

实验一 常用玻璃仪器的清洗与干燥

实验目的

熟悉化学实验室规则和玻璃器皿的领用要求，熟悉常见玻璃器皿及其用途，掌握常用玻璃器皿的洗涤、干燥及保存方法。

实验原理

1. 常用玻璃器皿的洗涤

化学实验室经常使用的玻璃仪器和瓷器，必须要保证清洁，才能使实验得到准确的结果，所以学会清洗玻璃仪器，是进行化学实验重要的环节。

洗涤仪器的方法很多，应根据实验的要求，污物的性质和沾污的程度来选择。一般来说附着在仪器上的污物有尘土和其他不溶性物质，可溶性物质，有机物质和油污。针对这些情况可以分别用下列方法洗涤：

(1) 刷洗或水洗：用试管刷刷洗可以使附着在仪器上的尘土和其他不溶性物质脱落下来，用水洗则可除去可溶性物质。

(2) 用去污粉或肥皂可以洗去油污和有机物质，若仍洗不干净，可用热的碱溶液洗。

(3) 用浓盐酸洗，可以洗去附着在器壁上的氧化剂如二氧化锰等污物。

(4) 用氢氧化钠-高锰酸钾洗液洗，可以洗去油污和有机物。洗后在器壁上留下的二氧化锰沉淀可再用盐酸洗。

(5) 在进行精确的定量实验时，即使少量杂质亦会影响实验的准确性，因而要求用洗液来洗涤仪器，洗液是等体积的浓硫酸和饱和重铬酸钾溶液的混合物，具有很强的氧化性、酸性和去污能力。使用洗液时必须注意如下几点：

使用洗液前最好用水或去污粉把仪器洗一遍；

应该尽量把仪器的水去掉，以免把洗液冲稀；

洗液用后倒回原瓶，可以重复使用，装洗液的瓶塞盖紧，以防止洗液吸水而被冲淡；

不要用洗液去洗涤具有还原性的污物（如某些有机物）。

洗液具有很强的腐蚀性，会灼伤皮肤和破坏衣物，使用时要小心，如洗液溅到皮肤或衣物上，应立即用水冲洗。

用上述方法洗涤后，还要用自来水冲洗，但自来水中含有钙、镁、氯等离子，如果实验中不允许这些杂质存在，应该再用少量的蒸馏水荡两次，以便把它们洗去。

洗净的仪器壁上不应附着不溶物、油污，这样的仪器可被水完全湿润。把仪器倒转过来，水即顺器壁流下，器壁上只留下一层既薄又均匀的水膜，不挂水珠，这表示仪器已经洗干净。

已洗净的仪器不能再布或纸抹，因为布和纸的纤维会留在器壁上弄脏仪器。

2. 玻璃器皿的干燥

洗净的玻璃器皿可用下述方法干燥：

(1) 烘干：洗净的仪器，可以放在恒温箱内烘干。放置仪器时应注意使仪器的口朝下，不能倒置的仪器则应单放，应该在恒温箱的最下层，放一瓷盆，承受从仪器滴下的水珠，以

免损坏电炉丝。

(2) 烤干：烧杯或蒸发皿可置于石棉网上用火烤干。试管的干燥，烘烤时可将试管略为倾斜，管口向下，不断转动试管，赶掉水气，最后管口朝上，以便把水气赶尽。

也可以在不加热的情况下干燥仪器。

(1) 洗净的仪器可以倒置于干净的实验柜内或放在仪器架上晾干；

(2) 吹干：用压缩空气（或吹风机）把仪器吹干；

(3) 用有机溶剂干燥：有些有机溶剂可以和水互相溶解，如在仪器内加入少量酒精，转动仪器，使酒精与器壁的水混合，然后倾出混合液，残留在仪器壁的酒精挥发后而使仪器干燥。

带有刻度的计量仪器，不能用加热的方法进行干燥，以免影响其精密度。

仪器、试剂和材料

玻璃仪器（见表 1.1），烘箱、酒精灯、电吹风机； $K_2Cr_2O_7$ 、 H_2SO_4 （浓）等；去污粉、肥皂、试管刷、试管架等。

表 1.1 领洗仪器清单

名称	规格	数量	名称	规格	数量
烧杯	400mL	1 只	试管夹	/	1 个
烧杯	250mL	1 只	试管刷	/	1 把
烧杯	100mL	2 只	试管架	/	1 个
烧杯	50mL	1 只	酸式滴定管	50mL	1 支
试管	15×150mm	10 支	碱式滴定管	50mL	1 支
离心试管	10mL	10 支	表面皿	6-8cm	2 块
漏斗	6cm	1 支	蒸发皿	60mL	1 只
石棉网	/	1 块	量筒	10mL	1 只
广口瓶	30mL	2 只	锥形瓶	250mL	2 只
酒精灯	/	1 只			

注：本表依实际情况可变动

实验内容

1. 按照教师发给的实验仪器清单，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、数量以及有破损仪器时应及时调换。

2. 配制 $K_2Cr_2O_7-H_2SO_4$ 洗涤液

称取重铬酸钾（粗）10g置于 400 毫升烧杯内，加入 20mL水，加热使之溶解。等冷却后，在不断搅拌下徐徐注入 175mL粗浓硫酸即成。配好的洗液应为深褐色，储于细口瓶中备用。经多次使用后洗涤效率降低时，可加入适量的 $KMnO_4$ 粉末即可再生。用时防止它被水稀释。

3. 在教师指导下，对已领取的玻璃仪器分类，选择合适的方法进行清洗。。

4.将清洗干净的玻璃仪器依不同要求，采用不同方法（自然凉干，烘干，烤干，吹干等）进行干燥。

5.将清洗，干燥过的玻璃仪器按指定位置（仪器橱、架等）存放好。

思考题

1. 为保证化学实验结果的准确性，实验中所用的玻璃器皿都必须洗净到器壁能被水完全润湿、不挂水珠，你对这种观点有何评论。

2.铬酸洗液是怎样配制的？配制过程中应注意什么？新配制的铬酸洗液是什么颜色？如果用铬酸洗液清洗还原性污物，铬酸洗液的颜色会发生什么变化？

3. 举例说明不同的玻璃器皿、不同的污物要用不同的洗涤剂、不同的清洗方法进行清洗。

实验二 玻璃管加工及自制滴管和洗瓶

实验目的

初步学会玻璃管的简单加工方法和操作技术（玻璃管的切断、拔延、弯曲、熔光等），学会使用酒精喷灯，塞子钻孔及简单玻璃器具的安装。

实验原理

1. 玻璃加工的操作技术

(1) 玻璃管和玻璃瓶的切割：将玻管平放在实验台上，用左手按住要切断的部位，右手用锉刀（也可用新敲碎的磁片割划）的棱边在要切断的部位，用力向前或向后锉一下（不要来回拉锉），使其锉出一道深而短的凹痕。然后将两个姆指放在切痕后面，一面用力拉，一面用姆指轻加压力，折断玻璃管（见图 2-1）。

粗的玻璃管切割通常用热裂法，即在要切割处，锉出两个切痕或挫割一圈，然后用烧红的铁器接触切痕，玻璃管即可折断。

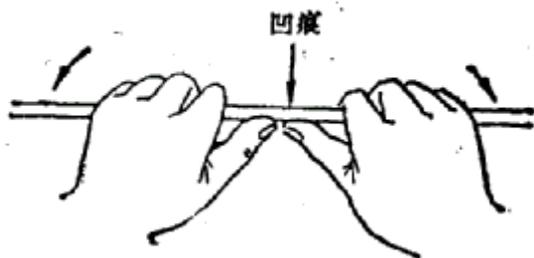


图 2-1 玻璃管凹痕处的折断

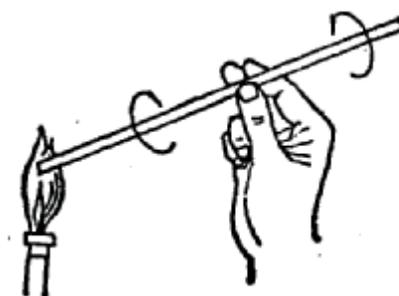


图 2-2 玻璃管截断面的熔烧

废玻璃瓶的截断法：把棉纱缠在瓶上所需要截取长短的地方，用酒精或煤油把缠在瓶上的棉纱浸湿，点火燃烧较厚的瓶约烧 25 秒钟，较薄的约烧 15 秒钟。接着迅速放入水内，即得到所需的半截瓶子。

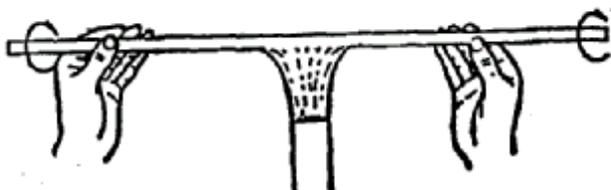


图 2-3 玻璃管的加热



图 2-4 玻璃管的拉细

(2) 玻管断面的平光：玻管截面很锋利，容易割破皮肤，橡皮管或塞子，故须放在火焰上烧熔使之平光（见图 2-2）。把玻管以约 45° 角度斜插入氧化焰中加热，并不断转动玻管，直至管口红热并变成圆滑为止，取出玻管放在石棉网上冷却。

(3) 玻管的拉细：制滴管或毛细管时，需拉细玻管，先用布把玻管擦净，然后双手持玻管，并以 45° 角度（即增大受热面积）放入氧化焰和还原焰之间，并缓慢而均匀地转动玻管（图 2-3），等玻管充分软化以后从火焰中取出，在旋转的同时两手用力慢慢向外拉成

所需细度，注意在拉时两手一直要保持在同一水平面（图 2-4），直到冷却才停止旋转和拉伸，然后在拉细部分的中间把玻管截成两个管嘴，并用火平光，再把粗的一头烧熔，立即在石棉网上轻轻地压一下，冷却后安上橡皮头即成滴管（图 2-5）。

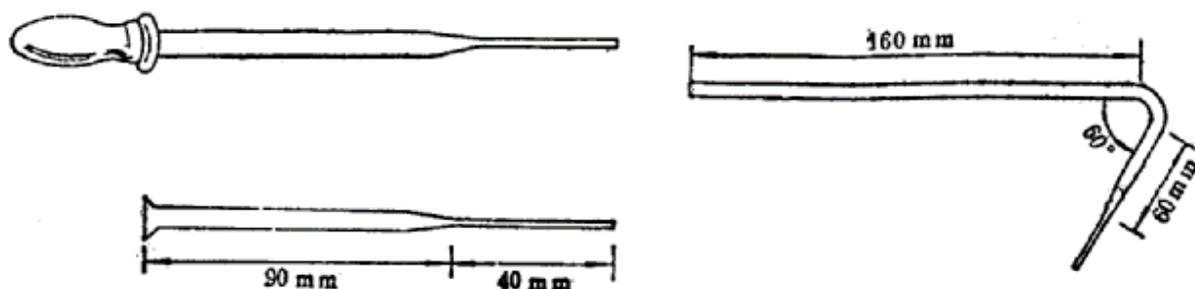


图 2-5 滴管、弯管的规格

(4) 玻管的弯曲：弯曲玻管时加热的方法与拉细玻管的方法相同，当玻管受热部分发软而成黄色时，即可自火焰中取出，两手须在同一平面均匀地进行弯曲（不宜过快或太慢）成所需角度（图 2-6）。

或取一玻管，将一头用纸堵塞住，再在火焰上加热（方法同上），当玻管受热部分发软而成黄色时，从火焰中取出，从另一端用嘴吹气（用力不宜过猛），在吹气同时，左手固定玻管，用右手向上弯曲玻管至所需角度。

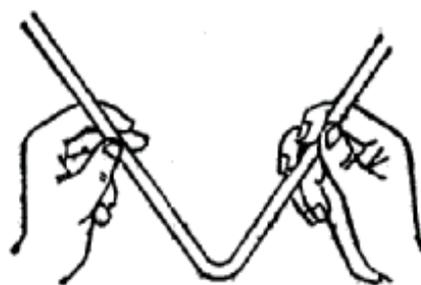


图 2-6 玻璃管的弯曲

在酒精灯上弯曲玻管，如果所需角度较小如 60° 角度，可采用分次弯成的办法，先弯成 120° 度，再加热后弯成较小的角度，然后再加热弯曲到 60° 角度，三次加热的位置需较第一次的位置先偏左（或右）然后偏右（或左）。

2. 塞子的钻孔

(1) 当需要在塞子内插入玻管或温度计时，需在塞子上钻孔。根据所用容器口径选择塞子，一般塞子在瓶口外露出 $1/3$ 。可钻孔的塞子一般有软木塞和橡皮塞两种。

(2) 钻孔器是一组粗细不同的金属管，一端有柄，另一端很锋利，另外还有一带柄的小金属棒，用来捅出进入钻孔器中的橡皮或软木。

(3) 钻孔的方法：选择一适当钻孔器，其直径略小于所插入塞子的玻管的口径，软木塞钻孔前最好在水中泡 20 分钟，以免钻孔时破裂。

钻孔时左手拿住塞子（或将塞子平放在桌上并用左手撑住）右手握住钻孔器的柄，选好适当的位置由塞子较小的一端开始钻，一面钻时，一面旋转（一般为顺时针方向），一面用力压，同时始终使钻孔器与塞子的平面保持垂直（以免把孔钻斜），当钻到一半深时，把钻孔器一面转动一面拔出，并用金属棒捅出管内的橡皮屑或软木屑。再从另一端按同样的操作钻孔，直到两头贯穿为止。若所钻孔的塞子是橡皮塞，可于钻孔器前端涂一些润滑剂（如凡士林、碱液或水），以减少磨擦力。打孔器用完后擦干放回原处。

仪器、试剂和材料

酒精灯、酒精喷灯；钻孔器、酒精、小锉、玻管、软木塞、橡皮塞、直尺（自备）、250mL 平底烧瓶（或塑料瓶）、小橡皮管、废玻璃瓶。

实验内容

(1) 按上述操作原理及技术的有关部分，每人自制两支滴管（长 15cm、10cm 各一支）。

(2) 自制玻璃搅拌棒 2-4 支（直径大小，长短规格由教师指定）。

(3) 洗瓶的装配和使用

(4) 取 250mL 平底烧瓶一个，然后配好合适的橡皮塞。将橡皮塞钻两个孔，钻孔器应略小于所用玻璃管的口径。

取一支 25 厘米长的玻管，在一端 3 厘米处弯成 60° ，插入橡皮塞后，再将另一端 5 厘米处弯成约 120° （注意：应与 60° 角在同一方向），再在上端连 3-4 厘米长的橡皮管，橡皮管的另一端连一根 3-4 厘米长带有尖嘴的玻璃管，最后取一支 10 厘米长玻璃管，在 5 厘米处弯成 120° ，将一端插入橡皮塞孔。按“洗瓶图”装配成洗瓶（图 2-7）。

洗瓶内装蒸馏水，常用于洗涤仪器和沉淀，用水量少而效率高。使用时，手执瓶颈，从短玻管口吹气，把瓶内的水压入长玻管内，水就会从玻管尖嘴喷出。用食指和中指夹住橡皮管，即可随意改变尖嘴喷出的水流方向。

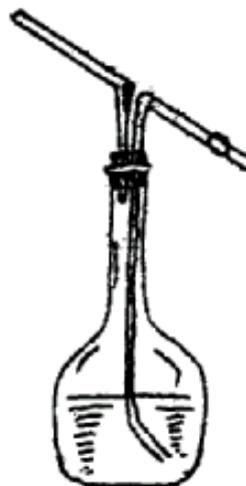


图 2-7 洗瓶

思考题

1. 从玻璃的性质解释实验中切割旧玻璃瓶的原理和方法？
2. 为什么通过熔烧即可将粗糙的玻管截面变得圆平光滑？
3. 你对自制的洗瓶满意吗？通过本实验，你有哪些收获和体会？
4. 你对实验内容有什么意见或建议？

实验三 称量操作及分析天平性能检测

实验目的

学会正确使用台天平、光电分析天平和电子天平，检测分析天平的主要性能。

实验原理

天平是化学实验室常用的称量仪器，有台天平、链天平、空气阻尼天平、半自动电光天平、全自动电光天平、单盘电光天平、微量天平等。除不等臂（单盘）天平、电子天平外，其它各种天平在结构上虽有差异，但都是根据杠杆原理制成的，即用已知质量的砝码来衡量被称物体的质量。

设杠杆 ABC 的支点为 B（图 3-1），AB 和 BC 的长度相等，A、C 两点是力点，A 点悬挂的称量物质量为 P，C 点悬挂的砝码质量为 Q。当杠杆处于平衡状态时，力矩相等。

$$P \times AB = Q \times BC \quad (1-1)$$

因为 $AB=BC$ ，所以 $P=Q$ 。

杠杆两臂相等（即 $AB=BC$ ）的天平称等臂天平。

常用分析天平的型号与主要技术数据列在表 3-1 中。

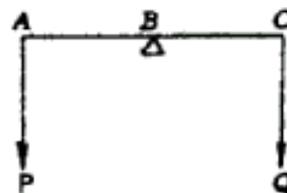


图 3-1 天平的构造原理

表 3-1 常用天平的型号及规格

种类	型号	名称	规格	
			最大载荷/g	分度值/mg
双盘天平	TG-328A	全机械加码(全自动)电光天平	200	0.1
	TG-328B	半机械加码(半自动)电光天平	200	0.1
	TG-332A	微量天平	20	0.01
单盘天平	DT-100	单盘精密天平	100	0.1
	DTG-160	单盘电光天平	160	0.1
	BWT-1	单盘微量天平	20	0.01
电子天平	MD100-2	上皿式电子天平	100	0.1
	MD200-3	上皿式电子天平	200	1

1. 台天平

台天平亦称台平、托盘天平，用于精确度不高的称量。一般能称准到 0.1 克。称量前首先检查台平的指针是否停在刻度盘上中间的位置。若不在中间，可调节台平托盘下面的螺旋，使指针停在中间的位置，称之为零点（图 3-2）。称量物重时，左盘放称量物，右盘放砝码。10 克（或 5 克）以上的砝码放在砝码盒内，10 克（或 5 克）以下的砝码是通过移动游标尺的游码来添加的。当砝码加到台平两边平衡，即指针停在中间的位置为止，称为停止点。停止点和零点之间允许偏差 1 小格以内。这时，砝码所示的质量就是称量物的质量。

