

# 大学化学实验

兰州大学化学化工学院 编著 **基础化学实验 I**



图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验·基础化学实验 I / 兰州大学化学化工学院编著. —兰州:兰州大学出版社, 2004. 8  
ISBN 7-311-02458-7

I. 大... II. 兰... III. 化学实验—高等学校—教材 IV. 06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2004)第 081823 号

大学化学实验——基础化学实验 I

兰州大学化学化工学院 编著

兰州大学出版社出版发行

兰州市天水南路 222 号 电话:8617156 邮编:730000

E-mail:press@onbook.com.cn

<http://www.onbook.com.cn>

---

兰州大学出版社激光照排中心照排

甘肃地质印刷厂印刷

开本: 787×1092 1/16 印张:32.5

2004 年 8 月第 1 版 2006 年 9 月第 2 次印刷

字数:746 千字 印数:1001~2000 册

---

ISBN7-311-02458-7/O·179 全套定价:100.00 元  
(共三册)

# 前 言

化学是一门实验科学,化学中的规则、定律、理论学说都源于实验,同时又为实验所检验。虽然近几十年化学的发展,其理论起了十分重要的作用,但还是可以说,没有实验就没有化学。因此,化学实验在培养未来化学工作者的大学本科教育中,占有特别重要的地位。

化学实验课按无机化学、分析化学、有机化学、物理化学、结构化学、仪器分析、专业方向与理论课相匹配依次单独开设,在历史上对化学学科和教育的发展起过重要作用。但随着知识快速更新,科学技术交叉发展,实验和理论可能发展到并重地位,以验证化学原理和训练单科实验技能为主的旧的化学实验体系与内容已不适应形势,必须进行改革,应当建立以提高学生综合素质和创新能力为主的新体系和新内容。

1985年以来,兰州大学化学化工学院(原兰州大学化学系)作为参加和负责单位之一,先后参加了由浙江大学、北京大学、南京大学、清华大学等十所高校承担的“大学基础化学实验课程系统改革的研究与实践”教学改革课题。十多年来,我们经过小改、中改模式,在不断总结成功经验和改进不足的基础上,于1998年又提出了将大学化学实验教学转为“体系重组、增新减旧、融会贯通、综合提高、资源共享”大改模式的改革思路,将原在二级学科单独设置的实验课全部合并重组为基础化学实验 I、基础化学实验 II 和综合化学实验三门课。同时提出了在此三门实验课的框架内,增设一个穿插性的开放、创新教学实验室。基础化学实验 I 基础性强,一个或几个教学班可同时使用同类实验装置,如无机、有机、分析在内的化学实验基本操作技能训练,各类化合物的合成及初步表征,经典的化学分析技术训练和小型综合开放实验,在第一、二学年开设。基础化学实验 II 因所需仪器设备有限,一个教学班也不能同时进行,而需引进大循环排课模式的实验,如物化、仪器分析、高分子、化工、生化等,在第三学年开设。综合化学实验开设涉及化学各学科,即将化学作为一级学科来开设实验,融综合性、设计性、先进性于一体的实验,在第四学年开设。开放、创新教学实验室的开放实验环节主要面对那些学有余力、对化学实验兴趣浓厚的学生,由学生在现有的基础化学实验内容范围内自选项目、自约实验时间,在计划学时以外的时间开设;创新实验环节则偏重于对化学科学极具探索精神、创新动力萌发较早的学生,其中包括基地班的学生,适当利用计划学时并结合计划外的时间开设,实验项目以自主探索性、研究性

## 前 言

为主,对二年级以上学生开设。实验课的这种开设层次与化学理论课的学习进度能较好吻合,也符合学生学习实验知识和技能的规律。为适应上述实验教学的改革,我们编写了本教材。

本教材共分五册:《大学化学实验——基本知识与技术》、《大学化学实验——基础化学实验 I》、《大学化学实验——基础化学实验 II》、《大学化学实验——综合化学实验》和《大学化学实验——附录》。

《大学化学实验——基础化学实验 I》分为七章,第一章为基本操作训练,第二章为化学原理及常数测定,第三章为元素及化合物的性质,第四章为无机化合物的制备及反应,第五章为有机化合物的制备及反应,第六章为化学分析,第七章为综合及研究性实验。

