

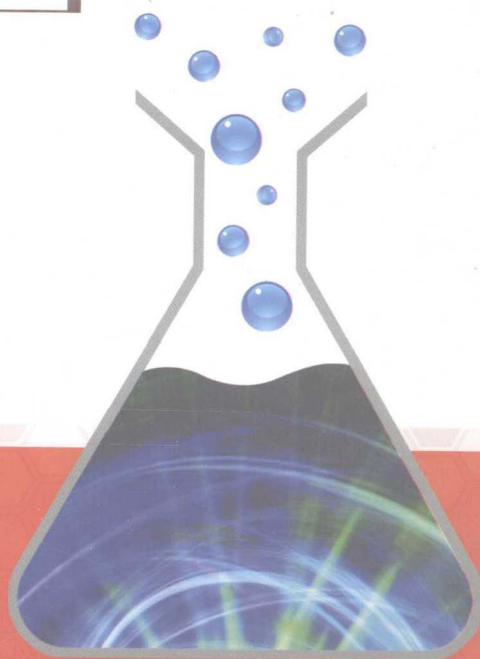


普通高等教育“十二五”规划教材

大学化学实验

丛书主编 张四方

本册主编 李 军



化学基础实验

CHEMISTRY

中国石化出版社

[HTTP://WWW.SINOPEC-PRESS.COM](http://www.sinopec-press.com)

内 容 提 要

本书是按照教育部理科化学教学指导委员会制订的高等学校“化学、应用化学实验教学基本内容”编写。全书共十个单元,包括重要常数测定、物质性质检验、无机物质制备、有机物质制备、物质分离鉴定、化学方法分析、仪器方法分析、重要参数测定和化学过程操作。目的在于通过化学基础实验训练,让学生了解化学实验原理与方法、实验过程与结果之间的关系,强化用化学方法解决化学问题的意识,夯实化学实验基本功。

本书相对独立于理论课教材,可以作为普通高等院校化学、应用化学专业的实验教材,也可供相关科研人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

化学基础实验 / 李军主编. —北京: 中国石化出版社, 2011. 8

(大学化学实验/张四方主编)

普通高等教育“十二五”规划教材

ISBN 978-7-5114-1122-8

I. ①化… II. ①李… III. ①化学实验 - 高等学校 - 教材 IV. ①O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 158601 号

未经本社书面授权, 本书任何部分不得被复制、抄袭, 或者以任何形式或任何方式传播。版权所有, 侵权必究。

中国石化出版社出版发行

地址: 北京市东城区安定门外大街 58 号

邮编: 100011 电话: (010) 84271850

读者服务部电话: (010) 84289974

<http://www.sinopec-press.com>

E-mail: press@sinopec.com

北京科信印刷有限公司印刷

全国各地新华书店经销

*

787 × 1092 毫米 16 开本 33.25 印张 842 千字

2011 年 8 月第 1 版 2011 年 8 月第 1 次印刷

定价: 68.00 元

序

在过去的 100 多年里,化学作为一门核心、实用、创造性科学,为人类认识物质世界和人类文明进步做出了巨大贡献。特别是近几十年来,数学、物理、生物、计算机学科和量子化学的迅速发展,以及在化学中的广泛应用,化学已从描述性学科逐渐走向推理性学科,化学研究的对象也从传统的原子、分子层次扩展到了原子、分子片、分子、超分子、多分子聚集态层次;按无机化学、有机化学、分析化学、物理化学、高分子化学划分的化学二级学科体系被打破,建构起了合成化学、分离化学、分析化学、物理化学、理论化学、化学生物学、纳米(材料)化学、绿色化学、化学信息学新体系;化学已成为研究从原子、分子片、分子、超分子,到分子和原子的各种不同尺度和不同复杂程度的聚集态和组装态的合成和反应、分离和分析、结构和形态、物理性能和生物活性及其规律和应用的自然科学。

化学学科的迅速发展,对化学人才的培养,特别是高素质创新人才的培养提出了更高的要求。高等院校作为我国高素质化学人才培养的重要基地,对高素质人才的培养将起到不可替代的作用。然而,我国高等化学教育长期以来一直沿用“专业化、专门化”的“窄、专、深”课程体系,使化学实验教学依附化学二级学科,化学实验的目的重在加深对理论的理解和技能的训练,人为地削弱了化学学科之间的内在联系与渗透,学生综合能力得不到有效提高,严重制约了高素质化学人才的培养。为了适应 21 世纪社会发展对高素质化学人才培养的需求,全面反映化学学科发展水平,中国石化出版社组织编写了普通高等教育“十二五”规划教材《大学化学实验》。

普通高等教育“十二五”规划教材《大学化学实验》编写时力求以培养高素质化学人才为宗旨,提高学生化学综合素质为目标,打破了传统化学实验教学的旧模式,建立了以能力培养渐进发展的新模式,使教材具备以下特点:

新颖性 编写体系上,根据社会对化学人才的需求和化学学科发展的变化,打破了传统化学实验教学依附于化学二级学科的实验教学模式,重建了以能力培养为核心的“技能、基础、综合、探究”能力培养新模式,强化了高素质化学人才能力培养在普通高等教育中的重要性;实验体例上,增加了实验背景、实验指导、实验拓展等内容。实验背景为学生课前准备实验提供了与本实验相关的背景材料,内容涉及相关物质的性质与用途、研究成果与动态、实验方法与技术等,旨在启发思维,拓展视野;实验拓展为学生实验后提供本实验延伸的

参考思路,内容涉及知识迁移、方法迁移、应用迁移等,旨在举一反三,触类旁通;实验指导为学生在实验过程中如何高质量完成实验提供指导,内容涉及实验安全注意事项、实验操作关键和技巧等,旨在保证安全,提高效率。这些变化使《大学化学实验》与传统教材相比具有了一定的新颖性。

先导性 内容选择上,删除了那些内容陈旧、方法简单,不再适应高素质人才培养需求的实验,增加了能够反映当今化学学科成就的新技术、新方法、新成果,并将新能源、新材料、食品安全、绿色化学等与人类社会关系密切的化学内容纳入到了教材之中,突出了化学对社会所应承担的义务,使《大学化学实验》在内容上具备了一定的先导性。

系统性 《大学化学实验》共分6册:《化学技能训练》、《化学基础实验》、《化学综合实验》、《化学探究实验》、《中学化学实验研究》和《化学创新实验》。《化学技能训练》、《化学基础实验》、《化学综合实验》、《化学探究实验》构成了现代高等教育本科化学基本实验教学体系;《中学化学实验研究》为这个实验教学体系提供了教师教育延伸,为未来从事化学教育教学的学生提供专项培养;《化学创新实验》为这个实验教学体系提供了科学研究延伸,为未来从事科学研究和继续深造的学生提供专项培养。一个基本实验教学体系和两个专项培养模块使《大学化学实验》比传统化学实验教材更具系统性。

针对性 《大学化学实验》编写时充分考虑了“985”和“211”院校与一般高等院校人才培养目标和教学条件的差异,将《大学化学实验》使用的对象定位于一般高等院校的化学和应用化学专业。为了更好地适应一般高等院校的使用,教材内容选择不求仪器设备的高精尖,但求实验思路的异新变,教材内容为教学选择留出来足够的余地,使不同层次、不同类型的学校可以根据自身特点和区域特点进行特色办学、个性办学。

《大学化学实验》主要内容介绍如下:

《化学技能训练》 以教育部理科化学教学指导委员会制订的“化学、应用化学专业化学实验教学基本内容”为依据,包括实验安全、实验物品、样品采集、实验操作、测量仪器、数据处理、技能训练等内容,旨在规范和训练学生操作技能。

本册教学建议:教学在第1学期,时数为78学时。

《化学基础实验》 以教育部理科化学教学指导委员会制订的“化学、应用化学专业化学实验教学基本内容”为依据,包括重要常数测定、物质性质检验、无机物质制备、有机物质制备、物质分离鉴定、化学方法分析、仪器方法分析、重要参数测定和化学过程操作等内容,旨在强化化学实验操作和学习解决化学问题的基本方法。

本册教学建议:教学在第2、3、4、5学期,时数为216学时。

《化学综合实验》 内容选择标准有二，一是实验内容的综合性，一个实验含有两个或两个以上知识点的有机结合与渗透；二是实验方法(或手段)的多元性，综合运用两种或两种以上方法和手段来完成同一个实验。包括无机物制备与分析、配合物制备与测定、有机物合成与表征、物质的分离与检测、物质参数控制与测量、新技术训练与应用等内容，旨在强化知识、方法的综合运用，在化学学科层次理解化学。

本册教学建议：教学在第6学期，时数为54学时。

《化学探究实验》 提出课题，给出背景材料，通过学生的创新活动，共同构成学生的科学训练计划。包括合成路线设计、反应过程控制、物质分离提纯、物质结构表征、性能参数测定等内容，旨在帮助学生构建科学研究意识，提升科学探究能力，实现自我价值。

本册教学建议：教学在第7学期，时数为54学时。

《中学化学实验研究》 以中学化学实验教学内容为研究对象，通过科学探究，了解过程与结果之间的关系，为未来从事化学实验教学储备能量。包括典型高中化学实验、典型初中化学实验、改进型化学实验、手持化学实验、综合化学实验和探究化学实验等内容，旨在为学生未来从事化学教学做准备。

