

实验一 安全教育（认领化学实验仪器）

Exp. 1 Safety Practices in the Chemistry Laboratory

一、实验目的

1. 基础化学实验（I）的意义和任务
2. 安全教育
3. 本学期实验的大致安排
4. 认领、清洗化学实验仪器

二、安全教育

（一）实验室规则

1. 课前应认真预习，明确实验目的和要求，了解实验的内容、方法和基本原理。
2. 进入实验室的每位同学都必须穿工作服，必要时佩戴防护眼镜、手套和口罩，请不要穿拖鞋、背心。
3. 实验时应遵守操作规则，注意安全、爱护仪器、节约药品和水、电、煤气。
4. 遵守纪律，不迟到，不早退、保持室内安静。
5. 实验中要认真操作，仔细观察各种现象，将实验中的现象和数据如实记在报告本上。根据原始记录，认真地分析问题，处理数据，写出实验报告。
6. 实验过程中，随时注意保持工作环境的整洁，火柴、纸张和废品等必须丢入废物缸内。
7. 实验完毕后，将玻璃仪器洗净，公用仪器放回原处，把实验台和药品架整理干净，清扫实验室。最后应检查门、窗、水、电、煤气是否关好。

（二）化学实验室内的安全操作

在进行化学实验时，需经常使用水、电、煤气，并常碰到一些有毒、有腐蚀性或者易燃、易爆的物质。不正确和不经心的操作以及忽视操作中必须注意的事项都能够造成火灾、爆炸和其它不幸的事故。发生事故不仅危害个人，还会危害周围同学，使国家财产受到损失，影响工作的正常进行。因此，重视安全操作，熟悉一般的安全知识是非常必要的。我们必须从思想上重视安全，决不要麻痹大意，但也不能盲目害怕而缩手缩脚，不敢大胆做实验。

为了保证实验的顺利进行，必须熟悉和注意以下安全措施：

1. 熟悉实验室及其周围环境和水、电、煤气、灭火器的位置。
2. 使用电器时，要谨防触电，不要用湿的手、物去接触电源，实验完毕后及时拔下插头，切断电源。
3. 一切有毒的、恶臭气体的实验，都应在通风橱内进行。
4. 为了防止药品腐蚀皮肤和进入体内，不能用手直接拿取物品，要用药勺或指定的容

高参考价值的真题、答案、学长笔记、辅导班课程，访问：www.kaoyancas.net

器取用。取用一些强腐蚀性的药品，如氢氟酸，溴水等，必须戴上橡皮手套。决不允许用舌头尝药品的味道。实验完毕后须将手洗净。严禁在实验室内饮食，严禁将食品及餐具等带入实验室内。

5. 不允许将各种化学药品混合，以免引起意外事故，自选设计的实验务必与教师讨论并征得同意后方可进行。

6. 使用易燃物（如酒精、丙酮、乙醚）、易爆物（如氯酸钾）时，要远离火源，用完后应及时将易燃、易爆物加盖存放阴凉的地方。

7. 酸碱是实验室常用试剂，浓酸碱具有强烈腐蚀性，应小心取用，不要把它洒在衣服或皮肤上。实验用过的废酸应倒入指定的废酸缸中。

8. 使用浓 HNO_3 、 HCl 、 H_2SO_4 、 HClO_4 、氨水、冰醋酸等时，均应在通风橱中操作。夏天，打开浓氨水瓶盖之前，应先将氨水瓶放在自来水流水下冷却后，再行开启。如不小心溅到皮肤和眼内，应立即用水冲洗。

9. 如有机溶剂散落到地上，应立即用纸巾吸除，并做适当的处理。

10. 禁止使用无标签、性质不明的物质。

11. 实验室应保持室内整齐、干净。勿将火柴棒、废纸、残渣、pH 试纸、玻璃碎片等固体废物扔入水槽或中间凹槽内，此类物质应由收集起来放入废物桶内或实验室规定放的地方。废液小心倒入废液缸中。毛刷、抹布、拖把等卫生用品请洗干净，摆放整齐。

12. 用完煤气、天然气后，或遇临时煤气、天然气中断供应时，应立即关闭开关。如遇煤气、天然气泄漏时，应停止实验，进行检查。

13. 实验完毕后，值日生和最后离开实验室的人员应负责检查门、窗、水、煤气是否关好，电闸是否拉开。

14. 实验室内所有药品不得携出室外，用剩的有毒药品应还给教师。

（三）实验室中意外事故的急救处理

实验室内备有小药箱，以应发生事故时临时处理之用。

1. 割伤（玻璃或铁器刺伤等）

先把碎玻璃从伤口处挑出，如轻伤可用生理盐水或硼酸液擦洗伤处，涂上紫药水（或红汞），必要时撒些消炎粉，用绷带包扎。伤势较重时，则先用酒精在伤口周围清洗消毒，再用纱布按住伤口压迫止血，并立即送往医院。

2. 烫伤

可用 10% 的 KMnO_4 溶液擦洗灼伤处，轻伤涂以玉树油、正红花油、鞣酸油膏、苦味酸溶液均可。重伤撒上消炎粉或烫伤药膏，用油纱绷带包扎，送医院治疗，切勿用冷水冲洗。

3. 受强酸腐蚀

先用大量水冲洗，然后以 3%~5% 碳酸氢钠溶液洗，再用水洗，拭干后涂上碳酸氢钠油膏或烫伤油膏。如受氢氟酸腐蚀受伤，应迅速用水冲洗，再用稀苏打溶液冲洗，然后浸泡在冰冷的饱和硫酸镁溶液中半小时，最后敷以硫酸镁（20%）、甘油（18%）、水和盐酸普鲁卡因（1.2%）配成的药膏，伤势严重时，应立即送医院急救。

当酸溅入眼睛时，首先用大量水冲洗眼睛，然后用稀的碳酸氢钠溶液冲洗，最后再用

清水洗眼。

4. 受强碱腐蚀

立即用大量水冲洗，然后用 10% 柠檬酸或硼酸溶液冲洗，最后用水洗。

当碱液溅入眼睛时，先用水冲洗，再用饱和的硼酸溶液冲洗，最后滴入蓖麻油。

5. 磷烧伤

用 5% 的硫酸铜，10% 的硝酸银或高锰酸钾溶液处理后，送医院治疗。

6. 吸入溴、氯等有毒气体

可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气以解毒，同时应到室外呼吸新鲜空气。溴灼伤，立即用大量水洗，再用乙酸擦至无溴液存在，然后涂上甘油或烫伤油膏。

7. 触电事故

应立即拉开电闸，切断电源，尽快地用绝缘物（干燥的木棒、竹杆）将触电者与电源隔离。

（四）实验室中一些剧毒、强腐蚀性药品知识

1. 氰化物和氢氰酸

氰化钾、氰化钠、丙烯腈等，系烈性毒品，进入人体 50 毫克即可致死，与皮肤接触经伤口进入人体，即可引起严重中毒。这些氰化物遇酸产生氢氰酸气体，易被吸入人体而中毒。

在使用氰化物时，严禁用手接触。大量使用这类药品时，应带上口罩和橡皮手套。含有氰化物的废液，严禁倒入酸缸，应先加入硫酸亚铁使之转变为毒性较小的亚铁氰化物，然后倒入水槽，再用大量水冲洗贮放该器皿和水槽。

2. 汞和汞的化合物

汞的可溶性化合物如氯化汞，硝酸汞都是剧毒物品。实验中应特别注意金属汞（如使用温度计、压力计、汞电极等）使用，因金属汞易蒸发，蒸气剧毒，又无气味，吸入人体具有积累性，容易引起慢性中毒，所以切不可麻痹大意。

汞的比重很大（约为水的 13.6 倍），作压力计时，应用厚玻璃管，贮汞容器必须坚固，且应用厚壁的，并且只应存放少量汞而不能盛满，以免容器破裂或脱底而使汞流失。在装置汞的仪器下面应放一搪瓷盘，以免不慎将汞洒在地上。为减少室内的汞蒸汽，贮汞容器应是紧密封闭，汞表面加水复盖，以防蒸汽逸出。一旦汞洒落在桌上或地上，须尽可能收集起来，并用硫磺粉覆盖，使汞转变成不挥发的 HgS ，然后清除干净。

3. 砷的化合物

砷和砷的化合物都有剧毒，常使用的是三氧化二砷（砒霜，内服 0.1g 即可致死）和亚砷酸钠。这类物质的中毒一般由于口服引起。当用盐酸和粗锌作用制备氢气时，也会产生一些剧毒的砷化氢气体，应加以注意。一般将产生的氢气经过高锰酸钾洗涤后再使用。砷的解毒剂是二巯基丙醇，由肌肉注射即可解毒。通常服用新配制的氧化镁与硫酸铁溶液强烈摇动后而成的氢氧化铁悬浮液。

4. 硫化氢

硫化氢是极毒的气体，有臭鸡蛋味，它能麻痹人的嗅觉，以致不闻其臭，所以特别危险。使用硫化氢或者由酸与硫化物反应时，应在通风橱中进行。

5. 一氧化碳

煤气中含有一氧化碳，使用煤炉或煤气时，一定要提高警惕，防止中毒。煤气中毒，轻者头痛、眼花、恶心；重者昏迷。对中毒的人应立即移出中毒房间，呼吸新鲜空气，进行人工呼吸，保暖，及时送医院治疗。

6. 有毒的有机化合物

常用的有机化合物有苯、二硫化碳、硝基苯、苯胺、甲醇等，人们常用作溶剂，容易引起中毒，特别是慢性中毒，使用时应特别注意和加强防护。

7. 氯、溴

氯气有毒和刺激性，吸入人体会刺激喉管，引起咳嗽和喘息。进行有关氯气试验，必须在通风橱中操作。闻氯气时，不能直接对着管口或瓶口。

溴为棕色液体，易蒸发成红色蒸汽，强烈地刺激眼睛、催泪，能损伤眼睛、气管和肺。触及皮肤，轻者剧烈的灼痛，重者溃烂，长久不愈。使用溴时应加强防护，带橡皮手套。

8. 氢氟酸

氢氟酸与氟化氢都具有剧毒、强腐蚀性。灼伤肌体，轻者剧痛难忍、重者肌肉腐烂，透入体内，如不及时抢救，就会造成死亡。因此在使用氢氟酸时，应特别注意，操作必须在通风橱内进行，并带上橡皮手套，用塑料滴管吸取。

其它剧毒、腐蚀性无机物还很多，如磷、铍的化合物，可溶性钡盐、铅盐、浓硝酸、碘蒸汽等，使用时都应注意，这里不一一介绍。

（五）防火、灭火常识

一般有机物，特别是有机溶剂，大都容易着火，它们的蒸气或其他可燃性气体、固体粉末等（如氢气、一氧化碳、苯、油蒸气、面粉）与空气按一定比例混合后，当有火花时（点火、电火花、撞击火花）就会引起燃烧或猛烈爆炸。

由于某些化学反应放热而引起燃烧，如金属钠，钾等遇水燃烧甚至爆炸。

有些物品易自燃（如白磷遇空气就自行燃烧），由于保管和使用不善而引起燃烧。

有些化学试剂相混在一起，在一定的条件下会引起燃烧和爆炸（如将红磷与氯酸钾混在一起，磷就会燃烧爆炸）。

1. 防火

(1) 在操作易燃溶剂时，应远离火源，切勿将易燃溶剂放在敞口容器内用明火加热或放在密闭容器中加热。

(2) 在进行易燃物质试验时，应先将酒精等易燃物质搬开。

(3) 蒸馏易燃物质时，装置不能漏气，接受器支管应与橡皮管相连，使余气通往水槽或室外。

(4) 回流或蒸馏液体时应放沸石，不要用火焰直接加热烧瓶，而应根据液体沸点高低使用石棉网、油浴、沙浴或水浴，冷凝水要保持畅通。

(5) 切勿将易燃溶剂倒入废液缸中，更不能用敞口容器放易燃液体。倾倒易燃液体时应远离火源，最好在通风橱中进行。

(6) 油浴加热时，应绝对避免水滴溅入热油中。

高参考价值的真题、答案、学长笔记、辅导班课程，访问：www.kaoyancas.net

(7) 酒精灯用毕应立即盖火。避免使用灯颈已破损的酒精灯。切忌斜持一只酒精灯到另一只酒精灯上去接火。

2. 灭火

万一发生着火，要沉着快速处理，首先要切断热源、电源，把附近的可燃物品移走，再针对燃烧物的性质采取适当的灭火措施。但不可将燃烧物抱着往外跑，因为跑动时空气更流通，火会烧得更猛。常用的灭火措施有以下几种，使用时要根据火灾的轻重，燃烧物的性质，周围环境和现有条件进行选择：

(1) 石棉布：适用于小火。用石棉布盖上以隔绝空气，就能灭火。如果火很小，用湿抹布或石棉板盖上就行。

(2) 干沙土：一般装于砂箱或砂袋内，只要抛洒在着火物体上就可灭火。适用于不能用水扑救的燃烧，但对火势很猛，面积很大的火焰欠佳。砂土应该用干的。

(3) 水：是常用的救火物质。它能使燃烧物的温度下降，但一般有机物着火不适用，因溶剂与水不相溶，又比水轻，水浇上去后，溶剂还漂在水面上，扩散开来继续燃烧。但若燃烧物与水互溶时，或用水没有其他危险时方可用水灭火。在溶剂着火时，先用泡沫灭火器把火扑灭，再用水降温是有效的救火方法。

(4) 泡沫灭火器：是实验室常用的灭火器材，使用时，把灭火器倒过来，往火场喷。由于它生成二氧化碳及泡沫，使燃烧物与空气隔绝而灭火，效果较好，适用于除电流起火外的灭火。

(5) 二氧化碳灭火器：在小钢瓶中装入液态二氧化碳，救火时打开阀门，把喇叭口对准火场，喷射出二氧化碳以灭火，在工厂和实验室都很适用，它不损坏仪器，不留残渣，对于通电的仪器也可使用，但金属镁燃烧不可使用它来灭火。

(6) 四氯化碳灭火器：四氯化碳沸点较低，喷出来后形成沉重而惰性的蒸气掩盖在燃烧物体周围，使它与空气隔绝而灭火。它不导电，适于扑灭带电物体的火灾。但它在高温时分解出有毒气体，故在不通风的地方最好不用。另外，在有钠、钾等金属存在时不能使用，因为有引起爆炸的危险。

除了以上几种常用的灭火器外，近年来生产了多种新型的高效能的灭火器。如 1211 灭火器，它在钢瓶内装有一种药剂二氟一氯一溴甲烷，灭火效率很高。又如干粉灭火器是将二氧化碳和一种干粉剂配合起来使用，灭火速度很快。

(7) 水蒸气：在有水蒸气的地方把水蒸气对火场喷，也能隔绝空气而起灭火作用。

(8) 石墨粉：当钾、钠或锂着火时，不能用水、泡沫灭火器、二氧化碳、四氯化碳等灭火，可用石墨粉扑灭。

(9) 电路或电器着火时，扑救的关键首先要切断电源，防止事态扩大。电器着火的最好灭火器是四氯化碳和二氧化碳灭火器。

在着火和救火时，若衣服着火，千万不要乱跑，因为这会由于空气的迅速流动而加剧燃烧，应当躺在地下滚动，这样一方面可压熄火焰，另一方面也可避免火烧到头部。立即脱下衣服，马上以大量水扑灭也是行之有效的方法。

三、认领化学实验仪器

参阅《定量化学分析实验》（中国科学技术大学出版社）第二页“2.1.1 定量分析实验常用器皿介绍”。

高参考价值的真题、答案、学长笔记、辅导班课程，访问：www.kaoyancas.net

实验二 燃气灯的使用、简单玻璃工操作

Exp. 2 The Gas Burner and Glass Working

一、实验目的

1. 通过本实验的训练，学生都能熟练掌握燃气灯的安全使用
2. 通过简单玻璃工操作训练，学生学会玻璃管弯曲、滴管拉制等技术，为组装简便实验制备装置打下基础。

二、实验物品

煤气灯、天然气灯、酒精喷灯，以煤气灯为例
长玻璃管、玻璃棒
三角锉刀、小砂轮片
火柴
乳胶滴头

三、实验内容

1. 燃气灯的使用

燃气灯是化学实验室中最常用的加热器具，使用十分方便。它的式样虽多，但构造原理是相同的。它由灯管和灯座所组成（图1）。灯管的下部有螺旋，与灯座相连，灯管下部还有几个圆孔，为空气的入口。旋转灯管，即可完全关闭或不同程度地开启圆孔，以调节空气的进入量，灯座的侧面有燃气的入口，可接上橡皮管把煤气导入灯内。灯座下面（或侧面）有一螺旋形针阀，用以调节煤气的进入量。

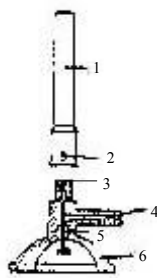


图1 燃气灯的构造图

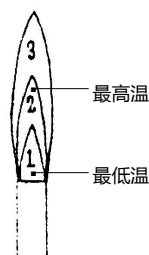


图2 三层火焰分布

- | | | | | |
|---------|---------|---------|------------|------------|
| 1. 灯管 | 2. 空气入口 | 3. 燃气出口 | 1. 焰心（低温） | 2. 还原焰（中温） |
| 4. 燃气入口 | 5. 螺旋针 | 6. 灯座 | 3. 氧化焰（高温） | |

