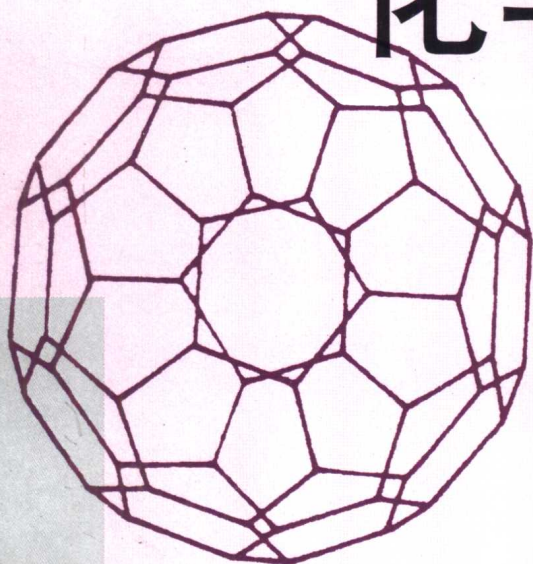


高 · 等 · 学 · 校 · 教 · 学 · 用 · 书

# 化学基础实验



宗汉兴 主 编

钱文汉 雷群芳 沈富良 副主编

浙江大学出版社

高等学校教学用书

# 化 学 基 础 实 验

主 编 宗汉兴

副主编 钱文汉 雷群芳 沈富良

浙江大學出版社

## 图书在版编目 (CIP) 数据

化学基础实验 / 宗汉兴主编. — 杭州: 浙江大学出版社, 2000. 3

ISBN 7-308-02257-9

I. 化... II. 宗... III. 化学实验-高等学校-教材  
IV. 06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2000) 第 12153 号

出版发行 浙江大学出版社  
(杭州市浙大路 38 号 邮政编码 310027)  
(E-mail: zupress@mail. hz. zj. cn)  
(网址: <http://www.zjupress.com>)

责任编辑 杜希武

排版 浙江大学出版社电脑排版中心

印刷 浙江大学印刷厂

经销 浙江省新华书店

开本 787mm×1092mm 16 开

印张 12.5

字数 320 千

版印、次 2000 年 3 月第 1 版 2001 年 6 月第 2 次印刷

印数 1081—3080

书号 ISBN 7-308-02257-9/O·241

定价 18.00 元

# 前 言

化学是一门实践性很强的科学,化学实验教学是培养学生基本操作技术、创新能力和优良素质的有力手段。因此,化学实验应强调培养学生实验基本技术和技能为主、验证课堂理论为辅的原则。我们从1985年开始系统、综合地考虑化学系学生在校期间应培养哪些实验基本技术和技能,熟悉哪些实验仪器和应培养哪些优良素质等因素,重组了基础化学实验课程体系。该体系分三个阶段(化学基础、中级化学和综合化学)进行实验教学,是一种大改模式,避免了过去那些不必要的低水平重复,缩短了实验学时数,但对于学生需要熟练掌握的实验技能不但得到了反复的训练,同时还增加了研究性、综合性的实验内容,拓宽了学生的知识面。

本实验教材,是我们从1985年开始编写,并在浙江大学化学系学生中连续使用十多年且不断修改、补充、完善的一本基础化学实验教材。我们力求打破四大化学实验的界线,重点将无机化学实验和分析化学实验有机地结合起来,同时包括部分物理化学实验,尽量避免实验内容上不必要的重复,减少实验学时数,循序渐进地培养学生独立实验能力,使实验内容和知识更系统化。对于仪器的操作(如容量仪器、天平等)第一次使用时就给予学生规范化的一致要求。在本教材的最后,安排了综合性设计实验内容,使学生能综合运用无机、分析、物化实验手段解决一些实际化学问题。

我们认为,学生的实验操作技术和技能、观察现象、分析问题、判断综合、设计实验等能力是衡量学生实验水平高低的重要标志。化学基础实验的主要任务就是使学生通过实验掌握化学基础实验中的基本操作技能,培养严谨的科学态度以及分析问题和解决问题的能力,着重突出能力、创新精神和综合素质的培养。我们经过十多年的教学实践逐渐形成了现在的体系。

本教材包括:基本训练、化学常数和物理化学量的测量、元素化学、定性分析、定量分析、化合物的制备、综合性实验和设计实验等内容。

本书由宗汉兴教授主编,钱文汉、雷群芳、沈富良副教授任副主编。参加编写的还有:诸葛卸梅、吴大庆老师。

由于编者水平有限,本教材中不妥和错误之处在所难免,希读者批评指正。

编 者

于浙江大学化学系

1999年12月

# 化学实验的目的、方法和守则

## 一、化学实验的目的

化学是一门实验科学,实验是人类研究自然规律的一种基本方法。没有实验就没有化学,化学中一切定律、学说、原理都来源于化学实验,而且还要受化学实验的不断检验。化学实验是手段和工具,作为未来的化学家或化学工作者只有通过它才能达到成功的彼岸。化学实验也是化学知识的开端,可以了解化学的第一手知识,而化学实验室是训练操作技术、实验方法、结果处理等技能的唯一课堂。

