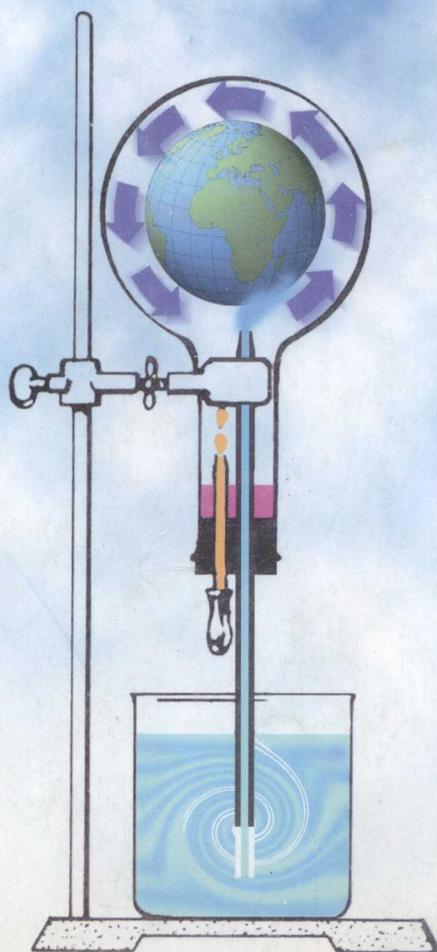


高等学校教材

通用化学实验技术

宋光泉 主编

下册



广东高等教育出版社

广东省高等学校“九五”规划重点教材

通用化学实验技术

下 册

宋光泉 主编

广东高等教育出版社

·广州·

图书在版编目 (CIP) 数据

通用化学实验技术 下册/宋光泉主编. —广州: 广东高等教育出版社, 1999.3

广东省高等学校“九五”规划重点教材

ISBN 7-5361-2277-2

I. 通… II. 宋… III. 化学-实验-高等学校-教材
IV. O6-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (1999) 第 07831 号

广东高等教育出版社出版发行

地址: 广州市广州大道北广州体育学院 20 栋

邮政编码: 510075 电话: 87552765

茂名广发印刷有限公司印刷

787 mm × 1 092 mm 16 开本 13.5 印张 346 千字

1999 年 3 月第 1 版 2002 年 9 月第 2 次印刷

印数: 5 601 ~ 7 600 册

定价: 20.00 元

主 编 宋光泉 (仲恺农业技术学院)
副主编 刘展眉 (仲恺农业技术学院)
张淑琼 (广西大学)
余荣阵 (广东高等教育出版社)

编著者 (以姓氏笔画为序)

卜宪章 (中山大学)
刘展眉 (仲恺农业技术学院)
宋光泉 (仲恺农业技术学院)
余荣阵 (广东高等教育出版社)
陈海德 (仲恺农业技术学院)
张淑琼 (广西大学)
陈 睿 (仲恺农业技术学院)
周家容 (仲恺农业技术学院)
林海琳 (仲恺农业技术学院)
谢天俊 (广西大学)
蒋林斌 (广西大学)

主 审 杨燕生 (中山大学)
肖畴阡 (仲恺农业技术学院)

序

由宋光泉先生主编的《通用化学实验技术》，是在新形势下供多种类型学校使用的通用教材，其指导思想符合形势要求，教材系统性强，内容先进，方法新颖，值得推广采用。

过去，化学实验教材是随着化学学科的发展而产生的，由此形成了原有教材的系统性。时至今日，在市场经济条件下，要求培养大量通识型人才；同时，在我国科技赶超国际水平的情况下，要求读者吸取百科之长，根据任务需要，进一步实现学科的综合与交叉，更有效地为国民经济服务。为此，主编人提出了新的体系。它具有下列特点：

一、考虑新时代的需要，系统性地选择了化学中 90 个有代表性的实验，相应于 9 大类实验技术。读者掌握了这 9 大类技术，就能掌握系统地分析和解决化学问题的基本方法和技能。

