

新世纪高等教育系列教材(公共课)

基础化学实验教程

主编 张敏

副主编 袁先友 林和成

参编 蒋海明 邹龙生 欧光川

刘芳 张敏 袁先友

林和成 王琼 丁满花

吉林大学出版社

图书在版编目(CIP)数据
基础化学实验教程 / 张敏主编. — 长春 : 吉林大学出版社, 2013.
I. 基... II. 张... III. 基础化学实验 — 高等学校 — 教材 IV. 647
中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2013) 第 222222 号

21 世纪高等教育系列教材(公共课)

基础化学实验教程
张敏主编

责任编辑、责任校对 张显吉	封面设计 水木时代(北京)图书中心
吉林大学出版社出版 (长春市明德路 200 号)	吉林大学出版社发行 安徽蚌埠广达印务有限公司印刷
开本 787mm×1092mm 1/16 印张 10.5	2013 年 12 月第 1 版
印张 10.5	2013 年 12 月第 1 次印刷
字数 200 千字	印数 1000 册

图书定价 25.00 元

前 摇 言

作为一本化学实验用书,本书内容包括基础知识、基本操作训练、综合性实验、设计性实验、研究实验三个层次的实验内容。全书突出了化学、生物工程、食品质量与安全三个专业相通相融的特色,打破了常规《无机化学实验》、《有机化学实验》、《分析化学实验》、《物理化学实验》各自单独设课的局限性,进行了优化和整合,避免了重复,并吸收了最新教学改革成果,引入了微波实验、微型实验、绿色环保实验,实验内容独立于理论课,形成了一个有机的整体和全新的课程体系。

在历经多年的实验教学改革中(我们承担了 1997 年和 1998 年湖南省教育厅教学改革立项资助项目和 1994 年湖南省教育科学“十五”规划立项课题),我们很早就准备编写一本在内容和体系上反映实验教学改革成果的《基础化学实验教程》教材。1995 年就已经由张敏教授完成了编写大纲,并由林和成副教授、张敏教授、袁先友教授、王琼老师分别完成了初稿,1996 年又组织力量进行审定,并由刘芳、蒋海明、邹龙生、欧光川四位老师予以补充、修改、整理、绘图,最后由张敏教授统一审定。

由于编者学识水平有限,书中错误和不当之处在所难免,恳请广大读者不吝批评指正。

经审定,本书可以用作高等院校化学、应用化学、食品、生物及各相关学科专业实验用书,也可作为相关学科专业技术人员业务学习参考。

新世纪高等教育系列教材编审指导委员会

1998 年 8 月

目 录

第一篇基础化学实验(一)

第一章 基础化学实验的一般知识介绍	圆
第一节 基础化学实验室规则	圆
第二节 基础化学实验的安全知识	圆
第三节 实验预习、实验记录和实验报告的基本要求	缘
第四节 基本仪器介绍	怨
第五节 微型实验简介	圆
第六节 仪器的认领、洗涤和组装	猿
第二章 操作、性质实验	猿
实验 员 分析天平称量练习	猿
实验 圆 二氧化碳相对分子质量的测定	猿
实验 猿 溶液的配制	猿
实验 源 酸碱滴定练习	猿
实验 缘 差减法测定醋酸解离常数	猿
实验 远 电导法测定醋酸解离常数	猿
实验 苑 未知物摩尔质量和酸解离常数测定	猿
实验 愿 碘酸铜溶度积的测定	猿
实验 怨 邻苯基水杨酸合铜(Ⅱ)配离子的组成和稳定常数的测定	猿
实验 园 分光光度计的介绍	猿
第三章 常数测定实验	猿
实验 员 化学反应速率与活化能	猿
实验 圆 反应热效应的测定	猿
实验 猿 弱酸弱碱解离平衡	猿
实验 源 氧化还原与电极电位的测定	猿
实验 缘 沉淀的生成与溶解平衡	猿
实验 远 配位化合物	猿
第四章 元素性质实验	猿
实验 苑 碱金属、碱土金属	猿
实验 愿 铝、锡、铋、铅	猿
实验 怨 非金属元素(一)	猿
实验 园 非金属元素(二)(氮族、硅、硼)	猿
实验 员 过渡金属元素(铜、银、锌、镉、汞)	猿

