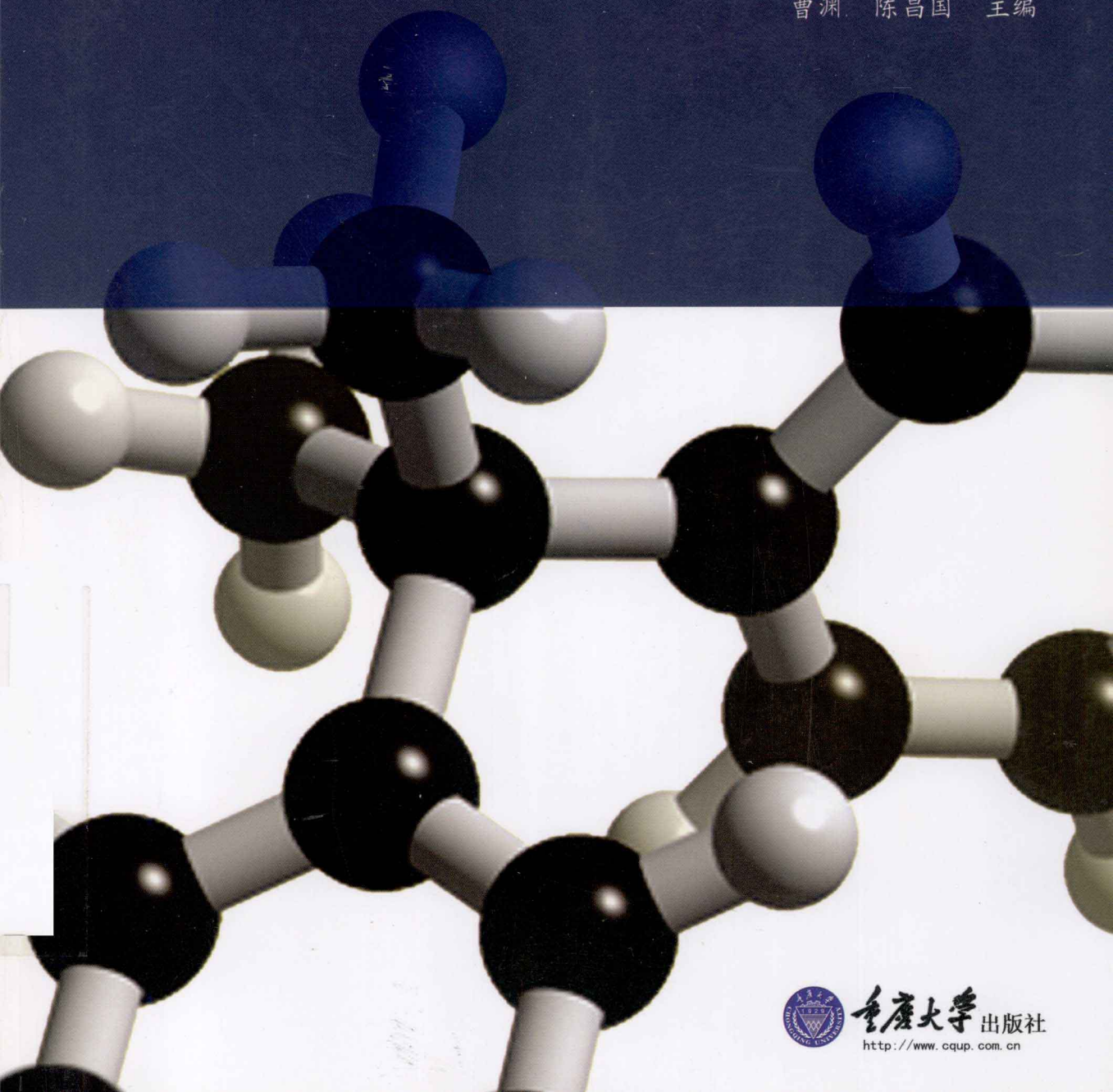


重庆市化学实验教学示范中心
重 庆 大 学 精 品 课 程 配套教材

现代基础化学实验

XIANDAI JICHU HUAXUE SHIYAN

曹渊 陈昌国 主编



重庆大学出版社
<http://www.cqup.com.cn>

现代基础化学实验

曹 渊 陈昌国 主编

重庆大学出版社

内 容 简 介

现代基础化学实验教材包括“现代基础化学实验”和“实验化学导论——技术与方法”,它是世界银行贷款建设项目“中国高等教育发展”的子项“重庆大学基础化学实验教学示范中心建设”的配套教材,在重庆大学教学改革项目和精品课程建设项目的资助下,经过第4次修订后,作为重庆市化学实验教学示范中心的配套教材。“现代基础化学实验”分为基本操作练习、物质的分离与提纯、物质的性质与鉴别、物质的定量分析与结构表征、物质的合成与制备、基本物理量与物化参数的测定及综合应用实验等7章及附录,编入125个实验,突破了无机化学、有机化学、分析化学、物理化学实验内容分类编著的界限,将四大基础化学实验内容按照新的思路重新整合,力求去粗取精,减繁就简,使之融为一体,在保证对学生的基本训练基础上,加强了创新意识的培养。本套书可作为各类大专院校化学、应用化学、材料、环保、制药、化工和医学等专业学生基础化学实验教材,也适用于高等职业院校相关专业,还可供有关专业技术人员参考使用。