基础化学实验 I 是按照教育部化学与化工教学指导委员会所制定的相关专业教学基本内容文件编写的。在“淡化二级学科专业概念、强化一级学科实验基础”的改革理念下,在实验内容上,涵盖了原无机、分析、有机化学的实验内容,并增加了从天然原料中提取制备化合物、环境保护及综合和设计实验等内容;在知识结构上,使之更加系统、规范和有条理,更有利于学生全面掌握理解、融会贯通、灵活应用及学生素质的全面培养,较好地解决了原二级学科办学条件下实验内容重复较多、专业意识狭窄的弊端;在保证“基本教学内容”中规定的相关实验质量的前提下,考虑到我院的办学特点和科学研究特色,适当突出并增加了一些前瞻性、理工通用型实验。

参与《大学化学实验——基础化学实验 I》编写的教师有姚卡玲、何疆、焦天权、武小莉等,由姚卡玲统稿,吴集贵教授审订。王春明、唐宁、吴集贵教授前期提出了与本教材有关的整体改革思路。

限于编审者学术水平和经验,书中难免存在错误与不妥之处,惠请有关专家和读者批评指正。

编者

2004年5月

## 目 录

<b>第一章 基本操作训练</b> .....	(1)
实验1.1 仪器的认领、洗涤和干燥 .....	(1)
实验1.2 天平称量练习 .....	(2)
实验1.3 溶液的配制和滴定操作练习 .....	(4)
实验1.4 温度计和容量器皿的校正 .....	(7)
实验1.5 玻璃工操作和塞子钻孔 .....	(10)
实验1.6 氯化钠的提纯 .....	(12)
实验1.7 硝酸钾的制备及其溶解度的测定 .....	(14)
实验1.8 硫酸铜的提纯 .....	(17)
实验1.9 硫酸铜结晶水的测定 .....	(18)
实验1.10 蒸馏和沸点的测定 .....	(20)
实验1.11 重结晶提纯法 .....	(22)
实验1.12 甲醇与水的分馏 .....	(24)
实验1.13 减压蒸馏 .....	(26)
实验1.14 薄层色谱和柱色谱 .....	(27)
实验1.15 液-液萃取分离铁(Ⅲ)、铝(Ⅲ)离子 .....	(30)
实验1.16 比色练习 .....	(32)
<b>第二章 化学原理及常数测定</b> .....	(36)
<b>第一节 气体</b> .....	(36)
实验2.1.1 摩尔气体常数的测定 .....	(36)
实验2.1.2 二氧化碳相对分子质量的测定 .....	(38)
<b>第二节 化学热力学</b> .....	(41)
实验2.2.1 镁和盐酸反应热的测定 .....	(41)
实验2.2.2 氯化铵生成焓的测定 .....	(44)
<b>第三节 化学反应速度</b> .....	(46)
实验2.3.1 化学反应速度常数和活化能的测定 .....	(46)
实验2.3.2 酶催化反应——尿素水解反应速度的测定 .....	(49)
<b>第四节 酸碱离解常数的测定</b> .....	(51)
实验2.4.1 醋酸离解常数和离解度的测定 .....	(51)
实验2.4.2 光度法测定弱酸的离解常数 .....	(54)

第五节 溶度积的测定 .....	(57)
实验2.5.1 电导法测定硫酸钡的溶度积 .....	(57)
实验2.5.2 离子交换法测定二氯化铅的溶度积 .....	(59)
实验2.5.3 光度法测定碘酸铜的溶度积 .....	(62)
第六节 电化学 .....	(64)
实验2.6.1 阿伏加德罗常数的测定 .....	(64)
实验2.6.2 电位滴定法鉴定未知酸 .....	(66)
实验2.6.3 水及溶液电导率的测定 .....	(67)
第七节 配合物组成、稳定常数及分裂能的测定 .....	(69)
实验2.7.1 磺基水杨酸铁配合物的组成和稳定常数的测定 .....	(69)
实验2.7.2 平衡移动法测定 $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ 的稳定常数 .....	(72)
实验2.7.3 分光光度法测定Cr(III)配合物的分裂能 .....	(74)
第八节 胶体 .....	(77)
实验2.8.1 胶体的制备及性质 .....	(77)
实验2.8.2 乳状液 .....	(80)
第九节 溶液中的离解平衡与氧化还原反应 .....	(83)
实验2.9.1 溶液中的离解平衡 .....	(83)
实验2.9.2 配合物的生成和性质 .....	(88)
实验2.9.3 氧化还原反应与电化学 .....	(91)
<b>第三章 元素及化合物的性质 .....</b>	<b>(96)</b>
第一节 s区元素 .....	(96)
实验3.1.1 碱金属和碱土金属 .....	(96)
第二节 p区元素 .....	(102)
实验3.2.1 卤素 .....	(103)
实验3.2.2 氧族元素 .....	(109)
实验3.2.3 氮族元素 .....	(118)
实验3.2.4 碳族元素 .....	(127)
实验3.2.5 硼族元素 .....	(137)
第三节 d区元素 .....	(141)
实验3.3.1 钛、钒、铬、钼、钨、锰 .....	(143)
实验3.3.2 铁、钴、镍 .....	(159)
第四节 ds区元素 .....	(170)
实验3.4.1 铜族、锌族元素 .....	(170)
第五节 f区元素 .....	(182)
实验3.5.1 镧系元素 .....	(182)
第六节 常见离子的鉴定 .....	(186)
实验3.6.1 阳离子的鉴定 .....	(186)
实验3.6.2 阴离子的鉴定 .....	(190)