本册教学建议：教学在第7学期，时数为51学时。

《化学创新实验》 实验内容来自于教师科研项目成果、大学生创新性实验成果、化学学科的研究成果等。内容包括无机物、有机物、高分子化合物的合成与表征，新型功能性材料的制备与功能研究，食品、环境、化工等领域的化学问题与解决，旨在为学生从事科学研究和研究生学习做准备。

本册教学建议：教学在第7学期或第8学期，时数为54学时。

《大学化学实验》由张四方任总主编。参编院校有：太原师范学院、海南师范大学、晋中学院、忻州师范学院、运城学院和长治学院。所有分册的编写思路、实验内容、实验体例等都由大家共同讨论，充分酝酿确定，是集体智慧的结晶。《大学化学实验》的编写得到了参编院校、中国石化出版社的大力支持，太原师范学院教务处和中国石化出版社任翠霞老师给予了大力协助，在此向他们表示衷心的感谢。在编写过程中，我们参阅了大量文献资料，在此也衷心地 向参阅文献的所有作者表示最诚挚谢意。

由于编者水平所限，加之时间仓促，教材中存在不妥之处，真诚希望读者提出宝贵意见。

张四方

2011年6月于太原

前 言

《化学基础实验》是高等教育本科化学基本实验教学体系的重要组成部分，旨在通过化学基础实验训练让学生了解化学实验原理与方法、实验过程与结果之间的关系，强化用化学方法解决化学问题的意识，夯实化学实验基本功。

《化学基础实验》的编写以高等化学教育改革为指导，以培养高素质化学人才为目的。内容选择上以教育部理科化学教学指导委员会制订的“化学、应用化学专业实验教学基本内容”为依据，包括了重要常数测定、物质性质检验、无机物质制备、有机物质制备、物质分离鉴定、化学方法分析、仪器方法分析、重要参数测定和化学过程操作等内容；体例选择上以提高学生科学素养为宗旨，构建了实验目的、实验背景、实验原理、实验步骤、实验指导、实验拓展、实验思考新体例，体现了“了解化学体系、掌握化学原理、剖析化学困惑、扩散化学思维”的科学教育思路；方法选择上以循序渐进为主线，注重不同方法的对比，突出方法的运用。通过努力使《化学基础实验》教材具备了系统性、新颖性、前导性。

《化学基础实验》共有 10 个单元，其内容如下：

单元 1 重要常数测定，包括摩尔气体常数、弱电解质电离常数、溶度积、配离子配位数、平衡常数、络合物稳定常数、摩尔质量、气体蒸气压、反应速率常数等。

单元 2 物质性质检验，包括主族金属元素及化合物、主族非金属元素及化合物、过渡金属元素及化合物、有机化合物等。

单元 3 无机物质制备，包括单质、氧化物、盐、酸、碱等。

单元 4 有机物质制备，包括烷、烯、卤代烃、芳香烃、醇、醚、醛、酮、杂环等。

单元 5 物质分离鉴定，包括常见阴阳离子的分离与鉴定、典型有机物的合成与分离、氨基酸的分离与鉴定、咖啡因的提取与鉴定等。

单元 6 化学方法分析，包括酸碱滴定、氧化还原滴定、络合滴定、沉淀滴定等。

单元 7 仪器方法分析(Ⅰ)，包括紫外可见分光光度法、红外分光光度法、荧光分光光度法、原子吸收光谱法、原子发射光谱法、气相色谱法、液相色谱法、X 射线衍射法、核磁共振、质谱等。

单元 8 仪器方法分析(Ⅱ)，包括电位滴定法、库仑分析法、电导分析法、

电解分析法、差热分析法等。

单元9 重要参数的测定，包括反应速率、活化能、中和热、溶解热、电导率、离子迁移数、电动势、表面张力、磁化率、偶极矩等。

单元10 化学过程操作，包括 Reynolds 准数、能量守恒与转化、流体流动阻力、流量计、离心泵、过滤、吸收、精馏、干燥、停留时间等。

教材使用建议：教学安排在第2、3、4、5学期；教学时数为216学时。

本教材由李军任主编，李军、张四方修改并统校全稿。参加编写的有：晋中学院蔡雪梅(单元1)、长治学院王志军(单元2)、太原师范学院任跃红(单元3，单元8)、运城学院李晖(单元4)、晋中学院李军(单元5)、太原师范学院袁雯(单元6)、太原师范学院董金龙(单元7)、忻州师范学院石玉芳(单元9)和晋中学院陆敏(单元10)。太原师范学院、海南师范大学、晋中学院、忻州师范学院、运城学院、长治学院等院校参与了全书的审稿。在编写过程中，我们参阅了大量文献和资料，在此向这些文献和资料的作者表示衷心感谢，中国石化出版社和晋中学院给予了大力支持，白官和吕秀清对全书的图表进行了绘制和加工，在此也向他们表示诚挚的感谢。

