

教育部“十一五”规划教材化学实验丛书·第二分册

大学化学实验

基础化学实验一

南京大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验·基础化学实验一 /朱霞石主编. —南京:
南京大学出版社, 2006. 8

ISBN 7-305-04805-4

I. 大… II. 朱… 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(2006)第 068504 号

出版者 南京大学出版社

社 址 南京市汉口路 22 号 邮编 210093

网 址 <http://press.nju.edu.cn>

出版人 左 健

书 名 大学化学实验·基础化学实验一

总 主 编 刁国旺

本册主编 朱霞石

责任编辑 蔡文彬 编辑热线 025—83685411

照 排 南京玄武湖印刷照排中心

印 刷 盐城华光印刷厂

开 本 787×1 092 1/16 印张 17.25 字数 431 千

版 次 2006 年 8 月第 1 版 2006 年 8 月第 1 次印刷

ISBN 7-305-04805-4 / O·381

定 价 26.00 元

发行热线 025-83592169 025-83592317

电子邮件 sales@press.nju.edu.cn (销售部)

nupress1@public1.ptt.js.cn

* 版权所有,侵权必究

* 凡购买南大版图书,如有印装质量问题,请与所购
图书销售部门联系调换

《大学化学实验》编委会

总 主 编：刁国旺

副总主编：沐来龙

编 委：（以姓氏笔画为序）

刁国旺

牛德仲

王佩玉

王赭胤

王香善

石尧成

孙 晶

朱霞石

刘永红

刘 巍

李宗伟

李 亮

李广超

沐来龙

韩 莹

景峻壁

颜朝国

薛怀国

序

21 世纪对人才的需求呈多元化,人才就是财富,企业的竞争,归根结底就是人才的竞争。可以毫不夸张地说,谁拥有了人才,谁就掌握了通向财富之门的钥匙。而在人才战略中,创新人才是必不可少的,其质量的优劣直接关系到企业的生存。因此作为担负人才培养重担的高等院校,有必要从人才培养的实际出发,在教育理念、教育形式和方法以及教学内容等方面进行深入细致的研究,进行广泛的改革,适应蓬勃发展的社会对人才的需求。为此,扬州大学化学化工学院自 2000 年起开展了面向 21 世纪化学与化工类各专业教学改革工作,从理论教学到实验课的设立等进行了全方位的改革。

在实验教学方面,认真落实教育部高教司[2000]16 号文件精神,参照各兄弟院校实验教学改革的成功经验,提出在大学化学基础实验教学方面,既要注重学生基础知识、基本技能的培训,又要加强学生创新能力的培养;既要注重各专业学生的共性,统一基本要求,又要结合各专业自身的个性,强化专业技能的训练,使学生带有鲜明的专业特色。

为达到上述目的,在教学内容的安排上,设立基础实验、综合实验和探究性与设计性实验三个层次。其中基础实验又分为基础化学实验一和基础化学实验二两个模块,前者主要包括各类基础操作实验;后者主要包括各类仪器操作实验以及各种物理参量的测量等,为化学与化工类各专业所必修,体现各专业的共性特征。综合实验则以有机合成、无机合成为主线,辅以常规分析及仪器测量等手段,培养学生综合解决实际问题的能力。该部分内容大多为各专业共有,也安排少量带有专业特性的实验,供不同专业选做,以适应不同专业的培养要求。探究性与设计性实验引入最新的科学研究成果,实行导师制。由导师提出要求,学生根据掌握的知识、技能,通过查阅文献,提出解决问题的方案,经指导老师审阅后,独立开展实验工作。该部分内容可以是动态的,教师随时可以增加新的实验课题,供学生选择。该层次教学充分体现各专业的教学要求,没有通用的必修内容。不同专业的学生可以根据自己专业的教学要求,结合自己的兴趣,自主选做与本专业相关的实验内容。

