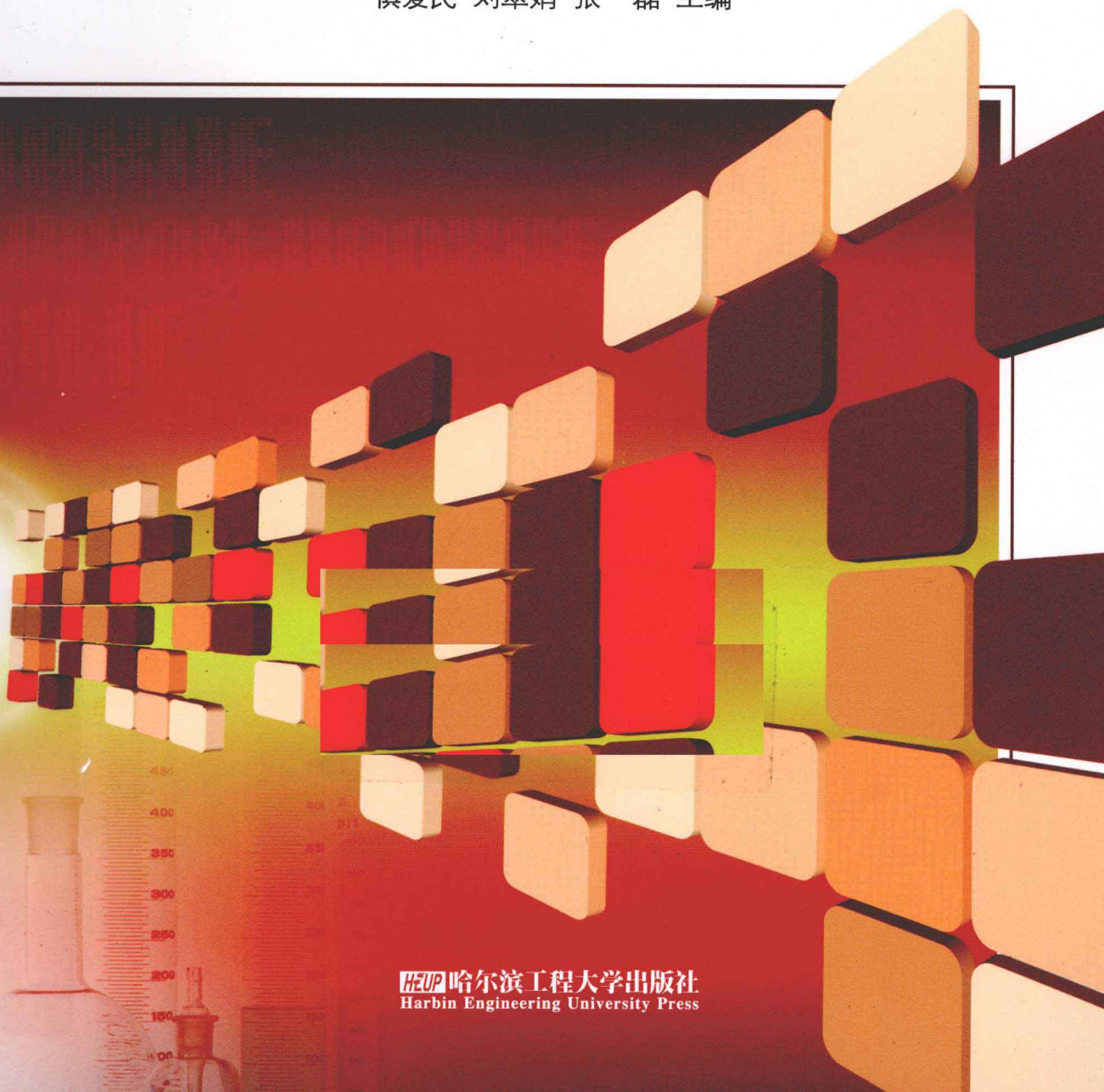




大学实验教学系列
DAXUESHIYANJIAOXUEXILIE

普通化学实验

慎爱民 刘翠娟 张 磊 主编



HEUP 哈尔滨工程大学出版社
Harbin Engineering University Press



大学实验教学系列
DAXUESHIYANJIAOXUEXILIE

普通化学实验

慎爱民 刘翠娟 张 磊/主 编
佟德成 祝红兵/副主编
杨治伟/主 审

HEUP 哈尔滨工程大学出版社
Harbin Engineering University Press

内容简介

本书是非化学化工类专业“普通化学实验”教材,全书由实验基础(第一、二、三、四章)、实验内容(第五章)、实验报告(第六章)及附录四个部分组成,共编入二十三个实验。实验内容包括:基本操作技能训练和常用的精密仪器设备的使用,化学原理实验,无机、有机及高分子化合物的合成制备;化合物的分离提纯,同时增加了应用性及综合设计性实验内容。

本书可作为高等院校理工类非化学化工类专业普通化学实验教学教材,也可作为相关人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

