



普通高等教育“十二五”规划教材

无机及分析化学实验 学习指导

王金刚 主编

 科学出版社

普通高等教育“十二五”规划教材

无机及分析化学实验学习指导

王金刚 主编



科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书是“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材《无机及分析化学实验》(科学出版社,2008)的配套参考书,主要针对学生在中学阶段缺乏实验基础、难以快速适应大学化学实验教学的现实,面向学习无机化学实验以及无机及分析化学实验的学生而编的辅助教材。本书以《无机及分析化学实验》教材为基础,精选学生在基础化学学习阶段常开设的部分实验,通过预习、实验目的解析、操作要点、常见错误分析、问题讨论等内容,使学生在实验操作前全面了解本实验要解决的问题、实验要完成的训练以及可能出现的错误,使学生快速进入角色,少走弯路,尽快完成中学化学学习思维向大学的转变。

本书可作为高等学校化学、化学工程与工艺、材料科学与工程、环境科学与工程、生物科学与工程、制药工程等专业的辅助教材,也可供相关专业的研究人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验学习指导/王金刚主编. —北京:科学出版社,2016. 1
普通高等教育“十二五”规划教材

ISBN 978-7-03-046631-0

I. ①无… II. ①王… III. ①无机化学-化学实验-高等学校-教学参考资料②分析化学-化学实验-高等学校-教学参考资料 IV. ①O61-33
②O652. 1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 298597 号

责任编辑:郭慧玲 / 责任校对:韩 杨
责任印制:赵 博 / 封面设计:迷底书装

科学出版社出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

天津市新科印刷有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2016 年 1 月第 一 版 开本:720×1000 1/16

2016 年 1 月第一次印刷 印张:12 1/2

字数:259 000

定价:35.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

《无机及分析化学实验学习指导》

编写委员会

主 编 王金刚

副主编 苗金玲 范迎菊 朱沛华

编 委 (按姓名汉语拼音排序)

范大伟 范迎菊 刘广宁 苗金玲

聂 永 盛永丽 王金刚 徐 波

杨红晓 赵淑英 朱沛华

前 言

本书是“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材《无机及分析化学实验》(魏琴、盛永丽主编,科学出版社)的配套参考书。本书结合编者及其他教师多年的教学经验编写,其目的在于帮助学生尤其是缺乏实验训练基础的大学一年级学生更好地理解和把握实验的要求和目的,分析各实验的特点和易出现的问题,帮助学生顺利地完成实验。在本书编写过程中着重把握以下几点:

(1) 分析各实验要解决的主要问题。许多学生在做实验时往往没有认真思考每个实验的目的是什么、通过每个实验可以解决什么问题 and 得到什么训练,只是机械地根据教材内容进行实验,对一些细节关注不够,出现问题不知道如何解决,致使实验课程起不到其应有的作用。本书在实验的预习提要部分对实验欲进行的训练和欲达到的目标作出解析,并在预习题目上加以体现,使学生在预习和实验过程中能准确把握实验的主体思路。

(2) 列出实验中易出现的问题以及解决的方法。无机化学实验和无机及分析化学实验是学生进入大学后所接触的第一门化学实验课程,从中学时期的以教师演示和学生背诵为主的实验学习模式转变为自主学习模式,学生在认识和基础操作等方面都有很大的不足,出现大量问题在所难免。本书对学生实验中易出现的问题进行了总结,对出现问题的原因进行了分析,可以帮助学生少走弯路,尽快得到提高。

(3) 通过设置预习习题的方式引导学生预习。预习题目内容以实验的重点或学生易忽视以及易犯错的问题为主,其答案在实验教材以及本书中都可以找到,使学生预习时更有针对性。课后的练习题则针对实验易出现的错误或实验数据的处理方法来设置,便于学生顺利完成实验和实验报告。

本书主编为王金刚,副主编为苗金玲、范迎菊、朱沛华。参加本书编写及相关工作的人员还有:盛永丽、聂永、刘广宁、杨红晓、徐波、赵淑英和范大伟。苗金玲、范迎菊、朱沛华、聂永等老师对本书进行了认真校对。全书由王金刚统稿定稿。

