



普通高等教育“十一五”国家级规划教材

基础化学实验

(第二版) 下册

● 主编 周井炎

Basic
Chemistry
Experiment



华中科技大学出版社

<http://www.hustp.com>

普通高等教育“十一五”国家级规划教材

基础化学实验

(第二版)

(下册)

主 编 周井炎
副主编 李德忠 张正波

华中科技大学出版社
中国·武汉

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验(第二版)下册/周井炎 主编. —武汉:华中科技大学出版社,2008年8月

ISBN 978-7-5609-3217-0

I. 基… II. 周… 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(2008)第 096503 号

基础化学实验(第二版)下册

周井炎 主编

策划编辑:周芬娜

责任编辑:胡芬

责任校对:李琴

封面设计:潘群

责任监印:周治超

出版发行:华中科技大学出版社(中国·武汉)

武昌喻家山 邮编:430074 电话:(027)87557437

录排:华中科技大学惠友文印中心

印刷:湖北恒泰印务有限公司

开本:710mm×1000mm 1/16

印张:25

字数:510 000

版次:2008年8月第2版

印次:2008年8月第2次印刷

定价:39.80元

ISBN 978-7-5609-3217-0/O·323

(本书若有印装质量问题,请向出版社发行部调换)

内 容 提 要

本书是在 2004 年出版的《基础化学实验》基础上修改而成的,分为上、下两册,上册内容为无机化学实验、分析化学实验及仪器分析实验;下册内容为物理化学实验、有机化学实验及综合化学实验。本书将基本实验、设计实验、综合实验互相配合,大量采用了机、电、光、磁等现代实验仪器。为方便读者使用,书末附有化学实验的基本知识、温度测量、电学测量、光学测量、常用基础有机化学实验和有机合成实验技术、常用有机合成仪器的使用方法,还提供了一些基础化学实验常用数据表供读者查阅。

本书可作为高等院校化学、医学、环境、材料等相关专业的本科教材,也可供相关技术人员参考。

第一版前言

化学在国民经济及现代化建设中占有十分重要的地位,信息、生命、能源、材料、空间、环境等无不与化学有紧密的联系。化学是实验性很强的学科,基础化学实验课程是高等学校化学教育中培养学生科学思维与方法、创新意识与能力,加强素质教育的基本教学形式,它对培养学生具有扎实的化学实验基本功和实验操作技能、熟练运用现代测试仪器和测试技术、开展科学研究和生产实践活动的能力具有重要的作用。华中科技大学化学系的“面向 21 世纪化学实验课程教学综合改革与研究”教改项目对现行化学实验课程从教学内容、方法、手段、课程体系与设置到实验资源配置、实验室管理等实施全面综合改革,实施分阶段、多层次的新的化学实验课程体系,实现实验内容从低水平重复向高层次循环的转变,以玻璃仪器实验为主向以机、电、光、磁等实验为主的转变;以验证性实验为主向综合性、设计性、专业特色性实验为主的转变。实验内容包括化学基本操作、基本物理量与物化参数的测定、重要单质及化合物的性质、无机及有机制备、定量分析分离及仪器分析、综合化学实验等。考虑到课程的基础性、完整性及使用的方便性,本书以附录的方式对化学实验的基本知识、合成化学实验技术、光电等各种测定技术、基本有机化学实验及常用仪器、常用分析仪器操作方法以及实验误差和数据处理的基本要求等进行介绍,还提供了基础化学实验常用数据表。

本教材分上、下两册,由周井炎担任主编,上册副主编为李德忠,主要编者有李海玲、莫婉玲、朱大建、王宏、梅付名,下册副主编为王宏、张正波、顾小曼,主要编者有朱丽华、聂进、赵丽华、郭兴蓬、杨济活、徐绍芳。教材的编写以本校实施新的基础化学实验课程体系使用的系列实验讲义为基础,同时参阅了本校曾使用的实验讲义,兄弟院校已出版的教材、有关著作、交流讲义,一些中外文期刊上的研究性文献,在此一并表示衷心的感谢。

本书的出版得到华中科技大学出版社、教务处的大力支持。

由于编者水平与经验有限,难免有不当乃至错误之处,请有关专家和读者不吝批评指正。

编者

2004 年 4 月

于华中科技大学

第二版前言

化学在国民经济及现代化建设中占有十分重要的地位,信息、生命、能源、材料、环境等学科与化学密切相关。化学是实验性很强的学科,基础化学实验课程是高等学校化学教育中培养学生科学思维与方法、创新意识与能力的基本教学形式,它对培养学生扎实的化学实验基本功和实验操作技能、熟练运用现代测试手段开展科学研究与生产实践活动的能力具有重要的作用。

