

138

高等学校实验教材

工程化学基础实验

主 编 刘军坛
副主编 侯圣梅

浙江大学出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

工程化学基础实验 / 刘军坛主编. — 杭州: 浙江大学出版社, 2001. 8

高等学校实验教材

ISBN 7-308-02776-7

I. 工... II. 刘... III. 工程化学—化学实验—高等学校—教材 IV. TQ02-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2001) 第 042019 号

主 编: 刘军坛

责任编辑: 陈晓嘉

封面设计: 刘依群

出版发行: 浙江大学出版社

(杭州浙大路 38 号 邮政编码 310027)

(网址: <http://www.zjupress.com>)

(E-mail: zupress@mail.hz.zj.cn)

排 版: 浙江大学出版社电脑排版中心

印 刷: 新昌印刷厂印刷

开 本: 787mm×1092mm 16 开

印 张: 7.25

字 数: 176 千

版 次: 2001 年 8 月第 1 版 2001 年 8 月第 1 次印刷

印 数: 0001—5000

书 号: ISBN 7-308-02776-7/TQ·024

定 价: 12.80 元

前 言

本书是结合陈林根教授编著的《工程化学基础》(高等教育出版社出版)一书而编写的实验教材。根据1999年8月全国第五届高校工程化学教学教材研讨会的精神和当前高校开设工程化学实验的实际情况,我们共编写了23个实验,每一个实验要求在2个学时内完成。

工程化学课程除要求学生牢固掌握课程内容外,还要求学生通过做实验来更深地理解和体会各个知识点,把学过的理论与实际紧密联系起来,学会观察、分析现象,以求在未来工作中有所发现,培养创新思想及其独立工作的能力。

本书是在近二十所高校长期进行工程化学实验教学的基础上编写而成的。全书紧扣理论教材,选材丰富,难易搭配,能够满足不同学校对工程化学实验的教学要求;既注重引入教学与科研的最新成果,又注重对各校适用的普遍性。全书力求通过实验引导学生扩大知识面,达到提高学生的观察能力、动手能力、分析问题和解决问题的能力为目的,培养学生实事求是的科学态度。全书采用了法定计量单位和标准符号。

本书由郑州航空工业管理学院刘军坛编写实验室规则、实验室安全守则、误差与有效数字、实验一、四、五、十和附录1~9;浙江大学侯圣梅等编写实验二、十二、二十和二十二;南华大学樊华等编写实验十七和十八;太原重型机械学院马秀英编写实验十三、十四和十六;西安石油学院李聚源编写实验三、七、十九和二十三;重庆工学院李军、石孝洪编写实验六、八和十一;沈阳航空工业学院张蕾编写实验九、十五和二十一。全书由刘军坛负责组织编写和统稿,侯圣梅协助统稿,浙江大学陈林根教授负责主审。

在此谨向南华大学杨桂荣、浙江大学蔡训织、上海大学程佩珞和各兄弟院校中为工程化学实验教学作出开拓性贡献的前辈教师致以深深的谢意。

限于编者水平,书中不妥之处,恳请使用本书的教师和同学批评指正。

编 者

2001年1月

目 录

实验室规则.....	1
实验室安全守则.....	2
误差与有效数字.....	3
实验一 分析天平的使用.....	6
实验二 水的硬度测定与软化处理	10
实验三 碳酸氢钠的制备	13
实验四 石油产品酸值和闪点的测定	16
实验五 表面活性剂的性质及其含量的测定	19
实验六 钢样中锰含量的测定	23
实验七 聚乙烯醇缩甲醛反应制备胶水	27
实验八 有机高聚物的简易鉴别及粘接	32
实验九 化学反应的摩尔焓变的测定	38
实验十 反应级数、速率常数和活化能的测定.....	42
实验十一 电化学	47
实验十二 水溶液中的离子平衡	52
实验十三 食醋总酸量和 pH 值的测定	57
实验十四 工业纯碱的分析	63
实验十五 水溶液 pH 值的测定	66
实验十六 二氯化铅溶度积的测定	70
实验十七 含铬废水的处理	73
实验十八 金属的电化腐蚀及其防止	77
实验十九 钢铁发蓝处理	81
实验二十 电镀铜	84
实验二十一 金属铝的表面处理——阳极氧化法	87
实验二十二 电解抛光	91
实验二十三 塑料电镀	94

附录 1	国际原子量表	97
附录 2	化学药品的规格	99
附录 3	常用酸碱溶液的密度和浓度	100
附录 4	不同温度下水的饱和蒸汽压	101
附录 5	弱电解质的解离常数	102
附录 6	一些难溶电解质的溶度积常数	103
附录 7	标准电极电势	104
附录 8	一些配离子的稳定常数与不稳定常数	106
附录 9	常见离子鉴定方法	107