二、在教学内容上，重视采用先进技术。为加强综合性实验的整体性，采用了计算机模拟仿真等，为教育领域中的虚实 (virtual reality) 教育提供了基础。

三、在方法上，采用新颖的教学方法与管理方法，以加强教学效果。

与以前的同类教材比较，本教材更新的幅度较大，在出版前已受到各界关注。我建议在发行新教材的同时，要附有征询意见的表格，博取众长，以便在再版时更加完善。

张 懋 森

1998 年 6 月于中国科技大学

前 言

自本世纪初以来,随着科学技术的飞速发展,化学与其他学科间的相互交叉与渗透日益加强,使得化学分支学科越来越多。无机化学、有机化学、分析化学、物理化学、胶体化学及仪器分析等,相继成为高等院校的必修课。作为各化学分支所依附的实验也就应运而生。由于各分支化学实验追求的是自身的完美,突出的是个性的发展,因此,难以顾及横向综合。这种分割式的实验课程体系,不仅在内容上导致重复或脱节,而且化学实验的系统性差,大大削弱了化学实验作为一门学科的整体效应,既不适应市场经济条件下通识型人才的培养与教育,也不适应自然科学走向高度综合的发展态势。因此,我们在吸取北京大学、中山医科大学、河北农业大学等院校实验课程体系改革经验的基础上,结合编著者多年来的教学实践与体会,编写了《通用化学实验技术》一书。

为面向 21 世纪,编著者在编写过程中,力求使本书具有以下特色:

1. 系统性

本教材按由浅入深、由简到繁、循序渐进的规律,以操作技能的系统训练为主线,分 5 大部分介绍了通用化学实验基础、通用化学常规实验技术、基础仪器分析技术、通用化学综合应用实验技术及计算机在化学实验中的应用,并以 90 个代表性、实用性较强的实验为基础,贯穿于灯的使用和简单玻璃工技术、物质的分离与提纯技术、物质理化性质的检验技术、滴定分析技术、重(质)量分析技术、物质的合成技术、基础仪器分析技术、综合应用实验技术及计算机模拟化学实验技术等 9 大技术之中。通过本教材的学习,可对化学实验的基本知识和技能有一个较为全面和系统的了解,同时对如何从事科学研究,获取试验数据有一个较为清晰的轮廓。可以说,掌握了上述 9 大实验技术,就掌握了分析和解决化学问题的基本方法和技能。

2. 先进性

现代自然科学发展的一大特征就是从高度分化走向高度综合。高度分化是科学技术高度发展的结果,高度综合是学科相互渗透成为一个有机整体的必然趋势。本教材顺应历史的发展,将传统的无机化学实验、有机化学实验、分析化学实验、仪器分析实验、物理化学及胶体化学实验有机地融为一体,并增加了辐射面宽、知识容量大、实用性及可操作性强的综合实验,介绍了具有启发性和代表性的计算机模拟实验,增强了化学实验的整体感,从而构建了化学实验的新体系。

此外,计算机三维图像技术、综合运用模拟仿真技术、机器人传感技术、通信技术、显示技术等高新技术的蓬勃兴起及其应用领域的不断拓展,为化学实验向虚实(virtual reality)教育过渡提供了条件。因此,本教材引进了计算机在化学实验中的应用,为化学实验从模拟型 CAI (computer assisted instruction) 向虚实教育迈进

提供了信息或素材。

3. 新颖性

本教材的新颖性在于：①按实验技术的共性划分和选编实验，增加了化学实验的系统性；②增补了应用性强且具有可研究性的大综合实验内容；③介绍了计算机模拟化学实验的现状和发展趋势，为模拟型 CAI 的软件开发和应用打下基础；④实验部分的版面留有适当的空白，可供实验预习和记录用，有利于教材与实验预习和实验记录集于一体，便于原始记录的查找，增强了本书的实用性，提高了本书的收藏价值。

当然，使用本教材时也会碰到一些新的问题和挑战：综合实验的设置，给实验室管理带来了新的课题；教材自成体系，难以兼顾与相关理论课完全同步，等等。

值得庆幸的是，本书被列入了广东省高等学校“九五”规划重点教材，得到了广东省教育厅和仲恺农业技术学院的立项资助。同时，在本书的编写过程中，得到了仲恺农业技术学院教务处谢荣章、潘兆平、廖益、陈文冠、张志宇和凌志华先生，中国科技大学张懋森教授，南开大学林少凡教授和郑吉民副教授，北京大学华彤文教授，清华大学周广业副教授，浙江农业大学叶孟兆教授，华中农业大学严煤副教授，华南农业大学李江中和何庭玉副教授等的大力支持和帮助。尤其不能忘记的是，本书还融进了仲恺农业技术学院卢婉贞副院长及负责本书电脑绘图与排版工作的林波和周善海先生的智慧和汗水。在此谨向他们表示衷心感谢。