当灯管圆孔完全关闭时，点燃进入燃气灯的煤气，此时的火焰呈黄色（系碳粒发光所产生的颜色），煤气的燃烧不完全，火焰温度并不高。逐渐加大空气的进入量，煤气的燃烧就逐渐完全，并且火焰分为三层（图2）：

焰心（内层）——煤气和空气混合物并未燃，温度低，约为 300°C 左右。

还原焰——（中层）煤气不完全燃烧，并分解为含碳的产物，所以这部分火焰具有还原性，称“还原焰”。温度较焰心为高，火焰呈淡蓝色。

氧化焰（外层）——煤气完全燃烧。过剩的空气使这部分火焰具有氧化性，称“氧化焰”。温度在三层中最高，最高温度处在还原焰顶端上部的氧化焰中，约 $800\sim 900^{\circ}\text{C}$ （煤气的组成不同，火焰的温度也有所差异），火焰呈淡紫色。实验时，一般都用氧化焰来加热。

当空气或煤气的进入量调节得不合适时，会产生不正常的火焰。当煤气和空气的进入量都很大时，火焰就临空燃烧，称为“临空火焰”。这种火焰不会持久，很快自行熄灭。当煤气进入量很小，而空气进入量很大时，煤气会在灯管内烧燃而不是在灯管口燃烧，这时还能听到特殊的嘶嘶声和看到一束细长的火焰，这种火焰叫“侵入火焰”。它将烧热灯管，一不小心就会烫伤手指，遇到临空火焰或侵入火焰时，立刻关闭煤气阀门，重新点燃并调节到正常火焰。

点燃燃气灯的步骤为：①首先检查空气进量调节旋钮阀是否已关闭，否则，空气进量太大，而使燃气灯不易点着；②擦火柴，再打开燃气进量针形阀，等燃气灯中残留空气排出后，再用火柴点燃燃气灯；③调节空气进量旋钮阀，使空气和燃气的进入量合适。不允许先开燃气，再点燃火柴。

2. 简单玻璃工操作

(1) 玻璃管（或玻璃棒）的切割

第一步，截断。将玻璃管（或玻璃棒）平放在桌面上，用锉刀的棱在左手拇指按住玻璃管的地方用力向一个方向锉出一道凹痕（见图3），千万不要象拉锯式地来回锉。如果玻璃管壁厚或者玻璃棒太粗，可以在同一凹痕、同一方向上再锉几下，这样才能保证折断后的玻璃管（或玻璃棒）截面是平整的（见图4）。

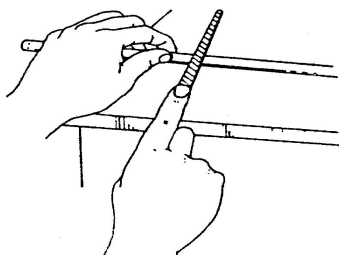


图3 锉玻璃管的操作

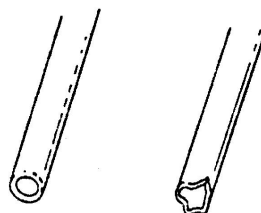


图4 两种玻璃管截面的比较

然后双手持玻璃管（玻璃棒），凹痕向外，在凹痕上蘸一点水，用拇指在凹痕的后面轻轻外推，同时用食指和拇指把玻璃管向外拉，力慢慢地由小到大增加，以折断玻璃管为止（见图5、6）。千万不能用蛮力，这样不仅不能获得平整的玻璃截面，而且容易划破自己的手。

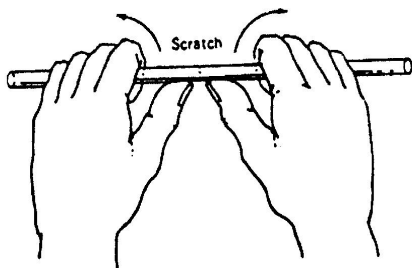


图5 玻璃管(棒)的截断

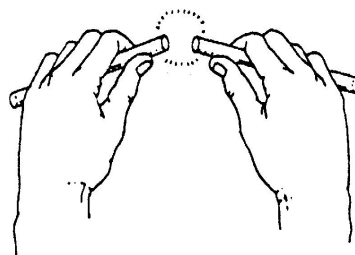


图6

第二步，圆口。玻璃管的截断面很锋利，容易把手划破，且难以插入塞子的圆孔内，所以必须在燃气灯的氧化焰中熔烧。把截断面斜插入氧化焰中熔烧时，要缓慢地旋转玻璃管，使熔烧均匀，直到熔烧光滑为止（见图7）。熔烧后的玻璃管应放在石棉网上冷却，不要放在桌子上，以免烫坏桌面，也不要用手去摸，以免烫伤手。

(2) 弯曲玻璃管的操作

第一步，烧管。将玻璃管用小火预热一下，然后手持玻璃管，把要弯曲的地方斜插入氧化焰中，以增大玻璃管的受热面积（也可以在燃气灯上罩以鱼尾灯头扩展火焰，来增大玻璃管的受热面积（见图8），同时缓慢而均匀地转动玻璃管，两手用力要均等，转速要一致，以免玻璃管在火焰中扭曲，一直加热到玻璃管变软。

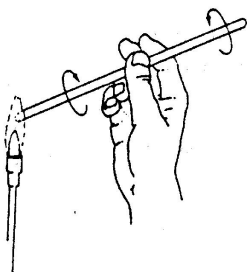


图7 熔烧玻璃管的断截面

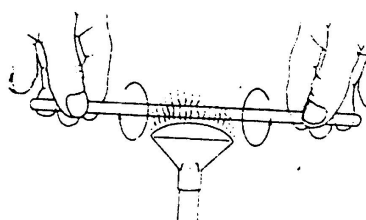


图8 加热玻璃管的方法

第二步，弯管。自火焰中取出玻璃管，稍等片刻（1、2秒后），使各部温度均匀，迅速准确地把玻璃管弯成所需的角度的待玻管变硬时才停止。弯管的正确的手法是“V”字形，两手在上方，玻璃管的弯曲部分在两手中间的下方（见图9）。弯好后等其冷却变硬才把玻璃管放在石棉网上继续冷却，待玻管变硬时才停止。冷却后应检查其角度是否准确，整个玻璃管是否处在同一个平面上。

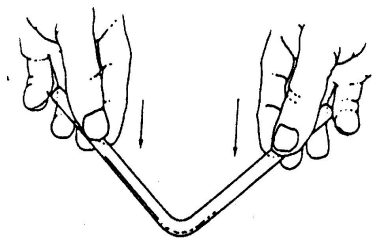


图9 弯制玻璃管

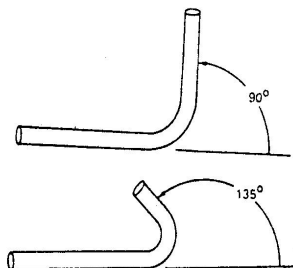


图10 弯管实例

图 11 是玻璃管弯得好坏的比较。120° 以上的角度可以一次弯成。较小的锐角可分几次弯成。先弯一个较大的角度，然后在第一次受热部位的稍偏左或右处进行第二次加热和弯曲，直到弯曲成所需的角度为止。

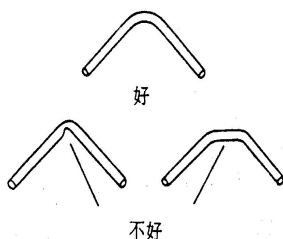


图 11 好与不好的弯管实例

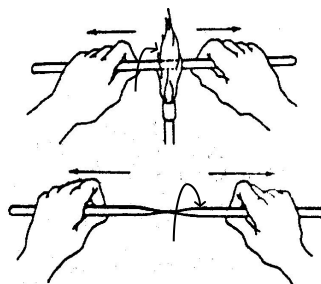


图 12 玻璃管的控制

(3) 拉玻璃滴管的操作

第一步，烧管。拉玻璃滴管时加热玻璃管的方法基本上与弯玻璃管时相同，只是时间要长，玻璃烧得更软一些。

第二步，拉管。玻璃管应烧到红黄色时才从火焰中取出来，顺着水平方向，边来回旋转玻璃管边拉，拉到所需要的细度为止（滴管内径为 1.5mm、毛细管内径为 1mm、玻棒直径为 2mm）。这时双手不能松开，一定要使玻璃管冷却后，才可以把手松开，再按需要用碎瓷片的刃口截断滴管细部。如果要求滴管细部具有一定的厚度，须在烧软玻璃管过程中一边加热一边两手轻轻向中间用力挤压，使中间受热部分管壁加厚，然后按同样方法拉细。

第三步，缘口。滴管细部在氧化焰上瞬时加热，使其圆滑，但不能烧死。滴管尾部在氧化焰上加热，不断旋转，待红热后，在石棉网上挤压，做成喇叭状，以免套上橡胶滴头后脱落。

第四步，试验。标准滴管要求 20 滴水为 1cm³，误差为 1 滴。用制作好的小滴管，吸取水在小量筒中试验是不是 20 滴恰好为 1cm³。如果 1cm³ 水在 20 滴以下，可小心烧熔滴管小口，使之收缩，再行试验。如果 1cm³ 水在 20 滴以上，则要重新制作滴管。

附：

1. 煤干馏所得煤气成份表：

组 份	H ₂	CH ₄	CO	N ₂	CO ₂	不饱和烃	O ₂
含量（体积百分数）	25~35	25~35	8~10	30~40	6~7	2~3	1~2

2. 煤气灯的简单维修

由于煤气中常夹带有未除尽的煤焦油，久而久之，它会把煤气门和煤气灯内的孔道堵塞。一般可把金属灯管和螺旋针取下，用细铁丝畅通孔道，堵塞较严重时，可用苯来洗去煤焦油。

实验三 台称与分析天平、电子天平的使用

(称量练习一)

Exp.3 The Operation of Rough and Analytical Balance

一、实验目的

通过台称与分析天平的称量练习，学会熟练地使用分析天平，训练准确称取一定量的试样。

二、实验物品

台称（又称托盘天平、药物天平）一台

半自动电光天平一台（TG-328B），并附有砝码一套（砝码采用 522*1 组成系统，即 50 20 20*10 5 2 2*1g 500 200 200*100 50 20 20*10mg）。全自动电光天平（TG-328A）、电子天平（Sartorius BP221S）

镊子和药勺各一把

洁净干燥的瓷坩埚二个

装有石英砂的称量瓶一个

三、实验内容

1. 台称的使用

台称用于粗略的称量。最大载荷为 200 克的台称，能称准至 0.1 克（即感量 0.1 克）；最大载荷为 500 克的台称，能称准至 0.5 克（即感量为 0.5 克）。

台称的横梁架在台称座上，横梁左右有两个盘子，横梁中部的下面有指针（有的台称指针在上面）。根据指针在刻度盘前摆的情况，可看出台称的平衡状态。称量前，要先测定台称的零点（即不放物体时，台称的指针在刻度盘上的指示位置）。零点应在刻度盘的中央，如果不在，可用中间的螺丝（有的螺丝在两边）来调节。称量时，把称量物放在左盘上，砝码放在右盘上，添加 10 克以下砝码时，可移动标尺上的游码。当最后的停点（即左右两盘上分别放上称量物和砝码后，达到平衡时，指针在刻度盘上指示的位置）与零点符合时（可以偏差 1 小格以内），砝码的重量就是称量物的重量。

称量时，必须注意以下几点：

(1) 称量物要放在称量用纸或表面皿上，不能直接放在托盘上；潮湿的或具有腐蚀性的药品，则要放在玻璃容器内；

(2) 不能称量热的物品；

(3) 称量完毕后，应把砝码放回砝码盒中，把标尺上的游尺移至“0”处，使台称各部分恢复原状；

(4) 应保持台称及桌面的整洁。

2. 分析天平称量练习

(1) 天平的检查

取下天平罩，叠好。检查天平是否保持水平，天平盘是否洁净。若不干净，可用软毛

刷刷净。天平各部件是否在原位。

(2) 天平零点的检查和调整

启动天平，检查投影屏上标尺的位置，如果零点与投影屏上的标线不重合，可拨动旋钮附近的板手，挪动投影屏位置，使其重合。

(3) 直接称量法

首先用铅笔在两个坩埚底部分别标上“1”号、“2”号，然后左手用镊子夹取1号瓷坩埚，置于天平左盘中央，右盘加砝码，用转动指数盘自动加取1g以下圈码。

待天平平衡后，记下盘中砝码重量、指数盘的圈码重量，并从投影屏上直接读出10mg以内的重量，即为1号坩埚的重量 w_1 。再用药勺在坩埚内加石英砂0.9000~1.1000g（注意：石英砂不要洒在天平盘上），称出其准确重量，记下 w_2 。求出石英砂的准确重量 w 。

$$w = w_2 - w_1$$

(4) 固定重量称量法

同(3)称出1号瓷坩埚重量 w_1 ，在右盘加砝码0.5000g，然后在瓷坩埚内加入略小于0.5g的石英砂，再轻轻振动药勺，使样品慢慢撒入瓷坩埚中，直到投影屏上的读数与称量坩埚时的读数一致。此时称取石英砂的重量与后来所加砝码的重量相等。

用2号坩埚重复一次。

(5) 差减法称量

a. 左手用镊子从干燥器中取出①号坩埚，置于天平左盘上，右盘上加砝码及圈码。称出1号坩埚的重量 $w_0(g)$ ，同样称出2号坩埚的重量 $w_0'(g)$ 。

b. 从干燥器中取出盛有石英砂的称量瓶一个，切勿用手拿取，用干净的光纸条套在称量瓶上，手拿取纸条放在天平盘上，称得称量瓶加石英砂的重量 $w_1(g)$ 。

c. 用一干净的光纸条套在称量瓶上，用手拿取，再用一小块纸包住瓶盖，在坩埚上方打开称量瓶，用盖轻轻敲击称量瓶，转移石英砂0.3~0.4g于1号坩埚内，然后准确称出称量瓶和剩余石英砂的重量 $w_2(g)$ 。

以同样方法转移0.3~0.4g石英砂于2号坩埚中，再准确称出称量瓶和剩余石英砂的重量 $w_3(g)$ 。

d. 准确称出两个坩埚加石英砂的重量，分别记为 $w_4(g)$ 和 $w_5(g)$ 。

e. 在实验报告上作称量记录并进行数据处理。

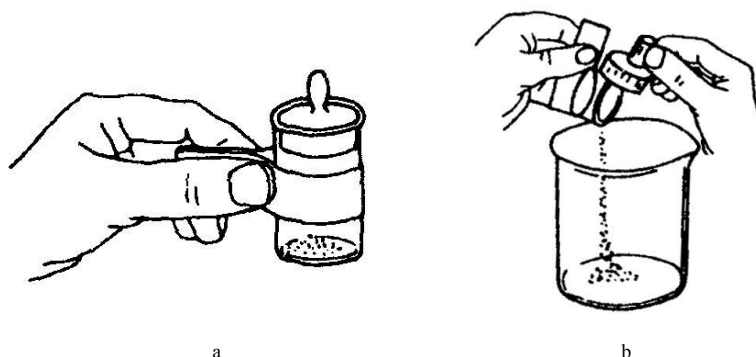


图 称量瓶拿法和倾出试样的操作

3. 天平的操作程序

(1) 天平的检查。

高参考价值的真题、答案、学长笔记、辅导班课程，访问：www.kaoyancas.net

① 取下天平罩，放在统一位置，检查门是否关好。

② 检查框罩内外天平、天平盘是否洁净，若不净，用软毛刷刷净。

③ 检查天平是否处理水平位置，若不在，轻旋水平调节。

④ 检查天平是否电源插好，处于待机状态，即在左下角显示“O”，若“O”不显示在左上角，请按“ON”。

(2) 称量操作

见说明书

四、注意事项

1. 称坩埚、称量瓶之前，均要检查天平零点。

2. 启动天平和旋转指数盘时，动作要轻、缓。

3. 分析天平标尺向哪边移，说明哪边重。

4. 原始记录必须记在实验报告纸上。

5. 称量瓶与小坩埚除放在干燥器内和天平盘上外，须放在洁净的纸上，不得随意乱放，以免沾污。

6. 称量物体的温度必须与天平温度相同，有腐蚀性的物质或吸湿性物体必须放在密闭容器内称量。

7. 不得超载称量。

8. 读数时必须关好侧门。

9. 一个实验使用同一台天平与砝码完成全部测定，以减少称量误差。

10. 称量完毕后，应切断天平电源及清洁框罩内外，盖上天平罩等。

11. 请将称量瓶、小烧杯、牛角匙、纸条等放回指定位置。

12. 发现天平有毛病，应立即告知教师，不要自己修理，以免引起更大的损坏。

实验四 金属镁原子量的测定

(称量练习二)

Exp.4 The Measurement of Atomic Weight of Mg Metal

一、实验目的

1. 进行使用天平的操作训练;
2. 练习测量气体体积的操作;
3. 学会使用气压计;
4. 了解气体分压概念;
5. 了解数据处理的一般方法。

二、实验原理

金属从稀酸中置换出氢气时^①，由氢气的质量与消耗掉的金属的质量可以计算出金属的原子量。准确称取一定质量的金属镁，使之与过量的稀硫酸作用，在一定温度 (t) 和压力下测出被置换出来的氢气的体积 (V_{H_2})，由理想气体公式便可算出氢气的质量 (w_{H_2})。

$$w_{H_2} = p_{H_2} V_{H_2} M_{H_2} / (RT)$$

式中 p_{H_2} 为氢气的分压， M_{H_2} 为氢的分子量， R 为气体常数， T 为绝对温度。

由于量气管内收集的氢气是被水蒸汽所饱和的，根据分压定律，若量气管内气压等于大气压时，其压力 P 是氢气压 p_{H_2} 与饱和水蒸汽压 p_{H_2O} 的总和，即

$$P = p_{H_2} + p_{H_2O} \quad p_{H_2} = P - p_{H_2O}$$

利用镁与氢相互置换时的质量关系，便可以计算出镁的原子量：

$$M_{Mg} = 2.016 w_{Mg} / w_{H_2}$$

三、实验物品

万分之一天平

镁条、镊子、砂纸

仪器装置 如图 反应管、连接导管和塞子、量气管、储水管、漏斗

$2 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3} \text{ H}_2\text{SO}_4$ 、甘油、漏斗、 5 cm^3 量筒

