

高中化学 实验报告集锦

供高中学生使用

主编 江顺 周虹



同济大学出版社
TONGJI UNIVERSITY PRESS

内 容 提 要

本书既是实验教学的工具书,又是一本学生进行实验的参考书。主要内容包括:仪器分析实验基本知识、高中教材课堂实验和学生探究实验、课外拓展实验、课后兴趣小实验。本书不仅为一线教师提供更丰富的实验资源,也有利于激发学生对化学物质探究的兴趣和意识,学习探究事物的方法,体会生活中充满丰富的化学知识。本书既让每个学生都有实验训练的机会,又便于教师根据学生实验设计、实验操作、完成实验的结果以及实验报告所反映的情况综合进行评定。

图书在版编目(CIP)数据

高中化学实验报告集锦/江顺,周虹主编. -- 上海:同济大学出版社,2015.5
ISBN 978-7-5608-5802-9

I. ①高… II. ①江… ②周… III. ①中学化学课—高中—实验报告 IV. ①G634.83

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 062472 号

高中化学实验报告集锦 供高中学生使用

江 顺 周 虹 主 编

责任编辑 赵 黎 责任校对 徐春莲 封面设计 陈益平

出版发行 同济大学出版社 www.tongjipress.com.cn
(地址:上海市四平路 1239 号 邮编:200092 电话:021-65985622)
经 销 全国各地新华书店
印 刷 大丰科星印刷有限责任公司
开 本 787 mm×1092 mm 1/16
印 张 14
字 数 349 000
版 次 2015 年 5 月第 1 版 2015 年 5 月第 1 次印刷
书 号 ISBN 978-7-5608-5802-9

定 价 35.00 元

本书若有印装质量问题,请向本社发行部调换 版权所有 侵权必究

前 言

化学实验是根据化学实验目的,实验者运用实验仪器、设备及装置等物质手段,在人为特定的实验条件下,变革化学实验对象的状态或性质,通过实验观察获得各种化学科学事实(即化学实验事实)的一种科学研究方法。

化学是以实验为基础的科学。古代东方的炼丹道士,以实验尝试寻找长生不老的药丹;中世纪西方的炼金术士,就是以实验寻找使贱金属变为黄金的方法。虽然均未能成功,但其所开创的溶解、结晶、过滤、蒸馏及干馏等方法成为近代化学的基础。随着科学技术的进展,必然有新的操作方法及测定法出现,但事实上,化学实验的基本概念及操作技巧往往是不会因岁月的变迁而改变的。学习化学最有效的途径是化学实验。学生唯有在细心及耐心的实验过程中掌握化学实验的技巧,才能一步步了解化学基本概念及认识各种物质的特性,养成优良的科学态度。

本书是一本实验教学的工具书,也是一本学生进行实验的参考书。本书的编写主要包括:化学试验基本知识、仪器分析实验基本知识、高中教材课堂实验、学生探究实验、课外拓展实验、课后兴趣小实验等。其中仪器分析实验知识主要针对那些对化学有高度热忱的学生,使其以分析仪器为工具,亲自动手参与所需物质化学组成和结构等信息的实践活动,便于尝试简单的科技创新活动,并关注数字技术的实验,改进创新设计。高中教材课堂实验和学生探究实验是学生在学校应完成的必做实验。对教材中实验进行全面梳理、分析解读,可帮助学生更好地理解实验目的和原理,更顺利地完 成教学实验步骤和操作,进一步细化、优化实验过程,确保教材实验的可靠性和成功率。课外拓展实验是增进学有余力、

学有兴致的学生对教材部分内容的进一步探究与实践、迁移与应用。创造条件使学生在实践中获得体验和知识,从中培养学生的科学精神和创新素养,并能把获得的知识用于实践。同时克服传统学科体系的封闭性,反映化学的新发展,化学课程和其他科学课程的综合,让学生体验化学使我们生活更精彩。课后兴趣实验通过仪器装置、实验方法、实验过程、实验手段等多种改进创新设计,增加实验的趣味性、直观性、简约化。本书不仅为一线教师提供更丰富的实验资源,也有利于激发学生对化学物质探究的兴趣和意识,学习探究事物的方法,体会生活中充满丰富的化学知识。本书既让每个学生都有实验训练的机会,又便于教师根据学生实验设计、实验操作、完成实验的结果以及实验报告所反映的情况进行综合评定。

实验使我们心灵手巧,实验使我们不盲从“权威”,实验拓展了我们的视野,成了我们认识客观世界的必不可少的手段。所以,我们应该学好实验,做好实验,不断地研究和改进实验。本书由杨浦区化学学科高地控江中学的部分老师承担主要编写和统稿工作,杨浦区教师进修学院教研员刘丽君老师在百忙之中抽出时间精心审校,上海市特级教师杜淑贤老师给予精心指导,在此表示由衷的感谢。本书作为一种尝试,有许多地方还有待充实完善,敬请广大读者提出宝贵意见和建议。