第四章 无机化合物的制备及反应 .....	(196)
第一节 简单无机物 .....	(197)
实验4.1.1 碳酸钠的制备及总碱度的测定 .....	(197)
实验4.1.2 四碘化锡的制备及其最简式的确定 .....	(199)
实验4.1.3 由铬铁矿制备重铬酸钾 .....	(200)
实验4.1.4 硫代硫酸钠的制备 .....	(202)
实验4.1.5 无机颜料的制备 .....	(205)
实验4.1.6 B-Z振荡反应 .....	(209)
实验4.1.7 氮化硼的制备 .....	(211)
实验4.1.8 高锰酸钾的制备及性质 .....	(214)
实验4.1.9 由钛铁矿制取二氧化钛 .....	(216)
实验4.1.10 三氧化钨的制备 .....	(218)
实验4.1.11 氢还原法由金属氧化物制备金属 .....	(221)
第二节 复杂无机物 .....	(223)
实验4.2.1 硫酸亚铁铵的制备及纯度测定 .....	(223)
实验4.2.2 明矾的制备及其单晶的培养 .....	(226)
实验4.2.3 12-钨硅酸的制备、结构及性质 .....	(228)
实验4.2.4 金属配合物的热色性 .....	(230)
实验4.2.5 铁氧体法处理含铬废水 .....	(232)
实验4.2.6 配合物几何异构体的制备 .....	(235)
实验4.2.7 二草酸合铜酸钾的制备及组成测定 .....	(238)
实验4.2.8 分子筛的合成 .....	(239)
实验4.2.9 过碳酸钠的合成及活性氧的分析 .....	(242)
实验4.2.10 聚合硫酸铁的制备 .....	(245)
第五章 有机化合物的制备及反应 .....	(247)
第一节 烯烃的制备 .....	(247)
实验5.1.1 环己烯 .....	(248)
第二节 卤代烃的制备 .....	(249)
实验5.2.1 溴乙烷 .....	(252)
实验5.2.2 1-溴丁烷 .....	(253)
实验5.2.3 1,2-二溴乙烷 .....	(255)
实验5.2.4 溴苯 .....	(257)
第三节 醇的制备 Grignard反应 .....	(259)
实验5.3.1 2-甲基-2-己醇 .....	(260)
实验5.3.2 三苯甲醇 .....	(263)
实验5.3.3 二苯甲醇 .....	(265)
实验5.3.4 1-苯乙醇 .....	(267)
实验5.3.5 乙醇的生物合成 .....	(268)