普通化学实验/慎爱民,刘翠娟,张磊主编. —哈尔滨:
哈尔滨工程大学出版社, 2011. 1

ISBN 978 - 7 - 5661 - 0032 - 0

I. ①普… II. ①慎… ②刘… ③张… III. ①化学实验 - 高等学校 - 教材 IV. ①O6 - 3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 020109 号

出版发行 哈尔滨工程大学出版社
社 址 哈尔滨市南岗区东大直街 124 号
邮政编码 150001
发行电话 0451 - 82519328
传 真 0451 - 82519699
经 销 新华书店
印 刷 哈尔滨工业大学印刷厂
开 本 787mm × 1092mm 1/16
印 张 9.25
字 数 216 千字
版 次 2011 年 2 月第 1 版
印 次 2011 年 2 月第 1 次印刷
定 价 22.00 元

<http://press.hrbeu.edu.cn>

E-mail: heupress@hrbeu.edu.cn

前 言

“普通化学实验”是非化学化工类专业本科学生入学后的第一门化学基础实验课。由于各院校所涉及的专业门类繁多,不同专业对实验内容及数量的要求不同,在编写过程中我们在选择实验时尽量做到兼顾各专业的不同要求,同时又有一定的针对性,重点在于把握实验基础操作的训练,增加了知识性、综合性、实践性和环保性的实验。

本教材有以下特点:

1. 明确实验课与理论课的关系。实验的主要内容配合理论课的内容,重视理论与实际的联系,使课堂上的重要理论和知识通过实验能进一步巩固、扩大和深化。

2. 加强基本操作技能的训练。书中对于常用仪器、主要操作技能以及操作中常出现的错误,都用文字和插图加以说明。不同仪器的使用及不同操作方法的练习尽量分散于各个实验中,便于学生有步骤有目的地学习。某些最基本的操作技能,如称量、加热、洗涤、分离等尽可能在不同的实验中多次运用,以利于反复训练。对分析天平、分光光度计、氧弹式量热计、DTA 404 PC 差热分析还编写了使用说明。

3. 培养独立思考和独立工作的能力。书中对实验所依据的基本原理作了简要说明;在实验内容后有思考题,便于学生在实验预习时联系理论进行思考。对于实验内容的安排,在配合讲课系统的同时,尽可能地根据循序渐进的原则,由浅入深,由简到繁,逐步培养学生独立地观察现象、分析现象并进行归纳总结的能力。最后还设置了综合性和设计性实验。综合性实验有较详细的操作步骤,培养学生运用综合基础知识、实验技能和测试方法分析问题和解决问题的能力;设计性实验不仅提出实验要求,而且提示实验关键,并列出参考文献,要求学生独立设计方案,完成实验。

4. 便于实验预备室的工作。书中对某些药品的配制方法作了必要的说明,并减少了药品的种类,降低了药品的用量;对于需回收的药品、可公用的仪器以及代用的药品和仪器,也一一加以注释。

根据当前学生的知识基础及各校专业设置、设备条件的情况,实验内容应具有较广泛的适应性。书中共编写了二十三个实验,其中包括一些选做的实验内容(用*号标明),供教师根据具体情况灵活选用。每个实验都有其对应的实验报告,供读者选用或参考。

本书初稿于2001年完成,同年秋在佳木斯大学热能、交通、机制、金属材料、成型及控制等专业试用;后又根据“普通化学”课程的教学大纲的要求及学校实验条件的改善作了相应修改。

全书由慎爱民、刘翠娟、张磊主编,参加编写的还有佟德成(实验十一、实验十二、实验十三、实验十四、实验十五、实验十六)、祝红兵(实验一、实验二、实验三、实验四、实验五、实验六、实验七、实验八及实验报告)。全书由慎爱民统稿,杨治伟主审。

本教材在编写过程中受到“‘普通化学’精品课程”负责人杨治伟教授的关注与指导,并

提出许多宝贵意见,同时参考了国内一些专家学者的论著,在此表示衷心感谢。

由于编者水平有限,书中错误及不妥之处在所难免,望广大读者批评指正,以便我们在今后的教学实践中不断完善。

编 者

2010 年 10 月

目 录

第一章 绪论	1
第二章 普通化学实验的常用仪器	4
第三章 普通化学实验的基本操作	7
第四章 普通化学实验及计算中的有效数字	19
第五章 普通化学实验	20
实验一 分析天平的使用	20
实验二 气体相对分子质量的测定	26
实验三 溶液的配制与酸碱滴定	28
实验四 化学反应速率与化学平衡	30
实验五 Fe^{3+} 与磺基水杨酸配合物的组成和稳定常数的测定	34
实验六 重铬酸钾吸收光谱的测定	37
实验七 醋酸解离度和解离常数的测定	38
实验八 硫酸铜的提纯	39
实验九 硫酸亚铁铵的制备	41
实验十 原电池电动势的测定	43
实验十一 单质	44
实验十二 无机化合物	49
实验十三 有机化合物	55
实验十四 二氧化铅溶度积的测定	60
实验十五 铁矿中铁的测定	63
实验十六 配位化合物的形成和性质	65
实验十七 电解质溶液	68
实验十八 阳离子的纸上层析法	71
实验十九 化学反应焓变的测定	73
实验二十 燃烧热的测定	76
实验二十一 硫代硫酸钠的制备和性质实验	80
实验二十二 从烂板液中回收硫酸铜及成分测定	82
实验二十三 DTA 404 PC 差热分析	83
第六章 普通化学实验报告	100
实验一 分析天平的使用	100
实验二 气体相对分子质量的测定	101
实验三 溶液的配制与酸碱滴定	102
实验四 化学反应速率与化学平衡	103
实验五 Fe^{3+} 与磺基水杨酸配合物的组成和稳定常数的测定	106

