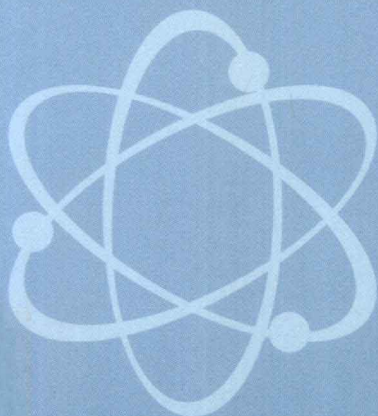


21世纪高等院校教材

# 无机及分析化学实验

钟国清 主编



科学出版社

21 世纪高等院校教材

# 无机及分析化学实验

钟国清 主编

科学出版社

北京

## 内 容 简 介

本书是与《无机及分析化学》(钟国清、朱云云主编,科学出版社,2006年)配套的实验教材,以“注重基本操作和基础实验,加强综合实验和设计实验,注重培养学生的创新思维与能力”为原则,把无机化学实验和分析化学实验有机结合。全书共6章,包括绪论、化学实验基础知识、化学实验基本操作技术、基础实验、综合实验和设计实验,共编写了68个实验。内容除保持通用化学实验外,还融合绿色化学理念,吸收最新的教学科研成果,引入微波及固相、水热合成实验。本书是一本以化学实验为载体、全面培养学生科学思维方法与绿色环保意识的教材。书后附有有关物理常量。

本书可作为工、农、林、水产、医、师等高等院校材料、生物、环境等专业的本科生教材,也可供其他院校的师生使用和参考。

### 图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验/钟国清主编. —北京:科学出版社, 2011.6

21世纪高等院校教材

ISBN 978-7-03-031334-8

I. ①无… II. ①钟… III. ①无机化学-化学实验-高等学校-教材②分析化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①O61-33②O65-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2011)第103694号

责任编辑:陈雅娴 赵晓霞/责任校对:陈玉凤

责任印制:张克忠/封面设计:谜底书装

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>

源海印刷有限责任公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

\*

2011年6月第一版 开本:720×1000 1/16

2011年6月第一次印刷 印张:17 1/2

印数:1—4 000 字数:350 000

定价:29.00元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

## 《无机及分析化学实验》编委会

主 编 钟国清

副主编 干 宁 王 鹏 蒋琪英 朱远平 杨定明

编 委 (按姓氏汉语拼音排序)

白进伟 陈 阳 方景毅 干 宁 蒋琪英

李巨超 沈 娟 王 鹏 杨定明 余建中

张 欢 张启卫 钟国清 朱远平

## 前 言

化学实验在化学教学中占有重要地位。无机及分析化学实验的基本操作方法和基本操作技能是一项基本功,能很好地培养学生观察现象、分析问题、归纳总结、独立工作的能力,使学生加深对课堂理论的理解,建立准确的“量”的概念,树立严谨的科学态度。

为适应高等教育的改革与发展,贯彻绿色化学教育思想,我们对传统实验内容进行了改造,增加了综合实验和设计实验。本书以“注重基本操作和基础实验,加强综合实验和设计实验,注重培养学生的创新思维与能力”为原则,把无机化学实验和分析化学实验有机结合。全书共6章,包括绪论、化学实验基础知识、化学实验基本操作技术、基础实验、综合实验和设计实验,共编写了68个实验,供教师根据具体情况灵活选用。内容除保持通用化学实验外,还吸收了最新的教学科研成果,将“小量化,减量化,绿色化”有机融入实验,引入微波及固相、水热合成实验。本书注意广泛性、针对性、趣味性和先进性,并体现材料科学、生命科学、环境科学之间的相互交叉渗透,使教学科研与生产实际更接近。在本书编写过程中,注重学生自学能力的培养,注重对实验内容的绿色化改造,注重各实验之间的联系,注重吸收教学科研的新成果,提高学生对所学知识的综合应用,培养学生的科学思维方法、科研能力和意识。