也许有的同学认为化学实验无非是动动手,很容易,其实不然,并不是任何一个人都能够任意去做实验并取得满意的结果,实验技能是在长期的培养训练中逐步形成的。

通过实验,可以培养我们的科学能力。科学能力包括科学认识能力和科学研究能力,而科学研究能力又包括:独立准备和进行实验操作的能力;细致观察和记录现象的能力;归纳、综合和正确处理数据的能力;分析实验和用语言表达实验结果的能力等等。

通过实验,也可以培养我们实事求是的科学态度,准确、细致、整洁等良好的科学习惯以及科学的思维方法,从而逐步掌握科学研究的方法。

通过实验,还可以帮助我们对化学基本原理和基础知识的理解和掌握。

实验教育的中心任务是培养我们的实验工作能力,包括基本功的训练和思维方法的养成两个方面,而化学实验基本功就是基本操作方法和技能技巧。

## 二、化学实验的学习方法

达到上述实验目的,不仅要有正确的学习态度,而且还要有正确的学习方法。

### 1. 预习

为了使实验能够获得良好的效果,实验前必须进行预习。

- (1) 阅读实验教材、书和参考资料中的有关内容;
- (2) 明确本实验的目的;
- (3) 了解实验的内容、步骤、操作过程和注意事项;
- (4) 写好预习报告,方能进行实验。

预习报告包括:目的、原理(反应式)、实验步骤和注意事项等。根据实验教材改写成简单明了的实验步骤(不是照抄实验内容),步骤中的文字可用符号简化,例如:试剂写分子式,克 = g,立方厘米(毫升) =  $\text{cm}^3(\text{ml})$ ,滴 = d,加热 =  $\Delta$ ,加 = +,沉淀 =  $\downarrow$ ,气体逸出 =  $\uparrow$ ……。在实验初期,步骤可以写得详细些,以后逐步简化。这样,在实验前已形成了一个工作提纲,实验可按提纲进行,同时对本次实验时间有一个统筹安排。

实验前由指导教师检查预习报告,若发现预习不够充分,应停止实验,要求在掌握了实验内容之后再进行实验。

### 2. 实验

我们在实验室里的学习应该像一个化学研究人员或化学家在实验室里工作一样。他们做

实验主要是因为有一个化学问题需要解决,然后设计实验,进行观察和测试,由实验的结果得出结论,使问题得到解决。而我们是为了求知,为了获得第一手感性知识去探索化学的奥秘。因此,在思想上首先要重视实验,养成“我要做实验”的良好习惯。一般,应根据实验教材上所规定的方法、步骤和试剂用量进行操作,并做到:

- (1) 认真操作,细心观察,如实记录。
- (2) 保持肃静,遵守规则,注意安全,整洁节约。

设计实验和做规定以外的实验,应先经指导教师允许;实验完毕,洗净仪器,整理药品及实验台。

### 3. 实验报告

实验结束后,严格根据实验记录,对实验现象作出解释,写出有关反应,或根据实验数据进行处理和计算,作出结论,并对实验中的问题进行讨论,独立完成实验报告,及时交指导教师审阅。

书写实验报告应字迹端正,简明扼要,整齐清洁。实验报告写得草率者,应重写。

实验报告应包括五部分内容:

- (1) 实验目的;
- (2) 实验步骤:尽量采用表格、框图、符号等形式清晰明了地表示;
- (3) 实验现象和数据记录:实验现象要表达正确、全面,数据记录要完整;
- (4) 解释、结论或数据处理:根据现象作出简明解释,写出主要反应方程式,分题目作出小结或最后得出结论。若有数据计算,务必将所依据的公式和主要数据表达清楚;
- (5) 问题讨论:针对本实验中遇到的疑难问题,提出自己的见解或收获,分析实验误差的原因,也可对实验方法、教学方法、实验内容等提出自己的意见或建议。

## 三、实验室守则

### 1. 实验守则

实验守则是人们从长期的实验室工作中归纳总结出来的,它是防止意外事故,保证正常地从事实验的环境和工作秩序、做好实验的前提。

(1) 实验前必须认真写预习报告,进入实验室后首先熟悉实验室环境、布置,各种设施的位置,清点仪器。

(2) 实验中应保持室内安静,集中思想,仔细观察,如实、及时地把实验现象和结果记录在报告本上。

(3) 保持实验室和实验桌面的清洁,火柴、纸屑、废品等丢入废物缸内,不得丢入水槽,以免水槽堵塞。

(4) 使用仪器要小心谨慎,若有损坏应填写仪器损坏单,使用精密仪器时,必须严格按照操作规程,注意节约水电。

(5) 使用试剂时应注意:

- a. 按量取用,注意节约;
- b. 取用固体试剂时,注意勿使其落在实验容器外;
- c. 公用试剂放在指定位置,不得擅自拿走,用后即放回原处;
- d. 试剂瓶的滴管、瓶塞是配套使用的,用后应立即放回原处,避免混错或沾污试剂;
- e. 使用试剂时要遵守正确的操作方法。

(6) 实验完毕,洗净仪器,放回原处,整理桌面,洗净双手,经指导教师同意方可离开,实验室内物品不得带出。

(7) 发生意外事故应保持镇静,不要惊慌失措,遇有烧伤、割伤时应立即报告指导教师,及时急救和治疗。

(8) 每次实验后由值日生负责整理药品,打扫卫生,并检查水、电和门窗,以保持实验室的整洁和安全。

## 2. 安全守则

化学实验室中许多试剂易燃、易爆,具有腐蚀性和毒性,存在着不安全的因素,所以进行化学实验时,思想上必须重视安全问题,绝对不可麻痹大意,每次实验前应掌握本实验安全注意事项,在实验过程中严格遵守安全守则,避免事故的发生。

(1) 不要用湿的手、物接触电源,水、电、气使用完毕立即关闭。

(2) 加热试管时,不要将试管口对着自己或别人,也不要俯视正在加热的液体,以免液体溅出受到伤害。

(3) 嗅闻气体时,应用手轻拂气体,把少量气体扇向自己再闻,能产生有刺激性或有毒气体(如  $\text{H}_2\text{S}$ 、 $\text{Cl}_2$ 、 $\text{CO}$ 、 $\text{NO}_2$  和  $\text{SO}_2$  等)的实验必须在通风橱内进行或注意实验室通风。

(4) 具有易挥发和易燃物质的实验,都应在远离火源的地方进行。

(5) 有毒试剂(如氰化物、汞盐、钡盐、铅盐、重铬酸钾和砷的化合物等)不得进入口内或接触伤口。剩余的废液也不能随便倒入下水道。

(6) 洗液、浓酸、浓碱具有强腐蚀性,应避免溅落在皮肤、衣服、书本上面,更应防止溅入眼睛里。

(7) 稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢注入水中,并不断搅动,切勿将水倒入硫酸中,以免飞溅,造成灼伤。

(8) 禁止任意混合各种试剂药品,以免发生意外事故。

(9) 实验室内严禁吸烟、饮食,严禁把食具带进实验室。实验完毕,必须洗净双手。

# 目 录

|                                                                             |     |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----|
| 化学实验的目的、方法和守则 .....                                                         | 1   |
| 实验一 领洗化学实验仪器 .....                                                          | 1   |
| 实验二 分析天平的使用 .....                                                           | 3   |
| 实验三 二氧化碳摩尔质量的测定 .....                                                       | 6   |
| 实验四 置换法测定摩尔气体常数 $R$ .....                                                   | 9   |
| 实验五 滴定操作和浓度标定 .....                                                         | 11  |
| 实验六 有机酸电离度、电离平衡常数和摩尔质量的测定 .....                                             | 15  |
| 实验七 $\text{KI} + \text{I}_2 \rightleftharpoons \text{KI}_3$ 反应平衡常数的测定 ..... | 19  |
| 实验八 硫酸钙溶度积的测定 .....                                                         | 22  |
| 实验九 测温滴定——化学反应热的测定 .....                                                    | 27  |
| 实验十 化学反应速度与活化能的测定 .....                                                     | 31  |
| 实验十一 磺基水杨酸与 $\text{Fe}^{3+}$ 配合物的组成及稳定常数的测定 .....                           | 37  |
| 实验十二 差热分析 .....                                                             | 41  |
| 实验十三 物质的纯化 .....                                                            | 45  |
| 实验十四 电解质溶液与离子平衡 .....                                                       | 50  |
| 实验十五 氧化还原反应与电化学 .....                                                       | 55  |
| 实验十六 主族元素化学(p 区元素) .....                                                    | 62  |
| 实验十七 常见阴离子的分析 .....                                                         | 68  |
| 实验十八 过渡金属化学(第一过渡系 $\text{Zn}$ 、 $\text{Cd}$ 、 $\text{Hg}$ ) .....           | 72  |
| 实验十九 常见阳离子的分离和鉴定 .....                                                      | 78  |
| 实验二十 单盐的分析 .....                                                            | 88  |
| 实验二十一 铝及其合金的表面氧化和处理 .....                                                   | 90  |
| 实验二十二 照相化学 .....                                                            | 94  |
| 实验二十三 容量器皿的校准 .....                                                         | 100 |
| 实验二十四 铵盐中铵态氮的测定 .....                                                       | 103 |
| 实验二十五 铁矿石中全铁的测定(不用汞盐的重铬酸钾滴定法) .....                                         | 106 |
| 实验二十六 铜盐中铜含量的测定(半微碘量法) .....                                                | 108 |
| 实验二十七 工业纯碱中总碱度的测定 .....                                                     | 111 |
| 实验二十八 水的总硬度的测定 .....                                                        | 113 |
| 实验二十九 铅铋合金中的 $\text{Pb}^{2+}$ 、 $\text{Bi}^{3+}$ 含量的连续测定 .....              | 116 |
| 实验三十 氯化钡中钡的测定(重量法) .....                                                    | 118 |
| 实验三十一 邻二氮菲分光光度法测定铁(基本条件试验和铁的测定) .....                                       | 120 |
| 实验三十二 低合金钢中钒的测定(钼试剂萃取吸光光度法) .....                                           | 124 |
| 实验三十三 硼镁矿中硼含量的测定(离子交换分离-酸碱滴定法) .....                                        | 126 |