第四节 醚的制备 .....	(270)
实验5.4.1 乙醚 .....	(271)
实验5.4.2 正丁醚 .....	(272)
实验5.4.3 微波辐射-β'萘甲醚的合成 .....	(274)
第五节 羧酸的制备 .....	(275)
实验5.5.1 己二酸 .....	(276)
实验5.5.2 1,9-壬二酸 .....	(279)
实验5.5.3 对硝基苯甲酸 .....	(281)
第六节 羧酸酯的制备 酯化反应 .....	(282)
实验5.6.1 乙酸乙酯 .....	(283)
实验5.6.2 苯甲酸乙酯 .....	(285)
实验5.6.3 邻苯二甲酸二丁酯 .....	(287)
第七节 Fridel-Crafts反应 .....	(289)
实验5.7.1 苯乙酮 .....	(290)
实验5.7.2 二苯酮 .....	(291)
实验5.7.3 乙酰二茂铁 .....	(293)
第八节 芳香族硝基化合物 .....	(294)
实验5.8.1 间二硝基苯 .....	(295)
实验5.8.2 邻硝基苯酚和对硝基苯酚 .....	(298)
实验5.8.3 2-硝基-1,3-苯二酚 .....	(300)
第九节 芳香族硝基化合物的还原 .....	(301)
实验5.9.1 间硝基苯胺 .....	(302)
实验5.9.2 偶氮苯 .....	(304)
第十节 羟醛缩合反应 .....	(305)
实验5.10.1 2-乙基-2-己烯醛 .....	(305)
实验5.10.2 苄叉丙酮和二苄叉丙酮 .....	(306)
第十一节 乙酰乙酸乙酯的合成与反应 .....	(308)
实验5.11.1 乙酰乙酸乙酯 .....	(309)
附:乙酰乙酸乙酯的性质实验 .....	(310)
实验5.11.2 苯甲酰乙酸乙酯和苯甲酰丙酮 .....	(311)
实验5.11.3 4-苯基-2-丁酮 .....	(314)
实验5.11.4 脱氢醋酸 .....	(315)
实验5.11.5 2-庚酮 .....	(316)
第十二节 重氮盐及其反应 .....	(318)
实验5.12.1 对氯甲苯(或邻氯甲苯) .....	(319)
实验5.12.2 间硝基苯酚 .....	(321)
第十三节 偶氮化合物与染料 .....	(323)



## 目 录

实验5.13.1	甲基橙 .....	(323)
实验5.13.2	甲基红 .....	(323)
第十四节	Perkin反应 .....	(324)
实验5.14.1	肉桂酸 .....	(325)
	羧基的测定 .....	(326)
实验5.14.2	香豆素-3-羧酸 .....	(327)
第十五节	Cannizzaro反应 .....	(329)
实验5.15.1	苯甲醇和苯甲酸 .....	(330)
实验5.15.2	吡喃甲醇与吡喃甲酸 .....	(331)
第十六节	Skraup反应 .....	(333)
实验5.16.1	喹啉 .....	(333)
实验5.16.2	8-羟基喹啉 .....	(335)
第十七节	Diels-Alder反应 .....	(336)
实验5.17.1	顺-5-降冰片烯-内型-2,3-二羧酸酐 .....	(337)
实验5.17.2	微波辐射——9,10-二氧蒽-9,10- $\alpha,\beta$ -富马酸二甲酯的合成 .....	(338)
第十八节	重排反应 .....	(340)
实验5.18.1	$\epsilon$ -己内酰胺 .....	(341)
第十九节	Wittig反应 .....	(342)
实验5.19.1	1,2-二苯乙烯 .....	(343)
第二十节	相转移催化合成——卡宾及其反应 .....	(344)
实验5.20.1	7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷的合成 .....	(345)
实验5.20.2	扁桃酸 .....	(347)
第二十一节	苯炔的反应 .....	(348)
实验5.21.1	三蝶烯 .....	(349)
第二十二节	外消旋化合物的拆分 .....	(350)
实验5.22.1	$\alpha$ -苯乙胺 .....	(351)
实验5.22.2	外消旋 $\alpha$ -苯乙胺的拆分 .....	(353)
第二十三节	天然产物的提取 .....	(354)
实验5.23.1	从茶叶中提取咖啡因 .....	(355)
实验5.23.2	菠菜色素的提取和色素分离 .....	(357)
实验5.23.3	橙油的提取 .....	(360)
第二十四节	有机化合物的化学定性分析 .....	(362)
实验5.24.1	有机化合物的化学定性鉴定 .....	(362)
第六章	化学分析 .....	(373)
第一节	容量分析 .....	(373)
实验6.1.1	硫酸铵中含氮量的测定 .....	(376)
实验6.1.2	有机酸相对分子质量的测定 .....	(377)
实验6.1.3	混合碱的测定 .....	(379)

