


高等学校教材

# 无机化学与化学分析实验

## *Experiments of Inorganic Chemistry and Chemical Analysis*

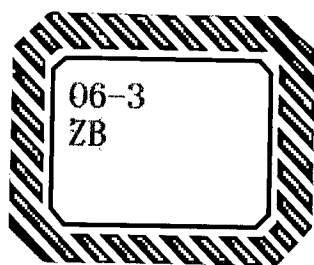
赵 滨 马 林 沈建中 卫景德

 復旦大學 出版社

高等学校教材

# 无机化学与化学分析实验

赵 滨 马 林 沈建中 卫景德



復旦大學出版社

图书在版编目(CIP)数据

无机化学与化学分析实验/赵滨等. —上海:复旦大学出版社,2008.8  
ISBN 978-7-309-06112-3

I. 无… II. 赵… III. ①无机化学-化学实验②化学分析-化学实验  
IV. 06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 090140 号

无机化学与化学分析实验

赵 滨 马 林 沈建中 卫景德

---

出版发行 复旦大学出版社 上海市国权路 579 号 邮编 200433  
86-21-65642857(门市零售)  
86-21-65100562(团体订购) 86-21-65109143(外埠邮购)  
fupnet@fudanpress.com <http://www.fudanpress.com>

---

责任编辑 秦金妹

出品人 贺圣遂

---

印 刷 上海华业装潢印刷厂有限公司

开 本 787 × 1092 1/16

印 张 15.75

字 数 389 千

版 次 2008 年 8 月第一版第一次印刷

---

书 号 ISBN 978-7-309-06112-3/O · 414

定 价 28.00 元

---

如有印装质量问题, 请向复旦大学出版社发行部调换。

版权所有 侵权必究

## 内 容 提 要

《无机化学与化学分析实验》是以原先的基础无机化学实验和化学分析实验教材为基础,根据化学教育发展的需要而编写的,旨在为修完《普通化学实验》课程后的本科学生进一步提供专业的实验知识及技能训练。全书分为实验基础知识、实验内容、附录和参考文献四个部分,其中实验内容包括了无机制备实验、某些化学基本原理的验证及物理量的测定实验、定性定量分析实验和包含产品制备与分析的综合实验,附录摘编了一些常用的物理化学数据。

本书可作为化学、医学、生命科学、材料科学及环境科学等学科的实验教材,还可供其他从事化学工作的人员学习和参考。

# 前 言

近年来,复旦大学在教学体制和课程设置上采取了一系列改革措施,逐步建立了新的课程体系框架。在这一体系中,化学系以教育部化学教学指导委员会制定的《化学专业化学实验教学基本内容》为依据,提出了“以实验技术要素为主线”的基础实验教学改革方案,在《普通化学实验》基础教育课程之后,为化学类、生命科学类本科二年级学生开设了《无机化学与化学分析实验》课程,进一步提供化学专业知识教育。

《无机化学与化学分析实验》课程整合了我校原有普通化学实验、无机化学实验和定量分析化学实验等课程的主要内容,包含了无机制备实验、定量化学分析实验、化学基本原理的验证及某些物理量的测定实验、元素及化合物的性质实验、常见离子分离与鉴定实验以及综合性和设计性实验等,特别充实了一些产品制备与测定的系列实验,将无机制备与定量分析、定性鉴定有机地结合起来,加强了实验内容的目标性和实践性,让学生在实验技能训练中感受到创造和收获的快乐,激发学习的主动性,提高分析问题和解决问题的能力。

《无机化学与化学分析实验》全书分为四个部分:实验基础知识、实验内容以及附录和参考文献,实验内容部分共包含了五十八个实验。作为《普通化学实验》的后续课程用书,《无机化学与化学分析实验》对于《普通化学实验》中有些已经具体介绍过的实验知识未作更多重复。

《无机化学与化学分析实验》的出版,得益于化学系多年来基础实验教学的厚实积累,得益于许多前辈和同事们的宝贵经验,也得益于学生们的质疑与建议。尤其是柴华丽、陈剑铨、徐华华、顾莎菲、崔美芳、王韵华、金松林、姚子鹏等老师,给予我们许多支持和帮助,他们为课程大纲的具体制定提供了建设性的意见以及一些具体的实验素材;陆靖、高翔、吴性良、朱万森、包慧敏、许雪姣、周逸平等老师在本书形成过程中曾给予了很有价值的意见和建议;顾莎菲、柴华丽、王韵华教授审阅了全书,提出了许多宝贵的意见;章慧琴帮助绘制了其中的一些插图;还有徐华龙、陶增宁等许多领导和同事都给予了关心和支持。在此,向所有为本书的问世给予帮助的人们表示衷心的感谢!

