



新世纪高等学校教材



北京市高等教育精品教材立项项目

化学实验系列教材

化学测量实验

祖莉莉 胡劲波 主 编

北京师范大学化学实验教学中心 组 编



北京师范大学出版集团
BEIJING NORMAL UNIVERSITY PUBLISHING GROUP
北京师范大学出版社

HUAXUE
CELIANG SHIYAN

新世纪高等学校教材

北京市高等教育精品教材立项项目

化学实验系列教材

化学实验系列教材

顾问 刘伯里 刘若庄 刘知新

化学测量实验

HUAXUE CELIANG SHIYAN

祖莉莉 胡劲波 主 编

北京师范大学化学实验教学中心 组 编

化学实验系列教材编审委员会

(按姓氏音序排列)

林 芳	林 芳
高 颖	高 颖
李 丽	李 丽

胡劲波 蒋福喜 李 奇 李 君

李 奇 张姑斌

40120822-010

40120822-010

40120822-010



北京师范大学出版集团
BEIJING NORMAL UNIVERSITY PUBLISHING GROUP
北京师范大学出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

化学测量实验/祖莉莉, 胡劲波主编. —北京: 北京师范大学出版社, 2010. 1

新世纪高等学校教材. 北京市高等教育精品教材立项项目
ISBN 978-7-303-10680-6

I. ①化… II. ①祖… III. ①化学实验 - 高等学校 - 教材 IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 220661 号

营销中心电话 010-58802181 58808006
北师大出版社高等教育分社网 <http://gaojiao.bnup.com.cn>
电子信箱 beishida168@126.com

出版发行: 北京师范大学出版社 www.bnup.com.cn

北京新街口外大街 19 号

邮政编码: 100875

印刷: 唐山市润丰印务有限公司

经销: 全国新华书店

开本: 170mm × 230 mm

印张: 16.75

字数: 280 千字

版次: 2010 年 1 月第 1 版

印次: 2010 年 1 月第 1 次印刷

定价: 27.00 元

策划编辑: 范 林

责任编辑: 范 林

美术编辑: 高 霞

装帧设计: 高 霞

责任校对: 李 菡

责任印制: 李 丽

版权所有 侵权必究

反盗版、侵权举报电话: 010-58800697

北京读者服务部电话: 010-58808104

外埠邮购电话: 010-58808083

本书如有印装质量问题, 请与印制管理部联系调换。

印制管理部电话: 010-58800825

国家出版集团
北京师范大学出版社
Beihang University Press
Beihang University Press

新世纪高等学校教材

化学系列教材编写指导委员会

主任：胡荣德 副主任：李福宾 委员：贾志谦 李华民 李君 李奇 马思渝 申秀民 祖莉莉 张站斌

顾问 刘伯里 刘若庄 刘知新

委员 陈光巨 成莹 方维海

黄元河 刘正平 欧阳津

王科志 王磊 朱霖

化学实验系列教材编写委员会

(按姓氏音序排列)

胡劲波 蒋福宾 贾志谦 李华民 李君

李奇 马思渝 申秀民 祖莉莉 张站斌

北京师范大学化学实验教学中心简介

北京师范大学化学实验教学中心成立于1998年，主要承担化学学院、生命科学学院、环境学院、资源学院、材料科学与工程系五个院系本科生的化学实验教学。“中心”成立以来，对化学实验教学进行大胆改革，本着“厚基础、宽口径、求创新”的实验教改原则，将原来依附于四大化学理论课的实验融会贯通，实验独立设课，构建了“一体化、多层次”的实验教学新体系。“中心”有雄厚的师资和现代化的实验教学设施，实验教学课程由“中心”统一安排，每年担任实验教学的教师超过50人，其中三分之一以上为教授，三分之二以上具有博士学位。教学资源统一管理，实现了科学高效的基础化学实验教学管理系统。2002年通过了北京市教委“化学基础教学实验中心”实验室评估的合格鉴定，2006年被评为北京市化学实验教学示范中心。实验教学改革项目“本科化学专业实验课程体系改革——课程建设、教学改革及实验中心建设”2005年获北京市高等教育教学成果奖一等奖。2007年被批准为国家级实验教学示范中心建设单位。

编 者：全国新华书店

开 本：170mm×230mm

印 张：16.75

字 数：280千字

版 次：2010年1月第1版

印 次：2010年1月第1次印刷

定 价：27.00元

(仅供参考，不作为定价依据)

