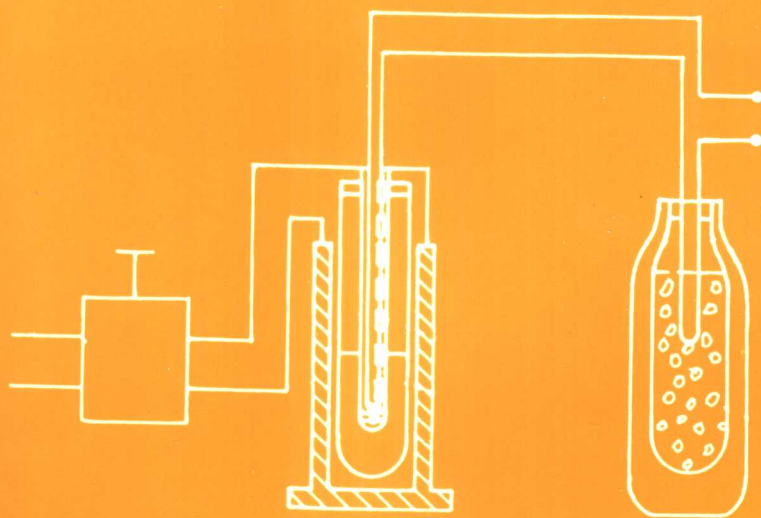


化学综合实验

(一、二)

王金理 等编著



安徽大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

化学综合实验:1~2/王金理等编著. - 合肥:安徽大学出版社,1999.6

ISBN 7-81052-257-4

I. 化… II. 王… III. 化学实验-高等教育-自学考试-教材 IV. 06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(1999)第 25806 号

本书已经安徽省高等教育自学考试委员会办公室组织审定,作为全省自学考试统一教材使用。

化学综合实验(一、二)

王金理 等编著

出版发行 安徽大学出版社
(合肥市肥西路3号 邮编 230039)
联系电话 总编室 0551-5107719
发行部 0551-5107784
责任编辑 钱万英 谢惠安
封面设计 吴明

印刷 中国科学技术大学印刷厂
开本 787×1092 1/16
印张 9.75
字数 200千
版次 1999年6月第1版
印次 1999年6月第1次印刷

ISBN 7-81052-257-4/O·18

定价 13.00 元

如有影响阅读的印装质量问题,请与出版社发行部联系调换

目 次

综合实验一

一、《综合实验一》考试大纲	3
第一部分 无机化学实验	6
第二部分 有机化学实验	20
第三部分 分析化学实验	29

综合实验二

二、《综合实验二》考试大纲	49
第一部分 物理化学实验	58
第二部分 《化学教学论》实验	84
第三部分 化学工程基础实验	108
第四部分 化学工程基础实验报告	128
后 记	150

综合实验一

《综合实验一》考试大纲

一、目的要求

化学是一门实验科学。开设本课程的目的：通过实验获得大量物质变化的感性知识和一般的分离和制备方法，加深考生对相关课程的基本原理和基础知识的理解和掌握；通过实验培养考生正确地掌握化学实验的基本操作方法和技能技巧；通过实验培养和提高考生分析问题、解决问题的能力和独立工作的能力；通过实验培养考生实事求是的科学态度和初步掌握科学研究的方法。为此，本课程的总体要求是：明确实验目的、原理，操作认真、规范，记录准确、详细，报告合理、完整。

二、考试和学分

考核方式分笔试和实验操作两部分，分别折合4学分和6学分。本课程计10学分。

三、课程内容

包括无机化学实验、有机化学实验和分析化学实验三大部分。具体内容如下。

第一部分 无机化学实验

(一)指定教材

高等学校教材

无机化学实验(第二版) 北京师范大学无机化学教研室等编 高等教育出版社
1991年4月版

(二)具体要求

了解原理、方法，基本操作规范，问题的分析合理，结果符合要求。

(三)实验内容

1. 电离平衡和沉淀平衡(教材实验5)
2. 化学反应速度和活化能(教材实验7)
3. 氧化还原反应(教材实验11)
4. 配合物(教材实验13)

5. 一种钴(Ⅲ)配合物的制备(教材实验 14)
6. 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备和性质(教材实验 19)