毋庸讳言,本书的不足之处在所难免,恳请读者批评指正。

编者  
2008年3月

# 化学实验守则

1. 实验前认真预习,明确实验目的,了解实验的基本原理方法和步骤,拟订实验计划,完成预习报告。

2. 遵守实验室规章制度。不迟到、不早退;保持室内安静,不大声喧哗,不使用移动电话;不准在实验室饮食。

3. 进行实验时应穿戴实验衣和防护眼镜。严格遵守操作规程和安全规则,保证实验安全。了解实验室的电源、气源开关位置和安全防护设施,一旦发生事故,应立即切断电源、气源,并立即向指导教师报告,进行适当处置。

4. 实验时应遵从教师指导,集中注意力,认真操作,仔细观察,如实记录实验现象和数据。不得用铅笔和纸片记录。

5. 保持环境整洁,不乱丢纸屑杂物,垃圾要分类收集在指定的废物桶内。

6. 爱护公物。公用物品用毕放回原处,勿擅自动用与本实验无关的仪器设备。注意节约使用水、电、煤气、药品,爱护仪器设备。

7. 实验结束时整理实验台和实验用品,检查并关闭水、电、煤气开关。将实验记录交指导教师批阅,经同意方可离开实验室。

8. 值日生应协助教师督促同学遵守本守则,并按照要求认真履行职责,做好相关的服务工作。

9. 实验后应对实验现象和数据认真分析和总结,按时完成实验报告。

10. 严格遵守教学实验室管理规定、实验室安全工作规定和仪器赔偿制度,违者视情节轻重予以处理(包括赔偿损失)。

# 目 录

化学实验守则 .....	1
<b>第一部分 实验基础知识</b> .....	<b>1</b>
一、实验安全守则 .....	1
二、实验室一般事故的处置 .....	2
三、化学试剂及其取用规则 .....	2
四、溶液的浓度及其配制 .....	4
(一)常用的溶液浓度表示方法 .....	4
(二)溶液的配制 .....	5
五、半微量定性分析基本操作 .....	10
六、滴定分析基本操作 .....	12
(一)滴定管的准备与操作 .....	12
(二)滴定方法 .....	16
(三)移液管和吸量管 .....	17
(四)容量瓶及其使用方法 .....	18
七、重量分析基本操作 .....	20
(一)样品溶液的准备 .....	20
(二)沉淀 .....	20
(三)沉淀的过滤和洗涤 .....	20
(四)沉淀的干燥和灼烧 .....	23
(五)微孔玻璃滤器 .....	26
八、熔点测定基本操作 .....	28
九、常用仪器的使用 .....	29
(一)分析天平 .....	29
(二)pH计 .....	32
(三)分光光度计 .....	36
十、实验数据的处理 .....	39
(一)误差 .....	40
(二)不确定度 .....	42
(三)有效数字 .....	44
(四)实验数据的处理 .....	45
(五)提高分析结果准确度的方法 .....	46