图书在版编目(CIP)数据

现代基础化学实验/曹渊,陈昌国主编. —重庆:
重庆大学出版社,2010.10
ISBN 978-7-5624-5520-2

I. ①现… II. ①曹… ②陈… III. ①化学实验—医
学院校—教材 IV. ①O6-3

中国版本图书馆CIP数据核字(2010)第125640号

现代基础化学实验

曹 渊 陈昌国 主编

责任编辑:何 明 版式设计:李 懋
责任校对:贾 梅 责任印制:赵 晟

*

重庆大学出版社出版发行

出版人:邓晓益

社址:重庆市沙坪坝正街174号重庆大学(A区)内

邮编:400030

电话:(023) 65102378 65105781

传真:(023) 65103686 65105565

网址:<http://www.cqup.com.cn>

邮箱:fxk@cqup.com.cn (营销中心)

全国新华书店经销

重庆大学建大印刷厂印刷

*

开本:787×1092 1/16 印张:20.25 字数:505千

2010年10月第1版 2010年10月第1次印刷

印数:1—3 000

ISBN 978-7-5624-5520-2 定价:36.00元

本书如有印刷、装订等质量问题,本社负责调换

版权所有,请勿擅自翻印和用本书

制作各类出版物及配套用书,违者必究

前 言

现代基础化学实验教材包括“现代基础化学实验”和“实验化学导论——技术与方法”。它是世界银行贷款建设项目“中国高等教育发展”的子项“重庆大学基础化学实验教学示范中心建设”的配套教材;在重庆大学教学改革项目和精品课程建设项目的资助下,经过第4次修订后,作为重庆市化学实验教学示范中心的配套教材。

化学是以实验为主的基础学科之一,大学基础化学实验课程体系的改革与实践关系到我国化学化工以及相关专业高素质复合型人才的培养。在传统的化学实验教学课程体系中,大学基础化学实验课均是按照无机化学实验、有机化学实验、分析化学实验、物理化学实验等方式独立设课来进行划分和安排的。这种传统的教学课程体系具有系统性强等优点,但其布局则是各自独立、教学内容重复,难以适应新世纪培养高水平创新型人才的需要。为此,我们在利用世界银行贷款建设“基础化学实验中心”教学基地的同时,组织编写了这套大学基础化学实验课程教材。在教材的编写过程中,我们既重视利用兄弟院校大学基础化学实验课程的改革成果,又充分吸取重庆大学数十年来在大学基础化学实验教学中所积累起来的经验与特点。

参加本教材编写的有:曹渊、余丹梅、唐金晶(负责无机化学实验部分);马利、罗自萍、邹小兵、尹伟(负责有机化学实验部分);徐溢、季金苟(负责分析化学实验部分);孙大贵、高文亮(负责物理化学实验部分)等。全套书由陈昌国教授组织编写,本册由曹渊副教授统稿。

编写现代基础化学实验教材是为了探索并建立新的实验教学模式和课程体系,难度较大,书中难免存在不足之处,特请使用本教材的老师和同学们提出宝贵的意见和建议,以供进一步修改。

编 者
2010年7月



目录

1 基本操作练习	1
实验 1 玻璃仪器的洗涤、干燥和使用	1
实验 2 玻璃的简单加工操作	3
实验 3 化学试剂的取用和加热	5
实验 4 称量练习与分析量器的校正	6
实验 5 酸(HCl)碱(NaOH)标准溶液的配制与标定	8
实验 6 容量法测定气体常数	10
实验 7 熔点的测定及温度计校正	12
实验 8 恒温水浴器的性能测定	15
2 物质的分离与提纯	19
实验 9 粗食盐的提纯	19
实验 10 萘的重结晶	21
实验 11 工业乙醇的蒸馏与精制	22
实验 12 乙酰乙酸乙酯的水蒸气蒸馏	25
实验 13 乙酰乙酸乙酯的减压蒸馏	26
实验 14 有机混合物的萃取分离	29
实验 15 茶叶中提取咖啡因	30
实验 16 混合氨基酸的纸色谱分离	31
实验 17 邻间对硝基苯胺的薄层层析分离	33
实验 18 菠菜中提取叶绿素与柱层析分离(设计性实验)	35
3 物质的性质与鉴别	38
实验 19 化学反应速率与活化能	38
实验 20 沉淀反应与电离平衡	41
实验 21 氧化还原反应与电极电势	44
实验 22 s 区元素——碱金属和碱土金属	47
实验 23 p 区元素——卤素	49
实验 24 p 区元素——硫	53
实验 25 p 区元素——氮族	56
实验 26 p 区元素——碳族	60
实验 27 p 区元素——硼铝铍	63
实验 28 d 区元素——铬和锰	66