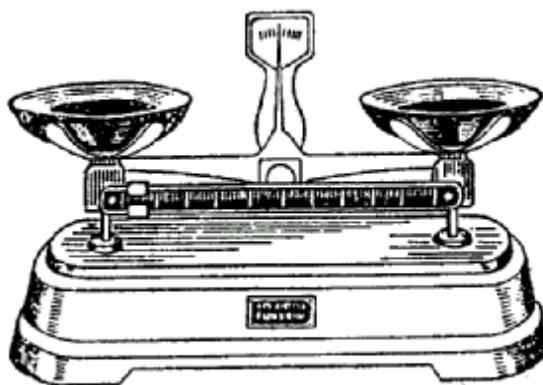


图 3-2 台平

称量时必须注意以下各点：

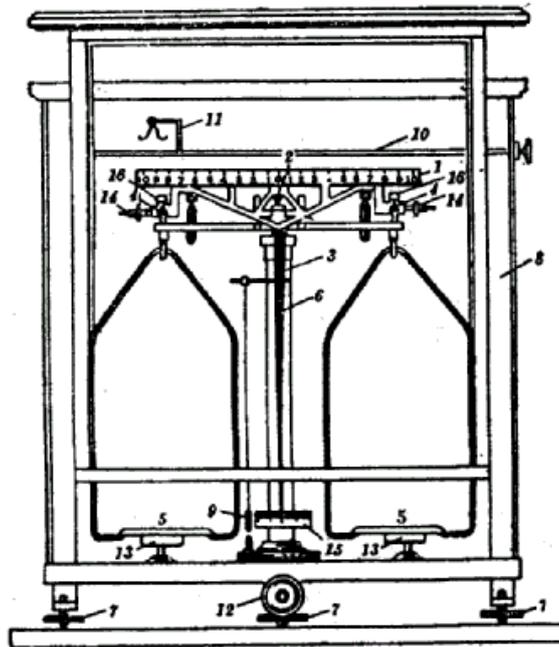
- (1) 台平不能称量热的物体。
- (2) 称量物不能直接放在托盘上，视情况决定称量物放在纸上、表面皿上、或容器中。吸湿或有腐蚀性的药品，必须放在玻璃容器内。
- (3) 称量完毕后，放回砝码，使台平各部分恢复原状。
- (4) 经常保持台平的整洁，托盘上有药品时立即擦净。

2. 分析天平

分析天平是一种十分精密的称重仪器，称重精确度可达 0.001 克（即 1 毫克）或 0.0001 克（即 0.1 毫克）。下面主要介绍摆动天平和阻尼半自动电光天平。

2.1 摆动天平（图 3-3）

(1) 天平的构造 天平梁 1 是天平的最重要部件，梁上镶有三个玛瑙制的三角棱柱体（称为刀口），中间的一个刀口 2 起着天平支点的作用。刀口的质量决定着天平的性能。为了保护刀口，天平在不使用时通过托架将梁托起而使刀口悬空。托架之升降是通过天平下面的一个旋扭 12 来控制的。在天平梁二边两个刀口 4 通过蹬形架 16 悬挂着两个天平盘 5，象使用台平时一样，左盘放称量物，右盘放砝码。在天平梁的正中连接着一个很长的指针 6，当天平使用时，天平梁的摆动就使指针在天平下部的刻度盘 15 前摆动，从而指出天平的平衡状态（图 3-4）。为了保护天平，防止酸气对天平的侵蚀以及震动对天平称量的影响，天平被安装在一个玻璃罩 8 内，它有一个正门和左右各一个侧门，正门一般不打开。借助悬锤 9 或水平仪，调节玻璃罩下边的前两个螺旋足 7 的位置高低，可使天平处于水平位置。天平只有处在水平位置时，才能正确工作。



1—天平梁；2—玛瑙刀口(中间三棱体)；3—垂直支柱；4—梁两端的玛瑙刀口；5—天平盘；6—指针；7—天平足；8—玻璃外罩；9—悬锤；10—金属杆；11—游码钩；12—升降枢；13—托盘；14—调节零点的螺丝；15—刻度盘；16—游

图 3-3 摆动天平

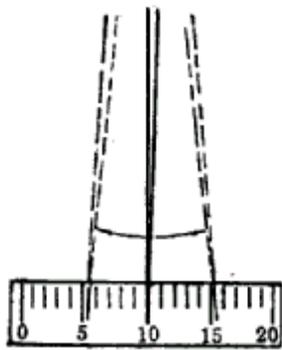


图 3-4 指针在刻度盘前的摆动

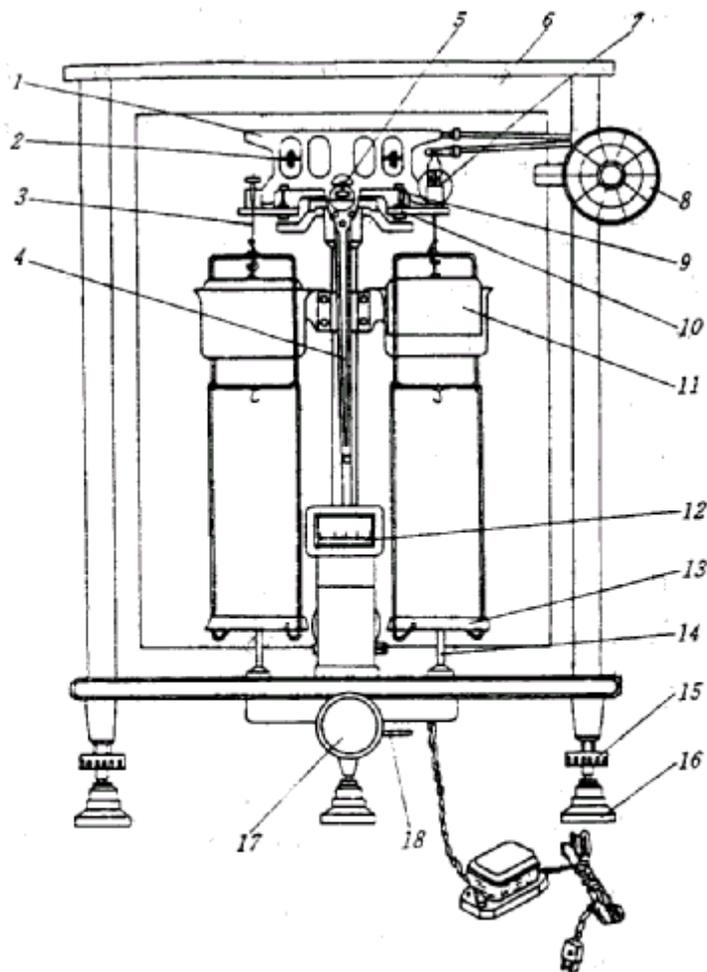


图 3-5 砝码盒

(2) 砝码 每架天平都有一套固定的砝码(图 3-5)，每套砝码的组成，取用及存放规则由指导教师介绍。

2.2 阻尼半自动电光分析天平

TG-328B 型半自动电光天平(图 3-6)在国内使用十分广泛。下面简要介绍这种天平，本实验也主要学习使用这种天平，并对其进行性能检测。



1——天平梁;2——平衡螺丝;3——吊耳;4——指针;5——玛瑙刀口;6——框架;7——砝码;
8——砝码指数盘;9——支力销;10——托架;11——空气阻尼器;12——投影屏;13——天平盘;
14——盘托;15——螺旋脚;16——垫脚;17——旋钮;18——调零杆

图 3-6 半自动电光分析天平

1. 天平的主要部件及功能

(1) 横梁是天平最重要的部件。常见的有矩形、三角形等几何形状。在保证横梁有足够强度的前提下,为减轻其质量,提高灵敏度,在横梁上开有各种不同形状的对称孔。此外,横梁上还装有起支承作用的玛瑙刀和调整计量性能的一些零件和螺丝。

支点刀和承重刀 横梁上装有三棱形的玛瑙或宝石刀。起承受和传递载荷的作用。中间为固定的支点刀,刀刃向下。刀的质地及各刀间的相互位置都直接影响天平的计量性能。三把刀的刀刃应平行,并处于同一平面上。故使用时务必注意对刀刃的保护。

平衡螺丝 横梁两侧圆孔中间或横梁两端装有对称可以移动的平衡螺丝,用以调节天平的平衡位置。

重心球 横梁背后上部设有由上、下两个半球形螺母组成的重心球,上下移动重心球可改变横梁(实际上包括悬挂系统)重心的位置,起调整天平灵敏度的作用。

指针及微分标牌 为观测天平横梁的倾斜度,在横梁的下部装有与横梁相互垂直的指针。指针末端附有缩微刻度照相底板制成的微分标牌,从-10至+110共120个分度,每分度代表0.1mg(名义分度值)。

(2) 立柱 立柱是一个空心柱体，垂直地固定在底板上作为支撑横梁的基架。天平制动器的升降杆通过立柱空心孔，带动托梁和托盘翼板上、下运动（见制动系统）。立柱上装有：

中刀承 安装在立柱顶端一个“土”字形的金属中刀承座上。

阻尼架 立柱中上部设有阻尼架，用以固定外阻尼筒。

水准器 装在立柱上供校正天平水平位置用。

(3) 制动系统 制动系统是控制天平工作和制止横梁及称盘摆动的装置，包括开关旋钮（天平前）、开前轴（底板下）、升降（立柱内）、梁托架（立柱上）、盘翼板（底板下）、盘托（底板上）等部件。

旋转开关旋钮可以使升降杆上升（或下降），带动托梁架及盘托翼板及盘托等同时下降（或上升），从而使天平进入工作（或休止）状态。为了保护刀刃，当天平不用时，应将横梁托起，使刀刃与刀承分开，以保护刀刃。

(4) 悬挂系统 悬挂系统包括称盘、吊耳、内阻尼筒等部件，是天平载重及传递载荷的部件。

吊耳 两把边刀通过吊耳承受称盘、砝码和被称物体。这是一个设计得十分灵巧的装置，不管被称物置于称盘上什么位置或横梁摆动时，吊耳背都能平稳地保持水平状态，使载荷的重力均匀地分布在吊耳背底部的刀承上。

称盘 挂在吊耳钩的上挂钩内，供载重物（砝码或被称物）用。

阻尼器 这是利用空气阻力减慢横梁摆动的“速停装置”，由内筒和外筒组成。

(5) 框罩 框罩的作用除了保护天平外，还可以防止外界气流、热幅射、湿度、尘埃的影响。框罩的正门只有在必要时（如装拆天平）才可打开。取放砝码和被称物只可由左、右侧门出入，并随时关好边门。

底板 框罩和立柱固定在底板上，一般由大理石或厚玻璃制作。

底脚 底板下有三只底脚，前面两只为供调水平用的调水平底脚，后边一只只是固定的。每只底脚下有一只脚垫，起保护桌面的作用。

指数盘 设在框罩前右边的门框上，用以控制加码杆加减圈码。分内、外两圈，上面刻有所加圈码的质量值。转动外圈可加 100-900mg，转动内圈可加 10-90mg。天平达到平衡时，可由标线处直接读出圈码的量值。

加码杆 通过一系列齿轮的组合与指数盘连接。杆端有小钩，用以挂圈码。TG328B 型天平圈码的顺序从前到后依次为 100、100、200、500、10、10、20、50mg。

2. 天平的安装及调试（可参阅关于分析天平安装使用的详细说明书）。实验室的天平通常已安装好，主要是学会正确使用和维护天平。

3.天平的使用规则

(1) 称量前的检查 取下天平罩，折叠好放在天平箱上面。逐项检查：

称量物的温度与天平箱内温度是否相等，称量物的外部是否清洁和干燥。

天平箱内、秤盘上是否清洁。如有灰尘，用毛刷刷净。

天平位置是否水平。

天平各部件是否都处在应有位置，特别要注意吊耳和圈码。

测定或调节天平零点。

(2) 称量规则

称量者必须面对天平正中端坐。只能用指定的天平和砝码完成一次实验的全部称量，中途不能更换天平。

称量物和砝码只能由边门取放，称量时，不能打开前门。

不准在天平开启时取放称量物和砝码。开启或关闭天平要轻缓，切勿用力过猛，以免刀口受撞击而损伤。

粉末状、潮湿、有腐蚀性的物质绝对不能直接放在秤盘上，必须用干燥、洁净的容器（称量瓶、坩埚等）盛好，才能称量。

称量物和砝码应放在秤盘中央。称量物不得超过天平最大载荷，外形尺寸也不宜过大。

使用机械加码装置时，转动读数指数盘的动作应轻缓。估计称量物的质量，按“由大到小，中间截取”的原则选用砝码。先微微开启天平进行观察，当指针的偏转在标牌范围内时，方可全开启天平。

读数时，应关闭天平的门，以免指针摆动受空气流动的影响。

称量结束时关闭天平，取出称量物、砝码，指数盘恢复到“0.00”位，关好天平门，罩好天平罩，填写使用登记卡，经教师同意后，方可离开天平室。

(3) 砝码使用规则

砝码盒放在天平右边桌面上，不能拿在手中。

必须用砝码专用镊子按量值大小依次取换砝码，用镊子夹住砝码颈部，严禁用手直接拿取砝码。砝码除放在砝码盒内及天平秤盘上外，不得放在其他地方。不用时应“对号入座”地放回砝码盒空穴内（包括镊子），并随时关好盒盖，以防止灰尘落入。

砝码和天平是配套检定的，同时，同一砝码盒中的各个砝码的质量，彼此间都保持一定的比例关系，因此，不能将不同砝码盒内的砝码相互调换。

称量中应遵循“最少砝码个数”的原则。

砝码应轻放在秤盘中央，大砝码在中心，小砝码在大砝码四周，不要侧放或堆叠在一起。应先根据砝码盒内的砝码穴，记录称量结果（对于具有相同示值的两个砝码以*号区别），然后从秤盘中按由大到小的次序将砝码取下，并直接放回盒中原位，同时与原记录进行核对，以免发生错误。同时应检查盒内砝码是否完整无缺。

使用机械加码装置时，不要将箭头对着两个读数之间，指数盘可以按顺或反时针方向旋转，但决不可用力快速转动，以免造成圈码变形，互相重叠，圈码脱钩等。

4. 称量步骤和方法

分析天平是精密仪器，称量时要仔细、认真。按要求进行称量前的检查。

称量 把要称量的物体放在天平左盘的中央（全自动天平则放在右盘中央），缓慢地微开开关旋钮。变动砝码后，再称量。这样反复加减砝码，使砝码和称量物的质量接近到克位以后，转动圈码指数盘，用与加码相同的方法调节圈码，直到投影屏的刻线与标牌上某一读数重合为止。

读数 当投影屏上标牌投影稳定后，就可以从标牌上读出 10mg 以下的质量。有的天平的标牌上既有

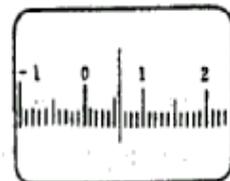


图 3-7 标牌读数

正值的刻度，又有负值的刻度，称量时，一般都使刻线落在正值的范围里，读数时只要加上这部分毫克数即为本次称量的质量。读数后立即关上开关旋钮。

标牌上一大格为 1mg，一小格为 0.1mg。当刻线落在两小格间时，按四舍五入的原则取舍（图 3-7）。

当天平的零点是 0.0mg 时，称量物质量=砝码质量+圈码质量+毫克数，称量结果要直接、如实地记录在实验报告本上。

(2) 称样方法 根据试样的不同性质和分析工作中的不同要求，可分别采用直接称量（简称直接法）、指定质量（固定样）称量法和差减称量法（也称相减法）进行称量。以下介绍 TG328B 型电光分析天平的各种称样方法。

直接称量法 对一些在空气中无吸湿性的试样或试剂，如金属或合金等可用直接法称量。称量时将试样放在干净而干燥的小表面皿上或油光纸上，一次称取一定质量的试样。

指定质量称量法 对于可用直接法称量的试样，在例行分析中，为简化计算工作往往需要称出预定质量的试样。这时可在已知质量的称量容器（如表面皿或不锈钢等金属材料做成的小皿）内，直接投放待称试样，直至达到所需要的质量。

称量时，将自备的称量容器（如表面皿）置于天平左盘，右盘放置相当于容器和欲称试样总质量的砝码。左手持骨匙盛试样后小心地伸向表面皿的近上方，以手指轻击匙柄，将试样弹入，半开天平试其加入量。直到所加试样量与预定量之差小于微分标牌的标度范围，便可以开启天平，极其小心地以左手拇指、中指及掌心拿稳骨匙，以食指摩擦匙柄，让匙里的试样以尽可能少的量慢慢抖入表面皿。这时，既要注意试样抖入量，同时也要注意微分标牌的读数，当微分标牌正好移动到所需要的刻度时，立即停止抖入试样，在此过程中右手不要离开天平的开关钮，以便及时开关天平。若不慎多加了试样，应将天平关闭，再用骨匙取出多余的试样（不要放回原试样瓶中）。称好后，用干净的小纸片衬垫取出表面皿，将试样全部转移到接受的容器内。试样若为可溶性盐类，可用少量蒸馏水将沾在表面皿上的粉末吹洗进容器。

差减称量法（相减法） 如果试样是粉末或易吸湿的物质，则需把试样装在称量瓶内称量。倒出一份试样前后两次质量之差，即为该份试样的质量。

称量时，用纸条叠成宽度适中的两二层纸带，毛边朝下套在称量瓶上。左手拇指与食指拿住纸条，由天平的左门放在天平左盘的正中，取下纸条，称出瓶和试样的质量。然后左手仍用纸条把称量瓶从盘上取下，放在容器上方。右手用另一小纸片衬垫打开瓶盖，但勿使瓶盖离开容器上方。慢慢倾斜瓶身至接近水平，瓶底略低于瓶口，切勿使瓶底高于瓶口，以防试样冲出。此时原在瓶底的试样慢慢下移至接近瓶口。在称量瓶口离容器上方约 1cm 处，用盖轻轻敲瓶口上部使试样落入接受的容器内（图 3-8）。倒出试样后，把称量瓶轻轻竖起，同时用盖敲打瓶口上部，使粘在瓶口的试样落下（或落入称量瓶或落入容器，所以倒出试样的手续必须在容器口正上方进行）。盖好瓶盖，放回天平盘上，称出其质量。两次质量之差，即为倒出的试样质量。若不慎倒出的试样超过了所需的量，则应弃之重称。如



图 3-8 倾倒试样的方法

果接受的容器口较小（如锥形瓶等），也可以在瓶口上放一只洗净的小漏斗，将试样倒入漏斗内，待称好试样后，用少量蒸馏水将试样洗入容器内。

仪器、试剂和材料

台天平；TG328-B 半自动电光分析天平；TG-328A 全自动电光分析天平、电子天平。

实验内容

1. 天平主要性能检测

(1) 灵敏度测定

在左盘上加 10 毫克片码（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在 100 ± 2 格。测出天平空载灵敏度格/毫克。

(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 0.1~0.2 毫克。

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 毫克。在天平左右二盘中各放 20 克砝码一个，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 ，不等臂误差可依下式求得：

不等臂误差 = $|(p_1 + p_2) \div 2|$ 。

2. 称量练习

练习一（理科学生）

1. 取二只洁净、干燥的坩埚，分别在台天平上称其质量，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 毫克），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 克）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 M_1 克，用一洁净纸条套在称量瓶上，用手捏住纸条取出称量瓶，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 0.3-0.4 克（约 1 克试样的 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 M_2 ，则 $M_1 - M_2$ 即为试样的质量。以同样方法转移试样 0.3-0.4 克于第二只坩埚中，然后称出称量瓶和剩余试样重为 M_3 克，则 $M_2 - M_3$ 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 M_4 和 M_5 。