## 大学化学实验——基础化学实验 I

实验6.1.4	酸奶中乳酸的测定	(318)
实验6.1.5	烟丝中尼古丁含量的测定	(382)
实验6.1.6	天然水硬度的测定	(383)
实验6.1.7	胃舒平药片中Al、Mg含量的测定	(385)
实验6.1.8	牛奶中钙含量的测定	(386)
实验6.1.9	天然水高锰酸盐指数的测定	(387)
实验6.1.10	石灰石中Ca含量的测定	(389)
实验6.1.11	铁矿石中Fe含量的测定	(391)
实验6.1.12	铜合金中铜含量的测定	(393)
实验6.1.13	直接碘量法测定维生素C的含量	(395)
实验6.1.14	葡萄糖含量的测定	(397)
实验6.1.15	氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	(398)
实验6.1.16	食用酱油中氯化钠含量的测定	(400)
实验6.1.17	氯化物中氯含量的测定(法扬司法)	(401)
第二节	重量分析法	(402)
实验6.1.1	BaCl <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O中钡含量的测定	(403)
实验6.2.2	重量法测定钡含量	(405)
实验6.2.3	钢铁中Ni含量的测定	(406)
第三节	分光光度分析法	(409)
实验6.3.1	邻二氮菲分光光度法测定铁	(409)
实验6.3.2	Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> <sup>2-</sup> 、MnO <sub>4</sub> <sup>-</sup> 混合溶液的分光光度分析	(413)
实验6.3.3	复方乙酰水杨酸药片中各组分含量的测定	(415)
实验6.3.4	土壤中有效磷的光度测定	(418)
实验6.3.5	光度滴定法	(420)
实验6.3.6	钽试剂萃取光度法测定低合金钢中的钒	(422)
实验6.3.7	天然水中亚硝酸盐氮的测定	(424)
实验6.3.8	二氧化硫的测定	(426)
第四节	荧光分光光度分析法	(429)
实验6.4.1	荧光分光光度法测定二氯荧光素	(429)
实验6.4.2	荧光法测定乙酰水杨酸和水杨酸	(431)
实验6.4.3	荧光光度分析法测定维生素B <sub>2</sub>	(432)
实验6.4.4	葱的荧光特性及其测定	(435)
实验6.4.5	分子荧光猝灭法测定纯铝中痕量铜	(436)
实验6.4.6	微量锌的荧光法测定	(438)
第五节	分离方法	(439)
实验6.5.1	纸色谱——铁、钴、镍、铜的分离和鉴别	(441)
实验6.5.2	氨基酸的薄层层析分离和鉴定	(442)

## 目 录

实验6.5.3	氢氧化物沉淀法分离测定铝(小体积沉淀分离法)	(444)
实验6.5.4	离子交换分离——钴和铁的分选与测定	(445)
实验6.5.5	钴、镍的离子交换分离与络合滴定法测定	(448)
第六节	有机官能团的定量分析	(449)
实验6.6.1	双键的测定(溴加成法)	(450)
实验6.6.2	醇羟基的测定(乙酰化法)	(452)
实验6.6.3	重氮化法测定芳香族伯胺	(454)
实验6.6.4	还原糖的测定(费林试剂氧化法)	(457)
第七章	综合及研究性实验	(462)
第一节	综合实验	(462)
实验7.1.1	草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成和组成分析及阴离子电荷测定	(462)
实验7.1.2	钴配合物的合成、组成分析及电子光谱测定	(466)
实验7.1.3	甲基橙的合成及离解常数的测定	(470)
实验7.1.4	磺胺药物	(473)
	硝基苯	(475)
	苯胺	(476)
	乙酰苯胺	(478)
	对-氨基苯磺酰胺	(480)
	磺胺胍	(482)
实验7.1.5	硅酸盐水泥的分析	(483)
实验7.1.6	以煤矸石为原料制备硫酸铝	(486)
实验7.1.7	阿斯匹林的合成、鉴定与含量的测定	(488)
实验7.1.8	日常生活中的化学	(492)
实验7.1.9	微波辐射制备磷酸钴纳米粒子	(498)
第二节	研究性实验	(500)
实验7.2.1	废干电池的综合利用	(500)
实验7.2.2	四氨合铜(Ⅱ)硫酸盐的制备及分析	(501)
实验7.2.3	阴阳离子未知液的分析	(502)
实验7.2.4	3,3-二甲基-2-丁酮的制备与纯度测定	(503)
实验7.2.5	铅铋合金的测定	(504)
实验7.2.6	由锌矿石制备活性氧化锌	(504)
实验7.2.7	从实验室废液中回收重金属	(505)
实验7.2.8	植物中某些元素的分离与鉴定	(506)
实验7.2.9	由废铁屑制备三氯化铁	(507)