由于编者的水平所限，加之时间仓促，教材的不妥之处，恳请读者提出宝贵意见。

李 军

2011年6月于晋中学院

目 录

单元 1 重要常数测定	1
实验一 摩尔气体常数的测定	1
实验二 乙酸电离常数的测定	5
实验三 分光光度法测定碘酸铜的溶度积	8
实验四 离子交换法测定碘化铅的溶度积	11
实验五 银氨配离子配位数的测定	14
实验六 甲基红酸解离平衡常数的测定	17
实验七 磺基水杨酸合铁络合比和稳定常数的测定	20
实验八 凝固点降低法测定萘的摩尔质量	31
实验九 无水乙醇饱和蒸气压的测定	34
实验十 氨基甲酸铵分解压的测定	38
实验十一 旋光度法测定蔗糖水解反应速率常数	41
实验十二 电导法测定乙酸乙酯皂化反应的速率常数	46
实验十三 分光光度法测定丙酮碘化反应的速率常数	50
参考文献	53
单元 2 物质性质检验	54
实验一 氧、硫	54
实验二 氮、磷	57
实验三 砷、锑、铋	60
实验四 碳、硅、硼	63
实验五 钾、钠、钙、镁、铝、锡、铅	65
实验六 铬、锰	69
实验七 铁、钴、镍	72
实验八 铜、银、锌、镉、汞	75
实验九 烷、烯、炔	78
实验十 醇、酚、醚	82
实验十一 醛、酮	87
实验十二 羧酸及其衍生物	90
实验十三 胺	95
实验十四 糖	99
实验十五 氨基酸、蛋白质	102
参考文献	106
单元 3 无机物质制备	107
实验一 硫酸铝的制备	107
实验二 五水硫酸铜的制备	109

实验三	重铬酸钾的制备	113
实验四	无水三氯化铬的制备	115
实验五	硝酸钾的制备	120
实验六	碳酸钠的制备	122
实验七	卤素及其含氧酸盐的制备	124
实验八	卤化氢的制备	127
参考文献		131
单元 4	有机物质制备	132
实验一	环己烯的制备	132
实验二	正溴丁烷的制备	136
实验三	溴乙烷的制备	141
实验四	1, 2 - 二溴乙烷的制备	144
实验五	对叔丁基苯的制备	146
实验六	1 - 苯乙醇的制备	149
实验七	2 - 甲基 - 2 - 丁醇的制备	152
实验八	正丁醚的制备	156
实验九	β - 萘乙醚的制备	159
实验十	环己酮的制备	161
实验十一	正丁醛的制备	165
实验十二	苯乙酮的制备	167
实验十三	苯叉丙酮和二苯叉丙酮的制备	170
实验十四	己内酰胺的制备	173
实验十五	甲基橙的制备	176
实验十六	Diels - Alder 反应	180
实验十七	呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	183
实验十八	8 - 羟基喹啉的制备	186
参考文献		189
单元 5	物质分离鉴定	190
实验一	常见阳离子的分离与鉴定(I)	190
实验二	常见阳离子的分离与鉴定(II)	193
实验三	常见阴离子的分离与鉴定	195
实验四	己二酸的制备分离	198
实验五	肉桂酸的制备分离	202
实验六	乙酸乙酯的制备分离	205
实验七	对氨基苯磺酸的制备分离	207
实验八	乙酰苯胺的制备分离	212
实验九	邻氨基苯甲酸的制备分离	214
实验十	氨基酸纸色谱法分离鉴定	217
实验十一	茶叶中咖啡因的提取	221
参考文献		225

单元 6 化学方法分析	227
实验一 食用醋中总酸量的测定	227
实验二 混合碱的分析	230
实验三 铵盐中氮含量的测定	235
实验四 水的总硬度测定	239
实验五 铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定	246
实验六 高锰酸钾法测定过氧化氢的含量	252
实验七 水样中化学耗氧量的测定	257
实验八 铁矿石中全铁含量的测定	263
实验九 间接碘量法测定铜盐中的铜	270
实验十 水果中抗坏血酸(Vc)含量的测定	277
实验十一 氯化钡中钡的测定	282
参考文献	286
单元 7 仪器方法分析(I)	287
实验一 邻二氮菲分光光度法测定铁的含量	287
实验二 紫外差值光谱法测定废水中的微量酚	295
实验三 醛和酮结构的红外光谱分析	297
实验四 原子荧光光谱法测定血清中的镁	299
实验五 氢化物发生-原子荧光法测定生活饮用水中的锌	304
实验六 荧光分光光度法测定样品中核黄素的含量	307
实验七 分子荧光光度法测定二氯荧光素	312
实验八 火焰原子吸收光谱法测定自来水中的钙、镁的含量	314
实验九 电感耦合等离子体发射光谱法测定水样中的微量铜	318
实验十 气相色谱的定性和定量分析	322
实验十一 高效液相色谱法测定阿司匹林中水杨酸的含量	325
实验十二 萘、联苯、菲的高效液相色谱分析	329
实验十三 气相色谱-质谱联用法测定未知样品中的多环芳烃	332
实验十四 X 射线衍射物相定性分析	337
实验十五 氢核磁共振波谱分析有机化合物的结构	341
实验十六 蔗糖溶液中总有机碳的测定	345
参考文献	347
单元 8 仪器方法分析(II)	349
实验一 电位滴定沉淀法测定自来水中的氯	349
实验二 单扫描极谱法同时测定溶液中的铅和镉	351
实验三 伏安法测定自来水中痕量镉	355
实验四 库仑滴定法标定硫代硫酸钠溶液的浓度	358
实验五 萘燃烧热的测定	361
实验六 硝酸钾的差热分析	366
实验七 异丙醇-环己烷双液系相图	370
实验八 Pb-Sn 二组分金属固-液相图	374