实验六 重铬酸钾吸收光谱的测定	107
实验七 醋酸解离度和解离常数的测定	108
实验八 硫酸铜的提纯	109
实验九 硫酸亚铁铵的制备	110
实验十 原电池电动势的测定	111
实验十一 单质	112
实验十二 无机化合物	114
实验十三 有机化合物	118
实验十四 二氯化铅溶度积的测定	121
实验十五 铁矿中铁的测定	122
实验十六 配位化合物的形成和性质	123
实验十七 电解质溶液	125
实验十八 阳离子的纸上色层分析法	128
实验十九 化学反应焓变的测定	129
实验二十 燃烧热的测定	130
实验二十一 硫代硫酸钠的制备和性质实验	131
实验二十二 从烂板液中回收硫酸铜及成分测定	132
实验二十三 DTA 404 PC 差热分析	133
附录	134
参考文献	142

第一章 绪 论

一、实验目的

普通化学是一门实验科学。实验是化学课程不可缺少的一个重要教学环节,其目的包括:

1. 使课堂中讲授的重要理论和概念得到验证、巩固和充实,并适当地扩大知识面。化学实验不仅能使理论知识形象化,并且能说明这些理论和规律在应用时的条件、范围和方法,较全面地反映化学现象的复杂性和多样性。

2. 培养学生正确地掌握一定的实验操作技能。只有正确的操作,才能得出准确的数据和结果,而后者又是正确结论的主要依据,因此,化学实验中基本操作的训练具有极其重要的意义。

3. 培养学生独立思考和独立工作的能力。学生需要学会联系课堂讲授的知识,仔细地观察和分析实验现象,认真地处理数据和概括现象,并从中得出结论。

4. 培养学生的科学工作态度和习惯,科学工作态度是指实事求是的作风,忠实于所观察到的客观现象。如发现实验现象与理论不符时,应检查操作是否正确或所用的理论是否合适等。科学的工作习惯是指操作正确、观察细致、安排合理等,这些都是做好实验的必要条件。

二、实验的程序与要求

1. 预习 充分预习实验教材是保证做好实验的一个重要环节。预习时应当搞清实验的目的、内容、有关原理、操作方法及注意事项等,初步估计每一反应的预期结果,并根据不同的实验及指导教师的要求做好预习报告。如有需要,某些实验内容可到实验室中在教师指导下进行预习。对于实验内容后面的“实验前准备的思考题”,预习时应认真思考。

2. 提问和检查 实验开始前由指导教师进行集体或个别提问和检查。一方面了解学生的预习情况,另一方面可以具体指导学生的学习方法。检查和提问的内容包括实验的目的、内容、原理、操作和注意事项等。如发现个别学生准备不够,教师可以停止他进行本次实验,在指定日期另行补做。

3. 进行实验 学生应遵守实验室规则,接受教师指导,按照实验教材上规定的方法、步骤及药品的用量进行实验。细心观察现象,如实记录于实验报告中。同时,应深入思考,分析产生现象的原因。如有疑问,可相互讨论或询问教师。

4. 写实验报告 实验完毕后,应当堂(或在指定时间内)写好实验报告,由课代表收齐交给指导教师。实验报告要记录清楚、结论明确、文字简练、书写整洁。不合格者,教师可退回学生重写。教师在接收报告时,可以提出实验中的问题,对学生进行再次查问。

三、实验室规则

1. 实验前清点仪器。如发现有破损或缺少,应立即报告教师,按规定手续向实验准备室补领。实验时仪器如有损坏,亦应按规定手续向实验准备室换取新仪器。未经教师同意,不得拿用别的位置上的仪器。
2. 实验时保持肃静,集中思想,认真操作,仔细观察现象,如实记录结果,积极思考问题。
3. 实验时应保持实验室和桌面清洁整齐。火柴梗、废纸屑、废液、金属屑等应投入废纸篓或倒入废液钵中,严禁投入或倒入水槽内,以防水槽和下水管道堵塞或腐蚀。
4. 实验时要爱护国家财物,小心地使用仪器和实验设备,注意节约水、电、药品。使用精密仪器时,必须严格按照操作规程进行,要谨慎细致。如发现仪器有故障,应立即停止使用,及时报告指导教师。
5. 药品应按规定量取用,自瓶中取出药品后,不应将药品倒回原瓶中,以免带入杂质;取用药品后,应立即盖上瓶塞,以免搞错瓶塞,沾污药品,并随即将瓶放回原处。
6. 实验时必须按正确操作方法进行,注意安全。
7. 实验完毕后,将玻璃仪器洗涤干净,放回原处。整理好桌面,打扫干净水槽和地面,最后洗净双手。
8. 实验完毕后必须检查电插头或闸刀是否拉开,水龙头是否关闭等。实验室内的一切物品(仪器、药品和产物等)不得带离实验室。

四、实验室安全守则

化学药品中有很多是易燃、易爆、有腐蚀性或有毒的药品,所以在化学实验时,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安全注意事项,在实验过程中要集中注意力,遵守操作规程,以避免事故的发生。

