

《基础化学实验 A》教学大纲

实验名称：基础化学实验 A

学 分：7 分

总 学 时：112 学时

适用专业：近化工类（I）（第一部分）、近化工类（II）各专业

执 笔 人：黄剑平、余训爽

审 订 人：龚银香、张业中

一、实验目的与任务

本课程的授课对象是农学、园艺、植物保护、食品科学、生物技术、动物科学、动物医学以及石油工程和油气储运工程等专业的学生，依据长江大学非化学类各专业的专业培养目标及教学计划，制定本实验教学大纲。基础化学实验 A 是一门重要的必修课，通过系统地、科学地安排各项实验项目，训练学生掌握化学实验的基本操作技能，使学生验证、巩固和加深并综合运用所学的化学基本知识，培养学生分析和解决实际问题的能力，同时培养学生理论联系实际、严谨求实的实验作风和良好的实验习惯。

二、教学基本要求

1. 通过本课程的学习，使学生加深对化学基础理论、基本知识的理解，正确和较熟练地掌握化学实验基本操作方法和技能。

2. 使学生较系统地学习并掌握典型的化学分析方法和重要的有机合成方法。

3. 通过实验使学生具有正确观察、记录、分析、归纳实验现象，处理实验数据，绘制仪器装置简图和撰写实验报告，查阅参考文献以及处理实验室一般事故等能力。

三、实验项目与类型

序号	实验项目	学时	实验类型		必做	选做	备注
			基本性	综合性			
1	化学实验基础知识介绍及玻璃加工	4	√		√		
2	粗食盐的提纯	4	√		√		
3	水溶液中的平衡（含胶体）	4	√		√		
4	分析天平称量练习	4	√		√		
5	滴定练习	4	√		√		
6	标准溶液的配制及标定	4	√		√		
7	混合碱的分析	4	√		√		
8	间接碘量法测定铜盐中的铜含量	4	√		√		
9	可溶性氯化物中氯含量的测定	4	√		√		
10	水的总硬度测定	4	√		√		
11	酱油中氨基酸含量的测定	4	√				
12	铵盐中含氮量的测定	4	√			√	三选一
13	加碘精制盐中含碘量的测定	4	√				
14	纸层析法分离和鉴定某些阳离子溶液	4	√			√	三选一
15	土壤 pH 值的测定	4	√				

[键入文字]

序号	实验项目	学时	实验类型		必做	选做	备注
			基本性	综合性			
16	醋酸离解常数的测定	4	√				
17	硫酸亚铁铵的制备及分析	8		√	√		
18	邻二氮菲分光光度法测定铁	4		√		√	二选一
19	磷的比色分析	4		√			
20	混合液中I ⁻ 和Cl ⁻ 的连续电位滴定	4		√		√	二选一
21	混合酸的电位滴定	4		√			
22	熔点测定	3	√		√		
23	薄层层析	3	√		√		
24	从茶叶中提取咖啡因	4	√		√		
25	烟碱的提取和性质	4	√		√		
26	环己烯的合成与性质	4	√		√		
27	正丁醚的合成	6	√		√		
28	1-溴丁烷的制备	4	√			√	
29	醇、酚、醛、酮的鉴别	4	√				
30	重氮盐的制备及性质	4	√			√	三选一
31	碳水化合物、氨基酸、蛋白质的性质	4	√				
32	黄连素的提取和性质	4	√			√	
33	呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	6		√	√		
34	乙酸异戊酯的制备	6		√			
35	苯甲酸乙酯的制备	6		√		√	三选一
36	乙酸苄酯的合成	6		√			
37	乙酰苯胺的合成(2种方法)	5		√	√		
38	甲基橙的制备	5		√	√		
39	乙酸乙酯的制备	6		√	√		
40	乙酰水杨酸的制备	4		√			
41	尿醛树脂的合成	6		√		√	二选一

四、实验教学内容及学时分配

实验一 化学实验基础知识介绍及玻璃加工

(4学时)

1. 目的要求

学习化学实验基础知识；学习玻璃管和玻璃棒的简单加工操作。

2. 主要实验仪器及材料

酒精喷灯，石棉网，锉刀，玻璃管，玻璃棒等。

3. 掌握要点

实验室安全知识；玻璃管和玻璃棒的简单加工操作。

[键入文字]

4. 实验内容:

- (1) 化学实验基础知识学习;
- (2) 玻璃仪器的洗涤与干燥;
- (3) 玻璃管和玻璃棒的截断、熔光;
- (4) 弯曲玻璃管;
- (5) 拉细玻璃管。

实验二 粗食盐的提纯

(4 学时)

1. 目的要求

了解用重结晶法提纯物质的原理; 学习台秤的使用以及加热、溶解、蒸发、结晶等基本操作。掌握 Ca^{2+} , Mg^{2+} , SO_4^{2-} 的定性检验方法。

2. 方法原理

不溶性杂质通过溶解、过滤的方法除去; 可溶性的杂质则可以通过加入适当的化学试剂而除去, 最后通过重结晶的方法得到纯品。

3. 主要实验仪器及材料

电炉, 减压抽滤装置, 粗食盐 (固体), HCl , NaOH , Na_2CO_3 , pH试纸, BaCl_2 , $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, 酒精, 镁试剂等。

4. 掌握要点

加热、溶解、蒸发、结晶、过滤、减压过滤等基本操作

5. 实验内容

1. 粗食盐的溶解
2. 除去 SO_4^{2-} 离子
3. 除去 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 和 Ba^{2+}
4. 除去 OH^- 和 CO_3^{2-} 离子
5. 浓缩与结晶
6. 产品纯度的检验

实验三 水溶液中的平衡 (含胶体)

(4 学时)

1. 目的要求

加深对解离平衡、同离子效应等概念的理解; 学习缓冲溶液的配制方法并了解其缓冲作用; 了解难溶电解质的多相解离平衡及溶度积规则; 学习离心机的使用方法, 掌握离心分离操作技术; 了解溶胶的制备、保护和聚沉的方法; 试验溶胶的光学性质和电学性质; 了解固体吸附剂在溶液中的吸附作用。