参考文献	377
单元 9 重要参数的测定	379
实验一 化学反应速率和活化能的测定	379
实验二 B-Z 振荡反应	383
实验三 酸碱中和热的测定	387
实验四 硝酸钾溶解热的测定	391
实验五 电导的测定及其应用	394
实验六 界面移动法测定离子迁移数	399
实验七 电极的制备和原电池电动势的测定	405
实验八 电动势法测定化学反应热力学函数的变化值	411
实验九 金属阳极极化曲线的测定	416
实验十 循环伏安法测定电极反应参数	422
实验十一 最大气泡法测定溶液的表面张力	426
实验十二 黏度法测定高聚物相对分子质量	432
实验十三 氢氧化铁溶胶的制备和 ζ 电势的测定	437
实验十四 磁化率的测定	442
实验十五 偶极矩的测定	448
参考文献	454
单元 10 过程化学操作	456
实验一 Reynolds 准数的测定	456
实验二 能量守恒与转化	460
实验三 流体流动阻力的测定	465
实验四 孔板流量计的校核	474
实验五 离心泵特性曲线的绘制	481
实验六 恒压过滤常数的测定	485
实验七 对流传热系数的测定	490
实验八 常压填料吸收塔的操作	497
实验九 填料精馏塔的操作	503
实验十 干燥速率曲线的绘制	508
实验十一 反应停留时间分布的测定	515
参考文献	520

单元 1 重要常数测定

实验一 摩尔气体常数的测定

实验目的

- (1) 学习分析天平和气压计的使用；
- (2) 学会气体常数的基本测定方法；
- (3) 掌握有效数字的基本知识；
- (4) 掌握理想气体状态方程和分压定律的应用。

实验背景

1. 理想气体

在化学发展过程中，气体的研究占相当重要的地位。为了讨论气体的共性，常引入理想气体的概念。理想气体必须符合两个条件：①气体分子之间的作用力很微弱，一般可忽略；②气体分子本身占有的体积远小于气体的体积。即气体分子之间作用力可忽略、分子本身的大小可以忽略的气体称为理想气体。符合这两个条件的实际气体是不存在的，因为任何气体之间都有相互作用，都可以被液化。从客观上讲，理想气体是一个抽象的概念，它实际上不存在，但此概念反映了实际气体在一定条件下的最一般的性质。实际气体在什么情况下可以看作理想气体呢？只有在温度高和压力无限低时，实际气体才接近于理想气体。因为在此条件下，分子距离大大增加，平均来看分子之间作用力趋于零，分子所占的体积也可以忽略。

理想气体定律又称理想气体状态方程式。它是许多科学家长期实验的结晶。

1962 年，英国物理学家和化学家 Boyle 通过实验证明了在温度和气体的量恒定时，气体的压力与体积的乘积是一个常数，此结论被称为 Boyle 定律： $pV = nRT$ 。这就是理想气体状态方程。其中 R 为通用气体常数，简称气体常数，是一个在物态方程式中联系各个热力学函数的物理常数，其值为 $8.3145\text{J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 。

2. Dalton 分压定律

1801 年，英国科学家、原子学说之父 Dalton 提出了 Dalton 分压定律。

假设有一理想气体的混合物，此混合气体本身也是理想气体，它们之间不起化学反应。在温度 T 下，各组分 i ($= 1, 2, 3 \dots, i, \dots$) 的混合气体占有体积 V ，由理想气体状态方程得：

$$p_1 = n_1 RT/V, p_2 = n_2 RT/V, \dots, p_i = n_i RT/V, \dots$$

$$\sum p_i = \sum n_i RT/V = nRT/V = p_{\text{总}}, \text{即 } \sum p_i = p_{\text{总}}$$