江 顺

2014年10月

目 录

前 言

绪 论 化学实验发展史概述	1
第一章 化学实验基本知识	12
第一节 化学实验室安全常识	12
第二节 化学实验常用仪器	14
第三节 化学试剂的规格、存放及取用	19
第四节 分析化学中的误差及数据处理	22
第二章 仪器分析实验的基本知识	29
第一节 仪器分析简介	29
第二节 仪器分析方法选介	31
第三节 仪器分析实验的基本要求	37
第三章 高中教材课堂实验	39
实验 3-1 粗盐提纯	39
实验 3-2 从海带中提取碘	41
实验 3-3 配置一定物质的量浓度的碳酸钠溶液	43
实验 3-4 部分含硫、氮元素物质的性质及检验	44
实验 3-5 测定大理石与盐酸反应生成二氧化碳的化学反应速率	46
实验 3-6 影响化学反应速率的几个因素的实验	48
实验 3-7 几种酸溶液和碱溶液的 pH 值	49
实验 3-8 盐溶液的酸碱性	50
实验 3-9 氢氧化铝的弱碱性和弱酸性	51
实验 3-10 测定某温度下 1 mol 氢气的体积	53
实验 3-11 硫酸铜晶体中结晶水含量的测定	55

实验 3-12	测定氢氧化钠溶液的浓度	56
实验 3-13	乙醇和乙醛的氧化	58
实验 3-14	乙酸乙酯的制取	59
实验 3-15	氯化铁的鉴定和几种化肥的鉴别	61
实验 3-16	用重结晶的方法除去硝酸钾中的少量氯化钠	62
实验 3-17	氢氧化铝的两性	64
实验 3-18	分离氯化铁和氯化铝的混合溶液	65
实验 3-19	离子的检验	66
实验 3-20	测定含有少量氯化钠的碳酸氢钠的含量	68
实验 3-21	镀锌铁皮镀锌层厚度的测定	70
实验 3-22	测定含有少量氧化钠的过氧化钠的纯度	71
实验 3-23	制备乙酸丁酯	73
实验 3-24	过氧化氢分解速率的研究	76
第四章	高中教材学生探究实验	79
实验 4-1	实验室制氯化氢气体	79
实验 4-2	自制褪色灵	80
实验 4-3	比较氯、溴、碘的化学活泼性	82
实验 4-4	乙酸的弱酸性	85
实验 4-5	探究锌和硫酸反应速率	86
实验 4-6	分别探究二氧化碳和溴在水中的平衡	87
实验 4-7	卤代烃的水解反应	89
实验 4-8	苯酚的弱酸性	90
实验 4-9	葡萄糖的化学性质	91
实验 4-10	酯水解反应趋于完全的条件	93
实验 4-11	设计具有启普发生器作用原理的气体发生装置	94
实验 4-12	苯酚钠和二氧化碳反应的探究	96
第五章	高中课外拓展实验	98
实验 5-1	硫酸亚铁铵的制备	98
实验 5-2	以废弃易拉罐提取铝制备明矾	101
实验 5-3	电解法测定阿伏加德罗常数	104

实验 5-4	利用废弃食品塑料袋制取乙烯、凡士林、汽油等产物	106
实验 5-5	工业酒精的蒸馏	108
实验 5-6	蒸馏法提取玫瑰油	111
实验 5-7	关于消毒剂过氧化氢分解速率的研究	113
实验 5-8	肥皂的制作	115
实验 5-9	霜膏类化妆品的制备	117
实验 5-10	食用白醋中醋酸浓度的测定	118
实验 5-11	过氧化氢含量的测定(高锰酸钾法)	121
实验 5-12	硫酸铵中含氮量的测定(甲醛法)	125
实验 5-13	混合碱的分析(双指示剂法)	127
实验 5-14	胃舒平药片中铝和镁的测定	130
实验 5-15	水样的总硬度测定	134
实验 5-16	电导率的测定及其应用	137
实验 5-17	紫外-可见分光光度法测定果糖含量	141
实验 5-18	乙酰水杨酸的制备与提纯	144
实验 5-19	紫外差值光谱法测定废水中的微量酚	147
实验 5-20	食品中 NO_2^- 含量的测定	149
第六章 课后兴趣小实验		152
实验 6-1	不同温度下 KNO_3 溶解度的测定	152
实验 6-2	自制酸碱指示剂	153
实验 6-3	用废干电池锌皮制取硫酸锌晶体	155
实验 6-4	空气平均分子量的简易测定	156
实验 6-5	牙膏中主要成分的检验	158
实验 6-6	指纹鉴定以及检验加碘食盐中的碘元素	160
实验 6-7	中和热的测定	162
实验 6-8	维生素 C 的性质实验	164
实验 6-9	一组原电池原理的实验	166
实验 6-10	亚硝酸钠的检验	167
实验 6-11	一组有趣的电笔绘画	169
实验 6-12	白铁皮锌镀层厚度的测定	172
实验 6-13	纸上层析法分离铜离子和铁离子	174