实验室规则

1. 做每一个实验前必须认真预习。了解实验的目的、要求、内容、基本原理、操作步骤及注意事项,写出预习报告(包括实验计划、必要的计算、实验的预期结果、数据记录表格的设计等),准备回答思考题的提问。实验前将预习报告交教师检查。

2. 实验前先清点仪器。如果发现仪器有短缺或破损,应及时报告教师;实验中仪器若有损坏,亦应报告教师,按规定办理手续并换取新仪器。未经教师同意,不得挪用其他位置上的仪器。

3. 实验必须严格按实验教材的操作方法进行,废物、废液不得乱丢乱倒,应投入废物篓或倒入废液缸。注意安全,保持台面、地面的整齐清洁。

4. 实验时应保持安静,思想集中,积极思考问题,认真操作,仔细观察现象,如实记录结果。

5. 要爱护公物,谨慎使用仪器和实验设备,注意节约水、电、药品。使用精密仪器时,应严格按照操作规程进行,谨慎细致。若发生故障,应立即停止使用并报告教师。

6. 药品应按规定的量取用,自药品瓶中取出的药品不可再倒回原瓶中,以免带入杂质;取用药品后应立即盖上瓶塞,以免搞错瓶塞、玷污药品,并及时将药品放回原处。

7. 实验完毕应切断仪器电源,将玻璃仪器洗涤干净,放回原处,并清洁、整理好实验台面,打扫干净水槽和地面,最后洗净双手。值日生最后要全面清扫、整理实验室。

8. 实验结束后,应及早做好实验报告。实验报告要求格式合理,记录清楚,文字简练,结论明确,书写整齐、清晰。

实验室安全守则

工程化学实验常用到很多易燃、易爆、有腐蚀性和有毒的药品,所以在做工程化学实验时,首先要注意安全问题,既不能有惧怕思想,又不能麻痹大意,要了解有关安全注意事项,注意力集中,严格按规程操作,避免发生事故。

1. 不要用火直接加热烧瓶,应间隔石棉网;加热试管时,不要将试管口指向别人或自己;不要俯视正在加热的液体,以免液体溅出,受到伤害。

2. 煤气灯或酒精灯应随用随点。酒精灯不用时应盖上灯罩,不得用已点燃的酒精灯去点燃另外的酒精灯,以免酒精溢出而失火。

3. 嗅闻气体时,应用手轻拂气体,扇向自己后再闻。

4. 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,勿溅在衣服、皮肤上,尤其是眼睛上。稀释浓硫酸时,一定要将浓硫酸慢慢倒入水中,并不断搅动,切勿将水往酸里倒,以免迸溅。

5. 易燃、易爆药品应尽可能远离火源,取用完毕应立即盖紧瓶塞。

6. 能产生有毒或有刺激性气体的实验,应在通风橱内(或通风处)进行。

7. 防止有毒药品(如氰化物、砷或汞的化合物、高价铬盐、钡盐、铅盐等)进入口内或接触伤口,也不能随便将其倒入下水道。

8. 实验过程中严禁饮食、吸烟,不得用口尝味道的方法来鉴定未知物。

9. 实验完毕,应关好电源、水龙头、气源,洗净双手后,方可离开实验室。

误差与有效数字

工程化学实验中经常需要对某些物理量进行测量,从中获得一些数值;而数值表示的正确与否关系到实验的最终结果。因此,误差与有效数字方面的知识对实验者来说就显得比较重要。

一、误差

1. 测量中的误差

测量结果与真实值之间的差值叫误差,任何测量过程都包含着误差。按其性质的不同,误差可分为三类,即系统误差、偶然误差和过失误差。

(1) 系统误差。也称可测误差,是由某种固定的原因引起的误差,它对测量结果的影响比较固定,其大小有一定规律性,在重复测量时,会重复出现。产生系统误差的主要原因有:实验方法不完善;所用的仪器准确度差;药品不纯以及操作不当等。系统误差可以用改善方法、校正仪器、提纯药品、做空白试验及对照试验等来减少。有时也可以在找出误差原因后,计算出误差的大小而加以修正。

(2) 偶然误差。也称随机误差或难测误差,是由一些难以预料的偶然因素引起的。例如测量时环境温度、湿度和气压的微小波动,仪器性能的微小变化,测试人员对各份试样处理时的微小差别等,都可能带来误差。偶然误差对实验结果的影响不固定。虽然偶然误差的原因难以确定,似乎无规律性可循,但如果多次测量,可以发现偶然误差遵从正态分布:大小相近的正负误差出现机会相等,小误差出现的概率大,大误差出现的概率小。因此,采用“多次测量、取平均值”的方法,可以减少偶然误差。