该表达式的文字叙述为在温度和体积恒定时，混合气体的总压力等于各组分气体单独存在时的压力之和。

实验原理

理想气体状态方程式可表示为:

$$pV = nRT \quad (1-1)$$

式(1-1)表示一定量的理想气体的压力(p)和体积(V)的乘积与气体的物质的量(n)和绝对温度(T)的乘积之比为—常数,即气体常数 R 。

$$R = \frac{pV}{nT} \quad (1-2)$$

因此,对一定量的气体,若能在一定的温度和压力条件下,测出其所占体积,则气体常数即可求得。本实验是采用铝与盐酸反应:



实验时的温度 T 和压强 p 可分别由温度计和气压计测得,氢气的物质的量 n 可通过反应中的铝的质量求得。所生成的氢气可近似认为在此实验条件下为理想气体,再用排水集气法收集并测量其体积,从而测定出气体常数。

由于氢气是在水面上收集的,故氢气的分压 $p(\text{H}_2)$ 与水的饱和蒸气压 $p(\text{H}_2\text{O})$ 有关,根据分压定律: $p = p(\text{H}_2) + p(\text{H}_2\text{O})$,则 $p(\text{H}_2) = p - p(\text{H}_2\text{O})$ 。由于 $p(\text{H}_2)$ 、 $V(\text{H}_2)$ 、 $n(\text{H}_2)$ 、 T 均可由实验测得,这样根据式(1-2)即可求得气体常数。

仪器试剂

仪器:分析天平 气压计 精密温度计 量筒

试剂:盐酸($6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$) 铝片

实验步骤

1. 铝片的称量

取一小片铝在电子天平上称重,其质量须在 $25 \sim 30\text{mg}$ 之间(铝片不要过重,以免产生的氢气的体积超过量气管的测量限度),记录铝片的质量。

2. 检查实验装置的气密性

实验装置如图1-1所示。在漏斗中加入适量的水。将漏斗微微上下移动,使漏斗和量气管两个液面在同一水平面上,且应在0刻度附近。塞紧支管试管上的胶塞。将漏斗下移约在量气管30刻度左右,此时可见量气管的液面下降,但下降一小段就不再下降。继续观察几分钟,确认液面不再下降,说明实验装置不漏气,可以继续下面操作(若液面继续下降,甚至降到漏斗的高度,说明实验装置漏气,须查明原因并改正后方能继续下面操作)。

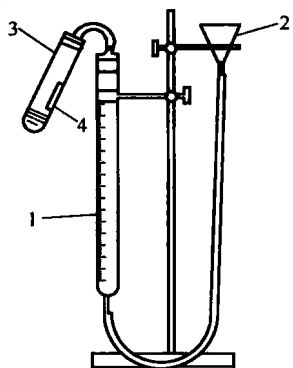


图1-1 气体常数测定装置

1—量气管;2—漏斗;3—试管
(反应器);4—铝片

3. 试剂的装入

取下胶塞,用长颈漏斗向支管试管中加入 $5\text{mL } 6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸,避免盐酸粘到试管壁上。将铝片蘸少量水,用玻璃棒沿试管壁将其送入试管(注意:铝片不能与盐酸相接触),使其粘到试管壁上。

4. 氢气体积的测量

将试管与胶塞紧密连接,调节漏斗的高度,使之与量气管的

液面在同一水平面上，并稳定在 0 刻度附近(必要时再检查一次实验装置是否漏气)，记录此时的量气管液面刻度读数 V_1 。轻轻摇动试管(但不要将其取下)，使铝片落入盐酸中，由于铝与盐酸反应生成氢气产生压力，会使量气管的液面不断下降(注意：随着反应进行，要随时将漏斗慢慢向下移动，使量气管内液面和漏斗中液面基本在同一平面上，以防止量气管中气体压力过高，而使气体漏出)。反应停止后，待试管冷却到室温，调节两个液面在同一水平面上，读取此时量气管液面刻度读数 V_2 。重复上述过程。

5. 测量并记录实验温度和大气压力

将实验数据记录在表 1-1 中。

6. 数据记录与处理

处理实验数据并记录在表 1-1 中。

表 1-1 数据记录与处理

温度：_____℃	大气压强：_____Pa		
实 验 数 据	1	2	3
铝片质量 m/g			
氢气体积 V/mL			
铝的物质的量 n/mol			
室温时水的饱和蒸气压 p/Pa			
氢气分压 p/Pa			
摩尔气体常数 $R/(J \cdot K^{-1} \cdot mol^{-1})$			
R 平均值			
相对误差			