1. 加热试管时不要将试管口指向自己或别人,不要俯视正在加热的液体,以免液体溅出,受到伤害。
2. 嗅闻气体时,应用手轻拂气体,煽向自己后再嗅。
3. 使用酒精灯,应随用随点,不用时盖上灯罩。不要用已点燃的酒精灯去点燃别的酒精灯,以免酒精流出而失火。
4. 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿溅在衣服、皮肤,尤其是眼睛上。稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢倒入水中,而不能将水倒入浓硫酸中,以免迸溅。
5. 能产生有刺激性或有毒气体的实验,应在通风橱内(或通风处)进行。
6. 有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物等,特别是氰化物)不得进入口内或接触伤口,也不能将有毒药品随便倒入下水管道。
7. 对于易燃物质,应尽可能使其远离火焰。
8. 实验完毕后,应洗净双手,才可离开实验室。实验室内严禁饮食、吸烟。

五、实验室意外事故的处理

1. 若因酒精、苯或乙醚等引起着火,应立即用湿布或沙土(实验室应备有灭火砂箱)等

扑灭。若遇电气设备着火,必须先切断电源,再用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火。

2. 遇有烫伤事故,可用高锰酸钾或苦味酸溶液擦洗灼伤处,再搽上凡士林或烫伤油膏。

3. 若在眼睛或皮肤上溅着强酸或强碱,应立即用大量水冲洗,然后相应地用碳酸氢钠溶液或硼酸溶液冲洗(若溅在皮肤上最后还可涂些凡士林)。

4. 若吸入氯、氯化氢气体,可立即吸少量酒精和乙醚的混合蒸气解毒;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,伤口内若有玻璃碎片,须先挑出,然后抹上红药水并包扎。

6. 遇有触电事故,首先应切断电源,然后在必要时,进行人工呼吸。

7. 对伤势较重者,应立即送向医院。

第二章 普通化学实验的常用仪器

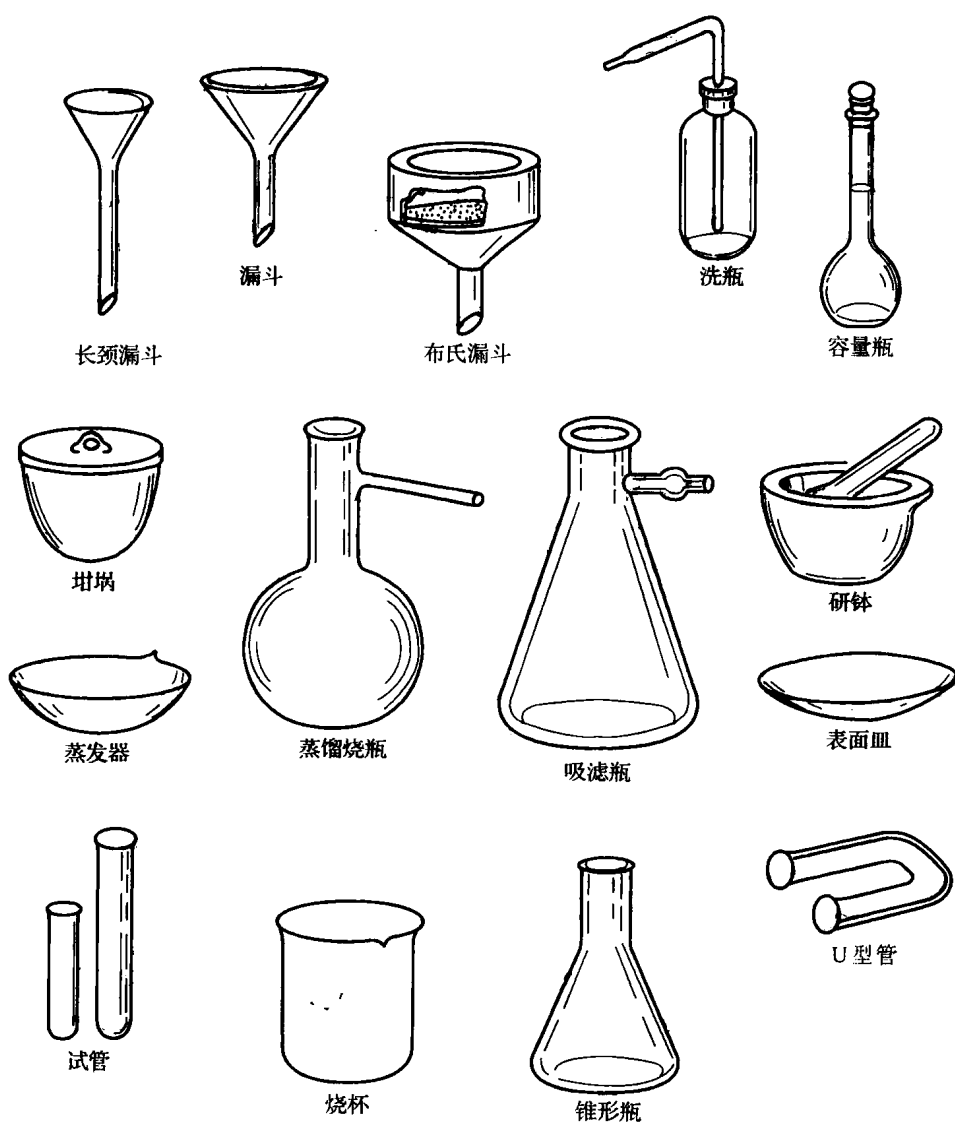


图 2-1 普通化学实验的常用仪器(一)

