

# 基础化学实验

## 应知应会内容

化学学院基础化学实验中心

# 无机与分析化学实验复习题

## 实验名称：酸碱标准溶液的配制和浓度比较

**问题 1：**怎样配制洗液？洗液的使用与作用是什么？

答：将 4 克的重铬酸钾加入 100 毫升浓硫酸中，搅拌下加热溶解，冷却后装入小口瓶中。将适量洗液倒入干燥的待清洗的玻璃容器中，润洗器壁数分钟（必要时可延长时间）后放出回收，再用大量自来水冲洗，达到去除玻璃器皿表面油污的作用，使之不挂水珠。

**问题 2：**器皿是否洗净，如何检验？滴定管为什么用标准溶液洗 2-3 遍？锥形瓶是否应烘干？为什么？

答：已洗净的仪器的器壁上，不应附着有不溶物或油污，器壁可以被水润湿。如果把水加到仪器上，再把仪器倒转过来，水会顺着器壁流下，器壁上只留下一层既薄又均匀的水膜，并无水珠附着在上面，这样的仪器才算洗得干净。加入操作溶液时，应用待装溶液先润洗滴定管，以除去滴定管内残留的水分，确保操作溶液的浓度不变。为此，先注入操作溶液约 10mL，然后两手平端滴定管，慢慢转动，使溶液流遍全管，打开滴定管的旋塞(或捏挤玻璃珠)，使润洗液从出口管的下端流出。如此润洗 2-3 次后，即可加入操作溶液于滴定管中。锥形瓶不必烘干，因为滴定反应的与物质的量有关，锥形瓶中少量的水并不影响滴定终点。

**问题 3：**滴定管使用前应做哪些准备？

答：1) 酸式滴定管使用前应检查旋塞转动是否灵活，以及是否有漏水现象。

首先涂凡士林，其方法是取下旋塞，将滴定管平放，用吸水纸擦干旋塞与旋塞槽，用手指沾少量凡士林在旋塞的两头，涂上薄薄一层。在旋塞孔附近应少涂凡士林，以免堵住旋塞孔。把旋塞插入旋塞槽内，旋转几圈，观察旋塞与旋塞槽接触的地方是否都呈透明状态，转动是否灵活。

试漏的办法是将旋塞关闭，将滴定管装满水后垂直架放在滴定管夹上，放置 2min，观察管口及旋塞两端是否有水渗出。随后再将旋塞转动 180°，再放置 2min，看是否有水渗出。若前后两次均无水渗出，旋塞转动也灵活，则可使用，否则应将旋塞取出，重新按上述要求涂凡士林并检漏后方可使用。

碱式滴定管应选择大小合适的玻璃珠和橡皮管，并检查滴定管是否漏水，液滴是否能灵活控制，如不合要求则重新调换大小合适的玻璃珠。

滴定管检查不漏水后，应按下节中常用玻璃仪器的洗涤方法进行洗涤干净，然后才能装入操作溶液。

### 2) 润洗

加入操作溶液时，应用待装溶液先润洗滴定管，以除去滴定管内残留的水分，确保操作溶液的浓度不变。为此，先注入操作溶液约 10mL，然后两手平端滴定管，慢慢转动，使溶液流遍全管，打开滴定管的旋塞(或捏挤玻璃珠)，使润洗液从出口管的下端流出。如此润洗 2-3 次后，即可加入操作溶液于滴定管中。

### 3) 排气泡

注意检查旋塞附近或橡皮管内有无气泡，如有气泡，应排除。酸式滴定管可转动旋塞，使溶液急速冲下排除气泡；碱式滴定管则可将橡皮管向上弯曲，并用力捏挤玻璃珠所在处，使溶液从尖嘴喷出，即可排除气泡。