(3) 过失误差。是指工作中的差错,即由于实验时粗枝大叶、不按操作规程进行而引起的误差,如器皿不洁、加错试剂、错用样品、试样损失、仪器出现异常未被发现、读错数据、计算错误等不应有的错误造成的。过失误差虽然也无规律可循,但只要加强责任心,工作认真细致,也是可避免的。

2. 准确度与误差

准确度是指在特定的条件下获得的测量结果与真实值之间的符合程度。准确度由测量的系统误差和偶然误差决定,它能反映测量结果的可靠性。

准确度用绝对误差或相对误差表示。绝对误差是表示测定值与真实值之间的差值;相对误差是指绝对误差在真实值中所占的百分比。即:

$$\text{绝对误差} = \text{测定值} - \text{真实值}$$

$$\text{相对误差} = \frac{\text{绝对误差}}{\text{真实值}} \times 100\%$$

绝对误差与被测量的大小无关,而相对误差却与被测量的大小有关。一般来说,若被测

的量越大,则相对误差越小,故用相对误差来反映测定值与真实值之间的偏离程度比用绝对误差更为合理。

3. 精密度与偏差

精密度是指对同一试样各次测量结果相互接近的程度,精密度高不一定准确度高。通常被测量的真实值很难准确知道,因此,一般只能用多次重复测量结果的平均值代替真实值。这样,单次测量结果与平均值之间的偏差就称为偏差。偏差与误差一样,也有相对偏差和绝对偏差:

$$\text{绝对偏差} = \text{单次测定值} - \text{平均值}$$

$$\text{相对偏差} = \frac{\text{绝对偏差}}{\text{平均值}} \times 100\%$$

从相对偏差的大小可以反映出测量结果再现性的好坏,即测量的精密度。相对偏差小,可视为再现性好,即精密度高。

4. 提高测量结果准确度的方法

为了提高测量结果的准确度,应尽量减少系统误差、偶然误差和过失误差。认真仔细地进行多次测量,取其平均值作为测量结果,这样可以减少系统误差。减少系统误差的方法一般有校正测量仪器与测量方法、空白试验与对照试验。

二、有效数字

在科学实验中,对任一物理量的测定,其准确度都是有限度的。所谓有效数字就是实际上能测到的数字。

1. 有效数字位数的确定

测试中测定结果的数值所表示的准确程度应与测试时所用的测量仪器及测试方法的精度相一致。通常测定时,可估计到测量仪器最小刻度的十分位,记录测定数据应保留一位不准确数字,其余数字都应是准确的,通常称此时所记录的数字为有效数字。记录和报告的测定结果只应包含有效数字,对有效数字的位数不能任意增删。

工程化学实验中一些常用仪器的精度与实测数据有效数字位数的关系如下表。

一些常用仪器的精度与实验值有效数字位数的比较

仪器名称	仪器的精度	实测值	有效数字位数	错误记录
台式天平	0.1 g	11.4 g	3 位	11.41 g
电光天平	0.0001 g	11.8765 g	6 位	11.876 g
10 cm ³ 量筒	0.1 cm ³	8.3 cm ³	2 位	8 cm ³
100 cm ³ 量筒	1 cm ³	83 cm ³	2 位	83.71 cm ³
滴定管	0.01 cm ³	21.00 cm ³	4 位	21.0 cm ³
移液管	0.01 cm ³	20.00 cm ³	4 位	20 cm ³
容量瓶	0.01 cm ³	25.00 cm ³	4 位	25 cm ³

任意超出或低于仪器精度的数字都是不恰当的。例如上表中电光天平的读数为 11.8765 g,既不能读作 11.876 g,也不能读作 11.87654 g,因为前者降低了实验的精确度,后者则夸大了实验的精确度。

关于有效数字位数的确定,还应注意以下几点:

(1) 数字“0”在数据中具有双重意义。若作为普通数字使用,它就是有效数字;若它只起定位作用,就不是有效数字。例如在分析电光天平上称得硝酸银的质量为 0.0826 g,该数据有三位有效数字,前面的“0”只起定位作用,不是有效数字。再如氢氧化钠溶液的浓度是 $0.4500 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$,它准确到小数点第三位,第四位可能有 ± 1 的误差,所以这两个“0”是有效数字,数据 0.4500 具有四位有效数字。

(2) 改变单位并不改变有效数字的位数。比如滴定管读数 21.35 cm^3 ,若该数值用立方分米为单位,则是 0.02135 dm^3 ,这时前面的两个零只起定位作用,不是有效数字, 0.02135 dm^3 和 21.35 cm^3 一样都是四位有效数字。当需要在数的末尾加“0”作定位作用时,最好采用指数形式表示,否则有效数字的位数含糊不清。例如,质量为 18.0 g,若以毫克为单位,则可表示为 $1.80 \times 10^4 \text{ mg}$;若表示为 18000 mg,就容易误解为五位有效数字。