实验 29	d 区元素——铁钴镍	68
实验 30	d 区元素——钛和钒	72
实验 31	ds 区元素——铜锌分族	74
实验 32	离子鉴定和未知物的鉴别(设计性实验)	77
实验 33	脂肪烃的性质	78
实验 34	芳烃和卤代烃的性质	82
实验 35	醇和酚的性质与鉴定	86
实验 36	醛酮的性质(设计性实验)	91
实验 37	羧酸及其衍生物的性质	95
实验 38	胺的性质	99
实验 39	糖的性质	102
实验 40	氨基酸和蛋白质的性质	107
4	物质的定量分析与结构表征	110
实验 41	混合碱中组分含量的测定	110
实验 42	食醋总酸度的测定	111
实验 43	天然水硬度的测定	112
实验 44	铝合金中铝含量的测定	115
实验 45	过氧化氢含量的测定	116
实验 46	铁矿石中铁含量的测定	118
实验 47	铜合金中铜含量的测定	119
实验 48	可溶性氯化物中氯含量的测定	121
实验 49	可溶性硫酸盐中硫含量的测定	123
实验 50	白云石中钙镁含量的测定	125
实验 51	葡萄糖含量的测定(间接碘量法)	126
实验 52	污水中苯酚含量的测定	128
实验 53	蛋壳中 CaO 含量的测定(设计性实验)	130
实验 54	离子选择性电极测定水中 F^-	130
实验 55	自动电位法滴定 Cl^- 和 I^-	132
实验 56	分光光度法测定铁(邻二氮菲法)	135
实验 57	分光光度法测定水中 N(氨 N 和亚硝 N)	137
实验 58	分光光度法测定配合物组成及稳定常数	139
实验 59	分光光度法测定配合物的分裂能 $\Delta(10Dq)$	142
实验 60	紫外光谱法测定扑尔敏含量	143
实验 61	固体和液体样品的红外光谱分析	145
实验 62	红外光谱法鉴别丁烯二酸的顺反结构	148
实验 63	气相色谱法分离与鉴别苯系物	150
实验 64	核磁共振谱测定四氢呋喃的结构	151

5 物质的合成与制备	154
实验 65 硫酸亚铁铵的制备	154
实验 66 废铜屑制备硫酸铜	156
实验 67 二氧化锰制备碳酸锰(设计性实验)	158
实验 68 印刷电路腐蚀废液的回收(设计性实验)	159
实验 69 环己烯的制备	160
实验 70 正溴丁烷的制备	162
实验 71 1-甲基环己醇的制备	163
实验 72 三苯甲醇的制备	165
实验 73 正丁醚的制备	167
实验 74 对叔丁基苯酚的制备	168
实验 75 对甲苯乙酮的制备	169
实验 76 环己酮的制备	171
实验 77 乙酸乙酯的制备	172
实验 78 乙酰乙酸乙酯的制备	174
实验 79 甲基橙的制备	176
实验 80 肉桂酸的制备	178
实验 81 对甲苯磺酸的制备	179
实验 82 内型-降冰片烯-顺-5,6-二羧酸酐的合成	180
实验 83 二苯酮的制备	182
实验 84 环己酮肟的制备	183
实验 85 对氨基苯甲酸的制备	184
实验 86 阿斯匹林及扑炎痛的制备	186
实验 87 苯甲酸乙酯的制备	188
实验 88 己二酸的合成	190
实验 89 乙酸异戊酯的制备	191
实验 90 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备(设计性实验)	192
6 基本物理量与物化参数的测定	193
实验 91 化学反应焓变的测定	193
实验 92 量热法测定萘的燃烧热	195
实验 93 环己烷-乙醇双液系气液平衡相图的测定	199
实验 94 步冷曲线法绘制 Sn-Bi 二元合金相图	203
实验 95 硫酸铜的差热分析	205
实验 96 饱和蒸汽压法测定乙醇的气化热	209
实验 97 氨基甲酸铵分解反应热力学函数的测定	211
实验 98 电导率法测定醋酸的电离常数	215
实验 99 电动势法测定化学反应的热力学函数	217
实验 100 电动势法测定溶液的 pH 值	220



实验 101	氢过电位的测量	224
实验 102	恒电势法测碳钢的阳极极化曲线	227
实验 103	旋光法测定蔗糖水解速率常数	231
实验 104	电导法测定乙酸乙酯皂化反应速率常数	234
实验 105	电动势法测甲酸氧化动力学参数	236
实验 106	最大气泡法测定溶液的表面张力	239
实验 107	粘度法测定高聚物的平均分子量	243
实验 108	溶液吸附法测定固体的比表面积	246
实验 109	介电常数溶液法测定丙醇分子的偶极矩	250
实验 110	古埃磁天平法测定物质的磁化率	254
7	综合应用实验	260
实验 111	水质检验	260
实验 112	酸牛乳酸度的测定	264
实验 113	维生素 C 药片的分析检验	264
实验 114	土壤中腐殖质含量的测定	266
实验 115	硅酸盐中硅含量的测定	267
实验 116	离子交换法测定氯化铅的溶解度	269
实验 117	混合溶液($\text{MnO}_4^-/\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$)的分光光度分析	271
实验 118	含铬废水的处理与检验	272
实验 119	三草酸合铁Ⅲ酸钾的制备及其配阴离子电荷数的测定	274
实验 120	铬铁矿制备重铬酸钾及产品检验	276
实验 121	沸石分子筛的水热合成及表征	279
实验 122	四苯基卟啉的制备及结构表征	282
实验 123	气相色谱法测定非电解质无限稀释活度系数	284
实验 124	B-Z 振荡反应	289
实验 125	BET 法测定固体催化剂的比表面	293
附录		298
主要参考书目		314