温度计

① 此置换法可测某些合金组成，如 Zn—Al 合金，也可测 Zn 或 Al 摩尔质量，还可测气体常数 R 。

四、实验内容

1. 称量：用分析天平准确称取三份已擦去表面氧化膜的镁条，每份重在 0.030 克左右 (0.025~0.035g)。

2. 赶气泡：往量气管 1 内装水至略低于刻度“0”的位置，上下移动漏斗 2 以赶走附着在胶管和量气管壁上的气泡，然后把被接反应管 3 和量气管 1 的塞子塞紧。

3. 检查装置是否漏气：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，以后 (约 3~5 分钟) 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，这时就要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. 装硫酸，贴镁条：取下反应管，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刻度“0~5” cm^3 之间。然后，用一漏斗将 $5\text{cm}^3 2\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3} \text{H}_2\text{SO}_4$ 注入反应管中 (切勿使酸沾在试管壁上)。稍稍倾斜试管，将镁条用少量甘油湿润一下，贴在试管壁上部，确保镁条不与硫酸接触。装好试管，塞紧橡皮塞，再检查一次装置是否漏气。

5. 化学反应：把漏斗移至量气管的右测，使两者的液面保持同一水平，记下量气管中的液面位置。把反应管底部略微抬高，以使镁条与稀硫酸接触，这时由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，漏斗也应相应地向下移动，使管内液面和漏斗中液面保持同一水平。

6. 记录液面位置：镁条反应后，待反应管冷至室温，然后使漏斗与量气管的液面处于同一水平，记下液面位置，稍等 1~2 分钟，再记录液面位置，如果两次读数相等，表明管内气体温度已与室温一样。

7. 记下室内温度和当时的大气压力。

用已称量的另外两份镁条重复两次实验。

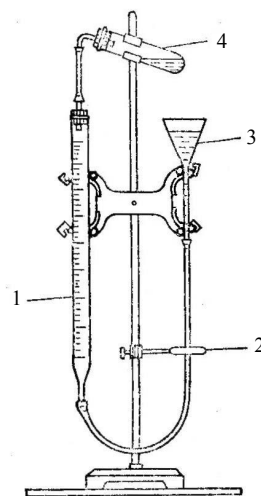


图 气体常数的测定

1. 量气管 2. 铁环 3. 漏斗
4. 反应管(可用离心试管)

实验五 硝酸钾的制备及提纯

Exp.5 The Preparation and Purification of Potassium Nitrate

一、实验目的

1. 了解水溶液中利用离子相互反应来制备无机化合物的一般原理和步骤。
2. 了解结晶和重结晶的一般原理和操作方法。
3. 掌握固体溶解、加热蒸发的基本操作。
4. 掌握减压过滤（包括热过滤）的基本操作。

二、实验原理

本实验用 KCl 和 NaNO_3 来制备 KNO_3 : $\text{NaNO}_3 + \text{KCl} = \text{KNO}_3 + \text{NaCl}$

在 NaNO_3 和 KCl 的混合溶液中，同时存在 Na^+ 、 K^+ 、 Cl^- 和 NO_3^- 四种离子。由它们组成的四种盐在不同温度下的溶解度（g / 100g 水）如下表所示：

	10℃	30℃	50℃	80℃	100℃
KNO_3	21.2	45.5	83.5	167	246.0
KCl	31.0	37.0	42.6	51.1	56.7
NaNO_3	88.0	95.0	114	148	180.0
NaCl	35.7	36.1	36.8		39.8

由上述数据可看出，在 20℃ 时，除硝酸钠以外，其它三种盐的溶解度都差不多，因此不能使硝酸钾晶体析出。但是随着温度的升高，氯化钠的溶解度几乎没有多大改变，而硝酸钾的溶解度却增大得很快。因此只要把硝酸钠和氯化钾的混合溶液加热，在高温时氯化钠的溶解度小，趁热把它滤去，然后冷却滤液，则因硝酸钾的溶解度急剧下降而析出。

在初次结晶中一般混有一些可溶性杂质，为了进一步除去这些杂质，可采用重结晶方法进行提纯。

（这里需要指出的是，上述表中溶解度都是单组分体系的数据，混合体系中各物质的溶解度数据是会有差异的。但不影响为理解原理而进行的有关计算和讨论。）

三、实验物品

NaNO_3 、KCl 固体

饱和 KNO_3 溶液

$0.1\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ AgNO_3 （滴瓶）

50cm³ 烧杯、20cm³ 量筒

两支试管

粗称仪器（简称“粗称”）：台称、称量纸、药匙

加热装置（简称“加热”）：燃气灯、三脚架（铁架台+双顶丝夹+铁圈）、石棉网、火柴

减压过滤装置（简称“抽滤”）：布氏漏斗、圆形定性滤纸、剪刀、单孔橡皮塞、吸滤瓶、SHB-II 循环水多用真空泵、橡皮管

四、实验内容

1. 硝酸钾的制备

在 50cm^3 烧杯中加入 8.5 克 NaNO_3 和 7.5 克 KCl ，再加入 15cm^3 蒸馏水。

将烧杯放在石棉网上，用小火加热、搅拌，使其溶解，继续加热蒸发至原体积的三分之二，这时烧杯内开始有较多晶体析出（什么晶体？）。趁热减压过滤，滤液中很快出现晶体（这又是什么晶体？）。

另取 8cm^3 蒸馏水加入吸滤瓶中，使结晶重新溶解，并将溶液转移至烧杯中缓缓加热，蒸发至原有体积的三分之二，静置、冷却（可用冷水浴冷却），待结晶重新析出，再进行减压过滤。用饱和 KNO_3 溶液滴洗两遍，将晶体抽干、称量、计算实际产率。

将粗产品保留少许（0.5g）供纯度检验用，其余的产品进行下面重结晶。

2. 硝酸钾的提纯

按重量比为 $\text{KNO}_3:\text{H}_2\text{O} = 2:1$ 的比例，将粗产品溶于所需蒸馏水中，加热并搅拌，使溶液刚刚沸腾即停止加热（此时，若晶体尚未溶解完，可加适量蒸馏水使其刚好溶解完）。冷却到室温后，抽滤并用饱和 KNO_3 溶液 $4\sim 6\text{cm}^3$ ，用滴管逐滴加于晶体的各部位洗涤、抽干、称量。

3. 产品纯度的检验

取少许粗产品和重结晶后所得 KNO_3 晶体分别置于两支试管，用蒸馏水配成溶液，然后各滴 2 滴 $0.1\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{AgNO}_3$ 溶液，观察现象，并作出结论。

附 1. 减压过滤（称抽滤或“吸滤”）

如图 1 所示，由布氏漏斗“1”，通过橡皮塞装在吸滤瓶“2”的口上，吸滤瓶的支管与真空泵“3”的橡皮管相接，被滤物转入铺有滤纸的布氏漏斗中。由于真空泵中急速水流不断将空气带走，使吸滤瓶内造成负压，促使液体较快通过滤纸进入瓶底，沉淀留在布氏漏斗中。

训练减压过滤法，需掌握五个要点：(1) 抽滤用的滤纸应比布氏漏斗的内径略小一些，但又能把瓷孔全部盖没；(2) 布氏漏斗端的斜口应该面对（不是背对）吸滤瓶的支管；(3) 将滤纸放入漏斗并用蒸馏水润湿后，慢慢打开水泵，先抽气使滤纸贴紧，然后才能往漏斗内转移溶液；(4) 在停止过滤时，应先拔去连接吸滤瓶的橡皮管，后关掉连接水泵的自来水开关；(5) 为使沉淀抽得更干，可用塞子或小烧杯底部紧压漏斗内的沉淀物。

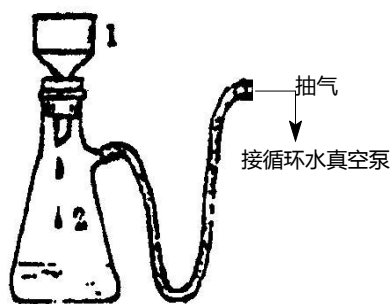


图1 减压过滤

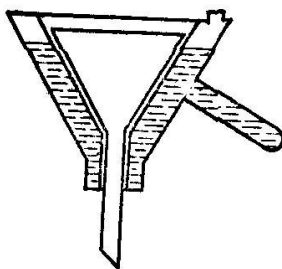


图2 普通热过滤漏斗

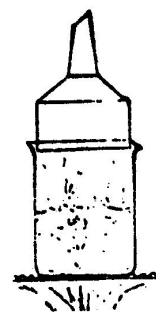


图3 加热布氏漏斗

附2. 热过滤

如果溶液中的溶质在温度下降时容易析出大量结晶，而我们又不希望它在过滤过程中留在滤纸上，这时就要趁热进行过滤。热过滤有普通热过滤和减压热过滤两种。普通热过滤是将普通漏斗放在铜质的热漏斗内（图2），铜质热漏斗内装有热水，以维持必要的温度。减压热过滤是先将滤纸放在布氏漏斗内并润湿之，再将它放在水浴上以热水或蒸气加热（图3），然后快速完成过滤操作。

实验六 粗食盐的提纯

Exp.6 The Purification of Rough Table Salt

一、实验目的

根据已学的知识，在总结碱金属、碱土金属实验的基础上，按照自己设计的方案提纯粗食盐。

二、实验原理

1. 粗食盐中含有泥、砂等不溶性杂质以及钙、镁、钾、硫酸根离子等可溶性杂质。
2. 在考虑除去钙、镁、硫酸根离子等杂质时，应首先查阅它们难溶盐的溶解度数据，并在不引进新的杂质或者所引进的杂质能在下一步操作中除去的原则下，选择除去上述离子的沉淀剂。

三、实验内容

1. 设计出实验方案（包括详细步骤和每一操作的具体条件），经指导教师批准后，开始进行实验。
2. 称取粗食盐 20 克，溶于尽可能少的水中，进行提纯。

四、产品检验

1. NaCl 含量测定

称约 0.2 克经烘干的样品称准至 0.0002 克，于锥形瓶中用 70 cm³ 水溶解，加 3 ~ 5 滴 0.5% 荧光红酒精溶液和 10 cm³ 不含氧化的 0.5% 淀粉溶液，然后在不停地摇荡下，用 0.1 mol · dm⁻³ AgNO₃ 标准溶液滴定，至混浊液颜色突变（呈现粉红色）为止。

NaCl 含量百分数 (x) 按下式计算：

$$x = M \cdot V \times 0.05845 \times 100 / G = 5.845MV / G$$

式中， V — AgNO₃ 标准溶液的用量(cm³)，

M — AgNO₃ 标准溶液的物质的量浓度，

G — 样品克数，

0.05845 — 每毫摩尔 NaCl 的克数，NaCl 含量应不低于 99.8%。

2. 粗食盐和产品纯度的检验

取少量粗食盐和提纯后的氯化钠，分别溶于少量蒸馏水中，用下面方法检验比较它们的纯度。

(1) 硫酸根离子的检验

往盛有粗食盐和纯 NaCl 溶液的两支试管(两种试液)中，分别加入几滴 0.2 mol · dm⁻³ BaCl₂ 溶液，观察有无 BaSO₄ 沉淀产生。

(2) 钙离子检验

往两种试液中加入几滴饱和草酸钠溶液，观察有无草酸钙沉淀生成。

(3) 镁离子的检验

往两试液中分别滴加 6 mol · dm⁻³ NaOH 溶液，使之呈碱性。再加入几滴镁试剂溶液，

高参考价值的真题、答案、学长笔记、辅导班课程，访问：www.kaoyancas.net

溶液呈蓝色时，表示镁离子存在。

实验七 容量分析操作练习（一）

Exp.7 The Operation Exercise of Volume Analysis （一）

一、实验目的

认识各种容量仪器，掌握容量仪器的正确洗涤方法及试液的配制方法。

二、实验物品

滴定仪器（简称“滴定”）：滴定台，蝴蝶夹，酸式滴定管、碱式滴定管各一支，滤纸

移液仪器（简称“移液”）：移液管架、吸耳球、滤纸、25cm³移液管一支

250cm³锥形瓶三个

500cm³烧杯两个、100、250cm³烧杯各一个、搅拌棒

500cm³试剂瓶两个（玻璃瓶、塑料瓶各一个）

100cm³量筒、25cm³量杯各一个

盐酸：2 mol · dm⁻³

固体氢氧化钠：A.R.

固体重铬酸钾：C.P.

硫酸：L.R.

三、实验内容

1. 配制铬酸洗液：称取 7.5g K₂Cr₂O₇放入 250cm³烧杯中，加入 10cm³蒸馏水，加热溶解。待溶解后取下稍冷，沿壁慢慢倒入 150cm³浓硫酸，并不断搅拌，加热使之完全溶解。冷却后倒入玻璃试剂瓶中备用。

2. 酸式滴定管（酸管）的准备：酸管是滴定分析中经常使用的一种滴定管。除了强碱溶液外，其他溶液作为滴定剂时一般均采用酸管。

(1) 使用前，首先应检查活塞与活塞套是否配合紧密，如不密合将会出现漏水现象，则不宜使用。其次应充分清洗。根据沾污程度，可采用下列方法清洗：

a. 用自来水冲洗；

b. 用滴定管刷（特别的软毛刷）蘸合成洗涤剂刷洗，但铁丝部分不得碰到管壁。

c. 用前法不能洗净时，可用铬酸洗液洗。为此，加入 5~10cm³洗液，边转动边将滴定管放平，并将滴定管口对着洗液瓶口，以防洗液撒出。洗净后，将洗液从管口放回原瓶，最后打开活塞将剩余的洗液从出口管放回原洗液瓶中。必要时也可在酸管中加满洗液进行浸泡清洗。

d. 另外，可以根据具体的沾污情况，采用针对性洗涤液进行洗涤。例如管内壁残留二氧化锰时，可应用草酸、亚铁盐溶液或过氧化氢加酸溶液进行洗涤。

用各种洗涤剂清洗后，都必须用自来水充分洗净，并将管外壁擦干，以便观察内壁是否挂水珠。

(2) 为了使活塞转动灵活并克服漏水现象，需将活塞涂油（如凡士林油或真空油脂）。操作方法如下：

a. 取下活塞小头处的小橡皮圈，再取出活塞；

b. 用滤纸将活塞和活塞套擦干，并注意勿使滴定管内壁的水再次进入活塞套（将滴定管平放在实验台面上）。

c. 用手指将油脂抹在活塞的两头或用手指把油脂涂在活塞的大头和活塞套小口的内侧（如图1）。油脂涂得要适当。涂得太少，活塞转动不灵活，且易漏水；涂得太多，活塞孔容易被堵塞。油脂绝对不能涂在活塞孔的上下两侧，以免旋转时堵住活塞孔。

d. 将活塞插入活塞套中。插时，活塞孔应与滴定管平行，径直插入活塞套，不要转动活塞，这样可以避免将油脂挤到活塞孔中。然后向同一方向旋转活塞，直到活塞和活塞套上的油脂层全部透明为止。最后套上小橡皮圈。

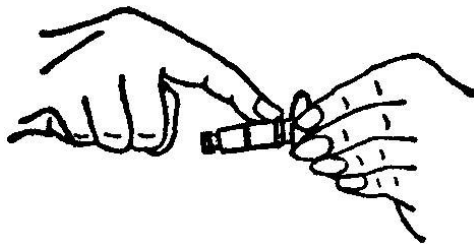


图1 活塞涂油

经上述处理后，活塞应转动灵活，油脂层没有纹络。

(3) 用自来水充满滴定管，将其放在滴定管架上垂直静置约2分钟，观察有无水滴漏下。然后将活塞旋转 180° ，再如前检查，如果漏水，应重新涂油。

若出口管尖被油脂堵塞，可将它插入热水中温热片刻，然后打开活塞，使管内的水突然流下，将软化的油脂冲出。油脂排除后，即可关闭活塞。也可以用细钢丝进行疏通，但不能损坏出口管尖。

管内的自来水从管口倒出，出口管内的水从活塞下端放出（注意，从管口将水倒出时，务必不要打开活塞，否则活塞上的油脂会冲入滴定管，使内壁重新被沾污）。然后用蒸馏水洗三次。第一次用 10cm^3 左右，第二及第三次各 5cm^3 左右。洗时，双手持滴定管身两端无刻度处，边转边倾斜滴定管，使水布满全管并轻轻振荡。然后直立，打开活塞将水放掉，同时冲洗出口管。也可将大部分水从管口倒出，再将余下的水从出口管放出。每次放掉水时，应尽量不使水残留在管内。最后，将管的外壁擦干。