4. 检验称量结果

(1) 看 $M_1 - M_2$ 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 毫克。

(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（0.3-0.4 克之间）。

(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。

练习二（工科学生）

1. 领取一盛有铸铁屑的称量瓶和一个干净的 25cm^3 锥形瓶。
 2. 先用台天平称取上述称量瓶的大致质量，即称量瓶与铸铁屑质量之和。然后用电光分析天平称取其质量，读数准确至 0.0001g ，记下砝码数量（个）及其质量（g）、环码质量（mg）和标尺读数（准确至 0.1mg ）。
 3. 以称量瓶瓶盖轻轻敲出称量瓶中约 0.5g 铸铁屑在干净的微型锥形瓶内，再准确称取称量瓶的质量，记下读数，求出称取的铸铁屑的精确质量。
 4. 取一标签写上班级、姓名及铸铁屑质量，并贴在微型锥形瓶外面，交教师统一保存。
- 做完称量练习一（或练习二）后检查天平是否处于完好正常状态，按天平使用规则将天平复原，保持天平内外清洁，请指导教师检查一遍，方能离开。

思考题

1. 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？
2. 分析天平必须水平放置。如发现分析天平的位置不水平，应如何调节？
3. 为什么天平梁没有架住（托住）以前，绝对不许把任何东西放在天平盘上或从盘上取下？天平的光源灯泡亮着时意味着什么？
4. 减量法称量是怎样进行的？有何优点？
5. 为什么启动和关闭（通过旋动开关旋钮完成）天平时，动作要轻柔缓慢？否则，会对天平最易造成何种损害？

实验四 容量仪器的使用与校正

实验目的

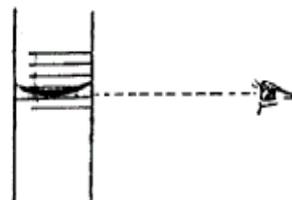
学会正确使用化学实验常用容量器具，学习校正常用容量量器。

实验原理

化学实验中，经常要量取一定量的液体（或溶液），常用的量器有量筒、移液管、容量瓶和滴定管等。下面首先介绍这些量器，然后通过实验学习如何使用这些量器。

1. 量筒的使用

根据不同的需要，量筒的容量有 10mL、100mL、1000mL 等等，实验中可根据所取溶液容量的不同来选用。量取液体时，使视线与量筒内液面的弯月形最低处保持水平（如图 4-1 所示），偏高或偏低都会造成误差。



2. 移液管的使用

要求准确地移取一定体积的液体时，可以使用移液管（图 4-2）。移液管是中间有一球部的玻璃管，玻璃管下部有一拉尖的出口，上部为一直径均匀的玻璃管，刻有一根标线。当抽吸溶液到其弯月面与标线相切后，让溶液自然放出，此时所放出的溶液体积即等于管上所标的体积。一般常用的有 25mL，10mL 移液管。在让溶液自然放出时，最后因毛细作用总有一小部分溶液留在管口不能落下，不必用外力使之放出（因为在标定移液管时就没有把这一点溶液放出），把尖嘴靠在容器壁上，稍待片刻就可拿开。

另一种带有分度的移液管，如 10mL、5mL、1mL 等，可用于量取非整数的小体积溶液。这种移液管也有人称之为吸量管。使用前，依次用洗液、自来水、蒸馏水洗至内壁不挂水珠为止。最后用少量被量取的液体洗三遍。

用移液管吸取溶液时，右手拇指及中指拿住上端标线以上部位，左手拿住盛溶液的容器，使移液管伸入容器中，移液管下端伸入 1 厘米。不应伸入太多，以免外壁粘附溶液过多；也不应伸入太少，以免液面下降时吸入空气。这时，用洗耳球轻轻吸上溶液，眼睛注意管中液面上升，移液管则随容器中溶液的液面下降而下伸（图 4-3a），当液体上升到刻度标线以上时，迅速用食指堵住管口。将移液管从液体内取出，靠在此容器壁上，然后稍微放松食指，同时轻轻转动移液管，使标线以上的液体流回去。当液面的弯月形最低点与标线相切时，就按紧管口，使液体不再流出。取出移液管移入准备接受溶液的容器中，仍使其出口尖端接触器壁，让接受容器倾斜而移液管直立。抬起食指，使溶液自由地顺壁流下（图 4-4）。待溶液全部流尽后，稍等片刻，取出移液管。

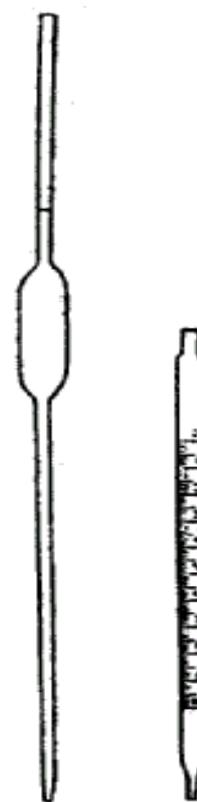


图 4-2 移液管

有些实验者常用嘴吸取液体，这种习惯不好。特别是吸取的溶液有刺激性或有毒时，最

好不用嘴吸而改用洗耳球抽取，如图 4-3b 所示，以保证安全。



图 4-3 移液管吸液



图 4-4 放液体法

3. 容量瓶的使用

容量瓶是一个细颈梨形的平底瓶，带有磨口塞子。颈上有标线，表示在所指温度（一般为 20°C ）下，当液体充满到标线时，液体体积恰好与瓶上注明的体积相等。容量瓶是用来配制一定体积溶液用的；配好的溶液如果需要保存，应该转移到细口瓶中去。

容量瓶在洗涤前应先检查一下瓶塞子，右手指尖握住瓶底边缘，把瓶子倒立 2 分钟。观察瓶塞有无漏水现象，不漏水的容量瓶才能使用。按常规操作把容量瓶洗净。为了避免打破塞子，应该用一根细线把塞子系在瓶颈上。

在配制溶液前，应先把称好的固体试样溶解在烧杯中，然后再把溶液从烧杯中转移到容量瓶中去（图 4-6）。多次洗涤烧杯，把洗涤液也转移入容量瓶中，以保证溶质之全部转移。缓慢地加入蒸留水，加到接近标线 1 厘米处，等 1-2 分钟，使粘附在瓶颈上的水流下。然后用洗瓶或滴管滴加水至标线（小心操作，勿过标线）。加水时，视线平视标线。水充满到标线后，盖好瓶塞。将容量瓶倒转，使气泡上升到顶，此时振荡瓶子。再倒转过来，仍使气泡上升到顶。重复操作多次，就能使瓶中溶液混合均匀（图 4-7）。

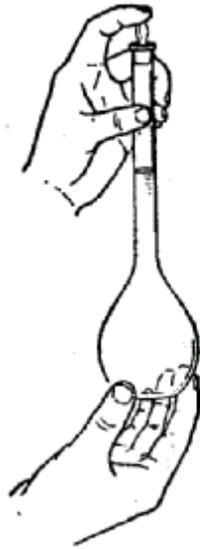


图 4-5 容量瓶的拿法

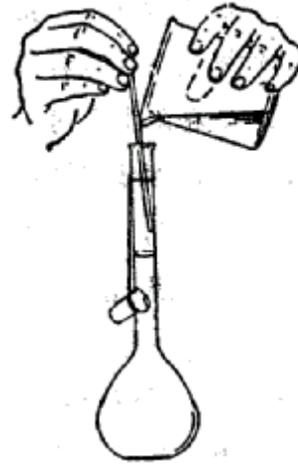


图 4-6 溶液从烧杯转移入容量瓶

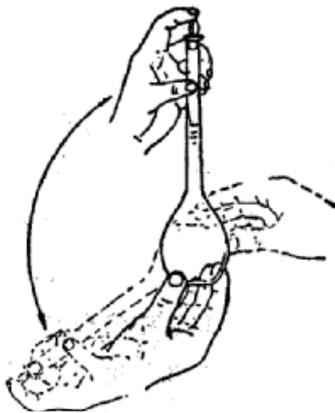


图 4-7 振荡容量瓶

假如固体是经过加热溶解的，那末溶液必须冷却后才能转移入容量瓶。

假如要把浓溶液稀释，则用移液管吸取一定体积的浓溶液放入容量瓶中，然后按上述方法冲稀至标线。

4. 滴定管的使用

滴定管主要用于定量分析，有时也能用于精确加液。

滴定管分酸式滴定管和碱式滴定管两种（图 4-8），前者可盛放除碱性以及对玻璃有腐蚀作用的溶液以外的溶液，后者则盛放碱液。酸式滴定管下部有一玻璃活塞，用以控制滴定时的液滴。碱式滴定管的下端用橡皮管连接一个一端有尖嘴的小玻璃管。橡皮管内装一个玻璃圆球，用以堵住溶液。使用时只要用拇指和食指轻轻往一边挤压玻璃外面的橡皮管，使管内形成一条缝隙，溶液即可滴出。

滴定管在洗涤前也应检查是否漏水，活塞是否转动灵活。若酸式滴定管漏水或活塞转动



图 4-8 滴定管

不灵，就应折下活塞，擦干活塞和内壁后，重新涂凡士林油；若碱式滴定管漏水则需要更换玻璃或橡皮管。

(1) 活塞涂油方法 要把滴定管平放桌面上，先取下套在活塞上的小橡皮圈，然后取下活塞，用干布擦干，再把干布卷成小卷，以其尖端通入活塞槽，来回拉扯布卷以擦干槽的内壁（图 4-9）。用手指粘少量凡士林擦在活塞两边，沿圆周各涂一薄层，尤其在孔的近旁，不能涂多（图 4-10）。涂完以后将活塞一直插入槽内，插时活塞孔应与滴定管平行（图 4-11）。若发现仍转动不灵活（图 4-12），或出现纹路，表示涂油不够，如果有油从活塞隙缝溢出或挤入活塞孔，表示涂油太多。遇到这些情况，都必须重新涂油。

(2) 清除活塞孔或出口管孔中凡士林的方法 如果是活塞孔堵住，比较容易清除，取下活塞，用细铜丝捅出即可。如果是出口管孔堵塞，则将水充满全管，将出口管浸在热水中。温热片刻后打开活塞，使管内水突然冲下，即把熔化的油带出。如此法未能奏效，则用四氯化碳浸溶。若各种方法都失败时，只好取下活塞，用一根细软的铜丝自下而上地从出口管口捅上去，用力要轻，以免损坏管口。然后再拉下来，多次反复就能清除堵塞的凡士林油。

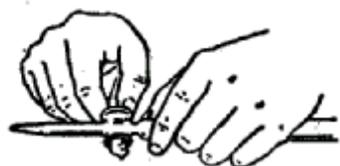


图 4-9 擦干活塞内壁手法



图 4-10 涂油手法

(4) 出口管中气泡的清除 当滴定溶液装入滴定管时，出口管还没有充满溶液。此时将酸式滴定管倾斜约 30° 角，左手迅速打开活塞使溶液冲出，就能充满全部出口管。假如使用碱式滴定管，则把橡皮管向上弯曲，出口斜向上方。用两指挤压离玻璃球稍上边的橡皮管，使溶液从出口管喷出，气泡就随之逸出（图 4-13）。继续一边挤橡皮管，一边放直橡皮管，气泡就可完全除去。

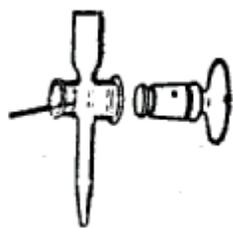


图 4-11 活塞安装

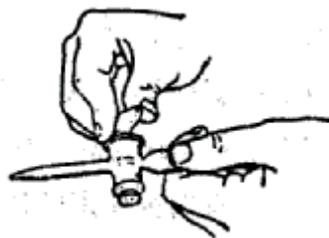


图 4-12 转动活塞

(5) 滴定管操作法 将滴定管夹在滴定管夹子上，必须保持垂直，否则读数不准。通常夹在右边，活塞柄向上，左手从滴定管后向右伸出，拇指在滴定管前，食指及中指在管后（图 4-13），三指平行地轻轻握住活塞柄靠身体的一端（与中指在一端），拇指向下按，食指向上顶，使活塞轻轻转动。在需要活塞按顺时针方向转动时，拇指移向与食指在一端，拇指向下按，中指向上顶，使活塞轻轻转动。转动时，中指和食指不要伸直，应该微微弯曲，轻轻向里扣住，既易操作又可防止活塞顶出，（图 4-14）是酸式滴定管的使用方法。

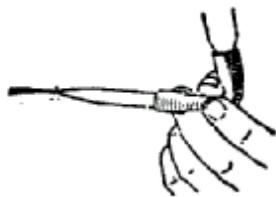


图 4-13 碱式滴定管除气泡法

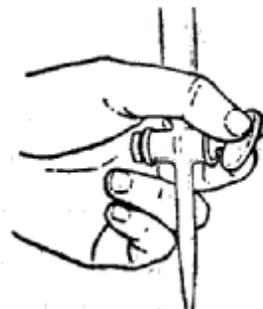


图 4-14 左手旋转活塞法

对碱式滴定管的使用方法（图 4-15），在前面各处都已提及，不再重复。

（6）滴定管读数方法 在滴定管中充满溶液到刻度“0”以上，慢慢打开滴定管使液面慢慢下降到 0-1.00 毫升范围以内，最好是恰好在“0”。使用时，每次都要从上端开始，这样可消除因上下刻度不匀所引起的误差。

读数前，必须等 1-2 分钟，使附着在内壁上的溶液流下来。读数时，视线应与液面水平。读数应该读到小数点后二位如 20.93 毫升等。溶液颜色太深时，将看不到液面的下缘，这时只能读液面最高点。为了协助读数，可在滴定管后面衬一读数卡。读数卡可利用一张黑纸或涂有黑色的长方形（约 3×1.5cm）白纸。使黑色部分在弯月面下约 1mm 左右，即可看到弯月面的反射层成为黑色（图 4-17）。读此黑色弯月面下缘的最低点。



图 4-15 酸式滴定管滴定操作



图 4-16 碱式滴定管滴定操作

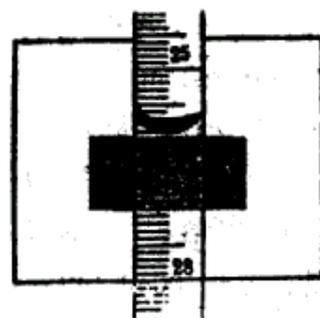


图 4-17 读数卡的使用

以上介绍了几种容量量器及其使用方法。其中滴定管、容量瓶和移液管是滴定分析的主要量器，在要求准确度较高的分析工作中，必须精确校正。容量量器的校正通常采用“称量法”和“相对校正法”，分别介绍如下：

1. 称量法

称量法是指称取一定重量的水，然后根据该温度下水的密度，将水的重量换算为体积^①。由于实际称量是在空气中进行的，因此必须考虑空气浮力对称量的影响。物体在真空中的重量与空气中的重量有如下关系：

$$W_0 = W + d(W/d_1 - W/d_2) \quad (4-1)$$

式中 W_0 ——物体在真空中的重量； W ——物体在空气中的重； d ——空气的密度； d_1 ——物体的密度； d_2 ——砝码的密度。

如将物体在真空中的重量除以该温度时的密度，即可求得容器的体积。

例如，在 22℃ 时，1000 毫升的容量瓶的校正，称得其重量为 997.00g (W)。已知 22℃ 时水的密度 d_1 为 $0.99780\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ② 黄铜砝码的密度 d_2 为 $8.4\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ 。

将上述数据代入 (4-1) 式中，得到

$$\begin{aligned}W_0 &= 997.00 + 0.0012\left(\frac{997.00}{0.998} - \frac{977.00}{8.4}\right) \\ &= 997.00 + 1.06 \\ &= 998.06\text{g}\end{aligned}$$

22℃ 水的密度为 $0.99780\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ，因此容量瓶在 22℃ 时的体积是 $998.06/0.99780=1000.26\text{mL}$ 。

求得任意温度下容器的体积后，再根据 (4-2) 式，可以计算出 20℃ (量器一般以 20℃ 作为“标准温度”) 时容器的体积。

① 容积的单位是“标准升”，即在真空中质量为 1 千克的水在 3.98℃ 时所占的体积。1mL 是 1L 的千分之一。体积也有用 cm^3 表示。 cm^3 与 mL 是不一致的，有微小的差别。1mL=1.000028 cm^3 。

② 密度一般以 gcm^{-3} 计，此处水的密度以 g mL^{-1} 计。

$$V_{20}=V_t+0.000025V_t(20-t) \quad (4-2)$$

式中 V_{20} ——容器在 20℃ 时的体积； V_t ——容器在 t℃ 时的体积；

0.000025——一般玻璃的体积膨胀系数 ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)。

故上述 1000mL 容量瓶在 20℃ 时的体积为

$$\begin{aligned}V_{20} &= 1000.26 + 0.000025 \times 1000.26(20-22) \\ &= 1000.26 - 0.05 \\ &= 1000.21\text{mL}\end{aligned}$$

用称量法校正移液管、滴定管、容量瓶等都可按上述公式计算。

2. 相对校正法 容量瓶、移液管均可应用称量法校正，但在实际工作中，有时并不一定要确知它们的准确容积，而是要确知容量瓶和移液管之间的相对关系是否正确。例如 25mL 移液管，其容积是否等于 100mL 容量瓶的 1/4。因此，通常只需对容量瓶和移液管作相对校正。

仪器、试剂和材料

量筒、移液管 (25mL)；碱式滴定管 (50mL)、酸式滴定管 (50mL)、容量瓶(50mL、100mL 各一个)、滴定台。

实验内容

1. 用已学过的知识和方法清洗量器，并进行干燥 (如用电吹风机吹冷风进行干燥)，滴定管活塞涂脂，并检查是否漏水。

2. 用“称量法”校正移液管

取一支 25 mL 已凉干的移液管，同时准备一个 50mL 小烧杯，洗净且晾干。先称准小烧杯的重量，然后用移液管准确移取 25mL 蒸馏水于小烧杯中，在同一台天平上称小烧杯加水后的总重量，两次重量之差，即为 25mL 移液管中水的净重。用此重量代入上述两式计算，即可求得校正后体积的毫升数。

滴定管和容量瓶可采用相同的方法进行校正。

3. 相对法校正移液管和容量瓶

取一个已洗净、晾干的 100mL 容量瓶，一支 25mL 移液管，用移液管准确移取蒸馏水 4 次于容量瓶中，然后仔细观察溶液弯月面下缘，是否与容量瓶上的标线相切，如不一致，则另作一标记。经校正后的移液管和容量瓶，应配套使用。

思考题

1. 什么情况下用量筒作量器？什么情况下用移液管、滴定管和容量瓶作量器？
2. 使用量器时，怎样准确读数？
3. 量器为什么要进行校正？称量法和相对校正法各有什么用途？

实验五 滴定分析基本操作

实验目的

掌握移液管，滴定管等量器的准备，使用和酸碱滴定操作，学习称量、溶液的配制和标定。

实验原理

滴定分析操作是化学定量分析中最基本，也是最重要的操作技术之一。滴定分析是指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（即被测组分的浓度）。因此进行滴定分析时，必须掌握滴定管的使用和滴定终点的判断。例如，依反应 $NaOH + HCl \rightleftharpoons NaCl + H_2O$