为确保本书的质量，本书初稿于 1995 年 12 月在广州召开的审稿会上进行了认真的审议；根据审议意见，经编著者反复修改和补充之后，由中山大学博士生导师杨燕生教授、仲恺农业技术学院肖畴阡副教授进行了审阅和修改；其中关于计算机在化学实验中的应用部分，还承蒙中国科技大学博士生导师张懋森教授审定。

限于编著者水平，对于书中不妥和错误之处，敬请读者在书后所附的读者意见卡中指正。

宋 光 泉

1998 年 6 月 8 日

目 录

第三部分 基础仪器分析技术

一、仪器分析发展概况	3
二、电化学分析技术	4
(一) 电化学分析法的分类	4
(二) 电化学分析法的特点	5
(三) 电化学分析法的应用	5
实验 61 电导率仪测定乙酸的电离常数	5
实验 62 电位差计测定原电池的电池电动势	10
实验 63 酸度计测定饮用水的 pH 值和 F^- 的含量	13
实验 64 酸度计测定沉淀滴定曲线及 Cl^- 的含量	21
实验 65 电泳仪测定 $Fe(OH)_3$ 溶胶的 ξ 电势	23
三、光化学分析技术	26
(一) 光化学分析法的分类	26
(二) 光化学分析法的特点	28
(三) 光化学分析法的应用	29
实验 66 阿贝折射仪测定乙醇的含量	29
实验 67 旋光仪测定蔗糖水解反应的速率常数	34
实验 68 分光光度计测定磷的含量	39
实验 69 分光光度计测定铁的含量	42
实验 70 紫外分光光度计测定维生素 A 的含量	44
实验 71 火焰光度计测定自来水中 K^+ 的含量	49
实验 72 原子吸收分光光度计测定饮用水中 Ca^{2+} 的含量	53
四、色谱分析技术	58
(一) 色谱法的分类	58
(二) 色谱法的特点	60
(三) 色谱法的应用	61
实验 73 气相色谱仪测定饮料中苯甲酸和山梨酸的含量	61
实验 74 反相离子对高效液相色谱仪定性分析硝基酚类化合物	69
五、其他分析技术	72
实验 75 乌氏粘度计测定乙醇的粘度	72
实验 76 氧弹量热计测定葡萄糖的燃烧焓	76

第四部分 通用化学综合应用实验技术

一、混合物的实验设计与测定技术	85
实验 77 混合酸(碱)测定方法的设计	85

实验 78 非酒精类饮料中合成色素的测定	87
二、农副产品的深度加工技术	91
实验 79 谷物种子中蛋白质组分的分别提取法	91
实验 80 从米糠中提取植酸钙和干酪素	93
实验 81 虾等的下脚料的深度加工技术——甲壳质和脱乙酰几丁的制备	99
实验 82 从猪血中提取 SOD 和凝血酶	102
三、实用有机合成及检测技术	106
实验 83 乙酸乙酯的合成及其产品含量的测定	106
实验 84 肥皂和洗涤剂的合成与比较	109
实验 85 驱蚊剂 <i>N, N</i> -二乙基-间甲基苯甲酰胺的合成	114
四、天然有机产物的分离、纯化与结构鉴定技术	119
实验 86 高良姜中有机化合物的分离、纯化及结构鉴定	119

第五部分 计算机在化学实验中的应用

一、计算机在化学实验中的应用简介	129
(一) 利用计算机预测化学反应条件	129
(二) 利用计算机提高测试选择性	129
(三) 利用计算机提高测试灵敏度	131
(四) 计算机辅助有机合成	132
(五) 计算机模拟化学实验	133
二、计算机对化学实验数据的处理	138
实验 87 滴定突跃的计算	138
实验 88 Cl_2CHCOOH 溶液 pH 值的计算	145
实验 89 水的质量热容测定数据的计算	148
实验 90 T 型电位滴定中试液含量的计算	153