魏琴教授、李慧芝教授对本书的编写提出了宝贵意见,在此表示衷心感谢。

由于编者水平有限,书中难免有疏漏和不妥之处,敬请读者批评指正。

编 者

2015 年 9 月

目 录

前言

第一章 基础实验	1
实验 1 仪器认领与简单操作训练	1
实验 2 溶液的配制	8
实验 3 分析天平操作练习	16
实验 4 滴定分析操作练习	18
实验 5 粗盐的提纯	24
实验 6 化学反应速率与活化能的测定	29
实验 7 电离平衡与沉淀平衡	31
实验 8 氧化还原反应与电化学	34
实验 9 配合物的生成与性质	38
实验 10 摩尔气体常量的测定	41
实验 11 乙酸电离常数的测定	44
实验 12 氯、溴、碘、氧、硫	47
实验 13 氮、磷、碳、硅、硼	50
实验 14 锡、铅、锑、铋	55
实验 15 铜、银、锌、镉、汞	58
实验 16 铬、锰、铁、钴、镍	63
实验 17 混合离子的分离与检出	69
实验 18 离子鉴定和未知物鉴别	74
实验 19 碱灰中总碱度的测定	79
实验 20 甲醛法测定氮肥中氮的含量	81
实验 21 EDTA 标准滴定溶液的配制和标定	83
实验 22 水的钙镁硬度及总硬度的测定	85
实验 23 重铬酸钾法测定铁矿中铁的含量	86
实验 24 间接碘量法测定胆矾中铜的含量	88
实验 25 水样中化学耗氧量的测定	91
实验 26 高锰酸钾法测定过氧化氢的含量	95
实验 27 直接碘量法测定水果中维生素 C 的含量	98
实验 28 水中溶解氧的测定	99
实验 29 福尔哈德法测定氯化物中 Cl^- 的含量	101

实验 30	水泥中三氧化硫含量的测定	103
实验 31	邻二氮菲吸光光度法测定铁	106
第二章	综合实验	117
实验 32	硫酸亚铁铵的制备及组成分析	117
实验 33	三乙二酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备及组成分析	120
实验 34	三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备及组成分析	125
实验 35	五水合硫酸铜的制备及其含量测定	129
实验 36	四氧化三铅组成的测定	131
实验 37	双指示剂法测定混合碱的组成及其含量	133
实验 38	铝-铬天青 S-CTAB 三元配合物光度法的研究	138
第三章	设计实验	142
实验 39	铜碘化物的制备及其实验式的确定	142
实验 40	一种钴(Ⅲ)氨配合物的制备及组成分析	144
实验 41	未知物摩尔质量和酸解离常数的测定	147
实验 42	明矾的制备及其定性检测	148
实验 43	碱式碳酸铜的制备	151
实验 44	由煤矸石或铝矾土制备硫酸铝	154
第四章	微型化学实验	157
实验 45	分光光度法测定 $\text{Cu}(\text{IO}_3)_2$ 的溶度积常数	157
实验 46	动力学方法测定微量铜离子	159
实验 47	茶叶中一些元素的分离和鉴定	162
实验 48	乙二酸合铬(Ⅲ)酸钾顺反异构体的制备与鉴别	166
实验 49	$[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$ 水合反应速率常数和活化能的测定	168
实验 50	2,6-二氯酚靛酚法测定水果蔬菜中维生素 C 的含量	173
实验 51	莫尔法测定氯化物中 Cl^- 的含量	177
实验 52	食用醋中总酸度的测定	179
第五章	模拟考查题	182
模拟 1	无机化学实验(理科)笔试	182
模拟 2	无机及分析化学实验(工科)笔试	184
模拟 3	无机及分析化学实验操作考查题	185

第一章 基础实验

实验 1 仪器认领与简单操作训练

一、预习提要

作为大学化学学习阶段面临的第一个实验,开始实验前,应先完成以下工作:

- (1) 熟悉实验室安全细则,了解一般实验室事故的处理方式。
- (2) 熟悉常见玻璃仪器的洗刷方法和要求。

上述两个问题在《无机及分析化学实验》教材(以下简称实验教材)相关章节有详细叙述,请同学们认真阅读,了解实验室安全规则,熟悉常见仪器的名称和使用要求,避免事故的发生。

进行本实验之前,请认真预习实验教材,完成以下问题:

- (1) 实验用水有什么要求?一般用什么容器盛装实验用水?
- (2) 不具有腐蚀性的固体可用称量纸称量,如果没有专门的称量纸,可用什么代替?能否使用滤纸?
- (3) 用酒精灯加热试管中液体时,不正确的加热方式会造成液体喷溅伤人,实验时应注意哪些问题?
- (4) 加热试管中固体时,应采取什么措施以避免试管炸裂?
- (5) 本实验中有两个实验项目需用干燥的试管,应事先用气流烘干器烘干试管备用,请说明是哪两个实验项目。
- (6) 固体粉末装入试管时,应直接送入试管底部,不允许试管口有固体残留,实际操作中应如何将粉末状固体装入试管?
- (7) 用润湿的 pH 试纸检测 NaCl 与浓硫酸反应的溢出气体时,能否测出气体的 pH? 为什么?
- (8) 将离心试管放入离心机进行离心分离时应遵循什么原则?
- (9) 离心分离后用吸管吸取上部清液时,为防止把沉积的固体吹起,应注意什么?

二、实验指导

本实验内容简单,主要目的是通过一些简单的实验,练习常见仪器的使用方法,学习规范的操作,养成一丝不苟的实验习惯,为今后的学习和工作打下良好的基础。

图 1-1 和图 1-2 是实验常用的几种仪器。图 1-1 所示的直形试管为普通硬质试管,用于完成一般的性质实验和少量固体或液体的加热,普通硬质试管可用酒精灯直接加热。图 1-1 所示的尖底试管为玻璃离心试管,用于离心法的固液分离;离心试管需要加热时一般采用水浴,可用盛有水的烧杯作为热水浴,采用电炉加热。每次实验结束,需要将试管等玻璃仪器洗刷(专用管刷)干净,再归类放置。图 1-2 所示洗瓶为塑料材质,一般用来盛装蒸馏水,盛装其他试剂必须加以标注。一次实验结束后,洗瓶中剩余的蒸馏水不必倒掉,下次实验可继续使用。

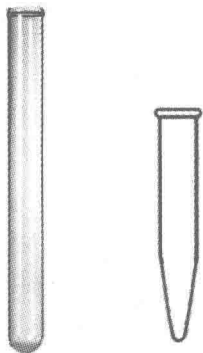


图 1-1 普通硬质试管和离心试管



图 1-2 洗瓶

1. 试管中容量的观察与液体滴加练习

本实验的目的是观察少量液体在试管中的位置,以后进行一些检验性的实验时,可以通过直接滴加溶液的方式完成试剂的取用。

2. 指示剂显色

本实验的目的主要是练习液体试剂的取用和试管的使用方法。

待取用溶液置于细磨口试剂瓶中,胶头滴管既起到滴管的作用,也起到瓶塞的作用。从试剂瓶中取溶液时,应先提起滴管,挤压胶头挤出空气后再探入瓶中吸取溶液;滴加完毕,应将滴管中多余试剂挤出至试剂瓶,再盖回试剂瓶,胶头滴管切勿乱放,以防污染。

用滴管向试管中滴加溶液时,最重要的是防止滴管碰触试管壁,以免造成试剂污染,因此滴管应悬于试管口上方,切勿探入试管中。此外,为保持每滴液体体积的一致性,滴管在试管口上方应呈悬垂方式,避免加入角度的多变。

手持试管的位置为距试管口上端三分之一处,加热时试管中加入的液体不应超过试管体积的三分之一。

提醒:实验室的结构通常为两组实验台的中间为试剂架,试剂为两边学生实验时共用,因此同学们取完试剂后须将试剂瓶及时归位,以免影响其他人使用。

3. “蓝瓶子”实验

本实验主要练习固体试剂称量,由于所称量固体为非基准试剂,称量精度要求不高,采用普通电子天平或托盘天平即可。

葡萄糖为非腐蚀性固体,可用专用称量纸置于天平上直接称量。如果没有专用称量纸,可用表面光滑的白纸代替,但不能使用滤纸,一是避免浪费,二是防止颗粒较细的粉末在滤纸表面留存。