若已知 C_{NaOH} (NaOH溶液的浓度, 单位: $mol \cdot L^{-1}$) 或 C_{HCl} (HCl溶液的浓度, 单位: $mol \cdot L^{-1}$), 就可以通过强酸, 强碱的互相滴定计算出酸溶液和碱溶液的体积比, 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。依等摩尔反应原理, 有

$$C_{NaOH} \cdot V_{NaOH} = C_{HCl} \cdot V_{HCl} \quad (5-1)$$

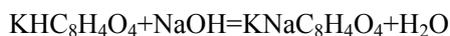
故有
$$C_{HCl} = C_{NaOH} \frac{V_{NaOH}}{V_{HCl}} \quad (5-2)$$

或
$$C_{NaOH} = C_{HCl} \frac{V_{HCl}}{V_{NaOH}} \quad (5-3)$$

其中 V_{NaOH} 和 V_{HCl} 分别表示达滴点终点时消耗 (或取用) 的 NaOH 和 HCl 溶液的体积。

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。酸碱滴定时, 通常还要配制标准溶液, 即浓度准确已知的碱或酸液。

本实验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, 这里介绍一种常用的酸性基准物邻苯二甲酸氢钾 ($KHC_8H_4O_4$), 在酚酞指示剂存在下标定 NaOH 标准溶液的浓度。



可通过下列计算求出标准碱溶液的浓度: $KHC_8H_4O_4$ 的摩尔数

$$n_{KHC_8H_4O_4} = \frac{W_{KHC_8H_4O_4}(g)}{KHC_8H_4O_4 \text{ 的摩尔质量}(g)}$$

同时也是 NaOH 的摩尔数, 则 NaOH 溶液的浓度

$$C(NaOH) = \frac{n_{NaOH}}{V(mL) \times 10^{-3}} \quad (mol \cdot L^{-1})$$

$KHC_8H_4O_4$ 的摩尔质量为 $204.2g \cdot mol^{-1}$ 。

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、试剂和材料

台天平, 250mL、100mL 烧杯, 10mL、100mL、1000mL 量筒, 酸式、碱式滴定管, 250mL 锥形烧瓶 3 只, 25mL 移液管 1 支。

NaOH (化学纯)、浓盐酸 (化学纯)、0.2%酚酞乙醇溶液、0.2%甲基橙溶液、邻苯二甲酸氢钾 (A、R, 在 105~110°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)。

实验内容

1. 酸碱溶液的配制

(1) 在台天平上迅速称取 8 克固体的NaOH置于 250mL烧杯中, 立即加蒸馏水、搅拌溶解。转入 1000mL试剂瓶中, 用蒸馏水稀释至 1000mL。用橡皮塞塞紧瓶口, 摇匀。这样配制的 NaOH溶液浓度约为 $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

(2) $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸配制: 用量筒量取化学纯浓HCl约 12mL, 倒入 1000mL试剂瓶中, 用蒸馏水稀释至 700mL, 塞上玻璃塞, 摇匀。这样配别的HCl溶液浓度约为 $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

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, 以后用来填入此溶液的准确浓度。

2. 酸碱溶液的互相滴定

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

(2) 从碱式滴定管中放出 NaOH 溶液 20mL 于 250mL 锥形中 (溶液的流速为每分钟约 10mL), 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 NaOH 溶液和盐酸溶液体积, 准确至 0.01mL。平行测定三分, 分别计算出盐酸溶液和氢氧化钠溶液的体积及其平均值。

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应小于 0.2%, 否则应重新测定。

(4) 用移液管吸取 25mL $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl溶液于 250mL锥形瓶中, 加酚酞指示剂 1-2 滴, 用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NaOH溶液的毫升数。准确至 0.01mL。平行滴定三份。要求所用NaOH溶液的毫升数的差值不超过 $\pm 0.02\text{mL}$ 。

3. 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 0.8-1.2 克, 分别放入 250mL 锥形瓶中。用 20-30mL 煮沸后刚刚冷却的蒸馏水使之溶解 (如没有完全溶解, 可稍微加热)。冷却后加入二滴酚酞指示剂, 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。

思考题

1. 装 NaOH 溶液瓶子的塞子, 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. 每次滴定时，为什么要标准溶液加满至滴定管零点？

5. 标定 $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{NaOH}$ 称取邻苯二甲酸氢钾每份重 0.8-1.2 克，此称量范围是如何计算得来的？

实验六 气体常数 R 的测定

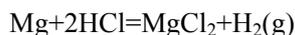
实验目的

学会一种测定气体常数的方法及其操作，学习理想气体状态方程和分压定律，学习称量、量气等操作技术。

实验原理

通过测量金属镁置换出盐酸中氢的体积可以算出气体常数 R 的数值。

反应为：



如果称取一定质量的镁与过量的盐酸反应，则在一定温度和压力下，可以测出反应所放出的氢的体积。实验时的温度 T 和压力 p 可以分别由温度计和气压计测得。物质的量 n 可以通过反应中镁的质量来求得。由于氢是在水面上收集的，氢气中还混有水汽。在实验温度下水的饱和蒸气压 $p(\text{H}_2\text{O})$ ，可在表中查出。根据分压定律，氢的分压可由下式求得：

$$p = p(\text{H}_2) + p(\text{H}_2\text{O})$$

$$p(\text{H}_2) = p - p(\text{H}_2\text{O})$$

将以上所得各项数据代入 $R = \frac{pV}{nT}$ 式中，即可算出 R 值。

本实验也可通过铝或锌与盐酸反应来测定 R 值。

仪器、试剂和材料

仪器：测定气体常数 R 的装置（见图 6-1）；

试剂：HCl(6.0 mol · L⁻¹)；

材料：镁条。

实验内容

1. 称量：用天平称取三份镁条，每份质量在 0.03g 左右（准确称至 0.0001g）。

2. 安装测定装置

按图 6-1 所示装配好测定装置。往量气管内装水至略低于刻度“0”的位置。上下移动漏斗，以赶走附着在橡皮管和量气管内壁的气泡，然后把反应管和量气管用乳胶管连接。

3. 检漏：把漏斗下移一段距离，并固定在一定位置上。

如果量气管中的液面只在开始时稍有下降后（约 3-5min）即维持恒定，便说明装置不漏气。如果液面继续下降，则表明装置漏气，检查各接口处是否严密。经检查与调整后，再重复试验，直至确保不漏气为止。

4. 测定

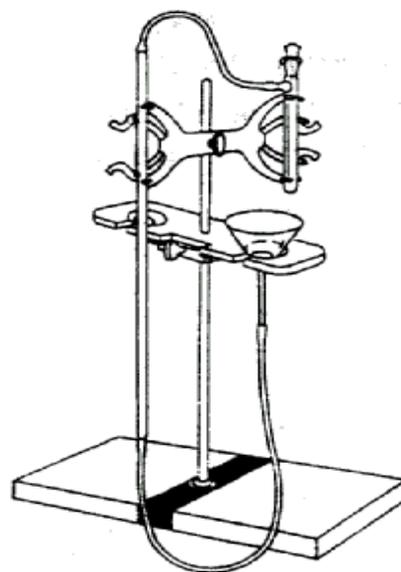


图 6-1 气体常数 R 的测定装置

(1) 取下试管，如果需要的话，可以再调整一次漏斗的高度，使量气管内液面保持在略低于刻度“0”的位置。然后用一漏斗将 $5\text{mL } 2\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$ 注入试管中，切勿使酸沾在试管壁上。用一滴水将镁条沾在试管内壁上上部，确保镁条不与酸接触。装好试管，塞紧磨口塞，再一次检查装置是否漏气。

(2) 把漏斗移至量气管的右侧，使两者的液面保持同一水平，记下量气管中的液面位置。

(3) 把试管底部略为抬高，以使镁条和 H_2SO_4 接触，这时由于反应产生的氢气进入量气管中，把管中的水压入漏斗内。为避免管内压力过大，在管内液面下降时，漏斗也相应地向下移动，使管内液面和漏斗液面大体上保持同一水平。

(4) 镁条反应后，待试管冷至室温，使漏斗与量气管的液面处于同一水平，记下液面位置。稍等 1-2min，再记录液面位置，如两次读数相等，表明管内气体温度已与室温一样。

记下室内的温度和大气压力。用另两份已称量的镁条重复实验。

实验数据和结果处理

1. 用 $R=pV/nT$ ，计算 R
2. 对实验结果及实验误差产生的原因进行讨论

思考题

1. 计算摩尔气体常数 R 时，要用到哪些数据，如何得到？
2. 检查实验装置是否漏气的原理是什么？
3. 考虑下列情况对实验结果有何影响？
 - ①量气管和橡皮管内的气泡没有赶净。
 - ②量气管没有洗净，排水后内壁上有水珠。
 - ③镁条的称量不准。
 - ④镁条表面的氧化物没有除尽。
 - ⑤镁条装入时碰到酸。
 - ⑥读取液面位置时，量气管和漏斗中的液面不在同一水平。
 - ⑦读数时，量气管的温度还高于室温。
 - ⑧反应过程中，由量气管压入漏斗的水过多而溢出。
 - ⑨ 装置漏气。

实验七 蒸馏操作及沸点测定

实验目的

学会使用蒸馏烧瓶及冷凝管等玻璃仪器，学习安装蒸馏操作装置，掌握蒸馏操作技术。

实验原理

一定温度下，在一真空的密闭容器中，当某种液体和它的蒸气建立动态平衡，即蒸气分子向液面凝结和液体分子从液面逃逸的速度相等时，液面上的蒸气压力就是液体在此温度时的饱和蒸气压，有时简称“蒸气压”。液体的蒸气压随温度升高而增大，随温度的降低而减小。当蒸气压与外界压力相等时，液体便沸腾，有大量气泡从液体逸出。液体沸腾时的温度称为液体的沸点。外压不同时，液体的沸点也不同，我们把外压为 101.325kPa 时的沸腾温度定为液体的正常沸点。纯物质有一定的沸点，但沸点一定的物质不一定是纯物质。

将液体加热沸腾，使液体成为蒸气，然后使蒸气冷却、凝结为液体，这种操作称为蒸馏。

蒸馏是分离和提纯液态物质的最常用的重要方法之一。应用这一方法，不仅可以把挥发性物质与不挥发性物质分离，还可以把沸点不同的物质以及有色的杂质等分离。

蒸馏操作可用自己组装的蒸馏装置（图 7-1）进行。

蒸馏装置主要包括蒸馏烧瓶、冷凝管和接受器三部分。蒸馏烧瓶是蒸馏时最常用的容器。选用的蒸馏烧瓶的大小，应由所蒸馏物质的体积来决定。通常所蒸馏的原料液体的体积应占蒸馏烧瓶容量的 1/3-2/3。如果装入的液体量过多，当加热到沸腾时，液体可能冲出，或者液体飞沫被蒸气带出，混入馏出液体中；如果装入的液体量太少，在蒸馏结束时，相对地会有较多的液体残留在瓶内蒸不出来。

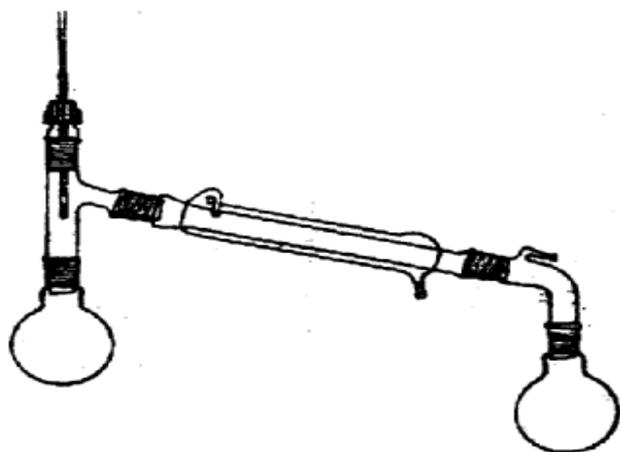


图 7-1 普通蒸馏装置

蒸馏装置的装配方法如下。将温度计插入温度计套管，把此配有温度计的套管塞入蒸馏头中。调整温度计的位置，使得在蒸馏时它的水银球能完全为蒸气包围。这样才能正确地测出蒸气的温度。通常水银球的上端应恰好位于蒸馏烧瓶支管的底边所在的水平线上(图 7-1)。再选一个合适的圆底烧瓶以及冷凝管、尾接管、接受瓶等。首先固定好蒸馏烧瓶的位置，然后如图所示装好其他仪器。在装其他仪器时，不宜再调整蒸馏烧瓶的位置。其中冷凝管要用铁夹固定在铁架上。整套蒸馏装置要稳固，协调，便于操作。

装配蒸馏装置时，应注意以下几点：

- (1) 首先应选定蒸馏烧瓶的位置，然后以它为基准，顺次地连接其他仪器；
- (2) 装配严密，以防止在蒸馏过程中蒸气漏出，而产品受到损失或发生着火等事故；
- (3) 绝对不允许铁器和玻璃直接接触，以防夹破仪器。所用的铁夹必须用石棉布、橡皮等作衬垫。铁夹应该装在仪器的背面，夹在蒸馏瓶支管以上的位置和冷凝管的中央部分；
- (4) 常压下的蒸馏装置必须与大气相通；
- (5) 在同一实验桌上装配几套蒸馏装置且相互间的距离较近时，每两套装置的相对位置必须是蒸馏烧瓶对蒸馏烧瓶，或是接受器对接受器；避免一套装置的蒸馏烧瓶与另一套装置的接受器紧密相邻，因为这样有着火的危险。

如果蒸馏出的物质易受潮分解，可在接受器上连接一个氯化钙干燥管，以防止湿气的侵入；如果蒸馏的同时还放出有毒气体，则需装配气体吸收装置。如果蒸馏出的物质易挥发、易燃或有毒，则可在接受器上连接一长橡皮管，通入水槽的下水管内或引出室外。当蒸馏沸点高于 140℃ 的物质时，应该换用空气冷凝管。

蒸馏装置装好后，把要蒸馏的液体经长颈漏斗倒入蒸馏烧瓶里。漏斗的下端须到蒸馏头支管的下面。若液体里有干燥剂或其他固体物质，应在漏斗上放滤纸，或一小撮松软的棉花或毛玻璃等，以滤去固体。也可把蒸馏烧瓶取下来，把液体小心地沿器壁倒入瓶里。然后往蒸馏烧瓶里放入几根毛细管沸石。也可投入 2-3 粒沸石以代替毛细管沸石。沸石是把未上釉的瓷片敲碎成半粒米大小的小粒。加入沸石可防止液体暴沸，使沸腾保持稳定状态。当液体加热到沸点时，沸石能产生细小的气泡，成为沸腾中心。在持续沸腾时，沸石可以继续有效，一旦停止沸腾或中途停止蒸馏，则原有沸石失效，再次加热蒸馏前，应补加新的沸石。如果事先忘记加入沸石，则决不能在液体加热到近沸腾时补加，因为这样往往会引起剧烈的暴沸，使部分液体冲出瓶外，有时还易发生着火事故。让液体冷却一段时间后，再补加沸石。如果被蒸馏液体很粘稠或含有较多的固体物质，加热时很容易发生局部过热和暴沸现象，加入的沸石也往往失效。在这种情况下，可以选用适当的热浴（如油浴）加热。

是选用合适的热浴加热，还是在石棉铁丝网上加热（烧瓶底部一般应紧贴在石棉铁丝网上），要根据蒸馏液体的沸点、粘度和易燃程度等情况来决定。

加热前，应再次检查仪器是否装配严密，必要时，应作最后调整。开始加热时，可以让温度上升稍快些。开始沸腾时，应密切注意蒸馏烧瓶中发生的现象：如温度计的水银柱上升很快。调节火焰或浴温，使从冷凝管流出液滴的速度约为每秒钟 1-2 滴。应当在实验记录本上记录下第一滴馏出液滴入接受器时的温度。当温度计的读数稳定时，另换接受器集取。如果温度变化较大，须多换几个接受器集取。所用的接受器都必须洁净，且事先都须称量过。记录下每个接受器内馏分的温度范围和重量。若要集取的馏分的温度范围已有规定，即可按规定集取。馏分的沸点范围越窄，则馏分的纯度越高。

蒸馏的速度不应太慢，否则易使水银球周围的蒸馏短时间中断，致使温度计中的读数有不规则的变动；蒸馏速度也不能太快，否则易使温度计上的读数不正确。在蒸馏过程中，温度计的水银球上应始终附有冷凝的液滴，以保持气液两相的平衡。

蒸馏低沸点易燃液体时（例如乙醚），附近应禁止有明火。决不能用灯火直接加热，也不能用正在灯上加热水浴加热，而应该用预先热好的水浴。为了保持必需的温度，可以适时地向水浴中添加热水。

当烧瓶中仅残留少量液体时（常量：0.5-1mL，小量：约 0.3mL），应停止蒸馏。

仪器、试剂和材料

圆底烧瓶（25mL）、冷凝管、尾接管、锥形瓶、温度计、沸石、工业乙醇

实验内容

在 25mL 的园底烧瓶中，放入 15mL 95%工业乙醇。加入 2-3 粒沸石，并按图 8-1 装好仪器。注意塞好装有温度计的塞子，温度计的水银球的上端与蒸馏头支管的下端并齐。通入冷却水后开始加热，冷却水流速以能保证蒸气充分冷凝为宜，一般只需保持缓缓的水流即可。调节到适当的温度（开始时加热温度可能高些），并注意观察蒸馏瓶中的现象和温度计读数的变化。当瓶内液体开始沸腾时，蒸气前沿逐渐上升，待达到温度计时，温度计的读数急剧上升。这时应控制好加热温度，使水银球上的液滴和蒸气达到平衡。流出的液滴控制在每秒钟 1-2 滴为宜。当温度计读数上升至 77℃时，换一个已称量过的干燥园底烧瓶（或小锥形瓶）作接受器（蒸馏有机溶剂时均应用小口接受器，如锥形瓶等。如为非磨口仪器则接液管与接受器之间不能用塞子塞住，否则会造成封闭体系，引起爆炸事故），收集 77-79℃的馏分。当瓶内只剩下少量（约 0.3mL）液体时，若维持原加热速度，温度计读数会突然下降，即可停止蒸馏。不应将瓶内液体完全蒸干。称量所收集馏分的重量或量其体积，并计算回收率。

思考题

1. 什么叫沸点？液体的沸点与大气压有何关系？
2. 蒸馏时为何要加沸石？如蒸馏时忘记加沸石，能否立即将沸石加入至将近沸腾的液体中？沸石用过后，能否继续使用？
3. 如果液体有恒定的沸点，能否认为它是纯物质？
4. 能否用简单蒸馏方法将 95%的乙醇进行分离？

