

普通化学实验

指导书

浙江大学普通化学教研室编

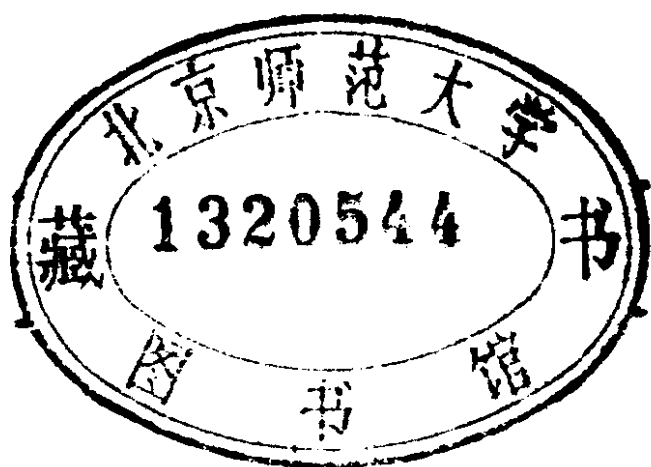
浙江大学出版社

A stylized white line drawing on a dark blue background. It depicts a hand holding a beaker. The hand is shown from the side, with the thumb and index finger gripping the rim of the beaker. The beaker is partially filled with a liquid, indicated by a horizontal line. The drawing is composed of thick white outlines.

普通化学实验指导书

浙江大学普通化学教研室编

J211/208/4



浙江大学出版社

普通化学实验指导书

浙江大学普通化学教研室编

责任编辑 徐宝澍 涂红

* * *

浙江大学出版社出版

浙江大学印刷厂印刷

浙江省新华书店发行

* * *

787×1092 毫米 1/32 印张 $5\frac{3}{8}$ 字数 120 千字

1985 年 8 月第一版

1985 年 8 月第一次印刷

印数 1~10000

统一书号: 15337·014 定价: 0.88 元

编写说明

本书是配合浙江大学普通化学教研室编《普通化学实验》（人民教育出版社，1981年）一书而编写的教学参考书，适合于教师、学生和实验室工作人员阅读，也可供中等学校的化学教师参考。

全书共包括二十四个实验，次序安排与《普通化学实验》一书完全一致。每个实验一般包括五个部分：第一，预习要求。根据实验目的，从实验原理和基本操作等方面提出应如何进行预习的具体要求。第二，实验操作注意事项。根据学生实验操作中的“常见病”、“多发病”，结合实验的关键操作、安全技术进行了必要的提示。第三，问题与讨论。对实验中容易出现的问题和异常现象，以及学生经常提出的某些疑难问题作了必要的分析和讨论。第四，补充说明。配合实验内容，对实验原理或实验结果作进一步的说明，并对某些问题作适当扩大和深化。第五，实验室准备工作注意事项。介绍某些有特殊要求的试剂的配制、仪器装置及用品的准备所必须注意的事项。对某些实验还列出：数据处理（如实验四、八、十、十九等）及误差分析（如实验四、六等）和仪器工作原理剖析（如实验十二、十五等）；并对如何写预习报告（如实验三、十一等）和实验报告（如实验九）也分别作了示范。

本书的编写得到了李博达、李明馨教授的热心指导，并承蒙校阅了全部原稿。本书还得到了刘湘兰、樊邦棠副教授及浙江大学普通化学教研室全体同志的热情帮助和支持，在此谨表示衷心的感谢。

参加本书编写工作的有张瑜（编写实验三、五、六、十、十四、二十四）、周永秋（编写实验二、七、十八、十九、二十一、二十三）、陈林根（编写实验一、十一、十二、十五、十六、二十二）、王明华（编写其余部分）。全书由王明华统稿。