本书依据“一体化、多层次、开放式”的实验教学体系,在第一版的基础上按照实验基本知识和实验技能要求,将基础化学实验内容进行整合、优化与更新,增加了设计性、研究性实验项目。通过让学生自行设计实验方案、实施实验过程,培养学生进行多学科化学实验的综合能力。

本书分为上、下两册,由周井炎担任主编。上册主要涵盖无机化学实验、分析化学实验及仪器分析实验,上册副主编为刘红梅、王宏、陈芳,参加编写的有李海玲、陈志飞、赵丽华、顾小曼、朱丽华;下册主要涵盖物理化学实验、有机化学实验及综合化学实验,副主编为李德忠、张正波,参加编写的有梅付民、莫婉玲、朱大建、聂进、徐绍芳、郭兴蓬、杨济活等。

在编写过程中,参考了国内多种相关教材及一些研究性文献,在此一并表示衷心的感谢。

由于编者水平和经验有限,书中难免存在不妥之处,恳请有关专家和读者批评指正。

编者

2008年6月

于华中科技大学

目 录

第四部分 物理化学实验	(1)
实验 90 恒温槽的装配与性能测试	(3)
实验 91 固体和液体燃烧热的测定	(6)
实验 92 积分溶解热的测定	(10)
实验 93 液体饱和蒸气压的测定	(13)
实验 94 双液系的气-液平衡 $T-x$ 相图	(15)
实验 95 旋转黏度计的使用	(18)
实验 96 热分析及其应用	(20)
实验 97 DTA 法绘制二组分体系相图	(25)
实验 98 CO_2 临界和超临界性质测定	(28)
实验 99 色谱法测无限稀溶液的活度系数	(33)
实验 100 葡萄糖变旋性的测定	(38)
实验 101 电导法测定弱电解质电离平衡常数	(41)
实验 102 金属在海水中阴极极化曲线的测定	(45)
实验 103 电动势的测定及其应用	(48)
实验 104 设计实验测定不同浓度 CuSO_4 溶液中铜的电极电势	(51)
实验 105 希托夫法测定离子迁移数	(51)
实验 106 微机控制循环伏安曲线的测定	(54)
实验 107 固体电池性能测定	(56)
实验 108 一级反应——蔗糖的转化	(59)
实验 109 过氧化氢催化分解	(62)
实验 110 反应速率常数及活化能的测定	(65)
实验 111 乙酸乙酯皂化反应动力学参数的测定	(68)
实验 112 复杂反应——丙酮溴化反应	(72)
实验 113 BZ 振荡反应	(76)
实验 114 荧光猝灭反应速率常数的测定	(80)
实验 115 臭氧分解反应动力学及应用	(83)
实验 116 溶液的表面吸附	(86)
实验 117 黏度法测定高聚物摩尔质量	(90)
实验 118 电泳	(93)

实验 119	纳米 BaTiO ₃ 的制备及性能测定	(95)
实验 120	乳状液制备及性能测定	(98)
实验 121	偶极矩的测定	(105)
实验 122	磁化率法测配合物结构	(109)
实验 123	激光诱导荧光光谱	(113)
实验 124	NaCl 粉末的 X-射线衍射分析	(117)
实验 125	气态分子 HCl 的红外光谱	(121)
实验 126	I ₂ 的电子吸收光谱测定	(125)
实验 127	液体黏度的测定	(130)
实验 128	催化合成烷基碳酸酯	(133)
第五部分 有机化学实验		(135)
实验 129	熔点的测定及温度计的校正	(137)
实验 130	蒸馏及沸点的测定	(139)
实验 131	从茶叶中提取咖啡因	(140)
实验 132	重结晶及过滤操作	(142)
实验 133	柱色谱	(144)
实验 134	薄层色谱	(147)
实验 135	减压蒸馏	(149)
实验 136	环己烯	(150)
实验 137	正溴丁烷	(152)
实验 138	溴乙烷	(154)
实验 139	溴苯	(155)
实验 140	三苯基氯甲烷和三苯甲基自由基	(157)
实验 141	2-甲基-2-己醇	(159)
实验 142	二苯甲醇	(161)
实验 143	三苯甲醇	(163)
实验 144	邻硝基苯酚和对硝基苯酚	(166)
实验 145	乙醚	(168)
实验 146	正丁醚	(171)
实验 147	甲基叔丁基醚	(172)
实验 148	环己酮	(174)
实验 149	苯乙酮	(175)
实验 150	苯甲酸	(177)
实验 151	己二酸	(179)
实验 152	苯甲酸乙酯	(181)

