

[美] S. 马卡斯 L. M. J. 显柯 R. A. 普莱茵 著

普通化学实验

雍延平 于世国 黄木杉 等译

田笠卿 吴美芳 校

南京大学出版社

1992·南京

(苏)新登字第 011 号

[美] Experimental General Chemistry

Stanley Marcus, The Late Michell J. Sienko,

Robert A. Plane

McGraw-Hill Book Company

普通化学实验

雍延平 于世国 黄木杉 等译

田笠卿 吴美芳 校

*

南京大学出版社出版

(南京大学校内)

江苏省新华书店发行 江苏丹阳新华印刷厂印刷

*

开本: 850×1168 1/32 印张: 11.125 字数: 289 千

1992 年 6 月第 1 版 1992 年 6 月第 1 次印刷

印数: 1—3000

ISBN 7-305-01438-9/O·75

定价: 3.70 元

译 者 的 话

本书可供大专院校化学专业及其他有关专业师生作为化学基础实验的教材。由于全书内容丰富、涉及面广，也可供科研和生产部门的实验室及中等专业技术学校的师生参考。

参加本书翻译工作的有：于世国同志译A篇和B篇的1~15；武巧珍同志译B篇的16~25；黄木杉同志译B篇的26~52；雍延平同志译C篇和D篇。全书由田笠卿教授、吴美芳同志审校，在翻译过程中得到戴寰教授、周以泉副教授等老师的指教，在此深表谢意。

根据国际和我国计量标准规定，本书中的单位尽量改用国际单位制(SI)，因此原书中有些数据进行了单位换算。比如 mmHg 和大气压的表中增添相应的 Pa 数据，克分子改为摩尔，分子量改为相对分子质量，原子量改为相对原子质量等。同时为了保持原书的结构和内容，对于个别虽已废止的量，如当量就没有改动。由于译者水平所限，书中难免有失误之处，欢迎读者批评指正。

1992年元月于南京

目 录

前言	I
化学实验室常用仪器	III
常用仪器清单	V
A 篇 实验技术和方法	1
1. 安全	1
2. 实验室一般仪器的操作方法	4
a. 天平	4
b. 容量测定装置	9
c. 倾泻与过滤	12
d. 煤气喷灯	15
e. 玻璃加工	16
f. 离心机	20
g. 熔点	20
h. 分光光度计	21
3. 数据的记录与处理	26
B 篇 实验——一般原理	31
E.1 密度	31
E.2 物量守恒	37
E.3 固定的组成	38
E.4 热与温度	40
E.5 金属的相对原子质量	45

E.6	熟石膏的水合作用·····	48
E.7	混合物的分析·····	49
E.8	气体与绝对零度·····	52
E.9	氧的摩尔体积·····	57
E.10	空气的表观摩尔质量·····	60
E.11	冷凝蒸气的相对分子质量·····	64
E.12	分光光谱法·····	67
E.13	键合和分子构型·····	73
E.14	分子的对称性和异构体·····	79
E.15	金属的当量·····	94
E.16	晶体结构·····	96
E.17	水的温度与蒸气压·····	101
E.18	硝酸钾的溶解度与纯化·····	106
E.19	可溶性氯化物的定量分析·····	108
E.20	锡和铅的合金·····	111
E.21	复合铁盐的制备·····	113
E.22	复合铁盐的分析·····	116
E.23	过氧化氢·····	121
E.24	过氧化氢溶液的分析·····	123
E.25	解酸剂的滴定·····	125
E.26	化学动力学——气体发生·····	128
E.27	化学动力学——碘的时钟反应·····	131
E.28	化学动力学——分光光度监测·····	138
E.29	化学平衡·····	144
E.30	碘酸铜的溶度积·····	149
E.31	pH 指示剂与滴定·····	154
E.32	水解作用与两性现象·····	159
E.33	从铝矿石中分离铁·····	163
E.34	混合物的分离与分析·····	165

