二、大学化学实验室中的安全操作和事故处理

有很多化学药品是易燃、易爆、有腐蚀性和有毒的,所以在化学实验室工作时,首先必须在思想上十分重视安全问题,决不能麻痹大意。其次,在实验前应充分了解本实验中的安全注意事项,在实验过程中应集中注意力,并严格遵守操作规程,避免事故的发生。若因意外而发生事故,应立即紧急处置。

1. 安全守则

(1) 实验室内禁止饮、食。实验室内试剂、药品禁止入口。

(2) 一切易燃、易爆物质的实验操作都要在远离明火的地方进行,并严格按照操作规程进行。

(3) 有毒、有刺激性的气体的操作都要在通风橱内进行。有时需要借助嗅觉判别少量气体时,绝不能将鼻子直接对着瓶口或管口,而应当用手将少量气体轻轻扇向鼻孔。

(4) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,使用时应避免溅在皮肤或衣服上,更应注意保护眼睛。

(5) 不了解化学药品性质时,不可将药品任意混合,以免发生意外事故。

(6) 加热、浓缩液体时,不能俯视加热的液体。试管加热时,试管口不能对着自己或他人。浓缩溶液时,特别是有晶体出现后,不能离开,要不停地搅拌,以防暴沸。尽可能戴上防护眼镜。

(7) 剩余的固体、强腐蚀废液及有毒物质不许倒入下水道,可回收后集中处理。

(8) 玻璃碎片要及时收回并放在指定的回收容器内。

(9) 水、电、煤气使用完毕应立即关闭。

(10) 每次实验结束后,应将手洗净才可离开实验室。

2. 意外事故的紧急处理

实验过程中,如发生意外事故,可采取如下救护措施:

(1) 玻璃割伤,伤口内若有玻璃碎片,须先挑出,然后涂上红药水并用消毒纱布进行包扎。

(2) 烫伤应及时在烫伤处抹上烫伤膏或万花油,切勿用水冲洗。

(3) 酸(或碱)溅入眼内立刻用洗眼器冲洗,然后用饱和碳酸氢钠溶液(或硼酸溶液)冲洗,最后再用净水冲洗。

(4) 吸入刺激性或有毒气体(如吸入氯化氢气体)时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气以解毒。吸入硫化氢气体而感到不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气。

(5) 发生触电要立即切断电源,在必要时进行人工呼吸。

(6) 如不慎起火,要立即灭火,采取措施防止火势蔓延(如切断电源、移走易燃药品等)。要根据起火原因选用合适的灭火方法。一般的小火可用湿布、石棉布或沙子覆盖燃烧物;火势大时可使用泡沫灭火器。电器设备所引起的火灾,要使用四氯化碳灭火器灭火,不能使用泡沫灭火器,以免触电。实验人员衣服着火时,切勿惊慌乱跑,要赶快脱下衣服,或用石棉布覆盖着火处,或就地卧倒打滚。

三、实验产生的废气、废液的处理

1. 废气

实验产生的废气通常通过通风管道排放到室外,但含有氮、硫或磷等元素的酸性氧化物气体,需用碱液吸收处理后,才可通过通风系统排出。

2. 废液

可根据废液化学特性选择合适的容器和存放地点,密闭存放;防止挥发性气体逸出而污染环境;储存时间不宜太长,储存数量也不宜太多;废液存放地有良好通风。将废液 pH 调节为 3~4,再加入铁粉,搅拌 30 min,用碱调 pH 至 9 左右,继续搅拌 10 min,加入高分子混凝剂进行混凝沉淀,经次氯酸钠氧化处理后,清液可排放,沉淀物以废渣处理。废酸、废碱液通过酸碱中和。

第二章

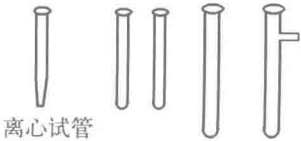
大学化学实验基本知识



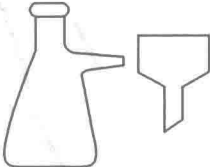
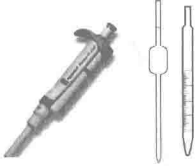
第一节 常用器皿与仪器

实验室常用仪器种类很多,表 2-1 列出了基础化学实验室常用的器皿与仪器。

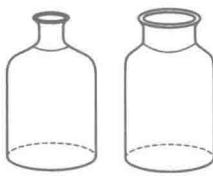
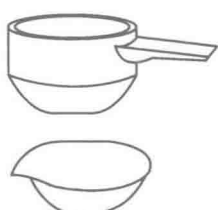
表 2-1 实验室常用器皿与仪器

名 称	用 途	注 释
 离心试管 试管 具支试管	用作常温或加热条件下少量试剂反应的容器;离心试管还可用于沉淀分离	加热时所盛液体不应超过 1/3;加热液体时,管口不能对着任何人;离心试管不能直接加热,只能在水浴中加热
 烧杯	用作化学反应和配制溶液的容器	使用时反应液体体积不得超过烧杯容积的 2/3;放入溶液后,可在石棉网上加热
 锥形瓶(三角瓶)	反应容器,适用于滴定操作和盛装溶液	放入溶液后,可在石棉网上加热

续 表

名 称	用 途	注 释
 量筒	量取一定体积的溶液	不能加热;不量取热的液体;不可长期存放试剂
 容量瓶	配制一定体积准确浓度的溶液	不能加热;磨口塞子不能互换;使用前用水检验是否漏水
 三角漏斗	用于过滤等操作	过滤时漏斗颈尖端应紧靠承接滤液的容器内壁
 吸滤瓶和布氏漏斗	两者配套使用,用于沉淀的减压过滤	滤纸要略小于布氏漏斗内径;抽气管断开后才能停泵,防止水倒流;不能直接加热
 分液漏斗	用于互不相溶的液体的两相分离	不能加热,磨口塞子不能互换,使用前要用水检验活塞和塞子是否漏水
 移液器 移液管	用于精确移取一定体积的液体	移液管不能加热;移液器需要定时清洁和校准

续 表

名 称	用 途	注 释
 酸式 滴定管 碱式 滴定管	用于滴定和准确量取液体	酸式滴定管不适合盛装碱性溶液；碱式滴定管不能装酸、高锰酸钾、碘和硝酸银等溶液。带有聚四氟乙烯 (PTFE) 滴定阀的通用型滴定管，适合盛酸、碱性溶液。
 称量瓶	用于准确称取一定量的固体药品	不能直接加热，瓶盖要与瓶子配套使用
 细口瓶 广口瓶 试剂瓶	广口瓶用于储存固体药品，细口瓶用于盛放液体试剂	试剂瓶不能直接加热；不能在瓶内久储浓碱、浓盐溶液
 滴管和滴瓶	滴管用以吸取、滴加液体试剂、容量瓶定容等；滴瓶用于盛放少量液体试剂	滴管除吸取溶液外，管尖不可触及其他器物，以免沾污
 蒸发皿	用于蒸发、浓缩液体	一般放在石棉网上加热，也可以直接加热；注意防止骤冷骤热，以免破裂