# 第一章 基本操作训练

化学是一门实验学科,基本操作技能的培养是化学实验的一项重要内容。在这一章中,我们选择了一些较简单的实验,以训练学生的基本操作技能,为后续实验的开设打下一个良好的基础。这些基本操作包括:仪器的洗涤及干燥,称量操作,容量分析基本操作,加热方法,固液分离(倾析法、常压过滤、减压过滤、热过滤),蒸馏,重结晶,薄层色谱和柱色谱,溶液配制,萃取,试剂的取用等,涉及到的操作技术可参考《大学化学实验——基本知识与技术》中的有关章节。要求学生注意操作的规范性,培养良好的实验习惯。

## 实验 1.1 仪器的认领、洗涤和干燥(3~4 学时)

### 实验目的

1. 领取基础化学实验 I 常用仪器,熟悉其名称、规格,了解使用注意事项。
2. 学习并掌握常用仪器的洗涤和干燥方法。

### 预习

《大学化学实验——基本知识与技术》1.3“常用玻璃仪器及器皿”,1.5“仪器的洗涤和干燥”。

### 实验用品

仪器:烘箱,全套实验仪器

材料:去污粉,铬酸洗液,合成洗涤剂

### 实验内容

1. 认领仪器:按仪器单逐个领取和认识基础实验中常用仪器。
2. 玻璃仪器的洗涤:将仪器清洗干净后合理存放于实验柜中,并抽取两件交给老师检查。

### 思考题

1. 玻璃仪器内壁附有不易洗净的物质时,应如何洗涤?
2. 哪些仪器不能用加热的方法干燥?这些仪器应如何干燥?
3. 哪些仪器可以在火上直接加热?

4. 如何用最简单的方法判断仪器是否洗干净了?

## 实验 1.2 天平称量练习(4 学时)

### 实验目的

1. 熟悉分析天平的使用方法。
2. 学会用各种称量法称量试样。
3. 学会正确使用称量瓶。

### 预习

《大学化学实验——基本知识与技术》3.2“物质的称量”。

### 实验原理

见《大学化学实验——基本知识与技术》3.2.1“称量用仪器”。

### 实验用品

仪器:电子天平,称量瓶,表面皿,小烧杯等

试剂:称量试样,已知质量的金属片等

### 实验内容

#### 一、称量前准备

1. 取下天平罩子,并将其叠好。
2. 在仪器使用登记卡上填写好日期、姓名信息(注意检查天平号与登记卡号码是否一致)。
3. 检查天平是否处于水平位置,如不水平,可调节天平箱下方的两个调水平螺丝,使气泡水准器中的气泡位于正中<sup>[1]</sup>。
4. 天平盘上如有灰尘或其它落入的物体,应该用软毛刷轻扫干净。
5. 称量瓶应事先依次用洗涤剂、自来水、蒸馏水洗干净后,置于 105℃ 的烘箱中烘干。

#### 二、称量练习

##### 1. 直接法称量

将电子天平回零后,戴上手套(或按《大学化学实验——基本知识与技术》图 3.2-10 所示的方法),将称量瓶放在天平盘中央,将显示屏上的数据( $W_1$ )记录在记录本上。

同法称量小烧杯的质量( $W_2$ )。

##### 2. 指定质量称量法(增量法)称量

将一干燥、洁净的小烧杯放在天平盘上,回零。用药勺将 NaCl 固体放入小烧杯内,

直至显示 0.5000g(误差不超过 0.0003g)。

### 3. 减量法称量

本实验要求用减量法从称量瓶中准确称量出 0.2~0.3g 的固体试样(称准到小数点后第四位)。

在称量瓶中装入 1g 左右的固体试样, 盖上瓶盖, 放入天平盘中, 回零。取出称量瓶, 用其瓶盖轻轻地敲打瓶口上方, 使样品落到一个干净的小烧杯中。估计取出的试样在 0.2g 左右时, 边敲打边慢慢竖起称量瓶, 盖上瓶盖, 将称量瓶再放回天平盘中, 此时显示屏显示负值, 其绝对值为倾入小烧杯中的样品质量。如果倾出的样品质量小于 0.2g, 则取出称量瓶, 再次倾出样品, 直至符合要求( $W_3$ ); 如果样品质量大于 0.3g, 应倒掉重称。