第二部分 有机化学实验

(一)指定教材

高等学校教材

有机化学实验(第二版) 华南师范大学 东北师范大学 上海师范大学
苏州大学 广西师范大学合编 曾昭琼 主编 高等教育出版社
1987年4月版

(二)具体要求

了解六个有机化合物的制备原理和实验方法,掌握回流(带有吸收有害气体装置的回流)加热、水蒸汽蒸馏、蒸馏、重结晶的基本操作以及学习使用分水器、分液漏斗等操作的规范,结果符合要求。

(三)实验内容

1. 1-溴丁烷的制备 (教材实验 3-4, P104)
2. 正丁醚的制备 (教材实验 3-13, P119)
3. 环己酮的制备 (教材实验 3-15, P123)
4. 肉桂酸的制备 (教材实验 3-21, P132)
5. 乙酸乙酯的制备 (教材实验 3-22, P133)
6. 乙酰苯胺的制备 (教材实验 3-29, P146)

第三部分 分析化学实验

(一)指定教材

分析化学实验(第二版) 华中师范大学、东北师范大学、陕西师范大学合编
高等教育出版社

(二)具体要求

通过《分析化学实验》的学习和训练,掌握各类滴定分析法、分光光度法的基本原理;掌握分析天平称量、标准溶液配制、滴定及分光光度法的实验操作;掌握分析天平、移液管、滴定管及分光光度计的使用。要求实验原理清楚、实验条件控制正确、数据处理科学、仪器使用熟练、操作规范合理。

(三)实验内容

1. 天平称量练习
2. 酸碱标准溶液的配制、浓度比较和标定
3. 铵盐中氮含量的测定(甲醛法)
4. 工业用水总硬度的测定
5. 铁矿石中铁含量的测定
6. 邻二氮菲分光光度法测定铁

第一部分 无机化学实验

实验一 电离平衡和沉淀平衡

【实验目的和要求】

1. 理解电离平衡、水解平衡、沉淀平衡和同离子效应的基本原理。
2. 学习缓冲溶液的配制方法并试验其性质。
3. 掌握沉淀的生成,溶解和转化的条件。
4. 通过实验掌握离心分离操作和离心机、pH 试纸的使用。

【实验用品】

仪器:试管、离心试管、离心机、表面皿、酸度计。

固体药品:三氯化铋、醋酸铵、硝酸铁。

液体药品: HNO_3 ($6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), HCl ($0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$, $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), HAc ($0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), NaOH ($0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$, $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ($0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$, $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), PbI_2 (饱和), KI ($0.001\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$, $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ($0.001\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$, $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), NaAc ($0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), NH_4Cl ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), NH_4Ac ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), NaCl ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$, $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), NaH_2PO_4 ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), Na_2HPO_4 ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), Na_3PO_4 ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), K_2CrO_4 ($0.05\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$, $0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), AgNO_3 ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), BaCl_2 ($0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ (饱和), Na_2S ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), Na_2SO_4 (饱和)

材料:pH 试纸

【实验内容】

(一)同离子效应

1. 同离子效应和电离平衡

测定 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氨水的 pH 值

取 1mL $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氨水,加 1 滴酚酞溶液,观察溶液的颜色,再加醋酸铵固体少许,观察溶液颜色变化,解释上述现象。

2. 同离子效应和沉淀平衡

在试管中加饱和碘化铅溶液约 1mL ,然后滴加 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 碘化钾溶液 4~5 滴,振荡试管观察有何现象?解释上述现象。

(二)缓冲溶液的配制和性质

1. 分别测定蒸馏水, $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 醋酸的 pH 值。

2. 在两支各盛 5mL 蒸馏水的试管中, 分别加 1 滴 $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸和 $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钠, 分别测定溶液的 pH 值, 将实验结果填入表 1 中。

3. 在一支试管中加 5mL $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 醋酸和 5mL $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 醋酸钠溶液混合均匀测定其 pH 值。将溶液均分为两份, 一份滴入 1 滴 $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{HCl}$, 另一份加 1 滴 $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{NaOH}$, 分别测定溶液的 pH, 将实验结果填入表 1 中。

分析上述三组实验结果, 对缓冲溶液的性质作出结论。

表 1

体系 pH 值	纯水	5mL 纯水中加 1 滴		缓冲溶液 (HAc~NaAc)	5mL 缓冲溶液加 1 滴	
		$0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{HCl}$	$0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{NaOH}$		$0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{HCl}$	$0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{NaOH}$
实验测定值						
计算值						

(三)盐类水解

1. 用 pH 试纸测定浓度为 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的表 2 中各溶液的 pH 值, 将实验测定值与计算值填入表 2。