2. 方法原理

酸(碱)解离平衡是有条件的相对平衡, 当改变浓度、温度等外因条件时, 酸碱解离平衡可发生移动。

根据溶度积规则, 通过比较溶度积 (K_{sp}^{\ominus}) 和离子积 (Q) 的相对大小, 可以判断沉淀的生成与溶解, 控制难溶电解质沉淀的生成、溶解或转化。

溶胶是一种高度分散的多相体系。它具有很大的表面积和表面能, 是热力学不稳定体系。溶胶具有三大特性: 丁铎尔效应、布朗运动和电泳, 其中常用丁铎尔效应来区别溶胶与真溶液, 用电泳来验

[键入文字]

证胶粒所带的电性。

胶团的双电层结构及溶剂化膜是溶胶暂时稳定的主要原因。若溶胶中加入电解质、加热或加入带异号电荷的溶胶，都会破坏胶团的双电层结构及溶剂化膜，导致溶胶的聚沉，电解质使溶胶聚沉的能力主要取决于与胶粒带相反电荷的离子电荷数，电荷数越大，聚沉能力越强。

3. 主要实验仪器及材料

U形电泳仪，直流稳压电源，观察丁铎尔效应装置，普通过滤装置一套，烧杯，量筒，土壤样品，滤纸，活性炭；试管，离心机，酒精灯等；

HAc, NaAc, HCl, NH_4Cl , $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$, Na_2CO_3 , Na_3PO_4 , Na_2HPO_4 , NaH_2PO_4 , KI, K_2CrO_4 , BiCl_3 , $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, H_2S (饱和), $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, NaOH, NaCl, KNO_3 , NH_4Ac , FeCl_3 , BaCl_2 , $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, AgNO_3 , MgCl_2 , 茜红素, 酚酞, 甲基橙, pH试纸, 酒石酸锶钾, 明胶, 镁试剂, 品红溶液, 硫的 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 饱和溶液。

4. 掌握要点

缓冲溶液的配制，酸度计的使用，溶胶的制备、聚沉及其保护。

5. 实验内容

- (1) 同离子效应
- (2) 缓冲溶液
- (3) 酸(碱)的解离平衡及其移动
- (4) 沉淀的生成和溶解
- (5) 溶胶的制备
- (6) 溶胶的性质
- (7) 溶胶的聚沉及其保护
- (8) 固体在溶液中的吸附与交换作用

实验四 分析天平称量练习

(4 学时)

1. 目的要求

了解分析天平的结构和使用方法；掌握直接法和递减法称量操作；了解在称量中如何运用有效数字。

2. 方法原理

对一些不易吸水、在空气中稳定、无腐蚀的物品，可采用直接称量法称量。有些物品在空气中易吸水、易被氧化、易吸收 CO_2 等，应采用差减称量法称量。

3. 主要实验仪器及材料

分析天平(电光天平和电子天平)，台秤，坩埚，称量瓶，烧杯等。

4. 掌握要点

分析天平的结构和使用方法；直接法和递减法称量操作；在称量中有效数字的运用。

5. 实验内容

- (1) 观看录象
- (2) 检查、调节天平
- (3) 直接法称量
- (4) 减差法称量

实验五 滴定练习

(4 学时)

[键入文字]

1. 目的要求

了解常用玻璃量器的基本知识；学习、掌握滴定分析常用仪器的洗涤方法和使用方法；练习滴定分析基本操作和正确判断滴定终点。

2. 方法原理



当反应达到计量点时： $(cV)_{\text{HCl}} = (cV)_{\text{NaOH}}$

3. 主要实验仪器及材料

酸（碱）式滴定管（50mL），小量筒，容量瓶（250mL），移液管（25mL），锥形瓶（250mL）；HCl 标准溶液，NaOH 标准溶液，甲基橙，酚酞。

4. 掌握要点

溶液的配制方法；滴定操作及终点判断。

5. 实验内容

(1) 洗涤酸式、碱式滴定管及移液管

(2) 配制 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的NaOH溶液

(3) 配制 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的HCl溶液

(4) 用 HCl 溶液滴定 NaOH 溶液

(5) 用 NaOH 溶液滴定 HCl 溶液

实验六 标准溶液的配制与标定

(4 学时)

1. 目的要求

进一步练习滴定操作；学习酸碱溶液浓度的标定方法。

2. 方法原理

以无水碳酸钠为基准物质标定盐酸标准溶液的浓度（或以邻苯二甲酸氢钾为基准物质标定氢氧化钠标准溶液的浓度）；通过比较滴定可以求出 HCl 与 NaOH 的浓度比。

3. 主要实验仪器及材料

酸（碱）式滴定管（50mL），量筒（10mL，100mL），容量瓶（250mL），移液管（25mL），锥形瓶（250mL）；HCl 标准溶液，NaOH 标准溶液，邻苯二甲酸氢钾（AR），无水碳酸钠（AR），甲基橙，酚酞。

4. 掌握要点

用基准物质标定标准溶液浓度的方法。

5. 实验内容

(1) 配制 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的NaOH溶液

(2) 配制 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的HCl溶液

(3) 用基准物标定 HCl 溶液的浓度

(4) 通过比较滴定确定 NaOH 溶液的浓度

实验七 混合碱的分析

(4 学时)

1. 目的要求

掌握双指示剂法测定碱液中碳酸钠与氢氧化钠（或碳酸氢钠）含量的原理与方法；进一步熟悉滴定操作技术。

2. 方法原理

在试液中先加入酚酞指示剂，用盐酸标准溶液滴定至红色刚刚褪去（微红色），盐酸标准溶液的耗用量为 V_1 ；再加入甲基橙指示剂，用盐酸标准溶液滴定至溶液由黄色变为橙色，盐酸标准溶液的耗用量为 V_2 。根据 V_1 、 V_2 的大小可以判断混合碱的成分，进而计算各组分的含量。

3. 主要实验仪器及材料

酸式滴定管(50mL), 量筒(10mL, 100mL), 容量瓶(250mL), 移液管(25mL), 锥形瓶(250mL); 混合碱试样, 盐酸, 无水碳酸钠(AR), 甲基橙, 酚酞等。