实践证明,采用以上教学方式,可系统地培养学生的基本操作技能和基本实验方法,并在综合解决实际问题能力上得到全方位的培训。由于学生在进行综合性实验时,往往需要用到在基础实验时学到的基本实验理论和基础实验方法,一方面可起到对前面所学知识的复习、巩固与提高作用,避免了简单的机械性重复;另一方面也使学生充分认识到所学知识的重要性和实用性,极大地调动了他们的学习积极性,提高了教学效果。

改革过程中,得到了徐州师范大学的积极响应和参与。为进一步指导实验教学,推广实

验教学改革的成果,2005年10月两校在扬州大学召开了《大学化学实验》系列教材编写会议。与会代表经过认真讨论,通过了扬州大学提出的《大学化学实验教材编写大纲》,建议该教材以丛书形式编写,全套共四个分册。其中,第一分册包括两部分,第一部分为大学化学实验的基础知识与基本操作;第二部分介绍大学化学实验中常用的仪器,刘巍任主编。第二、第三分册分别为基础化学实验一与基础化学实验二,分别由朱霞石、薛怀国任主编。第四分册也分两部分,第一部分为综合性实验;第二部分为探究性与设计性实验,颜朝国任主编。会议成立了编写委员会,刁国旺教授任总主编,并负责全套书的统稿工作;沐来龙教授任副总主编。希望本套书的出版,能够为我国高等院校理工科基础化学教学改革提供有力的帮助。

本教材第一分册基础知识与仪器部分内容可以结合实验要求,在开设基础化学实验一和基础化学实验二时以讲座形式教学,建议教学时数为16学时,分别在一年级上学期和二年级上学期授课,其余可供学生自学。第二分册基础化学实验一在一年级开设,共32个实验计128学时。第三分册基础化学实验二在二年级开设,共36个实验计192学时。第四分册综合化学实验部分在三年级开设,共开设30个实验,计144学时;探究性与设计性实验在四年级上学期开设,共开设1~2个实验,计48学时。以上教学时数为建议学时数,各校可根据专业特点和教学计划安排,作适当增减。为方便不同学校教学要求,每册教材编写的实验内容多于实际开出数,各校可根据自身的要求和条件,自行选择有关实验。

本教材体系的特色是按照学生的认知规律,从简单到复杂,由浅入深,循序渐进,使学生在轻松愉快的学习过程中掌握相关的知识要领。为加强对学生操作技能的培训,重要的基础操作在不同实验中反复出现,但每一次出现都是前一次的提高,不再是简单的机械重复,达到了螺旋式上升的目的。各分册内容自成体系,又相互联系。本套教材的分类方法为首创,简单明了,科学合理。

教材在每个实验中设立了“注意事项”栏目。该栏目的大部分内容来自广大教学工作者多年来教学经验的总结,可帮助学生少走弯路,提高实验的成功率,增强学生学好本门课程的信心。

“e网链接”是本套教材的另一特色。该栏目的设立,可帮助学生从互联网上查找相关的参考文献。学生通过相关网站,可查阅该实验的发展过程,与该实验有关的最新研究动态等;也可以通过网站搜索本实验中所用试剂的生产厂家、代理公司以及购买渠道、试剂价格等;通过网站搜索实验中用到的诸多仪器的生产厂家、仪器性能、使用注意事项以及相关仪器的最新发展动向等。这一方面可以增加学生的知识视野,同时也可以增加学习的乐趣,更重要的是让学生练习查阅资料的方法,培养学生解决实际问题的能力。

该套教材的编写原则是:①打破传统的实验课依附于理论课的做法,实验单独设课,自成体系;②对实验内容进行有机的融合,使之尽可能符合实验教学的认知规律;③重视引

入最新的科学研究成果；④ 注意收列近期的高水平参考文献；⑤ 注重学生创新能力与实践能力的培养；⑥ 充分考虑化学及近化学类不同学科间的共性与个性差异，为实施宽口径，厚基础，理工交融的办学模式提供了方便。