<b>第二部分 实验内容</b> .....	47
实验一 氯化钠提纯 .....	47
实验二 复分解法制备硝酸钾 .....	50
实验三 氯化镁的制备 .....	52
实验四 连四硫酸钾的制备 .....	54
实验五 氟硼酸铵及氟硼酸钾的制备 .....	56
实验六 四碘化锡的制备 .....	58
实验七 氯化铜( $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )的制备 .....	60
实验八 氯化铜钾的制备 .....	62
实验九 配位化合物的制备 .....	65
实验十 酸式磷酸盐和焦磷酸盐的制备 .....	67
实验十一 重铬酸钾的制备 .....	69
实验十二 高锰酸钾的制备 .....	71
实验十三 配位化合物的性质 .....	73
实验十四 氧化还原反应 .....	77
实验十五 电动势法测定氯化银的活度积 .....	81
实验十六 醋酸电离常数的测定 .....	83
实验十七 氯化铅溶度积常数和溶解热的测定 .....	86
实验十八 晶体结构与分子模型 .....	89
实验十九 常见阳离子的分离与鉴定 .....	93
实验二十 未知阳离子试液的分析鉴定 .....	117
实验二十一 常见阴离子的鉴定 .....	119
实验二十二 盐酸溶液中氯化氢含量的测定 .....	123
实验二十三 混合碱( $\text{NaOH}$ 与 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )各组分含量的测定 .....	125
实验二十四 食品试样的酸度测定 .....	127
实验二十五 蛋壳中碳酸钙含量的测定 .....	129
实验二十六 脂肪的酸值和皂化值的测定 .....	131
实验二十七 豆浆中蛋白质的测定 .....	133
实验二十八 硫酸铵肥料中含氮量的测定(甲醛法) .....	136
实验二十九 烟丝中尼古丁含量的测定(非水酸碱滴定法) .....	137
实验三十 铅铋混合液中铋与铅的连续测定 .....	139
实验三十一 水的总硬度测定 .....	141
实验三十二 铝矾土矿样中铝含量的测定 .....	143
实验三十三 胃舒平(复方氢氧化铝)药片中铝和镁的测定 .....	145
实验三十四 高锰酸钾法测定钙盐中的钙含量 .....	147
实验三十五 化学耗氧量(COD)的测定(酸性高锰酸钾法) .....	149
实验三十六 重铬酸钾法测定铁矿中铁的含量(无汞定铁法) .....	151
实验三十七 铬铁合金中铬含量的测定 .....	153
实验三十八 碘量法测定铜合金中铜的含量 .....	155



实验三十九	白酒中总醛量的测定	157
实验四十	钢铁中镍含量的测定	159
实验四十一	均相沉淀法测定硫酸亚铁中铁的含量	161
实验四十二	氯化物中氯含量的测定(Mohr法)	163
实验四十三	粗银中银含量的测定(Volhard法)	165
实验四十四	醋酸铜的制备与分析	166
实验四十五	硫代硫酸钠的制备与分析	168
实验四十六	硫酸亚铁和硫酸亚铁铵的制备及亚铁含量测定	171
实验四十七	三草酸根合铁(Ⅲ)酸钾的制备与分析	174
实验四十八	七水硫酸锌的制备与分析	176
实验四十九	双乙酰丙酮基合锌(Ⅱ)一水合物的制备与分析	178
实验五十	氯化钡的制备与分析	180
实验五十一	纸色谱——铁、钴、镍、铜的分离和鉴别	182
实验五十二	薄层色谱——染料组分的分离与鉴别	184
实验五十三	离子交换分离——钴和铁的分离与测定	186
实验五十四	萃取分离——软锰矿中微量铜的测定	189
实验五十五	水泥中铁、铝、钙、镁的测定	191
实验五十六	滴定分析量器的校准	194
实验五十七	镁和EDTA混合溶液中镁、EDTA含量的测定	198
实验五十八	酸洗液分析	199
<b>第三部分</b>	<b>附录</b>	<b>200</b>
附录一	常用洗涤剂	200
附录二	常用基准物质的干燥、处理和应用	202
附录三	常用酸碱的密度和浓度	203
附录四	一些酸、碱水溶液的pH值(室温)	204
附录五	常用试剂的饱和溶液(20℃)	205
附录六	纯水的密度	206
附录七	气体在水中的溶解度	207
附录八	常见无机化合物在水中的溶解度	208
附录九	难溶化合物的溶度积(25℃)	211
附录十	无机酸在水溶液中的离解常数(25℃)	213
附录十一	有机酸在水溶液中的离解常数(25℃)	214
附录十二	弱碱在水溶液中的离解常数(25℃)	215
附录十三	络合离子的稳定常数 $K_{\text{稳}}^{\ominus}$	216
附录十四	金属羟基络合物的稳定常数	217
附录十五	EDTA滴定中常用的掩蔽剂	218
附录十六	标准电极电位(25℃)	219
附录十七	某些氧化还原电对的条件电位	221

附录十八	常用指示剂.....	223
附录十九	阳离子分离分析流程图 .....	227
附录二十	第Ⅱ、Ⅲ组阳离子硫化物沉淀时的最高酸度(近似值) .....	233
附录二十一	常见阳离子与某些试剂的反应及其沉淀颜色.....	234
附录二十二	化合物的相对分子质量.....	236
参考文献	.....	239

# 实验基础知识

### 一、实验安全守则

化学实验时,经常使用水、电、煤气、各种药品及仪器。如果不遵守操作规则,不但影响实验正常进行,还可能造成事故(如失火、中毒、烫伤或烧伤等)。为了保证安全,避免发生事故,必须了解基本安全知识,严格遵守各项安全规定。

