

《基础化学实验 C》教学大纲

实验名称：基础化学实验 C

学 分：2.5 分

学 时：40 学时

适用专业：近化工类（III）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

基础化学实验 C 是护理学、临床学、地质学、森林资源保护与给水排水工程等专业的一门重要的基础实验课程。本课程培养学生化学实验的基本操作技能，培养学生独立进行实验操作、观察、记录、分析归纳实验现象、撰写实验报告等多方面的能力，同时培养学生良好的实验习惯、实事求是的科学态度，提高学生分析和解决实际问题的能力，为后续实验课程以及专业课程的学习打下良好的基础。

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。
2. 掌握基础化学实验基本操作方法和技能。
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，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	3	√		√		
2	滴定练习	3	√		√		
3	标准溶液的配制及标定	4	√		√		
4	水的总硬度测定	4	√		√		
5	硫酸亚铁铵的制备	4		√	√		
6	邻二氮菲分光光度法测定铁	4		√		√	二选一
7	磷的比色分析	4		√			
8	熔点测定	4	√		√		
9	环己烯的合成与性质	4	√		√		
10	醇、酚、醛、酮的鉴别	4	√				
11	重氮盐的制备及性质	4	√			√	三选一
12	碳水化合物、氨基酸、蛋白质的性质	4	√				
13	乙酰苯胺的合成（2 种方法）	5		√	√		15
14	乙酸乙酯的制备	5		√	√		
15	乙酰水杨酸的制备	4		√			
16	邻氨基苯甲酸的制备	4		√		√	二选一

四、实验教学内容及学时分配

[键入文字]

实验一 化学实验基础知识介绍及玻璃加工

(3 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。

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 滴定练习

(3 学时)

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

实验三 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

[键入文字]

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

实验四 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 $\text{M}(\text{金属离子}) + \text{In}(\text{指示剂}) = \text{MIn}$

终点前 $\text{M} + \text{Y} = \text{MY}$

终点时 $\text{MIn} + \text{Y} = \text{MY} + \text{In}$

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； $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 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。

实验五 硫酸亚铁铵的制备

(4 学时)

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。

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；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方法。

5. 实验内容

- (1) 铁屑表面除油；
- (2) 硫酸亚铁的制备；
- (3) 硫酸亚铁铵的制备；
- (4) 产品检验。

实验六 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 $\text{pH} = 3\sim 9$ 的溶液中生成稳定的橙红色配合物，铁含量在 $0.1\sim 6\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 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；

$\text{FeSO}_4\cdot(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ，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。

实验七 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

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。

实验八 熔点测定 (4 学时)

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 $0.5^\circ\text{C}\sim 1^\circ\text{C}$ ，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：

[键入文字]

测定苯甲酸、肉桂酸、苯甲酸与肉桂酸混合物的熔点。

实验九 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。

实验十 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。

实验十一 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。

实验十二 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) 掌握碳水化合物某些鉴别方法;
- (2) 掌握验证氨基酸和蛋白质某些重要化学性质。

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。

实验十三 乙酰苯胺的合成(2种方法)

(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。

实验十四 乙酸乙酯的制备

(5 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。

实验十五 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。

实验十六 邻氨基苯甲酸的制备

(4 学时)

1. 目的要求：

学习霍夫曼酰胺降级反应制备邻氨基苯甲酸的原理和方法；熟悉减压抽滤和重结晶等操作

2. 方法原理：

邻苯二甲酰亚胺与次溴酸钠发生霍夫曼酰胺降级反应制备邻氨基苯甲酸钠盐，经洗涤、趁热抽滤、冷却、酸化等处理的邻氨基苯甲酸。

3. 主要实验仪器及材料：

锥形瓶、烧杯、抽滤装置等；邻苯二甲酰亚胺、溴、氢氧化钠、浓盐酸、饱和亚硫酸钠等。

4. 掌握要点：

- (1) 掌握制备邻氨基苯甲酸的原理和方法；
- (2) 学习减压抽滤和重结晶等操作。

5. 实验内容：

利用邻苯二甲酰亚胺与次溴酸钠发生霍夫曼酰胺降级反应制备邻氨基苯甲酸。

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