



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) 上册

● 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)

上册

主 编 周井炎

副主编 刘红梅 王 宏 陈 芳

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)上册/周井炎 主编. — 武汉:华中科技大学出版社,2008 年 8 月

ISBN 978-7-5609-3216-3

I. 基… II. 周… III. 化学实验-高等学校-教学参考资料 IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 096504 号

基础化学实验(第二版)上册

周井炎 主编

策划编辑:周芬娜

责任编辑:周芬娜

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:15

字数:295 000

版次:2008 年 8 月第 2 版

印次:2008 年 8 月第 3 次印刷

定价:24.80 元

ISBN 978-7-5609-3216-3/O · 322

(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、郭兴莲、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、郭兴莲、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

化学实验须知	(1)
第一部分 无机化学实验	(5)
实验 1 常用玻璃仪器的清洗与干燥	(7)
实验 2 玻璃管加工及自制滴管和洗瓶	(9)
实验 3 粗食盐的提纯	(12)
实验 4 硫酸亚铁铵的制备	(15)
实验 5 pH 法测定醋酸解离常数	(16)
实验 6 溶胶的制备及其稳定性	(19)
实验 7 化学反应速率和活化能的测定	(21)
实验 8 电解质溶液和离子平衡	(24)
实验 9 氧化还原反应和电化学	(28)
实验 10 分光光度法测定 $[\text{Ti}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ 、 $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ 和 $[\text{Cr}(\text{EDTA})]^-$ 的晶体场分裂能	(31)
实验 11 碘酸铜溶度积的测定	(33)
实验 12 配位化合物的生成和性质	(35)
实验 13 卤素重要单质及化合物的性质	(39)
实验 14 氧族重要化合物的性质	(43)
实验 15 氮族重要化合物的性质	(46)
实验 16 碳族和硼族重要化合物的性质	(51)
实验 17 d 区重要元素(铬、锰、铁、钴、镍)化合物性质与应用	(55)
实验 18 ds 区重要元素(铜、银、锌、镉、汞)化合物性质及应用	(59)
实验 19 生物体中几种元素的定性鉴定	(63)
实验 20 无机纸色谱法及应用	(65)
实验 21 碘酸铜的制备	(69)
实验 22 磷酸一氢钠、磷酸二氢钠的制备及检验	(71)
实验 23 硫酸铝钾的制备及其晶体的培养	(73)
实验 24 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成	(75)
实验 25 碘盐的制备和检验	(76)

实验 26	从含银废液中回收银制备硝酸银	(78)
实验 27	无机颜料的制备	(80)
实验 28	从废电池中回收锌皮制备硫酸锌	(82)
实验 29	离子的分离与鉴定	(83)
实验 30	氯化铵的制备	(84)
第二部分 分析化学实验		(87)
实验 31	酸碱标准溶液的配制和浓度比较	(89)
实验 32	有机酸试剂纯度的测定	(92)
实验 33	果蔬中总酸度的测定	(93)
实验 34	甲醛值法测定果蔬汁饮料中氨基态氮	(95)
实验 35	混合碱的测定	(96)
实验 36	烟丝中尼古丁含量的测定	(98)
实验 37	自来水总硬度的测定	(100)
实验 38	混合阳离子含量的测定	(102)
实验 39	胃舒平药片中铝和镁的测定	(104)
实验 40	工业过氧化氢含量的测定	(106)
实验 41	葡萄糖含量的测定	(107)
实验 42	铜合金中铜含量的测定(碘量法)	(108)
实验 43	直接碘量法测定维生素 C 制剂及果蔬中抗坏血酸含量	(110)
实验 44	废水中苯酚含量的测定	(111)
实验 45	白酒中总醛量的测定	(113)
实验 46	三氯化钛-重铬酸钾法测定铁矿石中的铁	(114)
实验 47	氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	(116)
实验 48	沉淀重量法测定钡	(118)
实验 49	钾盐中钾含量的测定	(121)
实验 50	硅钨酸重量法测定维生素 B ₁	(122)
实验 51	蛋白质的分光光度法测定	(124)
实验 52	邻二氮菲分光光度法测定铁	(126)
实验 53	姜黄素分光光度法测定水样中的硼	(128)
实验 54	分光光度法测定水中的氨态氮和亚硝酸态氮	(130)
实验 55	废水中铬离子的分离及测定	(133)
实验 56	离子交换法分离及分光光度法测定钴和镍	(135)
实验 57	萃取光度法测定天然水中的挥发性酚	(137)

