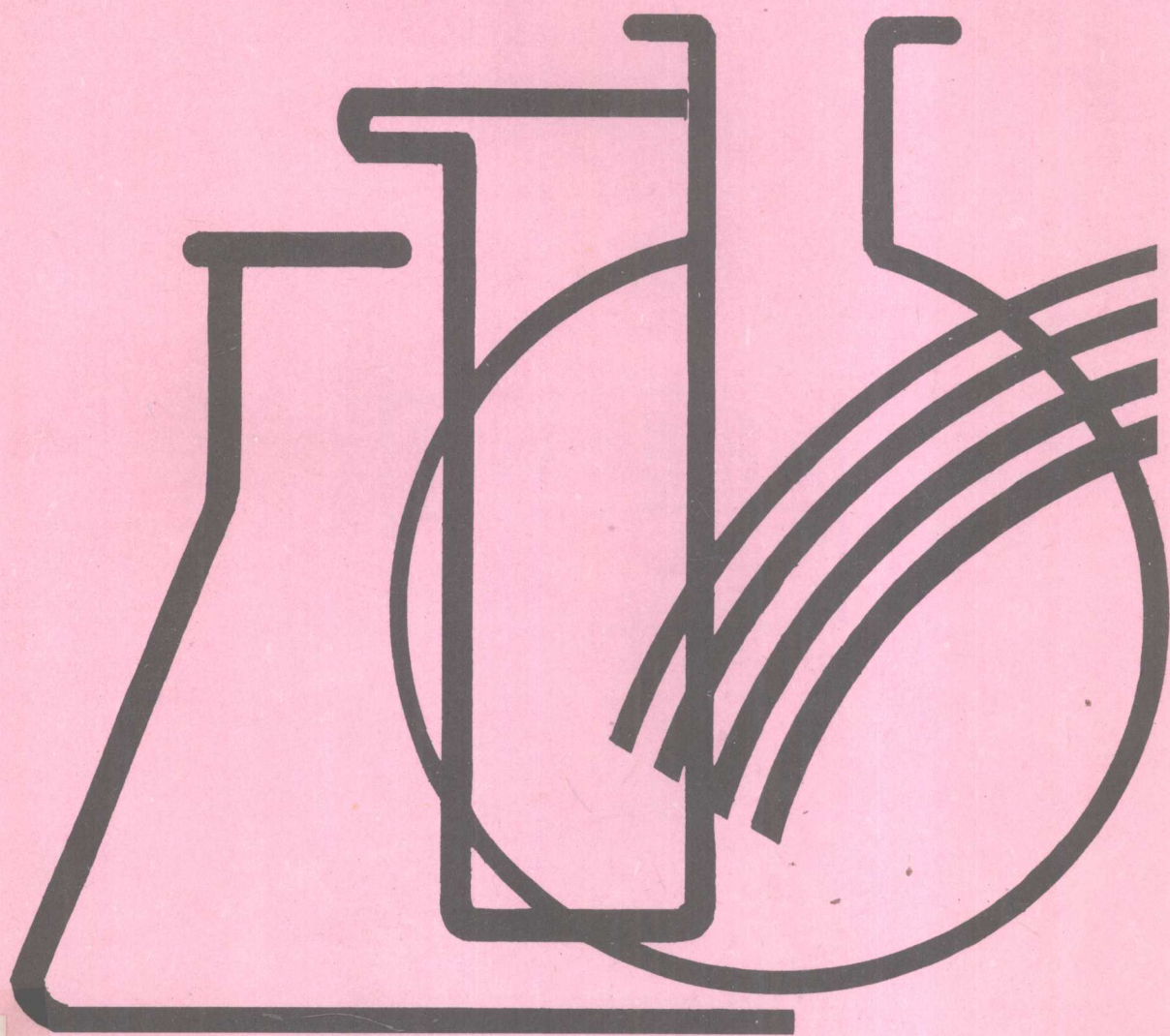


普通化学实验

西安交通大学基础化学教研室 编



西安交通大学出版社

普通化学实验

西安交通大学基础化学教研室 编

西安交通大学出版社

内 容 提 要

本书是根据高等工业学校非化工类普通化学课程教学的基本要求编写而成的。内容包括普通化学实验一般规则和基础知识以及 12 个基础化学实验,以联系实际和注重培养操作能力为特点。本书可作为普通化学、工程化学基础、热能工程化学等课程的实验教材,也可供厂矿技术人员和分析化验人员参考。

(陕)新登字 007 号

普通化学实验

西安交通大学基础化学教研室 编

责任编辑 陈 丽

*

西安交通大学出版社出版发行

(西安市兴庆南路 25 号 邮政编码:710049 电话:(029)2668315)

西安新视点印务有限责任公司印装

各地新华书店经销

*

开本:787mm×1 092mm 1/16 印张:4.375 字数:99 千字

1995 年 6 月第 1 版 2001 年 7 月第 3 次印刷

印数:6 001~9 000

ISBN 7-5605-0637-2/O·119 定价:3.80 元

若发现本社图书有倒页、白页、少页及影响阅读的质量问题,请去当地销售部门调换或与我社发行科联系调换。发行科电话:(029)2668357,2667874

前 言

本书为西安交通大学基础化学教研室编写的高等学校教材《普通化学》(第二版)的配套实验教材。

本书是在我校历年实验教学实践的基础上,参考兄弟院校和国外实验教材编写而成。内容的选编以国家教委非化工类普通化学课程教学的基本要求为依据,结合我校及大部分非化工类高等学校的实际情况,兼顾校内普通化学、工程化学基础、热能工程化学各课的要求,力求少而精。全书共编入 12 个实验,每个实验按 2 学时完成计量,各专业可安排不同学时进行实验。所选实验内容大致包括如下两大部分:一是基本原理的验证,如电解质溶液、氧化还原反应和电化学等,通过实验使学生对课堂知识得以巩固、深化和扩展。二是测试技术的训练,如 pH 值、电动势、电导率、反应热效应、反应活化能的测定及分析天平称量、滴定分析、比色分析的操作训练等,目的在于提高学生的动手能力。与之相配合,在相关实验中还编写了化学实验中最基本实验仪器的简介和使用说明。考虑到各学校实验设备条件和各专业对实验要求的不同,分光光度计介绍了两种型号。为了使学生对微机在化学实验中的应用有所了解,还安排了用计算机处理实验数据、绘制工作曲线等内容。化学镀镍磷合金等内容的选编是向学生展示化学原理付诸实用的范例,企望学生理论联系实际,学以致用。