NaOH 为腐蚀性固体,不能使用称量纸,应选择洁净的小烧杯或表面皿作为盛接容器。

电子天平上放置称量纸或小烧杯后,按“去皮”(或“T”)键可使天平读数回零,可直接读取所称固体质量。

提醒:除特殊情况外,实验用水一律使用蒸馏水(去离子水),蒸馏水一律使用洗瓶盛装,不要随便使用容器,以免造成混乱。

4. 蓝白互变实验

本实验主要练习固体试样的取用以及试管中固体试样的加热方式。

硬质试管加热使用酒精灯,请使用前认真阅读实验教材中酒精灯的使用规则,严格操作规范,避免发生事故。

如图 1-3 所示,较粗的试管可以使用药匙直接加入固体试样,较细的试管可以用一细长纸条送入。取用固体试样时,先平放试管,将药匙或纸条伸入至接近试管底部时,竖直试管,使固体试样滑入试管底部,管口不应有固体试样残留。



图 1-3 试管中固体试样的加入方法

在试管中加入块状固体(如块状石灰石)时,可先将试管平放,再用镊子夹取固体放入试管,竖起试管后,固体滑入试管底部;若直接在竖直的试管中放入固体,试管底部可能会被击破。

如图 1-4 所示,本实验加热固体时试管口应略向下倾斜,防止生成的水倒流回试管使试管炸裂。为使固体均匀受热,加热前先手拍试管,使固体均匀平铺于试管底部($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 固体在试管中的状态如图 1-4 所示)。加热时使用酒精灯外焰。对于固体

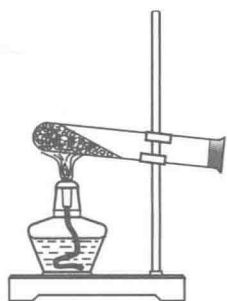


图 1-4 试管中固体加热

的加热,在试管均匀受热后可集中受热。若实验室未提供铁架台,可用试管夹固定试管,采用手持的方式完成实验。

注意: 所用试管内外壁都应干燥,否则试管易炸裂,可预先用气流烘干机(图 1-5)烘干试管备用。

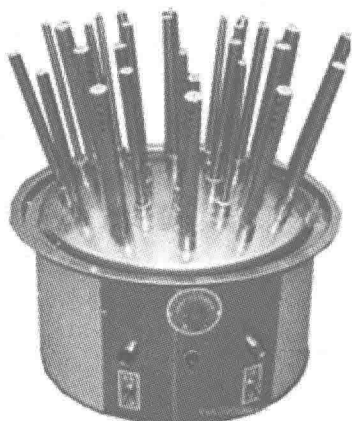


图 1-5 气流烘干机

提醒: 本实验在得到无水硫酸铜后,需冷却后滴加少量水以感受水合反应后的温度变化。在此期间,可以先进行其他实验;加水时,滴加 3~5 滴即可,过多则无法感受温度变化。

使用酒精灯切记注意安全:①酒精灯使用时不要太靠近实验台边缘,防止不小心打落引发危险;②加注酒精时务必完全熄灭火焰,同时使用漏斗加注,防止外洒;③用火柴点燃酒精灯,不要用燃烧的酒精灯点燃另一个酒精灯;④熄灭酒精灯时使用灯帽盖灭,熄灭火焰后将灯帽拿起,再次盖上(两次灭火),一次熄火易导致再次打开困难。