实验 6-14	索尔维制碱法(工业制纯碱)实验	175
实验 6-15	乙醇分子结构的确定	177
实验 6-16	石蜡的催化裂化	179
实验 6-17	葡萄糖的性质	181
实验 6-18	酚醛树脂的制备	182
实验 6-19	蛋白质的性质	184
实验 6-20	奇异的脱脂棉	186
实验 6-21	硫酸铜大晶体的制备	187
实验 6-22	明矾的净水作用	188
实验 6-23	生活中几种常用有机物的简易鉴别	189
实验 6-24	食物中常见元素的测定	191
实验 6-25	蛋壳蚀刻	192
实验 6-26	胃舒平中氢氧化铝的检验	193
实验 6-27	叶脉书签的制作	194
实验 6-28	自制豆腐及豆腐中钙质和蛋白质的检验	196
附录		199
附录 1	国际制基本单位	199
附录 2	国际原子量表	199
附录 3	市售酸碱试剂的浓度、含量及密度	201
附录 4	常用酸碱试剂的浓度与相对密度(20℃)	201
附录 5	饱和蒸汽温度密度对照表	204
附录 6	弱酸在水溶液中的离解常数(25℃)	205
附录 7	弱碱在水溶液中的离解常数(25℃)	206
附录 8	某些无机化合物在部分有机溶剂中的溶解度	207
附录 9	常见难溶化合物溶度积常数	209
附录 10	标准电极电位	210
附录 11	某些无机物和有机物的标准摩尔生成焓(25℃)	214

化学实验发展史概述

化学实验是化学科学赖以产生和发展的基础,从其发展过程来看,大致经过了早期化学实验、近代化学实验和现代化学实验 3 个发展时期。

一、早期化学实验

从远古时代开始到 17 世纪,化学实验在向科学道路迈进的过程中,经历了一段漫长的发展时期。

1. 化学实验的萌芽

人类对火的利用已有 100 多万年的历史了。火是人类最早使用的化学实验手段。人类最早从事的制陶、冶金、酿酒等,都与火有直接或间接的联系。在熊熊烈火中,烧制成型的黏土可获得陶器;烧炼矿石可得到金属。陶器的发明使人类有了贮水器以及贮藏粮食和液体食物的器皿,从而为酿酒工艺的形成和发展创造了条件。制陶、冶金和酿酒等,已孕育了化学实验的萌芽。例如,在烧制灰、黑陶中,工匠们在焙烧后期便封闭窑顶和窑门,再从窑顶徐徐喷水,致使陶土中的铁质生成四氧化三铁,又使表面覆上一层炭黑,这些都是化学工艺的雏形。

2. 原始化学实验

古代的炼丹术是早期化学实验的主要和典型的代表。炼丹的主要目的,一是希望得到能使人长生不死的“仙药”;二是想把一些廉价的金属借助于“仙药”的点化,转变为贵重的黄金和白银。由于炼丹活动符合帝王、贵族长生不死、永续霸业的愿望,因而受到他们的大力推崇,于是,从古代到中古时代,这种活动一直保持兴盛。焙烧是炼丹术士经常采用的一种基本的化学实验操作方法。例如在空气中焙烧方铅矿(即硫化铅)等贱金属矿石,把铅放在灰皿或骨灰造的盘子中加热,铅烧掉之后,可以得到一点银;把黄铁矿(从外表看有点像黄金)与铅共熔,铅用灰皿烧掉之后,可以获得微量的黄金。除焙烧之外,炼丹术士还经常使用一些液体“试药”来对各种金属进行加工。液体试药通常是一些能在金属表面涂上颜色的物质。例如,硫黄水(多硫化化合物的溶液)能把金属黄化成黄金;汞能在其他金属表面留下银色。在制造液体试药的过程中,炼丹术士发明了蒸馏器、烧杯、冷凝器和过滤器等化学实验仪器,以及溶解、过滤、结晶、升华,特别是蒸馏等化学实验操作方法。蒸馏方法的广泛使用,促进了酒精、硝酸、硫酸和盐酸等溶剂和试剂的发现,从而扩大了化学实验的范围,为后来许多物质的制取创造了条件。蒸馏是早期化学实验中最完整的一种重要实验操作方法。到了 16 世纪,出现了大批有关蒸馏方法的书籍,如希罗尼姆·布伦契威格(Hieronimus Brunschwygk, 1450—1513)1500 年出版的《蒸馏术简明手段》及其增订版《蒸馏术大全》(1512 年出版)等。这些著作对蒸馏方法作了较详细的叙述。蒸馏在早期化学实验发展史