由于编者水平有限，加上时间仓促，书中错误及不妥之处，恳请读者批评指正。

编 者

1984 年 9 月

目 录

实验一	硫酸铜的提纯	(1)
实验二	硫酸亚铁铵的制备	(6)
实验三	分析天平的使用	(10)
实验四	金属当量的测定	(14)
实验五	气体分子量的测定	(19)
实验六	溶液的配制与酸碱滴定	(23)
实验七	熔点的测定	(30)
实验八	溶质分子量的测定	(35)
实验九	化学反应速度与化学平衡	(42)
实验十	化学反应焓变的测定	(49)
实验十一	电解质溶液	(54)
实验十二	醋酸电离度和电离常数的测定	(62)
实验十三	二氯化铅溶度积的测定	(71)
实验十四	氧化还原与电化学	(78)
实验十五	原电池电动势的测定	(88)
实验十六	单质	(97)
实验十七	无机化合物	(105)
实验十八	络合物的形成和性质	(114)
实验十九	三价铁离子与磺基水杨酸络合物的组成 和稳定常数的测定	(121)
实验二十	有机化合物	(129)
实验二十一	水的净化	(140)
实验二十二	气体分析	(148)
实验二十三	阳离子的纸上色层分析法	(153)
实验二十四	铁矿中铁的测定	(159)

实验一 硫酸铜的提纯

一、预习要求

1. 从 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 晶体的溶解度 * 了解重结晶法提纯 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的原理。
2. 了解台天平和量筒的使用, 玻璃器皿的洗涤, 烧杯的加热, 蒸发和结晶以及用普通过滤法、抽气过滤法分离液体和固体等基本操作 (参阅《普通化学实验》“普通化学实验的基本操作”)。
3. 用符号和文字说明简略地表示出本实验操作步骤及注意事项 (参阅本书实验三、十一)。

二、实验操作注意事项

1. 称取粗硫酸铜晶体时, 应先在研钵中将其研细, 否则称量和溶解时将产生困难并费时较多。
2. 加热溶解时用玻璃棒搅拌以加速溶解, 但玻璃棒不能碰着烧杯壁, 否则易损坏烧杯。
3. 使用 pH 试纸时, 不应将试纸直接投入烧杯溶液中, 否则不仅将使测量不准, 而且污染溶液。
4. 沉淀过程中应不断用 pH 试纸检测溶液酸碱性, 将溶液 pH 值控制在 4 左右。若 pH 值太小, $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 将沉淀不完

* $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 晶体在水中的溶解度

温度(°C)	0	10	20	30	40	50	60	80	100
溶解度(g/100g水)	14.3	17.4	20.7	25.0	28.5	33.3	40.0	55.0	75.4

全影响产物 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的纯度；若 pH 值太大，则 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 也将沉淀出来，影响产物的产率。

5. 蒸发过程中，蒸发皿放在石棉铁丝网上加热，浓缩至溶液表面出现薄层结晶时，就非常容易出现暴沸而使液体溅失，因此，此时应停止加热，不可蒸干。残留一些母液也有利于可溶性杂质的溶解，从而能保证重结晶所得到的 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 晶体的纯度。当然，浓缩不够，母液残留太多，也会影响重结晶所得的 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 晶体的产率。

6. 抽气过滤前，残留在蒸发皿中的一些晶体可用玻璃棒细心移到布氏漏斗。抽气过滤时，尽可能抽干晶体间夹带的母液，并用酒精洗涤。抽气过滤后，应将布氏漏斗中晶体完全取出，并用吸水纸或滤纸吸干沉淀或晾干，但切勿烘、烤重结晶所得的晶体，以免失去结晶水。

三、问题与讨论

1. 沉淀之前，为什么要加 H_2O_2 ？

因为粗硫酸铜晶体中的杂质，通常以 FeSO_4 和 $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 为最多。 Fe^{2+} 离子比 Fe^{3+} 离子水解程度小得多，它们完全沉淀时(以浓度小于 10^{-5}M 计)的 pH 值分别为 9.0 和 3.2，而 Cu^{2+} 完全沉淀为 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 时的 pH 值是 6.7，故无法用 NaOH 调节 pH 值来除去 Fe^{2+} 。

在酸性介质中， H_2O_2 是一种较强的氧化剂，使用 H_2O_2 能保证 Fe^{2+} 全部转化为 Fe^{3+} ，而且不带进任何杂质。

2. 用 NaOH 溶液调节硫酸铜溶液的 pH 值为 4 左右时， $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 有否沉淀完全，又会不会产生 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 沉淀？

本实验中的 CuSO_4 溶液，其 pH 值在 1~2 之间，加入 NaOH 调节到 $\text{pH} \approx 4$ 时，可使 Fe^{3+} 完全沉淀，而此时 Cu^{2+} 尚未开始

沉淀。这可通过下面的近似计算（未考虑 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 的分级电离、 Cu^{2+} 的水解等因素）予以说明。