1 基本操作练习

实验 1 玻璃仪器的洗涤、干燥和使用

1. 实验概述

洗涤玻璃仪器是化学实验前必须做的一项准备工作,仪器洗涤是否符合要求,对实验结果的准确性和精密度均有影响。洗刷仪器时,应首先将手用肥皂洗净,以免手上的油污附在仪器上,增加洗刷的困难。如仪器长久存放附有尘灰,应先用清水冲去,再按要求选用洁净剂洗刷或洗涤。如用去污粉,将刷子蘸上少量去污粉,将仪器内外全刷一遍,再边用水冲边刷洗至肉眼看不见有去污粉时,用自来水洗 3~6 次,再用蒸馏水冲 3 次以上。一个洗干净的玻璃仪器,应该以挂不住水珠为度。如仍能挂住水珠,需要重新洗涤。用蒸馏水冲洗时,要用顺壁冲洗方法并充分震荡,经蒸馏水冲洗后的仪器,用指示剂检查应为中性。实验经常要用到的仪器应在每次实验完毕后洗净干燥备用。

2. 实验目的

- ①掌握常用仪器的洗涤和干燥方法。
- ②掌握量筒、移液管、滴定管量取液体的方法。

3. 实验器材

(1)仪器 试管架,试管,玻棒,吸管,150 mL 烧杯,100 mL、10 mL 量筒,20 mL 移液管,10 mL 吸量筒,酸式滴定管,碱式滴定管。

(2)试剂 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 溶液, $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液,铬酸洗液。

4. 实验方法

(1)洗实验器皿 用自来水和去污粉刷洗小烧杯和试管、玻棒等,检查是否洗净。将洗净的试管烘干。

(2)量筒的使用 分别用 100 mL 量筒量取 26.0 mL 的水,用 10 mL 量筒量取 4.5 mL 的水。

(3)试管容量的估计 小试管装满水,倒入 10 mL 的量筒中,记下量得的毫升数。将试管盛少量的水,根据水的体积占试管的长度,估计水的体积,然后倒入量筒中,检查估量是否正确,重复操作直至估量误差不超过 $\pm 0.5 \text{ mL}$ 为止。



(4) 移液管的使用 用洗液、自来水、蒸馏水依次洗涤移液管洗至内壁不挂水珠为止。洗涤时,按图 1.1 吸取洗液约 $1/3$ 体积(注意移液管下端要保持在液面下 10 mL)。取出后,逐渐平放、转动,使移液管的球部每一处都经洗液洗涤,然后从上端倒洗液回洗液瓶。用自来水冲洗,用蒸馏水漂洗。洗净后,吸取少量要移取的液体,漂洗 3 次(为什么?),然后吸取液体至标线刻度以上,迅速用食指按住上部管口,取出靠在容器的壁上,稍微放松食指,使标线上的液体缓缓流出,当液体的弯月面最低处与标线相切时,按紧管口,使液体不再下流,取出移液管,移至准备接受液体的容器中,仍使其出口尖端与容器壁接触,让接受器倾斜,移液管保持垂直,支起食指,使液体自由顺壁流入接受器中(见图 1.1),待液体全部流出后,约等 15 s,取出移液管。

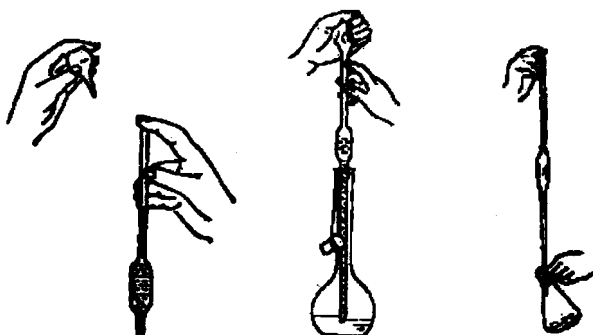


图 1.1 用移液管移取液体

按以上步骤操作,用 20 mL 移液管,量取蒸馏水 20 mL,直至能正确操作为止。

吸量管的使用方法与移液管相仿。用吸量管每次量取稀盐酸溶液 4.5 mL,直至能正确操作为止。

(5) 滴定管的使用 检查滴定管是否漏水。不漏水时,才能洗涤使用,洗涤时用试管刷蘸肥皂水刷洗,然后用自来水冲洗、蒸馏水漂洗(注意活塞下方的玻璃管也要冲洗)。必要时可先用洗液漂洗。

洗涤后的滴定管在装入液体前,一定要用少量待装的液体漂洗 3 次。

洗涤过程中,用左手练习活塞的开起或挤压玻璃球以流出液体。

装液体半满后,排除出口管中的气泡。酸式滴定管只需将活塞打开,利用激流将气泡冲出。碱式滴定管,将出口玻璃尖管向上,挤压玻璃球,使气泡随液体从出口排出(图 1.2)。



酸式滴定管(左手旋转活塞)



碱式滴定管(挤压玻璃球)

图 1.2 滴定管中气泡的排除方法

从酸式滴定管中量取 13.50, 24.62 mL 的 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 溶液。
从碱式滴定管中量取 11.26, 21.44 mL 的 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液。
经教师检查, 认为操作和读数均正确为止。

思考题

- (1) 什么情况才选用重铬酸钾洗涤仪器? 使用该洗液时应注意什么?
- (2) 选择何种洗涤剂方能洗净管壁沾有二氧化锰和油污的试管?
- (3) 烘干试管时为何管口要略向下倾斜?
- (4) 为什么量筒不允许倒入热溶液, 不允许在量筒内配制溶液。为什么移液管不允许吸量热溶液, 滴定管也不允许装入热溶液?
- (5) 滴定管下端如有气泡必须排除后才使用。如果不排气泡会带来什么影响?

