

21世纪高等院校教材

新编 普通化学实验

General Chemistry Experiment

浙江大学化学系 组编
郑 豪 方文军 主编



科学出版社

www.sciencep.com

33
4

21 世纪高等院校教材

新编普通化学实验

浙江大学化学系 组编

郑 豪 方文军 主编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书是依据 2000 年高等学校理工类非化学化工专业普通化学课程教学基本要求编写的,可与《新编普通化学》(徐端钧等编著,科学出版社,2004 年)配套使用。全书由实验基础、实验内容、附录三个部分组成,共编入 30 个实验。本书加强了应用性、趣味性和设计性实验内容,如应用性实验中的电镀铜,非金属材料电镀,透明皂、干电池的制备等;设计性实验中纳米二氧化硅的制备及质量分析,葡萄糖生物传感器的制备及其应用,甲壳素的水解和壳聚糖脱乙酰度的测定等。全书力求理论联系实际,通过实验有效地培养学生的动手能力和创新能力,同时提高学生学习化学的兴趣。

本书可作为高等院校理工类非化学化工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

新编普通化学实验/郑豪,方文军主编. —北京:科学出版社,2005
(21 世纪高等院校教材)

ISBN 7-03-014544-5

I. 新… II. ①郑…②方… 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(2004)第 122276 号

责任编辑:王志欣 刘俊来 吴伶伶 / 责任校对:宋玲玲
责任印制:安春生 / 封面设计:耕者工作室

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>

双青印刷厂 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2005 年 1 月第 一 版 开本:B5(720×1000)

2005 年 1 月第一次印刷 印张:10 3/4

印数:1—4 000 字数:201 000

定价:18.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换(环伟))

前 言

本书是根据 2000 年 6 月工科普通化学课程教学指导小组发布的《高等学校工科普通化学教学基本要求》的精神, 结合化学的发展方向以及我校多年普通化学实验的教学经验编写而成。

普通化学实验是非化学化工专业大学普通化学课程的重要组成部分, 旨在为大学生提供宝贵的实践机会和空间。今天, 培养“厚基础、宽口径、高素质”的创新型、应用型人才已成为高等院校人才培养的共同目标。普通化学实验尤其注重培养学生独立思考、设计实验方案等实验技能和科学素养, 使学生得到全面的化学素质教育。

本书分三个部分。第一部分为实验基础, 介绍普通化学实验的基本知识、基本操作、基本技能, 还包括实验结果的数据处理和实验报告书写格式。第二部分为实验内容, 共编入 30 个实验, 包括基础性实验、应用性实验和设计性实验三大类, 基础性实验涉及无机物和有机物的制备、常数测定、物质的提纯、分离和含量测定; 应用性实验选择了化学与药理学、材料科学、环境科学、工业生产等密切相关的实验素材; 设计性实验则涉及纳米材料、生物传感器以及海洋生物材料等目前化学研究领域的前沿课题, 实验内容仅提供背景资料、实验路线设计提纲、参考文献, 旨在培养学生的科学思维能力和创新意识。第三部分为附录。

参加本书编写工作的有: 谢玉群(实验一、三、十一、十二、二十一、二十七), 刘加庚(实验二、四、六、十七、二十、二十二), 吴庆银(实验五、八、十六、二十一、二十五), 方文军(第一部分实验基础中的化学安全知识、实验七、十、十五、二十三), 张昭(实验十八), 郑豪(实验九、十三、十四、十九、二十四、二十六、二十八、二十九、三十, 第一部分实验基础, 第三部分附录)。全书由郑豪和方文军主编, 并负责全书的统稿。

本书在编写过程中, 得到了浙江大学国家理科(化学)基础教学研究和教学人才培养基地、浙江大学国家工科基础课程(化学)教学基地的支持, 浙江大学化学系的徐端钧教授、朱龙观教授对本书的编写提出了许多建设性意见, 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难免, 希望读者批评指正。