以 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 在 20°C 时溶解度为 $20.7\text{g}/100\text{g}$ 水，即 $[\text{Cu}^{2+}] = 0.77(\text{M})$ ， $L_{\text{Cu}(\text{OH})_2} = 5.6 \times 10^{-20}$ ， $\text{pK}_w = 14$ 计



平衡时浓度(M) 0.77 x

$$L_{\text{Cu}(\text{OH})_2} = [\text{Cu}^{2+}][\text{OH}^-]^2 = 0.77 \times x^2 = 5.6 \times 10^{-20}$$

$$x = 2.70 \times 10^{-10} \qquad [\text{OH}^-] = x = 2.70 \times 10^{-10}(\text{M})$$

$$\text{pOH} = 9.6 \qquad \text{pH} = 4.4$$

即对 Cu^{2+} 浓度为 0.77M 的溶液来说，开始产生 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 沉淀的 pH 值应大于 4.4。而 Fe^{3+} 沉淀完全时（以残留 Fe^{3+} 离子浓度为 10^{-5}M 计）的 pH 值是 3.2。因此，将 pH 值控制在 4 左右，可使 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 完全沉淀，同时又不会产生 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 的沉淀。

3. 怎样解释在沉淀过程中，滴入 NaOH 后立即产生浅蓝色沉淀，随后沉淀物逐渐变成红棕色，搅拌后迅速变成红棕色？

因为在 CuSO_4 溶液中， $[\text{Cu}^{2+}] \gg [\text{Fe}^{3+}]$ ，刚滴入 NaOH 液滴时，液滴周围 $\text{pH} \gg 4.4$ ，此时 $[\text{Cu}^{2+}][\text{OH}^-]^2 \gg L_{\text{Cu}(\text{OH})_2}$ ，而产生大量浅蓝色 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 沉淀。虽然此时 $[\text{Fe}^{3+}][\text{OH}^-]^3$ 也大于 $L_{\text{Fe}(\text{OH})_3}$ ，产生少量红棕色 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉淀，但其颜色被大量浅蓝色 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 沉淀所掩盖，故看见浅蓝色沉淀。随着 OH^- 离子扩散， OH^- 浓度趋向均匀，使液滴周围的 OH^- 浓度降低，不足以形成 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 沉淀，但仍满足 $[\text{Fe}^{3+}][\text{OH}^-]^3 > L_{\text{Fe}(\text{OH})_3}$ ，而在浅蓝色沉淀物边缘形成红棕色的 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉淀。在 OH^- 浓度相同情况下，沉淀 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 所需 Fe^{3+} 浓度大大小于沉淀 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 所需的 Cu^{2+} 浓度，因此浅蓝色转化成红棕色。搅拌加速了这种转化，使沉淀物迅速由浅蓝色变成红棕色。

四、补充说明

1. pH 试纸的种类和使用方法

pH 试纸是用滤纸浸渍某种混合指示剂后制成的，是实验室和工业上常用的一种试纸，它能方便地测定溶液的 pH 值。

市售的国产 pH 试纸有广范 pH 试纸和精密 pH 试纸两类，如表1.1所示。

表1.1 pH试纸的种类和变色范围

类别	测量范围	变色间隔	类别	测量范围	变色间隔
广 范 试 纸	1—10	1	精	3.8—5.4	0.2
	1—12	1		5.0—6.6	0.2
	1—14	1		5.3—7.0	0.2
	9—14	1		5.4—7.0	0.2
精 密 试 纸	0.5—5.0	0.5	密	5.5—9.0	0.2
	1—14	0.5		6.4—8.0	0.2
	1—10	0.5		6.9—8.4	0.2
	4—10	0.5		7.2—8.8	0.2
	5.5—9.0	0.5		7.6—8.5	0.2
	9—14	0.5		8.2—9.7	0.2
精 密 试 纸	0.1—1.2	0.2	纸	8.2—10.0	0.2
	0.8—2.4	0.2		8.9—10.0	0.2
	1.4—3.0	0.2		9.5—13.0	0.2
	1.7—3.3	0.2		10.0—12.0	0.2
	2.7—4.7	0.2		12.4—14.0	0.2