附 录

附录一 标准电极电位 (298 K, 101 325 Pa)	161
附录二 常见酸、碱在水中的电离常数	165
附录三 难溶化合物的溶度积常数 (298 K)	166
附录四 常见配离子的稳定常数	167
附录五 常见药品中英文对照及分子式和相对分子质量	168
附录六 常见溶剂的性质与纯化	174
附录七 常见试剂的配制	178
附录八 常用基准物质及其干燥条件和标定对象	184
附录九 常用干燥剂的适用范围	185
附录十 实验能力考核的评价标准	186
附录十一 实验参考学时数	187
附录十二 问题与讨论参考答案	188

参考文献	204
------------	-----

第三部分

基础仪器分析技术

仪器分析(instrumental analysis)是以待测物质的物理或物理化学性质为基础,利用特殊的仪器进行分析的一类方法。在我国,从本世纪50年代起,仪器分析开始作为综合性大学化学系分析专业的课程。进入80年代后,我国许多高等学校的非化学专业也相继开设了仪器分析课程。现在仪器分析的应用已相当普及。它不仅分析物质的化学组成和含量,而且还用于结构分析、状态分析、表面分析、微区分析、化学反应有关参数的测定以及为其他学科提供各种有用的化学信息。毫无疑问,仪器分析不仅是重要的分析测试方法,而且是强有力的科学研究手段。常见的仪器分析法有电化学分析法、光化学分析法、色谱分析法、质谱分析法、热分析法和放射化学分析法等。由于仪器分析的涉及面宽,范围也难以准确界定,我们仅就在实际应用中遇到的一些基础仪器分析技术结合相应的实验作简要的介绍。

一、仪器分析发展概况

从本世纪 30 年代后期以来的几十年间, 由于原子能工业、半导体工业以及新兴工业的需要, 仪器分析得到了迅速的发展, 并逐渐成为分析化学的主要组成部分。在这一时期中, 科学技术的进步, 特别是一些重大的科学发现, 为许多新的仪器分析方法的建立和发展提供了良好的基础。

现代仪器分析的发展, 为分析化学的内容带来了革命性的变化。在过去, 分析化学长期以来是以化学方法为主, 而今天则毫无疑问地是以仪器方法为主; 过去是以单纯的分析方法的研究为主, 而今天则进一步要求对各种新技术及其有关理论进行研究; 过去是以无机物分析为主, 今天则更侧重于有机及生物物质的结构分析; 过去是以成分分析为主, 今天更要求兼顾物质的结构分析、状态和价态分析、微区分析及表面分析等。

综观仪器分析的历史和现状, 可以预计, 它今后会得到更迅速的发展和更广泛的应用, 并在许多领域中发挥更重要的作用。仪器分析的发展趋势可能有以下几个方面:

(1) 计算机技术在仪器分析中的应用将更加普遍和深入, 智能化的仪器分析方法将逐渐成为常规分析的重要手段。

(2) 仪器分析方法的灵敏度和选择性将进一步提高, 许多新的超痕量分析方法和超微量分析技术将逐步建立。

(3) 仪器分析方法将在更大程度上应用于物质的结构分析、状态和价态分析、表面分析及微区分析等, 同时许多学科的研究工作中将得到愈来愈广泛的应用。

(4) 仪器分析中各种方法的联用, 将进一步发挥各种方法的效能。这种联用方法无疑是解决复杂分析问题的有力手段。

(5) 仪器分析将进一步与生物学相结合, 用于生命过程的研究, 并作为有效的临床诊断方法。另一方面, 生物学中的酶催化反应与免疫反应等技术和成果也将进一步用于仪器分析, 进而开拓新的研究领域和方法, 如酶电极、免疫传感器、免疫伏安法、免疫发光分析法等。