E.35	硫酸盐的重量分析	171
E.36	酸碱滴定	174
E.37	用凝固点降低法测定相对分子质量	178
E.38	磷酸的 pH 滴定	181
E.39	生成焓	187
E.40	法拉第的测定	193
E.41	电极电位	195
E.42	四价铈离子对亚铁离子的氧化还原滴定	199
E.43	氢与发火铁的制备	207
E.44	冰的结构	210
E.45	氮的固定	215
E.46	第五族的一些元素	217
E.47	硫代硫酸盐	219
E.48	氯化学	222
E.49	碘化学	224
E.50	高锰酸盐的还原	226
E.51	配位异构体的合成	229
E.52	纸色谱法分析阳离子	233
C 篇	有机化学实验	238
O.1	分子模型 I ——构造异构体与几何异构体	238
O.2	分子模型 II ——旋光异构体	244
O.3	烃类	253
O.4	卤代烷与醇类	259
O.5	醛和酮	266
O.6	羧酸和酯	274
O.7	阿司匹林的制备	280
O.8	有机聚合物	282
O.9	肥皂	286

O.10 磺胺的制备及其熔点的测定	289
O.11 氨基酸的纸色谱	293
D 篇 定性分析	298
导言	298
仪器与化学药品	300
Q.1 碱金属与碱土金属元素	302
Q.2 铬与锰	306
Q.3 铁和钴	309
Q.4 铜、银、锌和汞	312
Q.5 铝	314
Q.6 锡与铅	316
Q.7 碳酸盐、硝酸盐、硫酸盐	319
Q.8 卤离子	321
Q.9 一般未知溶液	323
Q.10 固体未知物	328
附 录	332
A. 常数与转换因子	332
B. 水的蒸汽压	333
C. 常见离子	335
D. 平衡常数	337
E. 相对原子质量	338

前 言

这部实验室手册，可以用于与任一普通化学教科书包括有定性分析以及一定份量的有机化学教科书配套使用。它的绝大部分内容取自Plane和Marcus等共同编著的第六版实验室的实验化学手册。书中的所有实验都在康内尔大学以及其他许多学校给成千上万的学生做过。

这部手册与实验化学之间的两个主要区别是：

1. 重新编排了实验的序号，将相同概念的实验组合在一起，并使它们与绝大多数普通化学课程的安排相一致。
2. 有机化学实验的数量有明显的增加。

手册中的方法是引导发现，而不是简单的验证。训练学生观察和报告实际发生的情况，而不是他们想象的一定会发生的情况，几乎全部实验都可在两到三小时的实验期间内完成，但也有些任选实验需要几个单元的实验时间来完成。例如，实验Q.1到Q.10（定性分析）需要10个或更多的实验课时。实验E.21（复合铁盐的制备）和E.22（复合铁盐的分析）各自可以作为独立的实验，也可以并为一个综合的实验来做。实验E.34（混合物的分离和分析）可以使用实验E.35到E.37所述的步骤，需要五个单元的时间来完成。

本手册有四大部分的内容。A篇叙述实验化学技术。贯穿整部手册首要强调的是安全问题。同时，这部分中也讨论天平、容量测定装置、过滤技术、煤气喷灯、玻璃加工、离心机、熔点的测定、分光光度计以及数据记录 and 处理的适当方法。

B篇安排了52个实验来传授重要的一般原理和普通化学事

实。对于每个重要的化学概念范畴都安排有几个复杂程度不同的实验。例如，与物质的性质和道尔顿的原子基本理论有关的实验安排了5个，气体定律有5个，原子和分子结构及键合方面有5个，化学计量方面(合成与分析)有15个以上，溶液部分有10多个，动力学方面有3个，水平衡部分有6个以上，热力学和电化学方面有7个，描述化学部分有10多个。

O篇由11个有机化学实验组成。其中有2个分子模型的演习，是为了帮助学生熟悉各种异构现象，练习有机化合物命名的方法。安排了一系列的实验观察各个官能团的特性反应来学习各类重要有机化合物(烃、烷基卤化物及醇、醛和酮、羧酸及酯)的性质。还有阿司匹灵以及磺胺的合成和氨基酸的纸色谱法方面的一些实验。