(3) 对数有效数字的位数仅由小数部分的位数决定,首数只起定位作用,不是有效数字。因此对数运算时,对数小数部分的有效数字位数与相应的真数的有效数字位数相同。例如: $\text{pH}=3.46$ 的有效数字为二位,而不是三位。

2. 有效数字的运算规则

在计算过程中,有效数字的取舍也很重要。计算结果必须遵循运算法则,并对有效数字按“四舍六入五留双”规则进行修约。当拟舍弃的数字大于等于 6 时进位,而当尾数恰为 5 时,则看保留的末位数是奇数还是偶数,是奇数时就将 5 进位,是偶数时,则将 5 舍弃。总之,使保留下来的末位数是偶数。根据此原则,如将 6.175 和 6.165 处理成三位数,则分别为 6.18 和 6.16。

(1) 进行数值加减时,最后结果所保留小数点后的位数应与参与运算的各数中小数点后位数最少者相同。例如: $0.2468+1.3579+12.23=13.8347$,应取 13.83。

(2) 进行数值乘除时,最后结果的有效数字应以参与运算的各数中有效数字位数最少者为准,而与小数点的位数无关。例如: $2.46 \times 0.13=0.3198$,取 0.32。

(3) 进行数值乘方和开方时,保留原来的有效数字。

(4) 测定平均值的精度应优于个别测定值,在计算不少于四个测定值的平均值时,平均值的有效数字的位数可以比单次测定值的有效数字增加一位。

(5) 常数不按有效数字的运算规则,其位数可以是无限的,根据需要确定有效数字的位数。

实验一 分析天平的使用

一、实验目的

1. 了解分析天平的构造。
2. 学会分析天平的使用。
3. 用直接法和减量法进行物质的精确称量。

二、实验原理

常用的天平有台式天平(又称台秤)、化学天平和分析天平等。一般来说,台式天平的感量(称量的精确程度)是0.1 g,化学天平的感量是0.01 g,而分析天平的感量是0.0001 g。分析天平是一种精密的称量仪器。分析天平种类很多,根据其结构的不同可分为摇摆天平、阻尼天平、电光天平(见图1-1)和电子天平等,其中电光分析天平使用广泛,在电光分析天平

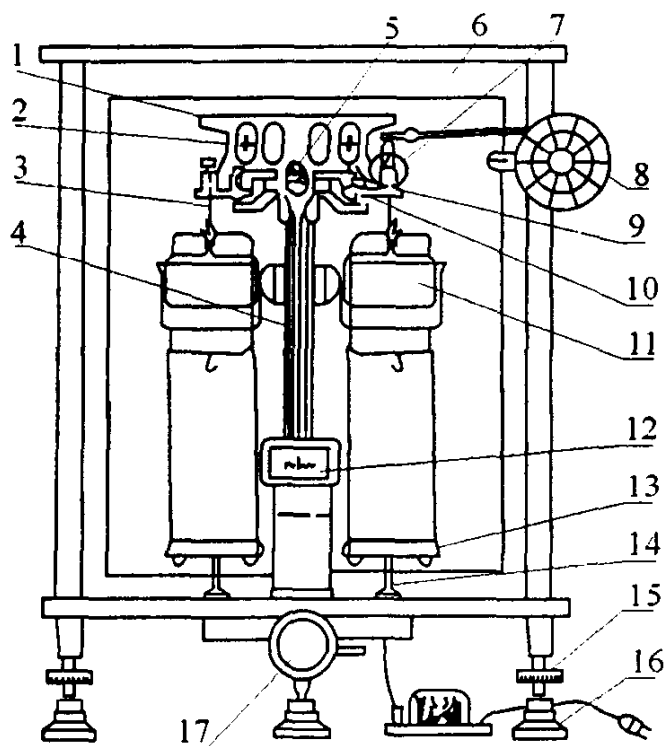


图 1-1 电光天平

1. 横梁 2. 平衡螺丝 3. 吊耳 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. 投影屏 13. 秤盘 14. 盘托 15. 螺丝脚 16. 垫脚 17. 旋钮

• 陈林根教授在第五届全国工程化学教学教材研讨会上建议“分析天平的使用”应让位于“电子天平的使用”,但考虑各校资源实际,仍将“分析天平的使用”列为实验内容。有条件的院校应使用“电子天平”,由于电子天平操作简单,不再赘述。

中又分半机械加码电光分析天平 and 全机械加码电光分析天平。为了更清楚地了解分析天平的构造,这里介绍半机械加码电光分析天平,它的最大载重量是 200 g,称量精确度可达 0.000 1g。

1. 半机械加码电光分析天平的构造

天平主要部件和它们的作用:

(1) 天平梁。它是天平的主要部件,梁上有 3 个玛瑙刀口,中间的刀口向下,用来支撑天平梁;左右两边的刀口向上,用来悬挂托盘。玛瑙刀口是天平的最重要的部件,刀口尖锐程度决定天平的灵敏度,使用中要注意保护刀口。

(2) 指针和标尺。指针固定在天平梁中央,当摆动天平梁时,指针随之摆动。指针下端装有标尺。标尺位置可通过光幕直接读出,从而确定天平梁的平衡位置。

(3) 升降枢。它是控制天平工作状态和休止状态的旋钮,即是天平的开关。

(4) 光幕。也称投影屏,位于天平指针下端标尺前。称量时,接通电源后,光源产生的光透过指针下端的标尺,并经光学放大,投影到光幕上。在光幕上能读出 0.1~10 mg 范围内的称量数值。

(5) 微动调节杆。安装在光幕下方,用于调整天平的零点。

(6) 托盘和天平框罩。天平有两个托盘,左盘放被称物体,右盘放砝码。天平框罩由木框罩和玻璃组成,可防止外界条件对称量的影响并对天平起保护作用。天平框罩上有 3 个门,左右侧门供取、放物体及砝码用,中间前门供安装、维修用,平常不启用。称量时一定要将 3 个门关闭,防止操作人员呼出的水汽或空气流动影响称量的精确度。

(7) 空气阻尼器。它是由两个内外互相罩合而又不接触的金属圆筒组成。当天平摆动时,由于两盒相对运动受到空气阻尼的作用,使天平很快停止摆动而达到平衡位置。

(8) 砝码和环码。每架天平都配有一套专用砝码,放在盒内一定位置上,其最大为 100 g,最小为 1 g,1 g 以下的用金属丝做成环码。环码安装在电光天平的右上角,通过机械加码装置(环码指数盘)来加减环码。转动环码指数盘可在 10~990 mg 范围内调节重量,其中大轮调节范围为 100~900 mg,小轮调节 10~90 mg 范围内的环码。

2. 半机械加码电光分析天平的使用方法

(1) 调整零点。天平“空”载时的平衡点称为零点。调整半机械加码电光分析天平的零点时,接通电源,轻轻开启升降枢(应全部启开旋钮),此时灯泡亮,光幕上可以看到标尺的投影在移动。当天平停止摆动时,光幕上的刻度和标尺上的零点应恰好重合。若不重合且偏离较大时,可用天平梁上两端的平衡调节螺丝加以调整;偏离较小时,可用光幕下方的微动调节杆进行调整,转动调节杆,直至使标尺上的零点与光幕上的刻线重合为止。

(2) 称量。先预称量,将被称量物放在台秤上粗称其质量。这样既可缩短称量时间,又可保护天平。然后,打开天平侧门,把被称量物放在电光分析天平左盘中央,根据台秤上粗称的质量在右盘中央放置相应质量的砝码。用左手慢慢开启升降枢(在整个称量过程中左手不应离开升降枢),仔细观察指针偏移方向。若指针偏向右盘,则表示砝码比物体轻,需添加砝码;反之,指针偏向左盘,需减些砝码,如此直至增减 1 g 砝码在光幕上仍不能得出读数时,改用环码指数盘来加减环码再继续称量,直至天平接近平衡。天平停止摆动即为停点(天平载重时的平衡点)。从光幕上读出并记录此数值,关好升降枢。重新开启升降枢,进行第二次测定。两次测定值相差不应超过 0.1 mg。在整个称量过程中,加减砝码或环码应从大到小逐步试

称。通过下式算出被称量物的质量(以 g 为单位时,应准确到小数点后第四位):

$$\text{被称量物的质量(g)} = \text{砝码质量(g)} + \text{环码质量(g)} + \text{光幕上的读数(g)}$$

样品的称量,应根据其性质的不同选用直接法或减量法进行。有些固体试样,如一般的金属、矿石等不易吸湿,在空气中性质稳定,可用直接法称量。即先称出硫酸纸或表面皿的质量 m_1 ,然后根据所需试样的质量,用药匙将待称试样逐一加在硫酸纸或表面皿上,再次称出试样与硫酸纸或表面皿的总质量 m_2 ,则 $(m_2 - m_1)$ 即为试样的质量。对易吸湿或在空气中不稳定的试样,可用减量法称量。这些试样一般盛装在称量瓶中,并需放在干燥器中保存。称量时先从干燥器中取出装有待测试样的称量瓶(用纸条套住称量瓶拿取),先称出其质量 m_2 ,然后慢慢倾倒出所需质量的试样,再称出该称量瓶的质量 m_1 ,则 $(m_2 - m_1)$ 即为倾倒出的试样的质量。