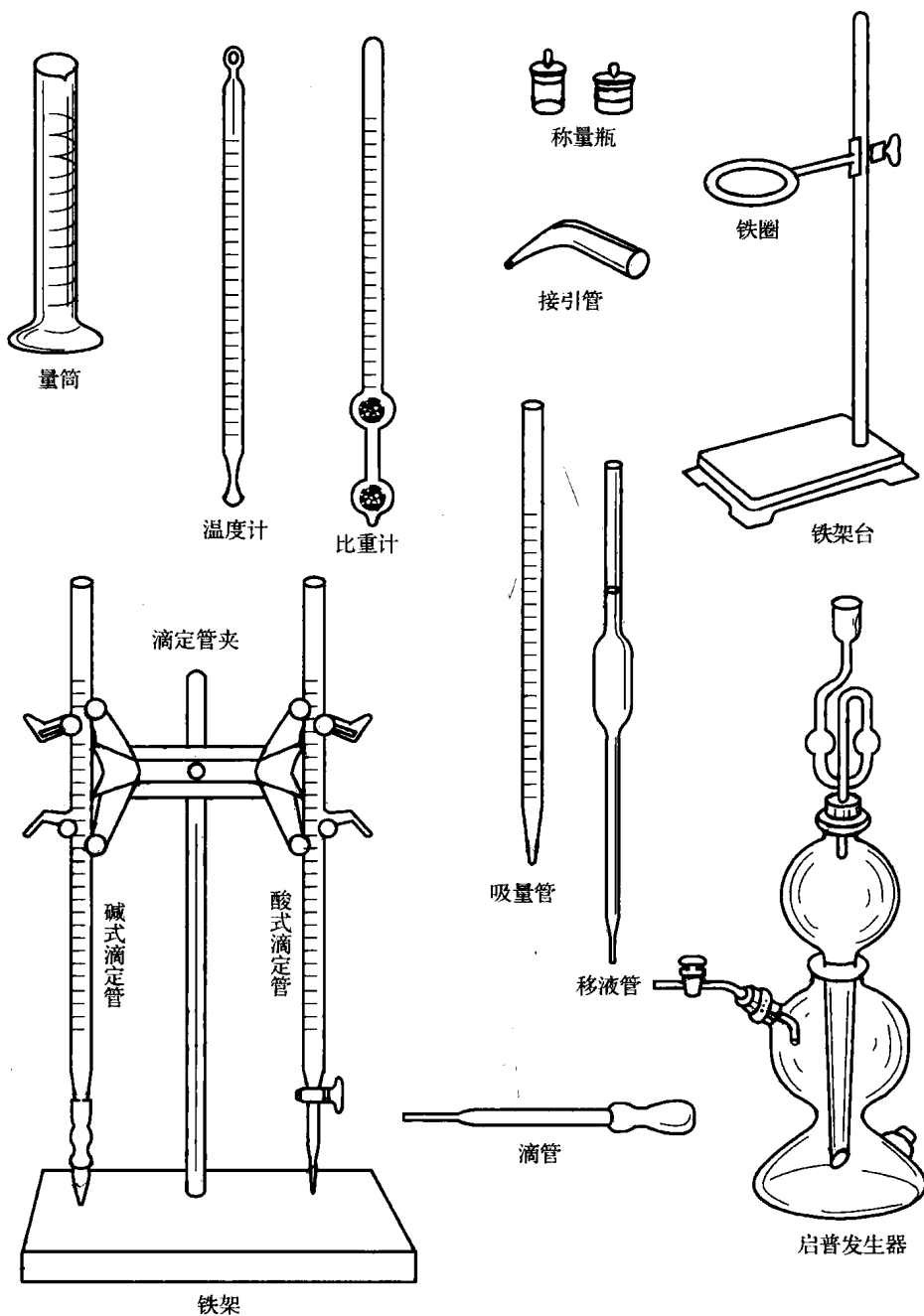


图 2-2 普通化学实验的常用仪器(二)