3. 碱式滴定管（碱管）的准备

使用前应检查乳胶管和玻璃珠是否完好。若胶管已老化，玻璃珠过大（不易操作）或过小（漏水），应予更换。

碱管的洗涤方法和酸管相同。在需要用洗液洗涤时，可除去乳胶管用塑料乳头堵住碱管下口进行洗涤。如必须用洗液浸泡，则将碱管倒夹在滴定管架上，管口插入洗液瓶中，乳胶管处连接抽气泵，用手捏玻璃珠处的乳胶管，吸取洗液，直到充满全管但不接触乳胶管，然后放开手，任其浸泡。浸泡完毕，轻轻捏乳胶管，将洗液缓慢放出。

在用自来水冲洗或用蒸馏水清洗碱管时，应特别注意玻璃珠下方死角处的清洗。为此，在捏乳胶管时应不断改变方位，使玻璃珠的四周都洗到。

4. 25cm^3 移液管的准备

移液管用来准确移取一定体积的溶液。在标明的温度下，先使溶液的弯月面下缘与移液管标线相切，再让溶液按一定方法自由流出，则流出的溶液的体积与管上所标明的体积相同。

使用前，移液管应该洗净，使整个内壁和下部的内壁不挂水珠，

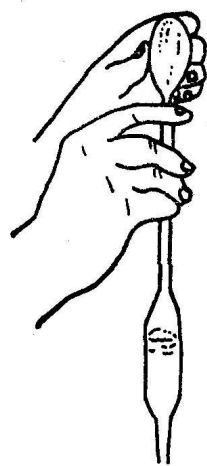


图2 吸取溶液

高参考价值的真题、答案、学长笔记、辅导班课程，访问：www.kaoyancas.net

为此，可先用自来水冲洗一次，再用铬酸洗液洗涤。以左手持洗耳球，将食指或拇指放在洗耳球的上方，右手手指拿住移液管管茎标线以上的地方，将洗耳球紧接在移液管口上（如图2）。管尖贴在吸水纸上，用洗耳球打气，吹去残留水。然后排除耳球中空气，将移液管插入洗液瓶中，左手拇指或食指慢慢放松，洗液缓缓吸入移液管球部约 $1/4$ 处。移去洗耳球，再用右手食指按住管口，把管横过来，左手扶住管的下端，慢慢开启右手食指，一边转动移液管，一边使管口降低，让洗液布满全管。洗液从上口放回原瓶，然后用自来水充分冲洗，再用洗耳球吸取蒸馏水，将整个内壁洗三次，洗的方法同前，但用过的水应从下口放出。每次用水量：移液管以液面上升到球部或吸量管全管约 $1/5$ 为度。也可用洗瓶从上口进行吹洗，最后用洗瓶吹洗管的下部外壁。

5. $0.1\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 盐酸溶液的配制

用量筒量取 20cm^3 、 $2\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 的盐酸放入 500cm^3 烧杯中，再加入 380cm^3 蒸馏水，转入 500cm^3 玻璃试剂瓶中，摇匀、备用。

6. $0.1\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 氢氧化钠溶液的配制

用 100cm^3 烧杯在台称上称取 1.6g 固体氢氧化钠，加入 50cm^3 蒸馏水，搅拌使其完全溶解，然后转入 500cm^3 塑料试剂瓶内，再加入 350cm^3 蒸馏水，拧紧瓶盖、摇匀、备用。

实验八 容量分析操作练习（二）

Exp.8 The Operation Exercise of Volume Analysis（二）

一、实验目的

掌握容量仪器的操作技术，练习正确读数，正确观察滴定终点。为容量分析实验作好准备。

二、实验物品

“滴定”、“移液”、试剂、烧杯、洗瓶、读数卡、拌棒、250cm³锥形瓶

0.1 mol · dm⁻³ 盐酸（自配）

0.1 mol · dm⁻³ 氢氧化钠溶液（自配）

酚酞指示剂：0.5%乙醇溶液

甲基橙指示剂：0.1%水溶液

三、实验内容

1. 操作溶液装入滴定管中

装入操作溶液前，应将试剂瓶中的溶液摇匀，使凝结在瓶内壁上的水珠混入溶液，这在天气比较热，室温变化较大时更为必要。混匀后将操作溶液直接倒入滴定管中，不得用其他容器（如烧杯、漏斗等）来转移。此时，左手前三指持滴定管上部无刻度处，并可稍微倾斜，右手拿住细口瓶往滴定管中倒溶液。小瓶可以手握瓶身（瓶签向手心），大瓶则仍放在桌上，手拿瓶颈使瓶慢慢倾斜，让溶液慢慢沿滴定管内壁流下。

用摇匀的操作溶液将滴定管洗三次（第一次 10cm³，大部分可由上口放出，第二、第三次各 5cm³，可以从出口管放出，洗法同前）。应特别注意的是，一定要使操作溶液洗遍全部内壁，并使溶液接触管壁 1~2 分钟，以便与原来残留的溶液混合均匀。每次都要打开活塞冲洗出口管，并尽量放出残留液。对于碱管，仍应注意玻璃球下方的洗涤。最后，将操作溶液倒入，直到充满至零刻度以上为止。

注意检查滴定管的出口管是否充满溶液，酸管出口管及活塞透明，容易看出（有时活塞孔中暗藏着的气泡，需要从出口管快速放出溶液时才能看见），碱管则需对光检查乳胶管内及出口管内是否有气泡或有未充满的地方。为使溶液充满出口管，在使用酸管时，右手拿滴定管上部无刻度处，并使滴定管倾斜约 30°，左手迅速打开活塞使溶液冲出（下面用烧杯承接溶液，或到水池边使溶液放到水池中），这时出口管中应不再留有气泡。若气泡仍未能排出，可重复上述操作。如仍不能使溶液充满，可能是出口管未洗净，必须重洗。在使用碱管时，装满溶液后，右手拿滴定管上部无刻度处稍倾斜，左手拇指和食指拿住玻璃珠所在的位置并使乳胶管向上弯曲，出口管斜向上，然后在玻璃珠部位往一旁轻轻捏橡皮管，使溶液从出口管喷出

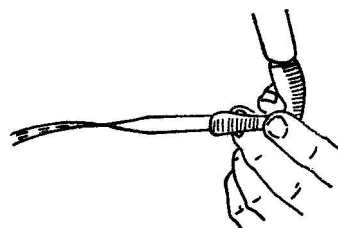


图 1 排气操作

（如图 1）（下面用烧杯接溶液，同酸管排气泡），再一边捏乳胶管，一边将乳胶管放直，注意当乳胶管放直后，再松开拇指和食指，否则出口管仍会有气泡。最后，将滴定管的外

壁擦干。

2. 滴定管的读数

读数时应遵循下列原则：

(1) 装满或放出溶液后，必须等 1~2 分钟，使附着在内壁的溶液流下来，再进行读数。如果放出溶液的速度较慢（例如，滴定到最后阶段，每次只加半滴溶液时），等 0.5~1 分钟，即可读数。每次读数前要检查一下管壁是否挂水珠，管尖是否有气泡。

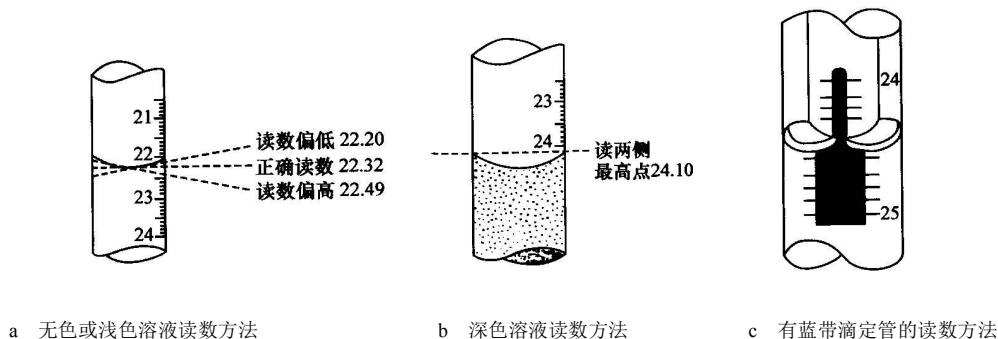


图 2 滴定管读数

(2) 读数时，滴定管可以夹在滴定管架上，也可以用手拿滴定管上部无刻度处。不管用哪一种方法读数，均应使滴定管保持垂直。

(3) 对于无色或浅色溶液，应读取弯月面下缘最低点，读数时，视线在弯月面下缘最低点处，且与液面成水平（如图 2-a）；溶液颜色太深，可读液面两侧的最高点（如图 2-b）。此时，视线应与该点成水平。注意初读数与终读数必须采用同一标准。

(4) 必须读到小数点后第二位，即要求估计到 0.01cm^3 。在估计读数时，应该考虑到刻度线本身的宽度。

(5) 为了便于读数，可在滴定管后衬一黑白两色的读数卡。读数时，将读数卡衬在滴定管背后，使黑色部分在弯月面下约 1mm 左右，弯月面的反射层即全部成为黑色（如图 3）。读此黑色弯月面下缘的最低点。但对深色溶液而须读两侧最高点时，可以用白色卡片为背景。

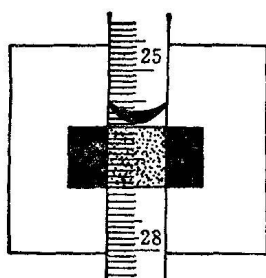


图 3 读数卡使用

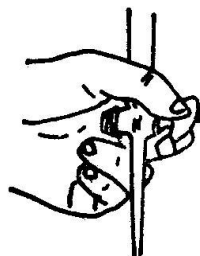


图 4 酸管活塞操作

(6) 若为乳白板兰线衬背滴定管，无色溶液有两个弯月面相交于滴定管的某一点（如图 2-c），读数时视线应与此点在同一水面面上，即取兰线上下两尖端相对点的位置读数。如为有色溶液，应使视线与液面两侧的最高点相切。

(7) 读取初读数前，应将管尖悬挂着的溶液除去。滴定至终点时应立即关闭活塞，并注意不要使滴定管中的溶液有稍许流出，否则终读数便包含流出的半滴液。因此，在读取

高参考价值的真题、答案、学长笔记、辅导班课程，访问：www.kaoyancas.net

终读数前，应注意检查出口管尖是否悬挂溶液，如有，则此次读数不能取用。

(8) 注意，在同一次实验中，每次读数时应保证从关闭活塞到读数这段时间间隔基本相同。

(9) 由于滴定管体积标刻不可避免会有误差，在使用滴定管时，最好固定使用 $0 \sim 30\text{cm}^3$ 这一段，使得结果重现性较好。

3. 滴定管的操作方法

进行滴定时，应将滴定管垂直地夹在滴定管架上。

如使用的是酸管，左手无名指和小手指向手心弯曲，轻轻地贴着出口管，用其余三指控制活塞的转动（如图4）。但应注意不要向外拉活塞以免推出活塞造成漏水；也不要过分往里扣，以免造成活塞转动困难，不能操作自如。

如使用的是碱管，左手无名指及小手指夹住出口管，拇指与食指在玻璃珠所在部位同一旁（左右均可）捏乳胶管，使溶液从玻璃珠旁空隙处流出（如图5）。注意：(1) 不要用力捏玻璃珠，也不能使玻璃珠上下移动；(2) 不要捏到玻璃珠下部的乳胶管；(3) 停止滴定时，应先松开拇指和食指，最后再松开无名指和小指。

无论使用哪种滴定管，都必须掌握下面三种加液方法：(1) 逐滴连续滴加；(2) 只加一滴；(3) 使液滴悬而未落，即加半滴。



图5 碱管操作

4. 滴定操作

滴定操作可在锥形瓶和烧杯内进行，并以白瓷板作背景。

在锥形瓶中滴定时，用右手前三指拿住锥形瓶瓶颈，使瓶底离瓷板约 $2 \sim 3\text{cm}$ 。同时调节滴管的高度，使滴定管的下端伸入瓶口约 1cm 。左手按前述方法滴加溶液，右手运用腕力摇动锥形瓶，边滴加溶液边摇动（如图6）。滴定操作中应注意以下几点：

(1) 摇瓶时，应使溶液向同一方向作圆周运动（左右旋转均可），但勿使瓶口接触滴定管，溶液也不得溅出。

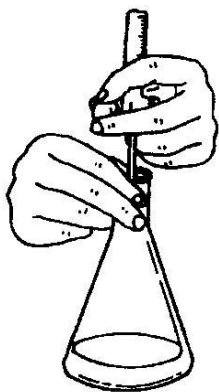
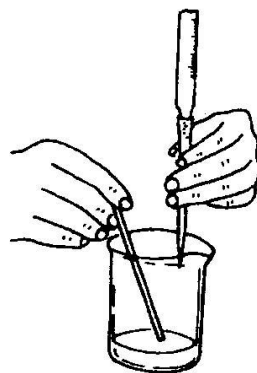


图6 滴定操作图



7 烧杯中滴定

(2) 滴定时，左手不能离开活塞任其自流。

(3) 注意观察溶液滴落点周围溶液颜色的变化。

(4) 开始时，应边摇边滴，滴定速度可稍快，但不能流成“水线”。接近终点时，应改为加一滴，摇几下。最后，每加半滴溶液就摇动锥形瓶，直至溶液出现明显的颜色变化。

高参考价值的真题、答案、学长笔记、辅导班课程，访问：www.kaoyancas.net

加半滴溶液的方法如下：微微转动活塞，使溶液悬挂在出口管嘴上，形成半滴，用锥形瓶内壁将其沾落，再用洗瓶以少量蒸馏水吹洗瓶壁。

用碱管滴加半滴溶液时，应先松开拇指和食指，将悬挂的半滴溶液沾在锥形瓶内壁上，再放开无名指与小指。这样可以避免出口管尖出现气泡而造成读数误差。

(5) 每次滴定最好都从 0.00 开始（或从零附近的某一固定刻度线开始），这样可以减少误差。

在烧杯中进行滴定，将烧杯放在白瓷板上，调节滴定管的高度，使滴定管下端伸入烧杯内 1cm 左右。滴定管下端应位于烧杯中心的左后方，但不要靠壁过近。右手持搅拌棒在右前方搅拌溶液。在左手滴加溶液的同时，搅拌棒应作圆周搅动，但不得接触烧杯壁和底（如图 7）。

当加半滴溶液时，用搅棒下端承接悬挂的半滴溶液，放入溶液中搅拌。注意，搅拌只能接触液滴，不能接触滴定管尖。其他注意点同上。

5. 在酸式滴定管中装入 $0.1\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 盐酸，调节至 0.00cm^3 刻度。

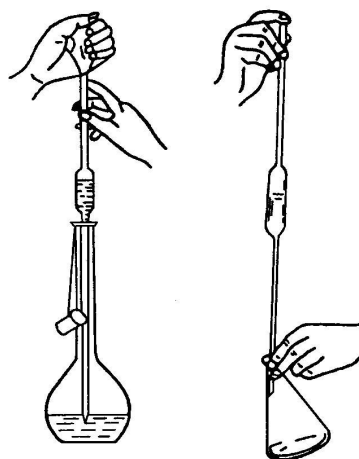
6. 在碱式滴定管中装入 $0.1\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ NaOH 溶液，调节至 0.00cm^3 刻度。以每分钟 10cm^3 的速度放出 20.00cm^3 的 NaOH 溶液至 250cm^3 锥形瓶中。加入 1 滴甲基橙指示剂（注意：滴管要垂直加入），用 $0.1\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ HCl 溶液滴定至溶液由黄变橙，记下读数。自碱式滴定管中再放出 2.00cm^3 NaOH 溶液（此时滴定管读数为 22.00cm^3 ），继续用 HCl 溶液（不要重新装入 $0.1\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ HCl 溶液）滴定至橙色，记下读数。如此继续，每次加入 2.00cm^3 NaOH 溶液，得到一系列 HCl 滴定数据（累积体积，即从 0.00 开始），求历次滴定的体积比 $V_{\text{HCl}}/V_{\text{NaOH}}$ ，各次相对偏差应不超过 2%。

7. 用移液管吸取 25.00cm^3 、 $0.1\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ HCl 溶液于 250cm^3 锥形瓶中，加入 4 滴酚酞指示剂，用 $0.1\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ NaOH 溶液滴定至粉红色刚刚出现为止（半分钟内不褪色即为终点），记下读数。平行滴定三份，计算 $V_{\text{HCl}}/V_{\text{NaOH}}$ ，相对偏差应不超过 2%，即 3 次之间所消耗的 NaOH 溶液的体积的最大差值不超过 $\pm 0.04\text{cm}^3$ 。

附：移液管的使用

(1) 移取溶液前，必须用滤纸将尖端内外的水除去，然后用待吸溶液洗三次。方法是：将待吸溶液吸至球部（尽量勿使溶液流回，以免稀释溶液）。以后的操作，按铬酸洗液洗涤移液管的方法进行，但用过的溶液应从下口放出弃去。