广范 pH 试纸可用来粗略检验溶液的 pH 值范围；精密 pH 试纸在 pH 值变化较小时就有颜色的变化，它可用来较精细地检验溶液的 pH 值。根据不同测量要求可采用上述某种试纸。在

具体使用时，可将一小块试纸放在点滴板上，用沾有待测液的玻璃棒点试纸的中部，试纸即被待测液润湿而变色。试纸变色后与标准比色板比较，得出 pH 范围或 pH 值。不要将 pH 试纸浸泡在溶液中，否则试纸上的有效成分将溶于溶液而使之污染；并且，经浸泡而变色的试纸与标准比色板比较时，所得 pH 值误差较大。

2. 沉淀的洗涤

洗涤沉淀物的目的是为了除去混杂在沉淀中的母液以及吸附在沉淀表面的杂质。

洗涤液的选择原则是既要达到洗涤目的又要避免沉淀因溶解而损失。因此，只有对溶解度很小又不易生成胶体的沉淀，才可使用去离子水洗涤，对一些溶解度很小的非晶体形沉淀，甚至可用热水洗涤。但对于像 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 这样的溶解度比较大的晶形沉淀，应用挥发性大而又不会使结晶溶解的洗涤液，如酒精，进行洗涤。

洗涤时，应该每次用少量的洗涤液多洗几次，而在加入新的一份洗涤液以前，应该让前一份洗涤液流尽，以提高洗涤效率。

五、实验室准备工作注意事项

1. 粗 $\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 晶体若块大坚硬，应敲碎后供实验使用，否则在玻璃研钵中难以研细。
2. pH 试纸应保存在干燥密闭的盛器中，比如密闭的塑料袋或玻璃盆子，勿使受潮。

实验二 硫酸亚铁铵的制备

一、预习要求

1. 了解硫酸亚铁铵的制备方法，并用文字和符号简略地表示本实验的主要步骤（参阅本书实验三、十一）。
2. 阅读《普通化学实验》基本操作有关部分。了解比重计的使用、水浴加热、复习台天平的使用、普通过滤和抽气过滤等内容。
3. 熟悉根据已作用的铁屑重量来计算 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 用量，以及根据 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的溶解度计算配制饱和溶液时所需水量的计算方法。

二、实验操作注意事项

1. 配制 6N H_2SO_4 溶液时，应将浓硫酸沿玻璃棒慢慢倒入已加有适量去离子水的烧杯中，边倒边搅拌，切不可将去离子水倒入浓硫酸中。
2. 铁屑用 Na_2CO_3 溶液洗涤后，必须用水冲洗至中性。否则，残留碱要耗去即将加入的部分硫酸，致使反应过程中溶液酸度不够。
3. 为节省加热时间，可向铁屑与硫酸作用时所用的水浴中加入由实验预备室供给的开水，并继续加热。
4. 用热水洗涤锥形瓶及铁残渣附着的硫酸亚铁溶液时，用水量应尽可能少。用水太多，最后的溶液蒸发时间就过长。
5. 若嫌水浴蒸发需时过多，也可将蒸发皿放在石棉网上直接加热，但在溶液沸腾后必须用小火加热，并要小心搅拌，

以防溅出。待刚出现晶体膜，即可停止加热。

6. 蒸发过程中，有时溶液会由浅蓝绿色逐渐变为黄色（这是由于溶液的酸度不够， Fe^{2+} 离子被氧化成 Fe^{3+} 及 Fe^{3+} 进一步水解所致）。这时要向溶液中加入几滴浓硫酸提高酸度，同时再加几只铁钉，使 Fe^{3+} 转变为 Fe^{2+} 。

7. 蒸发浓缩后的溶液，必须让其充分冷却后，才能用布氏漏斗抽气过滤。若未充分冷却，在滤液中会有硫酸亚铁铵晶体析出，致使产量降低。

三、问题与讨论

1. 为什么制备硫酸亚铁铵晶体时，溶液必须呈酸性？

亚铁盐在空气中不稳定，易被氧化成铁盐。在溶液中，亚铁盐的氧化还原稳定性随介质不同而异，可由下面的电极电位看出。

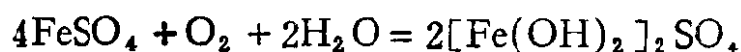
在酸性介质中： $\text{Fe}^{3+} + e \rightleftharpoons \text{Fe}^{2+}$ $\varphi^0 = 0.77(\text{V})$