把绿色化学的理念融合于大学化学教学,在化学实验中减少环境污染,增强广大师生的环保意识,使绿色化学成为化学教育的重要组成部分,是化学实验课程改革的新课题。放弃污染严重的传统化学实验,探索化学实验的“绿色化”改造,是化学实验教育工作者的奋斗方向。我们根据无机及分析化学实验的特点,从加强环境教育入手,用绿色化学的观念对传统实验教学内容进行改造,建立“制备实验小量化、分析实验减量化、实验内容绿色化”,在常规仪器中完成无机及分析化学实验教学,不仅可以大量减少化学试剂和药品的消耗,节约实验成本,而且能够加强学生的环保意识,减少环境污染,从而提高教学质量和效益。

制备实验小量化。以尽量少的化学原料和试剂获取尽量多的化学信息,降低实验室排废量,节约实验成本。采用小剂量实验,不仅可节约药品,缩短实验时间,减少环境污染,而且有利于强化学生的动手操作能力,培养创新思维,树立绿色化学观念,增强学生的环保意识。

分析实验减量化。长期以来,学生做滴定分析实验一直沿用50mL滴定管、25mL移液管、250mL锥形瓶等器皿,标准溶液的浓度采用 $0.1\sim 0.2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

在实验原理、方法、操作与常量滴定分析相同的情况下,采用降低标准溶液浓度 $1/10\sim 1/2$ ,使用常规的小容量仪器,从而使实验操作更轻松,减轻实验强度,缩短实验时间,降低仪器破损率,并且可大幅度节省实验经费。例如,碘量法测定胆矾或铜矿中铜的含量,传统教材采用的是 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液,每个学生完成标定和样品测定实验要消耗碘化钾 $6\text{g}$ 以上;在小容量仪器基础上进行减量化实验,把 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液浓度降至 $0.02\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ,完成实验消耗碘化钾总量不到 $1\text{g}$ ,比传统的实验可节约成本 $80\%$ 以上。

实验内容绿色化。将绿色化学的原理、原则应用到化学实验中,寻找替代品,推行微型化、小量化与减量化实验,发展封闭实验和串联实验,回收利用实验产物和废物,以及使用微波及室温固相合成等方法,是实现无机及分析化学实验绿色化的重要途径。以化学实验为载体,全面培养学生的科学思维方法和绿色环保意识。

本书全部采用中华人民共和国法定计量单位。

参加本书编写的有:西南科技大学钟国清、蒋琪英、杨定明、张欢、沈娟、陈阳、白进伟,宁波大学干宁,西南石油大学方景毅,北京建筑工程学院王鹏,嘉应学院朱远平,楚雄师范学院余建中,河池学院李巨超,三明学院张启卫。全书由钟国清统稿定稿。

在本书编写过程中得到了参编学校的有关领导及科学出版社的大力支持,在此向他们表示衷心的感谢。我们试图努力编写一本特色的《无机及分析化学实验》,但限于编者的理论水平和实践经验,加之编写时间仓促,书中的缺点和不足在所难免,敬请读者批评指正。