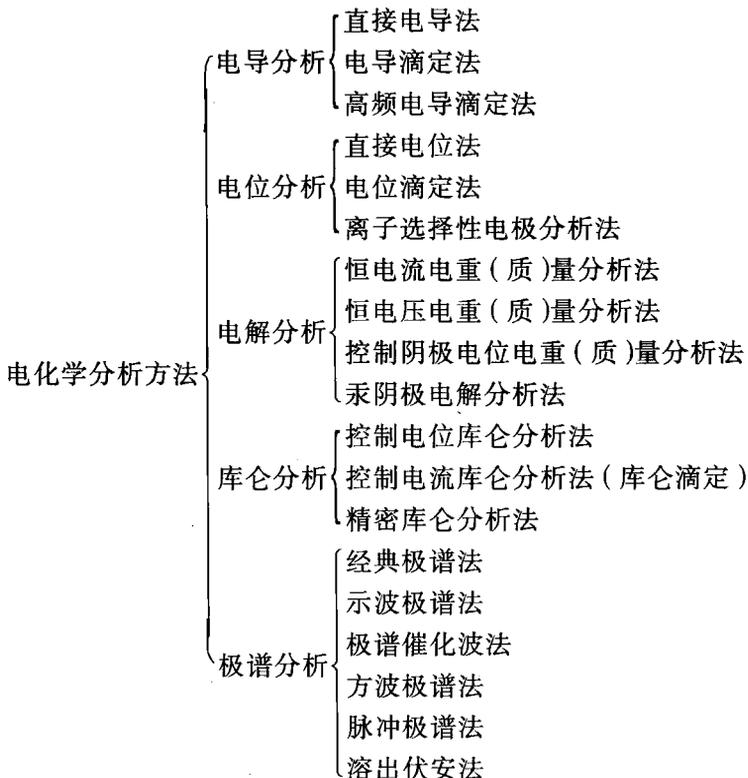
(6) 仪器分析方法将在各种工业流程及特殊环境(例如生物活体组织)中的自动监控或遥感检测中发挥重大的作用。在这一领域中, 各种新型化学传感器的研制将是十分重要的。

二、电化学分析技术

将化学变化与电的现象紧密联系起来学科便是电化学。应用电化学的基本原理和实验技术进行分析,就形成了电化学分析法。电化学分析是仪器分析的一个重要组成部分。它是将被测组分以适当形式置于电化学反应器——化学电池中进行检出和测定的方法。电化学分析法所要检测的通常是电阻(或电导)、电位、电流等电参量,或者某种电参量在变化过程中的变化情况,或者某一组分在电极上析出的固相质量,然后根据检测的电参量与被测物质含量之间的关系,对样品进行定量、定性分析。

(一) 电化学分析法的分类

电化学分析始于 19 世纪初,但到本世纪才得以迅速发展。目前,在不同领域中应用的分析方法已有数十种。由于各种电化学分析法的基本原理和检测电参量的手段不同,电化学分析的分类方法有多种多样。一般是根据所测得的电讯号的不同来进行划分的。最重要的电化学分析方法有:



(二) 电化学分析法的特点

电化学分析法具有下述特点:

① 分析速度快

电化学分析法一般都具有快速的特点,如极谱分析法有时 1 次可以同时测定数种元素。试样的预处理手续一般也比较简单。

② 灵敏度高

电化学分析法适用于痕量甚至超痕量组分的分析,如脉冲极谱法、溶出伏安法和极谱催化波法等都具有非常高的灵敏度,有的项目可测定浓度低至 $10^{-11} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 、含量为 10^{-9} 的组分。

③ 选择性好

电化学分析法的选择性一般都比较好,这也是使分析快速和易于自动化的一个有利条件。

④ 所需试样的量较少,适用于进行微量操作

微型离子选择性电极可直接刺入生物体内,测定血液甚至细胞内原物质的组成,进行活体分析和监测。

⑤ 仪器设备简单,易于自动控制

由于电化学分析法是根据所测量的电参量来进行分析的,因此易于采用电子系统进行控制,适用于工业生产流程的监测和自动控制以及环境保护监测等方面。而与许多现代化仪器分析方法比较,电化学分析法一般无需大型、昂贵的仪器设备,它所用的仪器都比较简单,调试和操作也比较简便。