在碱性介质中： $\text{Fe}(\text{OH})_3 + e \rightleftharpoons \text{Fe}(\text{OH})_2^+ + \text{OH}^-$ $\varphi^0 = -0.56(\text{V})$

以上电极电位表明， Fe^{2+} 在酸性介质中还是较稳定的，但 Fe^{2+} 在碱性溶液中易被氧化成 Fe^{3+} 。例如，亚铁盐与碱作用生成白色 $\text{Fe}(\text{OH})_2$ 沉淀，一接触空气（即使溶解在水中的少量空气）就很快被氧化而逐渐变成红棕色的 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ：



硫酸亚铁在中性溶液中也容易氧化并水解，析出棕黄色的碱式硫酸铁沉淀（或 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉淀）：



溶液酸性减弱，水解度增加。因此，在制备 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 过程中，为了使 Fe^{2+} 不被氧化和水解，溶液必须保持足够的酸度。

2. 硫酸亚铁铵晶体从母液中析出并经抽气过滤后，为什么还要用酒精洗涤？

洗涤的目的是为了洗去沉淀表面所吸附的杂质和残留的母液，获得纯净的沉淀（参见本书实验一“补充说明”）。若用去离子水洗涤，会使部分晶体溶解而造成产率降低。硫酸亚铁铵在酒精中溶解度小，因此用酒精洗涤可减少晶体的损失；同时，由于酒精易挥发并与水互溶，有利于继续抽气时除去晶体间隙的水分，而使产物易于干燥。

3. 计算硫酸亚铁铵的理论产量时，应该以哪一种物质的用量为准？

计算理论产量时，总是以反应物中用量较少者的量为依据的。Fe 与稀 H_2SO_4 作用时，为保持溶液的酸性， H_2SO_4 是过量的；而 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的量是根据 Fe 的量计算的，不能作为标准。所以， $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 的理论产量应以 Fe 或 FeSO_4 的量为标准进行计算。

四、补充说明

1. 蒸发与结晶

蒸发浓缩一般在水浴上进行，若溶液较稀，且被浓缩的物质是热稳定的话，也可以放在石棉铁丝网上直接加热蒸发。蒸发的快慢不仅和温度的高低有关，也和被蒸发的液体表面大小有关；蒸发皿的表面积大，有利于快速蒸发。蒸发皿内所盛液体的量不应超过其容量的三分之二。随着水分子的不断蒸发，溶液逐渐被浓缩，浓缩到什么程度，则取决于溶质溶解度的大小及结晶时对浓度的要求。当物质的溶解度较小，或其溶解度随温度变化较大时，蒸发到一定程度即可停止。如果物质的溶解度较大或其溶解度随温度变化较小，则必须使溶液表面出现

晶膜时才停止蒸发。另外，如结晶时希望得到较大的晶体，就不宜浓缩得太浓。

结晶颗粒的大小要适当，颗粒较大且均匀的晶体夹带母液较少，易于洗涤。晶体太小且大小不匀时，能形成稠厚的糊状物，夹带母液较多且不易洗涤。结晶颗粒的大小与条件有关，如果溶液浓度较高，冷却速度快并不时搅拌，则析出的结晶颗粒细小；若缓慢地冷却则析出结晶颗粒较粗大。

2. 不同温度下 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 、 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 、 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 晶体在水中的溶解度如表 2.1 所示

表 2.1 在不同温度下的溶解度(g/100g水)

温度(°C)	0	10	20	30	40	50
$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	15.6	20.5	26.5	32.9	40.2	48.6
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	70.6	73.0	75.4	78.0	81.6	
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	12.5	17.2			33.0	40.0