编者

2011年3月

# 目 录

## 前言

<b>第 1 章 绪论</b> .....	1
1.1 为什么要学习化学实验 .....	1
1.2 怎样做好化学实验 .....	1
1.3 实验报告书写格式 .....	3
1.4 参考文献检索简介 .....	7
<b>第 2 章 化学实验基础知识</b> .....	14
2.1 误差及数据处理.....	14
2.2 化学实验安全知识.....	21
2.3 实验室的“三废”处理.....	27
2.4 化学实验普通仪器简介.....	29
2.5 实验用水.....	34
<b>第 3 章 化学实验基本操作技术</b> .....	36
3.1 常用玻璃仪器的洗涤和干燥.....	36
3.2 加热装置和加热方法.....	38
3.3 试剂的分类、取用、配制及保管.....	42
3.4 试样溶解、固液分离、溶液的浓缩与结晶.....	44
3.5 沉淀的干燥与灼烧.....	51
3.6 物质的称量.....	53
3.7 液体体积的量度.....	61
3.8 温度的测量与控制.....	65
3.9 试纸的使用.....	69
3.10 光电仪器 .....	70
<b>第 4 章 基础实验</b> .....	76
实验一 玻璃工操作与塞子钻孔 .....	76
实验二 中和热的测定 .....	81
实验三 氯化铵生成焓的测定 .....	84
实验四 粗食盐的提纯 .....	87
实验五 硫酸铜的提纯 .....	90
实验六 硫酸亚铁铵的制备 .....	92

实验七 硫代硫酸钠的制备 .....	95
实验八 磷酸锌的微波合成 .....	97
实验九 离子交换法制备纯水 .....	98
实验十 乙酸解离度和解离常数的测定 .....	103
实验十一 分析天平的称量练习 .....	106
实验十二 容量仪器的校准 .....	109
实验十三 镁的相对原子质量的测定 .....	112
实验十四 酸碱标准溶液的配制与标定 .....	116
实验十五 食醋中总酸量的测定 .....	119
实验十六 混合碱 NaOH 及 Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 含量的测定 .....	121
实验十七 铵盐中氮的测定(甲醛法) .....	122
实验十八 非水滴定法测定 L-赖氨酸盐酸盐含量 .....	124
实验十九 EDTA 标准溶液的配制及标定 .....	127
实验二十 水的总硬度及钙、镁含量测定 .....	129
实验二十一 石灰石中钙、镁含量的测定 .....	132
实验二十二 铝合金中铝含量的测定 .....	133
实验二十三 高锰酸钾标准溶液的配制和标定 .....	136
实验二十四 H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 含量的测定(高锰酸钾法) .....	138
实验二十五 化学耗氧量的测定(高锰酸钾法) .....	140
实验二十六 碘和硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定 .....	143
实验二十七 胆矾中铜的测定(碘量法) .....	145
实验二十八 维生素 C 含量的测定 .....	147
实验二十九 铁矿石中铁含量的测定(无汞重铬酸钾法) .....	148
实验三十 AgNO <sub>3</sub> 和 NH <sub>4</sub> SCN 标准溶液的配制和标定 .....	151
实验三十一 粗食盐中 NaCl 含量的测定 .....	153
实验三十二 碘化钾含量的测定(碘-淀粉指示剂法) .....	155
实验三十三 可溶性硫酸盐中硫含量的测定(重量法) .....	156
实验三十四 分光光度法测定微量铁 .....	158
实验三十五 紫外分光光度法测定水中的硝酸盐 .....	161
实验三十六 水中微量氟的测定 .....	163
实验三十七 pH 的测定及乙酸的电势滴定 .....	167
实验三十八 电导法测定 BaSO <sub>4</sub> 的溶度积 .....	168
<b>第 5 章 综合实验</b> .....	<b>171</b>
实验三十九 过氧化钙的制备及含量测定 .....	171
实验四十 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成及组成测定与性质 .....	173