实验 圆缘	过渡系元素(一)(铬,锰,钛,钒)·····	愿缘
实验 圆猿	第一过渡元素(二)(铁,钴,镍)·····	愿愿
实验 圆原	混合离子分离鉴定·····	愿园
第五章	制备实验·····	愿园
实验 圆缘	粗食盐的提纯·····	愿园
实验 圆远	由铬铁矿制备重铬酸钾和产品分析·····	愿源
实验 圆苑	高锰酸钾的制备·····	愿远
实验 圆愿	由钛铁矿制取二氧化钛——酸溶浸取法·····	愿愿
实验 圆怨	硫代硫酸钠的制备·····	员园
实验 猿园	一种钴(Ⅲ)配合物的制备·····	员缘
实验 猿员	醋酸铬(Ⅱ)水合物的制备——易被氧化的化合物的制备·····	员苑
第六章	综合设计实验·····	员怨
实验 猿圆	碱式碳酸铜的制备·····	员怨
实验 猿猿	离子鉴定和未知物的鉴别·····	员园
实验 猿源	环境化学实验——水中溶解氧及大气中二氧化硫含量的测定·····	员员
实验 猿缘	从废定影液中回收银·····	员猿
实验 猿远	由废铁屑制备三氯化铁试剂·····	员源
实验 猿苑	硫酸亚铁铵的制备·····	员缘
实验 猿愿	水热法制备纳米 ZnO 的微粉·····	员远

第二篇 基础化学实验(二)

第七章	基本操作和实验技术·····	员园
实验 猿怨	干燥和干燥剂·····	员园
实验 源园	熔点的测定·····	员源
实验 源员	折光率的测定·····	员怨
实验 源圆	重结晶及过滤·····	员圆
实验 源猿	升摇华·····	员怨
实验 源源	蒸馏和沸点的测定·····	员源
实验 源缘	简单分馏·····	员远
实验 源远	减压蒸馏·····	员怨
实验 源苑	水蒸汽蒸馏·····	员猿
实验 源愿	萃取摇取·····	员远
第八章	有机化合物的基本合成实验·····	员圆
实验 源怨	环己烯的制备·····	员圆
实验 缘园	溴乙烷的制备·····	员源
实验 缘员	员圆二溴乙烷的制备·····	员远
实验 缘圆	叔丁基氯的制备·····	员怨
实验 缘猿	员圆甲基 员圆丁醇的制备·····	员园
实验 缘源	环己醇的制备·····	员员

实验 缘 乙醚的制备	猿
实验 缘 正丁醚的制备	猿
实验 缘 苯乙酮的制备	猿
实验 缘 圆原庚酮的制备	猿
实验 缘 安息香缩合反应	猿
实验 远 己二酸的制备	猿
实验 远 乙酰乙酸乙酯的制备	猿
实验 远 脲醛树脂的合成	猿
实验 远 苯胺的制备	猿
实验 远 乙酰苯胺的制备	猿
实验 远 甲基橙的制备	猿
实验 远 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	猿
第九章 有机化合物的性质实验	猿
实验 远 芳烃的性质	猿
实验 远 卤代烃的性质	猿
实验 远 醇和酚的性质	猿
实验 远 醛和酮的性质	猿
实验 远 羧酸及其衍生物的性质	猿
实验 远 糖类物质的性质	猿
实验 远 氨基酸、糖的纸色谱	猿
第十章 有关生物的提取	猿
实验 远 咖啡因的提取	猿
实验 远 黄花素的提取	猿
实验 远 菠菜色素的提取和色素分离	猿
实验 远 从烟叶中提取烟碱	猿
实验 远 肉桂醛的提取	猿
实验 远 从槐花米中提取芦丁	猿
第十一章 微波实验	猿
实验 远 磺化芳醚酮催化合成肉桂酸正戊酯	猿
实验 远 微波辐射合成对氨基苯磺酸	猿
实验 远 微波辐射合成肉桂酸	猿
实验 远 微波辐射合成乙酸乙酯	猿
实验 远 微波辐射合成乙酰苯胺	猿
实验 远 微波辐射合成正溴丁烷	猿