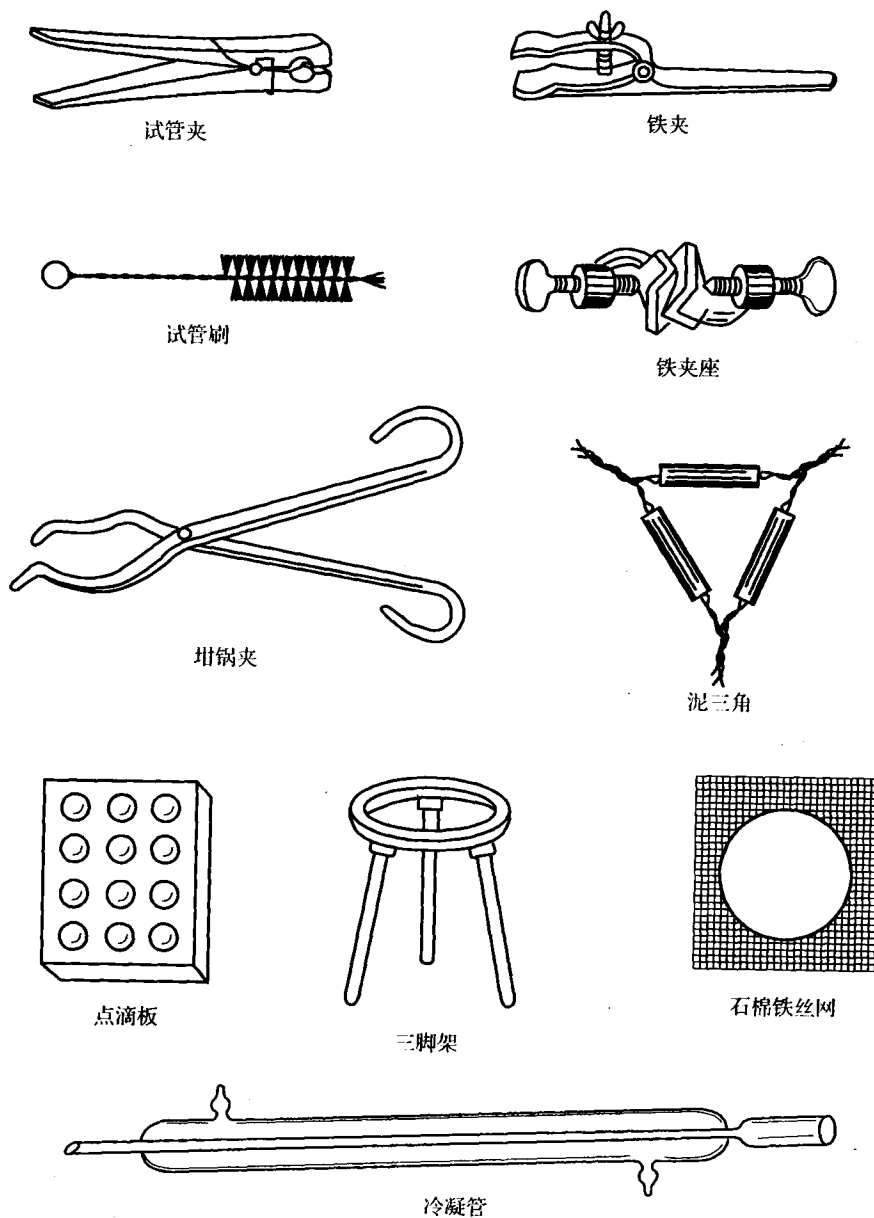


图 2-3 普通化学实验的常用仪器(三)

第三章 普通化学实验的基本操作

一、天平的使用

实验中由于对物品的质量准确度的要求不同,需使用不同类型的天平进行称量。常用的天平有台天平(也叫台秤)、化学天平和分析天平等。一般说来,台天平的感量(称量的精确程度)是0.1 g,化学天平的感量是0.01 g,而分析天平的感量则为0.000 1 g。

台天平 台天平构造如图3-1所示。使用台天平前需先把游码放在刻度尺的零处,检查天平的摆动是否平衡。如果平衡,则指针摆动时所指示的标尺上左右格数应相等,当指针静止时应指在标尺的中线处。如果不平衡,可以调节螺旋,使之平衡。

称量时,将要称的物品放在左台上(或左盘内),然后在右台上(或右盘中)添加砝码。砝码通常从大的加起,如果偏重,就换放小的砝码,10 g以下的砝码用游码代替,直到台天平平衡为止。台天平的砝码和游码可以用干净的手指直接拿取和移动。

称固体药品时,应在两台上(或两盘内)各放一张质量相仿的腊光纸,然后用药匙将药品放在左台(或左盘)的纸上(称氢氧化钠、氢氧化钾等易潮解或有腐蚀性的固体时,应衬以表面皿)。称液体药品时,要用已称过质量的容器盛放药品,称法同前。

化学天平 化学天平的构造和使用方法可参看分析天平。

分析天平 分析天平的构造和使用方法在第五章的实验一“分析天平的使用”中说明。

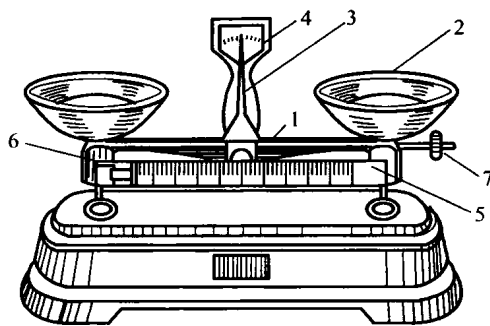


图3-1 台天平

1—横梁;2—托盘;3—指针;4—刻度牌;5—游码标尺;
6—游码;7—平衡调节螺丝

二、灯的使用和加热

1. 灯的使用

在实验室的加热操作中,常使用酒精灯、酒精喷灯、煤气灯或电炉等。酒精灯的温度通常可达400 ~ 500 ℃,酒精喷灯或煤气灯温度分布如图3-2所示,最高温度处通常可达1 000 ℃。

酒精灯 点燃酒精灯需用火柴,切勿用已点燃的酒精灯直接去点燃别的酒精灯。熄灭火焰时,切勿用口去吹,可将灯罩盖上,火焰即灭,然后再提起灯罩,待灯口稍冷,再盖上灯罩,这样可以防止灯口破裂。长时间加热时最好预先用湿布将灯身包围住,以免灯内酒精受热大量挥发而发生危险。不用时,必须将灯罩盖好,以免酒精挥发。