实验 58	共沉淀分离测定纯铜中的铋	(139)
实验 59	蛋壳中 Ca、Mg 含量的测定	(140)
实验 60	茶叶中微量元素的鉴定与定量测定	(144)
实验 61	三草酸合铁(Ⅲ)络阴离子组成及电荷数的测定	(146)
实验 62	复方乙酰水杨酸药片中各组分含量的测定	(150)
实验 63	水泥熟料中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定	(156)
实验 64	设计实验	(162)
第三部分 仪器分析实验		(165)
实验 65	火焰原子吸收光谱法测定钙	(167)
实验 66	火焰原子吸收光谱法测定钠	(169)
实验 67	豆乳粉中铁、铜、钙的测定	(171)
实验 68	石墨炉原子吸收光谱法测定血清中的痕量铬	(173)
实验 69	紫外吸收光谱法测定 APC 片剂中乙酰水杨酸的含量	(175)
实验 70	分光光度法同时测定维生素 C 和维生素 E	(177)
实验 71	苯和苯衍生物的吸收光谱及溶剂的影响	(179)
实验 72	有机物红外光谱的测绘及结构分析	(181)
实验 73	红外光谱法测定包装薄膜中醋酸乙烯的含量	(183)
实验 74	荧光法测定乙酰水杨酸和水杨酸	(184)
实验 75	二氯荧光素量子产率的测定	(186)
实验 76	氟离子选择电极测定氟	(188)
实验 77	电位法测量水溶液的 pH 值	(191)
实验 78	电导法测定水质纯度	(194)
实验 79	恒电流库仑滴定法测定砷	(195)
实验 80	循环伏安法判断电极过程	(197)
实验 81	阳极溶出伏安法测定水样中痕量镉和铅	(200)
实验 82	气相色谱填充柱的制备	(202)
实验 83	流动相速度对柱效的影响	(205)
实验 84	气相色谱法测定混合物中苯、甲苯和环己烷的含量	(206)
实验 85	气相色谱法测定白酒中甲醇的含量	(208)
实验 86	反相液相色谱法分离芳香烃	(210)
实验 87	高效液相色谱法测定饮料中的咖啡因	(211)
实验 88	光催化氧化法快速测定环境水样的化学需氧量	(213)
实验 89	设计实验	(215)

附录.....	(217)
附录一 电子天平基本操作.....	(217)
附录二 容量分析玻璃仪器及基本操作.....	(221)
附录三 重量分析基本操作.....	(226)
参考文献.....	(228)

化学实验须知

化学实验的目的和任务

“认识从实践始”，化学是一门实验性很强的科学。实验是人类研究自然、认识自然、改造自然、利用自然、与自然友好相处的基本方法。没有实验，也就没有化学，化学实验是化学理论产生的基础，化学中的一切定律、学说、原理都来源于化学实验，同时又被化学实验检验。

化学实验是化学知识的开端。要成为新世纪的化学专门人才，没有严格、系统和科学的化学实验训练，没有扎实的化学实验基本功和实验技能是不行的，因为化学实验是培养、提高实验技能的唯一课堂。化学实验不仅可以培养我们的科学认识能力和创新能力，而且能培养我们实事求是的科学态度、严谨的工作作风、科学的思维方法、分析问题和解决问题的能力，使自己逐步掌握科学研究方法，最终走向独立开展科学研究和生产实践活动的道路。

因此，化学实验基本功的训练、科学思维方法的养成、创新意识和能力的培养是化学实验教育的中心任务。

化学实验的学习方法

要完成好化学实验，必须抓好预习、实验和实验报告三个环节。

1. 预习

- (1) 阅读实验教材及参考文献资料中的有关内容。
- (2) 明确实验目的和原理。
- (3) 了解实验的内容、步骤、操作过程和注意事项。
- (4) 认真写好预习报告。预习报告包括目的、原理(反应式)、实验步骤和注意事项等。预习报告应简明扼要，不要照抄书本。实验前将预习报告交指导教师检查，预习合格者才允许进行实验。