天平回零后, 将小烧杯连同第一份样品放入天平盘中, 称其质量( $W_4$ )。

用同样操作, 再倾出一份样品至小烧杯中, 使其质量为 0.2~0.3g( $W_5$ ), 并核对小烧杯及样品质量( $W_6$ )。

用减量法称取每一份试样时, 最好在一二次内能倒出所需要的量, 以减少试样的损失和吸湿。

### 数据记录

将所有数据记录在下表中<sup>[2]</sup>。

被称量物	被称量物质量(g)	试样质量(g)
称量瓶	$W_1 =$	
小烧杯	$W_2 =$	
第一份试样重	$W_3 =$	$m_1 = W_3 =$
小烧杯 + 第一份试样	$W_4 =$	$m_1' = W_4 - W_2 =$
第二份试样重	$W_5 =$	$m_2 = W_5 =$
小烧杯 + 两份试样	$W_6 =$	$m_2' = W_6 - W_4 =$

核对从称量瓶倒出的试样  $m_1$ 、 $m_2$  及  $m_1 + m_2$  与小烧杯中倒入的试样  $m_1'$ 、 $m_2'$ 、 $m_1' + m_2'$  是否相同。

### 注

[1] 要求学生调水平位置。

[2]  $W$  为在天平上称量的质量,  $m$  为计算出的试样的质量。

### 思考题

1. 分析天平的灵敏度越高, 是不是称量的准确度也越高? 为什么?
2. 什么情况下用增量法称量? 什么情况下则需用减量法称量?
3. 读数时, 如果没有把天平门关闭, 会引起什么后果?
4. 用减量法称取试样时, 若称量瓶内的试样吸湿, 将对称量结果造成什么误差? 若试样倾入烧杯后再吸湿, 对称量是否有影响?

5. 用增量法和减量法称量时,应分别用什么容器作为称量容器?

### 实验 1.3 溶液的配制和滴定操作练习(4~6 学时)

#### 实验目的

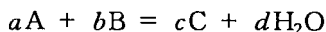
1. 掌握酸碱滴定的原理。
2. 学习溶液的配制及容量瓶,酸、碱滴定管,移液管等容量器皿的使用。
3. 掌握滴定操作,学会正确判断滴定终点。
4. 初步了解相对偏差的概念。

#### 预习

《大学化学实验——基本知识与技术》1.8“溶液的配制”,2.2.2“测量误差”,3.9.2“容量器皿的使用”。

#### 实验原理

如果酸(A)与碱(B)的中和反应为



当反应达到化学计量点时,则 A 的物质的量  $n_A$  与 B 的物质的量  $n_B$  之比为

$$n_A / n_B = a / b$$

又因为  $n_A = c_A \cdot V_A$        $n_B = c_B \cdot V_B$

所以  $c_A \cdot V_A = (a / b) \cdot c_B \cdot V_B$

上式中  $c_A, c_B$  分别为 A、B 的浓度( $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ );  $V_A, V_B$  分别为 A、B 的体积(单位为 L 或 mL)。

由此可见,酸碱溶液通过滴定,确定它们中和时所需的体积比,即可确定它们的浓度比。如果其中一溶液的浓度已确定,则另一溶液的浓度可求出。

#### 实验用品

仪器:酸、碱滴定管,25mL 移液管,100mL 容量瓶,烧杯,锥形瓶,量筒等

试剂:HCl 溶液(浓),NaOH(s),酚酞溶液(0.2%),甲基橙指示剂(0.2%),邻苯二甲酸氢钾(s)

#### 实验内容

##### 1. 酸、碱溶液的配制

0.1mol·L<sup>-1</sup>HCl 溶液 用洁净量筒量取计算量的浓盐酸<sup>[1]</sup>溶液,倒入试剂瓶中,加水稀释至 500mL,盖好玻璃塞,摇匀(浓盐酸易挥发,应在通风橱中操作)。

0.1mol·L<sup>-1</sup>NaOH 溶液<sup>[2]</sup> 称取计算量的 NaOH 固体,置于 250mL 烧杯中,马上加

入蒸馏水使之溶解,稍冷后转入试剂瓶中<sup>[3]</sup>,加水稀释至 500mL,用橡皮塞塞好瓶口,(为什么?)充分摇匀<sup>[4]</sup>。

**邻苯二甲酸氢钾标准溶液** 准确称取 2.0430~2.0450g 已烘干的 A.R 级邻苯二甲酸氢钾晶体,于小烧杯中溶解,转移至 100mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,计算其准确浓度。

## 2. 练习判断终点

用  $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NaOH}$  操作液润洗已洗净的碱式滴定管,每次 5~10mL 左右,润洗液从滴定管两端分别流出弃去,共洗三次;然后再装满滴定管,赶出滴定管下端的气泡。调节滴定管内溶液的弯月面在“0”刻度。