实验八 熔点的测定及温度计的校正

实验目的

学习加热、温度计的使用与校正方法，了解温度测量的重要性。

实验原理

通常当结晶物质加热到一定温度时，即从固态转变成液态，此时的温度可视为该物质的熔点。然而熔点的严格定义，应为固液两态在大气压下成平衡时的温度。纯粹的固体有机化合物一般都有固定的熔点，即在一定的压力下，固液两态之间的变化是非常敏锐的，自初熔至全熔（熔点范围称熔程），温度不超过 $0.5-1^{\circ}\text{C}$ 。如该物质含有杂质，则其熔点往往较纯粹者低，且熔程也较长。这对于鉴定纯粹的固体有机化合物来讲具有很大价值，同时根据熔程的长短又可定性地看出该物质的纯度。此外，也可以利用纯粹的有机物具有固定的熔点这一特性，通过测定纯粹物质的熔点来进行温度计的校正。

有机化合物的熔点通常用毛细管法来测定。在测定熔点以前，要把试样研成粉末，并放在干燥器或烘箱内充分干燥。

选择一支合适的熔点管（长约 10 厘米），并将其一端用酒精灯在小火焰的边缘处熔融，使之封闭。然后把试样装入熔点管。把干燥的粉末状试样在表面皿上堆成小堆。将熔点管的开口端插入试样中，装取少量粉末。把熔点管竖立起来，在桌面上顿几下（熔点管的下落方向必须和桌面垂直，否则熔点管易折断），使试样掉入管底。这样重复取试样几次。最后使熔点管从一根约 40-50 厘米高的玻璃管中掉到表面皿上，重复几次，使试样紧聚在管底。试样必须装填均匀和结实。试样的高度约为 2-3 毫米。

通常用图 8-1 所示的 b 型管（又称提勒管）来测定熔点。这种装置在使用时很方便，但在加热时，熔点管内的温度分布不均匀，这往往使得测得的熔点不够准确。它的优点是加热快，冷却也快，因而节省时间。

如图 8-1 所示，在 b 型管中装入适量的合适的导热液体作为热浴，高度达上叉管处即可。把装试样的熔点管（其下端用少许热浴液润湿）粘附在温度计上，或用橡皮圈套在温度计上（橡皮圈应置于热浴液之上！），使装试样的部分正靠在温度计水银球的中部。温度计用一个刻有沟槽的单孔橡皮塞固定在熔点管中。为使受热均匀，水银球应置于两叉管的中部（如图示）。

热浴所用的导热液，通常有浓硫酸、甘油、液体石蜡等。选用那一种，则视所需的温度而定。如温度在 140°C 下，最好用液体石蜡或甘油。药用液体石蜡可加热到 220°C 仍不变色。

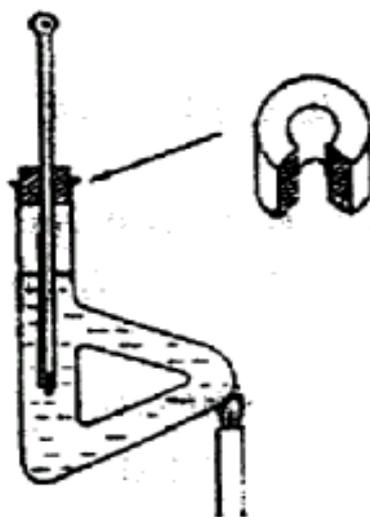


图 8-1 提勒熔点测定器（b 型管）

在需要加热到 140℃ 以上时，也可用浓硫酸，但热的浓硫酸具有极强的腐蚀性，使用时应特别小心。

为了准确的测定熔点，加热的时候，特别是在加热到接近试样的熔点时，必须使上升的温度缓慢而均匀。对于每一种试样，至少要测定两次。第一次升温可较快，每分钟可上升 5℃ 左右。这样可得到一个近似的熔点。然后把热浴冷却下来，换一根装试样的熔点管（每一根装试样的熔点管只能用一次）作第二次测定。

进行第二次熔点测定时，开始时升温可稍快（开始时每分钟上升 10℃，以后减为 5℃），当温度达到比近似熔点低约 10℃ 时，再调小火焰，使温度缓慢而均匀的上升（每分钟上升 1℃），注意观察熔点管中试样的变化，记录下熔点管中刚有小滴液体出现和试样恰好完全熔融这两个温度读数。物质越纯，这两个温度的差距就越小。如果升温太快，测的熔点范围不正确的程度就加大。记录熔点时，要记录开始熔融和完全熔融时的温度，例如 123-125℃，决不可记录这两个温度的平均值：124℃。

用上述方法测定熔点时，温度计上的熔点读数与真实熔点之间常有一定的偏差。这可能是温度计的误差引起的。例如，一般温度计中的毛细孔径不一定是很均匀。有时刻度也不很准确。其次，温度计有全浸式和半浸式两种。全浸式温度计的刻度是在温度计的汞线全部均匀受热的情况下刻出来的，而在测熔点时仅有部分汞线受热，因而露出的汞线温度当然较全部受热者为低。另外，经长期使用的温度计，玻璃也可能发生体积变形而使刻度不准。所有这些情况下，就需要对温度计进行校正。

为了校正温度计，可选用一标准温度计与之比较，通常也可采用纯粹有机化合物的熔点作为校正的标准。通过此法校正温度计，上述误差可一并除去。校正时只要选用数种已知熔点的纯粹化合物作为标准，测定它们的熔点，以已知熔点作纵坐标，与观察到的熔点作横坐标，画成曲线。在任一温度时的读数即可直接从曲线上读出。

仪器、试剂和材料

熔点管、提勒熔点测定器；对甲苯胺、萘、尿素、乙酰苯胺、水杨酸、对二苯酚。

实验内容

1. 自制熔点管

熔点管和毛细管的制备，取一根清洁、干燥的玻璃管放在火焰上加热，火焰由小到大，并不断转动玻管，当烧到玻管发黄变软时，将玻管移出火焰，此时两手改为同时握玻管作同方向来回旋转，水平地向两边拉开，开始时慢拉，然后再较快地拉长，使之成为内径为 1mm 左右的毛细管。将内径 1mm 左右的毛细管截成长 5cm 左右的一段，两端用小火封闭（封时将毛细管呈 45° 角度在小火边沿处，边转动、边加热），冷却后放入试管内，准备测熔点时用。用时只要从中间截断，即成两根熔点管。

直径小于 1mm 的毛细管留作点样用，同样截成 5cm 左右一段（注意两端不要封闭！）放入另一试管中备用。用玻管直接拉毛细管时，操作与拉熔点管相同，只是速度可稍快些，拉的更细一点即可

2. 依次测定下列化合物的熔点，用来校正温度计。

(1) 对甲苯胺 (AR) 42-44℃

- | | | |
|----------|------|-----------|
| (2) 萘 | (AR) | 80.55°C |
| (3) 乙酰苯胺 | (AR) | 114°C |
| (4) 尿素 | (AR) | 135°C |
| (5) 水杨酸 | (AR) | 159-160°C |
| (6) 对二苯酚 | (AR) | 173-174°C |

3. 测定未知样品的熔点，并判断该未知样是尿素还是肉桂酸？

记录下熔点数据，以标准熔点 $t_{\text{标}}$ 为纵坐标，以所测熔点 $t_{\text{测}}$ 为横坐标作曲线。这样就可直接从图上读出所测物质熔点的标准值，也可以得出校正值 Δt 。

每个样品至少测两次（二次之数值应一致），否则重测。

思考题

1. 分别测得样品 A 及 B 的熔点各为 100°C。将它们各按任何比例混合后，测定的熔点仍为 100°C，这说明什么？

2. 测定熔点时，若遇下列情况将产生什么结果？

① 熔点管壁太厚；② 熔点管底部未完全封闭，尚有一针孔；③ 熔点管不干净；④ 加热太快。

实验九 重结晶及过滤操作

实验目的

学习重结晶及过滤技术。

实验原理

从化学反应，特别是有机化学反应中制得的固体产品，常含有少量杂质。要除去这些杂质，可以用适当的溶剂来进行重结晶。重结晶过程，一般是使重结晶物质在较高的温度下溶于合适溶剂里，在较低的温度下结晶析出，而使杂质遗留在溶液内。正确地选择溶剂，对重结晶操作有很重要的意义。理想的溶剂必须符合下列条件：

- (1) 不与重结晶的物质发生化学反应；
- (2) 在高温时，重结晶物质在溶剂中溶解度较大，而在低温时则很小；
- (3) 能使溶解的杂质保留在母液中；
- (4) 容易和重结晶物质分离。

此外，也需适当地考虑溶剂的毒性、易燃性和价格等。现将常用的溶剂及其沸点列于表 9-1 中。

表 9-1 常用的重结晶溶剂及其沸点

溶剂	沸点 (°C)	溶剂	沸点 (°C)	溶剂	沸点 (°C)
水	100	乙酸乙酯	78	氯仿	61
甲醇	65	冰醋酸	118	四氯化碳	76
乙醇	78	二硫化碳	46.5	苯	80
乙醚	34	丙酮	56	粗汽油	90-150

为了选择合适的溶剂，除需要查阅文献资料外，有时还要试验筛选。方法如下：取几个小试管，各放入约 0.2 克要重结晶的物质，分别加入 0.5-1 毫升不同种类的溶剂，加热至完全溶解，冷却后能析出最多晶体的溶剂，一般可认为是最合适的。如果固体物质在 3 毫升热溶剂中仍不能全溶，可以认为该溶剂不适用于重结晶；如果固体在热溶剂中能溶解，而冷却后无晶体析出，这时可用玻璃棒在液面下的试管内壁上磨擦，以促使晶体析出，若还得不到晶体，则说明此固体在该溶剂中的溶解度很大，这样的溶剂不适用于重结晶。如果物质易溶于某一溶剂而难溶于另一溶剂，且该两溶剂能互溶，那末就可以用二者配成的混合溶剂来进行试验。常用的混合溶剂有乙醇与水、甲醇与乙醚、苯与乙醚等。

重结晶通常在锥形瓶或烧杯中进行，便于取出生成的晶体。使用易挥发或易燃的溶剂时，为了避免溶剂的挥发和发生着火事故，把要重结晶的物质放入锥形瓶中，锥形瓶上应装上回流冷凝管，溶剂可由冷凝管上口加入。先加入少量溶剂，加热到沸腾，然后逐渐地添加溶剂（加入后，再加热煮沸），直到固体全部溶解为止。但应注意，不要因为重结晶的物质中含有不溶解的杂质而加入过量的溶剂。除高沸点溶剂外，一般都在水浴上加热，不要忘记，在加入可燃性溶剂时，要先把灯火熄灭。

所得到的热饱和溶液，如果含有不溶的杂质，应乘热把这些杂质过滤除去。溶液中存在

的有色杂质，一般可利用活性炭脱去。活性炭的用量，以能完全除去颜色为度。为了避免过量，应分成小量，逐次加入。须在溶液的沸点以下加活性炭，并须不断搅动，以免发生暴沸。每加一次，都须再把溶液煮沸片刻，然后用保温漏斗或布氏漏斗趁热过滤。过滤时，可用表面皿覆盖漏斗（凸面向下），以减少溶剂的挥发。

静置等待结晶时，必须使过滤的热溶液慢慢地冷却，这样，所得的结晶比较纯净。一般地讲，溶液浓度较大、冷却较快时，析出的晶体较细，所得的晶体也不够纯净。热的滤液在碰到冷的吸滤瓶壁时，往往很快析出晶体，但其质量往往不好，常需把滤液重加热使晶体完全溶解，再让它慢慢冷却下来。有时晶体不易析出则可用玻璃棒磨擦器壁或投入晶体（同一物质的晶体），促使晶体较快的析出；为了使晶体更完全地从母液中分离出来，最后可用冰浴将盛溶液的容器冷却。再经过滤使晶体和溶液分离。

过滤分为普通过滤和减压过滤。普通过滤通常用 60° 角的圆锥形玻璃漏斗。放进漏斗的滤纸，其边缘应该比漏斗的边缘低。先把滤纸润湿，然后过滤（见图 9-1）。倾入漏斗的液体，其液面应比滤纸的边缘低 1 厘米。

过滤有机液体中的大颗粒干燥剂时，可在漏斗颈部的上口轻轻地放入少量疏松的棉花或玻璃毛，代替滤纸。如果过滤的沉淀物粒子细小或具有粘性，应该首先使溶液静置，再过滤上层的澄清部分，最后把沉淀移到滤纸上，这样可以使过滤速度加快。

减压过滤通常使用瓷质的布氏漏斗，漏斗配以橡皮塞，装在玻璃的吸滤瓶上（见图 9-2），吸滤瓶的支管则用橡皮管与抽气装置连接。若用水泵，吸滤瓶与水泵之间宜连接一个缓冲瓶（配有二通旋塞的吸滤瓶；主调节旋塞，可以防止水的倒吸）；若用油泵，吸滤瓶与油泵之间应连接吸收水气的干燥装置和缓冲瓶。滤纸应剪成比漏斗的内径略小，以能恰好盖住所有的小孔为度。

过滤时应先用溶剂把平铺在漏斗上的滤纸润湿，然后开动水泵（或油泵），使滤纸紧贴在漏斗上。小心地把要过滤的混合物倒入漏斗中，使固体均匀地分布在滤纸面上，一直抽气到几乎没有液体滤出时为止。在抽气的同时，为了尽量把液体除净，可用玻璃瓶塞挤压过滤的固体成干燥的滤饼。

在漏斗上洗涤滤饼的方法：把滤饼尽量地抽干、压干，拔掉抽气的橡皮管，使恢复常压，把少量溶剂均匀地洒在滤饼上，使溶剂恰能盖住滤饼。静置片刻，使溶剂渗透滤饼，待有滤液从漏斗下端滴下时，重新抽气，再把滤饼尽量抽干、压干。这样反复几次，可把滤饼洗净。必须记住：在停止抽滤时，应该先拔去抽气的橡皮管，然后关闭抽气泵。

减压过滤的优点为：过滤和洗涤的速度快，液体和固体分离得较完全，滤出的固体容易进一步干燥。

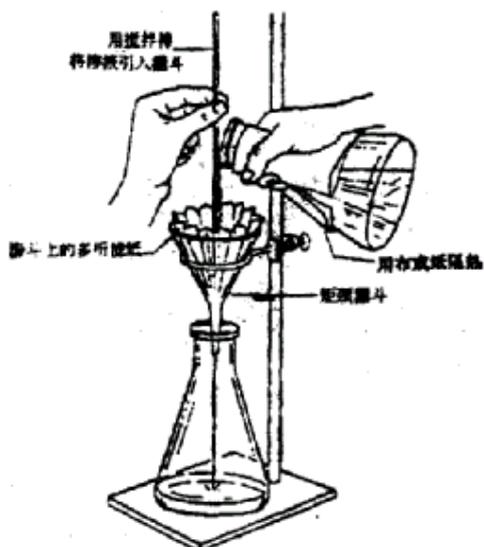


图 9-1 普通过滤

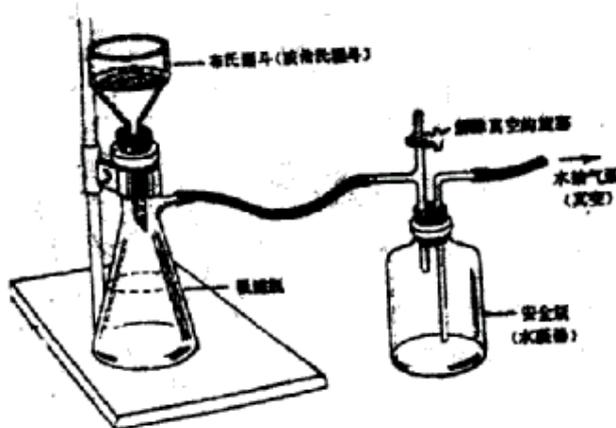


图 9-2 减压过滤装置

强酸或强碱性溶液过滤时，应在布氏漏斗上铺上玻璃布或涤纶布等来代替滤纸。

用锥形的玻璃漏斗过滤热的饱和溶液时，常在漏斗中或其颈部析出晶体，使过滤发生困难。这时可以用保温漏斗来过滤。这就是加热过滤。保温漏斗的外壳是铜制的，里面插一个玻璃漏斗，在外壳与玻璃漏斗之间装水，在外壳的支管处加热，即可把夹层中的水烧热而使漏斗保温。

为了尽量利用滤纸的有效面积加快过滤速度，过滤热的饱和溶液时，常使用折叠式滤纸，其折叠的方法如图 9-3 所示：

先把滤纸折成半圆形，再对折成圆形的四分之一，按图中的步骤 1 至 10 所示的方法折叠，最后做成折叠滤纸就可以放入漏斗中使用。在每次折叠时，在折纹近集中点处切勿对折纹重压，否则在过滤时滤纸的中央易破裂。

过滤时，把热的饱和溶液逐渐地倒入漏斗中；在漏斗中的液体仍不宜积得太多，以免晶体析出，堵塞漏斗。

也可用布氏漏斗趁热进行减压过滤。为了避免漏斗破裂和在漏斗中析出结晶，最好先用热水浴或蒸气浴，或在电烘箱中把漏斗预热，然后用来进行减压过滤。

仪器、试剂和材料

漏斗、抽滤瓶、苯甲酸、乙酰苯胺、三苯甲醇。

实验内容

1. 用水重结晶苯甲酸

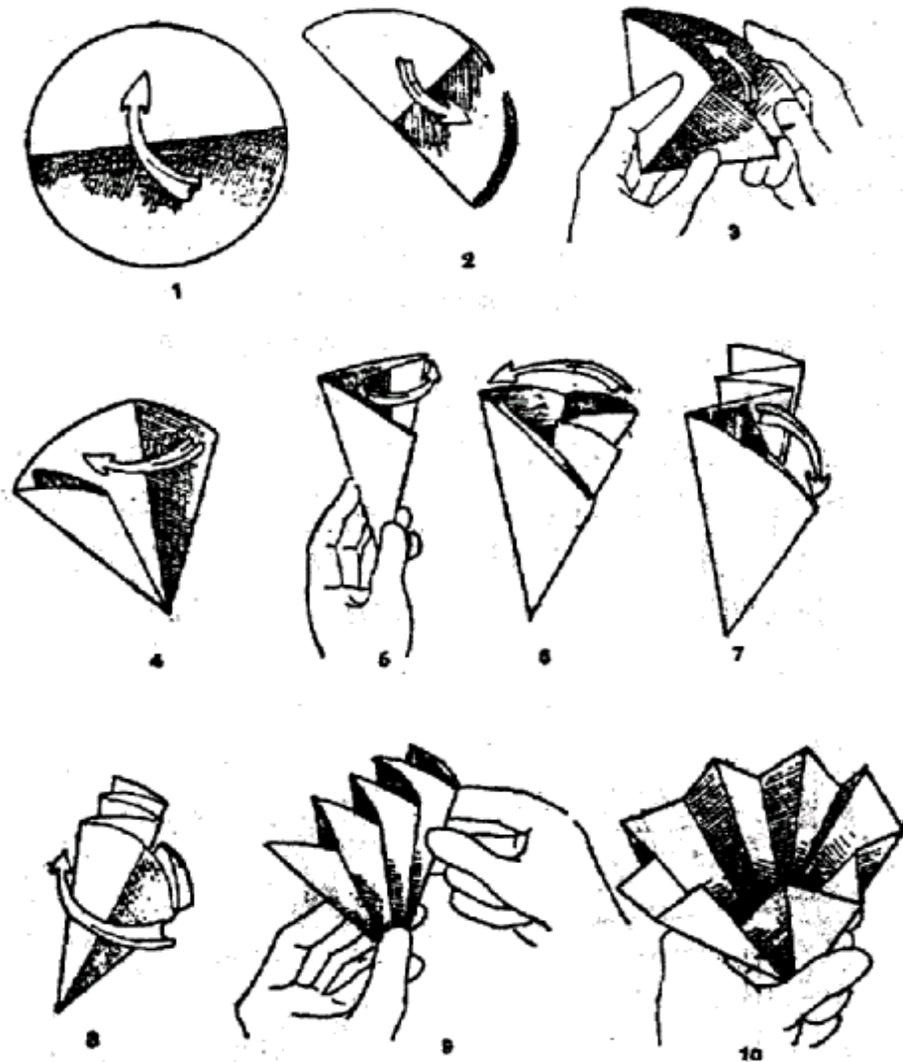


图 9-3 折叠式滤纸的折法

称取 0.5g 粗苯甲酸，放入 25mL 烧杯中。加入 10mL 水和几粒沸石。加热至沸，并用玻璃棒不

断地搅动，使固体溶解。这时若还有未溶解的固体，可继续加入少量热水直到全部溶解为止（每次加入 1-2mL 热水，若加入溶剂加热后并未使不溶物减少，则可能为不溶性杂质，此时可不必再加溶剂。但为防止过滤时有晶体在漏斗中析出，溶剂的用量可比沸腾时饱和溶液所需用量适当多一些。）。若溶液的颜色较深，则移动热源。稍冷后加入少许活性炭（若液体颜色不深则不必进行脱色。活性炭绝对不可加到正在沸腾的溶液中，否则将造成爆沸现象！加入活性炭的量，约相当于样品的 1-5%。），稍加搅拌后继续加热微沸 2-5 分钟。