编 者

2004 年 12 月于求是园

目 录

前言

第一部分 实验基础

1 基本知识	(3)
1.1 化学实验的目的	(3)
1.2 化学实验的学习方法	(3)
1.3 实验室规则	(3)
1.4 实验室安全知识	(4)
1.5 化学试剂的规格、气体钢瓶的颜色	(5)
1.6 化学安全知识	(6)
2 基本操作	(10)
2.1 仪器的洗涤和干燥	(10)
2.2 液体度量仪器的使用	(11)
2.3 重结晶	(14)
2.4 常压过滤和减压过滤	(15)
2.5 升华	(17)
3 基本技能	(18)
3.1 电子天平的使用	(18)
3.2 恒温槽的使用	(19)
3.3 分光光度计的使用	(20)
3.4 pH 计的使用	(22)
3.5 电导率仪的使用	(25)
3.6 离心机的使用	(27)
3.7 旋转蒸发仪的使用	(27)
4 实验结果的数据处理	(29)
4.1 误差和偏差	(29)
4.2 有效数字及其有关计算规则	(30)
4.3 实验数据的图表处理(Excel or Origin)	(31)

5 实验报告的格式示例·····	(33)
5.1 制备实验·····	(33)
5.2 常数测定实验·····	(33)
5.3 性质实验·····	(34)

第二部分 实验内容

1 基础性实验·····	(39)
实验一 硫酸亚铁铵的制备及纯度测定·····	(39)
实验二 硫代硫酸钠的制备和鉴定·····	(42)
实验三 明矾的制备及晶体培养·····	(46)
实验四 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备与 X 射线粉末衍射测定·····	(49)
实验五 固体超强酸:12-钨磷杂多酸的制备和性质·····	(52)
实验六 对硝基苯乙腈的制备·····	(55)
实验七 纯液体和溶液的饱和蒸气压测定·····	(58)
实验八 电解质在水溶液中的离子平衡·····	(62)
实验九 乙酸解离度及解离常数的测定·····	(69)
实验十 电导法测定乙酸乙酯皂化反应的速率常数和活化能·····	(74)
实验十一 水样中微量铁离子含量的测定·····	(78)
实验十二 钢样中锰含量的测定·····	(81)
实验十三 柱层析分离植物色素·····	(85)
实验十四 氨基酸的分离和鉴定·····	(88)
实验十五 B-Z 化学振荡反应·····	(91)
2 应用性实验·····	(95)
实验十六 茶叶中咖啡因的提取·····	(95)
实验十七 透明皂的制备·····	(98)
实验十八 锌锰干电池的制备及其电动势的测定·····	(101)
实验十九 电镀铜·····	(105)
实验二十 非金属材料电镀·····	(109)
实验二十一 磁性材料——铁氧体的制备与应用·····	(115)
实验二十二 水的硬度测定与软化处理·····	(121)
实验二十三 煤的发热量测定·····	(127)
实验二十四 阿司匹林胶囊的制备和红外分析表征·····	(132)
实验二十五 聚乙烯醇缩甲醛胶水的合成·····	(135)

实验二十六 胶黏剂——脲醛树脂的制备	(139)
实验二十七 铝的阳极氧化与着色	(142)
3 设计性实验	(146)
实验二十八 纳米二氧化硅的制备及质量分析	(146)
实验二十九 葡萄糖生物传感器的制备及其应用	(147)
实验三十 甲壳素的水解和壳聚糖脱乙酰度的测定	(149)

第三部分 附 录

附录1 常用理化数据	(155)
附录2 国际相对原子质量	(163)

第一部分

实验基础

1 基本知识

1.1 化学实验的目的

化学是一门以实验为基础的学科，许多定律和理论都是从实验中发现、归纳出来的。今天，化学实验已经成为化学教学中不可缺少的重要组成部分。其目的是使学生直接获得化学感性认识，掌握化学知识，了解化学已广泛地渗透到生命科学、材料科学、环境科学、能源科学等众多学科领域。培养学生实事求是的科学态度、创新意识。为培养一流的研究性人才打下坚实的基础。