实验 153	乙酸异戊酯	(183)
实验 154	乙酰水杨酸	(184)
实验 155	间硝基苯胺	(185)
实验 156	<i>N,N</i> -二乙基间甲基苯甲酰胺	(187)
实验 157	甲基橙	(188)
实验 158	对氯甲苯	(190)
实验 159	碘苯	(192)
实验 160	邻碘苯甲酸	(193)
实验 161	偶氮苯	(194)
实验 162	乙酰乙酸乙酯	(196)
实验 163	肉桂酸	(198)
实验 164	苯甲醇与苯甲酸	(199)
实验 165	呋喃甲醇和呋喃甲酸	(201)
实验 166	ϵ -己内酰胺	(202)
实验 167	喹啉	(204)
实验 168	2,8-二甲基-4-羟基喹啉	(207)
实验 169	7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷	(208)
实验 170	二苯乙二酮	(211)
实验 171	茉莉醛	(212)
实验 172	溴苯	(213)
实验 173	单苯基硼酸	(214)
实验 174	安息香的合成及转化	(215)
实验 175	局部麻醉剂苯佐卡因	(219)
实验 176	磺胺药物对氨基苯磺酰胺	(222)
实验 177	合成洗涤剂硫酸月桂酯钠	(225)
实验 178	香豆素	(227)
实验 179	植物生长调节剂 2,4-二氯苯氧乙酸	(228)
实验 180	2-羧乙基二甲基溴化铊	(231)
实验 181	3-氨基邻苯二甲酰肼与化学发光	(233)
实验 182	环丙基甲酸的合成	(237)
实验 183	生物不对称合成(S)-(+) -对甲苯砒基-2-丙醇	(240)
第六部分 综合化学实验		(243)
实验 184	配合物的光谱化学序列的测定	(245)
实验 185	二茂铁及其衍生物的合成、分离和鉴定	(249)
实验 186	纳米 CdS 的制备及与半胱氨酸的相互作用	(252)

实验 187	对叔丁基杯芳烃的合成和性能研究	(254)
实验 188	聚吡咯导电薄膜的电化学制备、表征及其电化学特性测试 ...	(257)
实验 189	缓蚀剂、阴极保护对碳钢腐蚀防护效果的测定	(260)
实验 190	安全玻璃夹层用聚乙烯醇缩丁醛树脂的合成	(264)
实验 191	高抗冲树脂的制备与流变性能	(271)
实验 192	纳米二氧化钛光催化剂的合成及其催化性能	(278)
实验 193	植物叶绿体色素的提取、分离和测定	(280)
附录	(284)
附录四	温度的测量与控制	(284)
附录五	气体压力及流量测定	(293)
附录六	电学测量	(302)
附录七	光学测量	(313)
附录八	实验的误差和数据处理基本要求	(328)
附录九	基础化学实验常用数据表	(333)
附录十	有机化学实验的一般知识	(337)
附录十一	有机化学实验技术	(347)
附录十二	基本有机化学实验	(380)
参考文献	(385)

第四部分

物 理 化 学 实 验

实验 90 恒温槽的装配与性能测试

实验目的

了解恒温槽的构造及其工作原理；熟悉水浴恒温槽的装配和调节；学会测绘恒温槽的灵敏度曲线；掌握贝克曼温度计的调节技术和正确的使用方法。

实验原理

物质的许多物理化学性质，如黏度、电导、折射率、表面张力、饱和蒸气压等，都与温度有关，大多数物理化学性质的测量都需在恒温下进行。

恒温槽是实验室中常用的一种以液体为介质的恒温装置。用液体作介质的优点是热容量大、导热性好、温度控制稳定、灵敏度较高。根据控温范围不同，可采用不同的液体介质： $0\sim 90\text{ }^{\circ}\text{C}$ 多采用水， $90\sim 160\text{ }^{\circ}\text{C}$ 可采用甘油， $100\sim 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 可采用液体石蜡或者硅油。