(2) 移取溶液时，将移液管直接插入待吸溶液液面下 1~2cm 深处，不要伸入太浅，以免液面下降后造成吸空；也不要伸入太深，以免移液管外壁附有过多的溶液。移液时将洗耳球紧接在移液管口上，并注意容器中液面和移液管尖位置，应使移液管随液面下降而下降。当液面上升至标线以上时，迅速移去洗耳球，并用右手食指按住管口，左手改拿盛待吸液的容器。将移液管向上提，使其离开液面，并将管的下部伸入溶液的部分沿待吸液容器内壁轻转两圈，以除去管外壁上的溶液。然后使容器倾斜成约 45° ，其内壁



a 吸收液体

b 放出液体

高参考价值的真题、答案、学长笔记、辅导班课程，访问：www.kaoyancas.net

与移液管尖紧贴，移液管垂直，此时微微松动右手食指，使液面缓慢下降，直到视线平视时弯月面与标线相切时，立即按紧食指，左手改拿接受溶液的容器，将接受容器倾斜，使内壁紧贴移液管尖成 45° 倾斜。松开右手食指，使溶液自由地沿壁流下（如图 8）。待液面下降到管尖后，再等 15 秒钟后取出移液管。注意，除非特别说明需要“吹”的以外，管尖最后留有的少量溶液不能吹入接受器中，因为在检定移液管体积时，就没有把这部分溶液算进去。

实验九 中和法测定盐酸和氢氧化钠溶液的浓度

Exp.9 The Measurement of Concentrations of HCl(aq) and NaOH(aq) by Neutral Titration

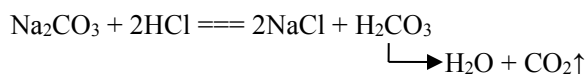
一、实验目的

1. 进一步练习滴定操作
2. 测定盐酸和氢氧化钠溶液的浓度

二、实验原理

利用酸碱中和反应，可测定酸或碱的浓度。

盐酸浓度的标定是以 Na_2CO_3 作为基准物质，甲基橙作指示剂，滴定至溶液由黄色到橙色即为终点。



氢氧化钠溶液浓度的测定是以甲基橙为指示剂，用标准盐酸溶液滴定氢氧化钠溶液，滴定至溶液由黄色变为橙色即为终点。

三、实验物品

固体 Na_2CO_3 : A.R. (270°C 干燥 2 小时，保持在干燥器内)

甲基橙指示剂: 0.1% 水溶液

$0.1\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 盐酸溶液 (配制方法同实验八)

未知碱液 (向实验老师领取)

仪器:

烘箱、干燥器、“移液”

万分之一天平、称量瓶

250cm^3 烧杯、容量瓶、锥形瓶

搅拌棒、洗瓶、滴管

四、实验内容

1. 盐酸浓度的标定

在分析天平上用称量瓶准确称取无水碳酸钠 $1.2 \sim 1.5\text{g}$ (精确到 0.1mg)，置于 250cm^3 烧杯中，加 50cm^3 水搅拌溶解后，定量转入 250cm^3 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀备用。

用移液管移取 25.00cm^3 上述 Na_2CO_3 标准溶液于锥形瓶中，加 1 滴甲基橙指示剂，用 HCl 溶液滴定至溶液刚好由黄色变为橙色，即为终点，记下所消耗的 HCl 溶液的体积。平行标定三份。计算出 HCl 溶液的浓度。

2. 未知碱浓度的测定

用移液管移取 25.00cm^3 未知碱液于 250cm^3 锥形瓶中，加 1 滴甲基橙指示剂，用 HCl 标准溶液滴定至溶液由黄色变为橙色即为终点，记下所消耗的 HCl 溶液的体积。平行滴定三份。计算未知碱溶液的浓度。

附：容量瓶使用操作

(1) 容量瓶使用前应先检查

a. 瓶塞是否漏水；b. 标线位置距离瓶口是否太近，如果漏水或标线距瓶口太近，则不宜使用。检查的方法是，加自来水至标线附近，盖好瓶塞后，一手用食指按住塞子，其余手指拿住瓶颈标线以上部分，另一手指尖托住瓶底边缘（如图 1），倒立两分钟。如不漏水，将瓶直立，将瓶塞旋转 180° 后，再倒过来试一次。在使用中，不可将扁头的玻璃磨口塞放在桌面上，以免沾污和搞错。操作时，可用一手的食指及中指（或中指及无名指）夹住瓶塞的扁头（如图 2）。当操作结束时，随手将瓶盖盖上。也可用橡皮圈或细绳将瓶塞系在瓶颈上，细绳应稍短于瓶颈。操作时，瓶塞系在瓶颈上，尽量不要碰到瓶颈，操作结束后立即将瓶塞盖好。在后一种做法中，特别要注意避免瓶颈外壁对瓶塞的沾污。如果是平顶的塑料盖子，则可将盖子倒放在桌面上。

(2) 洗涤容量瓶时，先用自来水洗几次，倒出水后，内壁如不挂水珠，即可用蒸馏水洗好备用。否则就必须用洗液洗涤。先尽量倒去瓶内残留的水，再倒入适量洗液（ 250cm^3 容量瓶，倒入 $10\sim 20\text{cm}^3$ 洗液已足够），倾斜转动容量瓶，使洗液布满内壁，同时将洗液慢慢倒回原瓶。然后用自来水充分洗涤容量瓶及瓶塞，每次洗涤应充分振荡，并尽量使残留的水流尽。最后用蒸馏水洗三次。应根据容量瓶的大小决定用水量，如 250cm^3 容量瓶，第一次约用 30cm^3 ，第二、第三次约用 20cm^3 蒸馏水。

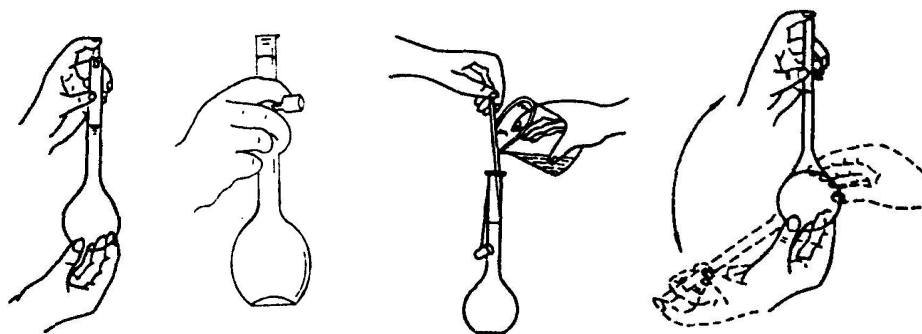


图 1 容量瓶拿法

2 瓶塞拿法

图 3 溶液转移

图 4 振荡容量瓶

(3) 用容量瓶配制溶液时，最常用的方法是将待溶固体称出，置于小烧杯中，加水或其他溶剂将固体溶解，然后将溶液定量转移入容量瓶中。定量转移时，烧杯口应紧靠伸入容量瓶的搅拌棒（其上部不要碰瓶口，下端靠着瓶颈内壁），使溶液沿玻璃棒和内壁流入（如图 3）。溶液全部转移后，将玻璃棒和烧杯稍微向上提起，同时使烧杯直立，再将玻璃棒放回烧杯。注意勿使溶液流至烧杯外壁而受损失。用洗瓶吹洗玻璃棒和烧杯内壁，如前将洗涤液转移至容量瓶中。如此重复多次，完成定量转移。当加水至容量瓶的四分之三左右时，用右手食指和中指夹住瓶塞的扁头，将容量瓶拿起，按水平方向旋转几周，使溶

高参考价值的真题、答案、学长笔记、辅导班课程，访问：www.kaoyancas.net

液大体混匀。继续加水至距离标线约 1cm 处，等 1~2 分钟；使附在瓶颈内壁的溶液流下后，再用细而长的滴管滴加水（注意勿使滴管接触溶液）至弯月面下缘与标线相切（也可用洗瓶加水至标线）。无论溶液有无颜色，一律按照这个标准。即使溶液颜色比较深，但最后所加的水位于溶液最上层，而尚未与有色溶液混匀，所以弯月面下缘仍然非常清楚，不会有碍观察。盖上干的瓶盖。用一只手的食指按住瓶塞上部，其余四指拿住瓶颈标线以上部分。用另一只手的指尖托住瓶底边缘，将容量瓶倒转，使气泡上升到顶，此时将瓶振荡数次，正立后，再次倒转过来进行振荡。如此反复 10 次以上，将溶液混匀。最后放正容量瓶，打开瓶塞，使瓶塞周围的溶液流（如图 4）下，重新塞好塞子后，再倒转振荡 1~2 次，使溶液全部混匀。

实验十 pH 法测定醋酸电离常数 (pH 计)

Exp.10 The Measurement of Ionization constant of Acetic acid by pH Meter

一、实验目的

1. 了解弱酸电离常数的测定方法。
2. 掌握酸度计的使用方法。
3. 加深对电离平衡基本概念的认识。
4. 加深对活度概念的理解。

二、实验物品

pHS-3B 型精密酸度计一套

复合电极

pH = 4.00、pH = 6.86 缓冲溶液，100cm³ 塑料烧杯分装

待测醋酸 0.2 mol · dm⁻³ 标准溶液

0.2 mol · dm⁻³ NaOH 标准溶液

酚酞

“移液”、吸量管 5cm³

“碱式滴定”

锥形瓶 250cm³

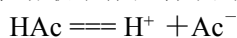
容量瓶 50cm³

烧杯 250cm³、50cm³

镜头纸或宣纸、方块滤纸或纸巾

三、实验原理

醋酸是弱电解质，在水溶液中存在着下列电离平衡：



其电离常数表达式为：

$$K_i = [\text{H}^+][\text{Ac}^-] / [\text{HAc}] \quad (1)$$

设 HAc 的起始浓度为 c ，如果忽略水电离所提供 H^+ 离子的量，则达到平衡时溶液中 $[\text{H}^+] \approx [\text{Ac}^-]$ ，式(1)可改写为：

$$K_i = [\text{H}^+]^2 / c - [\text{H}^+] \quad (2)$$

严格地说，离子浓度应该用活度来代替，式(1)应修正为：

$$K_a = a_{\text{H}^+} \cdot a_{\text{Ac}^-} / a_{\text{HAc}} \quad (3)$$

或

$$K_a = f_{\text{H}^+} [\text{H}^+] \cdot f_{\text{Ac}^-} [\text{Ac}^-] / [\text{HAc}] \quad (4)$$

在弱酸的稀溶液中，如果不存在其它强电解质，由于溶液中离子强度(μ)很小，浓度

高参考价值的真题、答案、学长笔记、辅导班课程，访问：www.kaoyancas.net

和活度非常接近，此时活度系数 $f \approx 1$ ，则

$$K_i \approx K_a$$

K_i 称为浓度电离常数，而 K_a 称为活度电离常数。 K_i 不随溶液的浓度而改变，只随温度的不同而变化。

如果我们配制一系列的已知浓度的醋酸溶液，并用酸度计测定其 pH 值，再换算成 $[H^+]$ （实际上酸度计所测的 pH 值是反映了溶液中 H^+ 离子的有效浓度，即 H^+ 离子的活度值）。利用(2)式，可求得一系列 K_i 值，取其平均值，即为该测定温度下醋酸的电离常数。

电离度 α 定义为：
$$\alpha = [H^+] / c \quad (5)$$

四、实验内容

1. 醋酸溶液浓度的测定

在 250cm³ 烧杯中配制 150cm³、0.2 mol · dm⁻³ 的 HAc 溶液，其精确浓度按下面方法用标准 NaOH 溶液进行标定。

用移液管吸取 25cm³ 所配的 HAc 溶液，置于 250cm³ 锥形瓶中，加入 2 滴酚酞指示剂，用标准 NaOH 溶液滴定至溶液呈微红色，半分钟内不退色即到达终点，记下所用 NaOH 溶液的体积数。重复进行滴定，要求每次所用的 NaOH 溶液体积之差不超过 ±0.05cm³。如此得到三次满意的结果，最后求出所配 HAc 溶液的平均浓度。

2. 配制不同浓度的醋酸溶液

用移液管分别取 25cm³、5cm³ 和 2.5cm³ 已标定过的 HAc 溶液，放入三个洗净的 50cm³ 容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，得到 0.1、0.02 和 0.01 mol · dm⁻³ 的 HAc 溶液。

3. 测定 0.2、0.1、0.02 和 0.01 mol · dm⁻³ HAc 溶液的 pH 值

将上面得到的四种精确浓度的 HAc 溶液，由稀到浓倒入烧杯中，分别用 pH 计测定它们的 pH 值，记录室温。测定中，电极不必用蒸馏水冲洗，只需用滤纸吸干电极上残留液或用下一个待测溶液冲洗电极便可进行溶液测定。

将测得的数据及计算结果写入实验报告中。

附：PHS-3B 型精密酸度计

（一）仪器工作原理

测量原理

仪器使用的 E-201-C9 复合电极是由 pH 玻璃电极与银-氯化银电极组成，玻璃电极作为测量电极，银-氯化银电极作为参比电极，当被测溶液氢离子浓度发生变化时，玻璃电极和银-氯化银电极之间的电动势也随着引起变化，而电动势变化关系符合下列公式：

$$\Delta E(\text{mV}) = 59.16 \times \frac{273 + t^\circ\text{C}}{298} \times \Delta \text{pH}$$

式中： $\Delta E(\text{mV})$ —— 电动势的变化量

ΔpH —— 溶液 pH 值的变化量

t —— 被测溶液的温度℃

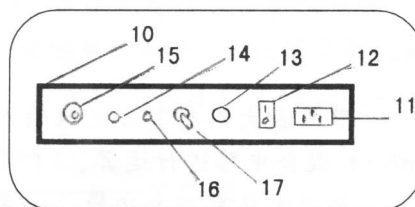
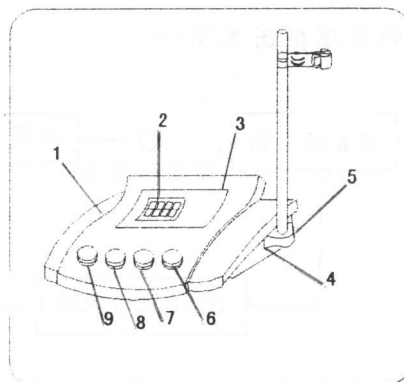
从上式可见，复合电极电动势的变化，比例于被测溶液的 pH 值的变化，仪器经用标

高参考价值的真题、答案、学长笔记、辅导班课程，访问：www.kaoyancas.net
准缓冲溶液标准后，即可测量溶液的 pH 值。

（二）仪器结构

仪器主机：外型结构

- 1 机箱盖
- 2 显示屏
- 3 面板
- 4 机箱底
- 5 电极梗插座
- 6 定位调节旋钮
- 7 斜率补偿调节旋钮
- 8 温度调节旋钮
- 9 选择开关旋钮 (pH、℃、mV)
- 10 仪器后面板
- 11 电源插座
- 12 电源开关
- 13 保险丝
- 14 参比电极接口
- 15 测量电极插座
- 16 测温传感器座
- 17 手动，自动转换开关



复合电极

内参比溶液是零电位等于 7 的含有 Cl^- 的电介质溶液为中性磷酸盐和氯化钾的混合溶液。外参比溶液为 $3 \sim 3.3 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 的 KCl 溶液。

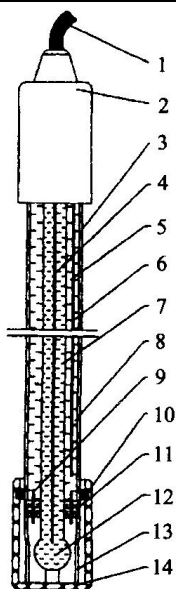


图 复合电极

1. 电极导线 2. 电极帽 3. 电极塑壳 4. 内参比电极 5. 外参比电极 6. 电极支持杆 7. 内参比溶液
8. 外参比溶液 9. 液接面 10. 密封圈 11. 硅胶圈 12. 电极球泡 13. 球泡护罩 14. 护套

(三) 操作步骤

1. 开机前准备

(1) 电极梗(24)旋入电极梗插座(5)，调节电极夹(25)到适当位置。(见图 1)

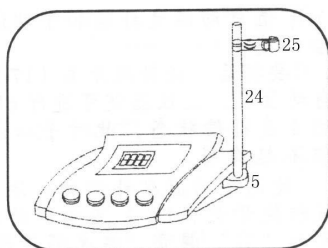


图 1

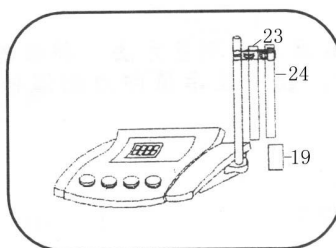


图 2

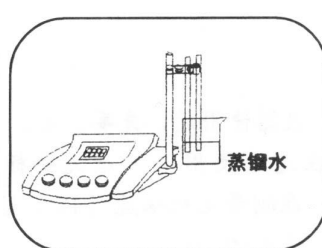


图 3

(2) 复合电极(18)T- 811 温度传感器(23)夹在电极夹(25)上，拉下电极(18)前端的电极套(19) (见图 2)

(3) 用蒸馏水清洗电极 (见图 3)
清洗后再用被测溶液清洗一次。

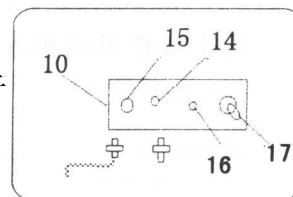
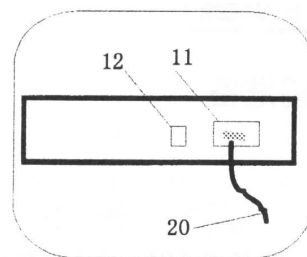
2. 开机

(1) 电源线(20)插入电源插座(11)