实验 2 玻璃的简单加工操作

1. 实验概述

虽然标准磨口玻璃仪器的普及使用为仪器的连接装配带来极大的方便, 但在许多情况下仍需实验者自己动手做玻璃的简单加工, 如测熔点或减压蒸馏所用的毛细管, 导入或导出气体所用的玻璃弯管以及滴管、玻璃药匙、搅拌棒等。简单玻璃工操作主要指玻璃管和玻璃棒的切割、弯曲、拉伸、按压和熔封等。

2. 实验目的

- ① 学会酒精灯、酒精喷灯的正确使用。
- ② 练习截、弯、拉玻璃管(棒)的基本操作。
- ③ 练习塞子的钻孔操作。

3. 实验器材

酒精喷灯, 酒精灯, 玻璃管, 玻璃棒, 橡皮塞, 三角锉刀(或小砂轮片), 钻孔器, 小圆锉, 塑料瓶, 乳胶管, 小木方, 火柴。

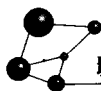
4. 实验方法

1) 灯的使用

- ① 观察酒精灯的构造, 熟悉操作方法。
- ② 按酒精喷灯的使用方法, 点燃酒精喷灯, 将火焰调至稳定。

2) 截断玻璃管和玻璃棒

- ① 用一些废玻璃管(棒)反复练习切断玻璃管和玻璃棒的基本操作。
- ② 制作长 16 cm, 14 cm 的玻璃棒各 1 根, 并烧熔好断口(不要烧过头)。玻璃棒的直径选取 4~5 mm 为宜。



3) 拉细玻璃管和玻璃棒

- ①练习拉细玻璃管和玻璃棒的基本操作。
- ②制作小玻璃棒和滴管各 2 支,规格如图 2.1 所示。

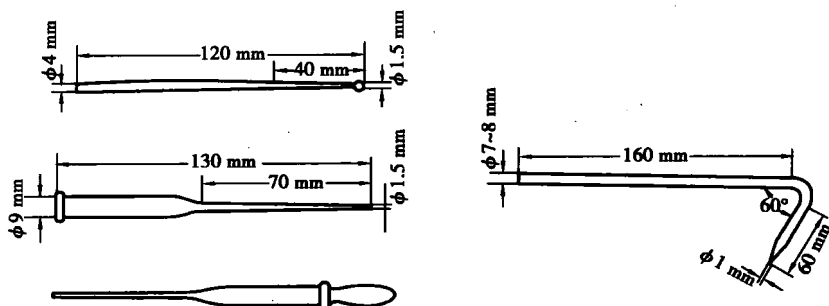


图 2.1 加工玻璃件的规格

烧熔滴管小口一端要特别小心,不能长久地置于火焰中,否则,管口直径会收缩,甚至封死。熔烧滴管粗口一端则要完全烧软,然后在石棉网上垂直加压(不要用力过大),使管口变厚略向外翻,以便套上橡皮帽。制作的滴管规格要求是从滴管中每滴出 20 ~ 25 滴水的体积约等于 1 mL。

4) 弯曲玻璃管

- ①练习玻璃管的弯曲,弯成 120° , 90° , 60° 等角度。
- ②制作上述规格的玻璃管各 1 根(图 2.1),准备装配洗瓶(塑料)用。

5) 塞子钻孔

- ①按塑料瓶口的直径大小选取一个合适的橡皮塞,塞子应以能塞入瓶口 $1/3$ 为宜。
- ②根据玻璃管直径选用一钻孔管,在所选胶塞中间钻一孔。

6) 装配洗瓶

①把制作好的弯管按图 2.2 所示的方法,边转边插入胶塞中去。操作时可先将玻璃管蘸些水以保持润滑,不要硬塞。孔径过小时可以用圆锉把孔锉大一些,否则玻璃管易折断而伤手。

②把已插入橡胶塞中去的玻璃管的下半部再按图 2.3 的要求,用火加热玻璃管下端 3 cm 处(若有水需火烘干),弯出一个 150° 角,此角和上面的 60° 角是同一方向,还必须在同一平面上。

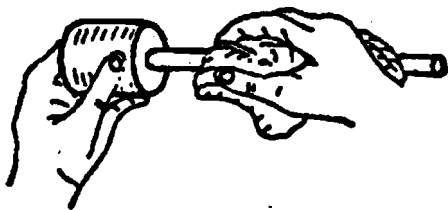


图 2.2 玻管套上塞子

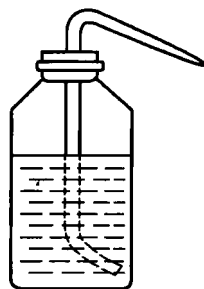


图 2.3 装配的洗瓶

思考题

- (1) 为什么往酒精灯、酒精喷灯中加入酒精要适量?
- (2) 在本实验中为避免玻璃刺伤和烫伤皮肤要特别注意些什么?
- (3) 弯曲较小锐角的玻璃管时,为什么要采取多次加热弯曲的操作?
- (4) 在塞子钻孔操作中,怎样才能使钻出的孔道大小适宜和不歪斜?