实验四十一	硫酸四氨合铜(Ⅱ)的制备及组成分析	177
实验四十二	乙酰水杨酸铜配合物的制备与表征	181
实验四十三	葡萄糖酸锌的制备与表征	184
实验四十四	过氧乙酸的制备及其含量测定	186
实验四十五	明矾的制备及其单晶的培养	189
实验四十六	纳米氧化锌的制备与分析	192
实验四十七	十二钨磷杂多酸的制备与表征	195
实验四十八	废定影液中金属银的回收	198
实验四十九	用硫铁矿烧渣制备七水硫酸亚铁	200
实验五十	从含碘废液中回收碘	202
实验五十一	水泥熟料中 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CaO}$ 和 $\text{MgO}$ 的测定	204
实验五十二	含铬废水测定及处理(铁氧体法)	209
实验五十三	土壤中腐殖质含量的测定(重铬酸钾法)	212
实验五十四	离子选择电极测定甘氨酸铜的稳定常数	215
实验五十五	磺基水杨酸铜的组成和稳定常数的测定	219
实验五十六	柚皮中总黄酮的提取及含量测定	222
<b>第 6 章</b>	<b>设计实验</b>	224
实验五十七	常见阴、阳离子的分离和鉴别	224
实验五十八	植物中某些元素的分离和鉴定	228
实验五十九	甘氨酸锌螯合物的制备与表征	229
实验六十	甘氨酸钠碳酸盐的合成与表征	231
实验六十一	室温固相法制备纳米氧化铋	232
实验六十二	固相法制备非晶态金属硼化物纳米材料	234
实验六十三	水热法制备纳米氧化铁材料	236
实验六十四	废锌锰干电池的综合利用	238
实验六十五	蛋壳中钙、镁含量的测定	240
实验六十六	硫酸锌样品中锌和镁含量的测定	242
实验六十七	加碘食盐中碘含量的测定	243
实验六十八	茶叶中微量元素的鉴定与定量测定	245
<b>参考文献</b>		248
<b>附录</b>		249
附录 1	常见元素的相对原子质量	249
附录 2	常见化合物的相对分子质量	250
附录 3	不同温度下水的饱和蒸气压(kPa)	253

---

附录 4	不同温度下常见无机物的溶解度 $[\text{g} \cdot (100\text{g H}_2\text{O})^{-1}]$ .....	254
附录 5	常用酸碱的密度和浓度 .....	256
附录 6	弱酸弱碱在水溶液中的解离常数 .....	257
附录 7	常见电对的标准电极电势(298.15K) .....	258
附录 8	常见配离子的稳定常数 .....	260
附录 9	一些难溶物质的溶度积 .....	261
附录 10	某些氢氧化物沉淀和溶解所需的 pH .....	262
附录 11	常见基准试剂的干燥条件及应用对象 .....	262
附录 12	常用指示剂 .....	263
附录 13	常用缓冲溶液及标准缓冲溶液的配制 .....	266
附录 14	某些试剂的配制 .....	267

# 第 1 章 绪 论

## 1.1 为什么要学习化学实验

化学是一门实验科学,化学实验是实施全面化学教育的一种最有效的教学形式,是化学课程不可缺少的一个重要环节。通过实验课程的学习与实践,不仅可以培养学生的实验操作技能和实事求是、严谨认真的科学态度,而且可以培养学生初步掌握开展科学研究与创新的方法,提高学生的科学素养。

(1) 通过实验,掌握文献资料的查阅和实验方案设计的方法,使课堂中讲授的重要理论和概念得到验证、巩固和充实,并适当地扩大知识面。化学实验不仅使理论知识形象化,形成实验方案和方法,而且能说明这些理论和规律在应用时的条件、范围和方法,较全面地反映化学现象的复杂性和多样性。

(2) 培养学生正确地掌握一定的实验操作技能。有正确的操作,才能得出准确的数据和结果,而后者又是正确结论的主要依据。通过无机及分析化学实验的学习,可以掌握重要化合物的一般制备方法、常见的分离方法和定量分析测定方法,从而建立准确的“量”的概念。因此,化学实验中基本操作的训练具有极其重要的意义,是培养学生逐步掌握科学研究方法的基础。

(3) 培养独立思考和独立工作的能力。学生需要学会联系课堂讲授的知识,仔细地观察、记录和分析实验现象,归纳、综合及正确处理数据,对实验结果进行分析讨论和用语言进行表达的能力。

(4) 培养学生科学的工作态度和习惯。科学的工作态度是指实事求是的作风,忠实于所观察到的客观现象。若发现实验现象与理论不符,应检查操作是否正确或所用的理论是否合适等。科学的工作习惯是指操作正确、观察细致、安排合理等,这些都是做好实验的必要条件。