常见错误: ①试管口不注意向下倾斜,冷凝水回流导致试管炸裂;②加热前未手拍试管使硫酸铜固体平铺,导致部分固体不能变白。

5. 五色实验

本实验除练习滴管和试管的使用外,重点强调“滴”的概念,要求乙二胺逐滴加入,每加入一滴即用力振荡,观察乙二胺加入量与产物的关系(通过颜色观察)。

6. 固体 NaCl 与浓 H_2SO_4 反应

本实验反应生成 HCl 气体,因此试剂用量在保证效果的前提下应尽可能少,减少污染。有的药匙的末端呈铲状,一铲的样品量即可认为是“豆粒”大小。反应后试管中的残余物在冷却后通常较难清洗,可加水后加热溶解除去。

本实验的操作重点是气体酸碱性的检验,应将用水润湿后的 pH 试纸放到试管口检验。检验时不能直接用手拿已经剪成小片的试纸,防止因手不洁污染试纸以及

不明气体对手造成伤害,应用一洁净玻璃棒蘸水后“点击”pH试纸,在润湿试纸的同时把试纸沾到玻璃棒上,然后放置在试管口检验气体酸碱性。

为防止试管中残留水分对实验的影响,应使用烘干过的试管。

提醒:本实验是检验气体酸碱性,不是直接读出pH,因为试纸颜色受溶解气体量的影响,时间越长,红色越明显。

为顺利沾起试纸,先将试纸置于干燥的表面皿上,再用沾水的玻璃棒“点击”试纸,注意玻璃棒与桌面尽量平行,使玻璃棒与试纸接触面增大。

7. 加热加有酚酞的NaAc溶液,观察溶液颜色变化

本实验用酒精灯加热试管中溶液,操作不正确易引起液体喷射伤人,应特别注意安全,操作时掌握以下几点:

- (1) 试管套入试管夹时,夹在距试管口约三分之一处。
- (2) 手持试管夹长柄,拇指不要按压短柄,防止试管脱落。
- (3) 加热时由上至下先使试管均匀受热,最后在盛有溶液处来回移动加热,不要让液体集中一处受热。
- (4) 试管与桌面约呈 45° ,不要将试管口对着自己 and 他人。

提醒:NaAc溶液呈碱性,加入酚酞后应该显红色,但实验中往往发现溶液呈无色,这是由于水中溶解了二氧化碳等气体而呈酸性,致使变色不明显;加热后,NaAc水解程度增加,溶液出现明显红色。

8. 离心分离练习

在使用离心机之前请认真阅读实验教材中相关使用要求。本部分内容采用如图1-1所示的离心试管进行实验,便于采用离心的方式进行固液分离。离心试管要保证等重、对称放置,防止因不平衡而损坏仪器。如果只操作一支试管,可取另一支离心试管放入等量水,以保证在机器中对称。开机时应从低速开始,待运转平稳后再逐级调至高速;离心结束则由高档逐级降到低档,待机器运行结束再取出离心管。

有些离心机有离心套管,使用前做好检查,看套管是否有缺失或损坏,避免让离心试管掉入机器中。

洗涤沉淀时,上层清液的吸取要注意先把滴管胶头中空气挤出,再伸入液面下小心吸取清液,防止底部固体被搅起。取完清液后再加水,用尖头玻璃棒或细玻璃棒充分搅动以洗涤沉淀,再按同样方法进行离心。

三、实验记录和报告

1. 实验记录

学生在实验过程中要养成如实记录和使用实验记录的习惯,实验记录应简洁,一

些过程实验可采用线图的方式,实验记录参考格式(部分内容)如下所示。

2. 指示剂的显色

介质	加甲基橙后颜色	加酚酞后颜色	酸碱性
纯水	橙色	无色	中性
HCl	红色	无色	酸性
NaOH	黄色	红色	碱性

5. 五色实验

NiSO_4 溶液中加入乙二胺:

滴数	1 滴	2 滴	3 滴	4 滴	5 滴
颜色	浅蓝	深蓝	深蓝	紫色	紫色

7. $0.5 \text{ mL NaAc} \xrightarrow{1 \text{ 滴酚酞}}$ 微红 $\xrightarrow{\text{加热}}$ 红色加深