如何写好实验报告对于大学一年级学生往往会感到有些困难,本书在每个实验的最后简要提出对实验报告的要求,供学生参考。

本书是我校普通化学教学和实验人员多年经验的总结,是集体智慧的结晶。为本教材提供资料的有刘福玲、李晋德、张凤英、王海霞等老师。由杨嘉钰和王世驹整理完成,其中实验二、四、六、九、十二由杨嘉钰执笔,实验一、三、五、七、八、十、十一及一般规则和基础知识、附录由王世驹执笔。

本书承韩世纲教授审阅,谨此致谢。

由于编者水平有限,书中不妥和错误之处在所难免,尚盼读者提出宝贵意见和建议。

编 者

目 录

一般规则与基础知识	(1)
一、普通化学实验的目的	(1)
二、普通化学实验的一般规则和注意事项	(1)
三、化学实验室安全规则	(2)
四、消防与救护	(3)
五、化学实验中的数据处理	(5)
六、化学试剂及其使用方法	(7)
实验一 电光天平的使用	(9)
实验二 化学反应焓变的测定	(12)
实验三 电解质溶液及配位化合物	(15)
实验四 醋酸电离常数和电离度的测定	(23)
实验五 氧化还原反应	(30)
实验六 化学反应速率	(34)
实验七 水中铁含量的测定	(41)
实验八 水中碱度的测定	(45)
实验九 水的硬度与电导率的测定	(47)
实验十 钢铁材料化学镀镍磷合金	(51)
实验十一 烟气中二氧化硫含量的测定	(54)
实验十二 有机化合物——熔点的测定、有机玻璃的解聚	(56)
附录	(59)

一般规则与基础知识

一、普通化学实验的目的

化学是一门以实验为基础的学科,化学实验是学习化学的重要手段,因此普通化学实验是普通化学课程的一个重要组成部分。

实验可以复习巩固和扩展课堂上所获得的知识,培养学生进行化学实验的基本操作技能和技巧,正确地掌握一般化学实验仪器的使用方法,提高动手解决实际问题的能力;可以培养学生独立思考和独立工作的能力,例如独立预习和进行操作,细致地观察和如实记录,正确地分析和综合以得出合理的结论等等;还可以培养学生树立实事求是的科学态度,严谨、细致、整洁的实验作风,使之逐步掌握科学实验的基本方法。

二、普通化学实验的一般规则和注意事项

1. 实验前必须充分预习

预习是保证做好实验的关键,不预习或不认真预习者不准进行实验。预习应达到如下要求:

- (1) 认真阅读,领会实验教材和教科书中的有关原理;
- (2) 明确实验目的和要求;
- (3) 了解实验内容、步骤、操作过程和注意事项;
- (4) 对应做的准备工作心中有数并认真做好。

2. 实验时必须注意的事项

- (1) 准时进入实验室。

(2) 实验开始前应首先检查仪器有否缺损,如有缺损应立即报告指导教师;实验过程中如发生仪器损坏应主动向教师说明原因,登记后补领;应按所分配的仪器进行操作,不得任意乱拿和擅自调换。

- (3) 保持实验室安静,尊重指导教师。

(4) 每个学生应准备一个实验记录本,如实记录实验中所发生的各种现象(如发现与理论不符的现象也应实事求是进行记录),并给予分析、解释和归纳(有的还应写出反应方程式),遇有不能解决的问题,应积极与同学或教师展开讨论。

(5) 爱护国家财产,精心使用仪器,不乱动实验室中与本实验无关的其他仪器和用具,不得擅自动用不熟悉的仪器,节约药品、水、电等。

(6) 取用药品应按规定的用量(未注明用量的应尽量取最小量)和浓度,取毕应即盖好瓶盖,切勿盖错以免药品沾污变质;取用液体药品时不得将自己的滴管直接插入试剂瓶中吸取。若取出药品太多,可将多取的药品分给其他同学使用,切勿倒回原瓶,以免污损造成浪费。取用固体药品应使用清洁干燥的角勺。

(7) 实验时必须保持桌面及周围环境整齐清洁。公用仪器和药品取用后应按规定位置摆好,不得随意乱放,以免影响其他同学实验。实验完毕必须将所用的仪器、器皿清洗干净,摆放

整齐并清洁桌面,整理试剂架,经教师检查同意后方可离开实验室。

(8) 固体废物不允许倒入水槽,应弃入废液桶中,液体废物除强酸等强腐蚀性液体外一律弃入水槽,强腐蚀性液体弃入废液桶内。

(9) 任何仪器、药品不可私自携出实验室,更不可拿作私用。

3. 实验后必须做好实验报告

实验报告是实验成果的反映形式,通过实验报告可以将实验中的一些现象、数据进行整理分析、归纳,由感性认识提高到理性认识,所以做好实验报告是学好实验课的重要环节。实验报告必须按教材的要求完成,按期交给教师。

实验报告通常包括以下内容:

- (1) 实验的名称、目的和要求;
- (2) 实验内容简述(包括实验中的注意事项);
- (3) 实验现象的记录;
- (4) 解释及结论(包括反应方程式);
- (5) 对于有数据测定的实验,报告中应有如实记录的数据及处理经过和结论;
- (6) 实验中存在的问题及欲讨论的内容。

三、化学实验室安全规则

进行化学实验会接触许多化学试剂和仪器,其中包括一些有毒、易燃、易爆、有腐蚀性的试剂以及玻璃器皿、电气设备、加压和真空器具等。如不按照使用规则进行操作就可能发生中毒、火灾、爆炸、触电或仪器设备损坏等事故。为了实现预期的教学目标而又不造成国家财产的损失和人身健康的损害,进行化学实验必须严格执行必要的安全规则。

(1) 易燃物品不可靠近火源。加热蒸发易挥发或易燃有机溶剂,应在水浴或密封电热板上缓慢进行,严禁以火和电炉直接加热。烘箱不可作蒸发之用,能产生腐蚀性气体或易燃的物质均不得放入烘箱。进行蒸发、灼烧等操作时,不得擅自离开实验室。

(2) 要鉴别气体气味时,必须用手轻轻将气流扇向鼻孔,吸入少量即可,切勿直接俯嗅所产生的气体。产生刺激性气体的实验,须在通风橱内进行。

(3) 配制药品或进行放热操作应在开口耐热容器中进行。普通玻璃瓶和容量仪器不可任意加热或做温度变化较大的操作,以免过热破裂或计量不准确。密闭的玻璃仪器,不可任意加热,以免爆裂伤人。

(4) 使用强腐蚀性试剂,如浓酸、浓碱,应谨慎操作,不要溅到衣服或皮肤上,取用这些试剂应尽可能戴橡皮手套和防护眼镜。用移液管吸取时,必须用橡皮球操作。稀释硫酸时,应将浓硫酸缓慢注入水中,并充分搅拌,切勿将水注入酸中。

(5) 实验操作的任何时候都不得将瓶口、试管口、坩埚口等对着人的脸部,以防由于气体、液体等冲出造成伤害。在环境温度高的情况下,开启装有易挥发试剂的瓶子时,最好先把试剂瓶在冷水中浸一段时间。

(6) 灼热的仪器不可直接与冷物接触,以免破裂,也不可与人直接接触或放在实验台上,不得立即放入橱内收藏,最好放在石棉板、铁丝网或其他不易起火、灼焦的安全地方。

(7) 将玻璃管、温度计、漏斗等插入橡皮塞(或软木塞)时,应涂以水或甘油等润滑剂,并用布垫好,以防玻璃管破碎刺伤。操作时应手持塞子的侧面,切勿将塞子握在手掌中。

(8) 盛放试剂的瓶子应有标签。剧毒药品必须制订保管制度并严格执行。倾倒溶液或液

体试剂时,应手掌持握试剂瓶有标签的部位,以保持标签完好,瓶中试剂一经倒出,严禁倒回。

(9) 凡电气器具不用时,应将电源切断或拔掉插销。如发现麻手等漏电情况应立即报告指导教师,进行检查。每个在实验室中进行操作的人员都应知道实验室内气、水、电总闸门的位置,以便必要时进行控制。

(10) 一切不溶物,浓酸和浓碱废液严禁倒入水槽,以防堵塞和腐蚀管道,有毒废弃物更应妥善处理,切勿随意丢弃或倒入水槽。

(11) 燃点煤气用具,必须先关闭风量调节阀,然后点火,再开煤气,最后调节风量;停用时,应先关闭风量,最后关煤气,并检查是否完全熄灭,否则有发生回火、爆炸或火灾的危险。

(12) 严禁性质不明的物料入口,实验室内不得吸烟、饮食,离开实验室前应先洗手;若使用过毒物,还应漱口。

四、消防与救护

1. 实验室消防常识

在实验室的条件下,经常要使用许多易燃物质,如乙醇、甲醇、苯、甲苯、丙酮、煤油……等等。这些易燃物质挥发性强,着火点低,在明火、电火花、静电放电、雷击因素的影响下极易引燃起火,造成严重损失,因此使用易燃物品时应严格遵守操作规程。在发生火灾的情况下,应针对起火原因及周围环境情况采取适宜的灭火方法进行处理。

一般灭火方法主要遵循两条原则:降低燃烧物温度;燃烧物与空气隔绝。常用的灭火器材有水、水蒸汽、酸碱灭火器、泡沫灭火器、二氧化碳灭火器、四氯化碳灭火器等。

(1) 水

水是常用的灭火物质。在常用的固体和液体物质中,水的比热(使 1 克物质温度升高 1 摄氏度所吸收的热量)最大,在 15℃ 时为 4 186.8J/(kg·K);水的汽化热(液体在一定温度下转化为气体时所吸收的热量)很大,在 100℃ 时为 2 260kJ/kg,超过目前已知液体的相应数值。因此,水有优良的冷却能力,可以有效地降低燃烧区域的温度,而使火焰熄灭。其次,水蒸发成水蒸汽时体积大为膨胀,可增加至原体积 1 500 倍以上,可以大大降低燃烧区可燃气体及助燃气体的含量,有利于扑灭火焰。

但是在下列情况下,严禁以水灭火:

① 由比水轻并与水不相溶的液体燃烧而引起的火灾,如石油、汽油、煤油、苯……等。这些可燃性液体比水轻,能浮在水面上继续燃烧,并且随着水的流散,使燃烧面积扩展。

② 由电气设备引起的火灾。消防用水中含有各种盐类,是良好的电解质。因此,在电气设备区域(特别是高压区)使用可能造成更大的损失。

③ 火灾地区存有钾、钠等金属。钠、钾与水发生剧烈作用并放出氢气,氢气逸散于空气中即成为爆炸性的混合物,极易爆炸。

④ 火灾地区存有电石时,水与电石反应放出乙炔,同时放出大量热,且能使乙炔着火爆炸。

有时在用水灭火时,也可以在水中溶入一定量的氯化钙(CaCl_2)、硫酸钠(Na_2SO_4),水蒸发后这些盐附着在燃烧物表面,对熄灭火焰也有一定作用。一般情况下,所用溶液的浓度为 CaCl_2 ——30%~35%; Na_2SO_4 ——25%。

大气中的水蒸汽含量高于 35% 时即可遏止燃烧,因此在装有锅炉设备的场所应用过热蒸汽灭火具有显著的效果。但使用时必须注意安全,小心烫伤。

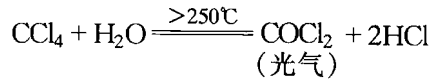
(2) 四氯化碳(CCl₄)

四氯化碳为无色、易挥发、不燃烧的液体,有特殊的臭味。0℃时比重为 1.63,沸点为 76.74℃,凝固点为 25℃,不导电,因此适用于电器、电机、电线、配电设备等灭火。

四氯化碳气化时吸收的热量并不显著,但产生的不支持燃烧的四氯化碳气体比重大(是空气的 5.3 倍)。此种气体可有效地覆盖在燃烧物表面并与燃烧产物混合而遏止燃烧,空气中只要含有 10% CCl₄ 蒸汽,就可以达到灭火效果。

四氯化碳蒸汽有毒,空气中含有 150~200mL/L 为人吸入就能致死。

在 250℃ 以上,四氯化碳能与水作用产生剧毒的光气,反应如下:



有灼热金属存在时,该反应更为剧烈。

由于上述情况,使用四氯化碳灭火后的现场,必须注意通风。

常用的四氯化碳灭火器为储压式灭火器,筒中储入四氯化碳后再压入二氧化碳,筒口有螺旋开关,使用时只要旋开开关,CCl₄ 即行喷出。

(3) 二氧化碳(CO₂)

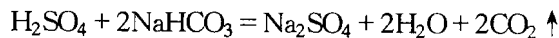
二氧化碳比空气重 0.51 倍。在空气中一般积存在下层,其临界压力为 7.3MPa,在此条件下即为液体,液体体积仅为标准状态下气体体积的 1/500。

二氧化碳气体不导电,因此广泛作电器设备灭火之用。

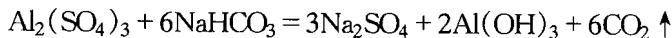
二氧化碳灭火器是将气态二氧化碳压缩在钢制容器中,气体喷出时经过一扁平喇叭形扩散器,又名造雪器,使部分二氧化碳凝为雪花,喷出的雪花状二氧化碳温度可降至 -78℃ 左右;雪状二氧化碳在燃烧区直接气化吸收大量热而使燃烧物温度急降,同时产生 CO₂ 气体覆盖在燃烧物表面将火熄灭。

二氧化碳灭火器在 90s 内即喷射完毕。因此,使用时应尽量靠近燃烧区。打开开关后将喷流对准火焰,由于化雪时的强冷却作用,可能使手冻伤,应尽量注意防护。此种灭火器保存时应防止受热;如有漏气而重量减轻 1/10 时,即应充气。

酸碱灭火器与泡沫灭火器是利用灭火器中碳酸氢钠与硫酸作用而放出二氧化碳。反应如下:



为了降低酸的腐蚀性也可用硫酸铝代替硫酸,反应如下:



灭火时,二氧化碳气体易为气流所冲散,为了克服这一缺点,在碳酸氢钠溶液中加入了一定的泡沫剂,使产生的 CO₂ 气体包含在泡沫中,喷出的泡沫覆盖在燃烧物表面,隔绝了空气,熄灭了火焰。由于泡沫层比较轻,能浮在比重不大的液体(如汽油、煤油、香蕉水……等)的表面,因此也适用于这类物质的灭火。

酸碱灭火器或泡沫灭火器的药液是强电解质,不能用于电气设备的灭火。另外,药液腐蚀性强,灭火后应及时清理现场。

(4) 灭火药粉

灭火药粉的主要成份为碳酸氢钠,再加入滑石粉、硅藻土、石棉粉等掺和而成。灭火粉撒于燃烧物表面就分解出二氧化碳而起灭火作用。一般灭火粉装在钢筒中以压缩二氧化碳喷

射。

(5) 黄砂

黄砂也是常用灭火材料,向燃烧区域撒盖黄砂使燃烧物与空气隔绝而使燃烧遏止。

(6) 湿棉毯

这是一种常用的有效灭火用具,将湿棉毯覆盖在燃烧物表面既可隔绝空气又可迅速降低燃烧区域的温度而使燃烧遏止。

2. 实验室救护常识

实验中如遇伤害事故,处理方法如下:

- ① 割伤:在伤口上抹红药水或紫药水。
- ② 烫伤:在伤口上抹烫伤药,或用浓高锰酸钾溶液润湿伤口,至皮肤变为棕色。
- ③ 硫酸腐伤:先用水冲洗,再用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水洗,最后用水冲洗。
- ④ 碱腐伤:先用水冲洗,再用醋酸溶液(20g/L)洗,碱溅入眼中时,用硼酸溶液洗。
- ⑤ 酚腐伤:用苯或甘油洗,再用水洗。
- ⑥ 磷灼伤:用1%硝酸银、1%硫酸铜或高锰酸钾溶液洗,然后进行包扎。
- ⑦ 吸入溴蒸气、氯气、氯化氢:可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸汽。
- ⑧ 毒物进入口内:把5~10mL稀硫酸铜溶液加入一杯温水中,内服之,用手指伸入喉部,促使呕吐,然后送医院。
- ⑨ 伤势较重者:经急救后,应立即送医院检查和治疗。
- ⑩ 发生事故(如触电、着火等)或某些仪器(如电炉)发生故障时,首先应切断电源,再行其它处理。