## 1.2 怎样做好化学实验

化学实验是化学及相关学科科学研究的重要手段,特别是在培养学生的动手能力、观察能力方面,显得更为重要。为了做好实验,应当充分预习,认真操作,细心观察,如实记录,经归纳整理,写好实验报告。要达到实验的目的,必须有正确的学习态度和学习方法。化学实验的学习方法大致可分为下列三个步骤。

## 1. 预习

充分预习是做好实验的前提和保证,预习工作可归纳为“看、查、写”。预习应达到下列要求:

(1) 仔细阅读实验教材和复习教科书中的有关内容,明确本实验的目的,熟悉实验内容、有关理论、操作步骤、数据处理方法、有关基本操作和仪器的使用,了解实验中的注意事项,初步估计每一个反应的预期结果,回答实验思考题。对实验内容要做到胸有成竹,避免盲目地“照方抓药”。学生预习不充分,教师可停止学生实验。

(2) 从资料或手册中查出实验所需数据或常数;对设计性实验,要认真查阅实验教材中提供的以及近期有关的参考文献,制订出切实可行的详细实验方案。

(3) 在充分预习和查阅资料的基础上,写好预习报告。预习报告写在专用的记录本上,内容一般包括实验目的、实验原理、实验步骤(简要叙述或用箭头形式表示)、实验记录(设计好原始记录的表格等)、注意事项、实验所需数据、思考题的回答等。预习报告要做到简明扼要、清晰,切勿照书抄。

## 2. 实验

实验过程中,学生应遵守实验室规则,接受教师指导,在充分预习的基础上,根据实验教材中所规定的方法、步骤、试剂用量进行操作,并应该做到以下几点:

(1) 认真操作、细心观察,并把观察到的现象如实、详细地记录于预习报告的相应位置。

(2) 如果发现实验现象和理论不符,应认真分析、检查其原因,并细心地重做实验。也可以做对照实验、空白实验或自行设计的实验,从中得到有益的科学结论和学习科学思维的方法。

(3) 实验中遇到疑难问题,经自己思考分析仍难以解释时,可提请教师解答。

(4) 在实验过程中应保持肃静,严格遵守实验室工作规则。

(5) 做完实验,把实验记录交教师审阅签字后,方能离开实验室。

## 3. 实验报告

做完实验后,应解释实验现象,并做出结论,或根据实验数据进行计算,独立完成实验报告,按时交指导教师批阅。若有实验现象、解释、结论、数据、计算等不符合要求,或实验报告写得潦草,应重做实验或重写报告。实验报告要记录清楚、结论明确、文字简练、书写整洁,一般包括下列几个部分:

(1) 实验名称。物性测定实验还应包括室温、压力等。

(2) 实验目的。只有明确实验目的和具体要求,才能更好地理解实验操作及

其依据,做到胸中有数、有的放矢,达到预期的实验效果。

(3) 实验原理。简要地用文字和化学方程式说明,对有特殊装置的实验装置,应画出实验装置图。

(4) 实验步骤。扼要地写出实验步骤,可用框图或流程图形式简要表达。

(5) 实验记录。如实、及时地做好实验记录是十分重要的,因为这既可训练学生真实、正确地反映客观事实的能力,又便于检查实验成功或失败的原因,培养学生事实求是的科学态度和严谨的学风。

(6) 数据处理。用文字、表格、图形等将实验现象及数据表示出来。根据实验要求、计算公式等写出实验结论。尽可能使记录表格化。

(7) 问题及讨论。首先,对实验中的现象、结果或产生的误差等进行分析和讨论,尽可能理论联系实际;其次,写下自己对本次实验的心得和体会,即在理论和实验操作上有哪些收获,对实验操作和仪器装置等的改进建议以及实验中的疑难问题等;最后,进行问题讨论,达到总结、巩固和提高的目的。