策划编辑：范 林

责任编辑：范 林

文字编辑：高 颖

装帧设计：高 颖

责任校对：李 强

责任印刷：李 强

主 审：李 强 副主审：高 颖 编 者：范 林 高 颖 李 强

编 者：范 林 高 颖 李 强 编 者：范 林 高 颖 李 强

北京新华书店电话：010-58808104

印刷部电话：010-58808023

本书如有印刷质量问题，请与印刷管理部联系调换。

印刷管理部电话：010-58808225

序

北京师范大学化学学院从1998年成立化学实验教学中心开始,对实验教学体系进行全面改革,在一级学科平台上建立了实验教学的新体系。本着“厚基础、宽口径、求创新”的原则,按照“一体化、多层次”的实验教学模式,对实验课程独立设课,将原来依附于四大化学理论课的实验,融会贯通,设为三个层次的实验课程。第一层次为“化学基础实验”,以基本操作训练为主;第二层次为“化学合成实验”和“化学测量与计算实验”,是在第一层次基础上的提高;第三层次为“化学综合设计实验”,以研究性和设计性实验为主,教学重点进入到初步了解化学研究前沿领域以及与化学密切相关学科交叉领域,学习科学研究的基本思路和方法,熟练掌握各种实验技能,应用多种大型仪器进行实验结果测试分析,全面提高学生的综合素质。新的实验教学体系为培养学生的创新意识和创新能力搭建了一个广阔的平台,经过近十年的教学实践,已经取得了丰硕的成果。

实验教学改革过程中,教材建设是不可缺少的重要组成部分。北京师范大学化学实验教学中心在参编了普通高等教育“十五”国家级规划教材《化学基础实验》和《化学合成实验》之后,又组织编写了北京师范大学化学专业实验系列教材:《化学综合实验》《基础化学实验操作规范》《计算化学实验》《化学测量实验》《化学合成实验》《有机波谱分析及实验》《化学工程基础实验》。

该化学专业实验系列教材由北京师范大学化学学院一批长期承担化学实验教学的教师积多年实验教学经验编写而成,较全面地涵盖了化学专业的学生在大学四年学习期间所必须掌握的化学实验相关知识和实验技能,同时还涉及部分当今化学研究的前沿领域和与化学密切相关的交叉学科的内容。这套系列教材不仅适合于综合性大学和高等师范院校类的化学专业本科生和研究生使用,也可供从事化学科学研究的人员以及及与化学密切相关的交叉学科的研究人员参考。

该化学实验系列教材是实验教学改革的成果,改革是一个不断完善的过程。希望通过实验教学的改革、实验教材的建设,进一步提高高等院校的实验教学水平,培养更多的综合素质好、实验技能高的化学专业人才。

方维海

2007.5

前 言

“化学测量实验”是北京师范大学化学学院 1998 年新的实验教学体系开始实施时设立的一门实验课程。该课程在学生已经学过“大学基础化学实验”的基本实验操作训练的前提下,以物理化学实验和仪器分析实验为基础,系统训练学生使用各种仪器设备测量化学参数、观察化学现象、研究化学过程,并对实验结果进行数据分析,全面提高学生分析和解决化学问题的综合实验能力。

本书是在北京师范大学化学学院化学测量实验讲义的基础上,参考了国内外相关实验教材编写而成的。内容包括两个部分,共 55 个实验。第 1 部分:物理化学实验,包括热化学实验、化学平衡和相平衡实验、化学动力学实验、界面化学实验、电化学实验和结构化学实验;第 2 部分:仪器分析实验,包括原子发射光谱法、原子吸收光谱法、分光光度法、红外吸收光谱法、电位分析法、极谱分析法、库仑分析法、气相色谱法和高效液相色谱法。附录部分介绍了化学测量实验常用的温度、压力、光学及电学基本测量仪器及使用方法。

参加本书编写和实验工作的有:丁万见、王艳、方维海、刘红云、刘亚军、邵久书、李运超、李奇、李晓宏、陈雪波、赵孔双、欧阳津、范楼珍、胡乃非、胡劲波、祖莉莉、秦卫东、晋卫军等。由祖莉莉、胡劲波通读全书,并修改、定稿。另外,北京师范大学出版社的范林编辑为本书的编写和出版做了许多工作,在此表示衷心的感谢。在编写过程中,我们参阅了有关参考书和资料,谨向有关作者表示感谢。

