

# 实验一 领洗化学实验仪器

实验目的：

1. 熟悉化学实验室规则和要求。
2. 领取化学实验常用仪器，为化学实验作好仪器准备。
3. 学习并练习常用仪器的洗涤和干燥方法。

实验内容：

## 一、按照实验仪器单，领取玻璃仪器一套

领取仪器时应仔细清点，如发现不符合规格、数量以及有破损时应在洗涤前及时调换。

## 二、配制 $K_2Cr_2O_7-H_2SO_4$ 洗液 $100cm^3$

取  $K_2Cr_2O_7 5g$  于  $250cm^3$  烧杯中，加水  $10cm^3$ ，加热使它溶解，冷却后，缓缓加入  $90cm^3$  浓硫酸。边加边搅拌，冷却后贮于磨口细口瓶中。

## 三、洗涤玻璃仪器

1. 仪器洗涤的目的：

- (1) 保证玻璃仪器上没有杂质，避免干扰反应；
- (2) 保证测量体积的读数可靠。

2. 玻璃仪器洗涤的要求：

清洁透明，水沿器壁自然流下后，均匀润湿，无水的条纹，且不挂水珠。

3. 洗涤玻璃仪器的方法：

- (1) 刷洗。用自来水和长柄毛刷除去仪器上的尘土、不溶性物质和可溶性物质。
- (2) 用去污粉或洗衣粉、合成洗涤剂刷洗，除去油垢和有机物质，最后再用自来水清洗。若油垢和有机物质仍洗不干净，可用热的碱液洗。但滴定管、移液管等量器，不宜用强碱性的洗涤剂，以免玻璃受腐蚀而影响容积的准确性。

(3) 用洗液洗。坩埚、称量瓶、洗瓶、容量瓶、移液管、滴定管等宜用合适的洗液洗涤，必要时把洗液先加热，并浸泡一段时间。

为了及时了解玻璃器皿上的残渣的成因和性质，便于找出处理残渣的方法，最好在每次实验结束后，立即清洗使用的仪器。

(4) 用去离子水荡洗。刷洗或洗涤剂洗过后，再用水连续淋洗数次，最后再用去离子水或蒸馏水荡洗 2~3 次，以除去由自来水带入的钙、镁、钠、铁、氯等离子。洗涤方法一般是从洗瓶向仪器内壁挤入少量水，同时转动仪器或变换洗瓶水流方向，使水能充分淋洗内壁，每次用水量不需太多，以少量多次为原则。

## 四、玻璃仪器干燥方法

玻璃仪器有时还需要干燥。一般将洗净的仪器倒置一段时间后，若没有水迹，即可使用。有些实验须严格要求无水，这时，可将仪器放在烘箱中烘干（但容量器皿不能在烘箱中烘，以免影响体积准确度）。较大的仪器或者在洗涤后需立即使用的仪器，为了节省时间，可将水尽量沥干

后，加入少量丙酮或乙醇摇洗（使用后的乙醇或丙酮应倒回专用的回收瓶中），再用电吹风吹干。先吹冷风 1~2min，当大部分溶剂挥发后，再吹入热风使干燥完全（有机溶剂蒸气易燃和爆炸，故不宜先用热风吹），吹干后再吹冷风使仪器逐渐冷却。

五、洗净玻璃仪器，放入实验台下指定柜子内，自己备锁保管

思考题：

1. 仪器洗净的标志是什么？不同类型的玻璃仪器应用什么方法洗涤？
2. 铬酸洗液配制时应注意什么？新配制的铬酸洗液应是什么状态及颜色？
3. 为什么说铬酸洗液不是万能的？应如何正确使用铬酸洗液？怎样知道铬酸洗液已经失效？

附注：

#### 1. 仪器单

| 名 称  | 规 格                 | 数 量  | 名 称 | 规 格                | 数 量 |
|------|---------------------|------|-----|--------------------|-----|
| 烧杯   | 600cm <sup>3</sup>  | 1 只  | 试管夹 | /                  | 1 个 |
| 烧杯   | 400cm <sup>3</sup>  | 1 只  | 试管刷 | /                  | 1 把 |
| 烧杯   | 250cm <sup>3</sup>  | 1 只  | 试管架 | /                  | 1 个 |
| 烧杯   | 100cm <sup>3</sup>  | 2 只  | 滴管  | /                  | 2 只 |
| 烧杯   | 50cm <sup>3</sup>   | 1 只  | 表面皿 | 9cm                | 2 块 |
| 试管   | 15 × 150mm          | 12 支 | 表面皿 | 6cm                | 1 块 |
| 离心试管 | 5cm <sup>3</sup>    | 6 支  | 蒸发皿 | 60cm <sup>3</sup>  | 1 只 |
| 漏斗   | 6cm                 | 1 只  | 量筒  | 50cm <sup>3</sup>  | 1 只 |
| 玻璃棒  | /                   | 2 根  | 量筒  | 10cm <sup>3</sup>  | 1 只 |
| 石棉网  | /                   | 1 块  | 容量瓶 | 250cm <sup>3</sup> | 2 只 |
| 试剂瓶  | 1000cm <sup>3</sup> | 2 只  | 锥形瓶 | 250cm <sup>3</sup> | 3 只 |
| 洗瓶   | 500cm <sup>3</sup>  | 1 只  | 移液管 | 10cm <sup>3</sup>  | 1 支 |
| 酒精灯  | /                   | 1 只  | 移液管 | 25cm <sup>3</sup>  | 1 支 |

#### 2. 仪器污物的洗涤法

根据污物的性质，“对症下药”选用适当的洗涤剂（药品）来洗涤。

| 污 物                            | 常用洗涤剂                                                       |
|--------------------------------|-------------------------------------------------------------|
| 可溶于水的污物，灰尘等                    | 自来水                                                         |
| 不溶于水的污物                        | 肥皂、合成洗涤剂                                                    |
| 氧化性污物（如 MnO <sub>2</sub> 、铁锈等） | 浓盐酸、草酸洗液                                                    |
| 油污，有机物                         | 碱性洗液（Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ，NaOH 等），<br>有机溶剂，铬酸洗液 |
| 银迹                             | 硝酸                                                          |