该套教材是扬州大学化学化工学院和徐州师范大学化学化工学院全体同仁多年来，尤其是近几年教学改革工作的经验总结，编写过程中得到扬州大学郭荣教授、胡效亚教授、阚锦晴教授、刘天晴教授、沈明副教授等的关心和支持，南京大学姚天扬教授、孙尔康教授也对我们的实验教学改革给予了很大的关心与支持，孙尔康教授欣然担任全套教材的审稿工作，在此一并表示衷心感谢！扬州大学化学教学实验中心、徐州师范大学化学教学实验中心的全体教职员积极参加实验教学改革，使我们的实验教学改革和本教材的编写工作得以顺利进行，特致谢意！

本套教材是 2005 年江苏省高等学校立项建设精品教材。

由于编者的水平有限，加之实验教学改革还在不断进行，时间也比较仓促，不足甚至谬误之处一定不少，恳请使用本教材的广大师生向我们提出宝贵意见和建议，以便再版时修改。

编委会

2006 年 2 月

前 言

本书为《大学化学实验》丛书的第二分册,是在扬州大学化学化工学院《大学化学基础实验一》讲义的基础上编写而成的。

本书融合了无机化学、分析化学、有机化学和物理化学等实验中的基本内容,突破了原有实验体系,在总结多年实验教学改革经验的基础上,编者从已有的实验内容及近年开发的新实验中,精心选择了 74 个实验,主要介绍化学基本操作实验、常数测定实验、含量测定实验、物质性质实验及纯化与制备实验等五个组成部分。实验内容包括实验目的、基本原理、仪器与药品、实验步骤、结果与讨论、注意事项、思考题、参考文献等八个栏目。为帮助学生自学,拓宽学生的知识面,部分实验还设有 e 网连接栏目,学生可通过互联网查阅与本实验相关的内容。本书可用作综合性大学和高等师范院校化学专业、化工专业、生化专业、医学专业等学生的基础实验教材,亦可供其他大专院校从事化学实验工作的有关人员参考。

本分册由朱霞石教授主编,参加编写的还有李宗伟副教授(实验 1.1~1.2;实验 1.4;实验 2.1~2.7;实验 3.7;实验 4.1~4.10;实验 4.14~4.16;实验 5.1~5.7)、牛德仲教授(实验 1.3;实验 4.11~4.13)、颜朝国教授(实验 1.5~1.10;实验 4.17~4.25;实验 5.8~5.19)、王香善副教授(实验 5.20~5.21)、王赅胤副教授(实验 3.1~3.2;实验 3.4~3.5;实验 3.8),其余实验由朱霞石教授编写,刁国旺教授负责全套教材的统稿工作。

由于编者水平有限,编写时间仓促,书中问题和错误在所难免,敬请广大师生和读者提出批评指正,以便再版时参考。

编 者

2006 年 5 月于扬州大学

目 录

第 1 章 基本操作实验

实验 1.1	玻璃加工技术	1
实验 1.2	常用玻璃仪器的洗涤和干燥	2
实验 1.3	容量仪器的检定	3
实验 1.4	溶液的配制与标定	5
实验 1.5	熔点的测定	11
实验 1.6	蒸馏及沸点的测定	16
实验 1.7	减压蒸馏	21
实验 1.8	水蒸气蒸馏	26
实验 1.9	简单分馏	30
实验 1.10	升华	33

第 2 章 常数测定实验

实验 2.1	阿佛加德罗常数的测定	36
实验 2.2	摩尔气体常数 R 的测定	39
实验 2.3	二氧化铅溶度积的测定	42
实验 2.4	CO_2 摩尔质量的测定	45
实验 2.5	硝酸钾溶解度的测定和溶解度曲线的绘制	48
实验 2.6	化学反应焓变的测定	50
实验 2.7	化学反应速率与化学平衡	53