表 2

pH 值	$0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 溶液	NH_4Cl	NH_4Ac	NaAc	NaCl	NaH_2PO_4	Na_2HPO_4	Na_3PO_4
实验(测定)值								
计算值								

2. 取少许固体 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 加水约 5mL 溶解, 观察溶液的颜色。将溶液分成三份, 一份留作比较, 第二份在小火上加热煮沸, 第三份中加几滴 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{HNO}_3$ 观察现象, 写出反应式, 解释实验现象。

3. 取三氯化铋固体少许加 2~3mL 水溶解, 有何现象? 测定该溶液的 pH 值。然后滴加 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{HCl}$, 振荡试管, 有何现象? 取澄清的三氧化铋溶液滴入 3~4mL 水中又有何现象? 写出反应方程式并解释实验现象。

(四)沉淀平衡

1. 沉淀溶解平衡

在离心试管中加 10 滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 溶液, 然后加 5 滴 $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{NaCl}$ 溶液, 振荡试管, 待沉淀完全后, 离心分离。在溶液中加入少许 $0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{K}_2\text{CrO}_4$ 溶液, 有什么现象? 解释此现象。

2. 溶度积规则的应用

(1) 在试管中加 1mL $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 溶液, 加入等体积的 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{KI}$ 溶液, 观察有无沉淀生成。

(2) 用 $0.001\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 溶液和 $0.001\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{KI}$ 溶液进行实验, 观察现象。

试用溶度积规则解释。

(五) 沉淀的溶解和转化

1. 取 5 滴 $0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{BaCl}_2$ 溶液加 3 滴饱和 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液, 观察沉淀的生成。离心分离, 弃去溶液, 在沉淀物上加数滴 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{HCl}$ 有什么现象? 写出反应式, 说明为什么。

2. 取 5 滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{AgNO}_3$ 溶液, 加 2 滴 $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{NaCl}$ 溶液观察沉淀的生成。再逐滴加入 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{NH}_3$ 水有什么现象? 写出反应式, 说明为什么。

3. 取 10 滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{AgNO}_3$ 溶液, 加 3~4 滴 $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{Na}_2\text{S}$ 溶液, 观察沉淀的生成。离心分离, 弃去溶液, 在沉淀物上加少许 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{HNO}_3$, 加热, 有何现象? 写出反应式, 说明为什么?

4. 在离心试管中加入 5 滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 溶液, 加 3 滴 $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{NaCl}$ 溶液, 待沉淀完全后离心分离, 用 0.5mL 蒸馏水洗涤一次。在 PbCl_2 沉淀中加 3 滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{KI}$ 溶液, 观察沉淀的转化和颜色的变化。按上述操作先后加入 10 滴饱和 Na_2SO_4 溶液, 5 滴 $0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{K}_2\text{CrO}_4$ 溶液, 5 滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{Na}_2\text{S}$ 溶液, 每加入一种新的溶液后, 都须观察沉淀的转化和颜色的变化。用上述生成物溶解度数据解释实验中出现的各种现象, 总结沉淀转化的条件。

【思考题】

1. 用同离子效应分析缓冲溶液的缓冲原理。
2. 酸式盐是否一定呈酸性?
3. 影响水解平衡移动的因素有哪些, 归纳之。
4. 沉淀溶解的条件是什么? 生成的条件呢?
5. 把 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的氨水、醋酸、盐酸、氢氧化钠、硫化氢溶液、蒸馏水按 pH 值的大小排列成序。
6. 两种溶液:
 - (1) $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸 10mL 与 $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氨水 10mL 混合;
 - (2) $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸 10mL 与 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氨水 10mL 混合。以上两体系是否均属缓冲溶液? 为什么? 是否都存在同离子效应?
7. 配制 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{SnCl}_2$ 溶液 50mL, 应如何正确操作?
8. 用三氯化铁、二氯化镁、氢氧化钠三种溶液, 设计一个分步沉淀实验, 并预言实验现象。

实验二 化学反应速度和活化能

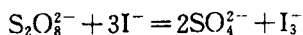
【实验目的】

通过对二硫酸铵与碘化钾反应速度的测定, 了解浓度、温度和催化剂对反应速度的影响, 并学会计算反应级数、反应速度常数和反应的活化能。

【实验原理】



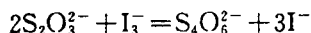
或:



$v_0 = k[\text{S}_2\text{O}_8^{2-}]^m[\text{I}^-]^n$ 近似地用平均反应速度 $\bar{v}$ 代替初始反应速度 v_0 。则有:

$$\bar{v} = \frac{-\Delta[\text{S}_2\text{O}_8^{2-}]}{\Delta t} = k[\text{S}_2\text{O}_8^{2-}]^m[\text{I}^-]^n$$

为了能够测出反应在 Δt 时间内 $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 浓度的改变值,需要在混合 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 和 KI 溶液的同时注入一定体积的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液(已知浓度)和淀粉溶液,这样在上述反应的同时还进行如下反应:



该反应进行得非常快,几乎瞬时完成。因此只有在溶液中的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 耗尽时溶液才会呈现 I_3^- 与淀粉反应所呈现的蓝色。

当反应进行到溶液出现蓝色,标志着加入的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 已全部耗尽,其浓度改变值即是加入的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 起始浓度。 $\Delta[\text{S}_2\text{O}_3^{2-}] = [\text{S}_2\text{O}_3^{2-}]$ 起始。

再从上述反应的关系可以看出: $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 减少的量为 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 减少量的一半,所以 $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 在 Δt 时间内减少的量可以从下式求得。

$$\Delta[\text{S}_2\text{O}_8^{2-}] = \frac{[\text{S}_2\text{O}_3^{2-}]}{2}$$

【实验用品】

仪器:烧杯、大试管、量筒、秒表、温度计。

液体药品: $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ($0.20\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), KI ($0.20\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ($0.01\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), KNO_3 ($0.20\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ($0.20\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ ($0.02\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), 淀粉溶液 (0.4%)。

材料:冰。

【实验内容】

(一) 浓度对化学反应速度的影响

在室温条件下进行表 1 中编号 I 的实验。用量筒分别量取 20.0mL $0.20\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{KI}$, 8.0mL $0.01\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 和 2.0mL 0.4% 淀粉溶液,全部注入烧杯中,混合均匀。然后用另一量筒(为什么?)取 20.0mL $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液,迅速倒入上述混合液中,同时开动秒表,并不断搅拌,仔细观察。当溶液刚出现蓝色时,立即按停秒表,记录反应时间和室温。

用同样方法完成表 1 中编号为 II、III、IV、V 的实验。

表 1 浓度对反应速度的影响

室温 ____ °C

实验编号		I	II	III	IV	V
试剂用量 mL	0.20mol · L ⁻¹ (NH ₄) ₂ S ₂ O ₈	20.0	10.0	5.0	20.0	20.0
	0.2mol · L ⁻¹ KI	20.0	20.0	20.0	10.0	5.0
	0.010mol · L ⁻¹ Na ₂ S ₂ O ₃	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0
	0.4%淀粉液	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
	0.20mol · L ⁻¹ KNO ₃	0	0	0	10.0	15.0
	0.20mol · L ⁻¹ (NH ₄) ₂ SO ₄	0	10.0	15.0	0	0
混合液中反应物的起始浓度 mol · L ⁻¹						
反应时间 Δt/s						
S ₂ O ₈ ²⁻ 的浓度变化 Δ[S ₂ O ₈ ²⁻]/mol · L ⁻¹						
反应速度 v						

(二) 温度对化学反应速度的影响

按表 1 实验 IV 中药品用量,将装有 KI, Na₂S₂O₃, 淀粉和 KNO₃ 溶液的烧杯和装有 (NH₄)₂S₂O₈ 溶液的小烧杯,放入冰水浴中冷却,待它们温度冷却到低于室温 10°C 时,将 (NH₄)₂S₂O₈ 溶液迅速(为什么?)加到碘化钾等混合液中,同时计时并不断搅拌,当溶液刚出现蓝色时,记录反应时间。

同样方法在热水浴中进行高于室温 10°C 的实验。并将此二次实验数据和实验 IV 的数据记入表 2 中进行比较。

表 2 温度对化学反应速度的影响

实验编号	VI	VII	VIII
反应温度/°C			
反应时间 Δt/s			
反应速度 v			

(三) 催化剂对化学反应速度的影响

按表 1 实验 IV 的用量,把 KI, Na₂S₂O₃, KNO₃ 和淀粉溶液加到 150mL 烧杯中,再加入 2 滴 0.02mol · L⁻¹Cu(NO₃)₂ 溶液,搅匀,然后迅速加入 (NH₄)₂S₂O₈ 溶液,搅动,记时。将此实验的反应速度与表 1 中实验 IV 的反应速度进行比较可得到什么结论。