#### 3. 使用铬酸洗液的注意点

- (1) 被洗涤的器皿不宜有水，以免冲稀洗液而失效。
- (2) 洗液可以反复使用，用后倒回瓶内。
- (3) 洗液具有强酸性和强氧化性，使用时要特别小心。
- (4) 装洗液的瓶塞要塞严，以防洗液吸水而失效。

## 实验二 分析天平的使用

实验目的：

1. 了解电光分析天平的构造。
2. 学会测定分析天平的灵敏度、示值变动性、不等臂误差以及正确的称量方法。
3. 初步掌握减量法的称样方法。

仪器和药品：

电光分析天平和砝码、台天平和砝码、瓷坩埚 2只(编有号码)、称量瓶 1只,石英砂。

实验步骤：

### 一、检查天平

拿去天平罩子后,检查天平是否水平,天平内是否清洁,砝码是否齐全,圈码有否跳落,读数转盘有否回至零位,蹬有否滑落,天平是否处于休止状态。天平盘上如有灰尘或其它物体,应该用毛刷轻扫干净。

### 二、调节电光天平零点

在天平不载重时,顺时针方向慢慢启动天平升降旋钮,等投影屏上的标尺的投影稳定后,检查投影屏上标尺的位置,若零点与投影屏上的标线不重合,可拨动旋钮下面的调零杆,移动投影屏的位置,使其重合,若相差较大时,先关掉天平的旋钮,调节天平梁上的平衡螺丝至适当的位置后,再后开天平旋钮,用调零杆调到零点。

### 三、天平质量的检查

#### 1. 灵敏度测定

在左盘上加 10mg 片码(或游码),启动天平,等标尺稳定后,记录天平停点(即投影屏上标线所在的位置)。要求此时标尺上的刻度应在  $100 \pm 2$  格。测出天平空载灵敏度(格/mg)。

#### 2. 示值变动性的测定

天平载重前后,几次零点变化的最大差值(毫克数),称为天平的变动性,一般应为  $0.1 \sim 0.2$ mg。

测定步骤:连续测定空载零点两次,载重后取下砝码,再测定零点两次。四次零点数据中最大值减最小值,即为变动性。

#### 3. 不等臂误差

它是由于天平两臂长不相等所引起的称量误差,一般分析天平的不等臂误差要求小于  $0.4$ mg。

测定步骤:在天平左右二盘中各放 20g 砝码一个,启动天平,记录停点  $P_1$ ,然后关上天平,互换二盘中的砝码,再启动天平,测出停点  $P_2$ ,根据下列算式求出不等臂误差:

$$\text{不等臂误差} = \left| \frac{P_1 + P_2}{2} \right|$$

#### 四、称量练习

1. 取二只洁净、干燥的坩埚,分别在台天平上粗称其质量,记录在记录本上,然后在分析天平上称出其质量(准确至  $0.1\text{mg}$ ),记下质量,与指导教师核对称量结果,合格后进行下面实验。

2. 取一只装有试样(约  $1\text{g}$ )的称量瓶,先在台天平上粗称其质量,再在分析天平上精确称量,记下质量为  $W_1$ 。用一洁净纸条套在称量瓶上,取出称量瓶,再用一小块纸块裹住瓶盖,打开瓶盖,用盖轻轻敲击称量瓶瓶口边,转移试样  $0.3 \sim 0.4\text{g}$ (约  $1\text{g}$  试样的  $1/3$ )于上面已称出质量的第一只坩埚中。再准确称取称量瓶质量为  $W_2$ ,则  $W_1 - W_2$  即为试样的质量。以同样方法转移试样  $0.3 \sim 0.4\text{g}$  于第二只坩埚中,然后称出称量瓶和剩余试样重为  $W_3$ ,则  $W_2 - W_3$  为第二份试样质量。

3. 分别准确称出二只坩埚和试样的质量,记录为  $W_4$  和  $W_5$ 。

4. 检验称量结果。

(1) 看  $W_1 - W_2$  之质量是否等于第一只坩埚中增加的质量,  $W_2 - W_3$  之质量是否等于第二只坩埚中增加的质量,如不等,求其差值,要求称量的绝对差值小于  $0.5\text{mg}$ 。

(2) 再看倒入坩埚中的两份试样质量是否符合要求的称量范围( $0.3 \sim 0.4\text{g}$  之间)。

(3) 如不符合要求,应认真分析原因,经指导教师同意后,重新再称。

#### 五、天平称量后的检查

每次做完实验后,都必须做好称量后的天平检查工作,检查内容与称量前的天平检查相同。检查后请指导教师复查和签名,然后罩好天平罩。

思考题:

1. 怎样使用台天平?使用时应该注意哪些?
2. 分析天平的灵敏度如何表示?电光分析天平的灵敏度应是多少?灵敏度不合格时有什么不好?该怎么办?
3. 如发现分析天平的位置不水平,应怎样调节?能否不调节水平就进行称量?
4. 使用天平时,为什么要强调慢慢启动天平旋钮?
5. 为什么天平梁没有托住以前,绝对不许把任何东西放在盘上或从盘上取下?
6. 应用半机械加码电光天平称量至何时要用圈码?  $10\text{mg}$  以下质量从何处读得?
7. 减量法称量是怎样进行的?有何优点?