第三篇 基础化学实验(三)

第十二章 绪论	猿
第一节 定性分析	猿
第二节 定量分析	猿

第四篇 基础化学实验(四)

第十六章 热力学	猿怨
实验 员圆 恒温水浴的组装及其性能测试	猿怨
实验 员员 凝固点降低法测定摩尔质量	猿圆
实验 员圆 纯液体饱和蒸气压的测量	猿远
实验 员猿 燃烧热的测定	猿愿
实验 员源 双液系的气—液平衡相图	猿圆
实验 员缘 二组分固—液相图的测绘	猿苑
实验 员远 差热分析	猿园
实验 员苑 气原液色谱法测定非电解质溶液的热力学函数	猿缘
第十七章 电化学实验	猿员
实验 员愿 原电池电动势的测定	猿员
第十八章 动力学实验	猿远
实验 员怨 旋光法测定蔗糖转化反应的速率常数	猿远
实验 员圆 电导法测定乙酸乙酯皂化反应的速率常数	猿怨
实验 员猿 丙酮碘化反应的速率方程	猿圆
第十九章 胶体化学和表面化学	猿远
实验 员圆 最大泡压法测定溶液的表面张力	猿远
实验 员猿 粘度法测定水溶性高聚物相对分子质量	猿怨
实验 员源 电导法测定水溶性表面活性剂的临界胶束浓度	猿猿
第二十章 物质结构	猿远
实验 员缘 络合物的磁化率的测定	猿远
实验 员远 溶液法测定极性分子的偶极矩	猿怨
第二十一章 仪器及其使用	猿缘
仪器 员 水银温度计的校正	猿缘
仪器 圆 贝克曼温度计	猿远
仪器 猿 旋光仪	猿愿
仪器 源 电位差计	源圆
仪器 缘 阿贝折光仪	源缘
仪器 远 电导率仪	源园
仪器 苑 气相色谱仪	源圆
仪器 愿 气体钢瓶减压阀	源员
仪器 怨 液体介电常数测定仪	源圆
仪器 员园 古埃磁天平	源苑
附摇录	源猿
附录 员 一些无机化合物的溶解度	源猿
附录 圆 难溶化合物的溶度积常数	源源
附录 猿 危险品的分类、性质和管理	源远

附录 源 常用指示剂.....	源愿
附录 缘 常用基准物质.....	源员
附录 远 弱酸解离常数.....	源猿
附录 苑 标准溶液配制和标定.....	源源
附录 愿 有机化学常用试剂的配制	源愿
附录 怨 常用酸碱溶液的质量分数相对密度和溶解度	源缘
附录 员 摇水的饱和蒸气压	源猿
附录 员 摇不同温度下水的密度	源源
附录 员 摇不含空气的纯水密度	源缘
附录 员 摇气相中分子的偶极矩	源远
主要参考文献.....	源苑