【数据处理】

(一) 反应级数和反应速度常数的计算

将 $v = k[S_2O_8^{2-}]^m[I^-]^n$ 两边取对数:

$$\lg v = m \lg [S_2O_8^{2-}] + n \lg [I^-] + \lg k$$

当 $[I^-]$ 不变时(即实验 I、II、III),以 $\lg v$ 对 $\lg [S_2O_8^{2-}]$ 作图得一直线,斜率即为 m 。同

理,当 $[S_2O_8^{2-}]$ 不变时(即实验 I、IV、V),以 $\lg v$ 对 $\lg[I^-]$ 作图求得 n 。此反应级数则为 $m+n$ 。

将 m, n 代入 $v=k[S_2O_8^{2-}]^m[I^-]^n$ 即可求得 k 。将数据填入表 3。

(二)反应活化能的计算

$\lg k = A - \frac{E_a}{2.30RT}$ 以 $\lg k$ 对 $\frac{1}{T}$ 作图,可得一直线,由直线斜率(等于 $-\frac{E_a}{2.30R}$)可求得反应的活化能 E_a 。将数据填入表 4。

表 3 反应级数和反应速度常数的计算

实验编号	I	II	III	IV	V
$\lg v$					
$\lg[S_2O_8^{2-}]$					
$\lg[I^-]$					
m					
n					
反应速度常数 k					

表 4 反应活化能的计算

实验编号	VI	VII	VIII
反应速度常数 k			
$\lg k$			
$1/T$			
反应活化能 E_a			

实验三 氧化还原反应

【实验目的和要求】

1. 通过实验,了解并掌握电极的本质,电对的氧化型或还原型物质的浓度、介质的酸度对电极电势、对氧化还原反应的方向、产物、速率的影响。
2. 通过实验了解化学电池电动势。

【实验用品】

仪器:试管、烧杯、伏特计(或酸度计)、检流器、表面皿、U形管

固体药品:锌粒、铅粒、铜片、琼脂、氯化铵。

液体药品: HCl (浓)、 HNO_3 ($2mol \cdot L^{-1}$, 浓), HAc ($6mol \cdot L^{-1}$), H_2SO_4 ($1mol \cdot L^{-1}$, $3mol \cdot L^{-1}$), $NaOH$ ($6mol \cdot L^{-1}$, 40%), $NH_3 \cdot H_2O$ (浓), $Pb(NO_3)_2$ ($0.5mol \cdot L^{-1}$), $ZnSO_4$ ($1mol \cdot L^{-1}$), $CuSO_4$ ($1mol \cdot L^{-1}$), KI ($0.1mol \cdot L^{-1}$), KBr ($0.1mol \cdot L^{-1}$), $FeCl_3$ ($0.1mol$

• L^{-1}), $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), FeSO_4 ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$, $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ($0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), KMnO_4 ($0.01\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), Na_2SO_3 ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), Na_3AsO_3 ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), Na_3AsO_4 ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), 碘水 ($0.01\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), 溴水, 氯水 (饱和), KCl (饱和), CCl_4 。

材料: 电极 (锌片、铜片、铁片、炭棒)、红色石蕊试纸、导线、砂纸。

【实验内容】

(一) 电极电势和氧化还原反应

1. 在试管中加入 0.5mL $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{KI}$ 溶液和 2 滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{FeCl}_3$ 溶液, 摇匀后加入 0.5mLCCl_4 。充分振荡, 观察四氯化碳层颜色有无变化?

2. 用 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{KBr}$ 溶液代替 KI 溶液进行同样实验, 观察现象。

3. 在 0.5mL $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{KBr}$ 溶液中加入氯水 4~5 滴, 摇匀后加入 0.5mLCCl_4 , 充分振荡, 观察 CCl_4 层颜色有无变化?

根据上述实验现象定性地比较 Cl_2/Cl^- , Br_2/Br^- , I_2/I^- , $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ 四个电对电极电势的相对高低。哪个物质是最强氧化剂? 哪个物质是最强还原剂?