实验报告示例:

(在预习本实验时,可参照此格式,先写好有关部分预习报告,实验开始前交给指导教师检查。)

#### 实验名称 分析天平的称量练习

一、实验日期

年 月 日

二、实验简要步骤

1. 天平质量检查(灵敏度、示值变动性、不等臂误差)。
2. 用减量法称取试样两份于瓷坩埚中,每份重  $0.3 \sim 0.4\text{g}$ 。

### 三、实验数据记录和计算

(一) 天平名称：

天平编号：

(二) 天平质量检查

灵敏度：

不等臂误差：

变动性：

(三) 减量法称样：

|                |                |                |
|----------------|----------------|----------------|
| 称量瓶 + 试样重(g)   | $W_1$<br>$W_2$ | $W_2$<br>$W_3$ |
| 称出试样重(g)       |                |                |
| 瓷坩埚 + 称出试样重(g) | $W_4$          | $W_5$          |
| 空瓷坩埚重(g)       | * 号            | * 号            |
| 称出试样重(g)       |                |                |
| 绝对差值(mg)       |                |                |

\* 此处应记下瓷坩埚号码，以免混淆。

### 四、问题和讨论

(讨论内容可以是实验中发现的问题、误差分析、经验教训、心得体会和对本实验的意见建议等。)

## 实验三 二氧化碳摩尔质量的测定

实验目的：

1. 了解气体密度法测定气体摩尔质量的原理和方法。
2. 学会使用后普发生器或气体钢瓶。
3. 了解气体的净化和干燥的原理和方法。
4. 进一步掌握分析天平的使用。

理想气体状态方程和气体分压定律是气体的重要规律，理想气体状态方程是一个用来描述理想气体四个基本性质之间关系的方程式。通常的表达式为：

$$pV = nRT$$

它是由波义耳定律、查理定律和阿伏加德罗定律合并组成的一个方程，是从实验中总结出来的经验定律。

根据阿伏加德罗定律，在同温同压下，同体积的任何气体含有相同数目的分子。因此，在同温同压下，同体积的两种气体的质量之比等于它们的摩尔质量之比，即：

$$\frac{M_1}{M_2} = \frac{W_1}{W_2} = D$$

其中  $M_1$  和  $W_1$  表示第一种气体的摩尔质量和质量， $M_2$  和  $W_2$  表示第二种气体的摩尔质量和质量， $D (= \frac{W_1}{W_2})$  叫做第一种气体对第二种气体的相对密度。

本实验是把同体积的二氧化碳气体与空气（其平均摩尔质量为  $29.0 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ ）相比。这时，二氧化碳的摩尔质量可根据下式计算：

$$M_{\text{CO}_2} = \frac{W_{\text{CO}_2}}{W_{\text{空气}}} \times 29.0 = D_{\text{空气}} \times 29.0 (\text{g} \cdot \text{mol}^{-1})$$

$W_{\text{CO}_2}$ ,  $W_{\text{空气}}$  分别为同体积的二氧化碳和空气的质量， $M_{\text{CO}_2}$  为二氧化碳的摩尔质量。当将一个玻璃容器，例如锥形瓶（当然其中充满了空气），先进行称重 ( $G_1$ )，然后将其充满二氧化碳并在同一温度和压力下称重 ( $G_2$ )，两者的质量之差 ( $G_2 - G_1$ ) 即同体积的二氧化碳与空气的质量差，所以：

$$W_{\text{CO}_2} = (G_2 - G_1) + W_{\text{空气}}$$

根据实验时测得的大气压 ( $p$ )，温度 ( $t$ ) 和瓶的容积 ( $V$ )，利用理想气体状态方程式，可计算出同体积的空气质量：

$$W_{\text{空气}} = \frac{29.0 pV}{R(273.15 + t)}$$

为了求出瓶的容积  $V$ ，可将瓶内充满水并称重 ( $G_3$ )。充满水的瓶（带塞）质量和充满空气的瓶（带塞）质量之差即水与空气的质量之差。 $W_{\text{水}} - W_{\text{空气}}$ ，实际上也就是水的质量（略去  $W_{\text{空气}}$ ）。

$W_{\text{水}}$  除以水的密度 ( $1.00\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ) 便得瓶的容积。

### 仪器和药品：

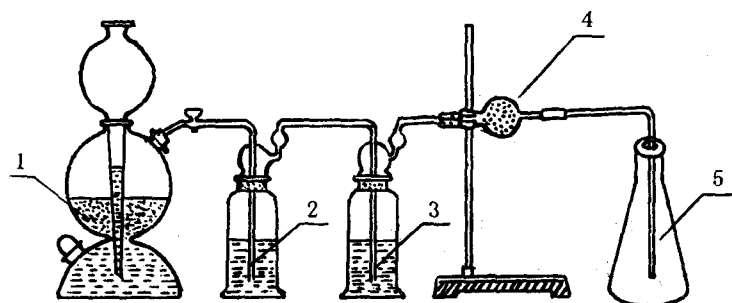
二氧化碳钢瓶，洗气瓶，锥形瓶 ( $150\text{cm}^3$ )，台天平，分析天平，温度计，气压计，导管，橡皮管，胶塞。

浓硫酸(工业)。

### 实验步骤：

#### 一、二氧化碳的制备

二氧化碳气体可在启普发生器中，由盐酸和大理石（主要成份是  $\text{CaCO}_3$ ）作用制得。中间需要经过净化和干燥处理，最后才能得到纯净的二氧化碳气体。装置如图 3-1 所示。



1.大理石 + 稀盐酸 2.  $\text{H}_2\text{O}$  3.浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$  4.无水氯化钙 5.收集器

图 3-1 制备二氧化碳的装置

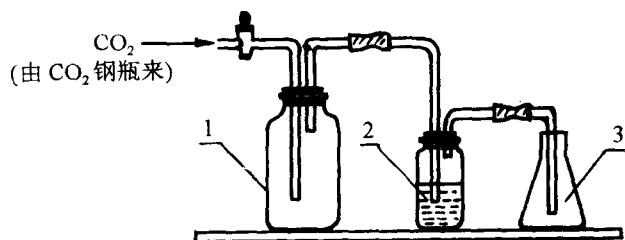
在启普发生器中放入大理石，加入  $6\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$  盐酸。打开活塞，盐酸即从底部上升与大理石作用，产生二氧化碳，使发生的气体经过两个洗气瓶。瓶 2 内装水，用以除去二氧化碳气体中氯化氢和其它可溶性杂质，瓶 3 内装浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ，用来干燥二氧化碳，最后经导管放出。