实验指导

(1) 用电光天平进行精确称量物品时，要戴手套。准确测量铝片的质量和生成氢气的体积，是本实验的成败关键。

(2) 铝片的质量应控制在 25 ~ 30mg，超过 30mg 易使产生的 H_2 量太多，超过量气管的容积；如低于 25mg，从会增大误差的角度分析也是不合适的。

(3) 检查气体常数测定装置的气密性时要将橡皮塞塞紧。

(4) 测定前要注意移动水准瓶使量气管中的水面略低于 0 刻度位置，并不得低于 5 ~ 6mL 处。

(5) 在反应管中滴加盐酸时，注意不要使酸沾湿试管上部管壁，放置铝片时要细心操作，使铝片紧贴在试管上部管壁并不沾有盐酸。

(6) 倾斜小试管使铝片落入盐酸中进行反应时，注意不要使试管塞松动而漏气。通过调节水准瓶使量气管两端压力平衡。

(7) 计算 R 时，要求采用 SI 单位制，计算结果要求三位有效数字。

(8) 量筒的刻度是按量筒底部平放桌面时读数来进行标定的，此时，筒内液面弯月面凹向量筒底部。在倒置量筒情况下，读数液面弯月面是凹向量筒口，即凸向量筒底的，这时，如仍按液体弯月面凹点切线读数，则测得数字比实际气体体积要大 0.20mL。

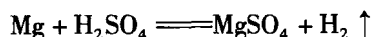
(9) 不同温度下水的饱和蒸气压参考值见表 1-2。

表 1-2 不同温度下水的饱和蒸气压

温度/℃	压强/Pa	温度/℃	压强/Pa	温度/℃	压强/Pa	温度/℃	压强/Pa
10	1228	16	1817	22	2643	28	3779
11	1312	17	1937	23	2809	29	4005
12	1402	18	2063	24	2948	30	4242
13	1497	19	2197	25	3167	31	4402
14	1598	20	2338	26	3361	32	4767
15	1705	21	2486	27	3565	33	5030

实验拓展

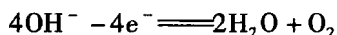
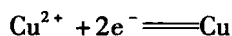
本实验也可选用金属镁和硫酸反应来测定，用已知质量的镁与过量的稀硫酸反应产生氢气，在一定温度和压强下，测出反应所放出的氢气的体积，代入理想气体状态方程式 $pV = nRT$ ，即可算出摩尔气体常数 R 的数值。



不管用哪种物质和酸发生反应，普遍认为发生置换反应前后量气管内的体积之差为生成的氢气体积。但事实上，前后体积之差并不完全是氢气的体积，而是氢气和水蒸气的总体积。这是由于水蒸气的特性造成的：当达到饱和蒸气压且有液态水存在时，水蒸气的体积会随其存在空间的增大而增大。置换产生氢气的反应发生前，量气管的读数 V_1 包括空气的体积 $V(\text{空气})$ 与水蒸气的体积 $V_1(\text{H}_2\text{O})$ ，即 $V_1 = V(\text{空气}) + V_1(\text{H}_2\text{O})$ ；而置换产生氢气的反应发生后，量气管的读数 V_2 为空气的体积 $V(\text{空气})$ 、氢气的体积 $V(\text{H}_2)$ 、原有水蒸气的体积 $V_1(\text{H}_2\text{O})$ 、新增水蒸气的体积 $V_2(\text{H}_2\text{O})$ 的总和，即 $V_2 = V(\text{空气}) + V(\text{H}_2) + V_1(\text{H}_2\text{O}) + V_2(\text{H}_2\text{O})$ 。这样 $V_2 - V_1 = V(\text{H}_2) + V_2(\text{H}_2\text{O})$ ，而教材所理解的 $V_2 - V_1 = V(\text{H}_2)$ 是存在一定误差的。

摩尔气体常数还可以使用电解法测定，基本原理如下：

用铜片和铂片做阴、阳极，用硫酸铜溶液为电解质进行电解，在阴、阳极分别发生以下反应：



在时间 t (秒) 内，阴极铜片上增重的质量为 m (g)， m 即为电解铜的质量。在一定温度下，测量电解出来的 O_2 的体积 V 和 O_2 的分压 p ，并由上式知，阴阳极产生的氧气和铜的物质的量比为 1:2，就可求的气体常数 R ：

$$\frac{pV}{RT} = \frac{1}{2} \times \frac{m}{63.5}$$

$$R = \frac{2 \times 63.5 \times pV}{mT}$$

实验思考

1. 称量前，应做哪些检查？
2. 为什么必须检查实验装置是否漏气？实验中必要时需两次检查实验装置是否漏气，

哪次相对更重要？

3. 在读取量气管液面刻度时，为什么要使漏斗和量气管两个液面在同一水平面上？
4. $V(\text{H}_2) = V_2 - V_1$ 成立的条件是什么？

实验二 乙酸电离常数的测定

实验目的

- (1) 标定乙酸溶液浓度并测定不同浓度乙酸的 pH 值；
- (2) 测定乙酸的电离常数；
- (3) 掌握滴定操作和 pH 计的使用。

实验背景

电离常数是电解质的重要特性之一，描述了一定温度下弱电解质的电离能力，即弱电解质在溶液达到电离平衡时，已电离的离子与未电离的分子浓度的关系。电离常数越大，表示该弱电解质电离程度越大。因为弱电解质通常为弱酸或弱碱，所以用 K_a 、 K_b 分别表示弱酸和弱碱的电离平衡常数，称为酸度常数(K_a)或碱度常数(K_b)。