### 4) 读数

排除气泡后，加入操作溶液，使之在“0”刻度以上，等 1-2min 后，再调节液面在 0.00mL 刻度处（或 0 刻度附近），读数精确至 0.01mL，备用。

**问题 4：**滴定管如何读数？

答：滴定管应垂直地夹在滴定台上。由于附着力和内聚力的作用，滴定管的液面呈弯月形。无色水溶液的弯月面比较清晰，而有色溶液的弯月面清晰程度较差，因此，两种情况的读数方法稍有不同。为了正确读数，应遵守下列原则：

(1) 读数前滴定管应垂直放置。但由于一般滴定管夹不能使滴定管处于垂直状态，所以可从滴定管夹上将滴定管取下，一手拿住滴定管上部无刻度处，使滴定管保持自然垂直再进行读数。

(2) 注入溶液或放出溶液后，需等 1-2min 后才能读数。

(3) 对于无色溶液或浅色溶液，应读取弯月面下缘实线的最低点，即视线与弯月面下缘实线的最低点应在同一水平面上；对于有色溶液，如  $\text{KMnO}_4$ 、 $\text{I}_2$  溶液等，视线应与液面两侧与管内壁相交的最高点相切。

(4) 蓝带滴定管中溶液的读数与上述方法不同。无色溶液有两个弯月面相交于滴定管蓝线的某一点，读数时视线应与此点在同一水平面上。如为有色溶液，仍应使视线与液面两侧的最高点相切。

**问题 5：**滴定操作应注意什么？

答：滴定最好在锥形瓶中进行（特殊时也可在烧杯中进行）。酸式滴定管滴定时，用左手控制滴定管的

旋塞，大拇指在前，食指和中指在后，无名指略微弯曲，轻轻向内扣住旋塞，手心空握，以免旋塞松动，甚至顶出旋塞。右手握持锥形瓶，边滴边摇动，向同一方向作圆周旋转，而不能前后振动，否则会溅出溶液。滴定速度一般为  $10\text{mL}/\text{min}$ ，即  $3\text{-}4$  滴 /  $\text{s}$ 。临近滴定终点时，应一次加入一滴或半滴，并用洗瓶吹入少量水淋洗锥形瓶内壁，使附着的溶液全部落下，然后摇动锥形瓶，如此继续滴定至准确达到终点为止。使用碱式滴定管时，左手拇指在前，食指在后，捏住橡皮管中的玻璃珠所在部位稍上处，捏挤橡皮管，使其与玻璃珠之间形成一条缝隙，溶液即可流出。但注意不能捏挤玻璃珠下方的橡皮管，否则空气会进入而形成气泡。

**问题 6：配制酸碱标准溶液时，为什么用量筒量取盐酸和用台秤称固体 NaOH，而不用移液管和分析天平？**

答：由于浓盐酸容易挥发，NaOH易吸收空气中的水分和 $\text{CO}_2$ ，因此不能用直接法配制，因此用量筒量取盐酸和用台秤称固体NaOH，而不必用移液管和分析天平，先配制到近似浓度的溶液，然后用基准物质标定其准确浓度，即间接法配制。

**问题 7：滴定时，指示剂用量为什么不能太多？**

答：指示剂加入量的多少会影响变色的敏锐程度，一般来讲，指示剂适当少用，变色会明显些。而且指示剂是弱酸或弱碱，也要消耗滴定剂溶液，指示剂加的过多，会引入误差。

**问题 8：50 毫升的滴定管，当第一次实验用去 20mL，第二次滴定为什么必须添加标准溶液至零刻度线附近，而不可继续使用余下的部分溶液进行滴定？**

答：滴定时最好每次都从  $0.00\text{mL}$  开始，或从接近“0”的任一刻度开始。这样可固定在滴定管某一体积范围内滴定，减少滴定管刻度不均匀带来的体积误差。