酒精喷灯 常用的酒精喷灯有挂式(图3-3)及座式两种。挂式喷灯的酒精储存在悬挂于高处的储罐内,而座式喷灯的酒精则储存在灯座内。

使用前,先在预热盆中注入酒精,然后点燃盆中的酒精以加热铜质灯管。待盆中酒精将近燃完时,开启开关(逆时针转),这时由于酒精在灯管内气化,并与来自气孔的空气混合,如果用火点燃管口气体,即可形成高温的火焰。调节开关阀门可以控制火焰的大小。用毕后,旋紧开关,即可使灯焰熄灭。

应当指出,在开启开关点燃管口气体以前,必须充分灼热灯管;否则酒精不能全部气化,会有液态酒精由管口喷出,可能形成“火雨”(尤其是挂式喷灯),甚至引起火灾。

挂式喷灯不使用时,必须将储罐的开关关好,以免酒精漏失,甚至发生事故。

煤气灯 煤气灯的式样不一,常用的一种构造如图 3-4 所示。使用时把灯管向下旋转以关闭空气入口;再把螺旋向外旋转以开放煤气入口。慢慢打开煤气管阀门,用火柴在灯管口点燃煤气,然后把灯管向上旋转以导入空气,使煤气燃烧完全,形成蓝色火焰。

煤气燃烧时,若空气量不足,则火焰发黄色光,即应调整空气入口,增加空气量。若空气过多,则会产生“侵入”火焰,这时火焰缩入管内,煤气在管内空气入口处燃烧,而灯管口火焰消失,或者变为一条细长的绿色火焰,同时煤气灯管中发出嘶嘶的声音,可闻到煤气臭味,且灯管被烧得很热。此时应立即关闭煤气管阀门,待灯管冷却后,关闭空气入口,重新点燃使用。

煤气是易燃且有毒的气体,煤气灯用毕,必须随手关闭煤气管阀门,以免发生意外事故。

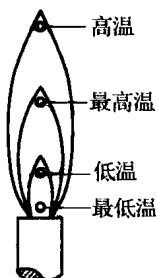


图 3-2 灯的火焰
温度分布

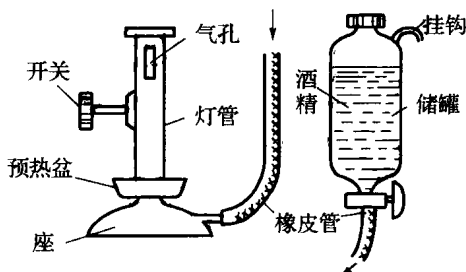


图 3-3 挂式酒精喷灯的结构

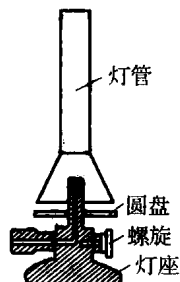


图 3-4 煤气灯

2. 加热

常用的受热仪器有烧杯、烧瓶、锥形瓶、蒸发皿、坩埚、试管等,这些仪器一般不能骤热,受热后也不能立即与潮湿的或过冷的物体接触,以免由于骤热骤冷而破裂。加热液体时,液体体积一般不应超过容器容积的一半,在加热前必须将容器外壁擦干。

烧杯、烧瓶和锥形瓶加热时必须放在石棉丝网(或铁丝网)上,否则容易因受热不均而破裂。

蒸发皿、坩埚灼烧时,应放在泥三角上(图 3-5),如需移动则必须用坩埚夹夹取。

在火焰上加热试管时,应使用试管夹夹住试管的中上部(微热时也可用拇指和食指持试管),试管与桌面成约 60° 的倾斜(图 3-6)。如果加热液体,应先加热液体的中上部,慢慢移动试管,热及下部,然后不时上下移动或摇荡试管,务使各部分液体受热均匀,以免管内液体因受热不均而骤然溅出。

如果加热潮湿的或加热后有水产生的固体时,应将试管口稍微向下倾斜,使管口略低于底部(图 3-7),以免在试管口冷凝的水流向灼热的管底而使试管破裂。

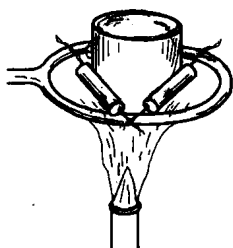


图 3-5 坩埚的灼烧

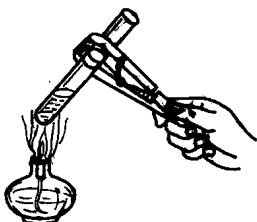


图 3-6 用试管加热液体

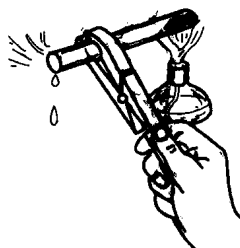


图 3-7 用试管加热潮湿的固体

如果要在一定范围的温度下进行较长时间的加热,则可使用水浴(图 3-8)、蒸汽浴(图 3-9)或砂浴等。水浴或蒸汽浴是具有可移动的同轴圆盖的铜制水锅(也可用烧杯代替(图 3-8))。砂浴是盛有细砂的铁盘。应当指出,离心试管由于底玻璃较薄,不宜直接加热,应在热水浴中加热。