上占有重要地位,它至今在基础化学实验中还被经常运用。

3. 向化学科学实验的过渡

到了15世纪,炼丹术由于缺乏科学基础,屡遭失败而变得声名狼藉。化学实验则开始在医学和冶金等一些实用工艺中发挥作用,并不断得到发展。在医药化学时期,最具代表性的人物是瑞士的医生、医药化学家帕拉塞斯(P. A. Paracelsus, 1493—1541)。他强调化学研究的不应在于“点金”,而应该把化学知识应用于医疗实践,制取药物。他和他的弟子们通过对矿物药剂的性质和疗效的研究,在制备新药剂的过程中,探讨了许多无机物的分离、提纯方法,进行了一些合成实验,并总结出这些物质的性质。因此,有人认为帕拉塞斯“从根本上改变了医疗和化学的发展道路”。安德雷·李巴乌(Andreas Libavius, 1540—1616)是德国的医生、医药化学家,他极力强调化学的实用意义,为推进化学成为一门独立科学做出了重要贡献。他编著的《工艺化学大全》(1611—1613年问世),总结了他多年的实验经验。书中叙述了硫酸和王水的制备方法;证明了焙烧硝石和硫黄所得到的硫酸与干馏胆矾所得到的完全是同一种物质;首次提出将食盐与胆矾一起在泥坩埚中焙烧制取盐酸的方法;讲解了用金属锡与氯化汞一起加热、蒸馏获得四氯化锡(后来被称为“李巴乌发烟液”)的方法;描述了含铜的溶液遇氨水变为翠蓝的现象,并建议用这种方法检验水中的氨。这部著作的问世,使化学终于有了真正的教科书。他还设计过一所实验室建筑的详图,但直到1683年,这所实验室才在阿尔特多夫(Altdorf)修建起来。继帕拉塞斯、李巴乌之后,对后世影响较大、对化学实验的发展贡献卓著的医药化学家还有赫尔蒙特(J. B. Van Helmont, 1597—1644)。他工作的最大特点是对化学进行定量研究,广泛使用了天平,并萌生了初始的物质不灭的思想。他所做的“柳树实验”和“沙子实验”是早期化学实验发展史上著名的两个定量实验。此外,他在无机物制备方面取得过空前的成果,曾对燃烧现象提出过独到的见解。因此,他常被尊为从炼丹术到化学的过渡阶段的代表。化学实验在冶金方面也曾发挥过重要作用。德国著名化验师埃尔克(L. Ercker, 1530—1594)在其编著的《主要矿石加工和采掘方法说明》(1574年出版)一书中较为系统地论述了当时对银、金、铜、镉、汞以及铋和铅的合金的检验技术,制取和精炼这些金属的技艺,以及制取酸、盐和其他化合物的技术。这部著作被认为是分析化学和冶金化学的第一部手册。

4. 早期化学实验的特点

早期的化学实验还只能算做是化学“试验”,具有很大的盲目性;还没有从生产、生活实践中分化出来,成为独立的科学实践。最早的制陶、冶金和酿酒等活动是低级的、缺乏理论指导的、不自觉的实践活动;作为化学实验原始形式的炼丹术,其实验目的也只是追求长生不老药或点金之术,变贱金属为贵金属。尽管如此,还应该肯定从事早期化学实验的工匠和炼丹术士们是化学实验的先驱和开拓者。他们发明了焙烧、溶解、结晶、蒸馏、过滤和冷凝等化学实验操作方法;制造了风箱、坩埚、铁剪、烧杯、平底蒸发皿、沙浴、焙烧炉等化学实验仪器和装置;发现和制取了铜、金、银、汞、铅等金属,酒精、硝酸、硫酸、盐酸等化学溶剂和试剂,以及许多酸、碱、盐,甚至意识到了一些粗浅的化学反应规律。后人正是从他们的经验教训中,才找到了化学实验的历史使命,建立了化学实验科学。

二、近代化学实验

17至19世纪是近代化学实验时期。随着欧洲资本主义生产方式的诞生和工业革命的

进行,以及天文学、物理学等学科的重大突破,化学实验终于冲破了炼丹术的桎梏,走上了科学的康庄大道。为此做出巨大贡献的化学实验家当推波义耳(R. Boyle, 1627—1691)和拉瓦锡(A. L. Lavoisier, 1743—1794)。

1. 化学科学实验的奠基人——波义耳

“波义耳把化学确立为科学”。作为近代化学科学的确立者,波义耳也是化学科学实验的重要奠基人。他认为,只有运用严密的和科学的实验方法才能够把化学确立为科学。他明确指出:“化学,为了完成其光荣而庄严的使命,就不能认为到目前为止的研究方法是正确的。而必须抛弃古代传统的思辩方法”,只有这样,化学才能像“已经觉醒了的天文学和物理学那样,立足于严密的实验基础之上”;“不应该把理性放在高于一切的位置,知识应该从实验中来,实验是最好的老师”,“没有实验,任何新的东西都不能深知”,“空谈无济于事,实验决定一切”,“人之所以能效力于世界者,莫过于勤在实验上做功夫”。他的这些观点和主张,奠定了化学实验方法论的基础。不仅如此,波义耳还是一位技术精湛的化学实验家。他一生做过大量的化学实验,获得了许多重要的发现。他是第一个发明指示剂的化学家,他把各种天然植物的汁液或配成溶液,或做成试纸(“石蕊试纸”就是波义耳发明的),并根据指示剂颜色的变化来检验酸和碱;他还发现了铜盐和银盐、盐酸和硫酸的化学检验方法,并在1685年发表的《矿泉水的实验研究史的简单回顾》一文中,描述了一套鉴定物质的方法。因此,他还常被尊为定性分析化学的奠基者。