1.2 化学实验的学习方法

为了达到上述目的，需要树立正确的学习态度，同时要有正确的学习方法。务必做到以下“四个认真”。

(1) 认真预习。根据预习要求理解实验的基本原理，熟悉实验内容和注意事项，预习有关的基本操作和仪器的使用，完成简明扼要的预习报告。

(2) 认真参加讨论。实验前教师以讲解和提问相结合的方式，明确实验原理、操作要点和注意事项，学生应积极参与讨论。

(3) 认真做实验。独立操作，仔细观察实验现象，实事求是地记录实验现象和数据。

(4) 认真写实验报告。按要求根据原始记录处理数据，独立完成实验报告。

1.3 实验室规则

(1) 实验前认真预习并做好预习报告，未预习者，不得进行实验。

(2) 规范操作，认真观察实验现象，如实记录实验现象和数据。

(3) 注意安全，爱护仪器，保持实验室的整洁和安静。

(4) 公用仪器及试剂等就地使用或使用后立即放回原处，试剂瓶和盖子不可分离。

(5) 实验完毕后，整理仪器和药品，清洗用过的仪器，检查水、电等开关是

否关好，经教师同意后方可离开实验室。

(6) 按时递交实验报告。

1.4 实验室安全知识

化学药品有很多是易燃、易爆、有腐蚀性或有毒的物质，所以做化学实验，必须十分重视安全问题，预习实验时充分了解实验过程中的安全注意事项，在实验时，集中注意力，严格遵守操作规程，避免事故的发生。

1.4.1 实验室安全守则

(1) 乙醇、乙醚、丙酮、苯等有机易燃物质，使用时一定要远离火源，取用完毕后应及时盖紧瓶塞。

(2) 能产生如 H_2S 、 Cl_2 、 CO 、 HCHO 等有毒或有刺激性气体的实验，应在通风橱内进行。

(3) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性，使用时应非常小心，切勿溅到皮肤和衣服上，特别要注意保护眼睛。稀释浓硫酸时，应将浓硫酸慢慢注入水中，而不可将水倒入浓硫酸中。

(4) 不要俯视正在加热的液体。加热试管时，不要将试管口指向自己或别人。

(5) 实验室内严禁饮食、吸烟。防止如氰化物、砷化合物、汞及其汞化合物、钡盐、铅盐、高价铬盐入口或接触伤口。剩余废液不允许倒入下水道。

(6) 注意用电安全，不能用湿手接触电器。

(7) 使用高压气体钢瓶时，应严格按操作规程进行操作。使用氢气钢瓶时，注意关闭一切明火。

(8) 实验完毕，应关闭电源、水龙头、气源，方可离开实验室。

1.4.2 实验室救护

(1) 割伤

如伤口较小，可用去离子水洗净伤口，然后贴上“创可贴”或涂上 PVP 碘；如伤口较大较深，应以无菌纱布包扎后，立即送医院救治。

(2) 烫伤

轻度烫伤可立即用冷水冲洗，然后用高锰酸钾溶液或苦味酸溶液揩洗灼伤

处，再涂上烫伤药膏。

(3) 酸、碱腐蚀

被强酸腐蚀后，首先用大量自来水冲洗伤处，再用饱和 NaHCO_3 冲洗，最后用蒸馏水冲洗；被强碱腐蚀后，同样首先用大量自来水冲洗伤处，然后用硼酸饱和溶液或质量分数约为 2% 的乙酸溶液冲洗，再用去离子水冲洗。如眼睛受伤，应在冲洗后立即送医院治疗。

(4) 吸入有毒气体

若吸入 Cl_2 、 HCl 等有毒气体时，可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气来解毒。若吸入 H_2S 、 CO 等气体而感到不适时，应立即到室外呼吸新鲜空气。