1) 严格遵守操作规程和安全规则,注意保证实验安全。进行实验时应穿戴实验衣和防护眼镜,必要时还应戴手套。不得穿拖鞋和凉鞋进行实验,长发必须束起或掖于帽内。

2) 一切药品试剂均不得入口。不得在实验室饮食,不得用手直接接触及毒物。实验后应仔细洗手。

3) 使用浓酸、浓碱等具有强腐蚀性试剂时应小心操作,避免洒在皮肤和衣服上。稀释硫酸时,必须把酸注入水中,而不是把水注入酸中。

4) 实验中涉及具有刺激性的、有毒的气体(如  $\text{H}_2\text{S}$ 、 $\text{Cl}_2$ 、 $\text{CO}$ 、 $\text{SO}_2$ 、 $\text{Br}_2$  等)时,以及加热盐酸、硝酸、硫酸、高氯酸等时,应该在通风橱内进行。

5) 使用有毒试剂(如氰化物、氯化汞、砷酸和钡盐等)时,严防进入口内或接触伤口,剩余的药品或废液应倒入指定回收瓶中集中处理,不得倒入下水道。

6) 使用易燃的有机溶剂(如乙醇、乙醚、苯、丙酮等),必须远离火焰,用后应把瓶塞塞严,置于阴凉处。注意防止易燃有机物的蒸气大量外逸或回流(蒸馏)时发生暴沸。不可用明火直接加热装有易燃有机溶剂的反应容器。

7) 加热、浓缩液体时,不能正面俯视,以免烫伤。加热试管中的液体时,不能将试管口对着自己或他人。当需要借助于嗅觉鉴别少量气体时,不能用鼻子直接对准瓶口或试管口嗅闻,而应用手把少量气体轻轻地扇向鼻孔进行嗅闻。

8) 严禁任意混合实验药品。注意试剂的瓶盖、瓶塞或胶头滴管不能搞错,以免发生意外事故。互相接触后容易爆炸的物质应严格分开存放。另外,对易爆炸的物质还应避免加热和撞击。使用爆炸性物质时,尽量控制在最少用量。

9) 正确使用电器设备,防止触电。水、电、煤气等使用完毕应立即关闭。如遇漏水或煤气泄漏,应立即关闭阀门,进行检查,并及时报告和处理。

10) 了解实验室的电源、气源开关位置和安全防护设施(如消防用品和急救箱、紧急冲淋器、洗眼器等),了解实验楼的各疏散出口。一旦发生事故,应立即切断电源、气源,并向指

导教师报告,及时进行适当处置。

## 二、实验室一般事故的处置

实验室中一旦发生事故,必须立即采取措施予以处置。若遇伤害,实验室有药箱、药品、洗眼器和喷淋装置,以供急用。

1) 割伤:先挑出伤口内的异物,然后在伤口敷上消毒药剂后用纱布包扎,使其立即止血且易愈合。

2) 烫伤:在伤口处涂敷烫伤油膏,不要将烫出的水泡挑破。

3) 受酸腐伤:先用大量水冲洗,再用2%~3%碳酸氢钠溶液或稀氨水冲洗,最后用水洗净。

4) 受碱腐伤:先用大量水冲洗,再用2%醋酸溶液或5%硼酸溶液冲洗,最后用水洗净。

5) 酸或碱溅入眼中:必须立即用水冲洗,再用5%硼砂溶液或5%硼酸溶液冲洗,最后再用水冲洗。必要时应去医院检查。

6) 吸入有毒气体:立即到室外呼吸新鲜空气。若吸入溴蒸气、氯气、氯化氢气体,可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气。

7) 毒物误入口内时:立即内服5~10 mL稀硫酸铜溶液,再用手指伸入咽喉部,促使呕吐,然后立即去医院治疗。

8) 触电时:立即切断电源,必要时进行人工呼吸。

9) 失火时:一旦发现火情即应迅速扑灭,防止火势蔓延。立即关闭煤气阀门,断开电闸,把一切可燃物质(特别是有机物质、易燃、易爆物质)迅速转移,远离火源。当衣服着火时,切勿慌张跑动,应赶快脱下衣服或用防火布覆盖着火处,也可在地上卧倒打滚,以扑灭火焰。