2. 定量化学实验方法论的创立者——拉瓦锡

拉瓦锡“是明确提出把量做为衡量尺度对化学现象进行实验证明的第一位化学家”,他把近代化学实验推进到定量研究的水平。拉瓦锡从一开始从事化学科学研究,就非常善于发挥天平在化学研究中的作用,重视对物质及其变化进行定量测定。他21岁时所做的第一个化学实验,就是定量地测定石膏在加热和冷却过程中水分的变化。他一生做过很多定量化学实验,并依据实验事实揭示了“水变成土”以及“火粒子”学说、“燃素说”的谬误。“水变成土”是赫尔蒙特根据他著名的“柳树实验”提出来的,后来又得到波义耳和牛顿(J. Newton, 1642—1727)的赞同。为了检验这一观点的科学性,拉瓦锡进行了如下实验:将收集到的被认为是最纯净的雨水连续蒸馏了8次;然后将这些水倒入一个特制的玻璃蒸馏器中,加热驱去其中的空气,并加以密封;用沙浴在 $60^{\circ}\text{C}\sim 70^{\circ}\text{C}$ 加热101 d。结果发现其中确有悬浮的小片固体物出现。这似乎是水变成了土的证据。然而,拉瓦锡仔细称量了加热前后水的重量、容器的重量,以及水和容器的总重量,终于查明,水和容器的总重量在加热前后并没有变化,而且密封在瓶中的水的重量也没起变化,只是玻璃容器本身变轻了,而减轻的重量又恰好与固体悬浮物的重量相当。这样,拉瓦锡查明了那些悬浮物来自玻璃容器,从而以坚实的实验数据否定了“水变成土”的错误观点。“火粒子”学说,是波义耳为解释金属煅烧后重量增加的原因而提出来的。为了检验这一假说,拉瓦锡重复了波义耳在密闭的烧瓶中煅烧金属锡的实验。他与波义耳的不同之处在于,在打开烧瓶之前对整个密闭体系进行了称量,结果发现整个体系在加热前后重量没有变化。这就证明波义耳曾经设想的在加热过程中火的微粒透过玻璃壁进入烧瓶内与金属锡结合而增重的观点是错误的。

拉瓦锡还通过对硫和磷等一些物质燃烧现象的定量实验研究,否定了统治化学长达百年之久的“燃素说”,建立了氧化学说,并确立了“质量守恒定律”。拉瓦锡的定量实验研究,极大地丰富和发展了化学实验方法论。对物质及其变化,不仅要用定性分析方法,而且还必

须运用定量分析方法,只有二者的有机结合,才能正确认识物质及其变化在质和量两个方面的性质和规律;化学实验是建立化学理论的基础和检验化学理论的标准。他曾明确指出:“在任何情况下,都应该使我们的推理受到实验的检验,除了通过实验和观察的自然道路去寻求真理以外,别无他途。”拉瓦锡的化学实验方法论思想,对化学实验从定性向量的发展,产生了积极和深远的影响,成为近代化学实验发展史上的重要里程碑。正是在此基础上,近代化学实验才得以蓬勃发展,从而拓展了化学科学研究的领域,导致了許多重要化学理论的建立和发展。

3. 化学实验是化学科学理论建立和发展的基础

道尔顿(J. Dalton, 1766—1844)原子论就是在化学科学实验的基础上建立起来的。他通过化学实验,研究了许多地区的空气组成,发现各地的空气都是由氧、氮、二氧化碳和水蒸气4种重要物质的无数个微小颗粒(道尔顿称之为“原子”)混合起来的。他进一步分析了一氧化碳和二氧化碳、沼气(CH_4)和油气(C_2H_4)的组成,发现前两种气体中氧的重量比为1:2,后两种气体中与同量碳化合的氢的重量比为2:1。这使道尔顿发现了倍比定律。这个实验定律成为他确立化学原子论的重要基石。

1805年,法国化学家盖·吕萨克(J. L. Gay-Lussac, 1778—1850)在研究氢气和氧气的化合时发现,100个体积的氧气总是和200个体积的氢气相化合;在进一步研究氨与氯化氢、一氧化碳与氧气、氮气与氢气的化合时,居然发现都具有简单整数比的关系。于是,他于1808年发现了气体化合体积定律。为了对这个实验定律进行理论解释,意大利化学家阿伏加德罗(A. Avogadro, 1776—1856)引入了“分子”的概念,提出了著名的分子假说。