#### 实验名称：天平称量练习

**问题 9：简述电子天平使用的步骤和方法？**

答：**a** 取下天平罩，放在天平箱的右后方的台面上；**b** 称量时，操作者面对天平端坐，记录本放在胸前的台面上，接受器皿放在天平箱的左侧；**c** 称量前应做如下检查和调整：了解待测试样温度和天平箱的温度是否相同，若不同需放置至相同后再称量；检查天平称盘和底板是否清洁，必要时用毛刷扫净；检查天平是否处于水平位置，站立观察天平气泡式水准器的气泡若不在中心时，调整天平下方的两个垫脚螺丝至达水平。使用时不得随意挪动天平；**d** 打开电源，预热 30 分钟；**e** 称量：按 ON 键，显示器亮，2 秒后显示天平型号，5 秒后显示称量模式；按 TAR 键进行清零操作（此时屏幕显示为  $0.0000\text{g}$ ）；放入称量瓶，关闭天平门，屏幕显示容器质量，待读数稳定后按 TAR 键清零，将称量瓶拿出，倾倒药品，放入称量瓶，关闭天平门，屏幕显示试样质量，记录；**f** 称量完毕，取出被称物，关闭天平门。按 TAR 键进行清零操作。按 OFF 键，显示器熄灭。若较长时间不再使用天平，应拔去电源线；**g** 盖上天平罩，填写《天平使用情况登记表》，经教师签字后方可离开。

**问题 10：简述直接称样法的使用范围和操作要点？**

答：**a** 对于在空气中没有吸湿性的试样及试剂，可用直接法称量；**b** 操作时先将清洁干燥的容器（烧杯、表面皿或硫酸纸）放在电子天平上，关闭天平门，待读数稳定后清零（去皮），用药勺取所需量的试样（可多次）于容器中，直接从天平上称出其质量。

**问题 11：简述差减称样法的操作步骤和称量瓶的使用方法？**

答：差减称样法是将试样放在称量瓶中，先称量试样和称量瓶的总重，然后按所需量倒出部分试样，再称量试样和称量瓶的质量，二次称量之差即为倒出试样的质量。操作步骤：**a** 打开干燥器，用清洁的纸条叠成约  $1\text{cm}$  宽的纸带套在称量瓶上，用手拿住纸带尾部取出称量瓶，先检查称量瓶中试样量是否能满足称量要求，若试样量少，应添加。用一干净的小纸片夹住称量瓶的盖柄，检查瓶盖能否打开；**b** 拿住纸带尾部将称量瓶（带瓶盖）放在电子天平上，关闭天平门，待读数稳定后清零（去皮）；**c** 左手拿住纸带尾部将称量瓶从天平上取出，拿到接受器皿上方，右手用小纸片夹住称量瓶的盖柄，打开瓶盖（但瓶盖不离开接受器皿上方）。将瓶身慢慢向下倾斜，用瓶盖轻轻敲击瓶口上方，使试样慢慢落入接受器皿中。注意不要让试样撒落在器皿外。当试样量接近要求时，将称量瓶缓缓竖起，用瓶盖敲击瓶口，使瓶口部分的试样落回称量瓶，盖好瓶盖；**d** 再次将称量瓶放在电子天平上，关闭天平门，待读数稳定后，直接称出其质量（为负值）。

**问题 12：干燥器的作用、干燥剂的选择和处理方法？**

答：为防止已干燥的样品再吸收空气中的水分，应将其放在干燥器中。常用的干燥剂是变色硅胶，无水硅胶呈兰色，吸水后呈红色。若硅胶从兰色变红色，表示硅胶失效。吸水后的硅胶放入烘箱中烘干后可重