灭火时一般常用水、沙、各种灭火器等。火焰较小时用湿布或沙子覆盖即可灭火,火势较大时可用水及灭火器。但是下列情况不可用水:能与水剧烈反应并会导致更大火灾的物质如金属钠、钾等燃烧时;有机溶剂燃烧时,因为有机溶剂会浮于水面上燃烧而使燃烧面积更为扩大;周围有不能接触水的贵重仪器等。在这些情况下,应用沙土、湿布、石棉布覆盖燃烧物,或用合适的灭火器灭火,如用干粉灭火器、二氧化碳灭火器等。

## 三、化学试剂及其取用规则

常用的化学试剂很多,根据其纯度不同可分为优级纯(也称保证试剂,GR,用绿色瓶签)、分析纯(AR,用红色瓶签)、化学纯(CP,用蓝色瓶签)和实验试剂(LR,用棕色等瓶签)等几种规格。在无机化学与化学分析实验中,一般使用化学纯或分析纯试剂。此外,还有各种特殊要求的试剂,如基准试剂、色谱纯试剂、光谱纯试剂、生化试剂等。基准试剂的纯度很高,其组成完全符合化学式所示,性质稳定,常用作分析工作中的标准,可以直接配制标准溶液。而其他各种试剂的纯度则是为了满足不同领域工作的需求。本书实验中所用到的试剂均为分析纯或化学纯试剂。

通常,固体试剂置于广口瓶内,液体试剂或配制得的溶液则盛放在易于倒取的细口瓶或带有滴管的滴瓶中,其中一些见光易分解的试剂(如硝酸等)应存放于棕色瓶内。盛碱液的瓶子不能使用玻璃塞,而应用橡皮塞。有时,还将碱性强的试剂或溶液存放在塑料瓶中。

试剂瓶应贴上标签,标明试剂的名称、浓度和配制日期,还可在标签上涂敷薄薄的一层蜡以保护其免受腐蚀。现在也有采用压膜标签的,即在印好的标签表面覆有一层塑料膜。取用试剂时,应先看清楚试剂的名称和规格是否符合,以免用错试剂。倒出试剂后再加盖时,还应仔细复核,防止因盖错而发生交叉玷污。为防止玷污试剂,取下的试剂瓶盖应倒置于桌面上,若不是扁平的瓶盖,可用食指和中指将瓶盖夹住(或放在清洁表面皿上)以免污染。取用试剂后应立即将瓶子盖好。取出的试剂不得倒回原瓶。要求回收的试剂应倒入指定的回收瓶。

当需要使用有毒试剂时,务必格外小心,注意安全,并要求在教师指导下取用。

使用试剂时应注意节约,按所需量取用。一旦取出过多,切不可倒回原瓶,而只能另作处理,如放在指定容器中供他人使用,甚至只得弃去。

实验室中的试剂一般都按照一定的次序放置,有其较固定的位置,取用试剂后应立即将试剂瓶放回原处,不要随意变动。公用试剂台、试剂架应保持清洁整齐,公用试剂不可随意搁置于本人实验台面上。

### 1. 固体试剂的取用

1) 要用清洁、干燥的药匙取试剂。用过的药匙必须洗净和干燥后才能再次使用,以免玷污试剂。

2) 取用一定质量的固体试剂时,将固体试剂放置在称量纸上称量,而具有腐蚀性或易潮解的固体试剂则必须放置在表面皿上或玻璃容器内称量。

3) 向试管中加入固体试剂时,可用细长药匙取试剂后,悬空伸入试管中加入,也可将试剂取出置于对折的纸片上,伸进试管约  $2/3$  处加入。加入块状固体时,应将试管倾斜,以使固体沿管壁慢慢滑下。若固体的颗粒较大,应先在清洁干燥的研钵中研碎。

### 2. 液体试剂的取用

1) 取用液体试剂时,应按所需体积量取,不可将滴管直接伸入试剂瓶内吸取。多取的液体不得倒入原瓶,应倒入指定的容器中。需准确量取液体试剂时,可根据情况分别选用量筒、移液管或滴定管。

2) 取用细口瓶中的液体试剂时,可先将瓶塞倒置在桌面上,手握试剂瓶上贴有标签的一面,如两面均贴有标签则手握空白的一面,逐渐倾斜瓶子,使瓶口紧靠承接容器的边缘或沿着洁净的玻璃棒将液体慢慢倒入容器中。