|        |                                                                                                                         |     |
|--------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 实验三十四  | 水泥熟料中 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CaO}$ 和 $\text{MgO}$ 含量的测定(综合性实验) ... | 128 |
| 实验三十五  | 铁系列化合物的制备(综合性实验).....                                                                                                   | 135 |
| 实验三十六  | 高锰酸钾的制备(综合性实验).....                                                                                                     | 138 |
| 实验三十七  | 配合物的制备及其组成分析(综合性实验).....                                                                                                | 142 |
| 实验三十八  | 硫酸铜的制备、提纯及产品质量鉴定(文献实验) .....                                                                                            | 149 |
| 附录一    | 误差的概念和有效数字.....                                                                                                         | 150 |
| 附录二    | 721 型分光光度计使用说明 .....                                                                                                    | 153 |
| 附录三    | pHS-9V 型数字酸度计使用说明 .....                                                                                                 | 155 |
| 附录四    | 热电偶和电阻温度计.....                                                                                                          | 158 |
| 附录五    | 气压计的构造和使用.....                                                                                                          | 161 |
| 附录六    | DDS-11A 型电导率仪的使用说明 .....                                                                                                | 165 |
| 附表一    | 实验室常用酸碱浓度.....                                                                                                          | 167 |
| 附表二    | 不同温度下若干常见无机化合物的溶解度.....                                                                                                 | 168 |
| 附表三    | 标准电极电势(298.15K) .....                                                                                                   | 174 |
| 附表四    | 一些弱电解质在水中的电离平衡常数.....                                                                                                   | 181 |
| 附表五    | 25℃时一些难溶电解质在水中的溶度积常数.....                                                                                               | 182 |
| 附表六    | 某些配离子的不稳定常数.....                                                                                                        | 184 |
| 主要参考资料 | .....                                                                                                                   | 187 |

# 实验一 领洗化学实验仪器

## 实验目的:

1. 熟悉化学实验室规则和要求。
2. 领取化学实验常用仪器,为化学实验作好仪器准备。
3. 学习并练习常用仪器的洗涤和干燥方法。

## 实验内容:

### 一、按照实验仪器单,领取玻璃仪器一套

领取仪器时应仔细清点,如发现不符合规格、数量以及有破损时应在洗涤前及时调换。

### 二、配制 $K_2Cr_2O_7-H_2SO_4$ 洗液 $100cm^3$

取  $K_2Cr_2O_7 5g$  于  $250cm^3$  烧杯中,加水  $10cm^3$ ,加热使它溶解,冷却后,缓缓加入  $90cm^3$  粗浓硫酸。边加边搅拌,冷却后贮于磨口细口瓶中。

### 三、洗涤玻璃仪器

#### 1. 仪器洗涤的目的:

- (1) 保证玻璃仪器上没有杂质,避免干扰反应;
- (2) 保证测量体积的读数可靠。

#### 2. 玻璃仪器洗涤的要求:

清洁透明,水沿器壁自然流下后,均匀润湿,无水的条纹,且不挂水珠。

#### 3. 洗涤玻璃仪器的方法:

(1) 刷洗。用自来水和长柄毛刷除去仪器上的尘土、不溶性物质和可溶性物质。

(2) 用去污粉或洗衣粉、合成洗涤剂刷洗,除去油垢和有机物质,最后再用自来水清洗。若油垢和有机物质仍洗不干净,可用热的碱液洗。但滴定管、移液管等量器,不宜用强碱性的洗涤剂,以免玻璃受腐蚀而影响容积的准确性。

(3) 用洗液洗。坩埚、称量瓶、洗瓶、容量瓶、移液管、滴定管等宜用合适的洗液洗涤,必要时把洗液先加热,并浸泡一段时间。

为了及时了解玻璃器皿上的残渣的成因和性质,便于找出处理残渣的方法,最好在每次实验结束后,立即清洗使用的仪器。

(4) 用去离子水荡洗。刷洗或洗涤剂洗过后,再用水连续淋洗数次,最后再用去离子水或蒸馏水荡洗 2~3 次,以除去由自来水带入的钙、镁、钠、铁、氯等离子。洗涤方法一般是从洗瓶向仪器内壁挤入少量水,同时转动仪器或变换洗瓶水流方向,使水能充分淋洗内壁,每次用水量不需太多,以少量多次为原则。