第十一章 微波实验

实验 80 磺化聚芳醚酮催化合成肉桂酸正戊酯

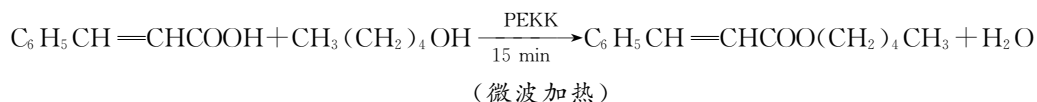
一、实验目的

- (1)了解微波辐射下合成肉桂酸正戊酯的原理和方法。
- (2)熟练掌握微波加热技术的原理和实验操作方法。

二、实验原理

烯酸与醇作用生成烯酸酯的反应是最早应用微波技术的有机反应之一,微波对酯化反应有明显加速作用,反应在几分钟内完成,但随着各类醇沸点的不断升高,微波酯化与传统加热酯化有着不同规律,微波酯化对沸点较低的甲醇相当成功,对沸点微高的戊醇也较成功,比传统的加热法的反应速率有所提高。

肉桂酸正戊酯常作为食用香料,可扩大肉桂酸酯类的应用范围,在食品工业中应用广泛。本文我们选用磺化聚芳醚酮(简称 S-PEKK)作催化剂,又采用了微波辐射的方法,效果令人满意,不但缩短反应时间,而且,产率也有所提高。



三、实验内容

(一)主要仪器与试剂

仪器:微波炉(1 000 W),微型分水器,球型冷凝管,三颈烧瓶,搅拌器。

试剂:肉桂酸,正戊醇,发烟硫酸,聚芳醚酮(PEKK)。

(二)实验流程和装置

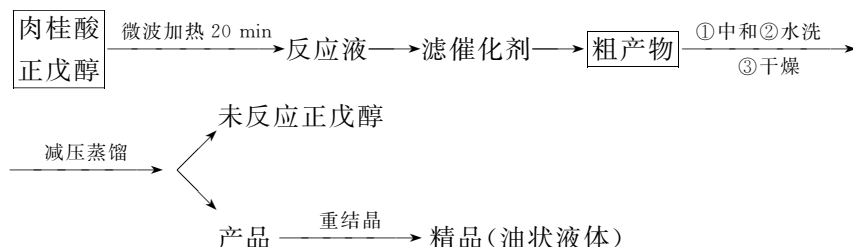




图 11-1 微波加热炉



图 11-2 制备肉桂酸正戊酯实验装置图

(三) 实验步骤

1. 磺化聚芳醚酮(S-PEKK)的制备

在 25 mL 的圆底烧瓶中,加入 0.9 g 聚芳醚酮和 6.6 g 发烟硫酸(分批加入),再加几粒沸石,装上回流冷凝管(见图 11-1),将微波炉火力调至低档。将反应瓶置于内装有 400 mL 水的 1000 mL

烧杯中水浴加热,并开始反应。回流 20 min、磺化结束后。将反应物在搅拌下慢慢倒入在盛有 20 mL 冰水的 50 mL 烧杯中,抽滤、水洗至无硫酸根离子,将产物 1.5 g 在 110 °C 左右干燥 24 h,即得黄色粉末状的磺化聚芳醚酮酮(S-PEKK)置于干燥器中备用。

2. 肉桂酸正戊酯的合成

在装有搅拌器^[1]、回流冷凝管、分水器的 25 mL 三颈瓶[见图 12-2(b)]中加入肉桂酸 2.8 g、正戊醇 1.6 g、带水剂(甲苯 3 mL)催化剂 S-PEKK 0.04 g^[2],在 1 000 mL 的烧杯中加入 400 mL 水,进行水浴加热。开始缓慢搅拌,加热至回流,将微波炉火力调至中低档回流 20 min 停止加热,冷却(用 5%Na₂CO₃中和),滤出催化剂 S-PEKK(回收),用等体积水洗有机层,用无水硫酸钠干燥,减压蒸出未反应的正戊醇,后用活性炭脱色、过滤,得无色透明具有香味的油状液体,产量 4 g^[3]。

红外光谱分析,其 IRF 特征吸收峰 3 084 cm⁻¹, 3 062 cm⁻¹ (C=C-H)。

本实验为 3 学时。

四、注释

[1]仪器及搅拌器的安装:三颈瓶中间插一支空气冷凝管,伸到微波炉外,另二口塞上玻璃塞子,空气冷凝管上口插入一个三口通管,中间口插入一根微型搅拌棒,另二口插入回流冷凝管和温度计。