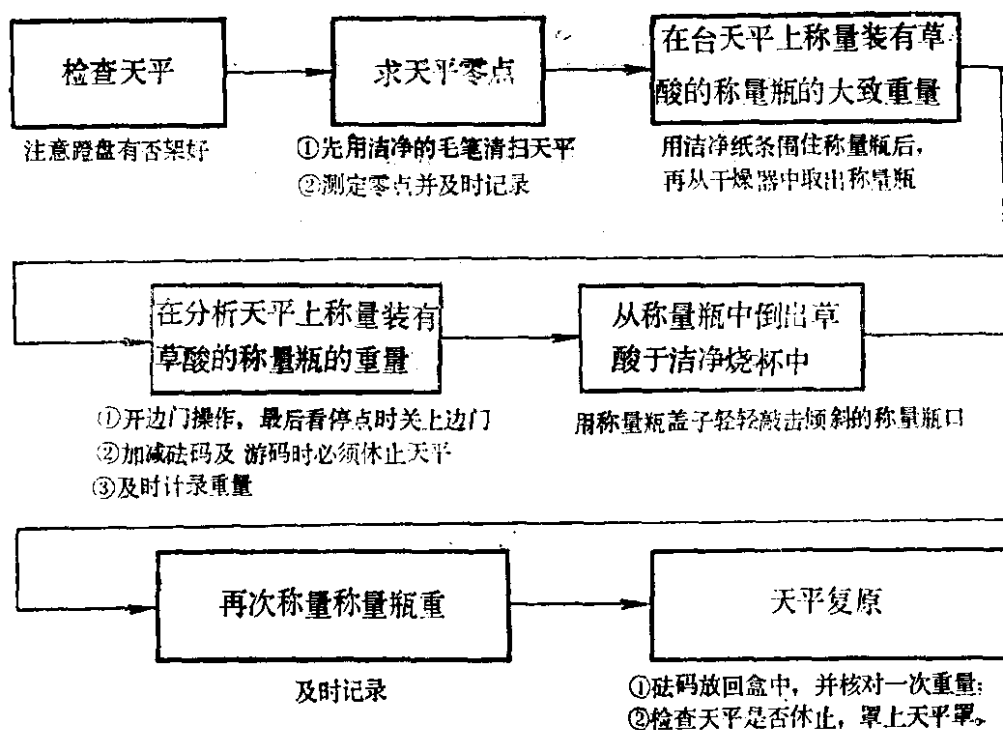
五、实验室准备工作注意事项

1. 如果实验时间较短(如二小时)，稀硫酸可由实验预备室预先配制。
2. 为缩短蒸发时间，供应开水作为水浴用水。
3. $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (固)必须纯粹(可用分析纯)。

实验三 分析天平的使用

一、预习要求

1. 了解分析天平的构造原理。
2. 对照实物或《普通化学实验》图3-6(p.30),熟悉阻尼天平各部件的名称及其作用。
3. 计算实验所需草酸的重量。
4. 了解分析天平的精度和称量所得的有效数字(参阅《普通化学实验》p.22)。
5. 对于操作步骤较多的实验,在预习时可将各步骤简单表示出来,并注明各步骤应注意之处,以供实验时参考。现以分析天平称量为例,表示如下。



二、实验操作注意事项

1. 分析天平的使用

(1) 保护玛瑙刀口 分析天平是相当精密的称量仪器，它之所以能称量至 0.0001 g，主要是天平支点和力点是三个接触面很小、硬度很大的玛瑙刀口。因而，在称量过程中应尽量减少刀口的磨损，保护刀口的锋利，以保持天平的精度。为此，必须记住：只有在观察指针偏转方向时才开启天平，在加减砝码或物体时必须使天平处于休止状态。

(2) 正确使用砝码 加减砝码时一定要用镊子，由大到小的顺序逐一增加或调换。10 mg 以下的砝码用游码，使用游码时将游码挂在游码钩上，然后移动游码钩将游码放到标尺的适当刻度上，注意必须及时将游码钩移开游码标尺，防止游码钩与标尺相碰，影响称量。

2. 药品的称量

从称量瓶中倒出少量草酸时，应用左手把折叠成数层的洁净纸条包住称量瓶的中间部分，用右手拿一小片纸片包住盖子上的小帽子(不要用手直接拿)。然后略微倾斜称量瓶(倾斜角度要适当)，用称量瓶的盖子轻轻敲击瓶口，使草酸慢慢落入烧杯中，再竖起称量瓶用盖子在瓶口边轻轻敲几下，使沾在瓶口的草酸落回称量瓶中，盖上盖子，放回天平上称量。实验中不可能一次倾倒就使草酸重量接近 0.63 g、要耐心逐次倾倒少量，经称量后若重量不足时再慢慢倾倒少量，再进行称量，直到接近 0.63 g 左右。

3. 常见错误操作

(1) 不检查天平，匆忙找零点，或天平蹬未挂好，天平向一边倾斜，找不准零点。