五、化学实验中的数据处理

1. 数据的记录

科学实验中经常需要记录一些数据。实验过程中必须如实、正确记录数据。

- (1) 实验前应对所需记录的数据心中有数,并在记录本上列表标明有关记录项目。
- (2) 实验数据应如实、正确写在记录本上,边测定,边记录,严禁将数据记在记录本以外的任何地方。
- (3) 原始数据不准涂改、伪造,发现有违犯者,指导教师有权严肃批评。
- (4) 实验完毕,应将记录的数据交指导教师审核,经准许后才能离开实验室。

2. 数据的处理

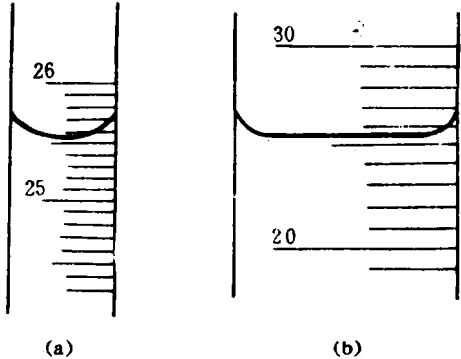
- (1) 实验结束后立即按实验要求将所测得的数据进行整理、计算。
- (2) 计算过程中对有效数字的取舍严格按要求进行,以得到合理的结果。
- (3) 数据处理后的结果如与理论值(或标准值)差异较大时,应认真分析实验中产生差异的原因。

3. 有效数字

为了获得准确的实验结果,不仅要求正确地操作,还应正确记录实验数据,使记录的数据与测量的准确程度相一致,即记录的数据应充分有效。

实验中一些常用的计量工具的精细程度可能不同。例如,容积同样为50mL的滴定管和量筒在制造时所允许的误差就明显不同,因而其刻度的精细程度必然会有差异。下图为不同量具液面精度示意图,其中(a)为滴定管的刻度及液面,其液面读值应为25.52mL,其中前三

位 25.5 是可靠无疑的,第四位数,小数后第二位的“2”是估计的,估计得再准也会有 ± 0.01 的误差,虽不很可靠,但绝非臆造,是直接从滴定管上读出来的,因此这四位数字均为有效。如果将其液面读为 25.5mL 或 25.517mL 都与示值精度不符,因而都是不正确的。(b)为量筒刻度及液面。量筒液面只能读到 25.2mL,小数前的数值是刻度指示出的,小数后的一位是目视估计的,不同观



察者可能估计出不同数值,但也绝非臆造,而且是尽了最大可能估计得更准确一些,因此这三位数字都是有效的。由此可知,有效数字就是除最后一位不甚准确之外,其余各位都是确定的数字,是测量中实际能够测到的数字。了解了有效数字的概念就可以从实验数据了解这类定量实验的精确程度。例如在称量记录中某物质为 10.4g,表示该称量工具可准确称量至“克”,而小数后的一位是估计的,所以称量精确至 0.1g;若某物质为 10.400g,表示该称量工具可准确称至 0.01g,而 1/1 000g 是估计的,称量精确至毫克级。虽然 10.400 与 10.4 在数学意义上是相同的,但在此表示了两个精确程度不同的实验数据。

数字 1,2,3,4,5,6,7,8,9 都可作为有效数字,只有“0”有些特殊:在数字中间或后面时可作为有效数字,但在数字前面时,它只是定位数,用以表明小数点的位置,而不是有效数字。例如:

1.200 4	五位有效数字
21.00	四位有效数字
0.012 8	三位有效数字
0.002 1	二位有效数字

下面举例说明有效数字的运算方法。

5.5	二位有效数字	0.021	二位有效数字
+) 0.318	三位有效数字	+) 3.452	四位有效数字
5.8	二位有效数字	3.473	四位有效数字
15.3	三位有效数字	5.816	四位有效数字
-) 1.036	四位有效数字	-) 0.071	二位有效数字
14.3	三位有效数字	5.745	四位有效数字

在有效数字的加减法中,只要把小数点对齐,加减的结果按精确度最差的取有效数字,例如 5.5g 与 0.318g 混合在一起,其总和应为 5.8g,0.018g 就成为无效数字了,上述计算中,下面有点的数字表示估计出的数。

在乘除法运算中,运算结果的有效数字位数则取原数中最少的位数,例如:

$\begin{array}{r} 5.4\dot{4} \\ \times) 0.4\dot{8} \\ \hline 4352 \\ 2176 \\ \hline 2.6 \end{array}$	三位有效数字 二位有效数字 二位有效数字	$\begin{array}{r} 0.30 \\ \sqrt{6.373\dot{9}} \\ 6.3 \\ \hline 7 \end{array}$	二位有效数字 五位有效数字
--	--------------------------------	---	------------------

在化学实验中有些仪器读数不参与有效数字的定位,而作为在一定条件下绝对标准计算。例如容量瓶、移液管等等,在数据处理中它们不参与有效数字的定位。因此,计算结果按其它数据的有效数字而定。

在以不名数为乘数或除数的计算中,由于不名数不存在有效数字的概念,它们也就不参与有效数字的定位,而直接由被乘数或被除数的有效数字来定位。

六、化学试剂及其使用方法

1. 化学试剂及其质量等级

化学试剂是指具有较高纯度标准的化学制品,它包括各种单质和化合物,在某些情况下还可能是混合物,它们可区分为有机试剂和无机试剂两大类;按其用途又有通用试剂和专用试剂之分。它们的等级规格是按不同纯度而确定的。