本书可作为高等师范院校和综合性大学的化学实验课教材,也可供中学化学教师、化学化工类研究生和其他化学工作者参考。

由于编者的水平有限,书中缺点和错误在所难免,恳请读者给予批评指正。

编 者
2009.6

目 录

第 1 部分 物理化学实验

第 1 章 热化学实验 /3

- 实验 1 燃烧热的测定——氧弹式热量计的使用 3
- 实验 2 恒温槽灵敏度曲线的绘制 8
- 实验 3 差热分析 14

第 2 章 化学平衡和相平衡实验 /18

- 实验 4 液体饱和蒸气压的测定 18
- 实验 5 电导法测定醋酸离解度和离解常数 21
- 实验 6 凝固点降低法测相对分子质量 26
- 实验 7 双液系气液平衡相图 29
- 实验 8 二组分合金相图的绘制 33

第 3 章 化学动力学实验 /37

- 实验 9 一级反应——蔗糖的转化 37
- 实验 10 二级反应——乙酸乙酯皂化 41
- 实验 11 复杂反应——丙酮碘化反应 45

实验 12	B-Z 化学振荡反应	50
实验 13	酶催化蔗糖转化反应	54

第 4 章 界面化学实验 /60

实验 14	黏度法测高聚物的相对分子质量	60
实验 15	胶体电泳速度的测定	66
实验 16	比表面测定——BET 容量法	70

第 5 章 电化学实验 /78

实验 17	原电池电动势的测定	78
实验 18	离子迁移数的测定	83

第 6 章 结构化学实验 /92

实验 19	溶液法测定极性分子的偶极矩	92
实验 20	磁化率测定	100
实验 21	X 射线粉末衍射法物相定性分析	104

第 2 部分 仪器分析实验

第 7 章 原子发射光谱法 /117

实验 22	原子发射光谱的摄谱方法	117
实验 23	原子发射光谱定性分析	125
实验 24	光谱半定量分析	130
实验 25	原子发射光谱法——盐中铁钙镁的测定	132

第 8 章 原子吸收光谱法 /135

实验 26	原子吸收光谱法——自来水中镁的测定	135
实验 27	原子吸收光谱法——人发中锌的测定	139
实验 28	石墨炉原子吸收光谱法——痕量镉的测定	141

第9章 分光光度法 /144

实验 29	邻二氮菲分光光度法——微量铁的测定	144
实验 30	光度法——混合液中 Co^{2+} 和 Cr^{3+} 双组分 的测定	147
实验 31	分光光度差示法——样品中高含量镍的 测定	150
实验 32	紫外吸收光谱定性分析的应用	152
实验 33	分光光度法——甲基橙离解常数的测定	154

第10章 红外吸收光谱法 /157

实验 34	红外吸收光谱法——有机化合物的结构 分析	157
实验 35	傅里叶变换红外光谱法——未知物的鉴定	159
实验 36	苯甲酸的红外光谱测定	160
实验 37	正丁醇-环己烷溶液中正丁醇含量的测定	162

第11章 电位分析法 /164

实验 38	酸度计的性能检验	164
实验 39	电位滴定法——未知液中 I^- 的测定	170
实验 40	电位滴定法——酱油中氨基酸总量的测定	172
实验 41	直接电位法——配合物稳定常数的测定	174

第12章 极谱分析法 /178

实验 42	单扫描示波极谱法——水样中镉的测定	178
实验 43	循环伏安法——电极过程的判断	180
实验 44	循环伏安法——电极机理的研究及药物的 测定	182
实验 45	铁(Ⅲ)-三乙醇胺-过氧化氢体系中催化反 应速率常数的测定	185
实验 46	极谱平行催化波——水中痕量钼的测定	187
实验 47	配位吸附波性质研究及茶叶中铜的测定	189

第13章 库仑分析法 /194

- 实验 48 恒电流库仑滴定法——痕量砷的测定 194
- 实验 49 微库仑法—— $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 浓度的测定 197

第14章 气相色谱法 /200

- 实验 50 气相色谱柱性能的测定 200
- 实验 51 气相色谱法——混合物的测定 203
- 实验 52 酒精饮料中各成分的分离和测定 206

第15章 高效液相色谱法 /209

- 实验 53 苹果汁中有机酸的测定 209
- 实验 54 高效液相色谱法——茶叶中儿茶素的测定 211
- 实验 55 硝基苯甲酸异构体的分离与对硝基苯甲酸纯度的测定 213