如果实验室中备有  $\text{CO}_2$  钢瓶，则  $\text{CO}_2$  也可以从钢瓶直接取得，如图 3-2 由钢瓶出来的  $\text{CO}_2$  先经过一只缓冲瓶，再经过浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$  干燥，然后分成几路导出，同时供几个学生使用，每一路导管都应装有活塞，使用时打开，不用时关闭。钢瓶的阀门应该由教师控制， $\text{CO}_2$  的流速可以从浓硫酸中冒出气泡的快慢来控制。 $\text{CO}_2$  流速不宜太大，否则钢瓶内  $\text{CO}_2$  迅速蒸发而产生低温，使出来的  $\text{CO}_2$  温度过低，以致在称重时，由于温度的变动而使称量不准确。

#### 二、二氧化碳摩尔质量的测定

取一个洁净而干燥的锥形瓶，选一个合适的软木塞（或胶塞）塞入瓶口，在塞子上做一记号，以固定塞子塞入瓶口的位置，在分析天平上称量锥形瓶和塞子的质量  $G_1$ （准至  $0.001\text{g}$ ）。

从气体发生器或钢瓶中产生的二氧化碳气体，经过净化和干燥后，导入锥形瓶内。因为二氧化碳气体的比重大于空气，所以必须把导气管插入瓶底，才能把瓶内的空气赶尽。等 4 ~ 5min 后，慢慢取出导气管，用塞子塞住瓶口（记住塞子应达到原来塞入瓶口的位置），再在分析天平上称得质量  $G_2$ （准至  $0.001\text{g}$ ），然后重复通入二氧化碳气体和称重操作，直到前后两次的质量相差在 1 ~ 2mg 之内为止。这时可以认为瓶内的空气已完全被二氧化碳所排出。



1. 缓冲瓶 2. 浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$  3. 锥形瓶

图 3-2 二氧化碳摩尔质量测定的装置

最后往瓶内装满水，塞好塞子（注意位置！）在台天平上称得质量  $G_3$ （准确至 0.1g）。记下实验时的室温  $t(^{\circ}\text{C})$  和大气压力  $p(\text{Pa})$ 。

#### 数据记录和处理：

室温  $t(^{\circ}\text{C})$

大气压  $p(\text{Pa})$

（空气 + 瓶 + 塞子）的质量  $G_1(\text{g})$

（二氧化碳气体 + 瓶 + 塞子）的质量  $G_2(\text{g})$

（水 + 瓶 + 塞子）的质量  $G_3(\text{g})$

$$\text{瓶的容积 } V = \frac{G_3 - G_1}{1.00} (\text{cm}^3)$$

$$\text{瓶内空气的质量 } W_{\text{空气}} = \frac{29.0 \times pV}{R(273.15 + t)} (\text{g})$$

$$\text{二氧化碳气体的质量 } W_{\text{CO}_2} = (G_2 - G_1) + W_{\text{空气}} (\text{g})$$

$$\text{二氧化碳的摩尔质量 } M_{\text{CO}_2} = \frac{W_{\text{CO}_2}}{W_{\text{空气}}} \times 29.0 (\text{g} \cdot \text{mol}^{-1})$$

$$\text{百分误差} = \frac{M_{\text{CO}_2}(\text{实}) - M_{\text{CO}_2}(\text{理})}{M_{\text{CO}_2}(\text{理})} \times 100\%$$

分析产生误差的主要原因。

#### 思考题：

1. 本实验的原理是什么？需测定哪些数据？哪些物质的摩尔质量可用此法测定？
2. 在制备二氧化碳的装置中，能否把瓶 1 和瓶 2 倒过来装置？为什么？
3. 怎样可以认为锥形瓶中已充满了二氧化碳？
4. 为什么（二氧化碳气体 + 瓶 + 塞子）的质量要在分析天平上称量，而（水 + 瓶 + 塞子）质量则可以在台天平上称量？两者的要求有何不同？
5. 为什么在计算锥形瓶的容积时不考虑空气的质量，而在计算二氧化碳质量时却要考虑空气的质量？

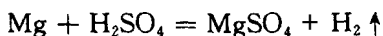


## 实验四 置换法测定摩尔气体常数 $R$

实验目的：

1. 掌握理想气体状态方程和气体分压定律的应用。
2. 练习测量气体体积的操作和气压计的使用。

活泼金属镁与稀硫酸反应，置换出氢气：



准确称取一定质量 ( $m_{\text{Mg}}$ ) 的金属镁，使其与过量的稀硫酸作用，在一定温度和压力下测定被置换出来的氢气的体积 ( $V_{\text{H}_2}$ )，由理想气体状态方程即可算出摩尔气体常数  $R$ ：

$$R = \frac{p_{\text{H}_2} \cdot V_{\text{H}_2}}{n_{\text{H}_2} \cdot T}$$

其中  $p_{\text{H}_2}$  为氢气的分压， $n_{\text{H}_2}$  为一定质量 ( $m_{\text{Mg}}$ ) 的金属镁置换出的氢气的物质的量。实际测得  $V = V_{\text{H}_2} + V_{\text{水蒸气}}$ ，本实验中  $V_{\text{水蒸气}}$  可忽略。

仪器和药品：

分析天平，量气管 ( $50\text{cm}^3$ ) (或  $50\text{cm}^3$  碱式滴定管)，滴定管夹，液面调节管 (或  $25 \times 180$  规格的直型接管)，长颈普通漏斗，橡皮管，试管 ( $25\text{cm}^3$ )，烧瓶夹。

金属镁条， $\text{H}_2\text{SO}_4$  ( $3\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ )。