将酸式滴定管的活塞处涂上凡士林,确认不漏后,洗净并用操作液润洗三次,装入  $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HCl}$  标准溶液。

用酸式滴定管取 5mL HCl 溶液,加酚酞指示剂 2 滴,此时溶液应无色。用  $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NaOH}$  操作液滴定,近终点时,用洗瓶吹洗锥形瓶内壁,再继续滴定,直至溶液在滴下半滴 NaOH 后,变为明显的淡粉红色,在 30s 内不褪,此时即为终点。反复练习,直至能自如地控制半滴溶液的加入及准确地判断终点为止。

用碱式滴定管取 5mL NaOH 溶液,加 2 滴甲基橙溶液,用已配好的  $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HCl}$  溶液滴定碱液。近终点时,用洗瓶吹洗锥形瓶内壁,再继续滴定,直至溶液在滴下半滴 HCl 溶液后,变为明显的橙色,在 30s 内不褪,此时即为终点。反复练习,直至能自如地控制半滴溶液的加入及准确地判断终点为止。

## 3. 酸碱溶液互滴

用移液管准确移取 25.00mL HCl 标准溶液于 250mL 锥形瓶中,以酚酞为指示剂,用  $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NaOH}$  标准溶液滴定至溶液由无色变为淡粉红色。准确读数,记录 NaOH 溶液的体积  $V_{\text{NaOH}}$ 。重新把碱式滴定管装满溶液(每次滴定最好用滴定管的相同部分),重复上述操作过程,至少再滴定两次。要求三次测定的相对偏差不大于 0.2%。

同样,用碱式滴定管量取 20.00mL  $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NaOH}$  标准溶液,以甲基橙为指示剂,用  $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HCl}$  标准溶液滴定至溶液由黄色变为橙红色。记录 HCl 溶液的体积  $V_{\text{HCl}}$ ,至少重复三次,要求三次测定的相对偏差不大于 0.2%。

根据滴定体积,计算  $V_{\text{NaOH}}/V_{\text{HCl}}$  和  $V_{\text{HCl}}/V_{\text{NaOH}}$ 。

## 4. 酸碱溶液浓度的标定

(1)NaOH 溶液浓度的标定 准确移取 25.00mL 已配好的邻苯二甲酸氢钾标准溶液于 250mL 锥形瓶中,以酚酞为指示剂,用  $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NaOH}$  操作液滴定至终点,平行测定几次(至少有三次,相对偏差不大于 0.2%)。准确读取滴定管中 NaOH 的体积,计算 NaOH 标准溶液的浓度。

(2)盐酸溶液浓度的标定 从碱式滴定管中分别取三份 20.00mL 已知准确浓度的  $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NaOH}$  溶液<sup>[5]</sup>,以甲基橙为指示剂,用已配好的  $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HCl}$  溶液滴定。准确读取滴定管中 HCl 溶液的体积,计算 HCl 标准溶液的浓度。



## 数据记录和结果处理

将 NaOH 溶液滴定 HCl 的体积比、HCl 滴定 NaOH 的体积比及用邻苯二甲酸氢钾标定 NaOH 浓度的有关数据分别填入表 1、表 2 和表 3 中。

表 1 氢氧化钠滴定盐酸数据记录

测定序号		1	2	3
数据记录与计算				
HCl 溶液的净用量/mL		25.00	25.00	25.00
NaOH 操作液	终读数/mL			
	初读数/mL			
	净用量/mL			
	平均值 V/mL			
体积比 ( $V_{\text{HCl}}/V_{\text{NaOH}}$ )				
相对偏差				

表 2 盐酸滴定氢氧化钠数据记录

测定序号		1	2	3
数据记录与计算				
NaOH 溶液的净用量/mL		20.00	20.00	20.00
HCl 操作液	终读数/mL			
	初读数/mL			
	净用量/mL			
	平均值 V/mL			
体积比 ( $V_{\text{NaOH}}/V_{\text{HCl}}$ )				
相对偏差				

表 3 标定氢氧化钠浓度数据记录

测定序号		1	2	3
数据记录与计算				
$m$ 邻苯二甲酸氢钾/g		25.00	25.00	25.00
$V_{\text{NaOH}}$ /mL				
平均值 $V_{\text{NaOH}}$ /mL				
$c_{\text{NaOH}}/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$				
相对偏差/%				