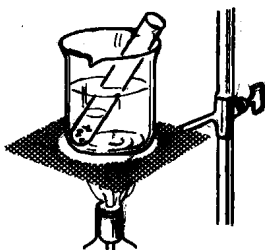


图 3-8 烧杯代替水浴加热

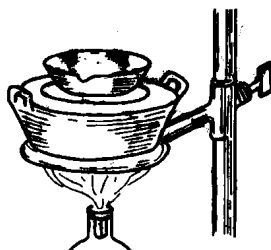


图 3-9 蒸汽浴加热

三、玻璃仪器的洗涤

为了使实验结果正确,必须将实验仪器洗涤干净。现以洗涤试管为例,说明洗涤方法。

在试管内装入约 $1/4$ 的水,摇荡片刻,倒掉,再装水摇荡,倒掉,若管壁能均匀地被水所湿润而不沾附水珠,可认为基本上已洗涤清洁(图 3-10)。

洗涤时也可使用试管刷。刷洗时注意将试管刷前部的毛捏住后放入管内,以免铁丝顶端将试管戳破。如有需要,可用五洁粉刷洗(但不要有五洁粉刷洗有刻度的量器,以免擦伤器壁)。

按上法洗净后,需再用去离子水(或蒸馏水)洗涤,以除去沾附在器壁上的普通水。洗涤的方法一般是从洗瓶向仪器内壁挤入少量去离子水,同时转动仪器或变换洗瓶水流方向,使水能充分淋洗内壁,每次用水量不需太多。如此洗涤 2~3 次后,即可使用。

如果仪器沾污得很厉害,可先用洗涤液处理。在实验室中较常用的是由重铬酸钾和浓硫酸所配成的溶液,叫做洗液。一般可将需要洗涤的仪器浸泡在热的($70\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右)洗液中约十几分钟。取出后,再用水冲洗。用过的洗液如果不显绿色(Cr^{3+} 的颜色),一般仍可倒回原瓶再用(不要随便废弃)。洗液有强烈的腐蚀性,使用时必须小心,防止其溅在皮肤或衣



图 3-10 试管的清洁情况

服上。有油渍的仪器可先用热的氢氧化钠或碳酸钠溶液处理。

四、药品的取用

取用药品前,应看清标签。取用时,如果瓶塞顶是扁平的,瓶塞取出后可倒置桌上;如果瓶塞顶不是扁平的,可用食指和中指(或中指和无名指)将瓶塞夹住(或放在清洁的表面皿上),绝不可将它横置桌上。

固体药品需用清洁、干燥的药匙(塑料、玻璃或牛角的)取用,不得用手直接拿取。

药匙的两端为大小两个匙,取大量固体时用大匙,取少量固体时用小匙(取用的固体要放入小试管时,也可用小匙)。

液体药品一般可用量筒量取,或用滴管吸取。用滴管将液体滴入试管中时,应用左手垂直地拿持试管,右手持滴管橡皮头将滴管放在试管口的正中上方(图3-11),然后挤捏滴管的橡皮头,使液体滴入试管中。绝不可将滴管伸入试管中(图3-12),否则,滴管口易沾有试管壁上的其他液体,如果再将此滴管放入药品瓶中,则会沾污该瓶中的药品。若所用的是滴瓶中的滴管,使用后应立即插回原来的滴瓶中。不得把沾有液体药品的滴管横置或将滴管口向上斜放,以免液体流入滴管的橡皮头。

用量筒量取液体时,应左手持量筒,并以大拇指指示所需体积的刻度处;右手持药品瓶(药品标签应握在手心处),瓶口紧靠量筒口边缘,慢慢注入液体(图3-13)到所指刻度。读取刻度时,视线应与液面在同一水平面上。如果不慎倾出了过多的液体,只能将多余液体丢弃或给他人使用,不得倒回原瓶。

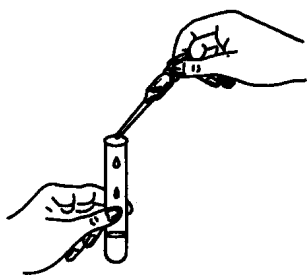


图3-11 用滴管滴加少量
液体药品的正确操作

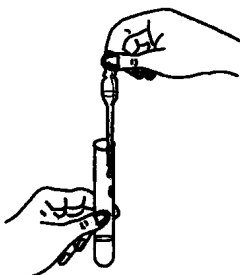


图3-12 用滴管滴加少量
液体药品的错误操作

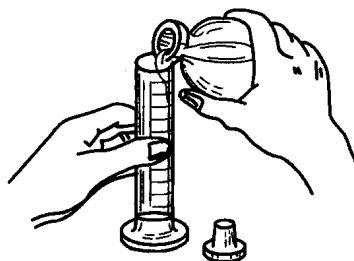


图3-13 用量筒量取液体
的操作

药品取用后,必须立即将瓶塞盖好。实验室中药品瓶的摆放一般均有一定的次序和位置,不得任意变动。

若需移动药品瓶,使用后应立即放回原处。取用浓酸、浓碱等腐蚀性药品时,要防止溅到眼睛、皮肤上或洒在衣服上。如果酸、碱等洒在桌上,应立即用湿布擦去,如果溅到眼睛或皮肤上要立即用大量清水冲洗。

五、容量瓶、滴定管和移液管的洗涤和使用

常用的量器除量筒外,还有容量瓶、移液管和滴定管等。量筒只能用来量取体积不需十分精确的液体,而容量瓶、移液管和滴定管则有较高的精确度,容积在100 mL以下的这些量器的精确限度一般可达0.01 mL。