乙酸又称醋酸，广泛存在于自然界，它是一种有机化合物，是含有两个碳原子的饱和羧酸，是烃的重要含氧衍生物。分子式 $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ ，结构简式 CH_3COOH ，官能团为羧基。乙酸在常温下是一种有强烈刺激性酸味的无色液体，熔点为 16.6°C ，沸点 117.9°C ，相对密度 1.05，闪点 39°C ，爆炸极限 $4\% \sim 17\%$ (体积)。乙酸易溶于水和乙醇，其水溶液呈弱酸性。尽管乙酸在水溶液中是一个弱酸，但是乙酸具有腐蚀性，其蒸气对眼和鼻有刺激性作用。乙酸被公认为食醋内酸味及刺激性气味的来源。在家庭中，乙酸稀溶液常被用作除垢剂。食品工业方面，是规定的一种酸度调节剂。

纯的乙酸在低于熔点时会冻结成冰状晶体，所以无水乙酸又称为冰乙酸。纯乙酸是无色的吸湿性液体，凝固点为 16.6°C ，凝固后为无色晶体。

冰乙酸是最重要的有机酸之一。主要用于制备乙酸乙烯、乙酐、乙酸纤维、乙酸酯和金属乙酸盐等，也用作农药、医药和染料等工业的溶剂和原料，在照相药品制造、织物印染和橡胶工业中都有广泛用途。

实验原理

乙酸是弱电解质，在水溶液中存在以下电离平衡：



$[\text{H}^+]$ 、 $[\text{Ac}^-]$ 和 $[\text{HAc}]$ 分别为 H^+ 、 Ac^- 和 HAc 的平衡浓度， K_a 为电离常数。

设电离度为 α ， HAc 的初始浓度为 c ，则：

$$\begin{aligned}[\text{H}^+] &= [\text{Ac}^-] = c\alpha, [\text{HAc}] = c(1 - \alpha) \\ \alpha &= \frac{[\text{H}^+]}{c} \times 100\%\end{aligned}\quad (1-4)$$

$\alpha < 5\%$ 时

$$K_a = \frac{[H^+]^2}{c}$$

通过测定已知浓度的乙酸的 pH 值，即可求出电离平衡常数 K_a 和电离度 α 。

仪器试剂

仪器：碱式滴定管 吸量管 移液管 锥形瓶 烧杯 pH 计

试剂：乙酸溶液($0.20\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$) NaOH 标准溶液($0.20\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$) 酚酞指示剂

实验步骤

1. 乙酸溶液浓度的测定

以酚酞为指示剂，用已知浓度的氢氧化钠溶液标定乙酸的准确浓度，把结果填入表 1-3。

表 1-3 乙酸标定实验数据

滴 定 序 号		1	2	3
标准 NaOH 溶液的浓度/ $(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$				
HAc 溶液的用量/mL				
NaOH 溶液的用量/mL				
HAc 溶液的浓度/ $(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$	测定值			
	平均值			

2. 配制不同浓度的乙酸溶液

用移液管和吸量管分别取 25.00mL、5.00mL、2.50mL 已测得准确浓度的乙酸溶液，把它们分别加入三个 50mL 容量瓶中，再用蒸馏水稀释至刻度线，摇匀，并计算这三个容量瓶中乙酸溶液的准确浓度。

3. 测定乙酸溶液的 pH 值，计算乙酸的电离度和电离平衡常数

用四个干燥的 50mL 烧杯，分别取 25mL 上述三种浓度的 HAc 溶液，由稀到浓分别用 pH 计测定它们的 pH 值，并记录数据和温度(室温)。计算电离度和电离平衡常数，并将有关数据填入表 1-4。

表 1-4 实 验 数 据

温度_____℃

HAc 溶液编号	$\frac{c}{(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})}$	pH	$\frac{[H^+]}{(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})}$	α	电离常数 K_a	
					测定值	平均值
1						
2						
3						
4						

本实验的测定值在 $1.0 \times 10^{-5} \sim 2.0 \times 10^{-5}$ 范围内为合格(25°C 的文献值为 1.76×10^{-5})。