我国生产的通用化学试剂可分为四个级别。

一级品,即优级纯试剂,又称保证试剂,符号为 GR,以绿色瓶签为标志。这种试剂纯度很高,适用于精密分析工作和精细科学研究工作。

二级品,即分析纯试剂,符号 AR,以红色瓶签为标志。分析纯试剂较一级品纯度略差,适用于多数分析工作和科学研究工作。

三级品,化学纯试剂,符号 CP,以蓝色瓶签为标志,其纯度一般较二级品相差较远,适用于学校教学及工矿日常生产等一般分析及化学实验。

四级品,实验试剂,符号 LR,以中黄色瓶签为标志,纯度较低,适用于一般纯度要求不高的实验,在化学分析中只能作为辅助试剂,如气体的发生和吸收、配制洗液等。

随着科学技术和工农业生产的发展,对化学试剂的纯度要求也越来越严格,越来越专门化,因而出现了具有特殊用途的专用试剂,如高纯试剂(超纯、特纯、光谱纯等)、色谱试剂、MOS 纯试剂、分光纯试剂、放射化学试剂、微量分析试剂、有机分析试剂、生物化学试剂、生物染色剂、指示剂、闪烁试剂、薄层层析试剂、摄影照相试剂、特殊试剂、测析光试剂、折光率液等。

光谱试剂(符号 SP)所含杂质种类少,数量低,用光谱方法测不出或低于某一限度。这种试剂主要用作光谱分析的标准物质,高纯试剂(符号 CGS)和超纯试剂(UP)纯度分别为 99.99% 和 99.999% (即纯度为四个 9 和五个 9) 以上,它们是用专门的设备(如石英器皿、铂器皿、真空设备等)生产的。为防止污染,在包装、储存和使用等方面都有特殊要求。色谱试剂(符号 GC、GLC)是色谱分析的专用试剂,分为固定相试剂、担体试剂和标准样品试剂。它们所含的杂质要求不得在色谱峰上检出。这是品种相当可观的一类试剂。基准试剂的纯度相当于或高于保证试剂,通常专门用作滴定分析的基准物质,供配制标准溶液用,称取基准试剂配制成一定体积的溶液,不须标定即可直接作为标准溶液使用。基准试剂的含量范围一般为 99.95~100.05%。

化学试剂的纯度标准有国家标准、化学工业部标准、化学工业部暂行标准、地方标准和企业标准等五种,一般在瓶签上用符号标明。例如,GB 表示符合国家标准,HG 表示符合化学工业部标准。按企业标准生产的化学试剂,应特别注意其杂质含量是否符合使用要求。

2. 化学试剂的取用

使用化学试剂时,固体试剂装在易于拿取的广口瓶中,液体试剂或配制成的试剂溶液应盛放在易于倒取的小口瓶或带有滴管的滴瓶中。见光易分解的试剂(如 AgNO_3 、KI 等)应盛放在棕色瓶中,放碱溶液的试剂瓶应使用橡皮塞。每一试剂瓶上都应贴有标签,标明试剂名称、浓度、纯度级别和日期。标签外应涂覆一层蜡防止标签被腐蚀和沾污。

(1) 固体试剂的取用

① 应使用干净的药勺取用。药勺两端分别有大小二匙,取较多试剂时用大匙,取少量试剂则用小匙。用过的药勺必须洗净擦干后才能再用,以免沾污试剂。

② 取出试剂后应立即将瓶塞盖紧并将试剂瓶放回原处,注意不要将瓶塞盖错。

③ 称取固体试剂时,可将试剂放在洁净光滑的纸片或表面皿上,再用托盘天平称量。要求准确称取应用直接法或减量法在分析天平上进行。具有腐蚀性、强氧化性或易潮解的固体试剂不能称在纸上,应放在玻璃容器内称量。

④ 取用试剂应注意节约,尽量不要取多,但取多了的试剂不准倒回原瓶,可放在指定容器中供别人使用。

⑤ 有毒药品应在教师指导下取用。

(2) 液体试剂的取用

① 从滴瓶中取用液体试剂时,滴管应垂直,避免倾斜,尤忌滴管口朝上,以防橡皮头污染试剂。滴管应避免触及所用容器,也不可将滴管放在原滴瓶以外的任何地方,以防污染。滴管放回原瓶时不要放错。

② 从小口试剂瓶中取用液体试剂时,先将瓶塞反放在实验台上,不要弄脏。把试剂瓶上贴有标签的位置握在手心中,瓶口靠住容器的承接部位,缓缓倾斜试剂瓶,倒出液体,使液体沿器壁流下,若容器为烧杯,则液体应用玻璃棒导引。取用试剂后应立即将瓶盖盖好,防止盖错。

③ 定量取用液体试剂时,可用量筒或移液管。取多的试剂不得倒回原瓶。

实验一 电光天平的使用

一、实验目的

- (1) 了解电光天平的构造和使用方法。
- (2) 准确称取物质的质量。
- (3) 初步了解称量中有效数字的运用。

二、天平与称量简述

天平是化学实验室的常用仪器之一,按照称量原理可将其分为杠杆天平和扭力天平两大类。通常所说的天平,除非特殊说明,一般均指杠杆天平。

1. 杠杆天平的称量原理

杠杆天平是根据杠杆原理设计制造的。

设有一杠杆 AOB 如图 1-1 所示。O 为支点, A 为重点, B 为力点。A 点和 B 点分别放被称量物 W 和砝码 F, 被称量物 W 的质量为 m_1 , 砝码 F 的总质量为 m_2 。