实验步骤：

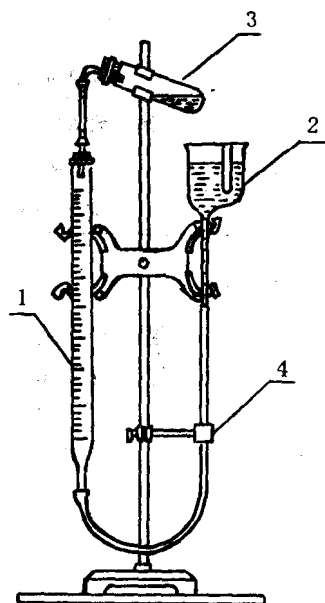
(1) 准确称取两份已擦去表面氧化膜的镁条，每份质量为  $0.030 \sim 0.035\text{g}$  (准至  $0.0001\text{g}$ )。

(2) 按图 4-1 所示装配好仪器，打开试管 3 的胶塞，由液面调节管 2 往量气管 1 内装水至略低于刻度“0”的位置。上下移动调节管 2 以赶尽胶管和量气管内的气泡，然后将试管 3 的塞子塞紧。

(3) 检查装置的气密性：把调节管 2 下移一段距离，固定在烧瓶夹 4 上。如果量气管内液面只在初始时稍有下降，以后维持不变 (观察  $3 \sim 5\text{min}$ )，即表明装置不漏气。如液面不断下降，应重复检查各接口处是否严密，直至确证不漏气为止。

(4) 把液面调节管 2 上移回原来位置，取下试管 3，用一长颈漏斗往试管 3 注入  $6 \sim 8\text{cm}^3 3\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$  硫酸，取出漏斗时注意切勿使酸沾污管壁。将试管 3 按一定倾斜度固定好，把镁条用水稍微湿润后贴于管壁内，确保镁条不与酸接触。检查量气管内液面是否处于“0”刻度以下，再次检查装置气密性。

(5) 将调节管 2 靠近量气管右侧，使两管内液面保持同一水平，记下量气管液面位置。将试



1. 量气管      2. 液面调节管  
3. 试管      4. 烧瓶夹

图 4-1 置换法测定  $R$  实验装置

管 3 底部略为提高,让酸与镁条接触,这时,反应产生的氢气进入量气管中,管中的水被压入调节管内。为避免量气管内压力过大,可适当下移调节管 2,使两管液面大体保持同一水平。

(6) 反应完毕后,待试管 3 冷至室温,然后使调节管 2 与量气管 1 内液面处于同一水平,记录液面位置。1 ~ 2min 后,再记录液面位置,直至两次读数一致,即表明管内气体温度已与室温相同。

#### 数据记录和处理:

室温: \_\_\_\_\_ °C      大气压: \_\_\_\_\_ Pa

| 测定次数<br>记录项目                                                   | 1 | 2 |
|----------------------------------------------------------------|---|---|
| 镁条质量(g)                                                        |   |   |
| 液面位置(反应前)<br>液面位置(反应后)<br>H <sub>2</sub> 体积(cm <sup>3</sup> )  |   |   |
| H <sub>2</sub> 质量(g)                                           |   |   |
| 摩尔气体常数 $R(\text{J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1})$ |   |   |
| $\bar{R}$                                                      |   |   |
| 相对平均偏差                                                         |   |   |

#### 思考题:

1. 如何检测本实验装置是否漏气?
2. 读取量气管内气体体积时,为何要使量气管和液面调节管中的液面保持同一水平面?

## 实验五 滴定操作和浓度标定

实验目的：

1. 掌握滴定管的准备和滴定操作。
2. 初步学会终点的判断。
3. 学会正确使用移液管。
4. 学会酸碱标准溶液的配制和体积比较。
5. 进一步练习称量操作。
6. 学会碱溶液浓度的标定方法。

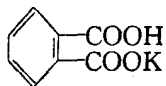
滴定分析是用一种已知准确浓度的滴定剂溶液加到被测组分的溶液中，直到滴定剂的量（摩尔）与被测物的量（摩尔）之间正好符合化学反应式表示的化学计量关系时，由所用去滴定剂溶液的体积和浓度算出被测组分的含量。因此进行滴定分析时，必须很好掌握滴定管的使用和滴定终点的判断。

本实验的第一部分通过强酸、强碱的互相滴定来达到练习滴定操作的目的，同时计算出碱溶液和酸溶液的体积比，这样就可以从已知浓度的碱（或酸）和体积比，算出未知酸（或碱）的浓度。现以 NaOH 与 HCl 为例：

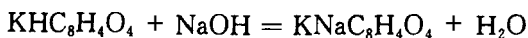
$$C_{\text{HCl}}^{[\text{注}1]} = C_{\text{NaOH}} \frac{V_{\text{NaOH}}}{V_{\text{HCl}}}$$

酸碱滴定的终点可由酸碱指示剂的变色来确定，强酸与强碱之间的滴定一般可选择酚酞、甲基橙等作指示剂。

本实验的第二部分学习碱溶液浓度的标定，标定碱溶液所用的基准物质有多种，本实验中介绍一种常用的酸性基准物邻苯二甲酸氢钾（ $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ ），在酚酞指示剂存在下标定 NaOH 标准溶液的浓度。邻苯二甲酸氢钾的结构式为：



其中只有一个可电离的  $\text{H}^+$  离子，标定时的反应式为：



可通过下列计算求出标准碱溶液的浓度：

根据上述反应式得出

$$n_{\text{NaOH}} = n_{\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4}^{[\text{注}2]}$$

$\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  的毫摩尔数

$$n_{\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4} = \frac{W_{\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4}(\text{g})}{\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4 \text{ 的摩尔质量}(\text{g} \cdot \text{mol}^{-1})} \times 1000(\text{mmol})$$

同时也是 NaOH 的毫摩尔数，则 NaOH 溶液的浓度：

$$C_{\text{NaOH}} = \frac{n_{\text{NaOH}}}{V_{\text{NaOH}}}$$

$\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  的摩尔质量为  $204.2\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ 。