实验3 化学试剂的取用和加热

1. 实验概述

取用固体试剂要用干净的药勺,用过的药勺必须洗净和擦干后才能再使用,以免沾污试剂。取用试剂后立即盖紧瓶盖。称量固体试剂时,必须注意不要取多,取多的药品,不能倒回原瓶。一般的固体试剂可以放在干净的纸或表面皿上称量。具有腐蚀性、强氧化性或易潮解的固体试剂不能在纸上称量,应放在玻璃容器内称量。有毒的药品要在教师的指导下处理。

从滴瓶中取液体试剂时,要用滴瓶中的滴管,滴管不能伸入所用的容器中,以免接触器壁而沾污药品。从试剂瓶中取少量液体试剂时,则需要专用滴管。装有药品的滴管不得横置或滴管口向上斜放,以免液体滴入滴管的胶皮帽中。从细口瓶中取出液体试剂时,用倾注法。先将瓶塞取下,反放在桌面上,手握住试剂瓶上贴标签的一面,逐渐倾斜瓶子,让试剂沿着洁净的试管壁流入试管或沿着洁净的玻璃棒注入烧杯中。取出所需量后,将试剂瓶扣在容器上靠一下,再逐渐竖起瓶子,以免遗留在瓶口的液体滴流到瓶的外壁。

在试管里进行定性实验,若不需要准确量取液体体积,可以估计取出液体的量。例如用滴管取用液体时,1 cm 相当于多少滴,5 cm 液体占一个试管容器的几分之几等。倒入试管里的溶液的量,一般不超过其容积的 $\frac{1}{3}$ 。

定量取用液体时,用量筒或移液管取。量筒用于量度一定体积的液体,可根据需要选用不同量度的量筒。

2. 实验目的

- ① 掌握化学试剂的取用和加热方法。
- ② 学会试纸的使用方法。

3. 实验器材

(1) 仪器 研钵,带橡皮塞和玻璃弯管的大试管,试管,铁架台,自由夹,温度计(673 K 以上),50 mL 烧杯,酒精灯,小木块,pH 试纸(1~14), $\text{Pb}(\text{Ac})_2$ 试纸。

(2) 试剂 $5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HCl}$ 溶液, $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液, $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{Na}_2\text{CO}_3$ 溶液, $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NaAc}$ 溶液, $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{AgNO}_3$ 溶液, $0.02 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{MnSO}_4$ 溶液,酚酞溶液, $\text{NH}_4\text{Cl}(\text{s})$, $\text{Ca}(\text{OH})_2(\text{s})$, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8(\text{s})$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}(\text{s})$, Zn 粉, S 粉。

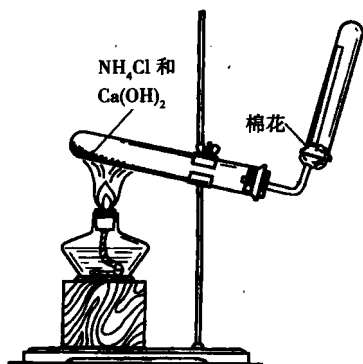
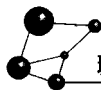


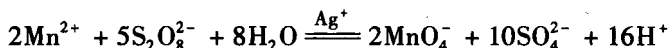
图 3.1 制备氨的装置

4. 实验方法

(1) NH_3 的制备 取等量(约 1 g)的 $\text{NH}_4\text{Cl}(\text{s})$, $\text{Ca}(\text{OH})_2(\text{s})$, 放在研钵内混合均匀(这时可闻到氨的臭味, 用湿润的酚酞试纸检查, 试纸可变红)。将混合物装入一支干燥的试管中, 按图 3.1 把仪器装好(管底略高于管口), 微热混合物, 用排气法在另一支干燥试管中收集氨气, 待管内充满氨气后(如何判断?) 轻轻地取下试管, 用橡皮塞塞住管口, 停止加热, 同时将盛氨气的试管倒立在盛水蒸发皿中, 取开橡皮塞, 观察管内的水面上升。用 pH 试纸试验水的酸碱性。

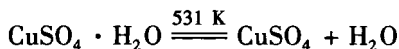
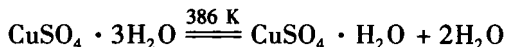
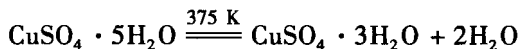
(2) $\text{Na}(\text{Ac})_2$ 的水解 取 1 mL 的 $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NaAc}$ 于试管中, 滴 1 滴酚酞溶液, 摇匀, 观察颜色, 然后煮沸, 再观察溶液的颜色。用精密 pH 试纸检查溶液的 pH。

(3) $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ (过二硫酸钾) 的氧化性 在试管中加入 5 mL 的 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液、5 mL 蒸馏水、1 滴 $0.02 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{MnSO}_4$ 溶液和 1 滴 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{AgNO}_3$ 溶液, 混合均匀。再加入少量 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 固体, 水浴加热。观察溶液颜色有何变化。反应式:



(4) ZnS 与 HCl 反应 用角勺取锌粉半勺、硫粉一勺, 放入研钵混匀后, 倒入试管中, 加 1 滴 $5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HCl}$, 把湿润的 $\text{Pb}(\text{Ac})_2$ 试纸放在管口, 观察试纸颜色变化, 并闻一下试管内冒出气体的气味。写出反应式。

(5) 由 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 制备 CuSO_4 在不同温度下, 水合硫酸铜逐渐失水而成白色粉末状的无水硫酸铜:



取约 1 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 放入干燥的瓷坩埚中, 将坩埚放在砂浴锅内, 使其 3/4 的体积埋入砂中, 再在靠近坩埚的砂浴内插入 1 支温度计 (873 K), 它的末端与坩埚的底部同一水平。将砂浴慢慢加热至 853 K, 维持温度 5 ~ 20 min, 停止加热, 将坩埚移入干燥器中, 冷至室温, 即可得无水硫酸铜。

实验 4 称量练习与分析量器的校正

1. 实验概述

分析化学实验是一门重要的基础课, 在工农业生产、科学研究及国民经济各部门中起着重要的作用。称量和分析量器的校正是分析化学的基本操作技能, 也是其他化学实验的基

础,要求同学们能正确和熟练地掌握。通过本实验的学习,培养严谨的工作作风和实事求是的科学态度,树立严格的“量”的概念,为将来从事化学教学和科研等工作打下坚实的基础。

2. 实验目的

- ①了解分析天平的构造,学会正确的称量方法。
- ②掌握在称量中如何运用有效数字。
- ③掌握分析量器的校准原理和方法。

3. 实验器材

(1)仪器 分析天平,台平,100 mL 容量瓶,50 mL 滴定管,50 mL 带塞锥形瓶,温度计($0 \sim 50\text{ }^{\circ}\text{C}$)。

(2)试剂 蒸馏水。

4. 实验方法

1) 容量瓶的校准

将 100 mL 容量瓶洗净、晾干,在 $(20 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ 的实验室恒温,在天平上准确称量。取下容量瓶,注入已在实验室恒温的纯水至标线以上几毫米,等待 2 min,用滴管吸出多余的水,使弯液面的最低点与标线的上边缘水平相切(此时调定液面的方法与使用时有所不同,但效果相同),盖上瓶塞,再准确称量,然后测定容量瓶中的水温。两次称量之差即该容量瓶容纳纯水的质量,按下式计算该容量瓶的实际容量:

$$V_{20} = (m_L - m_E) [1/(\rho_w - \rho_A)] (1 - \rho_A/\rho_B) [1 - \gamma(t - 20\text{ }^{\circ}\text{C})]$$

式中 m_L ——盛水容器的质量,g;

m_E ——空容器的质量,g;

ρ_w ——温度为 t 时的纯水密度, $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$;

ρ_A ——空气密度, $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$;

ρ_B ——砝码密度, $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$;

γ ——量器材料的体热膨胀系数, $^{\circ}\text{C}^{-1}$;

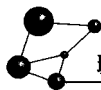
t ——校准时所用纯水的温度, $^{\circ}\text{C}$ 。

2) 50 mL 滴定管的校准

洗净 1 支 50 mL 的带塞滴定管,用洁布擦干外壁,倒挂于滴定台上 5 min 以上。打开旋塞,用洗耳球使水从管尖吸入,仔细观察液面上升过程是否变形,如果变形应重新洗涤。

将滴定管注水至标线以上约 5 mm 处,垂直挂在滴定台上,等待 30 s 后,调节液面至 0.00 mL。

在天平上准确称量一个洗净、晾干的 50 mL 带塞锥形瓶。然后,从滴定管向锥形瓶内排水,当滴定管液面降至被校正分度线以上约 0.5 mL 时,等待 15 s。随后,在 10 s 内将液面调整至分度线,立即用锥形瓶内壁靠下挂在尖嘴下的液滴,迅速塞好瓶塞进行称量。测量水温后即可计算被校分度线的实际容量,并求出校正值 ΔV (对滴定管每 5 mL 段进行校正,绘制校正曲线)。



思考题

- (1) 在称量的记录和运算中,如何正确运用有效数字?
- (2) 从滴定管放纯水于称量锥形瓶中时,应注意什么?
- (3) 酸式滴定管的玻塞应怎样涂脂?为什么?

实验5 酸(HCl)碱(NaOH)标准溶液的配制与标定

1. 实验概述

盐酸和氢氧化钠都不能直接配制成标准溶液,需要先配制近似浓度的溶液,然后用基准物质标定其准确浓度。盐酸溶液可以直接由浓盐酸稀释获得,而配制氢氧化钠溶液时,需要除去生成的 NaCO_3 ,常用的方法为:

(1) 称取比计算量略多的 NaOH ,用少许不含 CO_2 的蒸馏水(新煮沸、冷却的蒸馏水)冲洗 NaOH 表面 2~3 次,以洗掉 NaOH 表面的 NaCO_3 ,留下的固体 NaOH 用不含 CO_2 的蒸馏水溶解,稀释至一定体积,摇匀后标定;