当达到平衡时, 即 AOB 杠杆呈水平状态时, 根据杠杆原理, 支点两边的力矩相等, 即

$$W \times OA = F \times OB$$

又 $\because W = m_1 g \quad F = m_2 g$
(g 为重力加速度)

$$\therefore m_1 g \times OA = m_2 g \times OB$$

若 O 为杠杆 AOB 的中点, 即所用天平的支点两侧臂长相等, 即

$$OA = OB$$

代入上式则得 $m_1 g = m_2 g \quad m_1 = m_2$

由此可知, 等臂天平称量平衡时, 被称量物质量 m_1 等于砝码质量 m_2 。所以天平称量的结果是砝码 F 的总质量即为物质的质量。

2. 电光天平的构造

无机和分析化学实验称量用的精密天平多为半机械加码或全机械加码的微分标尺阻尼天平, 简称半自动或全自动电光天平。其中 TG-328B 型和 TG-328A 型的称量精度达 $1/10\,000\text{g}$ (即 0.1mg) 俗称分析天平。TG-328B 型半自动电光分析天平如图 1-2 所示。

用这种天平称量物体, 快而准确, 其最大称量质量为 200g , 能精确称量至 $1/10\,000\text{g}$ 。其主要结构如下:

(1) 天平梁: 由铝合金制成, 梁的中间和两端有三个玛瑙制成的三棱形刀口, 中间的为支点刀, 刀口向下, 放在天平柱的玛瑙平板刀承上; 两端的为承重刀, 刀口向上, 通过吊耳上的玛瑙平板与悬挂的天平盘连接。三个刀口的棱边严格平行, 并处同一水平面上。支点刀与两端承

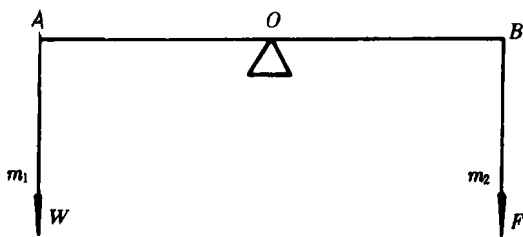


图 1-1 杠杆原理图

重刀之间的距离相等。刀口是天平最关键部位,应精心爱护。

(2) 指针:天平梁正中有一下垂的指针,指针的下端有一微分标尺。天平梁摆动时,指针随着摆动,通过微型光学投影放大装置,可从投影屏上读出指针的摆幅。

(3) 天平盘:用来放被称量物和砝码,左盘放物,右盘放砝码。

(4) 升降枢:为了保护玛瑙刀口,天平梁在非工作状态是由两个托叶从天平柱上托起的;天平工作时,落下托叶。刀口落在天平柱的刀承上,天平处于灵敏的工作状态。旋转升降枢可控制天平梁的托起和落下。

(5) 投影屏:通过微型光学投影放大装置,指针下端的微分标尺经放大后显示在投影屏上。投影屏上显示的刻度每一大格代表 1mg ,每一小格代表 0.1mg 。

(6) 砝码和环码:半自动电

光天平配备有砝码和环码。砝码放在砝码盒内,最大的砝码质量 100g ,最小的是 1g 。质量在 1g 以下的则用金属丝做成环码挂在天平的右上方。使用时转动环码指数盘,由机械装置向天平加、减环码。加减环码的质量范围为 $10 \sim 990\text{mg}$ 。 10mg 以下由投影屏直接读出。

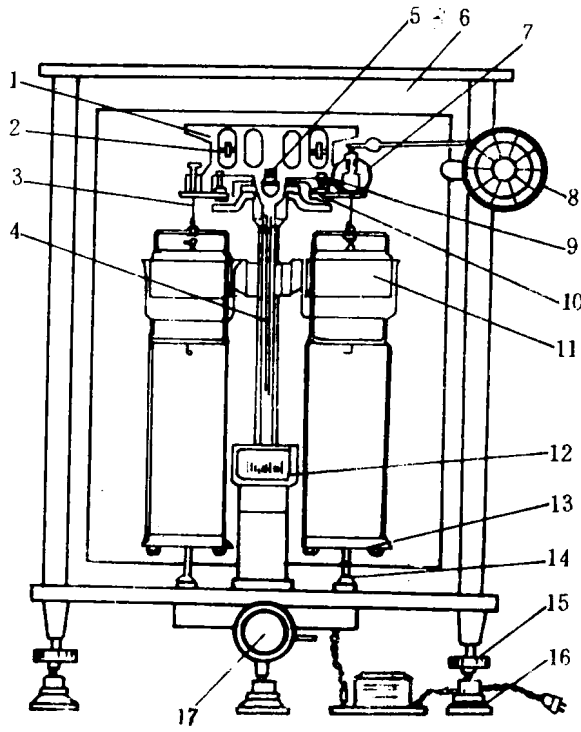


图 1-2 半自动电光天平

- 1—天平梁;2—平衡调节螺丝;3—蹬;4—指针;5—支点刀;
6—框罩;7—环码;8—指数盘;9—支柱;10—托叶;11—阻尼器;
12—屏幕;13—天平盘;14—托盘;15—天平足;16—垫脚;
17—升降枢

3. 电光天平的使用方法

(1) 直接称量法

① 称前检查天平

砝码是否跳落,指数盘是否在零位,天平是否水平等等。

② 零点测定

接通电源,轻轻转动升降枢,天平梁升起,灯泡发亮,光屏上可以看到标尺的投影在移动。投影稳定后,若光屏上刻线和标尺上的恰好重合,此时零点为零,若不为零,记下读数,此读数也是天平的零点。可见,零点就是天平不载荷时的平衡点。

测得零点后,把升降枢降下,使天平休止。

③ 停点的测定

先在台称上粗称物质质量,以便在天平上称量时加放合适的砝码,然后把物体放在天平左盘中心,在右盘中心放合适的砝码,再轻轻转动升降枢,观察光屏中标尺移动的方向。若迅速往