3. 电光分析天平的使用规则

(1) 首先检查天平是否处于水平位置,即观察横梁后边的水泡是否在中间,否则调整天平左右两只螺丝脚的高低。不要移动天平位置,如果天平发生故障,必须请指导教师修理。

(2) 不能使天平载重超过限度。不可将药品直接放在天平盘上,必须放在称量瓶、表面皿或其他容器中称量。天平上不能称热的或具有腐蚀性的物体。

(3) 禁止在天平摆动时取放砝码(或环码)或物体,将物体或砝码(或环码)放在天平盘(或天平梁)上或取下时,必须先休止天平。

(4) 禁止用手直接拿取砝码,要用镊子取放,完成称量后必须将砝码放回盒中原来位置。两盒砝码不可混用。在使用环码指数盘时,一定要轻轻地逐档扭转,以免损坏机械加码装置或导致环码掉落。一切操作都要细心,要轻拿轻放,轻开轻关。

(5) 将称量结果记在记录本或实验报告上,不要记在零星纸片上,以免遗失。称量完毕后,罩好天平罩,防止灰尘进入。

三、实验仪器与药品

1. 仪器:台秤、电光天平、称量瓶、镊子、硫酸纸、干燥器。

2. 药品: $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (固,分析纯)、铜片。

四、实验内容

1. 调整天平零点

2. 用直接法称量铜片

取一小张硫酸纸在电光天平上准确称量其质量 m_1 。用镊子从干燥器中取出一铜片,放在硫酸纸上,再在电光天平上准确称出其质量 m_2 ,则 $(m_2 - m_1)$ 即为铜片的质量。将硫酸纸上已称好的铜片包好,写上班级、姓名和所称质量,交给指导教师保存备用。

3. 用减量法称量硫酸铜晶体($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

(1) 实验前计算出配制 $250 \text{ cm}^3 0.2000 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3} \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 溶液所需硫酸铜晶体的质量。

(2) 打开干燥器的盖子,用洁净的纸条围住称量瓶的中间部分,用手夹持纸条,从干燥

器中取出盛有硫酸铜晶体的称量瓶,先在台秤上称量,再在电光天平上准确称出其质量 m_2 。

(3) 用左手藉纸条夹持称量瓶的中部,右手拿一小纸片包住称量瓶盖上的小尖头,然后略微倾斜称量瓶,用称量瓶的盖子轻轻敲击称量瓶上口边,使硫酸铜晶体($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)慢慢落入硫酸纸上(或其他容器中),再一边竖起称量瓶,一边用盖子在称量瓶口轻轻敲击几下,使沾在瓶口边上的硫酸铜晶体落回称量瓶中,盖上盖子,放回天平上称量。实验中往往不可能一次倾倒就使硫酸铜晶体接近需要量,要耐心、少量、逐次地倾倒,依此法再次称量,直到所需称量范围。准确称出最后一次倾倒的称量瓶的质量 m_1 ,则 $(m_2 - m_1)$ 即为硫酸铜晶体的质量。

将硫酸纸上(或其他容器中)已称好的硫酸铜晶体包好,写上班级、姓名和所称质量,交给指导教师保存备用。

五、预习要点

1. 了解电光天平的构造和使用。
2. 计算配制 250 cm^3 $0.2000\text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 溶液所需硫酸铜晶体的质量。

六、思考题

1. 什么是天平的零点和停点? 怎样调整电光天平的零点?
2. 往天平盘上放置待称量物体或加减砝码(或环码)时,为什么必须先休止天平?
3. 称量时如果天平指针偏向左边,需要加砝码还是减砝码? 为什么?

实验二 水的硬度测定与软化处理

一、实验目的

1. 了解水的硬度的表示方法及用配合滴定法测定水的硬度的基本原理和方法。
2. 了解用离子交换法软化水的基本原理和方法。
3. 进一步学习滴定等基本操作,学习离子交换树脂的使用方法。

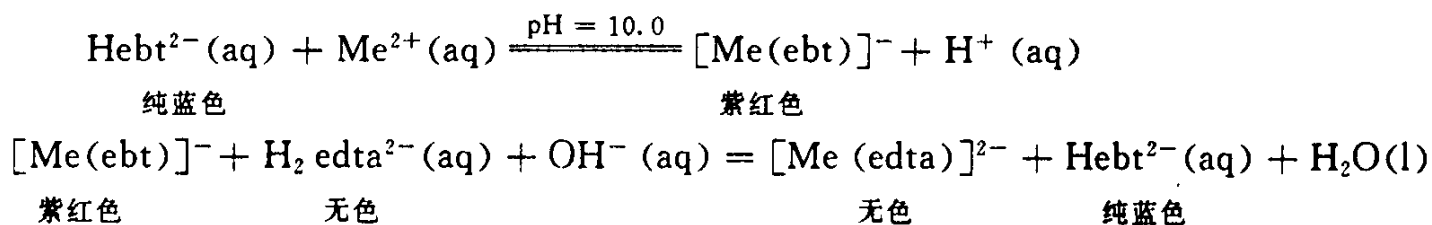
二、实验原理

水的硬度是指溶于水的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 的含量。钙、镁的酸式碳酸盐经加热易分解而析出沉淀,由这类盐所形成的硬度称为暂时硬度;而由钙、镁的硫酸盐、氯化物、硝酸盐所形成的硬度称为永久硬度。暂时硬度和永久硬度的总和称为总硬度。