1824年,年仅24岁的德国化学家维勒(F. Wohler, 1800—1882)做了一个在化学实验发展史上非常著名的实验,即用氯化铵(NH_4Cl)水溶液同氰酸银(AgCNO)作用来制取氰酸铵(NH_4CNO)。然而,当他滤去氯化银(AgCl)沉淀并对溶液进行蒸发时,并没有得到所期望的氰酸铵,而是得到了一种白色结晶状物质。为了确定这种白色结晶物,维勒又用了4年的时间,采用不同的无机物不同的方法,对其进行了一系列的定性和定量实验研究,最后终于确认实验中所得到的这种白色结晶状物质,正是动物机体内的代谢产物尿素。1828年,他发表了《论尿素的人工合成》的论文,以雄辩的实验事实公布了这一重大成果。这一实验成果,意义重大,动摇了传统的“生命力论”的基础,开辟了用无机物合成有机化合物的新天地。1845年,德国化学家柯尔柏(H. Kolbe, 1818—1884)用木炭、硫黄、氯水等无机物合成了酒精、蚁酸、葡萄糖、苹果酸、柠檬酸、琥珀酸等一系列有机酸,进而还合成了油脂类和糖类物质;到了19世纪后期,有机合成更加蓬勃发展,先后用人工方法合成了染料、香料、药物和炸药等。

维勒不但用氰酸铵人工合成了尿素,而且还分析了氰酸银的化学组成,结果竟与李比希(J. Von Liebig, 1803—1873)对雷酸银的化学组成的分析结果相当吻合。而氰酸银和雷酸银确是两种性质不同的化合物。为此,维勒与李比希又共同研究了氰酸、雷酸和三聚氰酸,发现它们的化学组成完全相同,而性质却不相同。瑞典的化学大师贝采里乌斯(J. J. Berzelius, 1779—1848)在这些实验事实的基础上,提出了“同分异构”的概念,认为之所以性质不同,是由于它们的化学结构不同。这导致了有机化合物经典结构理论的建立和发展。1800年,历史上第一个电池——提供稳定、持续电流的电源装置,即伏打(A. Volta, 1745—1827)电堆诞生了。它是近代化学实验发展史上非常重要的实验手段之一。应用这种实验

明了“碱量计”可以说是最原始的滴定管。随着人工合成指示剂的出现,到了19世纪30~50年代,滴定分析法的发展达到极盛时期,其应用范围显著扩大,准确度大为提高,接近了重量分析法所能达到的程度。在这一时期,盖-吕萨克发明的银量法,大大提高了滴定分析法的信誉;滴定分析法的种类更加繁多,除酸碱中和滴定法外,人们还发明和发展了沉淀滴定法、氧化还原滴定法、络合滴定法等一些具体的滴定方法。到了19世纪50年代,又出现了带有玻璃磨口塞和用剪式夹控制流速的滴定管,使这种方法更趋完善。

(4) 光谱分析法 这是利用光谱线来分析某种元素存在与否的一种方法。它是由德国化学家本生(R. W. Bunsen, 1811—1899)和基尔霍夫(G. R. Kirchhoff, 1824—1887)共同创立的。1855年,本生为克服当时的煤气灯的缺点,发明了著名的“本生灯”。金属及其盐在本生灯火焰中能产生特殊的带有颜色的火焰,据此可以鉴别这些金属。为了使产生的光谱具有更好的观察效果,他们两人合作研制成了分光镜,并用这种新的实验仪器发现了铯、钡等元素。随后人们又用这种方法发现了铷、铟、镓、铊、锗等。

2. 近代化学实验的特点

随着欧洲资本主义生产方式的建立和发展,近代化学实验作为一种相对独立的科学实践活动,从生产实践中分化出来,历经两百多年,取得了突飞猛进的发展。

(1) 明确了化学科学实验的性质、目的和作用 化学实验不再是服务于炼丹术等封建迷信和宗教神学的婢女,不再是从属于观察的附属物,而是一种独立的化学科学实践、重要的化学科学认识方法。只有通过化学科学实验,才能达到对物质的本质及其变化规律的正确认识。同古代化学实验相比,近代化学实验已不仅仅是获得化学实验事实的重要途径、手段和方法,而且还具有验证化学假说和检验化学理论、发现和合成新的化学物质、推动化学分支学科建立和发展的作用。

(2) 建立和发展了化学实验方法论 波义耳和拉瓦锡有关化学实验的思想和主张,对化学实验方法论的建立起到了重要的奠基作用。此后,许多化学家又创立了一系列化学实验方法,丰富和发展了化学实验方法论。正是这些先进的方法论思想,提供了近代化学科学发展的思想条件。

(3) 发明和研制了较先进的实验仪器和装置 如精密天平、伏打电堆、光谱分析仪、“弹式”量热计、磨口滴定管等,这些先进的实验仪器和装置把化学科学研究带入了一个又一个崭新的领域,为近代化学科学的发展奠定了先决的物质基础。