恒温槽是通过恒温控制器来自动调节其热平衡，从而达到恒温目的。当恒温槽因对外界散热而使介质温度降低时，恒温控制器就使恒温槽内的加热器工作，待加热到所需的温度时，它又停止加热，这样周而复始就可使液体介质的温度在一定范围内保持恒定。

恒温槽一般由温度控制器、感温元件、电加热器、贝克曼温度计、搅拌器、浴槽等组成。图 90-1 所示的为恒温槽的简单装置图。

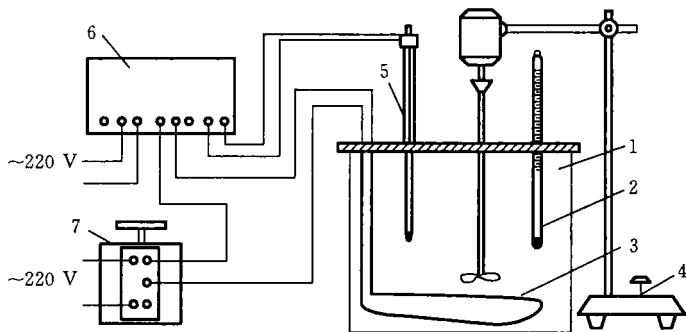


图 90-1 恒温槽

1—浴槽；2—贝克曼温度计；3—电加热器；4—搅拌器；5—感温元件；6—温度控制器；7—调节变压器

(1) 浴槽。控制室温附近温度的浴槽一般用玻璃制作，以便观察实验现象。浴槽的大小和形状根据需要而定，在化学实验中常用 20 L 圆形玻璃缸作浴槽。

(2) 电加热器。选择电加热器的原则是热容量小、功率适当、导热性好。电加热器功率的大小视浴槽大小和恒温温度的实际需要而定。一般容量为 20 L、恒温在

20~30℃的恒温槽,可选200W的电加热器。

(3) 搅拌器。搅拌器用电动机带动,搅拌电动机的大小和功率视恒温槽的大小而定,一般选用的电动机功率为40~60W,要求电动机带有调节变压器,可调节搅拌速率,同时要求电动机振动小,噪音低,长时间连续工作而不过热。

(4) 温度计。恒温槽中常用一只1/10℃温度计测量温度,测量恒温的精确度则采用贝克曼温度计。

(5) 温度控制器。温度控制器是恒温槽的感觉中枢,是决定恒温槽精度的关键。以往多采用水银接触温度计,图90-2所示为接触温度计的结构图。图中主要部分如同普通温度计,只是在水银柱上面有一根可以上下移动的金属丝,金属丝上端接在一个标铁上,标铁安在一支螺杆上,通过转动顶端的永久磁铁,使螺杆转动,同时带动标铁上下移动,从而改变金属丝的位置,即可改变温度设定值。从接触温度计水银槽及螺杆上各引出一根导线,当温度升高时,水银沿毛细管上升,与金属丝接触,两根引出导线形成“通路”,温度控制器接通;反之为“断开”。

目前实验室的温度控制器多采用温度传感器连接电子继电器的结构,在电子继电器面板上可设定温度,当温度传感器测得浴槽温度达到设定值时,电子继电器自动断开电加热器电源,“保温”指示灯亮,指示浴槽处于保温状态。当温度传感器测得浴槽温度低于设定值时,电子继电器自动开启电加热器电源,“加热”指示灯亮,指示浴槽处于加热状态。

恒温槽控制的温度是有一个波动范围的,而不是控制在某一固定不变的温度上,并且恒温槽内各处的温度也会因搅拌效果的优劣而不同。恒温是相对的,不是绝对的。灵敏度是衡量恒温槽优劣的主要标志,所以使用前应先测定恒温槽的灵敏度。恒温槽灵敏度的测定是在指定温度下观察温度的波动情况,用较灵敏的温度计如贝克曼温度计记录温度随时间变化而改变的曲线,即灵敏度曲线。若灵敏度曲线的最高温度为 t_1 ,最低温度为 t_2 ,则恒温槽的灵敏度为

$$t = \pm \frac{t_1 - t_2}{2}$$

良好的恒温槽的灵敏度曲线如图90-3(a)所示,图90-3(b)所示曲线表示灵敏度较低,图90-3(c)所示曲线表示加热器功率太大,图90-3(d)所示曲线表示加热器功率太小或散热太快。