[2]S-PEKK 是催化合成肉桂酸正戊酯的良好催化剂,酯化率可达 97.5%,产品肉桂酸正戊酯的产率可达 99.25%。

[3]常规加热需要 4 h,反应温度 160 °C。

五、思考题

1. 磺化聚芳醚酮 S-PEKK 的作用是什么?
2. 原料量的对比,反应时间对酯化有什么影响?
3. 为什么在微波炉中要用水浴加热?

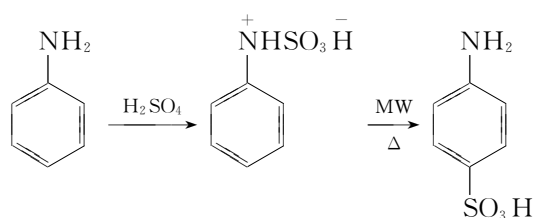
实验 81 微波辐射合成对氨基苯磺酸

一、实验目的

- (1)了解微波辐射下合成对氨基苯磺酸的原理和方法。
- (2)掌握微波加热进行实验操作的技术。

二、实验原理

室温下芳香胺与浓 H₂SO₄混合生成 N-磺基化合物,然后加热转化为对氨基苯磺酸,它在常压下加热反应需要几个小时。而用微波 10 min 左右便能完成。反应方程式如下:



三、实验内容

(一) 主要仪器与试剂

仪器: 200 mL 烧杯, 25 mL 圆底烧瓶, 空气冷凝管, 100 mL 烧杯, 1 000 W 松下微波炉。

试剂: 2.8 g 新蒸苯胺, 1.5 mL 浓硫酸, 10% NaOH 溶液。

(二) 实验流程和装置图

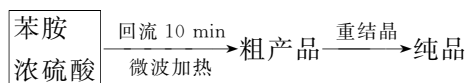


图 11-3 制备对氨基苯磺酸的实验装置图

(三) 实验步骤

在 25 mL 圆底烧瓶中放入 2.8 g 新蒸苯胺, 分批加入 1.6 g 浓硫酸^[1], 并不断振摇。加完酸后将圆底烧瓶放入微波炉内装上空气冷凝管, 并同时在微波炉内放入盛有 100 mL 水的烧杯^[2], 火力调至低档, 持续 10 min。关闭微波炉待稍冷^[3], 取出 1~2 滴这种混合物, 倒入 2 mL 10% NaOH 溶液中, 若得澄清的溶液, 则认为反应完全, 否则需继续加热。