四、现代化学实验

19世纪末20世纪初,以震惊整个自然科学的电子、X射线与放射性等三大发现为标志,化学实验进入了现代发展阶段。同近代化学实验相比,现代化学实验具有一些新特点。

(一) 实验内容以结构测定和化学合成实验为主

1. 结构测定实验

结构测定实验源于人们对阴极放电现象微观本质的探讨。早在1836年,法拉第就曾研究过低压气体中的放电现象。1869年,德国化学家希托夫(J. W. Hittorf, 1824—1914)发现真空放电子阴极,并以直线传播。1876年,戈尔茨坦(E. Goldstein, 1850—1930)将这种射线命名为“阴极射线”。1878年,英国化学家克鲁克斯(Sir W. Crookes, 1832—1919)发现阴极射线能推动小风车,被磁场排斥或牵引,是带电的粒子流。1897年,克鲁克斯的学生英国物

理学家 J·J·汤姆生(J. J. Thomson, 1856—1940)对阴极射线作了定性和定量的研究,测定了阴极射线中粒子的荷质比。这种比原子还小的粒子被命名为“电子”。电子的发现,动摇了“原子不可分”的传统化学观。1895年,德国物理学家伦琴(W. C. Röntgen, 1845—1923)在研究阴极射线时发现了 X 射线。1896年,法国物理学家贝克勒(A. H. Becquerel, 1852—1908)发现了“铀射线”。次年,法国著名化学家玛丽·居里(M. Curie, 1867—1934)又发现了钷也能产生射线,于是,她把这种现象称为“放射性”,把具有这种性质的元素称为放射性元素。居里夫妇经过极其艰苦的努力,于 1898 年先后发现了具有更强放射性的新元素钋和镭。随后,又花费了几年时间,从 2 吨铀的废矿渣中分离出 0.1 g 光谱纯的氯化镭,并测定了镭的原子量。镭曾被称为“伟大的革命家”,克鲁克斯敏锐地评论说:“十分之几克的镭就破坏了化学中的原子论。”可见这一成果意义的重大。为此,居里夫人获得了 1911 年的诺贝尔化学奖。1898 年, J·J·汤姆生的学生 E·卢瑟福(E. Rutherford, 1871—1937)发现铀和铀的化合物发出的射线有两种不同的类型,一种是 α 射线,一种是 β 射线;两年后,法国化学家维拉尔(P. Villard, 1860—1934)又发现了第三种射线—— γ 射线。1901 年,卢瑟福和英国年轻的化学家索迪(F. Soddy, 1877—1956)进行了一系列合作实验研究,发现镭和钷等放射性元素都具有蜕变现象。据此,他们提出了著名的元素蜕变假说,认为放射性的产生是由于一种元素蜕变成另一种元素所引起的。这一成果具有革命意义,打破了“元素不能变”的传统化学观。卢瑟福也因此荣获 1908 年的诺贝尔化学奖。电子、放射性和元素蜕变理论奠定了化学结构测定实验的理论基础。1912 年,德国物理学家劳埃(M. von Laue, 1879—1960)发现 X 射线通过硫酸铜、硫化锌、铜、氯化钠、铁和萤石等晶体时可以产生衍射现象。这一发现提供了一种在原子-分子水平上对无机物和有机物结构进行测定的重要实验方法,即 X 射线衍射法。无机物的结构测定的真正开始是 X 射线衍射法发现以后。在此之前,像氯化钠这样简单的离子化合物的结构问题,对化学家来说都是一个难题,但运用这种方法之后,化学家才恍然大悟,原来其结构是如此简单。20 世纪 20~30 年代,人们运用 X 射线衍射法分析测定了数以百计的无机盐、金属配合物和一系列硅酸盐的晶体结构。有机物的晶体结构测定始于 20 世纪 20 年代。在此期间,人们测定了六亚甲基四胺、简单的聚苯环系、己链烃、尿素、一些甾族化合物、镍钛菁、纤维素以及一系列天然高分子和人工聚合物的结构。20 世纪 40 至 50 年代,有机物晶体结构分析工作更加蓬勃发展,最突出的是 1949 年青霉素晶体结构、1952 年二茂铁(金属有机化合物)结构和 1957 年维生素 B₁₂ 结构的测定。另外,人们应用 X 射线衍射法还对一系列复杂蛋白质的结构进行了测定,取得了许多重大突破,为分子生物学理论的建立奠定了坚实的实验基础。