负数方向移动,则表示砝码太重,需要减去砝码。若往正数方向移动,则表示砝码轻了,需要加砝码。当加减砝码在克以下时,关紧天平侧门,用同样方法加减环码,直到刻线与标尺上某一读数相重合为止,记下读数,此读数即为停点,可见停点就是天平载荷时的平衡点。

称量后,使天平休止,记下砝码、环码及标尺所示质量。

④ 数据记录和计算

零点 e_0 : $e'_0 =$ $e''_0 =$ 平均值 $e_0 =$

停点 e_1 : $e'_1 =$ $e''_1 =$ 平均值 $e_1 =$

物体质量 = 砝码质量 + 环码质量 + (停点 e_1 - 零点 e_0)

(2) 减量法

此法用于称固体粉末状物质。将试样装入称量瓶中,先准确称出称量瓶和试样的总质量 W_1 ,然后取出称量瓶(纸条裹着)放在容器上方,将称量瓶倾斜,用称量瓶盖轻轻敲瓶口上部,使试样慢慢落入容器中,当倾出量已接近所需质量时,将瓶口竖起,再用瓶盖轻敲瓶口上部,使粘在瓶口的试样落下,然后盖好瓶盖,将称量瓶放回天平盘上,称量 W_2 ,两次称量之差 $W_1 - W_2$ 即为试样的质量。

若从称量瓶倒出的试剂太多,不能再倒回称量瓶中,必须重新称量。

三、实验内容

(1) 用电光天平称铜片质量

(2) 用减量法称取 Al_2O_3 在 0.530 0 ~ 0.540 0g 之间或根据指导教师的要求称取其它物品。

电光天平的使用规则:

(1) 未托起的天平不允许加减砝码、环码或物体。在称量时必须把天平门关好。

(2) 电光天平的砝码都有固定质量:取放砝码时必须用镊子夹取,不得用手直接拿取,以免弄脏砝码,使质量不准确。

(3) 使用指数盘加环码时,一定要轻轻地逐格扭动,以免损坏它和使砝码掉落。

(4) 热的物体不能放在天平上称量,有腐蚀性的物品或吸湿性物体必须放在密闭容器内称量。

(5) 称量时,不可超过天平所允许的最大载荷(200g)。

(6) 称量完毕需检查:天平梁是否已经托起,砝码是否归原位,指数盘是否转回到“0”位,电源是否已经切断,天平及箱罩内外是否清洁、干燥等。最后用布罩将天平罩好才离开天平室。

预习思考题

1. 光电天平若以克为单位可称到小数后几位?若称出的数恰巧为 3.200 0g,为什么不可写成 3.2g?

2. 称量物体时,若天平的零点 $e_0 = -0.3$,停点 $e_1 = 3.5$,砝码重 1g,环码量 230mg,此物体准确质量是多少?

3. 用减量法称量物体时应注意什么?

4. 加减砝码时应注意什么?

四、实验报告要求

简述实验的目的要求,扼要叙述实验内容,表列实验有关数据和实验结果;讨论实验中发现的问题,误差分析,经验教训,心得体会,改进意见和建议等。

实验二 化学反应焓变的测定

一、实验目的

- (1) 了解测定化学反应焓变的原理和方法。
- (2) 测定锌粉与硫酸铜反应的焓变。
- (3) 学习用外推作图法求反应前后溶液的温差。

二、实验原理

化学反应过程中,除了发生物质的变化外,还有能量的变化,这种能量变化表现为反应热效应,而化学反应通常是在恒压的条件下进行的,此反应热效应叫做等压热效应。在化学热力学中则用反应体系热焓 H 的变化 ΔH (简称焓变) 来表示。对于放热反应, ΔH 为“-”值;而吸热反应, ΔH 则为“+”值。

例如,在 298.15K 下, 1mol 锌置换硫酸铜溶液中的铜离子,放出 217kJ 的热量,即反应 $\text{Zn} + \text{Cu}^{2+} = \text{Zn}^{2+} + \text{Cu}$ 的 $\Delta H_{298} = -217\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ 。

由溶液的比热和反应前后溶液的温度变化,可求得上述反应的焓变。计算公式如下:

$$\Delta H = -\Delta T \cdot C \cdot V \cdot d \cdot \frac{1}{n} \cdot \frac{1}{1000} (\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}) \quad (2-1)$$

式中 ΔH ——反应的焓变($\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$)

ΔT ——反应前后溶液的温度变化(K)

C ——溶液的热容($\text{J} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)(取 4.184)

V ——溶液的体积(mL)

d ——溶液的密度($\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)(近似以 1.00 计)

n —— $V\text{mL}$ 溶液中溶质的物质的量

测定通常在保温杯式量热计中进行,其结构如图 2-1 所示。由于此系统非严格地绝热,在反应液温度升高的同时,量热计的温度也相应提高,而计算时又忽略此项内容,故会造成温差 ΔT 的偏差。在处理数据时可采用外推法,按图 2-2 中虚线外推至反应开始的时间图解求得反应系统的最大温升值 ΔT 。这样可较客观地反映出由反应热效应引起的真实温度变化值 ΔT 。

三、仪器与药品

1. 仪器

简易量热器(见图 2-1)2 人一套,(包括塑料杯、800mL 烧杯、搅拌棒、0.1 刻度的 $0 \sim 50^\circ\text{C}$ 温度计)。滤纸碎片、台称、滴管、酸式滴定管、容量瓶(100mL)、洗瓶。

2. 药品

锌粉(CP)、 CuSO_4 标准溶液($1.00\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)

四、实验内容

- (1) 用台称称取 3g 锌粉