邻苯二甲酸氢钾作为基准物的优点是：

- (1) 易于获得纯品；
- (2) 易于干燥，不易吸湿；
- (3) 摩尔质量大，可降低相对称量误差。

### 仪器和药品：

台天平， $250\text{cm}^3$ 、 $100\text{cm}^3$  烧杯， $10\text{cm}^3$ 、 $100\text{cm}^3$ 、 $1000\text{cm}^3$  量筒， $50\text{cm}^3$  酸式、碱式滴定管， $250\text{cm}^3$  锥形烧瓶 3 只， $25\text{cm}^3$  移液管 1 支。

$\text{NaOH}(\text{CP})$ ，浓盐酸( $\text{CP}$ )， $0.2\%$  酚酞乙醇溶液， $0.2\%$  甲基橙溶液，邻苯二甲酸钾氢( $\text{AR}$ ) 在  $105 \sim 110^\circ\text{C}$  干燥后备用。干燥温度不宜过高，否则脱水而成为邻苯二甲酸酐)。

### 实验步骤：

#### 一、酸碱溶液的配制

1.  $0.2\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{NaOH}$  配制：在台天平上迅速称取  $8\text{g}$ (怎样计算的?) 固体  $\text{NaOH}$  置于  $250\text{cm}^3$  烧杯中，立即加去离子水、搅拌溶解。转入  $1000\text{cm}^3$  试剂瓶中，用去离子水稀释至  $1000\text{cm}^3$ 。用橡皮塞塞紧瓶口，摇匀。

2.  $0.2\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$  盐酸配制：用量筒量取浓  $\text{HCl}$  约  $12\text{cm}^3$ (怎样计算的?)，倒入  $1000\text{cm}^3$  试剂瓶中，用去离子水稀释至  $700\text{cm}^3$ ，塞上玻璃塞，摇匀。

配制完毕，在每个贮溶液的瓶上贴一标签，注明试剂名称，配制日期，并留一空位以备填入此溶液的准确浓度。

#### 二、酸碱溶液的互相滴定

1. 用  $0.2\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{NaOH}$  溶液润洗碱式滴定管  $2 \sim 3$  次，每次  $5 \sim 10\text{cm}^3$  溶液，然后滴定管内装满  $\text{NaOH}$  标准溶液，赶掉气泡，调好零点。

2. 同样的方法用  $0.2\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{HCl}$  溶液洗涤酸式滴定管，装好盐酸溶液。

3. 从碱式滴定管中放出  $\text{NaOH}$  溶液  $20\text{cm}^3$  于  $250\text{cm}^3$  锥形瓶中(溶液的流速为每分钟约  $10\text{cm}^3$ )，加  $0.2\%$  甲基橙指示剂 1 滴，用盐酸溶液滴定，滴定时不停地摇动锥形瓶，直到溶液由黄色变为橙色止。读取所用  $\text{NaOH}$  溶液和盐酸溶液体积，准确至  $0.02\text{cm}^3$ 。平行测定三份，分别计算出盐酸溶液和氢氧化钠溶液的体积比，及其平均值。

计算出三次平行测定结果的绝对偏差、平均偏差、相对平均偏差。要求三份测定的相对平均偏差小于  $0.2\%$ ，否则应重新测定。

4. 用移液管吸取  $25\text{cm}^3 0.2\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{HCl}$  溶液于  $250\text{cm}^3$  锥形瓶中，加酚酞指示剂  $1 \sim 2$  滴，用  $\text{NaOH}$  溶液滴定至微红色，在 30 秒钟内不褪色即为终点。读取所用  $\text{NaOH}$  溶液的体积。准确至  $0.02\text{cm}^3$ 。平行滴定三份。要求所用  $\text{NaOH}$  溶液的体积数的差值不超过  $\pm 0.02\text{cm}^3$ 。

#### 三、碱溶液浓度的标定

在分析天平上用减量法准确称取三份邻苯二甲酸氢钾，每份重  $0.8\text{g} \sim 1.2\text{g}$ ，分别放入  $250\text{cm}^3$  锥形瓶中。用  $20 \sim 30\text{cm}^3$  煮沸后刚刚冷却的蒸馏水<sup>[注3]</sup>使之溶解(如没有完全溶解，可

稍微加热)。冷却后加入 2 滴酚酞指示剂,用 NaOH 标准溶液滴定至呈微红色半分钟内不褪,即为终点。计算 NaOH 标准溶液的物质的量浓度。要求三份测定的相对平均偏差小于 0.2%,否则重新测定。

注 1.  $C$  代表物质的量浓度,即  $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$  或  $\text{mmol} \cdot \text{cm}^{-3}$ 。

注 2.  $n_{\text{NaOH}}$ 、 $n_{\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4}$  分别代表 NaOH 和  $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$  的物质的量。

注 3. 煮沸的目的是赶去溶解在水中的  $\text{CO}_2$ ,消除它的干扰。

### 思考题:

1. 装 NaOH 溶液的瓶子的塞子,为什么要用橡皮塞而不能用玻璃塞?
2. 配好的 HCl 和 NaOH 溶液如不充分摇匀,后果怎样?
3. 在滴定分析中,滴定管、移液管为什么要用溶液润洗三次?滴定中使用的锥形瓶或烧杯,是否也要用溶液润洗?
4. 怎样正确使用移液管?
5. 在每一次滴定完成后,为什么要求将标准溶液加满至滴定管零点,然后进行第二次滴定?
6. 标定  $0.2\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{NaOH}$  称取邻苯二甲酸氢钾每份重  $0.8 \sim 1.2\text{g}$ ,此称量范围是如何计算得来的?