上述是实验过程必须经历的三个主要环节,也是考核学生化学实验成绩的重要依据。

## 1.3 实验报告书写格式

### I. 制备实验类

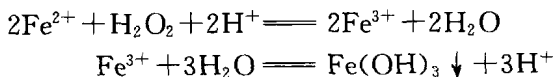
#### 硫酸铜的提纯

##### 一、实验目的

- (1) 了解粗硫酸铜提纯及产品纯度检验的原理和方法。
- (2) 学习台秤和 pH 试纸的使用以及加热、溶解、蒸发、过滤、结晶等基本操作。

##### 二、实验原理

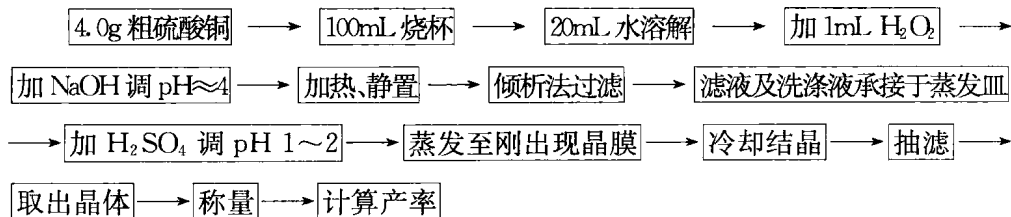
粗硫酸铜中含有不溶性杂质和  $\text{FeSO}_4$ 、 $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$  等可溶性杂质,不溶性杂质经溶解、过滤即可除去, $\text{FeSO}_4$  用  $\text{H}_2\text{O}_2$  氧化为  $\text{Fe}^{3+}$ ,然后调  $\text{pH} \approx 4$ ,使  $\text{Fe}^{3+}$  水解成为  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  沉淀而除去。



除去  $\text{Fe}^{3+}$  后的滤液经蒸发、浓缩、冷却,即可析出  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  晶体。其他可溶性杂质留在母液中,经过滤即可与硫酸铜分离。

$\text{Fe}^{3+}$  与  $\text{SCN}^-$  生成红色物质  $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ ,用比色法可估计杂质  $\text{Fe}^{3+}$  的含量,从而评定提纯后硫酸铜的纯度。

## 三、实验步骤



## 四、实验现象及结果

## 1. 实验现象(略)

## 2. 实验结果(略)

- (1) 产品外观、色泽。
- (2) 实际产量。
- (3) 产率(计算公式)。
- (4) 纯度检验结果。

## 五、问题与讨论(参考)

(1) pH 在 3.5~4 时 Fe<sup>3+</sup> 可以水解完全而生成 Fe(OH)<sub>3</sub> 沉淀, Fe<sup>2+</sup> 要在 pH 9.7 时才能完全水解生成 Fe(OH)<sub>2</sub> 沉淀, 而 Cu<sup>2+</sup> 在 pH 4.6 左右就开始水解。因此, Fe<sup>2+</sup> 要首先转化为 Fe<sup>3+</sup>, 并调节 pH 4 左右, 可使 Fe<sup>3+</sup> 水解完全而除去, Cu<sup>2+</sup> 不水解。

(2) 能将 Fe<sup>2+</sup> 氧化为 Fe<sup>3+</sup> 的氧化剂有 KMnO<sub>4</sub>、K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>、Cl<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 等, 选用 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 的优点为, 产物是水, 不对提纯物质引进新的杂质, 过多的氧化剂通过加热就可以除去, 且操作方便。此外也可以选用氧气。滴加 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 时, 溶液温度不能过高, 否则会加速 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 的分解。