过滤时，趁热从烘箱中取出事先烘热的无颈漏斗（无颈漏斗即截去颈的普通漏斗。也可以用预热好的热水漏斗。漏斗夹套中充水约为其容积的 2/3 左右。），把漏斗安在铁圈上。于漏斗中放一叠好的折叠滤纸，并用少量热水润湿。将上述溶液通过折叠滤纸迅速地滤入—25mL 的烧杯中。每次倒入漏斗中的液体不要太满，也不等溶液全部滤完后再加。在过滤过程中应保持溶液的温度。为此将未过滤的部分继续用小火加热，以防冷却。待所有溶液过

滤完毕后，用少量热水洗涤烧杯和滤纸。

滤毕，用表面皿将盛滤液的烧杯盖好，放置一旁，稍冷后用冷水冷却，使结晶完全。如要获得较大的结晶，可在滤完后，将滤液中析出的晶体重新加热使之溶解，置于室温下，让其慢慢冷却。

结晶完毕后，用布氏漏斗抽滤（滤纸用少量冷水润湿、吸紧）使结晶和母液分离。并用玻璃塞挤压，使母液尽量除去。拨下吸滤的橡皮管（或打开安全瓶上的活塞），停止抽气，加少量冷水至布氏漏斗中使晶体润湿（可用刮刀使晶体松动）。然后重新抽干，如此重复 1-2 次。最后用刮刀将晶体移至表面皿上，摊开成薄层，置于红外灯下烘干（注意不要使温度超过 100℃）。测定干燥后精制产物的熔点，并与粗产物熔点进行比较。称重并计算收率。纯苯甲酸是无色针状晶体，熔点 122.4℃，110℃左右升华。

2. 用水结晶乙酰苯胺

在 100mL 烧杯中，放入 0.5g 粗乙酰苯胺。加入适量的水（乙酰苯胺在 100mL 水中的溶解度为 0.46²⁰，0.56²⁵，0.84⁵⁰，3.45⁸⁰，5.5¹⁰⁰。）后加热使其溶解（溶解过程会出现油珠状物，此油珠不是杂质。这是由于溶液温度超过 83℃，乙酰苯胺与水形成的共熔物。故应继续加热或加水至油状物全部溶解为止。）。以下步骤与要求与上面的苯甲酸相同。

3. 用乙醇-水混合溶剂结晶三苯甲醇

在装有回流冷凝管的 25mL 园底烧瓶中，加入 0.5g 粗三苯甲醇固体、5-6mL 95% 的乙醇，1-2 粒沸石。接通冷凝水后加热至沸，并不时摇动瓶中物，以加速溶解。待固体完全溶解后，趁热滤入一小锥形瓶中（乙醇为易燃溶剂，过滤时周围切不可有明火。）。然后继续加热滤液至沸，同时用滴管滴加蒸馏水，至沸腾条件下出现混浊而不再变清时止。于室温下放置，让其慢慢冷却结晶。以下操作与苯甲酸的重结晶要求相同。三苯甲醇为无色棱形晶体，熔点 164.2℃。

思考题

1. 加热溶解待重结晶的粗产物时，为何先加入比计算量（根据溶解度数据）略少的溶剂，然后渐渐加至恰好溶解，最后再加少量溶剂？
2. 减压过滤收集固体时，为什么在关闭水泵前要通大气？
3. 用有机溶剂重结晶时，在那些操作上易着火？应如何防止？

实验十 粗食盐的提纯

实验目的

熟练称量、过滤、结晶和干燥等基本操作，了解 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Ba^{2+} 离子的检定和除去方法。

实验原理

许多无机盐均含有杂质，杂质的种类及含量的高低与无机盐的来源及制备方法、条件有关。提纯无机盐最常采用的是重结晶法。重结晶过程除选合适的溶剂将不纯无机物溶解外，还包括溶液的蒸发、浓缩、结晶、分离和干燥等操作。下面逐一介绍这些操作。

1. 溶液的蒸发和浓缩

对于稳定的溶液可以直接加热蒸发，但是易分解的溶液，则需在水浴上加热蒸发，蒸发速度不仅和温度的高低有关，而且和被蒸发溶液的表面大小有关。溶液表面愈大，蒸发的速度愈快，因此将溶液蒸发或浓缩一般都在蒸发皿中进行。在蒸发和浓缩溶液时应注意下列各点：

- (1) 溶液的体积不应超过蒸发皿的三分之二。
- (2) 在水浴上蒸发应注意随时加水，以免水浴烧干。

2. 结晶：

当溶液蒸发或浓缩到一定浓度或饱和程度时，如果将溶液冷却，然后加入一小颗晶体或搅拌溶液都能促使晶体析出。

在结晶过程中，如果将溶液慢慢地冷却，则得到的晶体颗粒较大，但在形成大颗粒的晶体过程中，母液容易被包藏在结晶体的内部，不易洗掉，得到的晶体纯度不高；如果将溶液迅速冷却并加以搅拌，则得到的晶体颗粒细小，被晶体包藏在内部的母液较少，得到的晶体纯度较高。

3. 结晶的干燥：干燥是为了从晶体的表面除去水分，其方法如下：

(1) 滤纸吸干法：晶体含有结晶水时应采用此法。把晶体放在两层滤纸上，用玻璃棒铺开。上面再盖一张滤纸，用手指轻轻压挤，晶体表面的水分即被滤纸吸收，可再换新的滤纸操作至晶体完全干燥为止。

(2) 空气浴干燥法：如果晶体不含结晶水，加热时又不易分解可采用此法。将泥三角的三只脚向下弯曲，放在石棉网上，将装有潮湿晶体的蒸发皿架在泥三角上，然后隔着石棉网用小火加热，注意蒸发皿不能直接放在石棉网上加热。空气浴的温度可用火焰的大小来控制。

(3) 不含结晶水的晶体亦可在电烘箱中进行干燥。

(4) 已干燥但又易吸水或需要长时间保持干燥的固体，应放在干燥器内（如图 10-1）。

干燥器的下部装有干燥剂（常用的有无水氯化钙或浓硫酸）。其上放置一个带孔的圆形瓷板，用以放置被干燥的物质。干燥器的口上和盖子都带有磨口，在磨口上涂有一层很薄的凡士林，这样可使盖子盖得很严，以免外界的水气进入干燥器内。



图 10-1 干燥器

操作时以一只手轻轻扶住干燥器,另一只手沿水平方向移动盖子,以便把它打开或盖上。温度很高的物体应稍为冷却后再放进去。放入后一定要在短时间内再把干燥器的盖子打开一两次,以免因干燥器内的空气冷却而使其中压力降低盖子难以打开。

仪器、试剂和材料

烧杯、酒精灯、电炉、抽滤瓶、干燥器;粗食盐、盐酸、硫酸、 BaCl_2 、 Na_2CO_3 等。

实验内容

1.粗盐的溶解

称取 5 g 粗盐,加 20mL 水,加热搅拌使粗盐溶解。

2. 除 SO_4^{2-}

加热溶液到近沸,一边搅拌,一边逐滴加入 $0.8\text{-}1.3\text{mL } 1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{BaCl}_2$ 溶液,继续加热 5min,使沉淀颗粒长大而易于沉降。

3. 检查 SO_4^{2-} 是否除尽

将烧杯从石棉网上取下,待沉降后取少量上层溶液,离心沉降后分离,在离心液中加入几滴 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{HCl}$ 溶液,再加几滴 BaCl_2 溶液,如果有混浊,表示 SO_4^{2-} 尚未除尽,需要再加 BaCl_2 溶液。如果不混浊,表示 SO_4^{2-} 已除尽,过滤,弃去沉淀。

4. 除 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Ba^{2+} 等阳离子

将上面滤液加热至近沸,边搅拌,边滴加饱和 Na_2CO_3 溶液,直到不生成沉淀为止,再多加 $0.2\text{mLNa}_2\text{CO}_3$ 溶液,静置。

5. 检查 Ba^{2+} 是否除尽

取少量上层溶液离心分离后,在离心液中加入几滴 $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液,如果有混浊,表示 Ba^{2+} 未除尽,需继续加 Na_2CO_3 溶液,直到除尽为止(检查液用后弃去)。过滤,弃去沉淀。

6. 用盐酸调整酸度除去剩余的 CO_3^{2-}

往溶液中滴加 $6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{HCl}$ 溶液,加热搅拌,中和至溶液的 $\text{pH}=2\sim 3$ 。

7. 浓缩、结晶

把溶液蒸发浓缩到原体积的 $1/3$,冷却结晶,过滤,用少量蒸馏水洗涤晶体,抽干。把 NaCl 晶体放在蒸发皿内,用小火边搅拌边烘干,以防止溅出与结块,再用大火灼烧 1-2min。冷后称量。

8.产品质量鉴定

取原料、产品各 0.5g,分别溶于 1.5mL蒸馏水中,定性鉴定溶液中是否有 SO_4^{2-} 、 Ca^{2+} 、

Mg²⁺、K⁺的存在，比较实验结果。

思考题

1. 粗盐中不溶性、可溶性杂质如何除去？
2. 氯化钡毒性很大，切勿入口。能否用其他无毒盐如氯化钙等来除SO₄²⁻？
3. 能否用其他酸来除去多余的CO₃²⁻？
4. 除去可溶性杂质离子的先后次序是否合理，可否任意变换次序？
5. 加沉淀剂除杂质时，为了得到较大晶粒的沉淀，沉淀的条件是什么？

实验十一 硫酸亚铁铵的制备

实验目的

学习制备，提纯无机化合物，特别是无机盐的制备与提纯，学习 pH 试纸、吸管的使用，熟练掌握结晶，分离、干燥等技术。

实验原理

硫酸亚铁铵 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4$ 是一种配合物，具有顺磁性。在物质磁化率测定过程中，硫酸亚铁铵可作为一种标准物质使用（磁化率已知）来标定磁场强度。本实验通过制备硫酸亚铁铵，了解无机物的制备方法，进一步熟练掌握重结晶等实验技术和操作方法。

仪器、试剂和材料

烧杯、容量瓶、水浴、趁热过滤装置、比色管等；
铁屑、硫酸、 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 、 $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 等；

实验内容

1. 硫酸亚铁的制备

称 1 g 铁屑，放入锥形瓶中，再加入 5 mL $3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$ ，水浴加热（温度低于 353K）至反应基本完成（产生的气泡很少），趁热过滤。反应过程要适当补充水，以保持原体积。

2. 硫酸亚铁铵的制备

根据加入的 H_2SO_4 量，计算所需 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的量。称取 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ，并参照溶解度数据将其配成饱和溶液。将此液加到制得的 FeSO_4 溶液中，并保持混合液的 $\text{pH}=1-2$ 。水浴加热，将溶液浓缩到表面有结晶膜出现，在空气中缓慢冷却，析出 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 晶体，观察晶体颜色，抽滤、称量。装入广口瓶内保存，供后面的实验用。

3. Fe^{3+} 的限量分析

(1) 不含氧的水 加一定量的水到锥形瓶中，小火加热，煮沸 10-20min，冷后即可使用。

(2) Fe^{3+} 标准溶液的配制 称取 0.8634g $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 固体溶于水（内含 2.5mL 浓 H_2SO_4 ），移入 1000mL 容量瓶中，并冲稀至刻度。此溶液每毫升含 $\text{Fe}^{3+}0.1\text{mg}$ 。

(3) 限量分析 称 1g 样品于 25mL 比色管中，加 2mL $3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HCl}$ 、15mL 不含氧的水，振荡，样品溶解后加 1mL 25%KSCN 溶液，继续加不含氧的水至 25mL 刻度，摇匀，所呈红色不得深于标准。

标准：用吸管分别吸取一定量的 Fe^{3+} 标准溶液，加入到比色管中，使 Fe^{3+} 量为 I 级：0.05mg；II 级：0.10mg；III 级：0.20mg。

然后与样品同体积同样处理。

思考题：

1. 硫酸亚铁和硫酸亚铁铵的性质有何不同？

2. 在反应过程中，铁和硫酸哪一种应过量？为什么？
3. 怎样才能得到较大的晶体？

实验十二 凝固点降低法测定摩尔质量

实验目的

用凝固点降低法测定萘的摩尔质量，掌握溶液凝固点的测定技术，掌握贝克曼温度计的

使用方法。

实验原理

化合物的摩尔质量是一个重要的物理化学数据。凝固点降低法是一种简单而比较正确的测定摩尔质量的方法。凝固点降低在实用方面和对溶液的理论研究方面都很重要。

溶液的凝固点低于纯溶剂的凝固点。对理想溶液来说，凝固点的下降与溶质的摩尔分数 x 成正比。

$$T_0 - T = \Delta T = Kx \quad (12-1)$$

式中 T_0 为纯溶剂的凝固点， T 是溶质摩尔分数为 x 的溶液的凝固点， K 为比例常数。如果溶液浓度以质量摩尔浓度 (m) 表示，则 K 为溶剂的摩尔凝固点降低常数，用 K_f 表示，且将 (12-1) 式改写为

$$T_0 - T = \Delta T = K_f m \quad (12-2)$$

若称取一定量的溶质 (ω 克) 和溶剂 (W 克) 配成一稀溶液，则此溶液的质量摩尔浓度 m 为

$$m = \frac{\omega / M}{W} \times 1000$$

式中 M 为溶质的摩尔质量。

如果已知溶剂的 K_f 值，则测定此溶液的凝固点降低值即可按式 (12-3) 计算溶质的摩尔质量。

$$M = \frac{K_f}{T_0 - T} \times \frac{1000\omega}{W} \quad (12-3)$$

纯溶剂的凝固点是它的液相和固相共存的平衡温度。若将纯溶剂逐步冷却，其冷却曲线见图 12-1 (I)。但实际过程中往往发生过冷现象，即在过冷而开始析出固体后，温度才回升到稳定的平衡温度，待液体全部凝固后，温度再逐渐下降，其冷却曲线呈现图 12-1 (II) 的形状。溶液的凝固点是该溶液的液相与溶剂的固相共存的平衡温度。若将溶液逐步冷却，其冷却曲线与纯溶剂不同，见图 12-1 (III)、(IV)。由于部分溶剂凝固而析出，使剩余溶液的浓度逐渐增长，因而剩余溶液与溶剂固相的平衡温度也在逐渐下降。本实验所要测定的是浓度为已知的溶液的凝固点。因此，所析出的溶液固相的量不能太多，否则要影响原溶液的浓度。如稍有过冷现象如图 12-1 (IV)，则对摩尔质量的测定，无显著影响；如过冷严重，如图 12-1 (V)，则所测得之凝固点将偏低，影响摩尔质量的测定结果。因此在测定过程中必须设法控制适当的过冷程度，一般可通过控制寒剂的温度、搅拌速度等方法来达到。

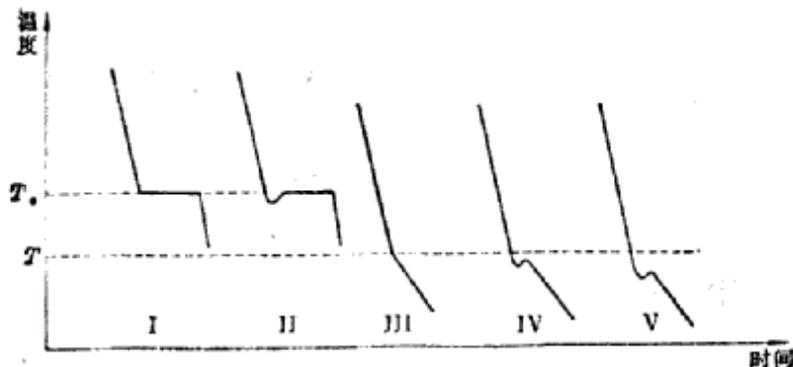


图 12-1 冷却曲线

因为稀溶液的凝固点降低值不大量，所以温度的测量需要用较精密的仪器，在本实验中用贝克曼温度计。几种纯溶剂的凝固点及其摩尔凝固点下降常数见表 12-1。

表 12-1 几种溶剂的凝固点

溶 剂	凝固点 $^{\circ}\text{C}$	K_f
水	0.00	1.86
苯	5.50	5.12
醋 酸	16.7	3.90
樟 脑	178.0	37.7

仪器、试剂和材料

凝固点测定仪，
温度计（1/10 刻度），
读数放大镜，
贝克曼温度计，

酒精温度计，
压片机，
苯（分析纯），
萘（分析纯）。

实验内容

1. 调节贝克曼温度计

使在苯凝固点时，水银柱高度距离顶端刻度 $1-2^{\circ}$ （指导教师已调好）。

2. 调节寒剂的温度

调节冰水的量使寒剂的温度为 3°C 左右（寒剂的温度以不低于所测液体之凝固点 3°C 为宜）。在实验过程中用搅棒 D 经常搅拌并间断地补充少量的冰，使寒剂保持在此温度。