(5) 触电

应立即拉开电闸切断电源，必要时应进行人工呼吸并迅速送医院救治。

(6) 起火

应立即关闭电源，一般小火可用湿布或细砂土扑灭；火势较大时，用灭火器扑灭，泡沫灭火器用于一般的起火，四氯化碳灭火器用于电器设备起火。

身上衣服着火时，应赶快脱下衣服或就地卧倒打滚。

1.5 化学试剂的规格、气体钢瓶的颜色

1.5.1 化学试剂的规格

化学试剂按杂质含量的多少，通常分为四个等级，我国的化学试剂等级见表 1.1.1。

表 1.1.1 我国的化学试剂等级

等级	一级试剂 (保证试剂)	二级试剂 (分析试剂)	三级试剂 (化学纯试剂)	四级试剂 (实验试剂)
符号	GR	AR	CP	LR
标签的颜色	绿色	红色	蓝色	黄色或棕色
适用范围	精密分析	一般的分析	定性分析，化学制备	化学制备

需要指出的是，并非试剂越纯越好，因为级别不同的试剂价格相差很大，只要与实验的要求相适应即可，避免造成不必要的浪费。

1.5.2 气体钢瓶的颜色

实验室中高压气体钢瓶的种类可由其颜色加以辨别，见表 1.1.2。

表 1.1.2 高压气体钢瓶的标志

名称	瓶体颜色	字样	字体颜色	横条颜色
氢气	深绿色	氢	红色	棕色
氧气	天蓝色	氧	黑色	
氮气	黑色	氮	黄色	
氩气	灰色	氩	绿色	
氯气	草绿	氯	白黄	
乙炔	白色	C ₂ H ₂	红色	红色
氟利昂	银灰	氟利昂	黑色	
硫化氢	白色	硫化氢	红色	
石油气	灰色	石油气	红色	
二氧化碳	黑色	二氧化碳	黄色	
二氧化硫	黑色	二氧化硫	白色	黄色
其他可燃气体	红色	—	白色	
其他不可燃气体	黑色	—	黄色	

气体钢瓶在运输、贮存和使用时，勿与坚硬物体撞击，勿暴晒在烈日下以及靠近高温处。氢气、氧气或可燃气体钢瓶严禁靠近明火，严禁与易燃物品放置在一起。存放氢气等可燃性气体钢瓶的房间应注意通风，以免漏出的氢气或可燃性气体与空气混合后遇到火种发生爆炸。有毒气体（如液氯等）钢瓶应单独存放，严防有毒气体逸出，注意室内通风。若两种钢瓶中的气体接触后可能引起燃烧或爆炸，则这两种钢瓶不能存放在一起，如氢气瓶和氧气瓶、氢气瓶和氯气瓶等。液化气体钢瓶使用时一定要直立放置，禁止倒置使用。钢瓶应定期进行安全检查，如进行水压试验，气密性试验和壁厚测定等。

高压钢瓶必须要安装好减压阀后方可使用。一般地，可燃性气体钢瓶上阀门的螺纹为反扣（如氢、乙炔），其他则为正扣。各种减压阀绝对不能混用。开、闭气阀时，操作人员应避开瓶口方向，站在侧面，并缓慢操作，不能猛开阀门。钢瓶内气体不能完全用尽，应保持在 0.05MPa 表压以上的残留压力。可燃性气体 C₂H₂ 应剩余 0.2~0.3MPa，H₂ 应保留 2MPa，以防止外界空气进入气体钢瓶，在重新灌气时发生危险。

1.6 化学安全知识

1.6.1 常用危险化学品的分类及标志

常用化学品的危险性类别、危险标志及危险特性都有明确的规定和标志

(GB 13690-92), 在化学品的生产、使用、贮存和运输过程中应当加以注意。常用危险化学品按危险特性分为 8 类:

第 1 类, 爆炸品。指在外界作用下 (如受热、受压、撞击等), 能发生剧烈的化学反应, 瞬时产生大量的气体和热量, 使周围压力急骤上升, 发生爆炸, 对周围环境造成破坏的物品, 也包括无整体爆炸危险, 但具有燃烧、抛射及较小爆炸危险的物品。