反应完毕后, 将反应液在不断搅拌下小心地趁热倒入盛有 20 mL 冷水或碎冰的烧杯中。此时

灰白色对氨基苯磺酸析出,冷却后抽滤,用少量水洗涤,然后用活性炭脱色,热水重结晶,可得到含两分子结晶水的过氨基苯磺酸,产量约为 4 g。

四、注释

[1]由于加浓硫酸时, H_2SO_4 与苯胺激烈反应生成苯胺硫酸盐,因此先要滴加,当 H_2SO_4 加至生成盐不能摇振时才可分批加入。

[2]用烧杯装 100 mL 开水置于微波炉中,可以分散微波能量,从而减少反应中因火力过猛而发生碳化。

[3]稍冷可以使未反应的苯胺冷凝下来,以免苯胺受热挥发而造成损失和中毒。

五、产物图谱

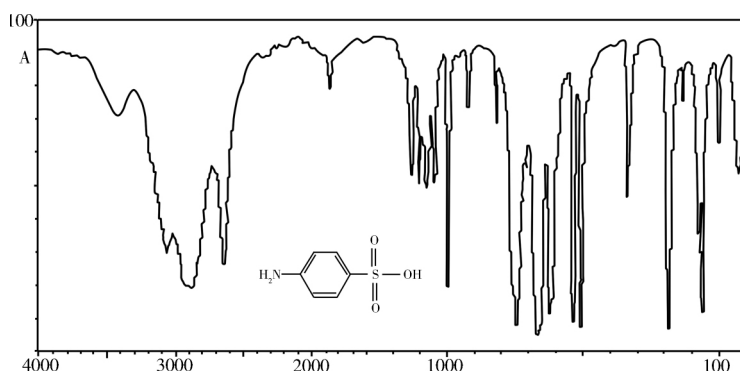


图 11-4 对氨基苯磺酸的红外光谱图

六、思考题

1. 磺化的反应机理如何? 经历的中间产物是什么?
2. 为什么微波辐射可以加速反应?
3. 制备对氨基苯磺酸的意义何在?

实验 82 微波辐射合成肉桂酸

一、实验目的

- (1)了解微波辐射条件下合成肉桂酸的原理和方法。
- (2)进一步掌握微波加热技术的原理和实验操作方法。

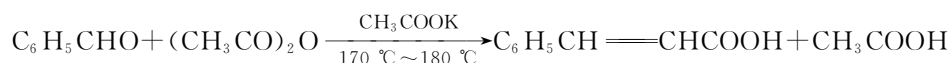
二、实验原理

本实验是在微波炉中进行常压反应,将反应物和溶剂放入常法所用的玻璃器皿中,装上常法装

置,反应物和溶剂吸收微波能量后便升温。在微波作用下反应体系能快速升温,并发生反应。

芳香醛和醋酸在碱催化作用下,生成 α,β -不饱和芳香醛,称 Perkin 反应,催化剂通常是相应酸酐的羧酸钾或钠盐,有时也可用碳酸钾或叔胺代替。

制备肉桂酸的反应方程式如下:



三、实验内容

(一) 主要仪器与试剂

仪器: 25 mL 单口圆底烧瓶,空气冷凝管,200 mL 烧杯,球形冷凝管,培养皿,微波炉,水蒸气蒸馏装置。

试剂: 1 g 无水醋酸钾,2~5 mL 醋酸酐,1.6 mL 苯甲醛,固体碳酸钠,浓盐酸。

(二) 实验流程和装置

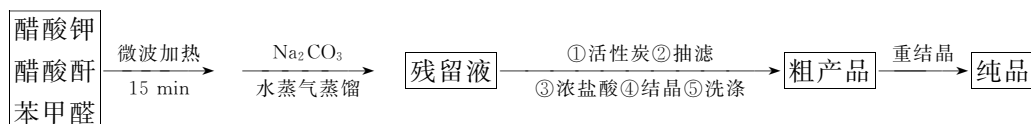


图 11-5 制备肉桂酸的实验装置图

(三) 实验步骤

在 25 mL 圆底烧瓶中,混合 1 g 无水醋酸钾^[1]、2.5 mL 醋酸酐和 1.6 mL 苯甲醛,装上回流装置,将微波火力调至低档,在微波炉中加热回流 15 min。反应完毕,将反应物趁热倒入 100 mL 圆底烧瓶中,并以少量沸水冲洗反应瓶几次,使反应物全部转移至 100 mL 烧瓶中,加入少量固体碳

酸钠(约 2~3 g),使溶液呈微碱性,在微波炉中进行简单水汽蒸馏至无油珠馏出为止^[2]。

在残留液中加入少量活性炭,煮沸数分钟并趁热过滤,在搅拌下往热滤液中小心加入浓盐酸至呈酸性($\text{pH}=4$),冷却,待结晶全部析出,抽滤收集,以少量冷水洗涤,干燥。产品约 1.89 g,在 3:1(乙醇:水)的稀乙醇中进行重结晶,熔点 $131.5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 132\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

纯肉桂酸(反式)为白色片状结晶,熔点 $133\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。本实验为 3 学时。