3) 取用滴瓶内溶液时,滴管不可接触其他器皿,更不能插到其他溶液里,也不能放在原滴瓶以外的任何地方。滴管只能专用,用完必须插回原瓶。不可随意使用其他滴管伸入滴瓶中取用试剂。滴管口必须始终低于乳胶头,不可向上倾斜,以免溶液流入乳胶头内而玷污。

4) 从滴瓶中取用试剂时,应先提起滴管至液面以上,再用手指按捏乳胶头排去空气,然后将滴管伸入液体中,放松乳胶头吸入试剂。将试剂滴入容器时,必须用无名指和中指夹住滴管悬空于靠近容器管口的上方,用大拇指和食指微捏乳胶头,而滴管必须保持垂直,不得触及容器壁,以免玷污。

5) 在试管中进行某些性质实验时,取用试剂不需要准确定量,略作估计即可。一般以滴管滴加 20~25 滴为 1 mL,以小试管容量(10 mL)的  $1/3$  为 3 mL。也可事先用水作一计量。

## 四、溶液的浓度及其配制

### (一) 常用的溶液浓度表示方法

溶液的浓度是表示在一定量的溶液或溶剂中所含溶质的量。在化学实验中常用的浓度表示方法有以下几种。

#### 1. 比例浓度(V/V)

比例浓度(也称稀释比浓度或体积比浓度)是用浓的(市售原装)液体试剂与溶剂的体积比来表示的浓度。比例浓度中的前一个数字表示浓试剂的体积,后一个数字表示溶剂的体积。例如1:2(有时也写作1+2)HCl溶液表示:该溶液是由1体积市售的浓盐酸(约 $12\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ )和2体积水配制而成的。

#### 2. 百分浓度

百分浓度常用于表示一些辅助试剂的浓度,根据溶质、溶剂所取单位不同,又可分为以下几种。

##### (1) 质量-质量百分浓度( $m/m\%$ )

质量-质量百分浓度简称质量百分浓度,即质量分数,它是用100g溶液中所含溶质的质量来表示的。

$$\text{质量百分浓度}(m/m\%) = \frac{\text{溶质质量}(g)}{\text{溶质质量}(g) + \text{溶剂质量}(g)} \times 100$$

市售的酸碱浓度常用此法表示,例如: $\text{H}_2\text{SO}_4(98\%)$ 表示在100g $\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液中含有98g $\text{H}_2\text{SO}_4$ 。

##### (2) 质量-体积百分浓度( $m/V\%$ )

质量-体积百分浓度是用100mL溶液中所含溶质的质量来表示的。

$$\text{质量-体积百分浓度}(m/V\%) = \frac{\text{溶质质量}(g)}{\text{溶液体积}(mL)} \times 100$$

一般以固体试剂配制溶液时,常用此法来表示。例如:20%KI溶液是指在100mLKI溶液中含有20gKI。

##### (3) 体积-体积百分浓度( $V/V\%$ )

体积-体积百分浓度简称体积百分浓度,即体积分数,它是用100mL溶液中所含溶质的体积来表示的。

$$\text{体积百分浓度}(V/V\%) = \frac{\text{溶质体积}(mL)}{\text{溶液体积}(mL)} \times 100$$

将浓液体试剂稀释时常用此法表示。例如:10% $\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液表示10mL浓硫酸用水稀释到100mL。

#### 3. 物质B的物质的量浓度( $c_B$ )

物质B的物质的量浓度,也称为物质B的浓度,又简称浓度。其定义为:物质B的物质的量 $n_B$ 除以混合物的体积 $V$ ,其符号为 $c_B$ ,即

$$c_B = \frac{n_B}{V}$$

式中 $c_B$ 的SI单位为 $\text{mol}\cdot\text{m}^{-3}$ 。在化学中常用的单位为 $\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ ,或 $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ,也写作

mol/L, 名称为摩尔每升。

例如:  $C_{\text{NaOH}} = 0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ , 表示在 1 L NaOH 溶液中含有 0.1 mol NaOH。

#### 4. 物质 B 的质量摩尔浓度 ( $b_B$ )

物质 B 的质量摩尔浓度  $b_B$  (有时也表示为  $m_B$ ) 的定义为: 溶液中物质 B 的物质的量  $n_B$  除以溶剂的质量  $m_A$ , 即

$$b_B = \frac{n_B}{m_A}$$

质量摩尔浓度  $b_B$  的 SI 单位为  $\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$ , 名称为摩尔每千克。例如: 某 NaOH 水溶液的质量摩尔浓度  $b_{\text{NaOH}} = 0.1 \text{ mol} \cdot \text{kg}^{-1}$ , 表示有 0.1 mol NaOH 溶解于 1000 g 水中。