(三) 电化学分析法的应用

电化学分析的方法很多,应用也非常广泛,本书仅选用了其中最常用的电导分析法、电位分析法等。

实验 61 电导率仪测定乙酸的电离常数

I. 实验目的

- (1) 熟悉电导率仪的工作原理及使用方法。
- (2) 测定弱电解质溶液的电导率,计算其电离度和电离平衡常数。

II. 实验用品

仪器: 恒温槽或超级恒温水浴、DDS - 11A 型电导率仪、烧杯。

药品: KCl, HAc。

III. 实验原理

AB型弱电解质在溶液中电离达平衡时, 电离平衡常数 K_a 与浓度 c 和电离度 α 有如下关系:

$$K_a = \frac{c \cdot \alpha^2}{1 - \alpha} \quad (1)$$

对于弱电解质来讲, 可以认为它的电离度 α 等于溶液在浓度为 c 时的摩尔电导率 Λ_m 和溶液在无限稀释时的摩尔电导率 Λ_m^∞ 之比, 即:

$$\alpha = \frac{\Lambda_m}{\Lambda_m^\infty} \quad (2)$$

代入式(1)得:

$$K_a = \frac{c \cdot \Lambda_m^2}{\Lambda_m^\infty (\Lambda_m^\infty - \Lambda_m)} \quad (3)$$

Λ_m^∞ 可以根据离子电导率计算出来。由于

$$\Lambda_m = \kappa \cdot \frac{1000}{c} \quad (4)$$

所以, 只要测定了溶液在浓度 c 时的电导率 κ , 即可根据上式计算其摩尔电导率。

IV. 实验技术

1. 测量原理

在电解质的溶液中, 带电的离子在电场的作用下, 产生移动而传递电荷, 因此, 电解质溶液具有导电作用。其导电能力的强弱用电导 G 表示, 单位西门子以符号 S 表示。因为电导是电阻的倒数, 因此, 测量电导大小的方法, 可用两个电极插入溶液中, 测出两极间的电阻即可。根据欧姆定律, 温度一定时, 这个电阻与电极的间距 l (cm) 成正比, 与电极的横截面积 A (cm²) 成反比, 即:

$$R = \rho \cdot \frac{l}{A} \quad (5)$$

式中: ρ 为电阻率。对于一个给定的电极而言, 电极面积 A 与间距 l 都是固定不变的, 故 $\frac{l}{A}$ 是一个常数, 称电极常数, 以 J 表示, 故式(5)可写成:

$$G = \frac{1}{R} = \frac{1}{\rho \cdot J} \quad (6)$$

式中, $\frac{1}{\rho}$ 称为电导率, 以 κ 表示, 由式(6)知其单位是 S · cm⁻¹。因此, 式(6)变为:

$$G = \frac{\kappa}{J}, \quad \kappa = G \cdot J \quad (7)$$

测量原理如图 3.2.1。由图可知：

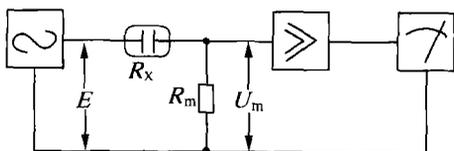


图 3.2.1 电导率测量原理图

的变化必将引起 U_m 作相应的变化。所以，通过测量 U_m 的大小，就可测得液体电导率的高低。

$$U_m = \frac{E \cdot R_m}{R_m + R_x} = \frac{E \cdot R_m}{R_m + J/\kappa} \quad (8)$$

式中： R_x 为待测液体的电阻； R_m 为分压电阻。

由式(8)可见，当 E 、 R_m 及 J 均为定值时，电导率 κ 的

2. 电导率仪的使用方法

电导率仪的仪器外形如图 3.2.2 所示。使用方法如下：

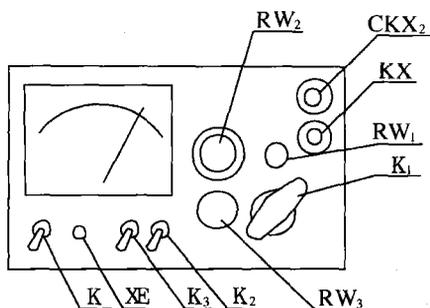


图 3.2.2 DDS-11A 型电导率仪的外形

RW_2 ——电极常数补偿调节器；
 CKX_2 ——10 mV 输出插口； KX ——
 电极插口； RW_1 ——电容补偿调节器； K_1 ——量程选择开关； RW_3 ——
 校正调节器； K_2 ——校正、测量开关； K_3 ——高周、低周开关；
 XE ——电源指示灯； K ——电源开关