(2) 按下电源开关(12)，电源接通后，预热 30min，接着进行标定。

(3) pH 值自动温度补偿和手动温度补偿的使用：

① 只要将后面板转换开关即为：(17)置于自动位置，该仪



高参考价值的真题、答案、学长笔记、辅导班课程，访问：www.kaoyancas.net

器就可进行 pH 值自动温度补偿状态，此时手动温度补偿不起作用。

② 使用手动温度补偿的方法：将温度传感器拨去，后面板转换开关(17)置于手动位置。将仪器“选择”开关置于“℃”调节“温度调节器”，使数字显示值与被测溶液中温度计显示值相同，仪器同样将该温度讯号送入 pH- t 混合电路进行运算，从而达到手动温度补偿的目的。

(4) 溶液温度测量方法：将仪器“选择”开关(9)置于“℃”，数字显示值即为测温传感器所测量的温度值。

3. 标定

仪器使用前，先要标定。一般说来，仪器在连续使用时，每天要标定一次。

(1) 在测量电极插座(15)处拔去 Q9 短路插头(21)；

(2) 在测量电极插座(15)处插上复合电极(18)及 T-811 温度传感器(23)。

(3) 如不用复合电极，则在测量电极插座(15)处插上电极转换器的插头(22A)；玻璃电极插头插入转换器插座(22B)处；参比电极接入参比电极接口(14)处。

(4) 把选择开关旋钮(9)调到 pH 档；

(5) 先测量溶液温度，将“选择”开关置于“℃”数字显示值为溶液温度值。

(6) 把斜率调节旋钮(7)顺时针旋到底(即调到 100%位置)。

(7) 把清洗过的电极插入 pH = 6.86 的缓冲溶液中；

(8) 调节定位旋钮，使仪器显示读数与该缓冲溶液当时温度下的 pH 值相一致(如用混合磷酸盐定位温度为 10℃时，pH = 6.92)

(9) 用蒸馏水清洗电极，再插入 pH = 4.00 (或 pH = 9.18) 的标准缓冲溶液中，调节斜率旋钮使仪器显示读数与该缓冲液中当时温度下的 pH 值一致。

(10) 重复(7)~ (9)直至不用再调节定位或斜率两旋钮为止。

(11) 仪器完成标定。

用手动温度补偿方式标定可参阅本章 C (2)条。

注意：

经标定后，定位调节旋钮及斜率调节旋钮不应再有变动。

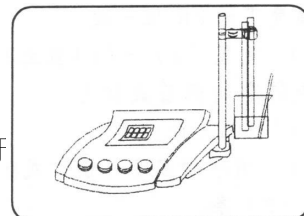
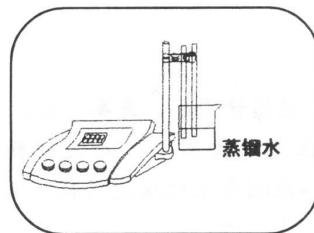
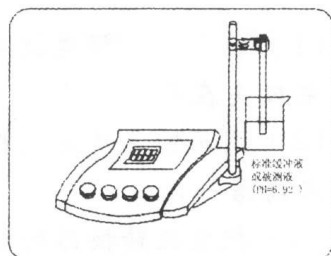
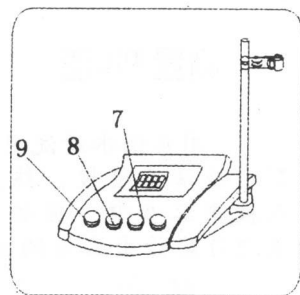
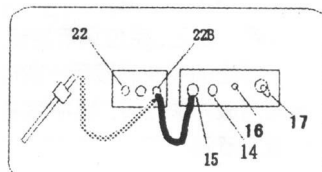
标定的缓冲溶液第一次应用 pH = 6.86 的溶液，第二次应接近被测溶液的值，如被测溶液为酸性时，缓冲溶液应选 pH = 4.00；如被测溶液为碱性时，则选 pH = 9.18 的缓冲溶液。一般情况下，在 24 小时内仪器不需再标定。

4. 测量 pH 值

用蒸馏水清洗电极，再用被测溶液清洗电极，然后将电极插入被测溶液中，摇动烧杯，使溶液均匀后读出溶液的 pH 值。

5. 测量电极电位(mV)值

(1) 将离子选择电极或金属电极和甘汞电极夹在电极架上；



(2) 用蒸馏水清洗电极头部，用被测溶液清洁一次。

(3) 把电极转换器的插头(22A)插入仪器后部的测量电极插座(15B)内；把离子电极的插头插入转换器的插座(22B)内；

(4) 把甘汞电极接入仪器后部的参比电极接口上；

(5) 把两种电极插在被测溶液内，将溶液搅拌均匀后，即可在显示屏上读出该离子的选择电极的电极电位(mV 值)，还可自动显示±极性。

(6) 如果被测信号超出仪器的测量范围，或测量端开路时，显示屏会不亮，作超载报警。

(三) 仪器维护

pH 计具有很高的输入阻抗，使用环境经常接触化学药品，为保证仪器正常使用，所以更需要合理维护。

(1) 仪器的输入端（测量电极插座 15）必须保持干燥清洁。仪器不用时，将 Q9 短路插头插入插座，防止灰尘及水汽禁入。在环境温度较高的场所使用时，应把电极插头用干净纱布擦干。

(2) Q9 插头带夹子连线接触器及电极插座转换器均为配用其他电极时使用，平时注意防潮防震。

(3) 测量时，电极的引入导线应保持静止，否则会引起测量不稳定。

(4) 仪器采用了 MOS 集成电路，因此，在检修时应保证电路铁有良好的接地。

(5) 用缓冲溶液标定仪器时，要保证缓冲溶液的可靠性，不能配错缓冲溶液，否则将导致测量结果产生误差。

缓冲溶液用完后可按下列方法自行配制：

① pH4.00 溶液：用 GR 邻苯二甲酸氢钾 10.21 克，溶解于 1000cm³ 的高纯去离子水中。

② pH6.86 溶液：用 GR 磷酸二氢钾 3.4 克，GR 磷酸氢二钠 3.55 克，溶解于 1000cm³ 的高纯去离子水中。

③ pH9.18 溶液：用 GR 硼砂 3.18 克，溶解于 1000cm³ 的高纯去离子水中。

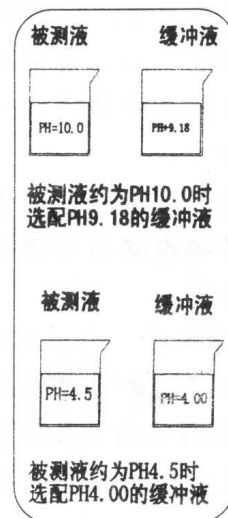
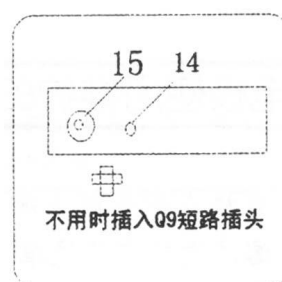
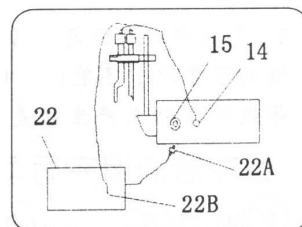
(6) 测温传感器采用 pt100 线行热敏电阻，使用寿命长，但切勿敲击或摔伤，如遇到温度传感器损坏，可再向厂方购买。在温度传感器损坏情况下，可使用手动温度补偿进行测量。

(四) 电极使用维护的注意事项

(1) 电极在测量前必须用已知 pH 值的标准缓冲溶液进行定位校准，其值愈接近被测值愈好。

(2) 取下电极套后，应避免电极的敏感玻璃泡与硬物接触，因为任何破损或擦毛都使电极失效。

(3) 测量后，及时将电极保护套套上，套内应放少量补充液以保持电极球泡的湿润。切忌浸泡在蒸馏水中。



高参考价值的真题、答案、学长笔记、辅导班课程，访问：www.kaoyancas.net

(4) 复合电极的外参比补充溶液为 $3 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 氯化钾溶液，补充液可以从电极上端小孔加入。

(5) 电极的引出端必须保持清洁干燥，绝对防止输出两端短路，否则将导致测量失准或失效。

(6) 电极应与输入阻抗较高的酸度计 ($\geq 10^{12} \Omega$) 配套，以使其保持良好的特性。

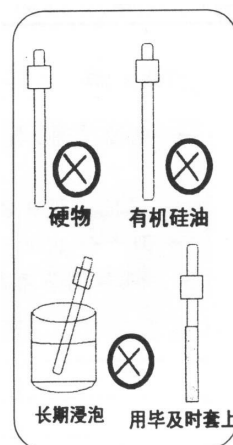
(7) 电极应避免长期浸在蒸馏水、蛋白质溶液和酸性氟化物溶液中。

(8) 电极避免与有机硅油接触。

(9) 电极经长期使用后，如发现斜率略有降低，则可把电极下端浸泡在 4%HF(氢氟酸)中 3~5 秒钟，用蒸馏水洗净，然后在 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 盐酸溶液中浸泡，使之复新。

(10) 被测溶液中如含有易污染敏感球泡或堵塞液接界的物质而使电极钝化，会出现斜率降低现象，显示读数不准。如发生该现象，则应根据污染物质的性质，用适当溶液清洗，使电极复新。

注：选用清洗剂时，不能用四氯化碳、三氯乙烯、四氢呋喃等，能溶解聚碳酸树脂的清洗液，因为电极外壳是用聚碳酸树脂制成的，其溶解后极易污染敏感玻璃球泡，从而使电极失效。也不能用复合电极去测上述溶液。



污染物质和清洗剂参考表：

污染物	清洗剂
无机金属氧化物	低于 $1 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 稀酸稀洗涤
有机油脂类物质	剂（若碱性）
树脂高分子物质	酒精、丙酮、乙醚
蛋白质血球沉淀物	酸性酶溶液（如食母生）
颜料类物质	稀漂白液、过氧化氢

实验十一 氧化还原反应和电化学

Exp.11 Oxidation-Reduction Reactions and Electrochemistry

一、实验目的

1. 试验并掌握电极电势与氧化还原反应方向的关系以及介质和反应物浓度对氧化还原反应的影响。
2. 定性观察并了解化学电池的电动势、氧化态或还原态浓度对电极电势的影响。
3. 通过实验观察，对氧化还原反应的可逆性有进一步的理解。

二、实验物品

铜锌原电池组成：

(负极) $\text{Zn} | \text{ZnSO}_4(0.5\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}) || \text{CuSO}_4(0.5\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}) | \text{Cu}$ (正极)

伏特针、导线两根、小烧杯两个、盐桥（琼脂、KCl、U形管）、量筒、滴管、浓氨水、砂纸

气室法检验 NH_4^+ 用品：大小两块表面皿、40% NaOH、pH 试纸

水浴装置（简称“水浴”）：燃气灯、三脚架（铁架台+双顶丝夹+铁圈）、石棉网、火柴、烧杯

试管、试管架

药品：

锌粒、锌片、铅粒、酚酞

CCl_4 、浓 HNO_3 、浓 HCl 、溴水、碘水、40% NaOH、10% NH_4F

$6\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ NaOH HAc

$3\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ H_2SO_4

$2\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ HNO_3 H_2SO_4

$0.5\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ZnSO_4 CuSO_4

$0.1\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ KI KBr FeCl_3 FeSO_4 Na_2SO_3 Na_3AsO_4 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4$

$0.01\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ KMnO_4

三、实验内容

1. 电极电势与氧化还原反应关系

(1) 比较锌、铅、铜在电位序中位置 在两支小试管中分别注入 $0.5\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 的 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 溶液和 $0.5\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 的 CuSO_4 溶液，各放入一块表面擦净的锌片，放置片刻，观察锌片表面有何变化。

用表面擦净的铅粒代替锌片，分别与 $0.5\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ ZnSO_4 溶液和 $0.5\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ CuSO_4 溶液起反应，观察铅粒表面有何变化。

写出反应式，确定锌、铜、铅在电位序中的相对位置。

(2) 往试管中加入 0.5cm^3 、 $0.1\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ KI 溶液和 2 滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ FeCl_3 溶液，摇

高参考价值的真题、答案、学长笔记、辅导班课程，访问：www.kaoyancas.net

匀后注入 $0.5\text{cm}^3\text{CCl}_4$ ，充分振荡，观察 CCl_4 层颜色有无变化。

用 $0.1\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{KBr}$ 溶液代替 KI 溶液进行相同的实验，反应能否发生，为什么？根据实验结果，定性地比较 Br_2/Br^- 、 I_2/I^- 、 $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ 三个电对电极电势的相对高低，并指出它们中哪个物质是最强的氧化剂，哪个是最强的还原剂。

(3) 分别用 1 滴碘水和溴水同 $0.1\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{FeSO}_4$ 溶液反应，观察 CCl_4 层有无变化。根据上面三个实验的结果说明电极电势与氧化还原反应方向的关系。

2. 浓度和酸度对电极电势的影响

(1) 浓度的影响 在两只 50cm^3 的小烧杯中，分别注入 30cm^3 、 $0.5\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{ZnSO}_4$ 溶液和 $0.5\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{CuSO}_4$ 溶液。在 ZnSO_4 溶液中插入锌片， CuSO_4 溶液中插入铜片组成两个电极，中间以盐桥相通。用导线将锌片和铜片分别与伏特计的负极和正极相接。测量两电极之间的电压，并用电池符号表示该原电池。

在 CuSO_4 溶液中注入浓氨水至生成的沉淀溶解为止，形成深蓝色的溶液，观察原电池的电压有何变化？

再 ZnSO_4 溶液中加浓氨水至生成的沉淀完全溶解为止。观察电压有何变化？解释上面现象。

(2) 酸度的影响 在两个各盛 0.5cm^3 、 $0.1\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{KBr}$ 溶液的试管中，分别加入 0.5cm^3 、 $3\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液和 $6\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{HAc}$ 溶液，然后往两个试管中各加入 2 滴 $0.01\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{KMnO}_4$ 溶液。观察并比较两个试管中的紫色溶液退色的快慢。写出反应式，并解释所观察到的现象。

3. 浓度和酸度对氧化还原产物的影响

(1) 往两个各盛一粒锌粒的试管中，分别注入 2cm^3 浓硝酸和 $2\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{HNO}_3$ 溶液，观察所发生的现象。

它们的反应产物有无不同？浓 HNO_3 被还原后的主要产物可通过观察气体产物的颜色来判断。稀 HNO_3 的还原产物可通过检验溶液中是否有 NH_4^+ 离子生成的办法来确定。

(2) 在三支试管中，各注入 0.5cm^3 、 $0.1\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{Na}_2\text{SO}_3$ 溶液，在第一支试管中注入 0.5cm^3 、 $2\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液，第二支试管中加 0.5cm^3 水，第三支试管中注入 0.5cm^3 、 $6\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{NaOH}$ 溶液，然后往三支试管中各滴几滴 $0.01\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{KMnO}_4$ 溶液，观察反应产物有何不同？写出各自离子方程式。

4. 浓度和酸度对氧化还原反应方向的影响

(1) 浓度的影响 Fe^{3+} 与 I^- 发生如下反应：

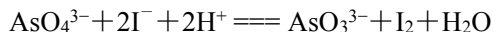


a. 往盛有 2cm^3 水和 $1\text{cm}^3\text{CCl}_4$ 的试管中，注入 $2\text{cm}^3 0.1\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{FeCl}_3$ 溶液，即 Fe^{3+} 溶液，再注入 2cm^3 、 $0.1\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{KI}$ 溶液，振荡后观察 CCl_4 的试管中，如在 Fe^{3+} 溶液中先加 2cm^3 、 $10\%\text{NH}_4\text{F}$ 溶液，再做这样实验，结果如何？

b. 往盛有 2cm^3 、 $0.1\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4\cdot\text{FeSO}_4$ 溶液和 $1\text{cm}^3\text{CCl}_4$ 的试管中，注入 $2\text{cm}^3 0.1\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{FeCl}_3$ 溶液，再注入 2cm^3 、 $0.1\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{KI}$ 溶液，振荡后观察 CCl_4 层的颜色与上面实验中的 CCl_4 层颜色。

用化学平衡移动的观点解释上面的实验现象。

(2) 酸度的影响 AsO_4^{3-} 与 I^- 发生如下反应：



往盛有 2cm^3 、 $0.1\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{Na}_3\text{AsO}_4$ 溶液中加入 1cm^3 、 $0.1\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{KI}$ 溶液，逐

高参考价值的真题、答案、学长笔记、辅导班课程，访问：www.kaoyancas.net

滴加入浓盐酸，振荡试管，观察现象。再逐滴加入 40% NaOH 溶液（pH 不得大于 9，为什么？），观察现象。讨论各步现象出现的原因。

附：气室法检验 NH_4^+ 离子

气室是两块小表面皿合在一起构成的。将 5 滴被检验液滴入一表面皿中心，再加 3 滴 40% NaOH 溶液，混匀。在另一块较小的表面皿中心粘附一小条湿的红色石蕊试纸（或酚酞试纸），把它盖在大的表面皿上做成气室。将此气室放在水浴上微热两分钟，若石蕊试纸为蓝色（或酚酞试纸变红色），则表示有 NH_4^+ 离子存在。

实验十二 阿佛伽德罗数的测定（电解铜法）

Exp.12 The Measurement of Avogadro's Number (Electrolysis of Cu)