用质量摩尔浓度  $b_B$  表示溶液组成的优点是其量值不受温度的影响, 但使用起来不方便, 因此应用较少。

#### 5. 物质 B 的质量浓度 $\rho_B$

物质 B 的质量浓度的定义为: 物质 B 的质量  $m_B$  除以混合物的体积  $V$ , 其符号为  $\rho_B$ , 即

$$\rho_B = \frac{m_B}{V}$$

式中  $\rho_B$  的 SI 单位名称为千克每升, 其符号为  $\text{kg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。在实际工作中常用克每升 ( $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ )、毫克每毫升 ( $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ )、微克每毫升 ( $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ) 等来表示。

#### 6. 滴定度 $T$

滴定度是用每毫升标准溶液相当于被测物质的质量 (g) 来表示的。例如: 用  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  法测定 Fe 含量时, 若 1 mL  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  标准溶液相当于被测物 Fe 0.005585 g, 其滴定度表示为  $T_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7/\text{Fe}} = 0.005585 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。在常规分析大批试样中的某一固定组分时, 常用此法表示标准溶液的浓度, 对于计算测定结果十分方便。

## (二) 溶液的配制

化学实验中, 水是最常用的溶剂。一般所用的水为蒸馏水, 或者去离子水。通常不指明溶剂的溶液即为水溶液。本书实验中所用水均为蒸馏水或经电渗析处理的去离子水。

配制溶液时, 首先根据实验要求, 选用不同等级的试剂; 再根据配制溶液的浓度和数量, 计算出试剂的用量, 加水溶解。配制好的溶液盛器外壁应贴上标签, 注明溶液的名称、浓度和配制日期。

### 1. 一般溶液的配制

#### (1) 用固体试剂配制

用台秤称取适量的固体试剂, 溶于适量水中 (对于易水解的盐类, 则需加入适量的酸以抑制水解), 必要时以小火助溶。溶解并冷却后, 转移入试剂瓶, 稀释至所需体积, 摇匀备用。

配制饱和溶液时, 所用试剂量应稍多于计算量, 加热溶解并冷却, 待结晶析出后再使用。

#### (2) 用液体试剂配制

用量筒量取适量的液体试剂, 缓缓加于适量水中, 搅拌, 若放热则需冷却至室温。转移入试剂瓶, 稀释至所需体积, 摇匀备用。

### 2. 标准溶液的配制

标准溶液指具有准确浓度的溶液, 在实验中作为分析被测组分的比对标准。配制标准

溶液一般有两种方法:直接法和间接法。

### (1) 直接法

用分析天平准确称取一定量的基准物质,溶解后,再定量转移入容量瓶,稀释至标线,摇匀。根据基准试剂的质量和容量瓶的容积,即可计算溶液的准确浓度。

基准物质必须具备下列条件:

- ① 纯度高,其杂质含量一般不超过 0.02%;
- ② 物质的组成与化学式完全符合(包括结晶水);
- ③ 在一定条件下,物理和化学性质稳定,不易分解和吸湿、吸收  $\text{CO}_2$ 。

常用的基准物质的制备和保存方法见附录二。

以下为一些常用的直接配制的标准溶液:

#### ① $0.01667 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液:

称取基准  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  4.9030 g,溶于适量水,定量转入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线。

#### ② $0.1000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ (邻苯二甲酸氢钾)溶液:

称取基准邻苯二甲酸氢钾 20.4230 g,溶于除去  $\text{CO}_2$  的蒸馏水中,定量转入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线。

#### ③ $0.02000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ CaCl}_2$ 溶液:

称取基准  $\text{CaCO}_3$  2.0018 g,加入  $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ HCl}$  溶液 10 mL,完全溶解后,煮沸赶走  $\text{CO}_2$ ,定量转入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线。

#### ④ $0.02500 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ As}_2\text{O}_3$ 溶液:

称取基准  $\text{As}_2\text{O}_3$  4.9460 g,溶解于 100 mL 10%  $\text{NaOH}$  溶液中,用  $\text{HCl}$  溶液调节至中性后,定量转入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线。

#### ⑤ $0.02000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (即 EDTA)溶液:

称取基准  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  7.4448 g,溶于适量水,定量转入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线。