### 四、玻璃仪器干燥方法

玻璃仪器有时还需要干燥。一般将洗净的仪器倒置一段时间后,若没有水迹,即可使用。有些实验须严格要求无水,这时,可将仪器放在烘箱中烘干(但容量器皿不能在烘箱中烘,以免影响体积准确度)。较大的仪器或者在洗涤后需立即使用的仪器,为了节省时间,可将水尽量沥干

后,加入少量丙酮或乙醇摇洗(使用后的乙醇或丙酮应倒回专用的回收瓶中),再用电吹风吹干。先吹冷风1~2min,当大部分溶剂挥发后,再吹入热风使干燥完全(有机溶剂蒸气易燃和爆炸,故不宜先用热风吹),吹干后再吹冷风使仪器逐渐冷却。

五、洗净玻璃仪器,放入实验台下指定柜子内,自己备锁保管

### 思考题:

1. 仪器洗净的标志是什么?不同类型的玻璃仪器应用什么方法洗涤?
2. 铬酸洗液配制时应注意什么?新配制的铬酸洗液应是什么状态及颜色?
3. 为什么说铬酸洗液不是万能的?应如何正确使用铬酸洗液?怎样知道铬酸洗液已经失效?

### 附注:

#### 1. 仪器单

| 名 称  | 规 格                 | 数 量  | 名 称 | 规 格                | 数 量 |
|------|---------------------|------|-----|--------------------|-----|
| 烧杯   | 600cm <sup>3</sup>  | 1 只  | 试管夹 | /                  | 1 个 |
| 烧杯   | 400cm <sup>3</sup>  | 1 只  | 试管刷 | /                  | 1 把 |
| 烧杯   | 250cm <sup>3</sup>  | 1 只  | 试管架 | /                  | 1 个 |
| 烧杯   | 100cm <sup>3</sup>  | 2 只  | 滴管  | /                  | 2 只 |
| 烧杯   | 50cm <sup>3</sup>   | 1 只  | 表面皿 | 9cm                | 2 块 |
| 试管   | 15 × 150mm          | 12 支 | 表面皿 | 6cm                | 1 块 |
| 离心试管 | 5cm <sup>3</sup>    | 6 支  | 蒸发皿 | 60cm <sup>3</sup>  | 1 只 |
| 漏斗   | 6cm                 | 1 只  | 量筒  | 50cm <sup>3</sup>  | 1 只 |
| 玻璃棒  | /                   | 2 根  | 量筒  | 10cm <sup>3</sup>  | 1 只 |
| 石棉网  | /                   | 1 块  | 容量瓶 | 250cm <sup>3</sup> | 2 只 |
| 试剂瓶  | 1000cm <sup>3</sup> | 2 只  | 锥形瓶 | 250cm <sup>3</sup> | 3 只 |
| 洗瓶   | 500cm <sup>3</sup>  | 1 只  | 移液管 | 10cm <sup>3</sup>  | 1 支 |
| 酒精灯  | /                   | 1 只  | 移液管 | 25cm <sup>3</sup>  | 1 支 |

#### 2. 仪器污物的洗涤法

根据污物的性质,“对症下药”选用适当的洗涤剂(药品)来洗涤。

| 污 物                            | 常用洗涤剂                                                       |
|--------------------------------|-------------------------------------------------------------|
| 可溶于水的污物,灰尘等                    | 自来水                                                         |
| 不溶于水的污物                        | 肥皂、合成洗涤剂                                                    |
| 氧化性污物(如 MnO <sub>2</sub> 、铁锈等) | 浓盐酸、草酸洗液                                                    |
| 油污,有机物                         | 碱性洗液(Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 、NaOH 等),<br>有机溶剂,铬酸洗液 |
| 银迹                             | 硝酸                                                          |

#### 3. 使用铬酸洗液的注意点

- (1) 被洗涤的器皿不宜有水,以免冲稀洗液而失效。
- (2) 洗液可以反复使用,用后倒回瓶内。
- (3) 洗液具有强酸性和强氧化性,使用时要特别小心。
- (4) 装洗液的瓶塞要塞严,以防洗液吸水而失效。

## 实验二 分析天平的使用

### 实验目的:

1. 了解电光分析天平的构造。
2. 学会测定分析天平的灵敏度、示值变动性、不等臂误差以及正确的称量方法。
3. 初步掌握减量法的称样方法。

### 仪器和药品:

电光分析天平和砝码、台天平和砝码、瓷坩埚 2 只(编有号码)、称量瓶 1 只,石英砂。

### 实验步骤:

#### 一、检查天平

拿去天平罩子后,检查天平是否水平,天平内是否清洁,砝码是否齐全,圈码有否跳落,读数转盘有否回至零位,蹬有否滑落,天平是否处于休止状态。天平盘上如有灰尘或其它物体,应该用毛刷轻扫干净。