(1) 在开电源开关前，观察表针是否指“0”，如不指“0”，可调节表头上的螺丝，使表针指“0”。

(2) 将校正、测量开关 K_2 扳在“校正”位置。

(3) 插接电源线，打开电源开关，并预热数分钟(至指针完全稳定下来时为止)，调节校正调节器使电表指示满度。

(4) 当使用 1~8 量程来测量电导率低于 $300 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 的液体时，选用“低周”，这时将 K_3 扳向“低周”即可；当使用 9~12 量程来测量电导率在 $300 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1} \sim 10^5 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 范围的液体时，则将 K_3 扳向“高周”。

(5) 将量程选择开关扳到所需的测量范围。如预先不知被测溶液电导率的大小，应先把其扳到最大电导率测量档，然后逐档下降，以防表针打弯。

(6) 电极的使用。使用电极时用电极夹夹紧电极的胶木帽，并把电极夹固定在电极杆上。

1) 如果被测溶液的电导率低于 $10 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ ，使用 DJS-1 型光亮电极。这时应把 RW_2 调节在与所配套的电极的常数相对应的位置上。例如，若配套电极的常数为 0.95，则应把 RW_2 调节在“0.95”处；又如，若配套电极的常数为 1.1，则应把 RW_2 调节在“1.1”的位置上。

2) 如果被测溶液的电导率在 $10 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1} \sim 10^4 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 范围，则使用 DJS-1 型铂黑电极。同上述把 RW_2 调节在与所配套的电极的常数相对应的

位置上。

3) 如果被测溶液的电导率大于 $10^4 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$, 以致用 DJS-1 型电极测不出, 则选用 DJS-10 型铂黑电极。这时, 应把 RW_2 调节在所配套电极的常数的 $1/10$ 位置上。例如, 若电极常数为 9.8, 则应使 RW_2 指在“0.98”位置上, 将所得的读数乘以 10, 即为被测溶液的电导率。

(7) 将电极插头插入电极插口内, 旋紧插口上的紧固螺丝, 再将电极浸入待测溶液中。

(8) 校正(当使用 1~8 量程时, 校正时 K_3 扳在“低周”; 当用 9~12 量程时, 校正时 K_3 扳向“高周”), 即将 K_2 扳在“校正”, 调节 RW_3 使指示满度。

【注意】 为了提高测量精度, 当使用“ $\times 10^3 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ ”和“ $\times 10^4 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ ”这两档时, 校正必须在电导池接妥(电极插头插入插孔, 电极浸入待测溶液中)的情况下进行。

(9) 此后, 将 K_2 扳向“测量”, 这时指示数乘以量程开关 K_1 的倍率即为被测溶液的实际电导率。例如 K_1 扳在 $0 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1} \sim 0.1 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 一档, 指针指示为“0.6”, 则被测溶液的电导率为 $0.06 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

(10) 当用 $0 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1} \sim 0.1 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 或 $0 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1} \sim 0.3 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 这两档测量高纯水时, 先把电极引线插入电极插孔。在电极未浸入溶液之前, 调节 RW_1 使电表指示为最小值(此最小值即电极铂片间的漏电阻, 由于此漏电阻的存在, 使得调 RW_1 时电表指针不能达到零点), 然后开始测量。

(11) 如果要了解在测量过程中电导率的变化情况, 把 10 mV 输出接至自动记录仪即可。

(12) 当量程开关 K_1 扳在“ $\times 0.1$ ”, K_2 在“低周”, 但电导池插口未插接电极时, 电表就有指示, 这是正常现象, 因为电极插口及接线有电容存在。只要调节电容补偿调节器, 便可将此指示调为 0。但不必这样做, 只须待电极引线插入插口后, 再将指示调为最小值即可。

(13) 用 1, 3, 5, 7, 9, 11 各档时, 读表面上面一条刻度(0~1.0); 而用 2, 4, 6, 8, 10 各档时, 读表面下面的一条刻度(0~3)。

3. 电极常数测定法

只要用未知常数的电极测量已知电导率的溶液, 即可求得电极常数。已知电导率的溶液可用 KCl 溶液, 各浓度 KCl 溶液在不同温度下的电导率可查文献获得。设所用 KCl 溶液的电导率为 κ , 用未知常数的电极测得其电导为 G , 则电极常数为:

$$J = \frac{\kappa}{G} \quad (9)$$

KCl 应为一级纯, 且应先经干燥处理。

用 DDS-11A 型电导率仪测电极常数的具体步骤如下(用 $0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的