4. 掌握要点

双指示剂法测定碱液中碳酸钠与氢氧化钠(或碳酸氢钠)含量的原理及方法。

5. 实验内容

(1) 盐酸标准溶液的标定

(2) 混合碱的分析

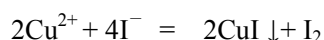
实验八 间接碘量法测定铜盐中的铜含量

(4 学时)

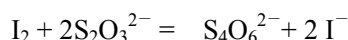
1. 目的要求

掌握间接碘量法测定铜的原理与方法; 学习硫代硫酸钠溶液配制与标定的原理、方法。

2. 方法原理



析出的 I_2 用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定, 以淀粉为指示剂, 蓝色消失时为终点:



根据 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的浓度与消耗量, 即可以求得铜的含量。

3. 主要实验仪器及材料

碱式滴定管(50mL), 量筒(10mL, 100mL), 容量瓶(250mL), 移液管(25mL), 锥形瓶(250mL); H_2SO_4 , KI, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (AR), KSCN, 淀粉, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (试样), HAc, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 。

4. 掌握要点

间接碘量法测定铜的原理与方法; 硫代硫酸钠溶液配制与标定的原理、方法。

5. 实验内容

(1) 硫代硫酸钠溶液的配制;

(2) 用重铬酸钾标定硫代硫酸钠溶液;

(3) 称取试样, 定容;

(4) 碘量法测定铜的含量。

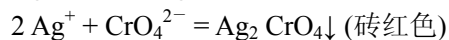
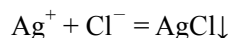
实验九 可溶性氯化物中氯含量的测定

(4 学时)

1. 目的要求

学习 AgNO_3 标准溶液的配制和标定方法; 掌握摩尔法测氯的原理与方法。

2. 方法原理



以 K_2CrO_4 为指示剂, 根据 AgNO_3 标准溶液的浓度和滴定所耗用的体积, 即可求得氯的含量。

3. 主要实验仪器及材料

酸式滴定管(50mL), 量筒(10mL, 100mL), 容量瓶(250mL), 移液管(25mL), 锥形瓶(250mL); AgNO_3 , NaCl, K_2CrO_4 , 氯化物样品。

4. 掌握要点

AgNO_3 标准溶液的配制与标定; 摩尔法测氯的原理与方法。

5. 实验内容

(1) AgNO_3 标准溶液的配制;

(2) AgNO_3 标准溶液的标定;

(3) 可溶性氯化物中氯含量的测定。

[键入文字]

实验十 水的总硬度的测定

(4 学时)

1. 目的要求

了解水的硬度的测定意义和常用的硬度表示方法；掌握 EDTA 法测定水的硬度的原理和方法；掌握铬黑 T 和钙指示剂的应用，了解金属指示剂的特点。

2. 方法原理

滴定前 $M(\text{金属离子}) + \text{In}(\text{指示剂}) = \text{MIn}$

终点前 $M + Y = MY$

终点时 $\text{MIn} + Y = MY + \text{In}$

MIn 与 In 具有不同的颜色。根据 EDTA 标准溶液的浓度和滴定所耗用的体积，即可求得水的总硬度。

3. 主要实验仪器及材料

酸式滴定管(50mL)，量筒(10mL, 100mL)，容量瓶(250mL)，移液管(25mL)，锥形瓶(250mL)；EDTA标准溶液；NH₃-NH₄Cl缓冲溶液，NaOH，钙指示剂，铬黑T。

4. 掌握要点

EDTA 法测定水的硬度的原理和方法；金属指示剂的作用原理。

5. 实验内容

(1) EDTA 标准溶液的配制；

(2) EDTA 标准溶液的标定；

(3) 水的总硬度的测定。

实验十一 酱油中氨基酸含量的测定

(4 学时)

1. 目的要求

学习甲醛法测定氨基酸含量的原理；掌握测定酱油中氨基酸含量的操作方法。

2. 方法原理

在氨基酸中加入甲醛，使氨基的碱性消失。然后，用 NaOH 标准溶液滴定氨基酸的羧基，以测定氨基酸的含量。

3. 主要实验仪器及材料

碱式滴定管(50mL)，量筒(10mL)，容量瓶(250mL)，移液管(25mL)，锥形瓶(250mL)；HCHO，NaOH，酚酞，酱油等。

4. 掌握要点

酱油样品的预处理方法；酱油中含氮量的计算方法。

5. 实验内容

(1) 配制中性 18% HCHO 溶液；

(2) 样品处理；

(3) 样品测定与计算。

实验十二 铵盐中含氮量的测定

(4 学时)

1. 目的要求

掌握甲醛法测定铵盐中含氮量的原理；学会用酸碱滴定法间接测定氮肥中的含氮量。

2. 方法原理

由于 NH₄⁺的酸性太弱，故无法用NaOH直接滴定。可将铵盐与HCHO反应，生成等物质的量的酸，用NaOH标准溶液滴定。

3. 主要实验仪器及材料

碱式滴定管(50mL)，量筒(10mL)，容量瓶(250mL)，移液管(25mL)，锥形瓶(250mL)；

[键入文字]

HCHO, NaOH, 酚酞, 邻苯二甲酸氢钾, 铵盐等。

4. 掌握要点

铵盐样品的预处理方法; 铵盐中含氮量的计算方法。

5. 实验内容

(1) NaOH 标准溶液的配制与标定;

(2) 配制中性 18% HCHO 溶液;

(3) 样品处理;

(4) 样品测定与计算。

实验十三 加碘精制盐中含碘量的测定

(4 学时)

1. 目的要求

学习用间接法配制标准溶液的方法; 掌握加碘食盐中含碘量的测定原理和方法。

2. 方法原理

在含碘食盐中加入过量的KI, 碘盐中的 IO_3^- 将 I^- 氧化而析出 I_2 , 然后用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定, 测定加碘盐中的含碘量。

3. 主要实验仪器及材料

碱式滴定管 (50mL), 量筒 (10mL), 容量瓶 (250mL), 移液管 (25mL), 碘量瓶 (250mL); KIO_3 , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, KI, 淀粉等。