新使用。

#### 实验名称：氯化钡中钡的测定（重量分析法）

**问题 13：**沉淀BaSO<sub>4</sub>的沉淀形式和称量形式分别是什么？

答：BaSO<sub>4</sub>的沉淀形式和称量形式都是BaSO<sub>4</sub>。

**问题 14：**何谓空坩埚的恒重？

答：把空坩埚在一定温度下灼烧，干燥器中冷却后称重，在同一温度下重新灼烧一定时间冷却后称重，如此操作直到两次称量的质量差不超过 0.3mg，即为恒重。

**问题 15：**进行沉淀时，为什么在热溶液中，不断搅拌的条件下，逐滴加入沉淀剂？

答：因为BaSO<sub>4</sub>是晶形沉淀，得到晶形沉淀的条件为稀、热、慢、搅、陈，即需要热溶液中，搅拌的条件下慢慢加入沉淀剂。

**问题 16：**制备沉淀时如何检查BaSO<sub>4</sub>沉淀是否完全？

答：加入一定量沉淀剂后，放置一段时间使沉淀和溶液分层，往上清液中滴入 2 滴硫酸溶液，若溶液变混浊，说明沉淀不完全，若上清液无变化，说明沉淀完全。

**问题 17：**从制备沉淀、沉淀过滤和往坩埚中转移沉淀为止，所用玻璃棒不能随地放置，为什么？

答：为避免粘在玻璃棒上的沉淀的损失。

**问题 18：**如何检查BaSO<sub>4</sub>沉淀洗涤完全？

答：从漏斗收集几滴滤液，其中加入AgNO<sub>3</sub>溶液，若无白色沉淀生成，说明洗涤完全。

#### 实验名称：自来水中氯的测定——莫尔法

**问题 19：**影响沉淀平衡的因素有哪些？

答：同离子效应,盐效应,酸效应和络合效应。

**问题 20：**在莫尔法测定水中氯的含量中影响反应的因素主要是什么效应？

答：主要是酸效应.pH 值过低,铬酸根会和氢离子反应生成重铬酸,从而降低铬酸根的浓度,会使滴定过量.而如果 pH 值太高,氢氧根又会和银离子生成黑色氧化银沉淀,也会影响滴定终点。

**问题 21：**标准溶液的配置有哪些方法?AgNO<sub>3</sub>标准溶液能否用直接法配置？

答：直接法和间接法. AgNO<sub>3</sub>标准溶液不能用直接法配置,因为AgNO<sub>3</sub>不稳定见光容易分解,所以需要用标准NaCl溶液标定。

**问题 22：**溶度积常数铬酸银的小于氯化银,问溶解度铬酸银和氯化银谁的大？

答：溶度积常数和溶解度不是一个概念,虽然铬酸银溶度积常数小于氯化银,但是溶解度却要大于氯化银.根据溶度积常数公式讲解。

**问题 23：**启发式提问：莫尔法测定水中氯的含量时为什么可以用铬酸钾当指示剂？

答：铬酸银溶解度大于氯化银，氯化银沉淀先生成为白色,到终点时铬酸银沉淀才生成为砖红色,根据颜色变化,我们确定终点。

**问题 24：**指示剂用量过多或过少,对测定结果有何影响？

答：根据溶度积常数公式,指示剂用量过多滴定终点提前,指示剂用量过少滴定终点推迟。

#### 实验名称：HAc 电离常数的测定

**问题 25：**如果改变所测 HAc 溶液的温度和浓度，则电离度和电离常数有无变化？

答：电离度随浓度和温度而变化，电离常数不随浓度变化而变化，随温度变化略有变化。

**问题 26：**实验中为什么要加入 1mol/L KCl 5.0mL？

答：用于调节溶液的总离子强度，使滴定各点的活度系数基本恒定，增加导电性，缩短电位平衡时间。

**问题 27：**当醋酸完全被氢氧化钠中和时，反应终点的 pH 值是否等于 7？为什么？

答：不等于 7。因为终点产物为醋酸钠，是一元弱碱，pH 值大于 7。

#### 实验名称：双氧水中H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>含量的测定

**问题 28：**滴定过程中KMnO<sub>4</sub>溶液褪色速度如何变化？为什么会出现这种现象？

答：KMnO<sub>4</sub>溶液褪色速度由慢变快，这是由于H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>和KMnO<sub>4</sub>反应生成的Mn<sup>2+</sup>对于它们的反应具有催化作用，能够加速该反应的进行。