### (2) 间接法

许多试剂并不能符合基准物质的要求,所以大部分标准溶液不能用直接法来配制,而需采用间接法。

间接法是将溶液配制成所需的大致浓度,然后用基准物质或另一种物质的标准溶液来测定其准确浓度(这一操作过程称为标定)。例如: $\text{HCl}$  溶液的浓度可用硼砂作为基准物质来标定,也可以用  $\text{NaOH}$  标准溶液来进行标定。

用已知准确浓度的标准溶液来标定,方法简单,但精确度不及用基准物质标定。因为在确定标准溶液浓度时,已经存在误差,在进行标定时又引入误差,这些误差的积累传递,对结果的影响较大。因此标定应尽可能采用基准物质。

以下介绍几种用间接法配制的标准溶液:

#### ① $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ NaOH}$ 溶液:

称取分析纯试剂  $\text{NaOH}$  5 g 溶于 5 mL 水,离心沉降,用干燥的滴管取上层清液,用除去  $\text{CO}_2$  的蒸馏水稀释至 1000 mL。

标定方法:



准确称取基准  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  约 0.5 g, 溶于 25 mL 除去  $\text{CO}_2$  的蒸馏水中, 以酚酞为指示剂, 用  $0.1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{NaOH}$  溶液滴定至溶液由无色转变为微红色, 并在 30 s 内不褪色为止。该  $\text{NaOH}$  溶液的物质的量浓度

$$C_{\text{NaOH}} = \frac{m_{\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4}}{204.2} \times \frac{1}{V_{\text{NaOH}}} \times 1000$$

式中 204.2—— $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  的相对分子质量。

②  $0.05 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{HClO}_4$  冰醋酸溶液(用于非水滴定):

在约 988 mL 冰醋酸中加入高氯酸(70%~72%) 4 mL, 混匀后再缓慢加入醋酸酐 8 mL (防止大量发热), 搅拌均匀, 放置数小时后再标定。

标定方法:

准确称取基准  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  约 0.25 g, 溶于 25 mL 冰醋酸中(必要时可小火助溶), 以结晶紫冰醋酸溶液为指示剂, 用  $0.05 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{HClO}_4$  溶液滴定至溶液由紫色转变为亮蓝色为止。该  $\text{HClO}_4$  溶液的物质的量浓度

$$C_{\text{HClO}_4} = \frac{m_{\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4}}{204.2} \times \frac{1}{V_{\text{HClO}_4}} \times 1000$$

式中 204.2—— $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  的相对分子质量。

③  $0.1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{FeSO}_4\cdot(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  溶液:

称取分析纯试剂  $\text{FeSO}_4\cdot(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4\cdot 6\text{H}_2\text{O}$  40 g, 溶于 300 mL  $2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液中, 用水稀释至 1000 mL。

标定方法:

移取  $0.1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{FeSO}_4\cdot(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  溶液 25.00 mL, 加入硫磷混合酸( $\text{H}_2\text{SO}_4\cdot\text{H}_3\text{PO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}=2:3:5$ ), 以二苯胺磺酸钠为指示剂, 用  $0.01667 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  标准溶液滴定至溶液出现稳定的紫色为止。该  $\text{FeSO}_4\cdot(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  溶液的物质的量浓度

$$C_{\text{FeSO}_4\cdot(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4} = \frac{0.01667 \times V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \times 6}{25.00}$$

④  $0.1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$  溶液:

称取分析纯试剂  $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$  33 g; 溶于 500 mL  $1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液中, 用水稀释至 1000 mL。

标定方法:

移取  $0.1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{Fe}^{2+}$  溶液(如  $\text{FeSO}_4\cdot(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  溶液, 参见③) 25.00 mL, 以邻二氮菲-亚铁溶液为指示剂, 用  $0.1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$  溶液滴定至溶液红橙色刚好褪去为止。该  $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$  溶液的物质的量浓度

$$C_{\text{Ce}(\text{SO}_4)_2} = \frac{C_{\text{Fe}^{2+}} \times 25.00}{V_{\text{Ce}(\text{SO}_4)_2}}$$

### 3. 缓冲溶液的配制

缓冲溶液通常由弱酸与其共轭碱或者弱碱与其共轭酸(亦称缓冲对)的混合溶液组成, 亦可为高浓度的强酸或强碱。共轭酸碱混合溶液的 pH 值(或 pOH 值)可以由下式近似计算:

$$\text{pH} = \text{p}K_a - \lg \frac{C_{\text{酸}}}{C_{\text{碱}}}$$