(3) 用倾析法常压过滤, 可加快过滤速度。淋洗烧杯及玻璃棒时应用少量水, 若洗涤液过多, 则蒸发时间长, 能量消耗大。

(4) 精制后的硫酸铜溶液加稀 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 溶液调节 pH 至 1~2, 可以防止滤液中少量 Fe(OH)<sub>3</sub> 胶体混入最终的产品, 同时防止加热过程中硫酸铜的水解, 也没有引进杂质。在浓缩过程中应用水浴或小火加热, 并不断搅拌溶液, 刚出现晶膜时应立即停止加热和搅拌, 让其自然冷却、结晶。

(5) 检验硫酸铜纯度时, 用氨水洗涤 Fe(OH)<sub>3</sub> 沉淀, 是因为氨水可与硫酸铜反应生成 [Cu(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>]SO<sub>4</sub>, 不与 Fe(OH)<sub>3</sub> 反应, 从而分离出 Fe(OH)<sub>3</sub> 沉淀。

## II. 物理量测定类

## 镁的相对原子质量的测定

## 一、实验目的

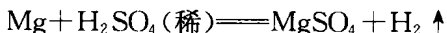
- (1) 了解置换法测定镁的相对原子质量的原理和方法。

(2) 掌握理想气体状态方程式和气体分压定律的应用。

(3) 学习测量气体体积的基本操作及气压表的使用。

## 二、实验原理

镁的摩尔质量在数值上等于镁的相对原子质量。镁与稀硫酸作用可按如下反应定量进行：



反应中镁的物质的量  $n(\text{Mg})$  与生成氢气的物质的量  $n(\text{H}_2)$  之比等于 1, 假设该实验中的气体为理想气体, 则有

$$M(\text{Mg}) = \frac{m(\text{Mg})}{n(\text{H}_2)} \quad n(\text{H}_2) = \frac{p(\text{H}_2) \cdot V(\text{H}_2)}{RT}$$

实验中由量气管收集到的  $\text{H}_2$  是被水蒸气饱和的, 所以量气管内气体的压力是  $p(\text{H}_2)$  与实验温度时  $p(\text{H}_2\text{O})$  的总和, 并等于外界大气压  $p$ 。若  $V(\text{H}_2)$  的单位为 mL, 则

$$M(\text{Mg}) = \frac{m(\text{Mg})RT}{[p - p(\text{H}_2\text{O})] \cdot V(\text{H}_2)} \times 1000$$

## 三、实验步骤

装配仪器 → 注入自来水 → 赶尽气泡 → 塞紧试管和量气管塞子 →  
 检查装置气密性 → 取下试管, 注入 2mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液 → 贴放镁条在试管上部  
 → 固定试管、塞紧橡皮塞 → 再次检查气密性 → 量气管液面初读数 →  
 $\text{Mg}$  和  $\text{H}_2\text{SO}_4$  反应放出氢气, 并使量气管和液面调节器中液面大体在同一水平  
 → 试管冷至室温 → 量气管液面终读数

## 四、数据记录及结果处理

镁的相对原子质量测定记录表

	I	II
镁条质量 $m(\text{Mg})/\text{g}$		
室温 $T/\text{K}$		
大气压 $p/\text{kPa}$		
$T\text{K}$ 时水的饱和蒸气压 $p(\text{H}_2\text{O})/\text{kPa}$		
反应前量气管液面读数 $V_1/\text{mL}$		
反应后量气管液面读数 $V_2/\text{mL}$		
氢气的体积 $V(\text{H}_2)/\text{mL}$		
镁相对原子质量实测值 $M_{\text{实}}$		

续表

	I	II
镁相对原子质量平均值 $M_{\text{平}}$		
镁相对原子质量的理论值 $M_{\text{理}}$	24.31	
测量的相对误差/%		

## 五、问题与讨论(略)

### III. 定量分析类

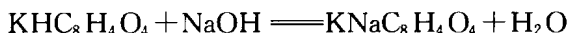
#### 酸碱标准溶液的配制与标定

##### 一、实验目的

- (1) 学会配制一定浓度的酸碱标准溶液的方法。
- (2) 掌握用基准物质标定酸碱标准溶液浓度的原理和操作方法。
- (3) 练习酸式和碱式滴定管的洗涤和使用。
- (4) 掌握酸碱指示剂的选择方法,熟悉甲基橙和酚酞指示剂的使用并能正确判断滴定终点。