2. 实验

- (1) 实验过程中要正确认真地操作、细心观察、独立思考，要及时、准确、如实记

录实验现象和数据。

(2) 保持肃静,遵守规则,注意安全,整洁节约。

(3) 实验完毕,洗净仪器,整理药品及实验台。

(4) 将实验结果和记录交指导教师查阅,达到要求,且经指导教师同意方能离开实验室。

3. 实验报告

实验结束后,要独立完成实验报告,及时交给指导教师批阅。要严格根据实验记录,对实验现象作出解释,写出有关反应式;或根据实验数据进行处理和计算,作出结论,并对实验中的问题进行讨论。

书写实验报告要求语言简洁明了,文字表达清楚,字迹端正,整齐清洁,否则,必须重新完成实验报告。

实验报告应包括以下内容。

(1) 实验目的和原理。

(2) 实验步骤。尽量采用表格、框图、符号等形式清晰、明了地表示。

(3) 实验现象和数据记录。实验现象要表达正确、全面,数据记录完整。

(4) 解释、结论或数据计算。根据现象作出简明解释,写出主要反应方程式,分内容作出小结或最后得出结论。若有数据计算则必须将所依据的公式和主要数据表达清楚;有关要求务必阅读附录“实验的误差和数据处理的基本要求”。必要时应与文献数据进行比较。

(5) 问题讨论。针对本实验中遇到的疑难问题,提出自己的见解或收获,也可对实验方法、教学方法、实验内容等提出自己的意见。必要时对存在问题及失败原因进行分析。

化学实验室规则与要求

(1) 进入实验室首先了解实验室的各项规章制度,熟悉实验室的环境、布置、各种设施(水电阀门、急救箱、消防用具等)的位置,清点仪器、试剂和材料。

(2) 保持实验室室内安静,集中思想,仔细观察。如实、及时地记录实验中观察到的现象和实验数据。

(3) 保持实验室和实验桌面的清洁,火柴、纸屑、废品等要放入废物缸内,不得丢入水槽。

(4) 使用仪器要小心谨慎,若有损坏,则应填写仪器损坏单。使用精密仪器时,必须严格按照操作规程进行。注意节约水电。

(5) 使用试剂时应注意如下事项。

① 按量取用,注意节约。

② 取用固体试剂时,注意勿使其落在实验容器外。

③ 公用试剂要放在指定位置,不得擅自拿走,用后即放回原处,避免搞错,玷污

试剂。

④ 使用试剂时要遵守正确的取用方法,注意试剂、溶剂的瓶盖或滴头不能搞错。

(6) 实验完毕,洗净仪器,放回原处,整理桌面,洗净双手,经指导教师同意方可离开。实验室内物品不得带出实验室。

(7) 发生意外事故应保持镇静,不要惊慌失措,遇有烧伤、割伤时应立即报告指导教师,及时急救和治疗。

(8) 每次实验后由值日生负责整理药品。打扫卫生,并检查水、电和门窗,以保持实验室的整洁和安全。

化学实验室的纪律与安全

化学实验室中有许多试剂是易燃、易爆、具有腐蚀性和毒性的,存在着不安全的因素,所以进行化学实验时,思想上必须重视安全问题,绝对不可麻痹大意。每次实验前应掌握本实验安全注意事项,在实验过程中严格遵守安全守则,避免事故的发生。

(1) 不要用湿的手、物接触电源,水、电、气使用完毕后应立即关闭。

(2) 加热试管时,不要将试管口对着自己或别人,也不要俯视正在加热的液体,以免液体溅出受到伤害。

(3) 嗅闻气体时,应用手轻拂气体,把少量气体扇向自己再闻,能产生有刺激性或有毒气体(如 H_2S 、 Cl_2 、 CO 、 NO_2 、 SO_2 等)的实验必须在通风橱内进行或注意实验室通风。