### 实验报告示例:

#### 实验五 滴定操作和浓度标定

#### 一、日期

年 月 日

#### 二、实验简要步骤

1. 配制  $0.2\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{NaOH}$  溶液  $1000\text{cm}^3$ 。
2. 配制  $0.2\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{HCl}$  溶液  $700\text{cm}^3$ 。
3. NaOH 溶液和 HCl 溶液体积比的测定。
4. NaOH 溶液浓度标定。

#### 三、实验数据记录和计算

##### (一)酸碱溶液的配制

1.  $0.2\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{NaOH}$  溶液

称取固体 NaOH 重 \_\_\_\_\_ g,溶解后,加纯水至  $1000\text{cm}^3$  摇匀。

2.  $0.2\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{HCl}$  溶液

量取浓 HCl \_\_\_\_\_  $\text{cm}^3$ ,加纯水至  $700\text{cm}^3$  摇匀。

##### (二)酸碱溶液的相互滴定

1.  $0.2\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{HCl}$  溶液滴定  $0.2\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{NaOH}$  溶液,指示剂 \_\_\_\_\_。

| 滴 定 次 数<br>记 录 项 目                           | 1 | 2 | 3 |
|----------------------------------------------|---|---|---|
| $V_{\text{NaOH}}(\text{终})(\text{cm}^3)$     |   |   |   |
| $V_{\text{NaOH}}(\text{初})(\text{cm}^3)$     |   |   |   |
| $V_{\text{NaOH}}(\text{cm}^3)$               |   |   |   |
| $V_{\text{HCl}}(\text{终})(\text{cm}^3)$      |   |   |   |
| $V_{\text{HCl}}(\text{初})(\text{cm}^3)$      |   |   |   |
| $V_{\text{HCl}}(\text{cm}^3)$                |   |   |   |
| $V_{\text{HCl}}/V_{\text{NaOH}}$             |   |   |   |
| $\bar{V}_{\text{HCl}}/\bar{V}_{\text{NaOH}}$ |   |   |   |
| 绝对偏差                                         |   |   |   |
| 平均偏差                                         |   |   |   |
| 相对平均偏差                                       |   |   |   |

2.  $0.2\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{NaOH}$  溶液滴定  $0.2\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}\text{HCl}$  溶液  $25\text{cm}^3$ , 指示剂

| 测 定 次 数<br>记 录 项 目                   | 1 | 2 | 3 |
|--------------------------------------|---|---|---|
| $V_{\text{NaOH}}(\text{cm}^3)$       |   |   |   |
| $\bar{V}_{\text{NaOH}}(\text{cm}^3)$ |   |   |   |
| $\Delta\bar{V}_{\text{NaOH}}$        |   |   |   |
| $25.00/\bar{V}_{\text{NaOH}}$        |   |   |   |

### (三) 碱溶液的标定

| 测 定 次 数<br>记 录 项 目                                       | 1 | 2 | 3 |
|----------------------------------------------------------|---|---|---|
| 称量瓶 + $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ (前)             |   |   |   |
| 称量瓶 + $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ (后)             |   |   |   |
| $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4(\text{g})$             |   |   |   |
| $V_{\text{NaOH}}(\text{cm}^3)$                           |   |   |   |
| $C_{\text{NaOH}}(\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3})$       |   |   |   |
| $\bar{C}_{\text{NaOH}}(\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3})$ |   |   |   |
| 相对平均偏差                                                   |   |   |   |
| $\bar{C}_{\text{HCl}}(\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3})$  |   |   |   |

## 实验六 有机酸电离度、电离平衡常数和摩尔质量的测定

实验目的：

1. 继续练习滴定管、移液管的使用和酸碱中和滴定。
2. 测定醋酸的电离度和电离平衡常数，加深对电离度和电离平衡常数的理解。
3. 测定有机酸的摩尔质量。
4. 学习使用 pH 计。

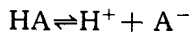
水溶液中最重要性质之一是氢离子  $\text{H}^+$  或  $\text{H}_3\text{O}^+$  离子浓度显著地影响许多无机物、有机物的溶解，溶液中金属阳离子配合物的本性以及化学反应的速度。

通常，氢离子浓度表示为溶液的 pH，而不是物质的量浓度，溶液的 pH 定义为：

$$\text{pH} = -\lg[\text{H}^+]$$

实验上测定溶液 pH 值有两种方法，第一种方法是使用指示剂，它们的分子或离子在不同的 pH 值时，溶液呈现出不同的颜色，选择适当时，可以粗略地测出溶液的 pH 值；另一方法是使用 pH 计，它是测定溶液 pH 值最常用的仪器之一，比指示剂更为精密、准确。它主要利用一对电极，它们在不同的 pH 值溶液中能产生不同的电动势，即电极之间的电动势对应于溶液不同的 pH 值。

一元弱酸（或弱碱）在溶液中存在下列电离平衡：



$$K_i = \frac{[\text{H}^+][\text{A}^-]}{[\text{HA}]}$$

式中  $[\text{H}^+]$ 、 $[\text{A}^-]$  和  $[\text{HA}]$  分别为  $\text{H}^+$ 、 $\text{A}^-$  和  $\text{HA}$  的平衡浓度， $K_i$  为电离平衡常数。若  $C$  为  $\text{HA}$  的起始浓度， $\alpha$  为电离度，则稀的  $\text{HA}$  溶液中

$$[\text{H}^+] = [\text{A}^-], [\text{HA}] = C(1 - \alpha)$$

$$\alpha = \frac{[\text{H}^+]}{C} \quad K_i = \frac{[\text{H}^+]^2}{C(1 - \alpha)}$$

当  $\alpha < 5\%$  时：

$$K_i \approx \frac{[\text{H}^+]^2}{C}$$

通过对已知浓度的醋酸的 pH 值的测定，即可算出电离度  $\alpha$  和电离平衡常数  $K_i$ 。

大多数有机酸为弱酸，它们和  $\text{NaOH}$  溶液的反应为：



当有机酸的电离平衡常数  $K_i \geq 10^{-7}$ ，且多元有机酸中的氢均能被准确滴定时，用酸碱滴定法可以测定有机酸的摩尔质量。测定时， $n$  值须已知。因为滴定产物是强碱弱酸盐，可选用酚酞作指示剂。