4. 掌握要点

间接法配制标准溶液; 间接碘量法。

5. 实验内容

(1) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制

(2) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的标定

(3) 食盐中含碘量的测定

实验十四 纸层析法分离和鉴定某些阳离子

(4 学时)

1. 目的要求

了解纸层析法分离的原理和操作技术; 学习如何根据组分的不同 R_f 值分离鉴别未知试样的组分。

2. 方法原理

纸层析法是以滤纸作为载体的层析分离法。固定相为滤纸上吸着的水分, 流动相为有机试剂, 又称为展开剂。在分离过程中, 由于毛细管作用, 展开剂沿着滤纸条向上慢慢扩展, 与滤纸上的固定相相遇。当它经过点放在滤纸上的试液时, 被分离的组分就在两相间不断地进行分配。由于各组分的分配系数不同而移动速度不同。分配系数大的移动速度快, 移动的距离大; 分配系数小的移动速度慢, 移动的距离小, 从而使它们逐个分开。

对于某组分来说, 在一定层析条件下, 比移值是一定的, 因此可以根据比移值进行定性鉴定。

3. 主要实验仪器及材料

广口瓶 (500mL), 量筒 (100mL), 烧杯 (50mL, 500mL), 镊子, 点滴板, 30cm × 50cm 搪瓷盘, 喉头喷雾器等;

HCl, $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, FeCl_3 , CoCl_2 , NiCl_2 , CuCl_2 , $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, 丙酮, 丁二酮肟, 色层滤纸, 普通滤纸, 毛细管等。

4. 掌握要点

纸层析法分离的原理和操作技术

[键入文字]

5. 实验内容

- (1) 准备工作
- (2) 加样
- (3) 展开
- (4) 斑点显色
- (5) 确定未知液中含有的离子
- (6) R_f 值的测定

实验十五 土壤 pH 值的测定

(4 学时)

1. 目的要求

学习土壤 pH 值的测定方法和操作技术；酸度计的使用方法。

2. 方法原理

土壤酸度的测定多用酸度计进行，因为它不受被测溶液颜色深浅的影响，而且能够直接测定土壤胶体中的 pH 值。酸度计用标准缓冲溶液定位后，可直接测定土壤溶液的 pH 值。

3. 主要实验仪器及材料

酸度计及配套电极，标准缓冲溶液，土壤样品等。

4. 掌握要点

酸度计的使用方法。

5. 实验内容

- (1) 土壤悬浊液的制备
- (2) 用标准缓冲溶液校正仪器
- (3) 测量土壤悬浊液的 pH 值

实验十六 醋酸离解常数的测定

(4 学时)

1. 目的要求

了解测定弱电解质解离常数的原理和方法；学会酸度计的使用方法；学习滴定管和移液管的操作方法。

2. 方法原理

醋酸HAc是弱电解质，在水溶液中存在如下解离平衡： $\text{HAc} \rightleftharpoons \text{H}^+ + \text{Ac}^-$

HAc溶液的总浓度c可以用NaOH标准溶液滴定测得。其解离出来的 H^+ 离子浓度，可以用pH计测定HAc溶液的pH值，再根据 $\text{pH} = -\lg c(\text{H}^+)$ 关系式计算求得。另外，根据各物质之间的浓度关系，便可计算出该温度下的 K_a 值。

3. 主要实验仪器及材料

酸度计，温度计，碱式滴定管（50mL），移液管（25mL），吸量管（5 mL），容量瓶（50mL），锥形瓶（250mL），烧杯（50mL）；

HAc，NaOH，酚酞。

4 掌握要点

酸度计、吸量管、容量瓶的使用方法。

5. 实验内容

- (1) HAc 溶液浓度的标定；
- (2) 配制不同浓度的醋酸溶液；
- (3) 醋酸溶液 pH 值的测定。

实验十七 硫酸亚铁铵的制备及分析

(8 学时)

[键入文字]

1. 目的要求

了解复盐的制备方法；练习水浴加热、过滤（常压、减压）、蒸发、浓缩、结晶和干燥等技术；学习电热恒温水浴锅的使用技术；掌握重铬酸钾法测铁的原理和方法。

2. 方法原理

铁屑（钉）溶于稀硫酸生成硫酸亚铁，硫酸亚铁与等摩尔的硫酸铵反应生成硫酸亚铁铵。在酸性溶液中，硫酸亚铁铵中的亚铁可与 $K_2Cr_2O_7$ 定量反应，依据此反应，可以二苯胺磺酸钠为指示剂，用 $K_2Cr_2O_7$ 标准溶液滴定溶液中的铁。

3. 主要实验仪器及材料

电子天平，减压抽滤装置，电热恒温水浴锅，酒精灯，比色管，蒸发皿等常用玻璃仪器； $K_2Cr_2O_7$ 标准溶液， H_3PO_4 溶液，二苯胺磺酸钠，KSCN，乙醇，HCl等。

4. 掌握要点

水浴加热、过滤（常压、减压）、蒸发、浓缩、结晶和干燥等技术；电热恒温水浴锅的使用技术；滴定操作技术。

5. 实验内容

- (1) 铁屑表面油污的去除；
- (2) 硫酸亚铁的制备；
- (3) 硫酸亚铁铵的制备；
- (4) 产品检验；
- (5) 硫酸亚铁铵含量的测定。

实验十八 邻二氮菲分光光度法测定铁

(4 学时)

1. 目的要求

掌握吸收曲线及标准曲线的绘制方法及应用；了解分光光度计的构造和使用方法。

2. 方法原理

邻二氮菲和 Fe^{2+} 在 $pH = 3 \sim 9$ 的溶液中生成稳定的橙红色配合物，铁含量在 $0.1 \sim 6 \mu g \cdot mL^{-1}$ 范围内遵守比尔定律。

3. 主要实验仪器及材料

722 型或 SP2100 型分光光度计，容量瓶（50mL），吸量管等；

$FeSO_4 \cdot (NH_4)_2 SO_4 \cdot 6H_2O$ ，邻二氮菲，盐酸羟胺，HAc—NaAc缓冲溶液，HCl等。

4. 掌握要点

测定原理与方法；分光光度计的使用方法。

5. 实验内容

- (1) 吸收曲线的绘制；
- (2) 标准曲线的绘制；
- (3) 未知液中铁含量的测定。

实验十九 磷的比色分析

(4 学时)