硬度有多种表示方法。常用的方法是将水中含钙、镁的盐类都折算成 CaO ,以每立方分米水中含 10 mgCaO 为 1 度($^{\circ}$)。一般,将硬度大于 5 、 6 度的水称作硬水。

水的硬度的测定方法甚多,最常用的是 edta 配合滴定法。 edta 是乙二胺四乙酸根离子的缩写,常用 Y^{4-} 表示。由于乙二胺四乙酸在水中的溶解度很小,实验室中通常用其二钠盐($\text{Na}_2\text{H}_2\text{edta}$)配制溶液。

在测定过程中,控制适当的 pH 值,用少量铬黑 T ($\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{O}_7\text{N}_3\text{SNa}$,可缩写为 NaH_2ebt)作指示剂,水样中的少量 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 能与其反应,分别生成紫红色的配离子 $[\text{Mg}(\text{ebt})]^-$ 和 $[\text{Ca}(\text{ebt})]^-$,但其稳定性不及与 edta 所形成的配离子 $[\text{Mg}(\text{edta})]^{2-}$ 和 $[\text{Ca}(\text{edta})]^{2-}$ 。滴定时, edta 先与溶液中未配合的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 结合,然后与 $[\text{Ca}(\text{ebt})]^-$ 、 $[\text{Mg}(\text{ebt})]^-$ 反应,从而游离出指示剂 ebt ,使溶液颜色由紫红色变为纯蓝色,表明滴定达到终点。这一过程可用化学反应式表示(式中 Me^{2+} 表示 Ca^{2+} 或 Mg^{2+}):



根据下式可算出水样的总硬度:

$$\text{硬度} (^{\circ}) = 100 c(\text{edta}) \cdot V(\text{edta}) \cdot M \cdot (\text{CaO}) / V(\text{H}_2\text{O})$$

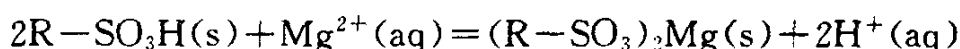
式中: $c(\text{edta})$ ——标准 $\text{Na}_2\text{H}_2\text{edta}$ 溶液的浓度($\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$);

$V(\text{edta})$ ——滴定中消耗的标准 $\text{Na}_2\text{H}_2\text{edta}$ 溶液体积(cm^3);

$V(\text{H}_2\text{O})$ ——所取待测水样的体积(cm^3);

$M(\text{CaO})$ —— CaO 的摩尔质量($\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$)。

硬水的软化方法很多,本实验采用离子交换法。732 型强酸型阳离子交换树脂是聚苯乙烯磺酸钠,可用 $R-SO_3Na$ 表示,经 HCl 溶液转型处理变成 $R-SO_3H$,可与水样中的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等阳离子进行交换,化学反应式可表示如下(以 Mg^{2+} 为例):



三、实验仪器和药品

1. 仪器

烧杯(100 cm^3 , 2 只; 250 cm^3)、锥形瓶(250 cm^3 , 2 只)、蒸发皿、试管、试管架、试管夹、铁架、螺丝夹、药匙、滴管、量筒(10 cm^3 , 2 只; 100 cm^3)、碱式滴定管(50 cm^3 , 2 支)、滴定管夹、白瓷板、洗瓶、玻璃漏斗、玻璃棒、广泛 pH 试纸、玻璃纤维、乳胶管。

2. 药品

氨(NH_3)-氯化铵(NH_4Cl)缓冲溶液($pH \approx 10$)、氢氧化钠 $NaOH$ (5%)、标准 Na_2H_2edta 溶液^[注1]、铬黑 T 指示剂(固体)^[注2]、三乙醇胺 $N(CH_2CH_2OH)_3$ (33%)、732 型强酸型正离子交换树脂(001×7,由实验室用酸转型处理)^[注3]、水样(可用自来水或泉水)^[注4]。

四、实验内容

1. 水的总硬度测定

用量筒量取 100.0 cm^3 水样,置于 250 cm^3 锥形瓶中,首先加入 5 cm^3 三乙醇胺 $N(CH_2CH_2OH)_3$ 溶液(用来掩蔽 Fe^{3+} 、 Al^{3+}),然后用 NH_3-NH_4Cl 缓冲溶液调节 pH 值为 10,再加少量铬黑 T 固体指示剂,振荡使之充分溶解。用标准 Na_2H_2edta 溶液滴定至溶液颜色由紫红色变为纯蓝色,即达到滴定终点。记录所消耗的标准 Na_2H_2edta 溶液体积。再测定一次(按分析要求,两次滴定误差不应大于 0.15 cm^3)。取两次数据的平均值,计算水样的总硬度。