### 仪器和药品：

滴定管(碱式)(50cm<sup>3</sup>)，移液管(25cm<sup>3</sup>)，吸量管(5cm<sup>3</sup>)，锥形瓶(250cm<sup>3</sup>)，容量瓶(50cm<sup>3</sup>)，烧杯(50cm<sup>3</sup>)，pH计。

HAc(0.2mol·dm<sup>-3</sup>)，NaOH(0.200mol·dm<sup>-3</sup>标准溶液)，酚酞，有机酸试样。

### 实验步骤：

#### 一、标准 NaOH 溶液浓度的标定 (步骤见实验五)

#### 二、醋酸溶液浓度的测定

用移液管吸取三份 25cm<sup>3</sup> 0.2mol·dm<sup>-3</sup>HAc 溶液，分别置于三个 250cm<sup>3</sup> 的锥形瓶中，各加 2~3 滴酚酞指示剂。分别用标准 NaOH 溶液滴定至溶液呈现微红色，半分钟内不褪色为止，记下所用 NaOH 溶液的体积。

#### 三、配制不同浓度的醋酸溶液

用移液管或滴定管分别移取 25cm<sup>3</sup>、5cm<sup>3</sup>及 2.5cm<sup>3</sup> 已标定过的 0.2mol·dm<sup>-3</sup>HAc 溶液于三个 50cm<sup>3</sup> 容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，并计算出它们的准确浓度。

#### 四、测定醋酸溶液的 pH 值，并计算醋酸的电离度和电离平衡常数

把以上四种不同浓度的 HAc 溶液分别加入四只干燥的 50cm<sup>3</sup> 烧杯中，按由稀到浓的次序在 pH 计上分别测定它们的 pH 值，记录数据和室温，计算醋酸的电离度和电离平衡常数。

#### 五、测定有机酸摩尔质量

用减量法准确称取有机酸试样一份于 50cm<sup>3</sup> 烧杯中，加水溶解，定量转移入 100cm<sup>3</sup> 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀备用。用 25cm<sup>3</sup> 移液管移取 25cm<sup>3</sup> 试液于 250cm<sup>3</sup> 锥形瓶中，加酚酞指示剂 2 滴，用 NaOH 标准溶液滴定至由无色变为粉红色，30 秒钟内不褪色，即为终点。平行测定三次，计算有机酸试样的摩尔质量。

### 数据和计算：

#### 一、标准 NaOH 溶液浓度的标定

|                                                          | 1 | 2 | 3 |
|----------------------------------------------------------|---|---|---|
| 称量瓶 + KHC <sub>8</sub> H <sub>4</sub> O <sub>4</sub> (前) |   |   |   |
| 称量瓶 + KHC <sub>8</sub> H <sub>4</sub> O <sub>4</sub> (后) |   |   |   |
| KHC <sub>8</sub> H <sub>4</sub> O <sub>4</sub> 重(g)      |   |   |   |
| 滴定前 NaOH 溶液的读数(cm <sup>3</sup> )                         |   |   |   |
| 滴定后 NaOH 溶液的读数(cm <sup>3</sup> )                         |   |   |   |
| NaOH 溶液的体积(cm <sup>3</sup> )                             |   |   |   |
| NaOH 溶液的浓度(mol·dm <sup>-3</sup> )                        |   |   |   |
| NaOH 溶液的平均浓度(mol·dm <sup>-3</sup> )                      |   |   |   |



## 二、醋酸溶液浓度的标定

| 滴定序号                                                                |     | 1 | 2 | 3 |
|---------------------------------------------------------------------|-----|---|---|---|
| 标准 NaOH 溶液的浓度( $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ )                  |     |   |   |   |
| 所取 $0.2 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ HAc 溶液的量( $\text{cm}^3$ ) |     |   |   |   |
| 标准 NaOH 溶液的用量( $\text{cm}^3$ )                                      |     |   |   |   |
| HAc 溶液的浓度<br>( $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ )                  | 测定值 |   |   |   |
|                                                                     | 平均值 |   |   |   |

## 三、醋酸溶液 pH 值的测定

| HAc 溶液编号 | C | pH | $[\text{H}^+]$ | $\alpha$ | $K_i$ | $\text{p}K_i$ |
|----------|---|----|----------------|----------|-------|---------------|
| 1        |   |    |                |          |       |               |
| 2        |   |    |                |          |       |               |
| 3        |   |    |                |          |       |               |
| 4        |   |    |                |          |       |               |

## 四、作图法求 $K_i$

将电离平衡常数表达式  $K_i = \frac{[\text{H}^+]^2}{C}$  两边取对数

$$\lg K_i = 2\lg[\text{H}^+] - \lg C$$

$$\lg K_i = -2\text{pH} - \lg C$$

$$2\text{pH} = -\lg K_i - \lg C$$

以溶液的  $2\text{pH}$  对  $\lg C$  作图,可得一直线,斜率为  $-1$ ,截距为  $-\lg K_i$ ,从  $\lg K_i$  可以求出  $K_i$ 。

## 五、有机酸摩尔质量的测定

|                                                    |     | 1 | 2 | 3 |
|----------------------------------------------------|-----|---|---|---|
| 称量瓶 + 有机酸(前)                                       |     |   |   |   |
| 称量瓶 + 有机酸(后)                                       |     |   |   |   |
| 有机酸重(g)                                            |     |   |   |   |
| 标准 NaOH 溶液的浓度( $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ ) |     |   |   |   |
| 所取有机酸试液的体积( $\text{cm}^3$ )                        |     |   |   |   |
| 标准 NaOH 溶液的用量( $\text{cm}^3$ )                     |     |   |   |   |
| 有机酸的摩尔质量( $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ )       | 测定值 |   |   |   |
|                                                    | 平均值 |   |   |   |