1. 目的要求

掌握比色法测磷的原理和方法；熟悉分光光度计的使用方法。

2. 方法原理

微量磷的测定是在含 PO_4^{3-} 的酸性溶液中加入钼锑抗混合显色剂，可生成蓝色的磷钼蓝，测定其吸光度即可求出待测样品中磷的含量。

3. 主要实验仪器及材料

[键入文字]

722 型或SP2100 型分光光度计； $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ ，酒石酸锑钾，抗坏血酸，磷标准溶液等。

4. 掌握要点

测定原理与方法；分光光度计的使用方法。

5. 实验内容

- (1) 吸收曲线的绘制；
- (2) 标准曲线的绘制；
- (3) 试液中磷含量的测定及计算。

实验二十 混合液中 I^- 和 Cl^- 的连续电位滴定

(4 学时)

1. 目的要求

学习电位滴定法连续测定 I^- 、 Cl^- 的基本原理；掌握电位滴定操作技术。

2. 方法原理

用电位滴定法连续滴定卤素离子混合液，通常用 AgNO_3 溶液作滴定剂，银电极作指示电极（负极）、双液接饱和甘汞电极作参比电极（正极）。随着滴定剂的加入，待测离子和 Ag^+ 的浓度在不断变化，化学计量点前后 Ag^+ 浓度的突变将使电池电动势（即 Ag 电极的电位）呈现明显的突跃。可根据各个终点所用滴定剂体积分别求得碘、氯的含量。

3. 主要实验仪器及材料

酸度计及配套电极，电磁搅拌器，酸式滴定管（25mL，棕色），移液管（25mL）等； AgNO_3 标准溶液，待测液样品， $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ ， KNO_3 等。

4. 掌握要点

酸度计的使用方法；绘制电位滴定曲线，确定滴定终点的方法。

5. 实验内容

- (1) 学习酸度计的使用方法
- (2) 仪器安装与调校
- (3) 用 AgNO_3 标准溶液滴定
- (4) 数据处理

实验二十一 混合酸的电位滴定

(4 学时)

1. 目的要求

学习酸度计的使用方法；学习电位滴定方法及其操作技术；掌握通过滴定曲线确定滴定终点的方法。

2. 方法原理

用 NaOH 标准溶液可将混合的 HCl 和 HAc 分别滴定。用酸度计测定体系的 pH 值，绘制电位滴定曲线，可确定滴定终点，进而求出混合酸中 HCl 和 HAc 的含量。

3. 主要实验仪器及材料

酸度计，磁力搅拌器，碱式滴定管，移液管；酚酞，甲基橙， NaOH 标准溶液等。

4. 掌握要点

酸度计的使用方法；绘制电位滴定曲线，确定滴定终点的方法。

5. 实验内容

- (1) 学习酸度计的使用方法；
- (2) 用 NaOH 标准溶液滴定混合酸；
- (3) 绘制电位滴定曲线，确定滴定终点；
- (4) 计算混合酸中 HCl 和 HAc 的含量。

实验二十二 熔点测定

(3 学时)

[键入文字]

1. 目的要求:

了解熔点测定的意义, 掌握毛细管法测定熔点的原理与操作方法。

2. 方法原理:

有机化合物的熔点通常用毛细管法来测定, 该方法的测定值不是一个温度点, 而是熔化范围(称熔程)。纯物质的熔程约为 0.5°C - 1°C , 而混合物不仅熔程增大, 而且熔点比任一组份都要低。因此通过测定熔点, 可以大致判断固体有机化合物的纯度。

3. 主要实验仪器及材料:

熔点测定管、酒精灯、毛细管、温度计; 肉桂酸、苯甲酸等。

4. 掌握要点:

- (1) 掌握毛细管中样品的填装方法;
- (2) 学会毛细管法及熔点管测定熔点的方法;
- (3) 了解温度校正的基本原理和方法。

5. 实验内容:

测定苯甲酸、肉桂酸、苯甲酸与肉桂酸混合物的熔点。

实验二十三 薄层色谱

(3 学时)

1. 目的要求:

了解薄层色谱的原理, 掌握吸附薄层色谱的操作。

2. 方法原理:

利用样品中各物质在吸附剂中的吸附能力和在展开剂中的溶解能力的不同, 可在薄层板上进行分离。在薄层板点样后, 展开剂带着样点不断地流过吸附剂(硅胶), 由于吸附剂对不同极性的组份有不同的吸附能力, 强极性的硅胶对极性大的组份吸附力大, 对极性小的组份吸附力小, 因此, 使各组份的运行速度不一。经过一段时间后, 各组份就在薄层板上形成彼此分离的斑点。

3. 主要实验仪器及材料:

玻璃板、层析缸、毛细管、量筒、烘箱; 植物色素、 CCl_4 、 CHCl_3 等。

4. 掌握要点:

- (1) 掌握薄层板的制备, 活化;
- (2) 配制展开剂, 能熟练点样, 掌握展开技术;
- (3) 学会计算 R_f 值。

5. 实验内容:

制备薄层板, 配制展开剂, 将植物色素分离。

实验二十四 从茶叶中提取咖啡因

(4 学时)

1. 目的要求:

学习从天然材料中提取生物碱的原理和方法; 掌握索氏提取器进行液-固萃取的基本操作; 掌握升华技术的具体应用。

2. 方法原理:

咖啡碱是一种生物碱, 呈弱碱性。在常温下, 咖啡碱在乙醇中的溶解度约为 2%, 在 100°C 开始升华, 178°C 以上升华很快。将茶叶用乙醇连续萃取, 浓缩后可得粗产品, 可利用升华技术进一步提纯。

3. 主要实验仪器及材料:

索氏提取器、普通漏斗、分液漏斗、蒸馏装置、表面皿、烧杯、量筒; 乙醇、茶叶等。

4. 掌握要点:

- (1) 学习和掌握索氏提取器的萃取原理和使用方法;
- (2) 学习和掌握蒸馏技术分离反应产物;