2. 硬水软化-离子交换法

(1) 装柱。将已拆除下端尖嘴和玻璃珠的碱式滴定管作为交换柱(见图 2-1),于其底部塞入少量玻璃纤维,下端的乳胶管用螺丝夹夹住。将交换柱固定在铁架上。然后从滴定管上端向管内加入约 10 cm^3 去离子水(起何作用?),再将一玻璃漏斗插在滴定管上端,借助漏斗将正离子交换树脂和着去离子水装入柱内,

要求树脂堆积紧密,不带气泡,并使树脂始终被去离子水覆盖。树脂堆积高度为 15 cm 左右。

(2) 离子交换。将水样慢慢注入交换柱中,同时调节下端的螺丝夹使经离子交换后的流出水以每分钟 $25\sim 30$ 滴的流速滴出。弃去开始流出的约 20 cm^3 水,然后用小烧杯接取流出的水约 30 cm^3 ,留作检验 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 用。

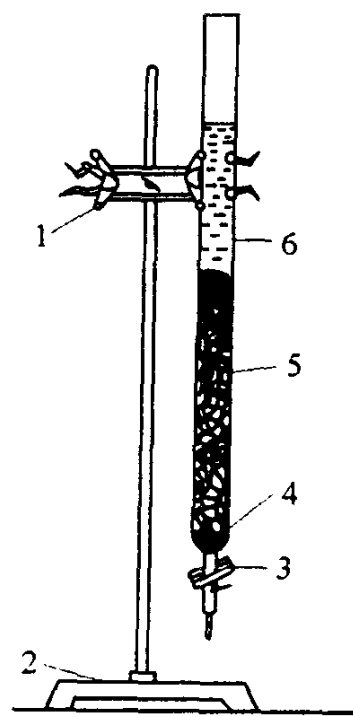


图 2-1 离子交换柱装置示意图

1. 滴定管夹 2. 铁架 3. 螺丝夹 4. 玻璃纤维
5. 离子交换树脂 6. 碱式滴定管

(3) Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 的检验。分别取水样及已经软化的水各约 5 cm^3 , 用 $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液调节 pH 值为 10, 再各加入微量铬黑 T 指示剂, 振荡使之溶解, 观察并比较颜色。判断是否含有 Ca^{2+} 和 Mg^{2+} 。

(4) 树脂回收。将交换柱下端的螺丝夹稍稍旋松, 然后迅速取下交换柱, 将树脂倒入指定回收处。

五、预习要点

1. 了解硬水、软水的区别及水的硬度的表示方法。
2. 明确 edta 配合滴定法测定水的硬度和离子交换法软化硬水过程中发生的主要化学反应。
3. 设计一种方法检验区分自来水样与软化水。

六、思考题

1. 用 edta 配合滴定法测定水硬度的基本原理是怎样的? 使用什么指示剂? 滴定终点的颜色变化如何?
2. 用离子交换法使硬水软化的基本原理是怎样的? 操作中有哪些应注意之处?

[注 1]

将 $\text{Na}_2\text{H}_2\text{edta} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 置于 80°C 烘箱中干燥 2 h, 冷却后用电子天平称取 3.7 g (四位有效数字), 然后用 1 dm^3 容量瓶配制成溶液, 并用 $0.01\text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 的标准钙离子溶液标定。标准钙离子溶液的配制方法为: 将基准 CaCO_3 (分析纯) 置于 110°C 烘箱中干燥 2 h, 冷却后称取 0.5~0.6 g (四位有效数字) 于小烧杯中, 加水润湿。用一表面皿遮盖烧杯口, 然后从杯嘴边缘逐滴加入 $2\text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{HCl}$ 溶液至 CaCO_3 完全溶解。用去离子水将可能溅到表面皿上的溶液淋洗入杯中, 再小心加热至沸, 待冷却后移入 500 cm^3 容量瓶中, 稀释至刻度。

[注 2]

称铬黑 T 0.5 g 和无水硫酸钠 50 g, 放入研钵中研细、研匀, 装入棕色瓶中, 置于干燥器中备用。

[注 3]

转型处理: 用 $1\text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{HCl}$ 溶液浸泡 24 h, 再用去离子水洗至中性。回收的树脂可用同样方法再生。

[注 4]

若水样总硬度大于 14° , 则取量应适当减少。若水样的酸性或碱性过高, 则应先用 NaOH 溶液或 HCl 溶液中和。