第 3 章 含量测定实验

实验 3.1	有机酸含量的测定	60
实验 3.2	混合碱含量的分析	62
实验 3.3	工业用水总硬度的测定	65
实验 3.4	过氧化氢含量的测定	69
实验 3.5	铁矿石中铁含量的测定	72
实验 3.6	间接碘量法测定胆矾中铜的含量	76
实验 3.7	氯化物中氯含量的测定	79
实验 3.8	氯化钡中钡含量的测定	82

实验 3.9 合金钢中镍的测定	85
-----------------------	----

第 4 章 物质性质实验

实验 4.1 电离平衡与沉淀平衡	88
实验 4.2 氧化还原反应	95
实验 4.3 配合物的生成与性质	100
实验 4.4 氧和硫的性质	105
实验 4.5 氮和磷的性质	113
实验 4.6 卤素及其化合物的性质	121
实验 4.7 碱金属与碱土金属的性质	126
实验 4.8 ds 区元素(铜、银、锌、镉、汞)的性质	132
实验 4.9 铁、钴、镍的性质	139
实验 4.10 钛、钒、铬、锰及其化合物的性质	146
实验 4.11 碳、硅、硼	155
实验 4.12 铝、锡、铅	158
实验 4.13 砷、锑、铋	162
实验 4.14 常见无机阳离子的分离与鉴别	165
实验 4.15 常见无机阴离子的分离与鉴别	168
实验 4.16 电解和电镀	170
实验 4.17 有机化合物元素定性分析	174
实验 4.18 烷、烯、炔烃的制备和性质	179
实验 4.19 芳烃的性质	184
实验 4.20 醇、酚和醚的性质	186
实验 4.21 醛和酮的性质	191
实验 4.22 羧酸及其衍生物的性质	196
实验 4.23 含氮化合物的性质	200
实验 4.24 蛋白质的性质	203
实验 4.25 糖的性质	206

第 5 章 制备与纯化实验

实验 5.1 物质的分离和提纯——KNO ₃ 的制备	211
实验 5.2 由粗食盐制备试剂级氯化钠	213
实验 5.3 由钛铁矿制取二氧化钛	216
实验 5.4 四碘化锡的制备	219
实验 5.5 硫代硫酸钠的制备	221
实验 5.6 锌钡白的制备	224
实验 5.7 由孔雀石制备五水硫酸铜并测定其结晶水	227
实验 5.8 偶氮苯光化异构化反应和薄板层析	230
实验 5.9 正丁醚和 β -萘乙醚的制备	232

实验 5.10	卤代烃的制备和折光率的测定	235
实验 5.11	肉桂酸的合成	238
实验 5.12	邻氯苯甲酸的制备	241
实验 5.13	乙酰乙酸乙酯的制备	243
实验 5.14	苯乙酮的合成——傅-克反应	246
实验 5.15	邻苯二甲酸二丁酯的合成	249
实验 5.16	邻-硝基苯酚和对-硝基苯酚的制备	250
实验 5.17	叔戊醇的合成——格氏反应	252
实验 5.18	双酚 A 的制备	254
实验 5.19	环己酮的合成及其沸点的测定	256
实验 5.20	查尔酮的制备及其熔点的测定	258
实验 5.21	2-硝基-1,3-苯二酚的制备及其 R_f 值的测定	260

第 1 章 基本操作实验

实验 1.1 玻璃加工技术

【实验目的】

1. 了解煤气灯的构造并掌握正确的使用方法及正常火焰部分的温度。
2. 掌握玻璃管的切割、弯曲、拉制、熔烧等技术,掌握制做弯管、滴管、玻璃棒等基本操作技术。
3. 了解塞子的选配方法,掌握钻孔及装配等操作技术。