##### 二、实验原理

浓盐酸易挥发,固体 NaOH 易吸收空气中的水分和  $\text{CO}_2$ ,它们都不能作为基准物质,因而不能直接配制准确浓度的 HCl 和 NaOH 标准溶液,只能先配制近似浓度的溶液,然后用基准物质标定其准确浓度。本实验用邻苯二甲酸氢钾标定 NaOH 溶液的浓度,反应方程式如下:



计量点时,溶液 pH 约为 9,可选用酚酞作指示剂。按下式计算出 NaOH 溶液的浓度:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4)}{M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4) \times \frac{V(\text{NaOH})}{1000}} = \frac{1000m(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4)}{204.22 \times V(\text{NaOH})}$$

##### 三、实验步骤

迅速称量 1.0g NaOH 于烧杯中,立即用水溶解后稀释至 500mL,储于具橡皮塞的细口瓶中。

准确称取 3 份分析纯邻苯二甲酸氢钾(0.2~0.25g),分别放入锥形瓶中,用 30mL 煮沸后刚冷却的蒸馏水使之溶解,加 2 滴酚酞指示剂,用 NaOH 标准溶液滴定至微红色,30s 不褪色即为终点,记下消耗 HCl 溶液的体积。



## 四、数据记录及计算结果

测定次数	1	2	3
KHC <sub>8</sub> H <sub>4</sub> O <sub>4</sub> $m_1/g$	18.5348	18.3126	18.0739
$m_2/g$	18.3156	18.0739	17.8363
$m/g$	0.2192	0.2387	0.2376
NaOH 终读数/mL	21.96	23.85	23.68
初读数/mL	0.12	0.00	0.04
V(NaOH)/mL	21.84	23.85	23.64
$c(\text{NaOH})/(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$	0.04915	0.04901	0.04922
平均值/ $(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$	0.04913		
相对平均偏差/%	0.16%		

## 五、问题与讨论(参考)

(1) 作为基准物质,要求纯度高、稳定性好、组成与化学式完全吻合,并尽可能有大的摩尔质量。标定 NaOH 溶液的浓度也可以用  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  作基准物质。用邻苯二甲酸氢钾作基准物质时,应在  $105 \sim 110^\circ\text{C}$  烘过 1h 以上,但干燥温度不能过高,否则会转变为酸酐,标定时相同质量的基准物质将消耗更多的 NaOH 溶液,从而使标定的 NaOH 溶液浓度偏低。

(2) 滴定管在装入标准溶液前必须用操作溶液滴洗两三次,否则溶液的浓度会发生改变。用于滴定的锥形瓶不需要干燥,因为加入溶解基准物质或试样的水量不用精确,同时也不能用标准溶液滴洗锥形瓶。

(3) 平行测定时,每次滴定前都要把滴定管装到“0”刻度,即初读数应为 0.00mL 或稍下的位置,从而消除因滴定管每段刻度不准确而带来的系统误差。为使滴定管的读数误差符合滴定分析的要求,每次滴定消耗的 NaOH 溶液体积应控制在 20mL 左右,因此要控制好基准物质的称量,以免消耗 NaOH 溶液的体积过多或过少。

(4) 酸碱指示剂为有机弱酸或弱碱,可与待测液反应,多用会导致结果不准确。同时在高温下指示剂的变色范围会发生移动,将导致滴定终点不准确。

## 1.4 参考文献检索简介

## 1.4.1 文献的种类与形式

化学文献的类型有多种,包括零次文献(一次文献的素材)、一次文献(创造性文献)、二次文献(浓缩性文献)、三次文献(综合性文献)等。