(二) 浓度和酸度对电极电势的影响

1. 浓度的影响

(1) 在两只 50mL 烧杯中分别注入 30mL $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{ZnSO}_4$ 和 $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{CuSO}_4$ 溶液。在 ZnSO_4 溶液中插入锌片, CuSO_4 溶液中插入铜片组成两个电极, 中间以盐桥相通。用导线将锌片和铜片分别与伏特计(或酸度计)的负极和正极相接。测量两极之间的电压(见图示)。

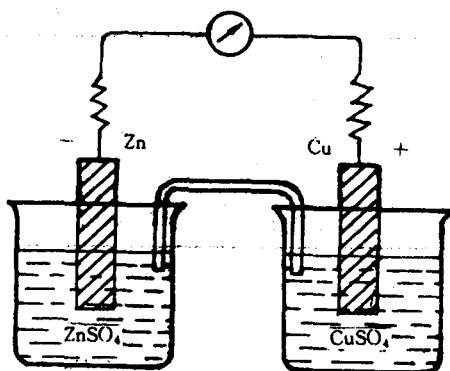
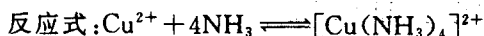
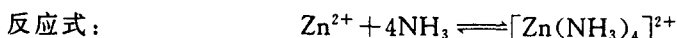


图 1.1.1 Cu-Zn 原电池

然后在 CuSO_4 溶液中注入浓氨水至生成的沉淀溶解为止, 形成深蓝色的溶液, 观察原电池的电压有何变化?



再在 ZnSO_4 溶液中加入浓氨水至生成的沉淀完全溶解为止, 观察电压又有何变化?



利用奈斯特方程式来解释实验现象。

(2) 设计并测定 $\text{Cu}|\text{CuSO}_4(0.01\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})||\text{CuSO}_4(1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})|\text{Cu}$ 浓差电池电动势。将实验测定值与计算值比较。

2. 酸度影响

在两只 50mL 烧杯中, 分别注入 $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{FeSO}_4$ 和 $0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液。在硫酸亚铁溶液中插入铁片, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液中插入炭棒组成两个半电池。将压片和炭棒通过导线分别与伏特计的负极和正极相接, 中间以盐桥相通, 测量两极电压。

在 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液中慢慢加入 $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液, 观察电压有何变化? 再在 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液中逐滴加入 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{NaOH}$ 溶液, 观察电压又有什么变化?

(三) 浓度和酸度对氧化还原产物的影响

1. 往两个各盛一粒锌粒的试管中分别注入 2mL 浓硝酸和 $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 HNO_3 溶液, 观察所发生的现象。

它们的反应产物有无不同? 浓硝酸被还原后的主要产物有可通过观察气体产物的颜色来判断; 稀硝酸的还原产物可用检验溶液中是否有 NH_4^+ 离子生成的办法来确定。

气室法检验 NH_4^+ 离子: 将 5 滴被检验溶液滴入一表面皿中心, 再加 3 滴 40% NaOH 溶液, 混匀。在另一块较小的表面皿中心粘附一小条湿的红石蕊试纸(或酚酞试纸), 把它盖在大的表面皿上做成气室。将此气室放在水浴上微热两分钟, 若石蕊试纸变蓝(或酚酞试纸变红), 则表示有 NH_4^+ 离子存在。

2. 在三支试管中各注入 0.5mL $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{Na}_2\text{SO}_3$ 溶液, 在第一支试管中注入 0.5mL $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液, 第二支试管中加 0.5mL 水, 和三支试管中注入 0.5mL $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NaOH}$ 溶液, 然后往三支试管中各滴几滴 $0.01\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 KMnO_4 溶液, 观察反应产物有何不同? 写出反应式。

(四) 浓度和酸度对氧化还原反应方向的影响

1. 浓度的影响

(1) 往盛有 1mL 水, 1mL CCl_4 和 1mL $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 溶液的试管中注入 1mL $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{KI}$ 溶液, 振荡后观察 CCl_4 层的颜色。

(2) 往盛有 1mL CCl_4 , 1mL $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{FeSO}_4$, 1mL $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 溶液的试管中, 注入 1mL $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{KI}$ 溶液, 振荡后观察 CCl_4 层的颜色与上一实验中 CCl_4 层颜色有无区别? (硫酸亚铁、硫酸铁可用硫酸亚铁铵、硫酸铁铵溶液代替。)