【仪器与材料】

1. 仪器

煤气灯,酒精灯,石棉网,锉刀,钻孔器,大烧杯。

2. 材料

玻璃管,玻璃棒,橡皮塞,乳胶头。

【实验步骤】

1. 拉制 4 支滴管(10 cm、16 cm 各 2 支)。
2. 拉制 60°、90°、120°玻璃弯管各 2 支。
3. 切割并熔光玻璃搅棒四根(10 cm、16 cm 各 2 支)。
4. 拉制 10 支毛细管(每支 10 cm)。
5. 将塑料瓶装配为洗瓶。

【注意事项】

1. 用锉刀锉玻璃棒或玻璃管时,由里向外锉时只能锉一下,不得来回锉。
2. 灼热的玻璃管、玻璃棒,要按先后顺序放在石棉网上冷却,切不可直接放在实验台上,防止烧焦台面;未冷却之前,切不可用手去摸,防止烫伤。
3. 实验完毕,由教师检查产品后,清扫桌面。

【思考题】

1. 使用煤气灯有哪些注意事项? 为何在操作煤气灯的过程中会发生爆鸣现象?

2. 在切割玻璃管(棒)时,如何防止割伤和刺伤皮肤?
3. 为什么要对玻璃棒(管)的切割断面进行焙烧? 刚灼烧过的玻璃制品应放在哪里?
4. 怎样拉制玻璃管?
5. 为什么被加热的物体总是放在氧化焰处?

【参考文献】

1. 北京轻工业学院 等著. 基础化学实验. 北京:中国标准出版社,1999
2. 北京师范大学 编. 无机化学实验(第三版). 北京:高等教育出版社,2001
3. 徐丽英 主编. 无机及分析化学实验. 上海:上海交通大学出版社,2004
4. 罗士平等主编. 基础化学实验(上). 北京:化学工业出版社,2005

【e网连接】

<http://www.bcec.sjtu.edu.cn/chem/>

实验 1.2 常用玻璃仪器的洗涤和干燥

【实验目的】

1. 了解酒精灯的构造并掌握正确的使用方法及正常火焰部分的温度。
2. 掌握根据污物的性质和沾污的程度选用适当的洗涤玻璃仪器的方法。
3. 掌握用晾干、烤干、吹干、烘干、有机溶剂快速干燥等常用的方法干燥玻璃仪器。

【仪器与试剂】

1. 仪器

实验柜中的玻璃仪器,酒精灯,试管夹,试管刷。

2. 试剂

乙醇(或丙酮),洗涤剂,去污粉。

【实验内容】

1. 洗净实验柜中所有仪器。
2. 在酒精灯上烘干两支洗净的试管。
3. 用有机溶剂快速干燥法,干燥一只 100 mL 烧杯。

【注意事项】

1. 为了保证实验结果的正确,实验仪器必须洗涤干净,一般来说,附着在仪器上的污物分为可溶性物质、不溶性物质、油污及有机物等。应根据实验要求、污物的性质和污染程度来选择适宜的洗涤方法。
2. 试管内废液必须先倒入废液缸中,后注水洗涤。洗涤仪器用水应做到少量多次。
3. 洗涤时,若仪器透明,器壁不挂水珠,表明洗净。洗净后的仪器不得用抹布或纸擦干。

【思考题】

1. 玻璃仪器洗涤干净的标志是什么?
2. 什么是“少量多次”洗涤原则? 为什么要实行“少量多次”的洗涤原则?
3. 洗干净的玻璃仪器能否用干布或软纸擦干?
4. 烘干试管时,为什么开始管口要略向下倾斜?