(3) 学习和掌握升华的方法提纯粗产品的方法。

5. 实验内容:

用乙醇在索氏提取器中从茶叶中提取咖啡因，然后蒸馏，干燥，升华得到产品。

实验二十五 烟碱的提取和性质

(4 学时)

1. 目的要求

学习从烟叶中提取烟碱的原理和方法；学习水蒸气蒸馏法提取有机物的原理和方法。

2. 方法原理

烟碱是由两个杂环构成的生物碱，是一种无色油状液体。烟叶中的烟碱，常与有机酸结合在一起，因此可用酸浸提烟叶，然后用强碱中和，再用水蒸气蒸馏法将其纯化。

3. 主要实验仪器及材料

水蒸气蒸馏装置； H_2SO_4 、 NaOH 、 KMnO_4 、苦味酸、鞣酸、碘化汞钾、 KI 、 I_2 。

4. 掌握要点

(1) 学会生物碱的一般提取过程和方法；

(2) 学会用水蒸气蒸馏分离有机化合物的方法；

(3) 学会生物碱一般性质的检验方法。

5. 实验内容

(1) 用强酸溶液浸提烟叶，碱液中和，游离烟碱；

(2) 水蒸气蒸馏，提纯烟碱；

(3) 用生物碱试剂检验烟碱的性质。

实验二十六 环己烯的合成与性质

(4 学时)

1. 目的要求:

学习环己烯制备的原理和方法及其性质；学习分馏柱的使用；掌握蒸馏操作技术。

2. 方法原理:

环己醇在磷酸作催化剂的条件下发生消除反应生成环己烯。

3. 主要实验仪器及材料:

圆底烧瓶、直形冷凝管、电热套等；环己醇、磷酸、无水氯化钙、高锰酸钾等药品。

4. 掌握要点:

(1) 掌握分馏装置及操作；

(2) 学会液相产物的洗涤、分液和干燥；

(3) 掌握蒸馏技术。

5. 实验内容:

由环己醇制备环己烯，其次用溴水或高锰酸钾溶液检验环己烯的性质。

实验二十七 正丁醚的制备

(6 学时)

1. 目的要求:

掌握分子间脱水制醚的反应原理和实验方法，学习使用分水器，进一步训练和熟练掌握回流加热等基本操作。

2. 方法原理:

利用正丁醇分子间脱水制备正丁醚，此反应为可逆反应，为了提高产率，使用分水器进行回流；控制温度在 135°C 以下，使副反应丁烯的产率低。

3. 主要实验仪器及材料:

分水器、三颈烧瓶、回流冷凝管、蒸馏烧瓶、梨形分液漏斗；正丁醇、浓硫酸、无水氯化钙。

4. 掌握要点:

- (1) 学会带有分水器回流装置的安装和操作；
- (2) 学会液相产物的洗涤、分液和干燥；
- (3) 进一步熟练掌握蒸馏提纯技术。

5. 实验内容：

利用正丁醇分子间脱水制备正丁醚。

实验二十八 1-溴丁烷的制备

(4 学时)

1. 目的要求：

了解从醇制备溴代烷的原理和方法；一步熟悉加热回流操作，掌握有毒气体吸收装置的安装；熟练掌握蒸馏、液体的洗涤、液体的干燥等操作方法。

2. 方法原理：

采用醇与浓硫酸和氢卤酸盐反应来制备正溴丁烷，先回流反应中产生的溴化氢气体排出，使反应向正方向移动，再蒸馏把反应产物正溴丁烷蒸出，并进行洗涤提纯。

3. 主要实验仪器及材料：

圆底烧瓶、蒸馏头、电热套、温度计、漏斗；正丁醇、溴化钠、浓硫酸、10%碳酸钠溶液等。

4. 掌握要点：

- (1) 学习以溴化钠、浓硫酸和正丁醇制备 1-溴丁烷的原理与方法。
- (2) 练习带有吸收有害气体装置的回流加热操作。

5. 实验内容：

利用正丁醇醇与溴化钠、浓硫酸共热制备 1-溴丁烷。

实验二十九 醇、酚、醛、酮的鉴别

(4 学时)

1. 目的要求：

加深对醇、酚、醛、酮的化学性质的认识与理解；掌握用特征反应鉴别这四类化合物的方法。

2. 方法原理：

利用特征反应产生区别其它物质特征的现象来鉴别这四类化合物。

3. 主要实验仪器及材料：

250mL 烧杯、点滴板、试管、试管夹等；甲醇、乙醇、正丁醇、仲丁醇、叔丁醇、甲醛、乙醛，苯甲醛、苯酚、丙酮、1%苯酚、浓硫酸、10%硫酸、1%三氯化铁溶液、饱和溴水、硝酸银溶液、2%氨水、金属钠等。

4. 掌握要点：

- (1) 醇和酚的化学性质、
- (2) 醛、酮与HCN、NaHSO₃、氨的衍生物、醇的加成等性质。

5. 实验内容：

醇、酚、醛、酮的性质。

实验三十 重氮盐的制备及其性质

(4 学时)

1. 目的要求：

掌握重氮盐合成的一般原理及方法；掌握重氮盐的放氮反应和偶合反应。

2. 方法原理：

伯胺在低温下与亚硝酸反应生成重氮盐，加热重氮盐会放氮气；一定条件下，重氮盐与酚或芳胺可发生偶合反应。

3. 主要实验仪器及材料：。

烧杯、试管、温度计、电加热套、分液漏斗等；对氨基苯磺酸、溴水、苯酚、对硝基苯胺、β-萘酚等。

4. 掌握要点:

- (1) 掌握由伯胺制备重氮盐的方法;
- (2) 掌握重氮盐的放氮反应和偶合反应。

5. 实验内容:

利用伯胺与亚硝酸制备重氮盐, 并验证重氮盐的性质。

实验三十一 碳水化合物、氨基酸、蛋白质的性质

(4 学时)

1. 目的要求:

通过碳水化合物、氨基酸和蛋白质的性质实验, 进一步加深对这些化合物的认识。

2. 方法原理:

有机化合物分子中的官能团是分子中比较活泼而容易发生反应的部位。通过官能团所特有的反应现象, 既能大致区别有机化合物的类别。

3. 主要实验仪器及材料:

试管、试管架, 石棉网, 酒精灯、烧杯 (250mL)、等; 4%葡萄糖, 4%果糖, 4%麦芽糖, 4%蔗糖, 2% α -萘酚乙醇溶液、2%淀粉、2%和 10%硝酸银溶液、菲林试剂、苯肼试剂, 2%甘氨酸, 蛋白质溶液, 间苯二酚浓盐酸溶液, pH 试纸等。

4. 掌握要点:

- (1) 掌握碳水化合物的某些鉴别方法;
- (2) 掌握验证氨基酸和蛋白质的某些重要化学性质。

5. 实验内容:

碳水化合物、氨基酸、蛋白质的性质及其鉴别方法。

实验三十二 黄连素的提取和性质

(4 学时)

1. 目的要求:

通过从黄连中提取黄连素, 掌握回流提取的方法; 比较索氏提取器与回流提取器的优缺点。

2. 方法原理:

黄连中含有多种生物碱、除以黄连素 (俗称小檗碱 Berberine) 为主要有效成分外, 尚含有黄连碱、甲基黄连碱、棕榈碱和非洲防己碱等。黄连素是黄色针状体, 微溶于水和乙醇, 较易溶于热水和热乙醇中, 几乎不溶于乙醚。在自然界黄连素多以季铵盐的形式存在, 其盐酸盐、氢碘酸盐、硫酸盐、硝酸盐均难溶于水, 易溶于热水, 且各种盐的纯化都比较容易。

3. 主要实验仪器及材料:

圆底烧瓶、球形冷凝管、电热套等; 黄连、乙醇、1%醋酸、浓盐酸等。

4. 掌握要点:

- (1) 掌握黄连中提取黄连素提取的原理和方法;
- (2) 掌握回流萃取的操作技术。

5. 实验内容:

通过回流提取法从黄连中提取黄连素。

实验三十三 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备

(6 学时)

1. 目的要求:

学习由呋喃甲醛制备呋喃甲醇和呋喃甲酸的原理和方法, 加深对 Cannizzaro 反应的认识; 进一步训练蒸馏、加热和重结晶等基本操作。

2. 方法原理:

不含活泼氢的呋喃甲醛在强碱的作用下, 自身进行氧化还原反应, 一分子醛被氧化成呋喃甲钾, 经溶解、萃取、分液、酸化等处理得呋喃甲酸; 另一分子醛被还原为呋喃甲醇。

3. 主要实验仪器及材料:

烧杯、分液漏斗、减压蒸馏装置等; 呋喃甲醛、氢氧化钠、甲基叔丁基醚、盐酸、无水硫酸镁等。

4. 掌握要点:

(1) 呋喃甲醛制备呋喃甲醇和呋喃甲酸的原理和方法;

(2) 进一步学习蒸馏、加热和重结晶等基本操作。

5. 实验内容:

呋喃甲醛在强碱的作用下, 自身进行氧化还原反应, 一分子醛被氧化成呋喃甲酸; 另一分子醛被还原为呋喃甲醇。

实验三十四 乙酸异戊酯的制备

(6 学时)

1. 目的要求:

学习乙酸与异戊醇制备乙酸异戊酯的原理和方法; 掌握回流、萃取、干燥、蒸馏等实验技术。

2. 方法原理:

酯化反应是一个可逆反应, 当反应达到平衡状态时, 难以继续进行, 因此, 为了提高反应产率, 应设法破坏反应平衡, 其方法有两种: 其一, 使其中某一反应物过量; 其二, 不断地移去某一生成物, 本实验中采用的是第一种方法提高乙酸与异戊醇的酯化率。

3. 主要实验仪器及材料:

烧杯、分液漏斗、锥形瓶、减压蒸馏装置等; 乙酸、异戊醇、饱和碳酸钠溶液、无水硫酸镁等。

4. 掌握要点:

(1) 乙酸与异戊醇制备乙酸异戊酯的原理和方法;

(2) 进一步学习回流、萃取、干燥、蒸馏等实验技术。

5. 实验内容:

乙酸与异戊醇制备乙酸异戊酯。

实验三十五 苯甲酸乙酯的制备

(6 学时)

1. 目的要求:

学习苯甲酸与乙醇通过酯化反应制备苯甲酸乙酯的原理和方法; 熟练掌握分水器、分液漏斗等的使用; 练习回流、分液、蒸馏等操作技术。

2. 方法原理:

直接酸催化酯化反应是经典的制备酯的方法, 但反应是可逆反应, 为提高酯的转化率, 使用过量乙醇或将反应生成的水从反应混合物中除去, 都可使平衡向生成酯的方向移动, 从而提高酯化率。

3. 主要实验仪器及材料:

圆底烧瓶、回流冷凝管、分水器; 苯甲酸、乙醇、环己烷、, 浓硫酸、乙醚、饱和氯化钠、无水氯化钙。

4. 掌握要点:

(1) 苯甲酸与乙醇通过酯化反应制备苯甲酸乙酯的原理和方法;

(2) 熟练掌握分水器、分液漏斗等的使用;

(3) 熟悉回流、分液、蒸馏等操作技术。

5. 实验内容:

浓硫酸作催化剂, 以苯甲酸与乙醇为原料, 在小火加热的条件下合成苯甲酸乙酯。

实验三十六 乙酸苄酯的合成

(6 学时)

1. 目的要求:

了解相转移催化在有机合成中的应用; 熟悉搅拌、减压蒸馏等操作。

2. 方法原理:

实验采用氯化苄与醋酸钠在四丁基溴化铵作相转移催化下合成乙酸苄酯，粗产品通过洗涤、分液、干燥后，再经蒸馏得纯品。

3. 主要实验仪器及材料：

三口烧杯、球形冷凝管、分液漏斗、锥形瓶、圆底烧瓶、烧杯、机械搅拌器、减压蒸馏装置等；氯化苄、醋酸钠三水合物、四丁基溴化铵、碳酸钠溶液等。

4. 掌握要点：

- (1) 学习相转移催化在有机合成中的应用及相转移催化合成的基本原理和实验方法；
- (2) 进一步熟悉搅拌、减压蒸馏等操作。

5. 实验内容：

采用氯化苄与醋酸钠在四丁基溴化铵作相转移催化下合成乙酸苄酯。

实验三十七 乙酰苯胺的制备

(5 学时)