(2) 称取比计算量略多的 NaOH ,用少许不含 CO_2 的蒸馏水溶解,配制成 50% 的浓溶液,在这种浓 NaOH 溶液中 NaCO_3 溶解度非常小,待 NaCO_3 沉下后,取上层清液,用不含 CO_2 的蒸馏水稀释至一定体积,摇匀后标定。

NaOH 溶液常以酚酞为指示剂,用邻苯二甲酸氢钾为基准物质进行标定,也可以用标定好的盐酸标准溶液标定。而盐酸一般以甲基红为指示剂,用硼砂或碳酸钠基准物质进行标定。

2. 实验目的

- ① 学习溶液配制和标定操作的方法。
- ② 掌握酸式及碱式滴定管、容量瓶、移液管的正确使用方法。
- ③ 掌握滴定操作和滴定终点的判断。

3. 实验器材

- (1) 仪器 滴定装置,分析天平,台平,移液管(25 mL),干燥器,锥形瓶,试剂瓶,称量瓶。
- (2) 试剂 浓 HCl 溶液, NaOH(s) , 硼砂($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) (基准物质), 邻苯二甲酸氢钾(基准物质), 甲基橙指示剂(0.1% 水溶液), 甲基红指示剂(0.2% 乙醇溶液), 酚酞指示剂(0.1% 乙醇溶液)。

4. 实验方法

1) HCl 和 NaOH 溶液的配制

(1) $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液的配制 称取 NaOH ____ g(学生自己计算),用不含 CO_2 的蒸馏水配制成 50% 的浓溶液,静置,吸取上层清液于 500 mL 的试剂瓶中,用不含 CO_2 的蒸馏水稀释至 500 mL,用橡皮塞盖紧,摇匀、待标定。

(2) $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 溶液的配制 用量筒量取浓盐酸____ mL(学生自己计算), 倒入 500 mL 的试剂瓶中, 用蒸馏水稀释至 500 mL, 盖上玻璃塞, 摇匀、待标定。

2) 酸、碱溶液浓度比较

(1) 以甲基红为指示剂, 进行酸碱溶液比较 自碱式滴定管放出 25 mL 的 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液于锥形瓶中, 加入 1~2 滴甲基红指示剂, 以 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 溶液滴定至溶液由黄色刚刚变为橙红色, 即为终点。重复做 3 次。

(2) 以酚酞为指示剂, 进行酸碱溶液比较 自酸式滴定管放出 25 mL 的 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 溶液于锥形瓶中, 加入 2 滴酚酞指示剂, 以 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液滴定出现浅红色并在 30 s 内不褪为止。重复 3 次。

(3) 以甲基橙为指示剂, 按步骤(1)进行酸碱比较 溶液由黄变橙为终点。重复 3 次。

以上滴定结果以 $V(\text{HCl})/V(\text{NaOH})$ 表示之。同一指示剂的 3 次测定值相对平均偏差不应超过 0.2%, 并比较使用不同指示剂时的 $V(\text{HCl})/V(\text{NaOH})$ 值。

3) HCl 溶液的标定

准确称取硼砂____ g(学生自己计算) 3 份分别置于 3 只 250 mL 锥形瓶中, 用 50 mL 蒸馏水溶解(必要时可微热之), 加 1~2 滴甲基红指示剂, 以配好的盐酸溶液滴定至溶液由黄色变为橙红色, 记下所消耗的 HCl 溶液体积, 按下式计算 HCl 溶液的浓度:

$$c(\text{HCl}) = \frac{W(\text{硼砂}) \times 2\,000}{V(\text{HCl}) \times 381.4}$$

式中 $W(\text{硼砂})$ ——硼砂称取量, g;

381.4——硼砂的分子量;

$V(\text{HCl})$ ——消耗的 HCl 溶液体积, mL。

4) NaOH 溶液的标定

准确称取邻苯二甲酸氢钾____ g(学生自己计算) 3 份分别置于 3 只 250 mL 锥形瓶中, 用 50 mL 无 CO_2 的蒸馏水加热溶解, 冷却后, 加 2 滴酚酞指示剂, 用配好的 NaOH 溶液滴定至微红色, 记下所消耗的 NaOH 溶液体积, 按下式计算 NaOH 溶液的浓度:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{W(\text{邻}) \times 1\,000}{V(\text{NaOH}) \times 204.2}$$

式中 $W(\text{邻})$ ——邻苯二甲酸氢钾称取量, g;

204.2——邻苯二甲酸氢钾的分子量;

$V(\text{NaOH})$ ——消耗的 NaOH 溶液体积, mL。

5) 溶液中 HCl 含量的测定

取适量盐酸试液于一洗净的 250 mL 容量瓶中, 将其用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀后用 25 mL 移液管吸此溶液 3 份分别置于 3 只 250 mL 锥形瓶中, 加入 1~2 滴甲基红指示剂, 用 NaOH 标准溶液滴定, 溶液由红色刚变成黄色(微带橙)为终点, 记下用去的 NaOH 溶液毫升数, 按下式计算 250 mL 容量瓶中 HCl 的质量:

$$m(\text{HCl}) = \frac{c(\text{NaOH}) \times V(\text{NaOH}) \times 36.46/1\,000}{25.00/250.0}$$

其中 36.46 为 HCl 的分子量。