#### 二、调节电光天平零点

在天平不载重时,顺时针方向慢慢启动天平升降旋钮,等投影屏上的标尺的投影稳定后,检查投影屏上标尺的位置,若零点与投影屏上的标线不重合,可拨动旋钮下面的调零杆,移动投影屏的位置,使其重合,若相差较大时,先关掉天平的旋钮,调节天平梁上的平衡螺丝至适当的位置后,再启开天平旋钮,用调零杆调到零点。

#### 三、天平质量的检查

##### 1. 灵敏度测定

在左盘上加 10mg 片码(或游码),启动天平,等标尺稳定后,记录天平停点(即投影屏上标线所在的位置)。要求此时标尺上的刻度应在  $100 \pm 2$  格。测出天平空载灵敏度(格/mg)。

##### 2. 示值变动性的测定

天平载重前后,几次零点变化的最大差值(毫克数),称为天平的变动性,一般应为 0.1 ~ 0.2mg。

测定步骤:连续测定空载零点两次,载重后取下砝码,再测定零点两次。四次零点数据中最大值减最小值,即为变动性。

##### 3. 不等臂误差

它是由于天平两臂长不相等所引起的称量误差,一般分析天平的不等臂误差要求小于 0.4mg。

测定步骤:在天平左右二盘中各放 20g 砝码一个,启动天平,记录停点  $P_1$ ,然后关上天平,互换二盘中的砝码,再启动天平,测出停点  $P_2$ ,根据下列算式求出不等臂误差。

$$\text{不等臂误差} = \left| \frac{P_1 + P_2}{2} \right|$$

#### 四、称量练习

1. 取二只洁净、干燥的坩埚,分别在台天平上粗称其质量,记录在记录本上,然后在分析天平上称出其质量(准确至 0.1mg),记下质量,与指导教师核对称量结果,合格后进行下面实验。

2. 取一只装有试样(约 1g)的称量瓶,先在台天平上粗称其质量,再在分析天平上精确称量,记下质量为  $W_1$ 。用一洁净纸条套在称量瓶上,取出称量瓶,再用一小块纸块裹住瓶盖,打开瓶盖,用盖轻轻敲击称量瓶瓶口边,转移试样 0.3~0.4g(约 1g 试样的 1/3)于上面已称出质量的第一只坩埚中。再准确称取称量瓶质量为  $W_2$ ,则  $W_1 - W_2$  即为试样的质量。以同样方法转移试样 0.3~0.4g 于第二只坩埚中,然后称出称量瓶和剩余试样重为  $W_3$ ,则  $W_2 - W_3$  为第二份试样质量。

3. 分别准确称出二只坩埚和试样的质量,记录为  $W_4$  和  $W_5$ 。

4. 检验称量结果。

(1) 看  $W_1 - W_2$  之质量是否等于第一只坩埚中增加的质量,  $W_2 - W_3$  之质量是否等于第二只坩埚中增加的质量,如不等,求其差值,要求称量的绝对差值小于 0.5mg。

(2) 再看倒入坩埚中的两份试样质量是否符合要求的称量范围(0.3~0.4g 之间)。

(3) 如不符合要求,应认真分析原因,经指导教师同意后,重新再称。

#### 五、天平称量后的检查

每次做完实验后,都必须做好称量后的天平检查工作,检查内容与称量前的天平检查相同。检查后请指导教师复查和签名,然后罩好天平罩。

#### 思考题:

1. 怎样使用台天平?使用时应该注意哪些?
2. 分析天平的灵敏度如何表示?电光分析天平的灵敏度应是多少?灵敏度不合格时有什么不好?该怎么办?
3. 如发现分析天平的位置不水平,应怎样调节?能否不调节水平就进行称量?
4. 使用天平时,为什么要强调慢慢启动天平旋钮?
5. 为什么天平梁没有托住以前,绝对不许把任何东西放在盘上或从盘上取下?
6. 应用半机械加码电光天平称量至何时要用圈码?10mg 以下质量从何处读得?
7. 减量法称量是怎样进行的?有何优点?

#### 实验报告示例:

(在预习本实验时,可参照此格式,先写好有关部分预习报告,实验开始前交给指导教师检查。)

#### 实验名称:分析天平的称量练习

##### 一、实验日期

年 月 日

##### 二、实验简要步骤

1. 天平质量检查(灵敏度、示值变动性、不等臂误差)。
2. 用减量法称取试样两份于瓷坩埚中,每份重 0.3~0.4g。

### 三、实验数据记录和计算

(一) 天平名称:

天平编号:

(二) 天平质量检查

灵敏度:

不等臂误差:

变动性:

(三) 减量法称样:

|                |                |                |
|----------------|----------------|----------------|
| 称量瓶 + 试样重(g)   | $W_1$<br>$W_2$ | $W_2$<br>$W_3$ |
| 称出试样重(g)       |                |                |
| 瓷坩埚 + 称出试样重(g) | $W_4$          | $W_5$          |
| 空瓷坩埚重(g)       | * 号            | * 号            |
| 称出试样重(g)       |                |                |
| 绝对差值(mg)       |                |                |