第 2 类, 压缩气体和液化气体。指压缩、液化或加压溶解的气体, 并应符合下述两种情况之一者: ①临界温度低于 50°C , 或在 50°C 时, 其蒸气压力大于 294kPa 的压缩或液化气体; ②温度在 21.1°C 时, 气体的绝对压力大于 275kPa , 或在 54.4°C 时, 气体的绝对压力大于 715kPa 的压缩气体; 或在 37.8°C 时, 雷德蒸气压力大于 275kPa 的液化气体或加压溶解的气体。

第 3 类, 易燃液体。指易燃的液体, 液体混合物或含有固体物质的液体, 其闭杯试验闪点等于或低于 61°C 。

第 4 类, 易燃固体、自燃物品和遇湿易燃物品。易燃固体指燃点低, 对热、撞击、摩擦敏感, 易被外部火源点燃, 燃烧迅速, 并可能散发出有毒烟雾或有毒气体的固体。自燃物品指自燃点低, 在空气中易发生氧化反应, 放出热量, 而自行燃烧的物品。遇湿易燃物品指遇水或受潮时, 发生剧烈化学反应, 放出大量的易燃气体和热量的物品, 有的不需明火, 即能燃烧或爆炸。

第 5 类, 氧化剂和有机过氧化物。氧化剂系指处于高氧化态、具有强氧化性, 易分解并放出氧和热量的物质, 包括含有过氧基的无机物, 其本身不一定可燃, 但能导致可燃物的燃烧, 与松软的粉末状可燃物能组成爆炸性混合物, 对热、震动或摩擦较敏感。有机过氧化物系指分子组成中含有过氧基的有机物, 其本身易燃易爆, 极易分解, 对热、震动或摩擦极为敏感。

第 6 类, 有毒品。指进入机体后, 累积达一定的量, 能与体液和器官组织发生生物化学作用或生物物理学作用, 扰乱或破坏肌体的正常生理功能, 引起某些器官和系统暂时性或持久性的病理改变, 甚至危及生命的物品。经口摄取半数致死量: 固体 $\text{LD}_{50} \leq 500\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, 液体 $\text{LD}_{50} \leq 2\,000\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$; 经皮肤接触 24h, 半数致死量 $\text{LD}_{50} \leq 1\,000\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$; 粉尘、烟雾及蒸气吸入半数致死量 $\text{LC}_{50} \leq 10\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的固体或液体。

第 7 类, 放射性物品。指放射性比活度大于 $7.4 \times 10^4 \text{Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$ 的物品。

第 8 类, 腐蚀品。指能灼伤人体组织并对金属等物品造成损坏的固体或液体。与皮肤接触在 4h 内出现可见坏死现象, 或温度在 55°C 时, 对 20 号钢的表面均匀年腐蚀率超过 $6.25\text{mm} \cdot \text{a}^{-1}$ 的固体或液体。

常用危险化学品的危险特性和类别, 都有明显的标志图形。具体如下:



1.6.2 化学品的毒性

化学物质侵入机体引起伤害的途径主要有：吸入、食入和经皮肤吸收。但总是同进入体内的量相联系的，不应该简单地某种物质有毒有害。不恰当地侵入会引起生理功能或正常结构的病理改变，危害健康。恰当地摄入一些物质对人体并无害处，甚至是有益的。我国对空气中有害物质的最高允许浓度 ($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$) 有明确的规定，以保证人不致发生急性和慢性职业性危害而维护人的健康。化学物质的毒性常用引起实验动物某种毒性反应所需的剂量表示，如半数致死量或浓度

(LD₅₀或LC₅₀)，即染毒动物半数死亡的剂量或浓度。根据LD₅₀，化学物质的急性毒性分为剧毒、高毒、中等毒、低毒、微毒五级（表1.1.3）。这种分级法是一个便于比较的相对指标。