附录 仪器装置 /216

- 一、温度的测量与控制 216
- 二、压力的测量与控制 226
- 三、光学测量及仪器 234
- 四、电学与电化学测量基础 245

第1章 热化学实验

实验1 燃烧热的测定——氧弹式热量计的使用

第1部分

物理化学实验

1. 了解氧弹式热量计各主要部件的作用, 掌握燃烧热的测定技术。
2. 了解等压热效应与等容热效应的差别与联系及 $\Delta_r H_m^\ominus$ 的求法。
3. 学会用雷诺图解法校正所测温度的改变值。

化合物的燃烧热 $\Delta_r H_m^\ominus$ 是指 1 mol 物质在标准压力 ($p^\ominus$) 时完全燃烧所放出的热量, 通常称为燃烧热。物质在燃烧时放出的热效应可用 Q_p (等压燃烧热) 或 Q_v (等容燃烧热) 来量度。二者的关系是

$$Q_p = Q_v + \Delta n RT \quad (1)$$

式中, Δn 为产物与反应物中气体物质的量之差, R 为摩尔气体常数, T 为反应的热力学温度。

测定化学反应热的仪器称为热量计(卡计)(图 1-1)。本实验采用氧弹式热量计测定物质的燃烧热。氧弹(图 1-2)是一个特制的不锈钢容器, 用氧弹式热量计测定物质的燃烧热是在等容的条件下进行的, 测得的是等容燃烧热(Q_v)。测定原理是将一定量待测物质试样在氧弹中完全燃烧, 燃烧时放出的热量使卡计本身及氧弹周围介质(本实验用水)的温度升高。通过测定燃烧前后卡计(包括氧弹周围介质)温度的变化值, 就可以求出该试样的燃烧热。

其热量平衡方程为

$$\frac{m}{M} Q_v = W_s \Delta T + Q_{\text{散失}} + m_{\text{水}} \Delta T \quad (2)$$

式中, m 为待测物质的质量(g); M 为待测物质的相对分子质量; Q_v 为待测物

第13章 物化实验	194
实验 31 气相色谱法——混合物的测定	194
实验 32 气相色谱法—— $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的测定	197
第14章 气相色谱法	200
实验 33 气相色谱法——混合物的测定	200
实验 34 气相色谱法——混合物的测定	203
实验 35 气相色谱法——混合物的测定	206

实验 1 菜

第15章 蔬菜的保鲜技术	209
实验 36 蔬菜汁中有机酸的测定	209
实验 37 蔬菜汁中有机酸的测定	211
实验 38 蔬菜汁中有机酸的测定	213
实验 39 蔬菜汁中有机酸的测定	215

实验 2 菜

附录 仪器装置	216
一、温度的测量与控制	216
二、压力的测量与控制	226
三、光学测量及仪器	234
四、电学与电化测量基础	245

第1章 热化学实验

实验1 燃烧热的测定——氧弹式热量计的使用



实验目的

1. 通过萘的燃烧热测定了解氧弹式热量计各主要部件的作用, 掌握燃烧热的测定技术。
2. 了解等压热效应与等容热效应的差别与联系及 $\Delta_c H_m^\ominus$ 的求法。
3. 学会用雷诺图解法校正所测温度的改变值。



实验原理

化合物的燃烧焓 $\Delta_c H_m^\ominus$ 是指 1 mol 物质在标准压力 ($p^\ominus$) 时完全燃烧所放出的热量, 通常称为燃烧热。物质在燃烧时放出的热效应可用 Q_p (等压燃烧热) 和 Q_v (等容燃烧热) 来量度。二者的关系是

$$Q_p = Q_v + \Delta n RT \quad (1)$$

式中, Δn 为产物与反应物中气体物质的量之差; R 为摩尔气体常数; T 为反应的热力学温度。

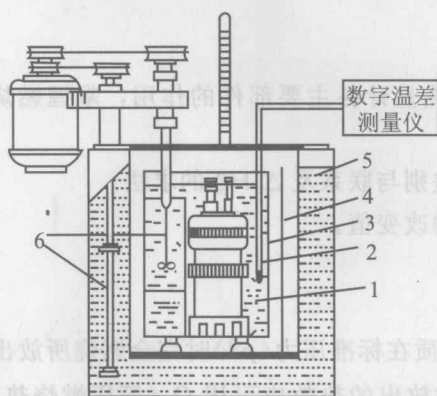
测量化学反应热的仪器称为热量计(卡计)(图 1-1)。本实验采用氧弹式热量计测量萘的燃烧热。氧弹(图 1-2)是一个特制的不锈钢容器, 用氧弹式热量计测量物质的燃烧热是在等容的条件下进行的, 测得的是等容燃烧热 (Q_v)。测量的基本原理是将一定量待测物质试样在氧弹中完全燃烧, 燃烧时放出的热量使卡计本身及氧弹周围介质(本实验用水)的温度升高。通过测定燃烧前后卡计(包括氧弹周围介质)温度的变化值, 就可以求出该试样的燃烧热。