一、实验目的

了解电解法测定阿佛伽德罗数的原理和方法并练习电解操作。

二、实验原理

阿佛伽德罗数 (N_A) 是化学中一个十分重要的物理数据，测定阿佛伽德罗数的方法很多。本实验是用电解的方法进行测定。

如果用两块已知质量的铜片分别作阴极和阳极，以 CuSO_4 溶液作电解液进行电解，则在阴极上 Cu^{2+} 获得电子后析出金属铜，沉积在铜片上，使其质量增加；在阳极上等量的金属铜溶解，生成 Cu^{2+} 进入溶液，因而铜片的质量减少。

阴极反应： $\text{Cu}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Cu} \downarrow$

阳极反应： $\text{Cu} \rightarrow \text{Cu}^{2+} + 2\text{e}^-$

电解时，当电流强度为 I （安培），则在时间 t （秒）内，通过的总电量是：

$$Q = It \text{ 库仑 (或安培} \cdot \text{秒)} \quad (1)$$

设在阴极上铜片的增加质量为 m （克）。则每增加 1 克质量所要的电量为 It/m （库仑/克）。因为铜的摩尔质量为 $63.5 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ ，所以电解得到 1 摩尔铜所需的电量为：

$$63.5 It/m \text{ (库仑)} \quad (2)$$

已知一个一价离子所带的电量（即一个电子带的电量）是 1.60×10^{-19} 库仑，一个二价离子 (Cu^{2+}) 所带的电量是 $2 \times 1.60 \times 10^{-19}$ 库仑，则 1 摩尔铜所含的原子数为：

$$N_A = It \times 63.5 / (m \times 2 \times 1.60 \times 10^{-19}) \quad (3)$$

同理，在阳极上铜片的减重为 m' 克，则每耗去 1 克质量所需要的电量为 It/m' （库仑/克），同样也可导出 1 摩尔铜所含的原子数目为：

$$N_A = It \times 63.5 / (m' \times 2 \times 1.60 \times 10^{-19})$$

从理论上讲，阴极上 Cu^{2+} 离子得到的电子数和阳极上 Cu 失去的电子数应该相等。因此在无副反应的情况下，阴极增加的质量应该等于阳极减少的质量。但往往因铜片不纯，从阳极失去的质量一般比阴极增加的质量偏高，所以从阳极失重算得的结果有一定误差，一般从阴极增重算得的结果较为准确。

三、实验物品

电解装置：直流电源的（10 伏）、开关、变阻箱、毫安表、带夹导线、 100 cm^3 烧杯、 CuSO_4 溶液（每升含 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 125 克和浓硫酸 25 cm^3 ）、铜片（ $3 \times 5 \text{ cm}^2$ ）
砂纸、酒精、棉花、电吹风（凉风）

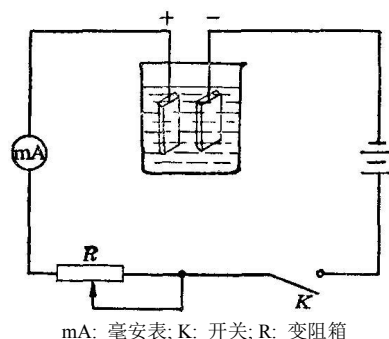


图 电解装置

精称仪器：万分之一天平、称量纸

四、实验内容

取 $3 \times 5\text{cm}^2$ 薄的纯紫铜片两块，分别用 0 号和 000 号砂纸擦去表面氧化物，然后用蒸馏水洗净，再用蘸有酒精的棉花擦净、凉干。待完全干后，在分析天平上称重（精确至 0.1mg ）。一片作阴极，另一片作阳极（最好在称重前用小刀刻画一个记号以免弄错）。

在 100cm^3 烧杯中加入 80cm^3 CuSO_4 溶液。将每个铜片高度的三分之二左右浸没在 CuSO_4 溶液中。两极的距离保持 1.5cm 。然后按装置图连接好。

直流电源的电压控制为 10 伏。实验开始时，电阻控制在 70 欧姆左右。按下开关，迅速调节电阻使毫安表指针在 100mA 处，同时准确记下时间。通电 60 分钟，拉开开关，停止电解。在整个电解期间，电流应保持稳定，如有变动可调节电阻箱上的电阻以维持电流的恒定。

取下阴、阳极铜片，放进水中漂洗，再用棉花蘸取酒精轻轻擦净铜片表面，晾干。待完全干后，在分析天平上称重。

实验十三 化学反应速率与活化能

Exp.13 The Chemical Reaction Rates and Activation Energy

一、实验目的

1. 试验浓度、温度与催化剂对化学反应速率的影响。
2. 测定过二硫酸与碘化钾反应的反应速率，并计算反应级数、反应速率常数及反应的活化能。

二、实验原理

在水溶液中， $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ （过二硫酸铵）和 KI 发生以下反应：



这个反应的平均反应速率可用下式表示：

$$v = -\Delta[\text{S}_2\text{O}_8^{2-}] / \Delta t = k [\text{S}_2\text{O}_8^{2-}]^m [\text{I}^-]^n$$

式中 v 为平均反应速率， $\Delta[\text{S}_2\text{O}_8^{2-}]$ 为 Δt 时间内 $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 的浓度变化， $[\text{S}_2\text{O}_8^{2-}]$ 和 $[\text{I}^-]$ 分别为 $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 与 I^- 的起始浓度， k 为反应速率常数， m 加 n 为反应级数。一个反应的级数必须由实验测定，一般不能从化学方程式的系数推断。

为了测定 Δt 时间内 $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 的浓度变化，在将 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液和 KI 溶液混合的同时，加入一定体积的已知浓度的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液和淀粉溶液。这样在反应(1)进行的同时，还发生以下反应：



反应(2)的速度比反应(1)快得多，所以由反应(1)生成的 I_3^- 立即与 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 作用，生成了无色的 $\text{S}_4\text{O}_6^{2-}$ 和 I^- 。但是一旦 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 耗尽，反应(1)生成的微量 I_3^- 就立即与淀粉溶液作用，使溶液显蓝色。

从反应式(1)和(2)可以看出， $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 减少 1 摩尔时， $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 则减少 2 摩尔，即：

$$\Delta[\text{S}_2\text{O}_8^{2-}] = \Delta[\text{S}_2\text{O}_3^{2-}] / 2$$

记录从反应开始到溶液出现蓝色所需要的时间 Δt 。由于在 Δt 时间内 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 全部耗尽，所以由 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的起始浓度可求 $\Delta[\text{S}_2\text{O}_8^{2-}]$ ，进而可以计算反应速率 $-\Delta[\text{S}_2\text{O}_8^{2-}] / \Delta t$ 。

对反应速率表示式 $v = k [\text{S}_2\text{O}_8^{2-}]^m [\text{I}^-]^n$ 的两边取对数，得

$$\lg v = cm^3 g [\text{S}_2\text{O}_8^{2-}] + n \lg [\text{I}^-] + \lg k$$

当 $[\text{I}^-]$ 不变时，以 $\lg v$ 对 $\lg[\text{S}_2\text{O}_8^{2-}]$ 作图，可得一直线，斜率即为 m 。同理，当 $[\text{S}_2\text{O}_8^{2-}]$ 不变时，以 $\lg v$ 对 $\lg[\text{I}^-]$ 作图，可求得 n 。

求出 m 和 n 后，再由 $k = v / ([\text{S}_2\text{O}_8^{2-}]^m [\text{I}^-]^n)$ ，求得反应速率常数 k 。

反应速率常数 k 与反应温度 T 一般有以下关系：

$$\lg k = \lg A E_a / (2.30RT) \quad (3)$$

式中 E_a 为反应的活化能， R 为气体常数， T 为绝对温度。测出不同温度时的 k 值，以 $\lg k$ 对 $1/T$ 作图，可得一直线。由直线斜率（等于 $-E_a/2.30R$ ）可求得反应的活化能 E_a 。

三、实验物品

温度计（0~100℃）

计时器（秒表）

水浴

冰水浴（装置）：面盆、烧杯、冰块（制冰机、冰箱、冰柜均可制得）

量筒：20cm³、10cm³、5cm³

烧杯：150cm³

玻棒

KI (NH₄)₂S₂O₈ KNO₃ (NH₄)₂SO₄ (0.20 mol · dm⁻³)

Na₂S₂O₃ (0.010 mol · dm⁻³)

Cu(NO₃)₂ (0.02 mol · dm⁻³)

淀粉溶液 (0.2%)

四、实验内容

1. 试验浓度对化学反应速率的影响；求反应级数

在室温下，用三个量筒分别量取 20cm³、0.20 mol · dm⁻³ KI 溶液，8.0cm³、0.010 mol · dm⁻³ Na₂S₂O₃ 溶液和 4.0cm³、0.2%淀粉溶液，都加到 150cm³ 烧杯中，混合均匀。再用另一个量筒量取 20cm³、0.20 mol · dm⁻³ (NH₄)₂S₂O₈ 溶液，快速加到烧杯中，同时开动秒表，并不断搅拌。当溶液刚出现蓝色时，立即停秒表。记下时间及室温。

用同样的方法按照下表中的用量进行另外四次实验。为了使每次实验中的溶液的离子强度和总体积保持不变，不足的量分别用 0.2 mol · dm⁻³ KNO₃ 溶液和 0.20 mol · dm⁻³ (NH₄)₂SO₄ 溶液补足。

试 剂 用 量 表

实 验 序 号		I	II	III	IV	V
试 剂 用 量 /cm ³	0.20 mol · dm ⁻³ (NH ₄) ₂ S ₂ O ₈ (aq)	20	10	5	20	20
	0.20 mol · dm ⁻³ KI (aq)	20	20	20	10	5
	0.010 mol · dm ⁻³ Na ₂ S ₂ O ₃ (aq)	8	8	8	8	8
	0.2% 淀粉溶液	4	4	4	4	4
	0.20 mol · dm ⁻³ KNO ₃ (aq)	0	0	0	10	15
	0.20 mol · dm ⁻³ (NH ₄) ₂ SO ₄ (aq)	0	10	15	0	0

算出各实验中的反应速率 v ，并填入实验报告的表中。

用下表中实验 I、II、III 的数据作 $\lg v \sim \lg [S_2O_8^{2-}]$ 图，求出 m ；用实验 I、IV、V 的数据作 $\lg v \sim \lg [I^-]$ 图，求出 n 。

求出 m 和 n 后，再算出各实验的反应速率常数 k ，把数据与计算结果填入实验报告中。

2. 试验温度对化学反应速率的影响；求活化能

按下表实验 IV 中的用量，把 KI、Na₂S₂O₃、KNO₃ 和淀粉溶液加到 150cm³ 烧杯中，把 (NH₄)₂S₂O₈ 溶液加在另一个烧杯中。并把它们同时放在冰水浴中冷却。等烧杯中的溶液都冷却到比室温低 10℃ 时，把 (NH₄)₂S₂O₈ 加到 KI 混合溶液中，同时开动秒表，并不断搅

高参考价值的真题、答案、学长笔记、辅导班课程，访问：www.kaoyancas.net

拌。当溶液刚出现蓝色时，立即停秒表。记下反应时间。

比室温高 10°C 和 20°C 的条件下，重复以上实验。这样就可以得到四个温度下的反应时间。算出四个温度 $[(t-10)^{\circ}\text{C}$ 、室温 $t^{\circ}\text{C}$ 、 $(t+10)^{\circ}\text{C}$ 、 $(t+20)^{\circ}\text{C}$] 下的反应速率及速率常数，把数据及计算结果填入实验报告中。

用各次实验的 $\lg k$ 对 $1/T$ 作图，求出反应(1)的活化能。

3. 试验催化剂对反应速率的影响

$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 可以使 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 氧化 KI 的反应加快。

按下表中实验 IV 的用量把 KI 、 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 、 KNO_3 和淀粉溶液加到 150cm^3 烧杯中，再加入 1 滴 $0.02\text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 溶液，搅匀，然后迅速加入 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液、搅拌、记时。将 1 滴 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 溶液改成 2 滴和 3 滴，分别重复上述试验。把结果填入实验报告的表中。把实验的反应速率与试验 2 中室温下的反应速率进行比较，得出结论。

实验十四 由废铁屑制备莫尔盐

Exp.14 The Preparation of Mohr Salt from Waster Iron Particles

一、实验目的

1. 了解化合物制备方法
2. 练习制备反应过程中的一些基本实验操作
3. 练习水浴加热和减压过滤的操作
4. 了解产品限量分析方法

二、实验原理

莫尔盐的化学组成为硫酸亚铁铵，其化学式为 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。它是由 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 与 FeSO_4 按 1:1 结合而成的复盐。其溶解度比组成它的每一个组份 FeSO_4 或 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的溶解度都要小。 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 晶体很容易从混合液中优先析出（见表）。

1. 硫酸亚铁在不同温度下的溶解度（g/100g 水）：

温度（℃）	0	10	20	30	40	50	57	60	65	70	80	90
溶解度	15.65	20.51	26.5	32.9	40.2	48.6	/	/	/	50.9	43.6	37.3
结晶成份	$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$						$\text{FeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$			$\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$		

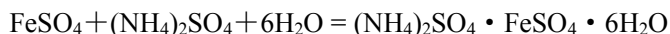
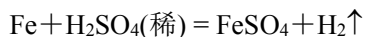
2. 硫酸亚铁氨、硫酸氨在不同温度下的溶解度（g/100g 水）：

温度（℃）	0℃	10℃	20℃	30℃	40℃	50℃	60℃	70℃
化合物								
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	12.5	17.2	21.6	28.1	33.0	40.0	44.6	52.0
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	70.6	73.0	75.4	78.0	81.0	84.5	88.0	89.6

莫尔盐为浅绿色单斜晶体，在空气中比较稳定，不象一般亚铁盐那样易被氧化，所以它是常用的含亚铁离子的试剂，它溶于水，不溶于酒精。

通常 FeSO_4 是由铁屑与稀硫酸作用而得到的。根据 FeSO_4 的量，加入一定量的 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ，二者相互作用后，经过蒸发浓缩、结晶、冷却和过滤，便可得到莫尔盐晶体。

在制备过程中涉及到的化学反应如下：



硫酸亚铁铵产品质量的检验：产品中主要杂质是铁（III），利用 Fe^{3+} 与 KCNS 形成血

红色配位离子 $[\text{Fe}(\text{CNS})_n]^{3-n}$ 的深浅来目视比色，评定其纯度级别。

三、实验物品

粗称、水浴、抽滤

大、小烧杯 150cm^3 锥形瓶 25cm^3 量筒 25cm^3 比色管 表面皿

铁屑或铁粉、铁钉、铁丝

$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 固体

饱和 Na_2CO_3 25% KSCN

$3\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ H_2SO_4

四、实验内容

1. 铁屑的净化（除去油污）

称取 4 克铁屑放在小烧杯内，加入适量饱和碳酸钠溶液，直接在石棉网上加热 10 分钟。用倾折法除去碱溶液，并用水将铁屑洗净。如果铁屑上仍然有油污，再加适量上述溶液煮，直至铁屑上无油污。（若铁屑表面干净，此步可省略）

2. 硫酸亚铁的制备

把洗净的铁屑转入 150cm^3 锥形瓶中，往盛有铁屑的锥形瓶中加入 25cm^3 $3\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ H_2SO_4 溶液，锥形瓶放在自制的水浴上加热，使铁屑与硫酸反应至不再有气泡冒出为止（约 30~40 分钟）。在反应过程中应不时往锥形瓶中（和水浴中）加些水，补充被蒸发掉的水分。最后得到硫酸亚铁溶液，趁热减压过滤，称量残渣，计算实际参与反应的铁的克数。

3. 硫酸亚铁铵的制备

往盛有硫酸亚铁溶液的 100cm^3 烧杯中，加入 9.5 克硫酸铵固体和 25cm^3 左右水（最终体积控制在 $50\sim 60\text{cm}^3$ ），搅拌，并在水浴上加热使硫酸铵固体全部溶解。若硫酸铵混有泥沙等杂质，将热溶液进行一次减压过滤，并用 5cm^3 热水洗涤滤纸上的残渣。将吸滤瓶中滤液再快速倾入 100cm^3 烧杯中，并将此烧杯放在装有热水的 500cm^3 烧杯中，令溶液慢慢冷却，待硫酸亚铁铵晶体析出。用倾折法除去母液，将晶体放在表面皿上晾干。观察晶体颜色，晶形。最后称重，并计算理论产量和产率。

4. 产品检验

铁（III）的限量分析：称 1 克样品置于 25cm^3 比色管中，用 15cm^3 不含氧的蒸馏水溶解之，加入 2cm^3 、 $3\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ H_2SO_4 溶液和 1cm^3 KSCN 溶液，继续加不含氧的蒸馏水至比色管 25cm^3 刻度线。摇匀，所呈现的红色不得深于标准。

标准：取含有下列数量 Fe^{3+} 的溶液 15cm^3

I 级试剂：0.05 毫克

II 级试剂：0.10 毫克

III 级试剂：0.20 毫克

然后与样品同样处理（标准由实验教员准备）。

实验十五 氯化铅的溶度积和溶解热测定

Exp.15 The Measurement of Solubility Product and Solution

Heat of Lead(II) Chloride

一、实验目的

1. 掌握有关难溶电解质的溶度积原理及测定方法
2. 熟悉盐类溶解热测定的一种方法

二、实验原理

在饱和溶液中，难溶电解质在固相和液相之间存在着动态平衡。

例如：
$$\text{PbCl}_2(\text{s}) \rightleftharpoons \text{Pb}^{2+}(\text{aq}) + 2\text{Cl}^{-}(\text{aq})$$