四、注释

[1]无水醋酸钾需新鲜焙烧。水是极性物质能激烈吸收微波,影响反应吸收微波效率。

[2]反应进行到一定程度,可见有一黄色层在烧瓶内上层。

五、产物图谱

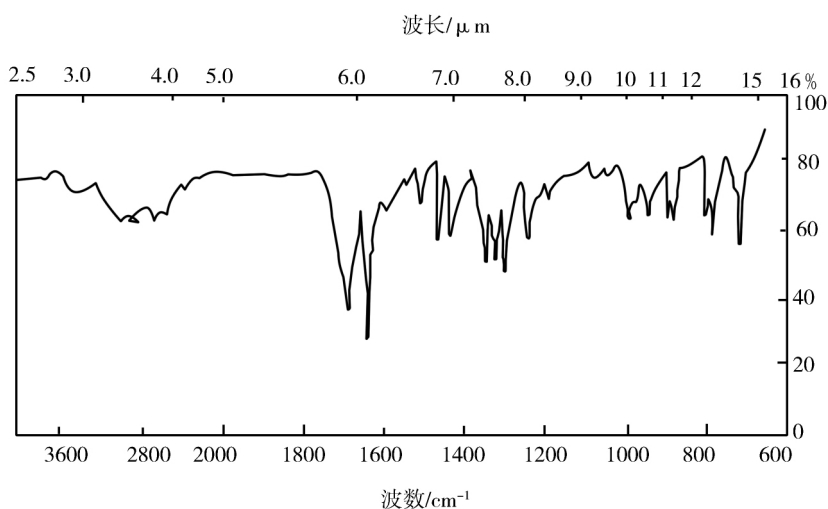


图 11-6 肉桂酸的红外光谱图

六、思考题

用无水醋酸钾作缩合剂,回流结束后加入固体碳酸钠,使溶液呈碱性,此时溶液中有哪几种化合物?各以什么形式存在?

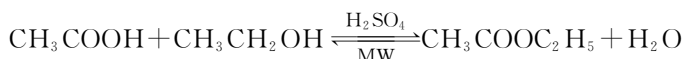
实验 83 微波辐射合成乙酸乙酯

一、实验目的

- (1)了解微波辐射下合成乙酸乙酯的原理。
- (2)熟习用微波加热技术合成乙酸乙酯的实验操作方法。

二、实验原理

在浓硫酸催化下,乙酸和乙醇生成乙酸乙酯:



羧酸酯可由羧酸和醇在催化剂存在下直接酯化来进行制备,酸催化的直接酯化和实验室制备羧酸酯是最重要的方法,常用的催化剂有硫酸、氯化氢和对甲基苯磺酸等。

一般采用加入过量的乙酸,以便使乙醇转化完全,避免由于乙醇和水及乙酸乙酯形成二元或三元恒沸物给分离带来困难。

三、实验内容

(一) 主要仪器与试剂

仪器:培养皿,1 000 mL 烧杯,25 mL 圆底烧瓶,空气冷凝管,球形冷凝器,1 000 W 松下微波炉。

试剂:浓硫酸,乙醇,冰醋酸,饱和碳酸钠,饱和氯化钙及饱和氯化钠水溶液,无水硫酸钠。

(二) 实验流程和装置

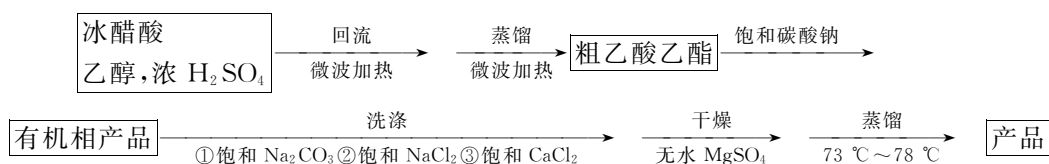


图 11-7 制备乙酸乙酯的实验装置图