3. 苯的凝固点测定

按图 13-2 将凝固点测定仪安装好。凝固点管 A，贝克曼温度计 B 及搅棒 C 均须清洁而干燥，搅拌时防止搅棒 C 与管壁或温度计相摩擦。

用移液管吸取 25 毫升苯液，加入凝固点管，加入的苯液要足够浸没贝克曼温度的水银球，但也不宜太多，尽量不要溅在壁上，塞上软木塞，以免苯挥发，并记下加入的苯液温度。

先将盛有苯液凝固点管 A 直接插入寒剂 F 中，上下移动搅棒 C，使苯液逐步冷却，当有固体析出时，将凝固点管 A 自寒剂 F 中取出，将管外冰水擦干，插在空气套管 E 中，缓慢而均匀地搅拌之（约每秒钟一次）。观察贝克曼温度计读数，直到温度稳定，此乃苯的近似凝固点。

取出凝固点管，用手温热之，使管中的固体完全熔化。再将凝固点管直接插入寒剂中缓慢搅拌，使苯液较

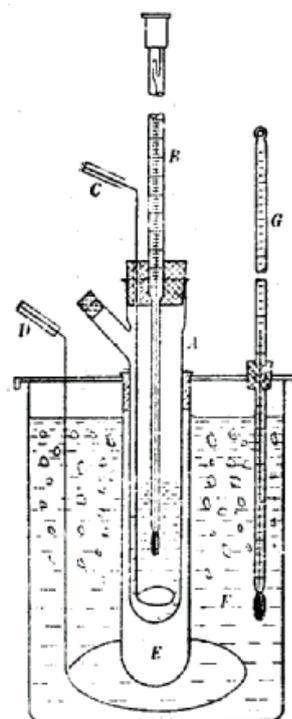


图 12-2 贝克曼凝固点测定仪

快地冷却。当苯液温度降至高于近似凝固点 0.5°C 时迅速取出凝固点管，擦干而插入空气套管 E 中，并缓慢搅拌（每秒一次），使苯液温度均匀地逐渐下降。当温度低于近似凝固点 0.3°C 左右时应急速搅拌（防止过冷超过 0.5°C ，最好为 $0.2-0.3^{\circ}\text{C}$ ），促使固体析出。当固体析出时，温度开始上升，立即改为缓慢搅拌，一直继续到用读数放大镜读出回升后在贝克曼温度计上的读数稳定，此即苯之凝固点。

重复测定三次，要求其绝对平均误差小于 $\pm 0.003^{\circ}\text{C}$ 。

4. 溶液凝固点的测定

取出凝固点管 A，使管中的苯熔化。自凝固点管的支管加入事先压成片状、并已精确称量的萘（所加之量约使溶液的凝固点下降 0.5°C 左右）。测定凝固点的方法与纯溶剂相同，先测近似凝固点，再精确测定之。但溶液的凝固点是取过冷后回升所达到的最高温度。重复三次，要求其绝对平均误差小于 $\pm 0.003^{\circ}\text{C}$ 。

实验数据和结果处理

1. 自苯的密度，计算所取溶剂苯的质量 W。
2. 自纯溶剂、溶液凝固点 T_0 、T 计算萘的摩尔质量。

思考题

1. 在冷却过程中，凝固点管内之液体有哪些热交换存在？它们对凝固点的测定有何影响？
2. 应用凝固点降低法测定摩尔质量在选择溶剂时应考虑哪些问题？
3. 苯挥发对测定会产生什么影响？

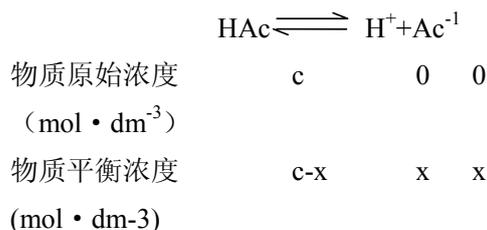
实验十三 pH 法测定醋酸解离常数

实验目的

了解弱电解质解离常数的测定原理和方法，学习酸度计的正确使用方法。

实验原理

醋酸在水溶液中存在下列的解离平衡：



其平衡常数的表达式为：

$$K_{\text{HAc}} = \frac{[\text{H}^+][\text{Ac}^-]}{[\text{HAc}]} = \frac{x^2}{c-x} \quad (13-1)$$

在一定温度下，用酸度计测定一系列已知浓度的醋酸的pH值，根据 $\text{pH} = -\log[\text{H}^+]$ ，换算成 $[\text{H}^+]$ ，代入解离常数表达式中，可求得一系列对应的 K_{HAc} 值，取其平均值，即为该温度下醋酸的解离常数。

本实验使用酸度计（也称 pH 计）测醋酸溶液的 pH 值，pHS-25 型酸度计是测定溶液中 pH 值常用的一种仪器。pHS-25 型酸度计的外形如图 13-1 所示。使用 pHS-25 型酸度计的具体操作步骤如下：

1. 仪器的 pH 标定

仪器在测未知溶液 pH 之前，先要标定，一般每天标定一次，就可连续使用 24 小时。

标定步骤如下：

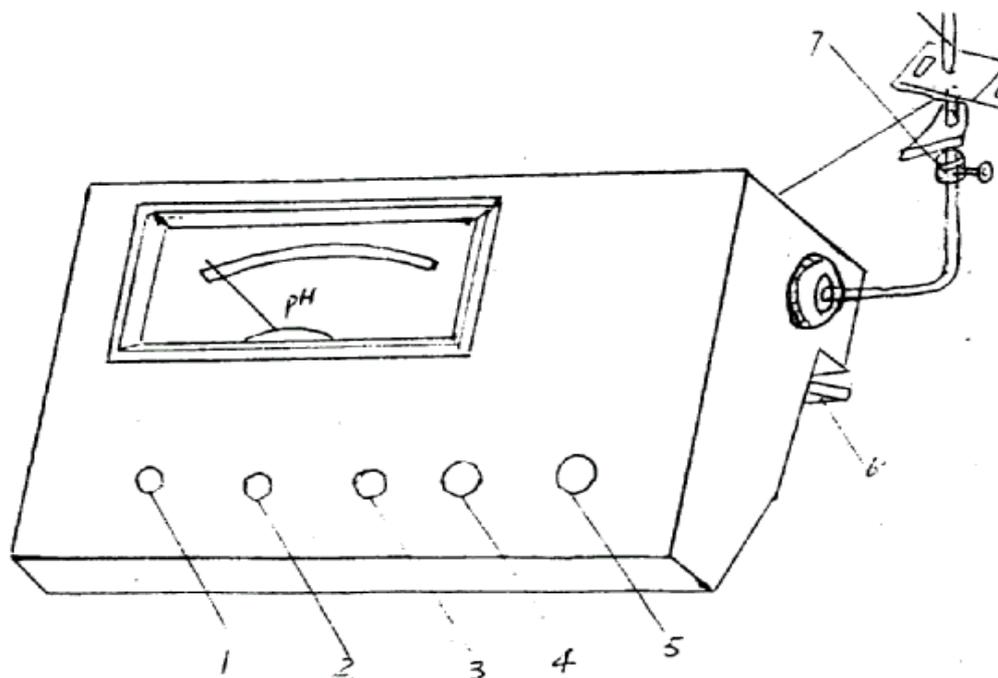
(1) 用蒸馏水清洗已在蒸馏水中浸泡过的复合电极，然后用滤纸吸干，将它放入一已知 pH 值的标准溶液中。

(2) 调节温度补偿器，拨至所需的温度。置选择开关于所测 pH 标准溶液的范围一档（如 pH=4 的溶液则置 0-7 档）。

(4) 调节定位调节器，使电表指针指在该缓冲溶液的准确 pH 值，则仪器已标定好。注意在使用过程中，“定位”旋钮不能再用。若不小心动了“定位”旋钮或换了新电极，就必须按上述步骤重新标定后，方能使用。

2. 测量 pH 值

取出电极用蒸馏水冲洗，用滤纸将电极上的余水吸干，然后把电极插入待测溶液中，稍稍摇动烧杯，此时指针所指的 pH 值即为该溶液的 pH 值。



1—电源指示灯 2—温度补偿器 3—定位调节器 4—功能选择器
5—仪器支架 6—电极杆固定图

图 13-1 pH-25 型酸度计外形图

仪器、试剂和材料

pHS-25 型酸度计、容量瓶(10mL 二个)、吸量管(5mL 一支、1mL 一支)、微型碱式滴定管一支、微型滴定管架一个、锥形瓶(5mL 二个)、烧杯 (10mL 三个)、洗瓶一个、5mL 注射器一支。

标准NaOH溶液 ($0.1000\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)、醋酸溶液 (约 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)、酚酞指示剂、缓冲溶液 (邻苯二甲酸氢钾 $0.05\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 、 $\text{pH}=4.003$)

实验内容

1. 醋酸溶液浓度的测定

用吸量管吸取 1.0cm^3 约 $0.1\text{mol} \cdot \text{dm}^3$ HAc 溶液，置于 5cm^3 锥形瓶中，加一滴酚酞指示剂，用标准 NaOH 溶液滴定至呈现微红色半分钟不退色为止。准确读出滴定前和滴定终点时滴定管中 NaOH 液面的读数，算出 NaOH 的用量。

重复滴定一次，两次滴定所用 NaOH 的体积差应小 0.02cm^3 。求出醋酸溶液的准确浓度。

2. 配制不同浓度的醋酸的溶液

用吸量管分别吸取已测得准确浓度的醋酸溶液 1cm^3 、 5cm^3 ，于 10cm^3 容量瓶中，稀释至刻度摇匀备用。求出所配制的各醋酸溶液的浓度。

3. 测定不同浓度的醋酸溶液的 pH 值。

用三个干燥的 10cm^3 烧杯，分别取上述三种不同浓度的醋酸溶液，由稀到浓的顺序测出各浓度醋酸溶液的 pH 值。

实验数据和结果处理

依公式(13-1)计算不同浓度醋酸溶液的电离度 α 和电离平衡常数 K_{HAc} 。对实验误差作简单的讨论。

思考题

1. 用 NaOH 标准溶液测定醋酸溶液的浓度时, 滴定已达到终点(即酚酞指示剂呈微红色半分钟内不退色), 但久置后, 红色退掉了。有人说: “是由于刚才的终点不是真正的终点所至”。你认为这种说法对吗? 为什么?

2. 用 pH 法测定醋酸的解离常数的依据是什么? 由测得的 pH 值, 如何计算醋酸的解离常数?

3. 测定不同浓度醋酸溶液的 pH 值时, 为什么要由稀到浓的顺序进行? 由浓到稀的顺序测定行吗? 为什么?

4. 使用酸度计应注意哪些方面的问题?

实验十四 非金属材料化学镀铜

实验目的

了解化学镀的原理与方法。

实验原理

所谓化学镀是不借助外接电源的条件下,仅使用合适的还原剂使镀液中的金属离子还原成金属而沉积在镀件表面的一种镀覆工艺。金属镀层的形成纯粹是化学还原作用,它是一种特殊的镀覆方法。镀件可用金属材料,也可以用非金属材料(如陶瓷、玻璃、塑料等)。

为使金属沉积过程只发生在非金属镀件表面上,而不发生在溶液中。首先要将非金属镀件表面进行除油、粗化、敏化、活化预处理。

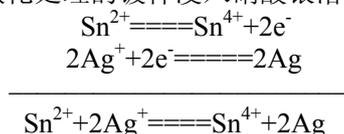
除油处理(常用碱性溶液)是除去非金属镀件表面上的油污,使表面清洁。提高镀层的结合力。

粗化处理(常用酸性强氧化剂)是使非金属镀件表面呈微观的粗糙不平的状态,以增加表面积及表面亲水性。

敏化处理使在经粗化的非金属表面吸附一层易被氧化的物质,以利活化处理时氧化还原反应。常用的敏化剂是氯化亚锡(SnCl_2)。

在化学镀铜反应中, Cu^{2+} 离子的氧化性不强,仅用还原剂使 Cu^{2+} 离子还原反应的活化能较大,实际上反应难以进行。为此,还须进行活化处理,使镀件表面沉积一层具有催化作用的贵金属膜,以便还原反应顺利进行。常用的活化剂有氯化金、氯化铂、氯化钯和硝酸银等,因前三者价格较贵,所以一般选用硝酸银作活化剂。

当经过氯化亚锡敏化处理的镀件浸入硝酸银溶液后,即在镀件表面发生下列反应:

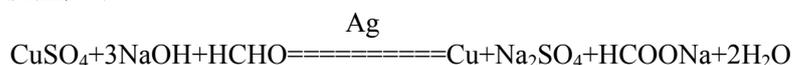


这些金属银微粒具有催化活性,是化学镀铜的结晶中心,并能加速氧化还原反应,使镀件表面很快沉积上一层金属铜。为了避免化学镀铜液带进活化银盐,经过敏化和活化处理的镀件,不要马上放进化学镀铜液中,可预先浸渍稀甲醛溶液。化学镀铜液中通常含有以下成份:

1. 可溶性铜盐(如硫酸铜、硝酸铜)
2. 还原剂(如甲醛)
3. 还原速度抑制剂(如氢氧化钠)
4. 络合剂(如酒石酸钾钠、甘油)
5. 附加剂(如碳酸钠、氯化镍)

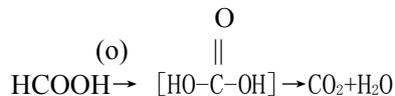
由于化学镀铜液本身极易分解,可配成甲、乙两组分溶液,使用时临时混合,这样效果更好。甲液是铜盐和还原剂,乙液是碱和络合剂。因甲醛在碱性溶液中是强还原剂,而在酸性溶液中,则根本不是还原剂,故把它与铜盐配成一组分。

化学镀铜的总反应如下:





反应中的甲酸钠是甲醛被氧化后生成甲酸与溶液中氢氧化钠反应的产物。但它并不是唯一的产物，因为甲酸还会继续被氧化，生成二氧化碳和水。简式如下：



如生成的二氧化碳未逸出液面，则二氧化碳被氢氧化钠吸收，生成碳酸钠。

仪器、试剂和材料

烧杯（10cm³二个）、酒精灯、三脚架、石棉网、温度计、玻璃棒（二支）、小瓷片、量杯（5cm³二个）

化学除油液：

氢氧化钠（NaOH）	80g · dm ⁻³
磷酸三钠（Na ₃ PO ₄ ）	30g · dm ⁻³
碳酸钠（Na ₂ CO ₃ ）	15g · dm ⁻³
海欧洗涤剂	5cm ³ · dm ⁻³

化学粗洗液

硫酸（H ₂ SO ₄ ）	600cm ³
铬酐（CrO ₃ ）	20g · dm ⁻³
水	400cm ³

敏化液：

SnCl ₂ · 2H ₂ O	10g · dm ⁻³
盐酸（HCl）	40cm ³
Sn(粒状)	2粒

活化液：

硝酸银（AgNO ₃ ）	1.5-2g · dm ⁻³
-------------------------	---------------------------

（用蒸馏水配制、以氨水滴至褐色转透明）

甲醛浸泡液：

甲醛（HCHO）	
HCHO（37%）：H ₂ O=1：9（按体积比）	

化学镀铜液：

甲液：硫酸铜（CuSO ₄ · 5H ₂ O）	60g · dm ⁻³
甲醛（HCHO）	20cm ³ · dm ⁻³
乙液：酒石酸钾钠（NaKC ₄ H ₄ O ₆ ）	188 · dm ⁻³
氢氧化钠（NaOH）	125g · dm ⁻³

甲液:乙液=1:1

实验内容

1. 镀前处理

用镊子将非金属镀件（如小瓷片）依次放在以下溶液中进行处理：

处理液名称	温度/°C	浸泡时间 /min	后处理
化学除油液	70-75	4-6	自来水彻底清洗
化学粗洗液	40-50	4-6	自来水清洗后，再放入蒸馏水中煮数分钟
敏化液	40-50	4-6	蒸馏水清洗
活化液	40-50	4-6	
甲醛浸泡液	室温	数秒-30 秒	

2. 化学镀铜

将经以上各步处理的非金属镀件放入 25-30°C 已混合好的甲液和乙液化学镀铜液中浸泡 20-30 分钟后，取出用自来水清洗、凉干或低温烘干，观察镀层的颜色。

实验数据和结果处理

简要写出实验步骤、现象及主要过程的化学反应方程式，并加以说明或解释。

思考题

1. 化学镀的原理是什么？
2. 要使化学镀顺利进行需采取哪些措施？所用的还原剂一般有何要求？
3. 作为一种物质表面复盖技术，你认为化学镀能取代电镀吗？为什么？

实验十五 恒温槽的装配与性能测试

实验目的

了解恒温槽的构造及其工作原理，熟悉水浴恒温槽的装配和调节，学会测绘恒温槽的灵敏度曲线，掌握贝克曼温度计的调节技术和正确的使用方法。

实验原理

物质的许多物理化学性质，如粘度，电导，折射率，表面张力，饱和蒸汽压等等，都与温度有关，大多数物理化学性质的测量都需在一定温度下恒温进行。

恒温槽是实验室中常用的一种以液体为介质的恒温装置。用液体作介质的优点是热容量大，导热性好，温度控制稳定，灵敏度较高。根据控温范围不同，可采用不同的液体介质：0~90°C 多采用水浴，90°C~160°C 可采用甘油，100°C~200°C 可采用液体石蜡或者硅油。

恒温槽是依靠恒温控制器来自动调节其热平衡，从而实现恒温的目的。当恒温槽因对外界散热而使介质温度降低时，恒温控制器就使恒温槽内的加热器工作，待加热到所需的温度时，它又停止加热，这样周而复始就可使液体介质的温度在一定范围内保持恒定。

恒温槽一般由温度控制器、感温元件、电加热器、贝克曼温度计、搅拌器、浴槽等组成。如图 15-1 所示为恒温槽的简单装置图。

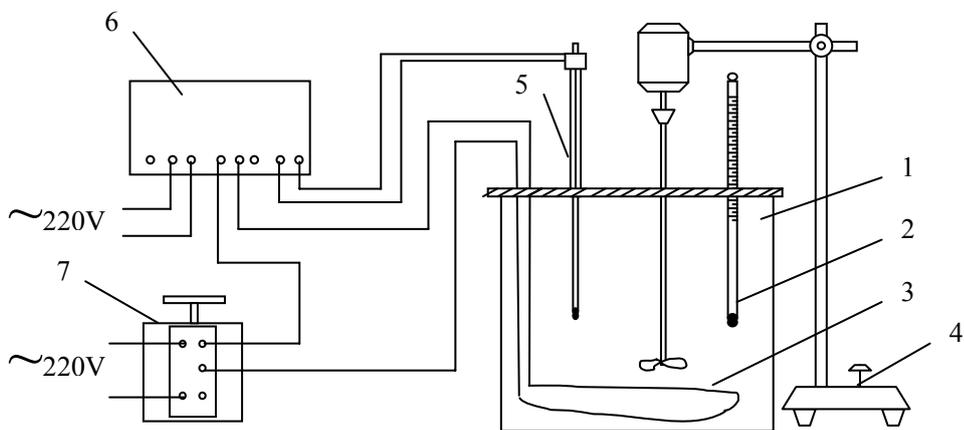


图 15-1 恒温槽

1 浴槽 2 贝克曼温度计 3 电加热器 4 搅拌器 5 感温元件 6 温度控制器 7 调压变压器

1 浴槽。控制室温附近温度的浴槽一般用玻璃制作，以便观察实验现象，浴槽的大小和形状根据需要而定，在化学实验中常用 20L 圆形玻璃缸作浴槽。

2 电加热器。选择加热器的原则是热容量小、功率适当、导热性能好。选择加热器功率的大小应视浴槽大小和恒温温度的实际需要而定。一般容量为 20L 恒温在 20~30℃ 的恒温槽，可选 200W 的加热器。