其热量平衡方程为

$$\frac{m}{M_r} Q_r = W_{\text{卡}} \Delta T - Q_{\text{点火丝}} \cdot m_{\text{点火丝}} \quad (2)$$

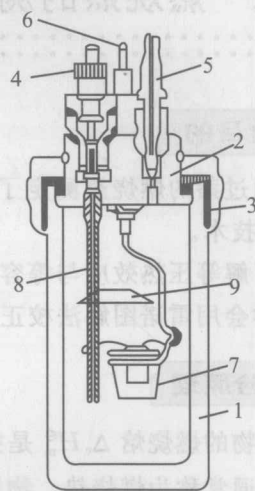
式中, m 为待测物质的质量(g); M_r 为待测物质的相对分子质量; Q_r 为待测物

质摩尔燃烧热的相反值 ($Q_V = -Q_r$)； $W_{\text{卡}}$ 为热量计(包括热量计中的水)的水当量，它表示热量计(包括介质)每升高 1 K 所需要吸收的热量。热量计的水当量可以通过已知燃烧热的标准物(如苯甲酸，它的等容燃烧热 $Q_V = -3\,228.60 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$)来标定； $m_{\text{点火丝}}$ 为点火丝(镍丝)的质量。 $m_{\text{点火丝}}$ 应为燃烧前后两次称量之差值； $Q_{\text{点火丝}}$ 为点火丝的燃烧热。若为镍丝，其 $Q_{\text{点火丝}} = -3.243 \text{ kJ} \cdot \text{g}^{-1}$ ； ΔT 为试样燃烧前后热量计温度的变化值。求出热量计的水当量后，就可用于式(2)通过实验测定其他物质的燃烧热。



1—氧弹；2—温度传感器；3—内筒；
4—空气隔层；5—外筒；6—搅拌器

图 1-1 环境恒温式氧弹热量计



1—厚壁圆筒；2—弹盖；3—螺帽；4—进气孔；5—排气孔；6—电极；7—燃烧皿；
8—电极(同时也是进气管)；9—火焰隔板

图 1-2 氧弹的构造

本实验成功的关键是试样必须完全燃烧，且无热量散失，尽量将燃烧后放出的热量全部传递给热量计本身和其中的水(2 500 mL)。因此氧弹中应充以高压氧气(或者其他氧化剂)；还要求氧弹密封、耐高压、抗腐蚀。为此，在热量计外面设置一个套壳。采用恒温套壳的称为外壳恒温热量计；采用绝热套壳的称为绝热热量计。本实验采用外壳恒温热量计。另外，为了减少辐射，热量计壁高度抛光。热量计与套壳之间还有挡板，以减少空气对流引起的热量散失。

但是，氧弹式热量计与环境之间的热交换是无法完全避免的，这可以是由于环境向热量计辐射进热量使其温度升高，也可以是热量计向环境辐射热量使其温度降低。因此燃烧前后引起的温度变化值(ΔT)不能直接准确测量，必须经过雷诺图解法进行校正。

校正的方法是：根据适量待测物燃烧前后观察到的水的温度值为纵坐标，时间为横坐标，作出温度-时间图，连成 $abcd$ 曲线(图 1-3)，图中 b 点对应于开始燃烧之点， c 点为观测到的最高温度读数点。由于热量计与环境的热交换， ab 段及 cd 段不是水平线。取 b 点对应的温度 T_1 及 c 点所对应的温度 T_2 的平均值 $\frac{T_1 + T_2}{2}$ 为 T ，经过 T 点作横坐标的平行线 TO 与曲线 $abcd$ 交于 O 点，再过 O 点作纵坐标的平行线 AB 与 ab 及 cd 的延长线分别交于 E 、 F 两点，与 T_1b 的延长线交于 E' ，与 T_2c 线交于 F' 。 EE' 是环境辐射(或者搅拌)引起热量计的温度升高，必须扣除。 FF' 是热量计向环境辐射热量造成的温度下降，故必须补上。可见，经过这样校正后的温度差才能表示试样燃烧使热量计温度发生变化的值(ΔT)。