为了提高恒温槽的灵敏度,在设计恒温槽时必须注意以下几个方面。

- ① 恒温槽的热容量要大些,传热物质的热容量越大越好。
- ② 尽可能加快电加热器与接触温度计间传热的速率。因此,感温元件的热容应尽可能小,搅拌效率应尽可能高,感温元件与电加热器间距离应近一些。
- ③ 调节温度用的电加热器功率要小一些。

仪器、试剂和材料

恒温槽;加热器;搅拌器;温度控制器;贝克曼温度计;1/10℃温度计;秒表。

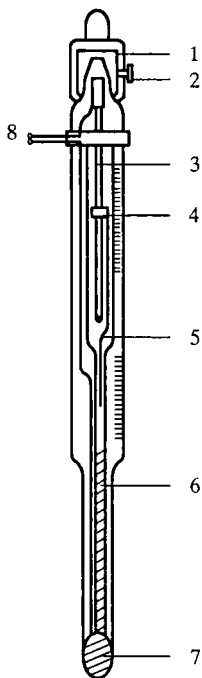


图 90-2 接触温度计

- 1—磁铁；2—固定螺钉；3—螺杆；
4—标铁；5—金属丝；6—水银柱；
7—水银槽；8—接触点引线

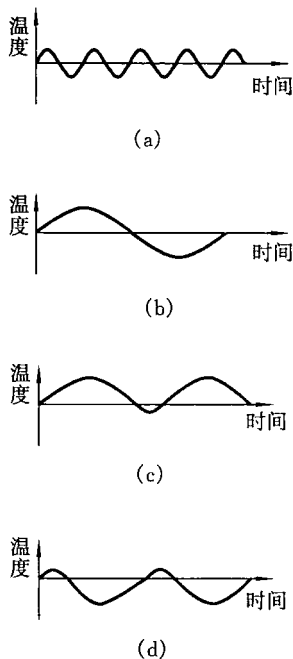


图 90-3 温度-时间曲线

实验内容

(1) 将蒸馏水注入浴槽(玻璃缸)至其 2/3 容积处,按图 90-1 所示安装装置。先开动一下搅拌器,观察水流方向,顺着水流方向依次将电加热器、温度传感器及 1/10 °C 温度计安装好。

(2) 电加热器、温度传感器分别与继电器上的接头接好。注意,必须先经指导教师检查后,方可接通电源。

(3) 将事先调好的贝克曼温度计(在教师的指导下进行)小心安放到恒温槽中。根据贝克曼温度计标签上指示的温度设定温度控制器上的温度,然后开始加热,此时温度控制器上的“加热”指示灯亮,表示电加热器自动开始加热升温。

(4) 开启搅拌器,选择合适的转速,注意搅拌器叶片不能碰到温度计和电加热器。

(5) 加热时,观察 1/10 °C 温度计读数,当所测得的浴槽温度与设定温度接近时(相差约 0.5 °C),观察贝克曼温度计的水银是否上升到刻度线的中间位置,当温度达到设定温度时,温度控制器上的“保温”指示灯亮,表示电加热器自动断电,浴槽在设定温度下恒温。

(6) 待恒温槽温度在设定温度下恒温约 5 min 后,观察贝克曼温度计的读数,利

用停表,每隔 15 s 记录一次贝克曼温度计的读数,测定约 30 min。

实验数据和结果处理

- (1) 将实验数据列表,并作温度-时间曲线。
- (2) 找出最高温度和最低温度,求出灵敏度。
- (3) 分析实验测得的灵敏度曲线。

思考题

1. 影响恒温槽灵敏度的主要因素有哪些?
2. 欲提高恒温槽的控温精确度,应采取哪些措施?
3. 若要在低于室温下恒温,应如何实现?