【参考文献】

1. 中山大学 等编. 无机化学实验(第三版). 北京:高等教育出版社,1992
2. 北京师范大学 编. 无机化学实验(第三版). 北京:高等教育出版社,2001
3. 北京轻工业学院 等著. 基础化学实验. 北京:中国标准出版社,1999
4. 徐丽英 主编. 无机及分析化学实验. 上海:上海交通大学出版社,2004
5. 罗士平等主编. 基础化学实验(上). 北京:化学工业出版社,2005

【e网连接】

<http://www.bcec.sjtu.edu.cn/chem/>

<http://211.82.8.16/gchen/inorg.asp>

实验 1.3 容量仪器的检定

【实验目的】

1. 了解容量仪器校准的必要性。
2. 掌握移液管、容量瓶与滴定管的校正方法。

【实验原理】

容量仪器的容积并不一定与它所标示的值完全一致,就是说,刻度不一定十分准确。因此在实验工作前,尤其对于准确度要求较高的实验,必须予以校正。

1. 绝对校准

绝对校准需要测定量器的实际容积,采用称量法。称量法的原理是称量量器中所容纳或放出的纯水的质量 m ,然后将称得的水的质量除以该温度下水的校正密度 ρ_t ,即得到实际容积 V :

$$V = \frac{m}{\rho_t}$$

ρ_t 是表示温度为 t °C 时,在空气中用黄铜砝码称得的 1 mL 纯水的质量,如表 1.3-1 所示。

表 1.3-1 不同温度下的 ρ_t 值(g/mL)

$t/^\circ\text{C}$	ρ_t	$t/^\circ\text{C}$	ρ_t	$t/^\circ\text{C}$	ρ_t
5	0.998 53	14	0.998 04	23	0.996 55
6	0.998 53	15	0.997 92	24	0.996 34
7	0.998 52	16	0.997 78	25	0.996 12
8	0.998 49	17	0.997 64	26	0.995 88
9	0.998 45	18	0.997 49	27	0.995 66
10	0.998 39	19	0.997 33	28	0.995 39
11	0.998 33	20	0.997 15	29	0.995 12
12	0.998 24	21	0.996 95	30	0.994 85
13	0.998 15	22	0.996 76	31	0.994 64

2. 相对校准

当要求两种量器按一定比例配套使用时,可采用相对校准。如容量瓶可用移液管进行校准。对于 100 mL 的容量瓶,其校准的方法是:将 100 mL 容量瓶洗净并使其干燥,用 25 mL 移液管移取蒸馏水 4 次于容量瓶中,如发现液面与原标线不吻合,可在液面处作一个新记号。二者配套使用时,则以新的记号作为容量瓶的标线。

【仪器与试剂】

1. 仪器

分析天平,滴定管(50 mL),容量瓶(250 mL),移液管(25 mL),具塞锥形瓶(50 mL)。

2. 试剂

蒸馏水。

【实验步骤】

1. 滴定分析仪器的洗涤

滴定管、容量瓶、移液管的洗涤方法,按滴定分析基本操作进行。

2. 滴定管的绝对校准

(1) 将蒸馏水装入已洗净的滴定管中,调节至 0.00 刻度,然后按照滴定速度放出一定体积的水到已称重的 50 mL 具塞锥形瓶中,再在分析天平上称重。记录放出纯水的体积和瓶加水的质量。

(2) 根据称得的水的质量除以该温度下水的校正密度 ρ_t ,即可得到水的实际体积,最后计算出校正值。

(3) 按上述步骤重复校准一次,两次校正值之差应不大于 0.02 mL。

3. 移液管和容量瓶的相对校准

(1) 容量瓶的绝对校准 先将容量瓶洗净干燥,称重,然后加入蒸馏水至标线,再称重。由瓶内水的质量除以该温度下水的校正密度,即可计算出容量瓶的实际体积。

(2) 移液管若需进行体积绝对校准,可参考滴定管校准的方法进行。

4. 移液管和容量瓶的相对校准

将 250 mL 容量瓶洗净并使其干燥,用 25 mL 移液管移取蒸馏水 10 次置于容量瓶中,如发现液面与原标线不吻合,可在液面处作一新记号。二者配套使用时,则以新的记号作为容量瓶的标线。