在一定温度下，难溶电解质的饱和溶液中离子浓度（确切地说应是离子活度）的乘积为一常数，称为溶度积（ K_{sp} ）。例如氯化铅在 25℃ 时的溶度积为

$$K_{\text{sp, PbCl}_2} = [\text{Pb}^{2+}] + [\text{Cl}^{-}] = 1.7 \times 10^{-5} \quad (1)$$

式中 $[\text{Pb}^{2+}]$ 、 $[\text{Cl}^{-}]$ 分别为平衡时 Pb^{2+} 离子和 Cl^{-} 离子的浓度（ $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ ）

在不同温度下，难溶电解质的 K_{sp} 是不同的。按

$$\Delta_r G = \Delta_r G^\circ + RT \ln K_{\text{sp}} \quad (2)$$

可推导出 K_{sp} 与绝对温度 T 的关系式为

$$\lg K_{\text{sp}} = -\Delta_r H^\circ / 2.303R \cdot 1/T + \Delta_r S^\circ / 2.303R \quad (3)$$

式中 $\Delta_r H^\circ$ 为标准焓变化（单位： $\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ ）

R 为气体常数（ $8.314 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ）

$\Delta_r S^\circ$ 为标准熵变化（单位： $\text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$ ）

由于在室温～100℃ 的温度范围内， $\Delta_r H^\circ$ 和 $\Delta_r S^\circ$ 随温度变化而改变不大，可以把它们视为常数。

因此，在式(3)中 $\lg K_{\text{sp}}$ 对 $1/T$ 作图，应为一 条直线，所得直线斜率为 $(-\Delta_r H^\circ / 2.303R)$ 。由斜率可求得 $\Delta_r H^\circ$ 。

三、实验物品

移液管 10cm^3 、吸量管 2cm^3

大试管、双孔软木塞、温度计、搅拌棒

水浴

$1.0\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ KCl

$0.10\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

四、实验步骤

1. 测定室温时 PbCl_2 的溶度积

用移液管向一个干燥的大试管中加入 0.70cm^3 、 $1.0\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 的 KCl 溶液，再加入 10.00cm^3 、 $0.10\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 的 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 溶液。充分振荡，观察有无沉淀生成。若无沉淀，

高参考价值的真题、答案、学长笔记、辅导班课程，访问：www.kaoyancas.net

继续向试管中加入 0.10 cm^3 、 $1.0\text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 的 KCl 溶液，充分振荡，观察有无沉淀，依次试验下去（即若无沉淀，再加 0.10 cm^3 、 $1.0\text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 的 KCl 溶液），直至产生的沉淀不再消失。在实验报告上做好各次实验记录。

2. 溶度积与温度的关系

向干燥的大试管中加入 10.00 cm^3 、 $0.10\text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 的 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 溶液和 1.50 cm^3 、 $1.0\text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 的 KCl 溶液。将大试管上端用铁夹固定，大试管下端的溶液部位浸在用烧杯作的水浴中。大试管口装一个双孔软木塞，中间孔插温度计，边缘孔插入带环搅拌棒。

开始加热水浴，同时小心搅拌溶液。当沉淀接近溶解完时，溶液温度的上升速度要慢一些，记下沉淀刚好完全溶解时的温度。也可以先加热使沉淀全部溶解，再缓慢冷却，观察并记录刚出现结晶时的温度。

继续向大试管中加入 0.50 cm^3 、 $1.0\text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 的 KCl 溶液，重复上述操作，完成第 2 号试验。同样，依次完成第 3、4 号试验，分别把这次沉淀刚溶解的温度记录在实验报告上。

实验十六 凝固点降低法测定分子量

Exp.16 The Measurement of Molecular Weight by the Method of Freezing-Point Depression

一、实验目的

1. 用凝固点降低法测定萘的分子量（或摩尔质量）
2. 通过实验，理解稀溶液的依数性
3. 掌握溶液凝固点的测定技术
4. 学会使用贝克曼温度计

二、实验原理

化合物的分子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准确的测定分子量的方法。

溶液的凝固点低于纯溶剂的凝固点，其根本原因就在于溶液的蒸汽压下降。纯溶剂在一大气压下的凝固点是一定值，但在加入溶质而成溶液后，溶液中溶剂的凝固点一定较纯溶剂低，这一现象称为凝固点降低（如图1）。纯溶剂的温度降至 T_0 时有固态溶剂析出，与液相的纯溶剂成平衡， T_0 即为纯溶剂的凝固点，此时的纯溶剂的饱和蒸汽压与固态溶剂的饱和蒸汽压都等于 p_0 。但在 T_0 温度时，溶液中溶剂的蒸汽压为 p_D 小于 p_0 ，必须将温度降到 T ，蒸汽压由 p_D 变到 $p_{D'}$ 时，溶液中的溶剂的蒸汽压才与固态溶剂的饱和蒸汽压相等，此时才有固体溶剂析出。 $T_0 - T = \Delta T_f$ 为凝固点降低。当溶液很稀时，凝固点降低与溶质的质量摩尔浓度成正比。

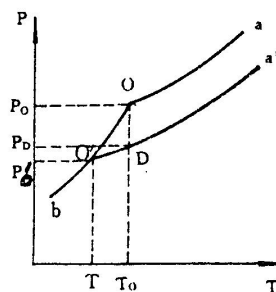


图1 溶液的凝固点降低

0a—纯溶剂的饱和蒸汽压曲线
ob—固态溶剂的饱和蒸汽压曲线
0'b'—溶液中溶剂的蒸汽压曲线

$$\Delta T_f = T_0 - T = K_f \cdot m \quad (1)$$

式中 K_f 为凝固点降低常数，它决定于溶剂的性质，与溶质的性质无关。

若称取一定量的溶剂 (w_1 克) 和溶质 (w_2 克) 配制成一稀溶液，则该溶液的质量摩尔浓度为：

$$m = 1000w_2 / (w_1M_2) \quad (2)$$

式中 M_2 为溶质的分子量。

将(2)式代入(1)式，得

$$M_2 = K_f \cdot 1000w_2 / (w_1\Delta T_f) \quad (3)$$

如果已知溶剂的 K_f 值，则通过实验求出 ΔT_f 值，利用(3)式，计算出溶质的分子量。

需要注意，如果溶质在溶液中发生解离或缔合时，就不能简单地应用式(3)来计算。浓度稍高时稀溶液不存在，致使测得的分子量随浓度的不同而变化。为了获得比较准确的分子量数据，常用外推法来处理，即以式(3)中所计算的分子量为纵坐标，以溶液浓度为横坐标作图，外推至浓度为零，以求得较准确的分子量数值。

很显然，全部实验操作归结为凝固点的精确测量，纯溶剂的凝固点是在一定压力下它的液相与固相平衡共存温度。若将纯溶剂逐步冷却，在凝固前，液体的温度随时间均匀下降，当达到凝固点时，液体凝为固体，放出热量，补偿了对环境的热散失，因而温度保持恒定，直到液体全部凝固为止，以后温度又均匀下降。以温度 and 对应时间为坐标作图得冷却曲线如图 2 中 *a* 所示。

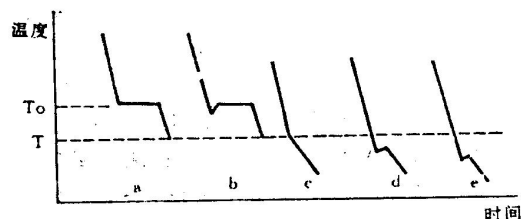


图 2 冷却曲线

在实际过程中往往有过冷现象，液体的温度可以降到凝固点以下，待固体析出后温度再上升到凝固点。其冷却曲线如图 2 中 *b* 所示。溶液的凝固点是该溶液的液相与溶剂的固相平衡共存的温度，若将溶液逐步冷却，其冷却曲线与纯溶剂不同，如图 2 中 *c* 和 *d* 所示，由于部分溶剂凝固而析出，使剩余溶液的浓度逐渐增大，因而剩余的溶液与溶剂固相平衡共存的温度也在逐渐下降。今欲测已知浓度的某溶液的凝固点，要求析出的溶剂固相的量不能太多，否则将影响原溶液的浓度。若稍有过冷现象如图 2 中 *d*，对测定分子量无显著影响，但若过冷严重如图 2 中 *e*，则所测得的凝固点将偏低，亦影响分子量的测定结果。因此在测定过程中必须设法控制适当的过冷程度。为了避免过冷，通常采用加入晶种的办法。一般可通过控制冷源温度、搅拌速度等方法来达到。

因为稀溶液的凝固点降低值不大，所以温度的测量需要用精密的测温仪器，本实验用贝克曼温度计。

三、所需仪器与试剂

凝固点测定装置（图 3）；贝克曼温度计；普通温度计；读数放大镜；移液管；环己烷（分析纯）、萘（分析纯）、秒表。

四、实验步骤

1. 将仪器洗净烘干（由实验室人员完成），调节好贝克曼温度计，使其在环己烷的凝固点时水银柱高度距离顶端刻度 $1\sim 2^\circ$ （调节方法见附录），按图 3 安装好仪器，并在冷槽中加入适量的碎冰和水（冷冻剂的成份随所用溶剂而定），冰槽温度控制在 $2\sim 3^\circ\text{C}$ ，实验过程中用搅拌棒 G 经常搅拌并间断补充少量的冰，以使冰槽温度保持恒定。

2. 在室温下，用移液管吸取 25.00cm^3 环己烷，自上口加入 A 管中，加入环己烷要足够浸没贝克曼温度计的水银球，但注意不宜过多，尽量不要让贝克曼温度计的水银球触及管

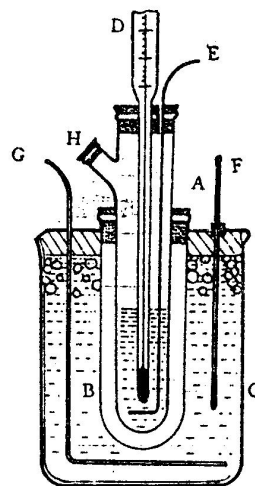


图 3 凝固点测定装置

- A—盛溶液的内管；
- B—空气套管；
- C—冰槽；
- D—贝克曼温度计；
- E—玻璃搅拌棒；
- F—普通温度计；
- G—冰槽搅拌棒；
- H—加溶质的支管

壁和管底。

3. 凝固点粗测：用搅棒 E 慢慢搅动溶剂，使温度逐渐降低，当晶体开始析出时注意温度的回升，直到温度计所示温度回升到最高点，记下读数，此为粗测凝固点（或称近似凝固点）。

4. 凝固点的精测：取出内管 A，用手温热，使晶体全部溶化（略高于环己烷的凝固点即可），将内管 A 直接插入冰槽中，温度慢慢下降，直到比粗测略高 0.3°C 时，取出并迅速擦干，立即放入预先浸泡在水槽中的套管 B 中，把 A 管固定在其中，不断搅拌，继续冷却，使液体过冷至比粗测值低 0.2°C ，迅速上下抽动搅棒，当过冷的环己烷结晶时温度迅速回升，读取回升的最高点，此点为环己烷的凝固点，重复三次（注意测量过程中以一定的时间间隔读取温度计读数可帮助你准确地测出凝固点），读数之差应在 0.005°C 之内，取平均值作为环己烷的凝固点。

5. 测定溶液的凝固点：取块状的萘（如萘为粉末，需经压片机压片），准确称量 $0.1\sim 0.2$ 克（注意最好用称量瓶在分析天平上用减量法称取）。从支管 H 放入 A 管（如无支管，可直接从上口加到溶液中），待萘全部溶解后再把管 A 放入套管 B 中，搅拌使其冷却。这时应注意不可把搅棒拉出溶液，以免把样品溅到器壁上影响样品的实际重量。按上述步骤 3~4 分别粗测、精测凝固点。也可用秒表来控制时间，帮助你准确地测得凝固点。

附：贝克曼温度计的构造及其调节使用方法

1. 贝克曼温度计构造及特点：在实验中，常常需要对体系的温度差进行精确的测量，诸如燃烧热的测定、中和热的测定及凝固点降低法测定分子量等等，均要求温度测量精确到千分之一度。由于普通温度计往往不能达到如此精确度，所以需要用贝克曼温度计进行测量。

贝克曼温度计也是水银温度计的一种，其构造如图 4 所示。它的主要特点有：

(1) 刻度精细，刻线间隔为 0.01°C ，用放大镜可以估读至 0.002°C ，测量精度较高。

(2) 其量程较短，一般只有 $5\sim 6^{\circ}\text{C}$ 的刻度。因而不能测定温度的绝对值，一般只用于测温差。

(3) 较普通水银温度计不同之处在于除了毛细管下端有一水银球外，在温度计的上部还有一水银贮槽，根据测定不同范围内温度的变化情况，利用上端的水银贮槽的水银可以调节下端水银球中的水银量，即可在不同的温度范围应用。水银贮槽的形式一般有两种，如图 5 所示。

2. 贝克曼温度计的调节：因为我们是利用贝克曼温度计测量温差，在调节前最好应明确反应是放热还是吸热，以及温差范围，这样才好选择一个合适的位置。所谓合适位置是指在所测量的起始温度时，毛细管中的水银柱最高点应在刻度尺的什么位置才能达到实验的要求。若用于凝固点降低测分子量，溶剂达凝固点时应使它的水银柱停在刻度的上段；若用于沸点升高法测分子量，在沸点时，应使水银柱停在刻度的下段；若用

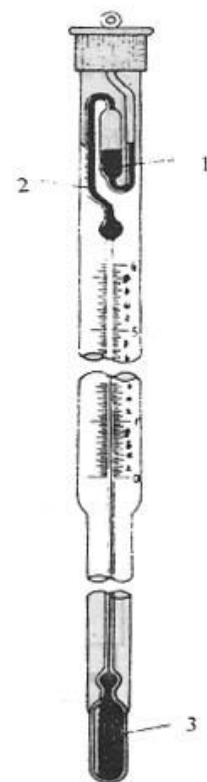


图 4 贝克曼温度计的构造

1—水银贮槽；

2—毛细管；

3—水银球

于测定温度的波动时，应使水银柱停在刻度的中间部分。

在调节前，首先估计一下从水银柱刻度最高处 a (a 为实验需要的温度 t 所对应的刻度位置) 到毛细管末端 b 所相当的刻度数值，设为 R° ，对于一般的贝克曼温度计来说，水银柱由刻度 a 上升至 b ，还需再提高 3°C 左右，一般根据这个估计值来调节水银球中的水银量。

调节时，先将水银球与水银贮槽连接起来，以调节水银球中的水银量，使适合我们所需要的测温范围，然后再将它们在连接处断开。方法是：

(1) 将贝克曼温度计放在盛有水的小烧杯内慢慢加热，使水银柱上升至毛细管顶部，此时将贝克曼温度计从烧杯中移出，并倒置使毛细管的水银柱与水银贮槽中的水银相连接，然后再小心地倒回温度计至垂直位置。

(2) 再将贝克曼温度计放到小烧杯中慢慢加热到 $t^\circ + R^\circ$ (即为其水银柱上升至毛细管末端 b 处的温度)，等约 5 分钟使水银的温度与水温一致。

(3) 取出温度计，右手握其中部，温度计垂直，水银球向下，以左手掌轻轻拍右手腕，如图 6 所示 (注意：操作时应远离实验台，以免碰碎温度计，并且切不可直接敲打温度计)。靠振动的力量使毛细管中的水银与贮槽中的水银在其接口处 b 处断开 (这一步的动作迅速以免温度计中水银温度改变，但也勿需紧张而损坏温度计)。这样，温度计即可满足实验要求。

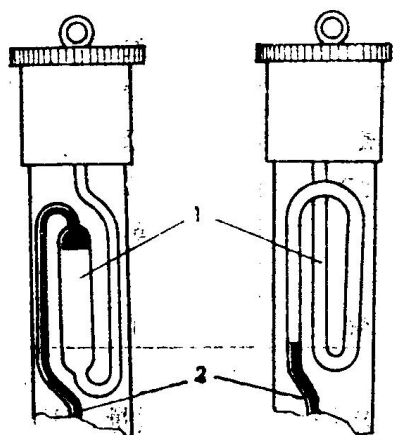


图 5 水银贮槽

1—水银贮槽 2—毛细管

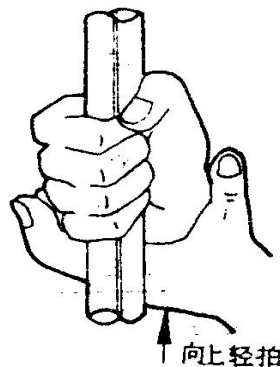


图 6

(4) 将调节好的温度计置于欲测温度的恒水浴中，观察读数，并估计量程是否符合要求。例如在冰点降低的实验中，即可用 0°C 的冰水浴予以检验，若温度值落在 $3\sim 6^\circ\text{C}$ 处，意味着量程合适。但若偏差过大，则需按上述步骤重新调节。

3. 注意事项：

(1) 贝克曼温度计属于较贵重、精密的玻璃仪器，在使用时应胆大心细、轻拿轻放，必要时握其中部 (即重心处)，不得随意旋转，一般应安装在仪器上调节时握在手中，否则应放置在温度计盒中。

(2) 调节时，注意防止骤冷骤热，以免温度计炸裂。

(3) 用左手拍右手手腕时，注意温度计一定要垂直，否则毛细管易折断，还应避免重击和碰撞。

高参考价值的真题、答案、学长笔记、辅导班课程，访问：www.kaoyancas.net

(4) 调节好的温度计一定要放置在温度计架上，注意勿使毛细管中的水银柱与贮槽中的水银相接，否则，还需重新调节。