D篇是按元素族安排的定性分析简图，这里不是按定性分析经典方案的次序，而是按照元素在周期表中出现的次序加到简图中的。在加入每个元素时，学生可通过实验来了解这个元素是如何加入到这个图中的。这些实验可使学生最终发现这个方案证明是经典的分析方案。进行这一系列实验的主要目的是为了掌握各个元素的化学知识以及水溶液化学的一些重要的原理。

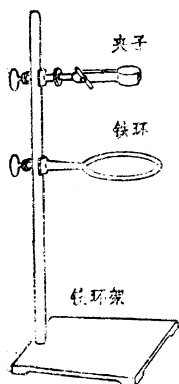
另外，还有五个附录，内容是常数及其转换因子、平衡常数以及相对原子质量这样的一般参考资料，供给学生在进行计算时使用

关于实验室试剂制备以及问题的答案方面的详细资料请查阅教师手册，该书可以向出版者索取。

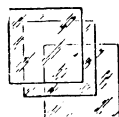
对于这部实验室手册的绝大部分赞誉都属于康内尔大学新来的教授 Michell J. Sienko，他编写了其中的大多数实验。Sienko 博士与他的同事 Robert A. Plane 在教学尝试及著作方面对美国及其他的许多国家的化学教育已作出独特的影响。

Stanley T. Marcus

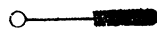
化学实验室常用仪器



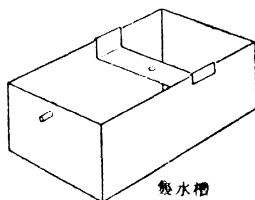
铁丝网



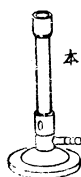
玻璃板



试管刷



水槽



本生灯



火焰扩张器



坩埚及坩埚盖



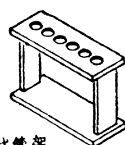
铁三角



坩埚钳



透明板



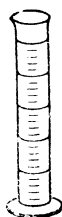
试管架



研钵和研杵



U形管



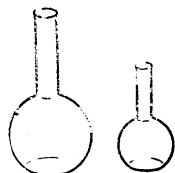
量筒



蒸发皿



木制夹板



圆底烧瓶



锥形烧瓶



平底球管



干酪包布

抹布





橡皮塞



软木塞



塑料刮刀



漏斗



镊刀



弹簧夹



橡皮管



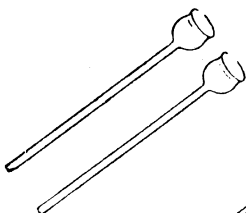
滤纸



火柴



橡皮接头

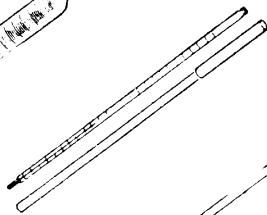


长梗漏斗



量管

温度计及套子



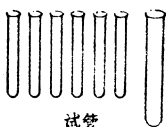
玻璃棒 (30 cm)



毛细管



试管夹



试管

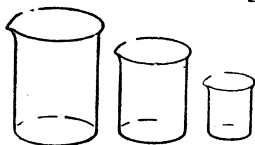
医药用滴管



表玻璃



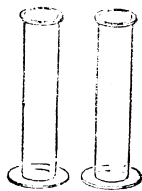
橡皮定带



烧杯



瓶子



普通量筒

常用仪器清单

- 1 块透明塑料板
- 5 只烧杯：30、50、100、200、600 ml 各一只
- 1 只广口瓶：1/3 L
- 1 只带有火焰扩张器的本生灯
- 1 支 25 cm 的毛细管
- 1 只自由夹
- 1 块干酪包布（粗棉布）
- 2 只坩埚及其盖子：No.00
- 1 把坩埚钳
- 1 只有刻度的量筒：25 ml
- 3 只普通量筒：125 ml
- 1 只蒸发皿，No.00
- 1 把锉刀
- 25 张滤纸：9 cm
- 3 只平底烧瓶：125、300、500 ml 各一只
- 1 只漏斗：65 mm
- 1 只气量管：50ml
- 3 块玻璃板：10×10 cm
- 1 只平液球管
- 1 盒火柴
- 1 个医药用滴管
- 2 只夹紧夹
- 1 副集气槽
- 1 只铁圈：8 cm
- 1 副铁架台：45 cm