**问题 29: KMnO<sub>4</sub>溶液浓度标定过程中, 溶液温度控制在多少?**

答: 温度保持在 75-85℃, 一般不能低于 60℃。

**问题 30: 配好的KMnO<sub>4</sub>溶液用什么进行过滤? 可不可以改用滤纸?**

答: KMnO<sub>4</sub>和还原性物质作用产MnO<sub>2</sub>, KMnO<sub>4</sub>溶液过滤用的是砂芯漏斗。不可以改用滤纸进行过滤。因为滤纸中纤维能还原KMnO<sub>4</sub>。

**问题 31: KMnO<sub>4</sub>溶液的标定反应在加热下进行, 那么它和双氧水的反应是否也应该加热?**

答: 不可以。因为双氧水加热会分解, 从而导致实验结果的错误。

**问题 32: KMnO<sub>4</sub>溶液滴定双氧水的反应为什么在酸性条件下进行? 如果用硝酸或者盐酸代替硫酸是否可以?**

答: KMnO<sub>4</sub>溶液通常在酸性条件下具有氧化性。用硝酸或者盐酸代替硫酸是不可以的, 因为硝酸本身具有氧化性, 而KMnO<sub>4</sub>溶液会氧化Cl<sup>-</sup>, 从而导致结果出现误差。

#### 实验名称: 邻二氮杂菲分光光度法测定铁

**问题 33: 分光光度法的适宜条件是什么?**

答: 测定微量组份; pH 2<pH<9, pH≈5; HAc—NaAc 缓冲溶液; λ<sub>max</sub>=510nm。

**问题 34: Fe<sup>3+</sup>标准溶液在显色前加盐酸羟胺的目的是什么? 如测定一般铁盐的总质量是否要加盐酸羟胺?**

答: Fe<sup>3+</sup>的溶液加入盐酸羟胺的目的是将Fe<sup>3+</sup>还原为 Fe<sup>2+</sup>。如测定一般铁盐的总质量, 也应加入盐酸羟胺, 因Fe<sup>2+</sup>可能有部分被氧化, 也必须将Fe<sup>3+</sup>还原为Fe<sup>2+</sup>。

**问题 35: 配制已久的盐酸羟胺溶液, 对分析结果将带来什么影响?**

答: 配制已久的盐酸羟胺, 很可能变质, 而使其不能将Fe<sup>3+</sup>还原为Fe<sup>2+</sup>, 故使分析结果偏低。

#### 实验名称: 粗盐的提纯

**问题 36: 粗盐中的不溶杂质和可溶性杂质分别是什么?**

答: 不溶杂质为泥沙, 可溶性杂质是Ca<sup>2+</sup>、Mg<sup>2+</sup>、K<sup>+</sup>和SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>。

**问题 37: 除去粗盐中的Ca<sup>2+</sup>、Mg<sup>2+</sup>和SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>时, 加入试剂的正确顺序是什么? 为什么不能颠倒?**

答: BaCl<sub>2</sub> → NaOH → Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> → 盐酸, 或BaCl<sub>2</sub> → Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> → NaOH → 盐酸; 颠倒后就不能除尽杂质离子。

**问题 38: 滤液蒸发浓缩时为什么不能把滤液蒸干?**

答: 滤液蒸干后就没有母液了, 杂质 KCl 就会留在精盐中, 影响纯度。

**问题 39: 有的同学精盐的产率大于 100%, 原因是什么?**

答: ①加入的试剂NaOH或Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>过多, 用盐酸调pH值后生成过多的氯化钠②含水多。

**问题 40: 用盐酸调 pH 值时, pH 值为 3~4, 过低或过高会出现什么问题?**

答: pH值过低会带入盐酸杂质, pH值过高杂质NaOH或Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 中和不完全。