\* 此处应记下瓷坩埚号码,以免混淆。

### 四、问题和讨论

(讨论内容可以是实验中发现的问题、误差分析、经验教训、心得体会和对本实验的意见建议等。)

## 实验三 二氧化碳摩尔质量的测定

实验目的:

1. 了解气体密度法测定气体摩尔质量的原理和方法。
2. 学会使用启普发生器或气体钢瓶。
3. 了解气体的净化和干燥的原理和方法。
4. 进一步掌握分析天平的使用。

理想气体状态方程式和气体分压定律是气体的重要规律,理想气体状态方程是一个用来描述理想气体四个基本性质之间关系的方程式。通常的表达式为:

$$pV = nRT$$

它是由波义耳定律、查理定律和阿伏加德罗定律合并组成的一个方程,是从实验中总结出来的经验定律。

根据阿伏加德罗定律,在同温同压下,同体积的任何气体含有相同数目的分子。因此,在同温同压下,同体积的两种气体的质量之比等于它们的摩尔质量之比,即:

$$\frac{M_1}{M_2} = \frac{W_1}{W_2} = D$$

其中  $M_1$  和  $W_1$  表示第一种气体的摩尔质量和质量,  $M_2$  和  $W_2$  表示第二种气体的摩尔质量和质量,  $D(= \frac{W_1}{W_2})$  叫做第一种气体对第二种气体的相对密度。

本实验是把同体积的二氧化碳气体与空气(其平均摩尔质量为  $29.0\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ ) 相比。这时,二氧化碳的摩尔质量可根据下式计算:

$$M_{\text{CO}_2} = \frac{W_{\text{CO}_2}}{W_{\text{空气}}} \times 29.0 = D_{\text{空气}} \times 29.0(\text{g} \cdot \text{mol}^{-1})$$

$W_{\text{CO}_2}$ ,  $W_{\text{空气}}$  分别为同体积的二氧化碳和空气的质量,  $M_{\text{CO}_2}$  为二氧化碳的摩尔质量。当将一个玻璃容器,例如锥形瓶(当然其中充满了空气),先进行称重( $G_1$ ),然后将其充满二氧化碳并在同一温度和压力下称重( $G_2$ ),两者的质量之差( $G_2 - G_1$ ) 即同体积的二氧化碳与空气的质量差,所以:

$$W_{\text{CO}_2} = (G_2 - G_1) + W_{\text{空气}}$$

根据实验时测得的大气压( $p$ ),温度( $t$ ) 和瓶的容积( $V$ ),利用理想气体状态方程式,可计算出同体积的空气质量:

$$W_{\text{空气}} = \frac{29.0pV}{R(273.15 + t)}$$

为了求出瓶的容积  $V$ ,可将瓶内充满水并称重( $G_3$ )。充满水的瓶(带塞)质量和充满空气的瓶(带塞)质量之差即水与空气的质量之差。 $W_{\text{水}} - W_{\text{空气}}$ ,实际上也就是水的质量(略去  $W_{\text{空气}}$ )。

$W_{\text{水}}$  除以水的密度 ( $1.00\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ) 便得瓶的容积。

### 仪器和药品:

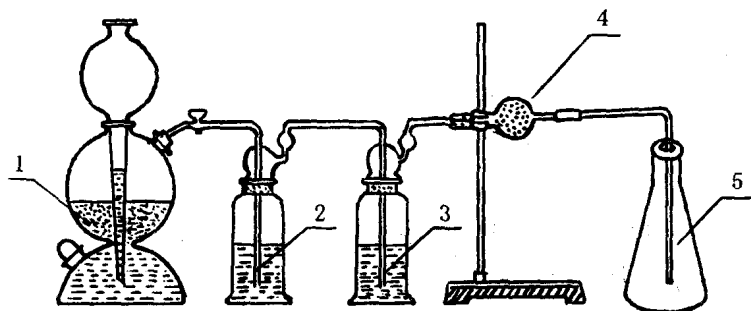
二氧化碳钢瓶, 洗气瓶, 锥形瓶 ( $150\text{cm}^3$ ), 台天平, 分析天平, 温度计, 气压计, 导管, 橡皮管, 胶塞。

浓硫酸(工业)。

### 实验步骤:

#### 一、二氧化碳的制备

二氧化碳气体可在启普发生器中, 由盐酸和大理石(主要成份是  $\text{CaCO}_3$ ) 作用制得。中间需要经过净化和干燥处理, 最后才能得到纯净的二氧化碳气体。装置如图 3-1 所示。



1. 大理石 + 稀盐酸 2.  $\text{H}_2\text{O}$  3. 浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$  4. 无水氯化钙 5. 收集器