4 只橡皮连接管: 5 cm
1 只橡皮淀帚
9 个橡皮塞: 8 号、双孔, 1 个 5 号、双孔, 1 个 4 号、
双孔, 1 个 4 号、单孔, 3 个 1 号、单孔
60 cm 橡皮管: 7 mm 和 5 mm 的各一根
15 cm 的划线板
10 cm 的刮勺
10 块薄木片
1 根搅拌棒: 5 mm $\times$ 30 cm
试管: 6 只 16 $\times$ 150 mm, 1 只 25 $\times$ 200 mm
1 把试管刷, 1 只试管夹, 1 副试管架
1 支温度计: -10 到 110 $^{\circ}$ C
1 只长颈漏斗
1 只铁三角(泥三角)
1 只 U 形管
1 块洗涤布
1 块表面玻璃
1 只铁丝网: 10 $\times$ 10 cm

如果包括定性实验的话, 还应当向每个学生提供一组用 60ml 滴瓶装的试剂。这些试剂是: 6 mol/L HCl、15 mol/L NH_3 、1.7 mol/L 硫代乙酰胺、3 mol/L H_2SO_4 、3 mol/L $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ 、2 mol/L NaOH、6 mol/L NH_4Cl 、饱和的 Na_2SO_4 、2 mol/L NaHSO_4 、6 mol/L HNO_3 。学生还需要 1 根 15 cm 的镍铬丝和 1 块双层的钴玻璃。再附加 12 只试管(13 $\times$ 100 mm)也是很有用的。

A 篇 实验技术和方法

化学的整个结构都是建立在实验事实基础上的。为了保持这个基础的完整，化学则要求事实可重复，而且不受观察者所支配。

在进行实验的过程中，有两个绝对必要的条件：第一，该实验不能使实验者或其他人面临危险；第二，设计的实验能够得到正确的信息。

本手册这一部分的目的是为了指导你进行实践和掌握操作技术，以便取得安全的工作环境和获得正确的数据。

1. 安 全

化学实验室实际上不是危险的地方，但是对实验者来说，则要求适当的谨慎来保持实验室的安全。在以下的各节中将讨论一些比较重要的预防措施。

眼睛的防护

眼睛很容易受到腐蚀性的化学药品和飞来的碎片所造成的永久性伤害。因此，要求每个学生在实验室的全部时间内都得佩戴护目镜。

在做危险性的实验时，必须仔细地遵守全部实验说明，要特别当心不能危及邻近的同学。例如，当加热试管时，不能将试管

口朝向任何人。对于任何偶然事故必须直接向你的指导教师报告。在眼睛受到伤害时，必须立即用大量的水冲洗眼睛，需连续冲洗至少 10 分钟。如果洗眼的水源不能直接利用，可用橡皮管连接到水龙头上。涉及到眼睛的任何伤害都要立即送到医生那里治疗。

划破和烧伤

实验室的大多数伤害都是划破和烧伤。而实际上只要遵从下述的一些简单的规则，就能够防止这些伤害。

(1) 在任何伤害发生的时候，立即报告你的指导老师进行处理。

(2) 在没有用水或甘油润湿玻璃管和橡皮塞的孔之前，不要将玻璃管特别是轻质玻璃管插到橡皮塞中。另外，较好的预防

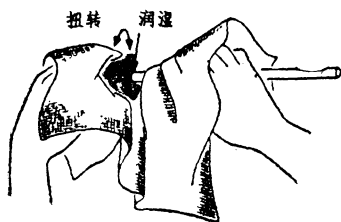


图 A.1

方法是用布保护好手，如图 A.1 所示。为了减小对玻璃管的用力，可将两只手紧靠在一起。并使橡皮塞前后转动，逐步地将玻璃管插入橡皮塞的孔中。在操作的过程中，还需要把茎部润湿几次。