(4) 具有易挥发和易燃物质的实验,都应在远离火源的地方进行。

(5) 有毒试剂(如氰化物、汞盐、钡盐、铅盐、重铬酸钾、砷的化合物等)不得进入口内或接触伤口,剩余的废液也不能随便倒入下水道。

(6) 洗液、浓酸、浓碱具有强腐蚀性,应避免溅落在皮肤、衣服、书本上,更应防止溅入眼睛里。

(7) 稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢注入水中,并不断搅动,切勿将水倒入浓硫酸中,以免飞溅,造成灼伤。

(8) 严禁使用不知其成分的试剂,严禁任意混合各种试剂药品,更不能尝其味道,以免发生意外事故。

(9) 使用高压气体钢瓶时,要严格按操作规程进行。

(10) 实验室内严禁吸烟、饮食,或把食具带入实验室。

(11) 未经教师允许,严禁在实验室做与实验内容无关的事情。

化学实验意外事故救护方法

(1) 割伤。伤口内若有异物,应先取出,再在伤口涂上红药水或创可贴,必要时送医院救治。

(2) 烫伤。在伤口上抹烫伤膏(如氧化锌软膏、鱼肝油药膏、獾油等),也可用高锰酸钾溶液润湿伤口至皮肤变棕色为止。

(3) 受酸烧伤。先用大量水冲洗,再用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水洗,接着用水冲洗,最后涂敷氧化锌软膏。

(4) 受碱烧伤。先用大量水冲洗,再用醋酸溶液($20\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)洗,接着用水冲洗,最后涂敷硼酸软膏。

(5) 试剂烧伤眼。应立即用大量水冲洗,要立即到医院治疗。但不允许进行化学中和(如被酸烧伤,用碱中和是不允许的)。

第一部分

无机化学实验

实验 1 常用玻璃仪器的清洗与干燥

实验目的

熟悉化学实验室规则和玻璃器皿的领用要求,熟悉常见玻璃器皿及其用途;掌握常用玻璃器皿的洗涤、干燥及保存方法。

实验原理

1. 常用玻璃器皿的洗涤

化学实验室经常使用的玻璃仪器和瓷器,必须保证清洁,才能使实验得到准确的结果,所以学会清洗玻璃仪器是进行化学实验的重要环节。

洗涤仪器的方法很多,应根据实验的要求、污物的性质和玷污的程度来选择。一般来说附着在仪器上的污物有尘土和其他不溶性物质、可溶性物质、有机物质和油污等。针对不同情况可以分别用下列方法洗涤。

(1) 刷洗或水洗。用试管刷刷洗可以使附着在仪器上的尘土和其他不溶性物质脱落下来,用水洗则可除去可溶性物质。

(2) 用去污粉或肥皂可以洗去油污和有机物质,若仍洗不干净,可用热的碱溶液洗。

(3) 用浓盐酸洗,可以洗去附着在器壁上的氧化剂,如 MnO_2 等污物。

(4) 用氢氧化钠-高锰酸钾洗液洗,可以洗去油污和有机物质。洗后在器壁上留下的二氧化锰沉淀可再用盐酸洗。

(5) 在进行精确的定量实验时,即使少量杂质亦会影响实验的准确性,因而要求用洗液来洗涤仪器,洗液是等体积的浓硫酸和饱和重铬酸钾溶液的混合物,具有很强的氧化性、酸性和去污能力。使用洗液时必须注意如下几点。

① 使用洗液前最好用水或去污粉把仪器洗一遍。

② 应该尽量把仪器的水去掉,以免把洗液冲稀。

③ 洗液用后倒回原瓶,可以重复使用,用装洗液的瓶塞盖紧,以防止洗液吸水而被冲淡。

④ 不要用洗液去洗涤具有还原性的污物(如某些有机物)。

⑤ 洗液具有很强的腐蚀性,会灼伤皮肤和损坏衣物,使用时要小心,如洗液溅到皮肤或衣物上,应立即用水冲洗。

⑥ 用上述方法洗涤后,还要用自来水冲洗,但自来水中含有 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Cl^- 等离子,如果实验中不允许这些杂质存在,则应该再用少量的蒸馏水荡两次,以便把它们洗去。

洗净的仪器壁上不应附着不溶物、油污,器壁可被水完全湿润。把仪器倒转过