【结果与讨论】

表 1.3-2 滴定管校准记录表

滴定管体积读数 (mL)	瓶加水质量 (g)	水的质量 (g)	实际体积 (mL)	校正值($V_{\text{实}} - V_{\text{读}}$) (mL)
0.00				
10.00				
20.00				
30.00				
40.00				
50.00				

【注意事项】

1. 注意实验数据的有效数字。
2. 所检定的仪器必须是洗涤干净的。

【思考题】

1. 校准滴定管时,为何锥形瓶和水的质量只需准确到 0.01 g?
2. 为何在同一滴定分析实验中,要用同一支滴定管或移液管? 为何滴定时每次都应从零刻度或零刻度以下(附近)开始?
3. 校正容量仪器为什么要求使用蒸馏水而不用自来水?
4. 为什么容量仪器都按 20 °C 时的体积进行刻度标记?

实验 1.4 溶液的配制与标定

【实验目的】

1. 掌握配制溶液的方法及器皿、量具的选择。
2. 学习正确的称量方法。
3. 学习碱式滴定管及刻度移液管的操作技术。

【实验原理】

(一) 溶液的粗配

根据所配溶液的用途以及溶质的特性,溶液的配制可分为粗略配制(简称“粗配”)和精确配制(简称“精配”)。

如果实验对溶液浓度的准确度要求不高,利用台秤、量筒、烧杯等低准确度的仪器配制就能满足需要,称为粗配,其浓度的有效数字为1~2位。例如作为溶解样品、调节溶液的pH、分离或掩蔽离子、显色等使用的溶液就属于这种类型。

有些溶质即使在电子天平上准确称量,在容量瓶里准确定容,所配制的溶液仍然不能确定其准确浓度。例如,固体NaOH易吸收空气中的CO₂和水分、浓H₂SO₄具有吸水性、浓HCl中的氯化氢很容易挥发、KMnO₄不易提纯等,因此这类溶液的配制一般也是先粗配。

粗配制溶液的过程:根据要求计算溶质(固体、液体)的用量→选择并确定称量(或量取)工具→准备好配制溶液的用具→称取固体(或量取液体)试剂并转入烧杯中→量取蒸馏水并倒入烧杯→玻璃棒搅匀后配成溶液→转入试剂瓶(或倒入老师指定的回收瓶)→贴好标签,备用。

(二) 溶液的精配

在定量分析实验中,往往需要配制准确浓度的溶液,这就必须使用比较准确的仪器(如电子天平、移液管、容量瓶等)来配制,称为精配,浓度要求准确到4位有效数字。已知准确浓度的溶液又称为标准溶液。

配制准确浓度溶液的试剂必须是其组成与化学式完全符合的高纯物质。在保藏和称量时,试剂的组成和质量稳定不变,而且相对摩尔质量大的物质,即通常说的基准物质。

(三) 溶液浓度的测定

溶液的浓度有多种表示方法,如质量百分浓度($m/m\%$)、体积百分浓度($V/V\%$)、质量体积百分浓度($m/V\%$,不特别注明时的百分浓度即指质量体积百分浓度)、体积比浓度(V/V)、质量体积浓度(m/V)、物质的量浓度/摩尔浓度($\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$)等等。

在工厂生产的控制分析和例行分析中,还常常用相对密度(d)、波美度($^{\circ}\text{Be}$)和滴定度等表示溶液的浓度。

1. 波美相对密度法

测定溶液浓度的方法多种多样。用波美相对密度计(简称“波美计”)和滴定法来测量就是其中的两种。

波美度($^{\circ}\text{Be}$)是一种用浮式密度计来测定溶液浓度的简单办法。把波美密度计浸入所测溶液中,得到的度数称为波美度。不同的溶液有不同的波美计,如酒精、盐水、水玻璃等都有各自不同的波美计。波美计上的刻度,是用试验确定的各种溶液在不同浓度下,该溶液浓度和相当的密度做出来的,测出了密度,就等于测出了浓度。所以从波美计上可直接得出浓度。