(3) 在实验 1(1) 的试管中加入 NH_4F 固体少许、振荡试管, 观察 CCl_4 层颜色的变化。

说明浓度对氧化还原反应方向的影响。

2. 酸度的影响

(1) 取 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{Na}_3\text{AsO}_3$ 溶液 3~4 滴, 滴加碘水 3~4 滴, 观察溶液的颜色。然后用 HCl 酸化又有何变化? 写出反应的离子方程式。

(2) 将 10mL $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{Na}_3\text{AsO}_4$ 和 10mL $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{Na}_3\text{AsO}_3$ 溶液混合在一小烧杯中, 另一烧杯中混和 10mL $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{KI}$ 溶液和 10mL $0.01\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 碘水。每一烧杯中各插入一炭棒, 以盐桥连通, 用导线把原电池与检流器连接。视指针的偏转程度了解化学反应方向的改变。在 Na_3AsO_4 和 Na_3AsO_3 的混合液中逐滴滴入浓盐酸, 观察检流器指针转动的情况; 再在该溶液中滴入 40% NaOH 溶液, 观察电流方向的改变。用原电池符号表示该反应。

(五) 酸度对氧化还原反应速率的影响

在两支各盛 1mL $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{KBr}$ 溶液的试管中分别加 $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$ 和 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HAc}$ 溶液各 0.5mL, 然后各加入 2 滴 $0.01\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{KMnO}_4$ 溶液, 观察并比较两支试管中紫红色褪色的快慢等现象, 分别写出反应式。

【思考题】

1. 若用适量溴水、碘水分别与同浓度硫酸亚铁溶液反应, 估计 CCl_4 层的颜色。
2. 重铬酸钾与盐酸反应能否制得氯气? 与氯化钠溶液反应能否制得氯气? 为什么?
3. 酸度对 Cl_2/Cl^- , Br_2/Br^- , I_2/I^- , $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$, Cu^{2+}/Cu , Zn^{2+}/Zn 电对的电极电势有无

影响?为什么?酸度对氧化还原反应的方向是怎样影响的。

4. 自行设计实验,确定 Zn^{2+}/Zn , Pb^{2+}/Pb , Cu^{2+}/Cu 三个电对的电极电势相对大小?
5. 通过本实验归纳影响电极电势的因素。它们是如何影响的?

实验四 配合物

【实验目的】

比较配合物与简单化合物和复盐的区别。了解配位平衡与沉淀反应、氧化还原反应、溶液酸碱性的关系。了解螯合物的形成条件。

【实验用品】

仪器:试管、白瓷点滴板、滴管。

液体药品: H_2SO_4 ($1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), NaOH ($2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$, $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), 氨水 ($2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), CuSO_4 ($1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), BaCl_2 ($1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), AgNO_3 ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), KBr ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), KI ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), NH_4F ($2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), NH_4SCN ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ (饱和), $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$, EDTA ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), 邻菲罗啉 (0.25%), 二乙酰二肟 (1%), 无水酒精, CCl_4 , FeSO_4 ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$), NiSO_4 ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)。

【实验内容】

(一) 配合物与简单化合物和复盐的区别

1. 取 $1\text{mL } 1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{CuSO}_4$ 溶液,逐滴加入 $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氨水,至产生沉淀后仍继续加氨水,直至变为深蓝色溶液。将此溶液分为三份,在一、二两份中分别滴加少量 $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{NaOH}$, $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{BaCl}_2$ 溶液。有何现象?将此现象与 CuSO_4 溶液中分别滴加 NaOH , BaCl_2 溶液的现象进行比较。解释这些现象。

在第三份中加入 1mL 无水酒精,观察现象。

2. 用实验说明铁氰化钾是配合物,硫酸铵是复盐,写出实验步骤并进行实验。

(二) 配位平衡的移动

1. 配离子之间的转化

取 $1\text{mL } 0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 溶液于试管中,滴加 2 滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{NH}_4\text{SCN}$ 溶液,溶液呈何色?然后滴加 $2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{NH}_4\text{F}$ 溶液至溶液变为无色,再滴加饱和 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液至溶液变为黄绿色。写出反应方程式并加以说明。

2. 配位平衡与沉淀溶解平衡

在试管中注入 $0.5\text{mL } 0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{AgNO}_3$ 溶液,滴入 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{KBr}$ 溶液,有何现象?再注入 $2\text{mL } 0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液有何现象?再向试管中滴入 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{KI}$ 溶液,又有什么现象?根据 K_{sp} 和 $K_{\text{稳}}$ 解释上述现象,并写出有关离子反应方程式。

3. 配位平衡和氧化还原反应