3 搅拌器。搅拌器用电机带动，搅拌电机的大小和功率视恒温槽的大小而定，一般选用电机功率为 40~60W，要求电机带有调压变压器，可调节搅拌速度，同时要求电机震动小，噪音低，长时间连续工作而不过热。

4 温度计。恒温槽中常用一只 1/10℃ 温度计测量温度，测量恒温的精确度则采用贝克曼温度计。

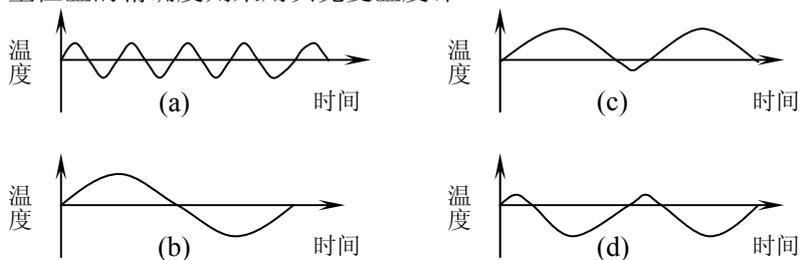
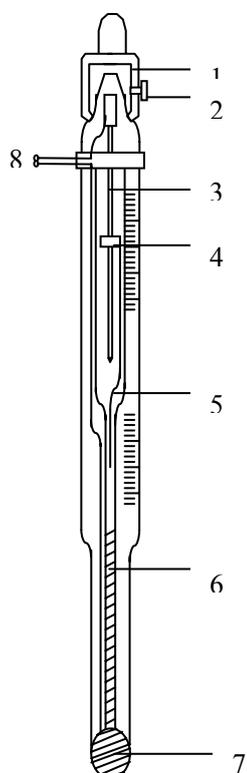


图 15-3 温度-时间曲线

5 温度控制器。温度控制器是恒温槽的感觉中枢，是决定恒温槽精度的关键。以往多采用水银接触温度计，图 15-2 所示为接触温度计的结构图。图中主要部分如同普通温度计，只是在水银柱上面有一根可以上下移动的金属丝，金属丝上端接在一个标铁上，标铁安在一支螺杆上，通过转动顶端的永久磁铁，使螺杆转动，带动标铁上下移动，从而改变金属丝的位置，即可改变温度设定值。从接触温度计水银槽及螺杆上各引出一根导线，当温度升高时，水银沿毛细管上升，与金属丝接触，两根引出导线形成“通路”，温度控制器接通，反之为“断开”。

目前实验室的温度控制器多采用温度传感器连接电子继电器，

图 15-2 接触温度计 器，在电子继电器面板上可设定温度，当温度传感器测得浴槽温度达到设定值时，电子继电器自动断开电加热器电源，“保温”指示灯亮，指示浴槽处于保温状态。当温度传感器测得浴槽温度低于设定值时，电子继电器自动开启电加热器电源，“加温”指示灯亮，指示浴槽处于加温状态。

恒温槽控制的温度是有一个波动范围的，而不是控制在某一固定不变的温度上，并且恒温槽内各处的温度也会因搅拌效果的优劣而不同。恒温是相对的，而不是绝对的。灵敏度是衡量恒温槽优劣的主要标志，所以使用前应先测定恒温槽的灵敏度。恒温槽灵敏度的测定是在指定温度下观察温度的波动情况，用较灵敏的温度计如贝克曼温度计记录温度随时间的变化曲线，即灵敏度曲线。记灵敏度曲线的最高温度为 t_1 ，最低温度为 t_2 ，则恒温槽的灵敏度为：

$$t = \pm \frac{t_1 - t_2}{2}$$

良好的恒温槽的灵敏度曲线如图 15-3 (a) 所示，

- (b) 表示灵敏度较低，
- (c) 表示加热器功率太大，
- (d) 表示加热器功率太小或散热太快。

为了提高恒温槽的灵敏度，在设计恒温槽时必须注意以下几个方面：

1. 恒温槽的热容量要大些，传热物质的热容量越大越好。
2. 尽可能加快电加热器与接触温度计间传热的速度。为此要使 (1) 感温元件的热容量尽可能小，(2) 搅拌效率要尽可能高，(3) 感温元件与电加热器间距离要近一些。
3. 调节温度用的电加热器功率要小一些。

仪器、试剂和材料

恒温槽，加热器，搅拌器，温度控制器，贝克曼温度计，1/10℃温度计，秒表。

实验内容

1. 将蒸馏水注入浴槽（玻璃缸）至容积的 2/3 处，按图 15—1 所示进行安装。先开动一下搅拌器，观察水流方向，顺着水流方向依次将电加热器，温度传感器及 1/10℃ 温度计安装好。
2. 电加热器、温度传感器分别与继电器上的接头接好。注意，必须先经指导教师检查后，方可接通电源。
3. 将事先调好的贝克曼温度计（在教师的指导下进行），小心安放到恒温槽中。根据贝克曼温度计标签上指示的温度设定温度控制器上的温度，然后开始加热，此时温度控制器上的“加温”指示灯亮，表示电加热器自动开始加热升温。
4. 开启电动搅拌器，选择合适的转速，注意搅拌器叶片不能碰到温度计和电加热器。
5. 加热时，观察 1/10℃ 温度计读数，当所测得的浴槽温度与设定温度接近时（相差约 0.5℃），观察贝克曼温度计的水银是否上升到刻度线的中间位置，当温度达到设定温度，则温度控制器上的“保温”指示灯亮，表示电加热器自动断电，浴槽在设定温度恒温。
6. 待恒温槽温度在设定温度恒温约 5 分钟后，观察贝克曼温度计的读数，利用停表，每隔 15 秒钟记录一次贝克曼温度计的读数，测定约 30 分钟。

实验数据和结果处理

1. 将实验数据列表，并作温度-时间曲线。
2. 找出最高温度和最低温度，求出灵敏度。
3. 分析实验测得的灵敏度曲线。

思考题

1. 影响恒温槽灵敏度的主要因素有哪些？
2. 欲提高恒温槽的控温精确度，应采取哪些措施？

实验讨论

若要在低于室温下恒温，可考虑如何实现？

参考文献

1. 北京大学化学学院物理化学实验教学组编，物理化学实验（第 4 版），北京大学出版社，2002

实验十六 固体和液体燃烧热的测定

实验目的

用氧弹卡计测定含碳可燃物质的燃烧热，明确恒压燃烧热与恒容燃烧热的差别，了解卡计中主要部件的作用，掌握用氧弹卡计测量燃烧热的实验技术。

实验原理

量热法是热力学实验的一个基本方法。直接测得恒容过程热效应 Q_V （即 ΔU ）和恒压过程热效应 Q_P （即 ΔH ）中任一个数据，应用以下热力学关系式就可计算出另一个数据。

$$\Delta H = \Delta U + \Delta(pV) \quad (16-1)$$

本实验在氧弹卡计（恒容）中测定恒容燃烧热，根据上述关系式可以将测得的恒容燃烧热换算为恒压燃烧热。

热化学中定义，一摩尔物质在 p^\ominus 时完全燃烧所放出的热量称作该物质的燃烧焓（ $\Delta_c H_m^\ominus$ ），通常也称燃烧热。通过燃烧热的测定，可以求算化合物的生成热，评价工业用的固体或液体燃料的质量。

由于恒容燃烧热 Q_V 等于内能变化 ΔU ，恒压燃烧热 Q_P 等于焓变化 ΔH ，因此，两者有下面的关系：

$$Q_P = Q_V + \Delta nRT \quad (16-2)$$

其中：

Δn ：反应前后的生成物和反应物中气体的物质的量之差

R ：气体常数

T ：反应的绝对温度

测量热效应的仪器称作量热计（卡计）。量热计的种类很多，本实验用氧弹卡计（见图16-1）测量燃烧热。测量的基本原理是能量守恒原理，样品完全燃烧放出的热量促使卡计本身及其周围的介质（本实验用水）温度升高，测量了介质燃烧前后温度的变化，就可以求算出该样品的恒容燃烧热。其关系式如下：

$$-Q_V \frac{W - W'}{M} = (3000\rho C + C_{\text{卡}})\Delta T - 2.9(l - l') - 16736W' - 5.98V \quad (16-3)$$

式中：W 样品和助燃用棉线的总质量 (g)
 W' 棉线的质量 (g)
 M 样品的摩尔质量 ($\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$)
 ρ 水的密度 ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)
 C 水的比热 ($\text{J} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)
 $C_{\text{卡}}$ 卡计的水当量 (仪器的热容) ($\text{J} \cdot \text{K}^{-1}$)
 ΔT 样品燃烧前后体系温度的变化值 (K)

l, l' 点火用铁丝和燃烧后剩余铁丝的长度 (cm)

V 滴定洗涤液所用 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{NaOH}$ 的体积 (mL)

氧弹卡计的热容 $C_{\text{卡}}$ 一般通过燃烧一定量的纯净苯甲酸来标定。

苯甲酸的 $Q_{\text{V}} = -26460 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1}$

已知卡计的水当量后，就可以利用 (16-3) 式通过实验测定其它物质的燃烧热。

为了保证样品完全燃烧，氧弹中必须充足高压氧气 (或者其它氧化剂)。因此，氧弹必须密封，耐高压，耐腐蚀，同时，粉末样品必须压成片状，以免充气时冲散样品，使燃烧不完全，而引进实验误差。完全燃烧是实验成功的第一步，第二步还必须使燃烧后放出的热量不散失，不与周围环境发生热交换，全部传递给卡计本身和其中盛放的水，促使卡计和周围的水的温度升高。为了减少卡计与环境的热交换，卡计放在一恒温的套壳中，故称环境恒温或外套恒温卡计 (见图 16-2)。

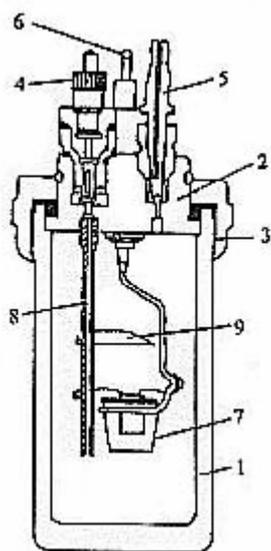


图 16-1 氧弹的构造

1. 厚壁圆筒 2. 氧弹盖 3. 螺帽
4. 进气孔 5. 放气孔 6. 电极
7. 燃烧皿 8. 进气管 9. 火焰遮板

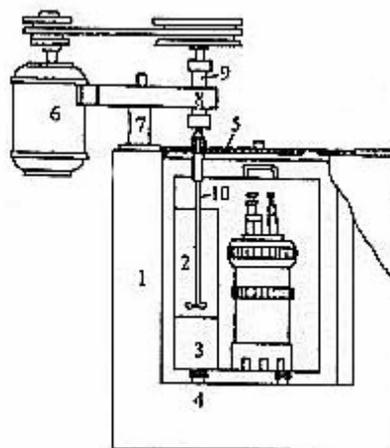


图 16-2 燃烧热测定装置

1. 外壳 2. 水桶壁 3. 水桶 4. 热绝缘垫片
5. 热绝缘胶板 6. 马达 7. 支撑杆 8. 支架
9. 搅拌垫片 10. 搅拌器

即使采取了这些措施，热量的散失 (热漏) 仍然无法完全避免，因此燃烧前后温度的变化值不能直接测量准确，而必须经过雷诺作图进行校正。其校正方法如下：

称取适量待测物质，使其燃烧后，卡计中的水温升高 1.5-2.0 度。预先调节水温低于室温 0.5-1.0 度，然后将燃烧前后历次观察的水温对时间作图，联成 ABECD 折线 (见图 16-3)。

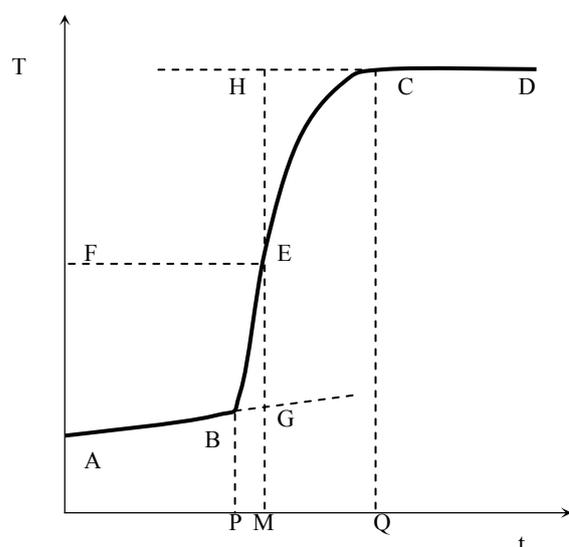


图 16-3 温度-时间图

在前期（自开启电源到点火），相当于图中 AB 部分，每一分钟读取温度一次，5 分钟后点火，此时温度上升很快，所以须每隔半分钟读取温度一次，直至温度达到最高点进入末期，相当于图中 CD 部分，再改为每一分钟读取温度一次，5 分钟后停止读取温度。图中 B 相当于开始燃烧之点，C 为观察到的最高温度读数点。由于卡计和外界的热量交换，曲线 AB 及 CD 常常发生倾斜。作相当于室温之平行线交折线于 E 处，过 E 点作垂线 HM，然后将 AB 线和 DC 线外延交 HM 线于 G、H 两点，H 点与 G 点所表示的温度差即为欲求温度升高值 ΔT ，经过这样校正后的温度差表示了由于样品燃烧使卡计温度升高的数值。

有时卡计的绝热情况良好，热漏小，而搅拌器功率又比较大，这样往往不断引进少量热量，使得燃烧后的温度最高点不明显出现，对于这种情况， ΔT 仍然可以按照同法校正之。值得注意的是用作图法进行校正时，卡计的温度与外界环境的温度不宜相差太大（最好不超过 $2-3^{\circ}\text{C}$ ），否则会引入误差。最后，为了正确测定燃烧热，必须正确测量温度，本实验用数字温差测量仪测量温度的变化。

仪器、试剂和材料

氧弹卡计 1 台，氧气钢瓶 1 个，氧气表 1 个，压片机 2 台，分析天平（精度 0.0001g ）和托盘天平各 1 台，万用电表 1 个，数字温差测量仪 1 台（精度 0.001°C ），苯甲酸，萘，细铁丝，棉线，直尺，容量瓶（ 1000mL ）。

实验内容

- (1) 取一根细铁丝量取其长度，记为 l ，取一根棉线，在分析天平上精确称量其质量，记为 W' 。
- (2) 在托盘天平上称取约 1 克左右的苯甲酸（不要超过 1.1g ），在压片机上压成片状，将片上粘附的粉末轻轻敲去，将棉线紧缚在片上，在分析天平上准确称量其样片加棉线的质量，记为 W 。
- (3) 再将铁丝轻轻穿入棉线和样片之间，将样片放在燃烧皿中，通过铁丝缚在氧弹的两电极上，用万用表检查是否短路或断路，在氧弹内加入 0.5mL 蒸馏水，然后旋紧弹盖，

- 通入氧气（在教师指导下进行），使氧压达到 1.0MPa，再次检查是否通路，将氧弹轻轻放入内水桶中。
- (4) 用容量瓶准确量取已被调节到低于室温 0.5-1.0℃的自来水 3000mL，倒入盛水桶内。装好搅拌器，氧弹两电极用导线接在点火控制器上，盖上盖子，将温度传感器插入水中。
 - (5) 开启控制器电源，开动搅拌马达，时间置于“一分钟”档，每隔 1 分钟读取一次数字温差计的度数，读 5 分钟，即读 5 次温度。
 - (6) 按下控制器上“点火”按钮，同时时间切换到“半分钟”档，温度读数改为每隔半分钟读一次。约一分钟内温度迅速上升，若不见温度迅速上升，则表明点火没有成功，此时必须打开氧弹检查原因。
 - (7) 当温度升到最高点后，时间切换到“一分钟”档，每隔 1 分钟读取一次数字温差计的度数，读 5 分钟，即读 5 次温度，方可停止实验。
 - (8) 实验停止后，关闭搅拌器，取出温度传感器，拿出氧弹，打开氧弹出气口放出余气（注意放气时不要对着自己或者旁人），最后旋开氧弹盖，检查样品燃烧的结果。若氧弹中没有未燃尽的残渣，表示燃烧完全，反之，则表示燃烧不完全，实验失败。燃烧后剩余的铁丝必须测量其长度，记为 l' 。用蒸馏水（每次取 10mL）洗涤氧弹内壁三次，洗涤液收集在 150mL 锥形瓶中，煮沸片刻，以 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NaOH}$ 滴定，体积记为 V 。最后倒去自来水，擦干水桶内壁和氧弹外表面的水待下次实验用。
 - (9) 重复（1）—（8），注意在称取萘时不超过 0.7 克。

实验数据和结果处理

1. 作苯甲酸燃烧的雷诺校正图，求出苯甲酸燃烧的 ΔT ，依据公式（16-3）计算 $C_{\text{卡}}$ 。
2. 作萘燃烧的雷诺校正图，求出萘燃烧的 ΔT ，根据上述测定的 $C_{\text{卡}}$ ，依据公式（6-3）计算 Q_V 和 Q_P 。

思考题

1. 指出 $Q_P = Q_V + \Delta nRT$ 公式中各项的物理意义？
2. 使用氧气钢瓶应注意哪些问题？
3. 你认为影响燃烧热测定准确度的主要因素是什么？为什么？
4. 燃烧不完全的原因可能有哪些？

实验讨论

1. 实验中所用铁丝的燃烧热为 $2.9\text{J}\cdot\text{cm}^{-1}$ ，棉线的恒容燃烧热为 $16736\text{J}\cdot\text{g}^{-1}$ ，1mL 的 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NaOH}$ 滴定液相当于 -5.98J ，焦炭的恒容燃烧热为 $33900\text{J}\cdot\text{g}^{-1}$ 。
2. 如果不进行雷诺校正，则测得的 ΔT 会有误差。实验中应创造条件，尽量采用雷诺法校正求 ΔT 。
3. 可以自行设计测液体可燃物燃烧热的测定方法，特别是盛装液体可燃物且通电点火燃烧的方法，使实验顺利进行。

参考文献

- 1 傅献彩，沈文霞，姚天扬，物理化学（上）（第四版），北京：高等教育出版社，1990
- 2 北京大学化学学院物理化学实验教学组编，物理化学实验（第 4 版），北京大学出版社，2002