实验 91 固体和液体燃烧热的测定

实验目的

用氧弹卡计测定含碳可燃物质的燃烧热,明确恒压燃烧热与恒容燃烧热的差别;了解氧弹卡计中主要部件的作用;掌握用氧弹卡计测量燃烧热的实验技术。

实验原理

量热法是热力学实验的一个基本方法。直接测得恒容燃烧热 Q_V (即 ΔU) 和恒压燃烧热 Q_p (即 ΔH) 中任一个数据,应用以下热力学关系式就可计算出另一个数据。

$$\Delta H = \Delta U + \Delta(pV) \quad (91-1)$$

本实验在氧弹卡计(恒容)中测定恒容燃烧热,根据上述关系式可以将测得的恒容燃烧热换算为恒压燃烧热。

热化学中定义,1 mol 物质在 p^\ominus 时完全燃烧所放出的热量称为该物质的燃烧焓 ($\Delta_c H_m^\ominus$),通常也称燃烧热。通过燃烧热的测定,可以求算化合物的生成热,评价工业用的固体或液体燃料的质量。

由于恒容燃烧热 Q_V 等于热力学能变化 ΔU ,恒压燃烧热 Q_p 等于焓变化 ΔH ,因此,两者有下面的关系:

$$Q_p = Q_V + \Delta nRT \quad (91-2)$$

式中: Δn 为反应前后的生成物和反应物中气体的物质的量之差; R 为气体常数; T 为反应的绝对温度。

测量热效应的仪器称为量热计(卡计)。量热计的种类很多,本实验用氧弹卡计(图 91-1)测量燃烧热。测量的基本原理是能量守恒原理,样品完全燃烧放出的热量

促使卡计本身及其周围的介质(本实验用水)温度升高,测量出介质燃烧前后温度的变化,就可以求算出该样品的恒容燃烧热。其关系式如下:

$$-Q_v \frac{m - m'}{M} = (3000\rho c + C_{\text{卡}})\Delta T - 2.9(l - l') - 16736 m' \quad (91-3)$$

式中: m 为样品和助燃用棉线的总质量(g); m' 为棉线的质量(g); M 为样品的摩尔质量($\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$); ρ 为水的密度($\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$); c 为水的比热容($\text{J} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$); $C_{\text{卡}}$ 为氧弹卡计的热容($\text{J} \cdot \text{K}^{-1}$); ΔT 为样品燃烧前后体系温度的变化值(K); l, l' 分别为点火用铁丝和燃烧后剩余铁丝的长度(cm)。

氧弹卡计的热容 $C_{\text{卡}}$ 一般通过燃烧一定量的纯净苯甲酸来标定。苯甲酸的 $Q_v = -26460 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1}$ 。已知氧弹卡计的热容,就可以利用式(91-3)通过实验测定其他物质的燃烧热。

为了保证样品完全燃烧,氧弹中必须充足高压氧气(或者其他氧化剂)。因此,氧弹必须密封,耐高压,耐腐蚀,同时,粉末样品必须压成片状,以免充气时冲散样品,使燃烧不完全而引起实验误差。完全燃烧是实验成功的第一步。第二步还必须使燃烧后放出的热量不散失,不与周围环境发生热交换,全部传递给氧弹卡计本身和其中盛放的水,促使氧弹卡计和周围的水的温度升高。为了减少氧弹卡计与环境的热交换,氧弹卡计放在一恒温的套壳中,这种氧弹卡计称环境恒温氧弹卡计或外套恒温氧弹卡计(图91-2)。

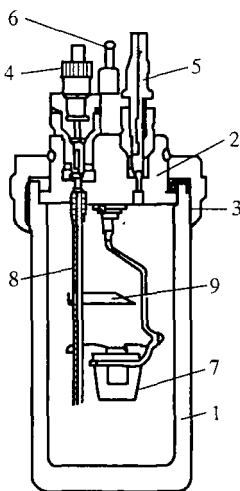


图 91-1 氧弹的构造

- 1—厚壁圆筒; 2—氧弹盖; 3—螺母;
4—进气孔; 5—放气孔; 6—电极;
7—燃烧皿; 8—进气管; 9—火焰遮板

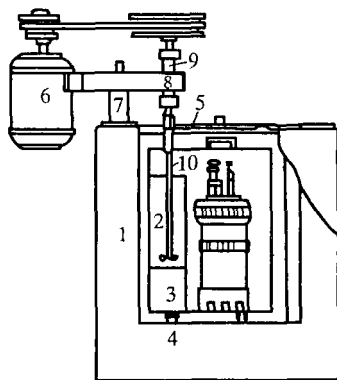


图 91-2 燃烧热测定装置

- 1—外壳; 2—水桶壁; 3—水桶; 4—热绝缘垫片;
5—热绝缘胶板; 6—电动机; 7—支撑杆; 8—支架;
9—搅拌垫片; 10—搅拌器