2. 实验报告

实验报告在实验教材第 4 页有相应的参考模板,本实验采用图表方式显得较为简洁,应避免全篇的文字描述,实验报告参考格式(部分内容)如下所示。

序号	实验内容	实验现象	原因及解释
(7)	NaAc 溶液中加入酚酞 将溶液加热	溶液呈微红色 红色加深	$\text{Ac}^- + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{HAc} + \text{OH}^-$, 呈碱性 加热有利于 NaAc 水解
(8)	略	略	略

四、问题与讨论

(1) 试指出图 1-6 所示操作中的错误。

图 1-6 所示错误操作包含:①试管中液体超过试管容积的 $1/3$;②拇指按压试管夹短柄;③使用酒精灯内焰加热。

(2) 玻璃棒搅动烧杯中溶液加快固体溶解或搅动离心试管中溶液以洗涤沉淀时有什么操作要求?

玻璃棒搅动溶液时要求沿一个方向进行,不要碰触烧杯壁或试管壁,尤其对于离心试管中沉淀的洗涤,由于使用的是尖头玻璃棒或细玻璃棒,碰触可能会使玻璃棒损坏。

(3) 实验室所用自来水龙头与家用水龙头有什么区别? 开启时应注意什么?

为洗刷试管等细口仪器的方便,实验室的水龙头通常加装了尖嘴出口,出水压力大,开启时应慢慢打开,防止喷溅。在洗刷试管、烧杯等仪器时应特别注意,水流过猛可能会使容器中残留的试剂溅到身上,有发生意外的可能。

(4) 指出图 1-7 所示操作中的错误。

图 1-7(a)中的错误是没有事先将试管中的废液倒掉,存在溅出伤人的危险;图 1-7(b)中的错误是不能同时洗刷多支试管,同时握几支试管时,用力小易发生脱落,用力过大可能导致试管破损而被扎伤。

(5) 指出图 1-8 所示操作中的错误。



图 1-6 试管中溶液加热的错误操作

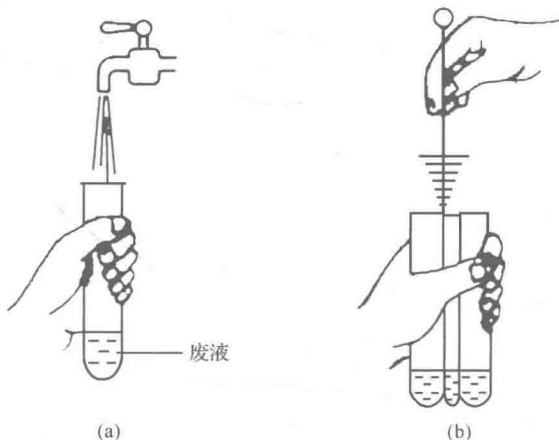


图 1-7 洗刷试管错误操作示例

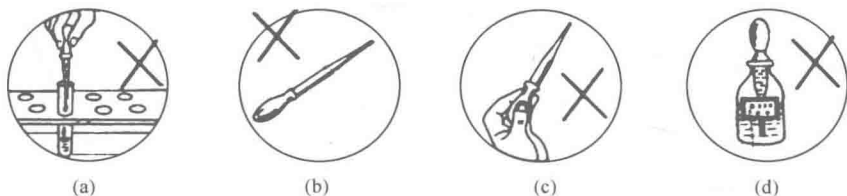


图 1-8 滴管使用错误操作示例

(a)滴管不能伸入试管内,防止污染;(b)滴管不能随意放于桌上,防止污染和弄混,取完溶液应及时放回试剂瓶;(c)滴管不能倒置,防止溶液腐蚀胶头;(d)应先将滴管中溶液挤回试剂瓶再盖好。

(6) 玻璃仪器洗刷完毕,在实验橱中摆放时应遵循什么原则?

将洗净的玻璃仪器摆放回实验橱时,应遵循由内及外、由高到低的原则,这样便于观察实验橱内仪器的分布情况。此外,取用仪器时,较高的仪器放到内部可避免在取用时被碰倒,降低了仪器被损坏的概率。

(7) 进入实验室后,是否有必要把个人仪器橱中的所有仪器都洗刷一遍再开始实验?