(3) 当需要从橡皮塞或者其它橡皮接头上取下玻璃管时，可将橡皮塞与玻璃管接头的地方撬开一点儿，滴几滴水或者甘油先润滑一下，然后转动开橡皮塞，可能还需要进行再润滑。实际上如果接点粘得很牢，就不要用力拿开玻璃管，可用剃刀刀片把橡皮塞切开。

(4) 加热的玻璃决不能放在实验桌的台面上，应放在一块透明塑料板上冷却。

(5) 一块加热了的玻璃在未完全冷却前，决不能用手去拿。遗憾的是，热的玻璃与冷的玻璃看起来很相似，当有怀疑时可使用钳子。

(6) 使用破裂的玻璃仪器可能使实验失败。更糟的是，还可能造成伤害。由于破损的玻璃仪器最终还得替换，因此应当立即丢掉它，放在盛废玻璃的容器内，而不能丢在废纸篓中。

有毒化学药品

实验中所用的大多数化学药品在某种程度上都是有毒的。显然，除了特别指定要做的之外，决不能去尝一个化学药品。然而，往往有许多难以捉摸的中毒途径。其中的一个途径就是呼吸有毒的蒸气。因此，每当做带毒的实验时都应当小心地在通风橱中进行。即使像四氯化碳、苯以及汞这样普通的物质也是有毒的，甚至具有潜在的危害性。应当避免长时间地暴露这些液体或其蒸气。由于加热有利于气态的存在，因此要加热这些液体或其它有毒的液体时，必须在通风橱中进行。

有时，要求检验一个物质的气味，较好的方法是把一点蒸气划向鼻子，如图 A.2 所示，但不能将鼻子贴着试管直接吸入试管中的蒸气。



图 A.2

一个常被忽略的可能的危害是通过双手的污染。有些毒药，如苯能迅速地经皮肤吸收。所有毒物都会粘到手上，最后又弄到嘴里。在接触到危险化学品后，应立即充分地把双手冲洗干净，并且在每次离开实验室之前要养成洗净双手的习惯。

食品不应带到实验室来。

对皮肤或衣服有腐蚀性的化学药品

如果你意外地溅出一种腐蚀性的化学药品，例如一种浓酸或者浓碱于自己的身上，应当迅速地脱下被弄脏的衣服，用水冲洗受到影响的皮肤至少10分钟，并报告给你的指导老师。不能用加入其

它化学药品的方法来中和皮肤上的化学药品,

鞋袜

在实验室里应该穿上鞋子,当然不能穿凉鞋。最好是穿高筒类的硬帮鞋子。

预防措施

要严格遵守以下的全部规定,特别是进行那些带有危险因素的场合。不能做任何未被许可的实验。如果你要改变或者增补所分配的材料,应当先与你的老师商量并得到他或她的允许。不负责任的行为将被立即逐出实验室。

在使用化学试剂时,应反复查验标签,以确保没有用错药品。因为许多重大的爆炸事故常常就是由于错用化学药品引起的。

实验室内不准抽烟。

2. 实验室一般仪器的操作方法

a. 天平

在实验化学中最普通的操作之一就是质量或者重量的测定。通常测定一个未知物的重量是用与已知重量来比较的。为了进行比较,通常使用的天平有三种。

台天平 天平中的一种。图A.3所示的是两种样式的台天平。当使用左边式样的台天平时,将未知物放在左盘,大砝码放在右盘,然后滑动附在天平梁上的移动砝码调节平衡,直至指针等距等摇摆于刻度中点的左右两侧为止。当使用右边这一类的台天平时,沿着天平的三个梁移动砝码来调节平衡,直至最右边的指针在零点上下作等距的摆动为止。台天平用得适当时,可测定重量在 $\pm 0.05\text{ g}$ 之内。为了防止天平盘的腐蚀,决不能直接将化学药