**问题 41: 减压抽滤应注意什么问题? 什么情况下算抽滤完成了?**

答: 减压抽滤装置布氏漏斗中的滤纸应湿润不应翘起, 抽滤完成, 先拔布氏漏斗, 再关电源, 防止倒吸。食盐上层应用滤纸压成滤饼。布氏漏斗下部无水滴出算抽滤完成。

#### 实验名称: 水中微量氟的测定

**问题 42: 用氟电极测得的是F<sup>-</sup>的活度还是浓度? 如果要测F<sup>-</sup>的浓度, 应该怎么办?**

答: 氟离子选择性电极的膜电位所反映的是F<sup>-</sup>的活度而不是浓度。

$$\Delta E = K + 0.059 \log a_{F^-}$$

因而用氟电极测出的只能是F<sup>-</sup>的活度。因为 $a_{F^-} = f_{F^-} \cdot C_{F^-}$ , 所以只有当离子活度系数 $f_{F^-}$ 固定不变时, 氟电极的膜电位才与F<sup>-</sup>的浓度成线性关系, 即 $\Delta E_{膜} = K' + 0.059 \log C_{F^-}$ , 这里K'是包括了活度系数 $f_{F^-}$ 的新常数, 而为了使离子活度系数固定不变, 必须将离子强度较高的溶液加到标准溶液和未知试液中, 使溶液的离子强度固定不变, 从而使离子活度系数恒定, 这样就可以用氟电极直接测得F<sup>-</sup>的浓度。

**问题 43: 总离子强度调节缓冲溶液应包含哪些组分? 各组分的作用如何?**

答: 总离子强度调节缓冲溶液应包含三部分, 其一为强电解质如KNO<sub>3</sub>, NaNO<sub>3</sub>等, 其作用是固定离子强度, 从而使离子活度系数恒定以使测得的电动势直接与离子浓度成线性关系, 其二为缓冲剂, 控制溶液PH, 其三掩蔽剂如柠檬酸钠, 可以掩蔽干扰离子的作用, 因为F<sup>-</sup>的测定, 容易受一些金属离子的干扰, 而

柠檬酸是一种强络合剂，可以通过和金属离子的络合而达到消除干扰的目的。

**问题 44：用标准曲线法测定标准系列溶液时，应按何种次序进行？为什么？**

答：测定时应按溶液从稀到浓的次序进行。由稀溶液到浓溶液时，可直接用滤纸吸干电极上的水分。如在浓溶液中测定后，再测稀溶液前，应立即用去离子水将电极清洗到空白电位值。这样就使得实验效率太低，且易增大实验误差。

**问题 45：电极使用完毕后应如何处理？**

答：电极使用后，应将它清洗至其电位为空白电位值，并将氟电极浸泡在去离子水中。

#### 实验名称：有机酸摩尔质量的测定。

**问题 46：本实验为什么要用酚酞而不用甲基橙作指示剂？**

答：大多数有机酸是固体弱酸，易溶于水，且 $K_a \geq 10^{-7}$ ，即可在水溶液中用NaOH标准溶液进行滴定。反应产物为强碱弱酸盐。由于滴定突跃发生在弱碱性范围内，故常选用酚酞为指示剂

**问题 47：邻苯二甲酸氢钾的干燥条件是什么？**

答：本实验用NaOH标准溶液进行滴定。以间接法配制的NaOH标准溶液可用基准试剂邻苯二甲酸氢钾( $KHC_8H_4O_4$ )进行标定。邻苯二甲酸氢钾的干燥条件是：在 110~1200C 温度下干燥 1 小时后，放入干燥器中备用。干燥温度不宜过高，否则脱水而成为邻苯二甲酸酐。

**问题 48：**

**问题 49：如 NaOH 标准溶液在保存过程中吸收了空气中的  $CO_2$ ，用该标准溶液测定某有机酸的含量，对测定结果有无影响？**

答：在酸碱滴定分析中，若NaOH 标准溶液在保存过程中吸收了空气中的  $CO_2$ ，在以甲基橙为指示剂时不会引入误差，因为 2 分子NaOH 与 1 分子 $CO_2$  结合生成 1 分子的  $Na_2CO_3$  在滴定终点时可与 2 分子的 $H^+$  完全反应；而在以酚酞为指示剂时则会引入误差，因为 $Na_2CO_3$  在滴定终点时只能与 1 分子的 $H^+$ 反应，因此在滴定终点时要多消耗一些NaOH 标准溶液，使得测定结果偏高。