这个问题看似可笑,但实际实验中确实有不少同学这样做,正确的做法是:课前做好充分的预习,了解本次实验会用到哪些仪器,到实验室洗刷所需的仪器即可,全部洗刷,既浪费时间,又没有必要。

(王金刚编写)

实验 2 溶液的配制

一、预习提要

进行本实验的目的有两个:一是建立一般溶液与标准溶液的概念;二是采用正确的步骤进行溶液配制。

对于所配制溶液的性质,从语言描述和有效数字上就可以进行判断。例如,配制浓度约为 $0.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 HCl 溶液 500 mL,从有效数字的保留和叙述形式可判断溶液为一般溶液,用量筒量出所需体积,加水稀释至约 500 mL 即可;若要求准确配制浓度约为 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的乙二酸钠溶液 500.0 mL,由于乙二酸钠为基准试剂,而且要求“准确”配制某浓度,需根据浓度和体积计算所需乙二酸钠质量后,用分析天平准确称取(与所需质量相近,但读数应准确至小数点后四位),最后溶液需定容到容量瓶(体积准确)中,根据所称乙二酸钠实际质量和所配制溶液体积准确计算浓度(浓度值一般保留四位有效数字)。

不同溶液的配制要求不同,所需仪器不能“混搭”。例如,用基准试剂准确配制某浓度溶液,必须使用分析天平准确称量试剂质量,在洁净烧杯中用去离子水溶解后,必须完全转移至相应的容量瓶(玻璃棒引流、多次冲洗烧杯和玻璃棒,冲洗液同样转移至容量瓶),最后定容至容量瓶刻线。这类溶液配制的关键仪器为分析天平和容量瓶。配制一般溶液时要求较低,对固体试剂用普通电子天平(一般精度为 0.1 g 或 0.01 g)称量,液体试剂用量筒量取即可;最后的定容体积也较为粗略,烧杯或有刻度的试剂瓶就可以满足要求。使用仪器不合理,如用电子天平称量固体,最后用容量瓶定容,说明对概念理解不清,应注意加以纠正。

标准溶液的配制一般分两类,使用基准试剂时,用分析天平准确称量,最后用容量瓶定容后即可准确计算浓度,这里的关键仪器是分析天平和容量瓶;对非基准试剂,如 HCl 、 NaOH 等,由于试剂易吸潮、挥发等原因导致浓度不准确,其配制方法与

一般溶液相同,配制后的准确浓度可采用滴定法进行标定。

标准溶液的配制还有一种是稀释法,即将一标准溶液稀释成另一浓度。其方法是用移液管准确移取一定体积的原标准溶液,将其完全转移至另一容量瓶(一次完成,根据原标准溶液浓度和欲配制浓度选用合适的移液管和容量瓶)后,加水定容即可。根据原溶液浓度、移取体积以及最后定容体积计算新配溶液浓度,注意有效数字的保留。

对于 NaOH 等易溶于水的试剂,直接加水溶解、定容即可,此为直接溶解法;对于 CaCO_3 等难溶于水的试剂,或 SnCl_2 等在水中易水解的试剂,应将其溶解到一定介质中(如盐酸溶液),再加水稀释定容,此为介质溶解法。

根据上述提要,认真阅读实验教材相关内容,完成下述预习题目:

- (1) NaOH 固体有腐蚀性,应如何称量?
- (2) 配制 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的盐酸溶液时,可否用滴管从试剂瓶中吸取浓盐酸? 应如何操作?
- (3) 配制硫酸溶液时,是将浓硫酸加入水中,还是将水加入浓硫酸中?
- (4) 移液管润洗的目的是什么? 每次润洗液的体积是多少?
- (5) 容量瓶如何检漏?
- (6) 使用移液管时,要求必须用食指堵住移液管的上孔,这样操作有什么优点?
- (7) 从移液管中放液时,除要求移液管竖直外,下口也必须贴在接受容器的内壁,其目的是什么?
- (8) 配制乙二酸基准溶液时,经烧杯溶解的乙二酸必须完全转移至容量瓶,为防止烧杯中最后一滴溶液沿烧杯外壁流下造成误差,应如何操作?
- (9) 准确稀释乙二酸基准溶液时,可否先移取溶液至烧杯、加水稀释后再转移至容量瓶?