溶液的相对密度是随溶液的质量百分浓度而变化的,对一个未知浓度的溶液,测出其相对密度后,便可从化学手册上查到它的质量百分比浓度。例如在15℃测得浓硫酸的波美度为66 $^{\circ}\text{Be}$,查表可知硫酸的质量百分比浓度是98%。一般溶液的相对密度值在1~2之间,差值很小,用波美计测量,读数差也很小,误差较大。波美相对密度计有重表和轻表两种,重表用来测定比水重的液体,其度数越大,相对密度越大;轻表用来测定比水轻的液体,其度数越大,相对密度越小。

波美计与相对密度的换算关系:

$$\text{重表}(d > 1): d = \frac{144.3}{144.3 - \text{Be}} \text{ 或 } \text{Be} = 144.3 - \frac{144.3}{d}$$

$$\text{轻表}(d < 1): d = \frac{144.3}{144.3 + \text{Be}} \text{ 或 } \text{Be} = \frac{144.3}{d} - 144.3$$

2. 标定法

有很多物质不符合基准物质的条件,不能直接配制成标准溶液。一般是先将这些物质配成近似所需浓度溶液,再用基准物质通过酸碱、络(配)合、氧化还原或沉淀等滴定方法测定其准确浓度,这一操作又称为标定。也可根据酸碱溶液已标出其中之一浓度,然后按它们的体积比 $\frac{V_{\text{HCl}}}{V_{\text{NaOH}}}$ 来计算另一种标准溶液的浓度。

例如,由于 NaOH 固体易吸收空气中的 CO_2 和水分,因此碱标准溶液通常不是直接配制的,而是先配制成近似浓度($0.01 \sim 1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$,多半是 $0.1 \sim 0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$),然后用基准物质标定。

通常所用的基准物质有:

(1) 标定酸常用的基准物为无水碳酸钠或硼砂

① 以无水碳酸钠为基准标定酸时,应采用甲基橙为指示剂,反应式如下:



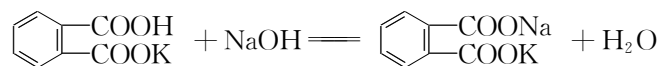
② 以硼砂 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 为基准物时,等计量点(或等当点)的反应产物是硼酸($K_a = 5.7 \times 10^{-10}$),溶液呈微酸性,因此选用甲基红为指示剂,反应如下:



(2) 标定碱的基准物质常用的有邻苯二甲基氢钾($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$)或草酸

水溶性的有机酸也可选用[如苯甲酸($\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$)、琥珀酸($\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$)、氨基磺酸($\text{H}_3\text{NSO}_3\text{H}$)和丙二酸($\text{CH}_2(\text{COOH})_2$)等],目前常用的是 $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ 。 $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ 作为基准物质的优点是易获得纯品、易于干燥、不吸湿、摩尔质量大,可相对降低称量误差。

① $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ 是一种二元弱酸的共轭碱,它的酸性较弱, $K_{a2} = 2.9 \times 10^{-6}$ 。以它为基准物标定 NaOH,化学计量点时的反应产物是邻苯二甲酸钠。其滴定反应如下:



等计量点时,由于弱酸盐的水解,溶液呈微碱性,此反应计量点 pH 为 9.1 左右,应选用酚酞为指示剂。

② 草酸($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)是二元弱酸,其 K_{a1} 、 K_{a2} 相差并不太大($K_{a1} = 5.9 \times 10^{-2}$, $K_{a2} = 6.4 \times 10^{-5}$),不能分步滴定,反应产物为 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$,因此与强碱作用时,按二元酸一次滴定方式进行,其反应方程式如下:



等计量点时溶液的 pH 为 8.4,等当点附近的 pH 突跃为 7.7~10.0,用酚酞作指示剂可以得到明显的终点。