1. 目的要求

掌握苯胺乙酰化反应的原理和实验操作；进一步熟悉重结晶提纯固体有机物的方法。

2. 方法原理

乙酸与苯胺的反应速率较慢，且反应是可逆的，为了提高乙酰苯胺的产率，本实验采用冰乙酸过量的方法，同时利用分馏柱将反应中生成的水从产物里移走。另用酸酐作平行实验比较不同酰化剂的反应速率和产率。

3. 主要实验仪器及材料

刺形分馏柱、园底烧瓶、接受瓶、温度计、烧杯、电加热套等。苯胺、冰醋酸、锌粉、乙酸酐。

4. 掌握要点

- (1) 了解苯胺酰基化反应的原理及在有机合成上的应用；
- (2) 熟练掌握简单分馏、重结晶、固体有机物过滤、洗涤的基本操作。

5. 实验内容

利用乙酸、乙酸酐和苯胺的酰化反应制备乙酰苯胺。

实验三十八 甲基橙的制备

(5 学时)

1. 目的要求：

熟悉重氮化反应和偶合反应的原理，掌握、减压蒸馏装置。

2. 方法原理：

甲基橙是酸碱指示剂，变色范围；3.1~4.4。实验中可由对氨基苯磺酸重氮盐与 N,N-二甲基苯胺的醋酸盐，在弱酸性介质中偶合得到的。偶合首先得到的是嫩红色的酸式甲基橙，称为酸性黄，在碱中酸性黄转变为橙黄色的钠盐，即甲基橙。

3. 主要实验仪器及材料：。

烧杯、温度计、表面皿、减压蒸馏装置等；对氨基苯磺酸晶体、的氢氧化钠溶液、亚硝酸钠、浓盐酸、N,N-二甲基苯胺、冰醋酸、乙醇等。

4. 掌握要点：

- (1) 减压蒸馏装置；
- (2) 熟悉重氮化反应和偶合反应的原理。

5. 实验内容：

由对氨基苯磺酸重氮盐与 N,N-二甲基苯胺的醋酸盐，在弱酸性介质中偶合得到的。偶合首先得到的是嫩红色的酸式甲基橙，称为酸性黄，在碱中酸性黄转变为橙黄色的钠盐，即甲基橙。

实验三十九 乙酸乙酯的制备

(6 学时)

1. 目的要求

了解有机酸合成酯的一般原理及方法，掌握蒸馏、分液漏斗的使用等操作。

2. 方法原理

实验采用冰醋酸与乙醇在浓硫酸催化下合成乙酸乙酯，粗产品用饱和碳酸钠、饱和食盐水洗涤，再用无水硫酸镁干燥制后，经蒸馏得纯品。

3. 主要实验仪器及材料

直形冷凝管、三口烧瓶、接受瓶、温度计、烧杯、电加热套、分液漏斗等；无水乙醇、冰醋酸、浓硫酸、碳酸钠、氯化钙、无水硫酸钠

4. 掌握要点

- (1) 掌握由醇和羧酸制备羧酸酯的方法；
- (2) 练习分液漏斗和滴液漏斗的使用及蒸馏操作。

5. 实验内容

利用冰醋酸与乙醇反应制备乙酸乙酯。

实验四十 乙酰水杨酸的制备

(4 学时)

1. 目的要求

学会阿司匹林的合成原理和方法；掌握阿司匹林纯度的检验方法。

2. 方法原理

本实验以水杨酸和乙酸酐为原料，在浓硫酸的催化下合成乙酰水杨酸，即阿司匹林。如果提纯的产物中还含有残余的水杨酸，可用 FeCl_3 检验。

3. 主要实验仪器及材料

锥形瓶、园底烧瓶、抽滤瓶、砂芯漏斗、烧杯、酒精灯等； H_2SO_4 、 Na_2CO_3 、 HCl 、 FeCl_3 、水杨酸、乙酸酐。

4. 掌握要点

- (1) 掌握由酚酸和酸酐制备羧酸酯的方法；
- (2) 进一步熟练掌握固体有机物的重结晶操作。

5. 实验内容

利用水杨酸和乙酸酐在浓硫酸催化下制备阿司匹林。

实验四十一 尿醛树脂的合成

(6 学时)

1. 目的要求：

掌握合成脲醛树脂的原理、方法；了解合成反应机理。

2. 方法原理：

脲醛树脂是氨基树脂中的一种，由甲醛和尿素在一定条件下经缩合反应而成。

3. 主要实验仪器及材料：

电动搅拌器、水冷凝管、温度计、三颈烧瓶等；甲醛溶液、环六亚甲基四胺、浓氨水、尿素、氢氧化钠溶液、氯化铵等。

4. 掌握要点：

- (1) 掌握合成脲醛树脂的原理；
- (2) 加深缩合反应的理解。

5. 实验内容：

甲醛和尿素在一定条件下经缩合的尿醛树脂。

五、考核办法

采用平时成绩+实验操作考试成绩的考核方式：总成绩=平时成绩×50%+实验操作考试成绩×50%。平时成绩以学生平时实验成绩综合为准，平时成绩和实验操作考试成绩由实验预习 10%、实

验操作 30%、实验结果 20%、实验报告 40%四部分构成。

六、实验教学指导书和参考书

1. 刘约权, 李贵深主编,《实验化学》, 高等教育出版社, 2005 年
2. 北京师范大学等编,《无机化学实验》, 高等教育出版社, 2001 年
3. 武汉大学等编,《分析化学实验》, 高等教育出版社, 2001 年
4. 四川大学等编,《分析化学实验》, 高等教育出版社, 2003 年
5. 曾昭琼主编,《有机化学实验》(第三版), 高等教育出版社, 2000 年
6. 高占先主编,《有机化学实验》(第四版), 高等教育出版社, 2004 年
7. 蔡炳新, 陈贻文主编,《有机化学实验》(第二版), 科学出版社, 2007 年