2. 化学合成实验

化学合成实验是现代化学实验的一个非常活跃的领域。随着现代化学实验仪器、设备和方法的飞速发展,人们创造了很多过去根本无法创设的实验条件,合成了大量结构复杂的化学物质。制备硼的氢化物,一直是久未攻克的化学难题。1912 年,德国化学家斯托克(A. Stock, 1876—1946)对硼烷进行了开创性的工作,发明了一种专门的真空设备,采取低温方法合成了一系列硼的氢化物(从 B₂H₆ 到 B₁₀H₁₄),并研究了它们的分子量和化学性质。1940 年,斯托克的学生 E·威伯格用氨与硼烷作用制成了结构与苯相似的“无机苯”B₃N₃H₆。1962 年,英国化学家巴特利特(N. Bartlett, 1932—)合成了第一种稀有气体化合物六氟铂酸氙,打破了统治化学达 80 年之久的稀有气体“不能参加化学反应”的传统化学

观,开辟了新的化学合成领域。有机合成在 20 世纪取得了突飞猛进的发展,合成了许多高分子化合物,如酚醛树脂(1907 年)、丁钠橡胶(1910 年)、尼龙纤维(1934 年)。对有机天然产物合成贡献较大的化学家,应首推美国化学家伍德沃德(R. B. Woodward, 1917—1979)。他先后合成了奎宁(1944 年)、包括胆固醇和皮质酮(可的松)在内的甾族化合物(1951 年)、利血平(1956 年)、叶绿素(1960 年)以及维生素 B₁₂(1972 年)等。为表彰他的杰出贡献,他获得了 1965 年的诺贝尔化学奖,被誉为“当代的有机化学大师”。1965 年,我国科学家第一次实现了具有生物活性的结晶牛胰岛素蛋白质的人工合成,这对揭示生命奥秘具有重要意义;1972 年,美国化学家科勒拉(H. G. Khorana, 1922—)等人使用模板技艺合成了具有 77 个核苷酸片断的 DNA,其后又合成了含有 207 个碱基对的具有生物活性的大肠杆菌 DNA;1981 年,我国科学家又实现了具有生物活性的酵母丙氨酸 tRNA 的首次全合成,取得了又一突破。现代化学实验除上述两方面以外,还在溶液理论的发展和化学反应动力学的建立等方面发挥了重要作用。

(二) 化学实验手段的现代化

化学实验手段是制约化学科学研究的非常重要的方面。虽然在 19 世纪化学实验手段已经有了相当的水平,形成了一套相对比较完整的化学常规仪器(包括各种玻璃仪器在内)和设备,但这些仪器和设备的质量还不高,种类还不够齐全,精度也不够灵敏和准确。为克服这些不足,人们在对原有的化学实验手段加以改进的同时,积极吸收现代各种科学技术的新成果,创造和发明了一大批现代化的实验仪器和设备。在 18 至 19 世纪,天平曾是使化学实验定量化的重要实验手段,借助于天平,人们取得了一系列重要实验成果。但当时的天平还比较粗糙,灵敏度一般只能达到 0.01~0.1 g。为了满足现代化学科学研究的需要,人们对天平进行了改进和完善,制造了一些灵敏度更高、操作更方便的天平。如现代的分析天平,从称量范围来看,有常量分析天平(范围:0.1 mg~100 g)、微量分析天平(范围:0.001 mg~20 g)和介于二者之间的半微量分析天平;从种类来看,有等臂式天平和悬臂式超微量天平(灵敏度可达 0.01 μg,最大载重为 1 mg)。这些天平具有灵敏、准确和操作方便(如应用光学、电学原理制造的电光天平)等特点。现代化学的许多重大突破都与化学实验手段的改进、发明和创造紧密相关。1919 年 J·J·汤姆生的助手阿斯顿(F. W. Aston, 1877—1945)改进了磁分离器,制成了第一台质谱仪,从而把人类研究微观粒子的手段向前大大推进了一步。阿斯顿利用质谱仪发现了氦、氩、氪、氙、氡等元素都有同位素存在;在 71 种元素中,他发现了天然存在的 287 种核素中的 212 种。为表彰阿斯顿在研制质谱仪和发现众多核素方面的卓越贡献,他于 1922 年获得了诺贝尔化学奖。现代化学实验使用了很多灵敏、精确和快速的实验手段,表现出仪器化的特点,红外光谱、核磁共振、顺磁共振和质谱等实验手段已被广泛使用。在微量分析和痕量杂质分析方面,出现了原子吸收光谱、极谱分析、库仑分析以及萃取、离子交换分离、色谱、电泳层析等新的分析、分离技术和手段;在化学元素或组分的分析测定、微观分子结构、晶体结构、表面化学结构等的分析测定方面,出现了 X 射线、荧光光谱、光电子能谱、扫描电镜、电子探针、拉曼激光光谱、分子束、四圆衍射仪、低能电子衍射、中子衍射、皮秒激光光谱等现代化的实验技术和手段。运用这些实验手段,能够更精确地进行化学定量检测,达到微(10⁻⁶)米、纳(10⁻⁹)米、甚至皮(10⁻¹²)米数量级,从而大大促进了化学实验手段的精密化。近 30 年来,计算机在化学实验中得到了卓有成效的应用,正逐步成为重要的化学实验手段。目前出现的各种仪器的联机使用和自动化,不仅用于