表 1.1.3 化学物质急性毒性分级

毒性分级	大鼠一次经口 LD ₅₀ /(mg·kg ⁻¹)	6只大鼠吸入4h死亡2~4 只的浓度/(mg·kg ⁻¹)	兔涂皮时LD ₅₀ /(mg·kg ⁻¹)	对人可能致死量	
				(g·kg ⁻¹)	总量/g(60kg体重)
剧毒	<1	<10	<5	<0.05	0.1
高毒	1—	10—	5—	0.05—	3
中等毒	50—	100—	44—	0.5—	30
低毒	500—	1 000—	350—	5—	250
微毒	5 000—	10 000—	2 180—	>15	>1 000

1.6.3 气体爆炸界限

可燃性的气体与空气的混合物，当两者的比例处于爆炸界限内，只要有一个适当的热源（如电火花）诱发，将引起爆炸。表1.1.4中列出某些可燃气体在空气中的爆炸界限。

表 1.1.4 某些可燃气体在空气中的爆炸界限（体积分数）

气体	爆炸下限/%	爆炸上限/%	气体	爆炸下限/%	爆炸上限/%
氢	4.0	74.2	乙酸	4.1	—
乙烯	2.8	28.6	乙酸乙酯	2.2	11.4
乙炔	2.5	80.0	一氧化碳	12.5	74.2
甲烷	5.3	14	二硫化碳	1.25	44
丙烷	2.4	9.5	乙醇	3.3	19.0
戊烷	1.6	7.8	丙酮	2.6	12.8
乙醚	1.9	36.5	水煤气	7.0	72
苯	1.4	6.8	煤气	5.3	32
氨	15.5	27.0			

应尽量防止可燃性气体散失到室内空气中。同时保持室内通风良好，不致使可燃性气体形成可爆炸的混合气。在操作大量可燃性气体时，应严禁使用明火，严禁用可能产生电火花的电器以及防止铁器撞击产生火花等。

2 基本操作

2.1 仪器的洗涤和干燥

2.1.1 玻璃仪器的洗涤

为了使实验结果正确,必须将实验所用的玻璃仪器洗涤干净,一般来说,附着在玻璃仪器上的污物有尘土、可溶性物质、有机物、油污及不溶性物质,针对不同的污物,可以分别用下列方法洗涤。

(1) 用水刷洗。用水和试管刷刷洗,除去玻璃仪器上的尘土、可溶性物质和不溶性物质,再用去离子水荡洗 2~3 次。

(2) 用去污粉、洗衣粉刷洗。这些洗涤剂可以洗去油污和有机物。

(3) 用碱液洗。碱液对油污和有机物的去污能力很强,先将碱液放入玻璃仪器中浸泡一段时间,然后将碱液倒回原瓶中,用自来水将仪器冲洗干净,再用去离子水荡洗 2~3 次。碱液的配制方法:称取 10g NaOH 溶解于 200mL 的乙醇溶液中即可。注意:碱液具有很强的腐蚀性,使用时必须小心,防止它溅在皮肤或衣服上。

(4) 用酸液洗。酸液对油污和有机物的去污能力极强,洗涤方法同碱液。酸液的配制方法:称取 10g $K_2Cr_2O_7$ 于 20mL 水中,加热溶解,冷却后在不断搅拌下缓缓加入 200mL 浓硫酸,得到呈深红棕色的酸液。注意:酸液具有很强的腐蚀性,使用时必须小心,防止它溅在皮肤或衣服上。

(5) 超声波洗涤。具有简便、易操作、清洗效果好的特点。

洗涤后的玻璃仪器倒置时不挂水珠,说明仪器已经洗涤干净,洗净的仪器不能用布或纸擦拭。

2.1.2 玻璃仪器的干燥

可采用下列方法将洗净的仪器干燥。

(1) 自然晾干。实验结束后,可将洗净的仪器倒置于干净的仪器架上或实验柜内,任其自然晾干。