图 3-1 制备二氧化碳的装置

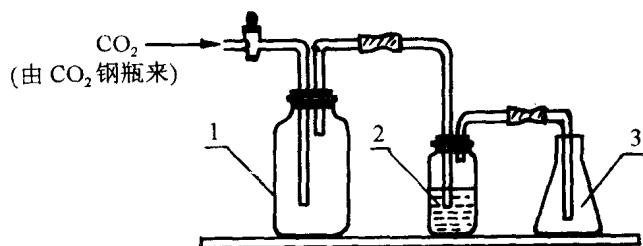
在启普发生器中放入大理石, 加入  $6\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$  盐酸。打开活塞, 盐酸即从底部上升与大理石作用, 产生二氧化碳, 使发生的气体经过两个洗气瓶。瓶 2 内装水, 用以除去二氧化碳气体中氯化氢和其它可溶性杂质, 瓶 3 内装浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 用来干燥二氧化碳, 最后经导管放出。

如果实验室中备有  $\text{CO}_2$  钢瓶, 则  $\text{CO}_2$  也可以从钢瓶直接取得, 如图 3-2。由钢瓶出来的  $\text{CO}_2$  先经过一只缓冲瓶, 再经过浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$  干燥, 然后分成几路导出, 同时供几个学生使用, 每一路导管都应装有活塞, 使用时打开, 不用时关闭。钢瓶的阀门应该由教师控制,  $\text{CO}_2$  的流速可以从浓硫酸中冒出气泡的快慢来控制。 $\text{CO}_2$  流速不宜太大, 否则钢瓶内  $\text{CO}_2$  迅速蒸发而产生低温, 使出来的  $\text{CO}_2$  温度过低, 以致在称重时, 由于温度的变动而使称量不准确。

#### 二、二氧化碳摩尔质量的测定

取一个洁净而干燥的锥形瓶, 选一个合适的软木塞(或胶塞)塞入瓶口, 在塞子上做一记号, 以固定塞子塞入瓶口的位置, 在分析天平上称量锥形瓶和塞子的质量  $G_1$  (准至  $0.001\text{g}$ )。

从气体发生器或钢瓶中产生的二氧化碳气体, 经过净化和干燥后, 导入锥形瓶内。因为二氧化碳气体的比重大于空气, 所以必须把导气管插入瓶底, 才能把瓶内的空气赶尽。等 4 ~ 5min 后, 慢慢取出导气管, 用塞子塞住瓶口(记住塞子应达到原来塞入瓶口的位置), 再在分析天平上称得质量  $G_2$  (准至  $0.001\text{g}$ ), 然后重复通入二氧化碳气体和称重操作, 直到前后两次的质量相差在  $1 \sim 2\text{mg}$  之内为止。这时可以认为瓶内的空气已完全被二氧化碳所排出。



1. 缓冲瓶 2. 浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$  3. 锥形瓶

图 3-2 二氧化碳摩尔质量测定的装置

最后往瓶内装满水,塞好塞子(注意位置!)在台天平上称得质量( $G_3$ )(准确至 0.1g)。记下实验时的室温  $t(^{\circ}\text{C})$  和大气压力  $p(\text{Pa})$ 。

#### 数据记录和处理:

室温  $t(^{\circ}\text{C})$

大气压  $p(\text{Pa})$

(空气 + 瓶 + 塞子) 的质量  $G_1(\text{g})$

(二氧化碳气体 + 瓶 + 塞子) 的质量  $G_2(\text{g})$

(水 + 瓶 + 塞子) 的质量  $G_3(\text{g})$

$$\text{瓶的容积 } V = \frac{G_3 - G_1}{1.00} (\text{cm}^3)$$

$$\text{瓶内空气的质量 } W_{\text{空气}} = \frac{29.0 \times pV}{R(273.15 + t)} (\text{g})$$

$$\text{二氧化碳气体的质量 } W_{\text{CO}_2} = (G_2 - G_1) + W_{\text{空气}} (\text{g})$$

$$\text{二氧化碳的摩尔质量 } M_{\text{CO}_2} = \frac{W_{\text{CO}_2}}{W_{\text{空气}}} \times 29.0 (\text{g} \cdot \text{mol}^{-1})$$

$$\text{百分误差} = \frac{M_{\text{CO}_2}(\text{实}) - M_{\text{CO}_2}(\text{理})}{M_{\text{CO}_2}(\text{理})} \times 100\%$$

分析产生误差的主要原因。

#### 思考题:

1. 本实验的原理是什么?需测定哪些数据?哪些物质的摩尔质量可用此法测定?
2. 在制备二氧化碳的装置中,能否把瓶 1 和瓶 2 倒过来装置?为什么?
3. 怎样可以认为锥形瓶中已充满了二氧化碳?
4. 为什么(二氧化碳气体 + 瓶 + 塞子)的质量要在分析天平上称量,而(水 + 瓶 + 塞子)质量则可以在台天平上称量?两者的要求有何不同?
5. 为什么在计算锥形瓶的容积时不考虑空气的质量,而在计算二氧化碳质量时却要考虑空气的质量?