二、实验指导

本实验为基础性操作训练实验,掌握正确的溶液(尤其是标准溶液)的配制方法对于后续的实验非常重要,请同学们一定要通过本实验正确理解不同溶液的概念,熟练掌握不同溶液的配制方法,为后续实验的顺利进行打下良好基础。

本实验所用仪器除天平外,还包括量筒、移液管、容量瓶的使用,请同学们在课前认真阅读实验教材中有关仪器使用的内容,再通过实验掌握其操作。

1. 配制 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液

这属于一般溶液的配制,只能配制成与要求值近似的浓度,若想知道准确浓度则需进一步标定。本实验首先应注意不要使用称量纸称取 NaOH;其次应注意,尽管体积较为粗略,也要正确理解“定容”的概念,操作上不是加一定体积水,而是加水到一定体积(如要求配制 40 mL 溶液,应先用少量水溶解 NaOH,冷却后加水至溶液体

积为 40 mL,而非加 40 mL 水溶解 NaOH);最后注意玻璃棒搅拌时应按一个方向进行,尽可能不碰触烧杯底部和烧杯壁。NaOH 属于易潮解物质,取完试剂后应及时盖上瓶盖。

NaOH 属于腐蚀性试剂,若不小心溅到眼中,应马上用大量水冲洗,然后报告老师做进一步处理。若沾到手上,立即用水洗净即可,一般不会造成进一步伤害。

建议:实验教材中的溶液配制体积为一般性要求,如果单纯进行练习性实验,所配制溶液无其他应用,可以适当减少配制量,既达到练习的目的,又减少试剂的损耗。本实验建议配制量:200 mL。

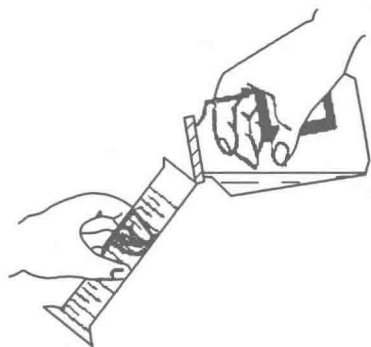


图 1-9 向量筒中倒入试剂

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

本实验属于一般溶液的配制,浓盐酸的取用使用量筒即可。从试剂瓶中向量筒中转移盐酸时,采用直接转移的方式,如图 1-9 所示,事先目测溶液应在量筒中的位置,将量筒倾斜,瓶口接触量筒,将盐酸缓缓倒入量筒中。由于量筒本身精确度不高,量取时允许有一定的误差。不应随意使用滴管从试剂瓶中吸取溶液,以免造成污染。

浓盐酸的物质的量浓度可近似按 $12 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 计算。

建议配制量:200 mL。

3. 配制 $3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ H_2SO_4 溶液

浓硫酸属于高危性试剂,一定要按照要求进行稀释,浓硫酸要沿烧杯壁缓缓倒入,同时用玻璃棒不断搅动,防止局部过热而发生危险。如果不小心沾到皮肤上,应马上用大量水冲洗,然后报告老师做进一步处理。

98%的浓硫酸,密度为 $1.84 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$,物质的量浓度可近似按 $18 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 计算。

建议配制量:30 mL。

4. 配制 $0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 和 $0.001 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 左右的乙二酸基准溶液

乙二酸属于基准试剂,可准确称量后直接配制标准溶液(确定体积,使用容量瓶定容),无需进一步标定。事先根据要求的浓度和体积计算所需质量,用分析天平在规定范围内准确称取乙二酸,精确至小数点后四位。加少量水溶解后采用图 1-10 (b)所示的方法转移至容量瓶(事先经检漏),转移时注意最后一滴的处理,应将烧杯口沿玻璃棒上提,使烧杯口最后残留的溶液顺玻璃棒流入容量瓶,然后拿开烧杯,防止最后一滴溶液沿烧杯外壁流失。用蒸馏水冲洗烧杯和玻璃棒数次,用同样方法转