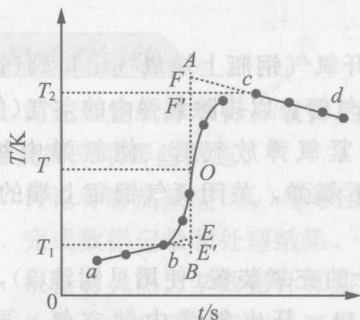


图 1-3 绝热较差时的温度校正图

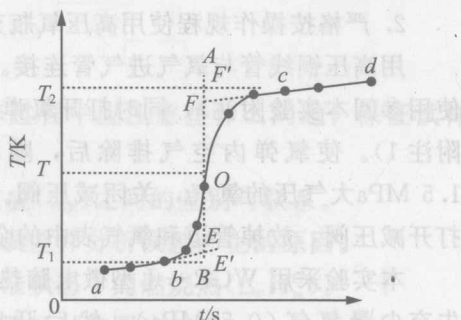


图 1-4 绝热良好时的温度校正图

有时热量计绝热情况良好，热量散失少，搅拌器功率比较大时，又会不断地引进少量热量，使得燃烧后的温度最高点不明显出现。在这种情况下，仍可采用上述的作图法(图 1-4)进行校正，求 ΔT 。

必须指出，此作图法不适用于校正时热量计的温度和环境温度相差太大的情况(最好不超过 $2 \sim 3\text{ }^{\circ}\text{C}$)，否则会引起误差。



实验用品

1. 仪器：ZR-3R 燃烧热实验装置，容量瓶，压片机，氧气钢瓶及减压阀，电子分析天平，温度计($0 \sim 50\text{ }^{\circ}\text{C}$)，万用电表，台秤。
2. 试剂：萘(AR)，苯甲酸(AR)，镍丝(AR，点火丝)。
3. 工具：尺子，大头针，剪刀。



实验步骤

(一) 热量计的水当量(W_K)测定

1. 试样压片

为了保证试样在氧弹中完全燃烧,防止粉末状的试样在燃烧时飞散以及在充氧时被冲散造成误差,必须压成片状。压片前,先检查压片用钢模,如发现钢模有铁锈、污物等,必须擦净后才能进行压片。取约 10 cm 长的镍丝在中段绕 5~6 圈,放在分析天平上准确称量。另用台秤称取约 0.6 g 苯甲酸,把镍丝放在苯甲酸中,在压片机中压成片状,除去碎屑,在分析天平上准确称量。将氧弹的弹头放在氧弹架上,把镍丝的两端分别固定在氧弹帽下方的两个电极上,注意镍丝不要碰到燃烧皿壁上。把氧弹盖放在弹体上,旋紧氧弹盖。

2. 严格按操作规程使用高压氧瓶充氧

用高压铜线管与氧气进气管连接。打开氧气钢瓶上端氧气出口阀(钢瓶的使用参阅本实验附注),同时打开氧弹的放气管,以排除氧弹内的空气(使用见附注 1)。使氧弹内空气排除后,随即拧紧氧弹放气管。使氧弹中约充有 1.5 MPa 大气压的氧气,关闭减压阀。取下氧弹,关闭氧气钢瓶上端的阀门,打开减压阀,放掉管道和氧气表中的余气。

本实验采用 WGR—I 型微电脑热量计的充氧装置(使用见附注 2),开始先充少量氧气(0.5 MPa),然后开启出口,赶出氧弹中的空气,再充入 1.0 MPa 的氧气。

3. 燃烧和测量温度

取 2 500 mL 的自来水倒入内桶中。将电极安装在氧弹上,用万用表检查氧弹的电极是否是通路。若不是通路,必须重新装氧弹。若是通路,则将氧弹放入内桶中,盖上盖子,装好搅拌器,将温差测量仪的探头插入水中。打开仪器开关,按下“显示切换”,调节“时间设定”到 30 s,同时按下“显示切换”和“时间设定”。待温度稳定后,打开搅拌开关,每隔 30 s 读取水温一次直至连续五次水温有规律微小变化(约 10 个点)。按下点火按钮,当数字显示开始明显升温时,表示样品已燃烧,每 30 s 记录温度一次,当温度升至最高点后,再记录 10 次,停止实验。

实验停止后,取出温度温差探头,取出氧弹。用放气阀将氧弹内余气放出,最后旋下氧弹盖,检查样品燃烧结果。若弹中无未燃尽的剩余物(Ni 丝除外),表示燃烧完全,称取剩余镍丝质量。若留有許多黑色残渣,表示燃烧不完全,实验失败。