**问题 50：草酸、柠檬酸、酒石酸等多元有机酸能否用 NaOH 溶液分步滴定？**

答：判断多元有机酸能否分步滴定的条件是： $K_n/K_{n+1} \geq 10^4$ ，草酸、柠檬酸、酒石酸不满足此条件，所以不能被分步滴定。

#### 实验名称：由氧化铜制备硫酸铜

**问题 51：由氧化铜制备硫酸铜的原理是什么？**

答： $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 俗名胆矾，易溶于水，且在水中的溶解度随温度变化较大，因此，可采用蒸发浓缩、冷却结晶过滤得方法，将杂质除去，得到纯净的硫酸铜晶体。

**问题 52：第一次过滤时，为什么要趁热过滤？**

答：因为第一次过滤是为了除去不溶性杂质，硫酸铜的溶解度随温度的降低而减小，所以要趁热过滤，使硫酸铜一直保持在滤液中。

**问题 53：由氧化铜制备硫酸铜时，为什么要进行重结晶？**

答：硫酸铜的溶解度随温度的降低而减小，当热的饱和溶液冷却时，硫酸铜首先析出，而少量可溶性杂质（如 $Fe_2(SO_4)_3$ ）杂质由于尚未达到饱和，仍留在母液中。

**问题 54：减压过滤的原理是什么？**

答：利用循环水流不断将吸滤瓶中的空气带走，使吸滤瓶内的压力减小，在布氏漏斗内的液面与吸滤瓶之间造成一个压力差，提高了过滤速度。

**问题 55：减压过滤结束时，应先停电还是先取下布氏漏斗，为什么？**

答：先取下布氏漏斗，防止倒吸。

#### 实验名称：硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定及间接碘量法测铜

**问题 56：如何配制和保存浓度比较稳定的 $Na_2S_2O_3$ 标准溶液？**

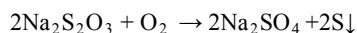
答：硫代硫酸钠( $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ )一般都含有少量杂质，如S、 $Na_2SO_3$ 、 $Na_2SO_4$ 、 $Na_2CO_3$ 及NaCl等，同时还容易风化和潮解，因此采用间接法配制硫代硫酸钠溶液。

$Na_2S_2O_3$ 溶液易受空气和微生物等的作用而分解：

(1) 溶解的 $CO_2$ 的作用： $Na_2S_2O_3$ 在中性或碱性溶液中较稳定，当 $pH < 4.6$  时即不稳定。溶液中含有 $CO_2$ 时，它会促进 $Na_2S_2O_3$ 分解：



(2) 空气的氧化作用：



(3) 微生物的作用：这是使 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 分解的主要原因。为了避免微生物的分解作用，可加入少量 $\text{HgI}_2$ (10mg·L<sup>-1</sup>)。

为了减少溶解在水中的 $\text{O}_2$ 、 $\text{CO}_2$ 和杀死水中微生物，应用新煮沸后冷却的蒸馏水配制溶液并加入少量 $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 作用是防止微生物再生长)。

日光能促进 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液分解，所以 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液应贮于棕色瓶中，放置暗处，经8-14天再标定。长期使用的溶液，应定期标定。若保存的好，可每两月标定一次。

**问题 57: 为什么配制硫代硫酸钠溶液时用加热煮沸并冷却的去离子水, 并加入少量碳酸钠及避光保存? (与问题 56 类似)**

答：加入少量碳酸钠使溶液呈弱碱性，防止细菌再繁殖对硫代硫酸钠的分解。煮沸的目的是赶除 $\text{O}_2$ 、 $\text{CO}_2$ 和杀死细菌，避免细菌对硫代硫酸钠的分解作用。避光保存是为了防止光照对硫代硫酸钠的分解作用(硫代硫酸钠标准溶液不能长时间存放，若发现变浑应弃去重配)。

**问题 58: 碘量法滴定分析的常用指示剂是什么?**

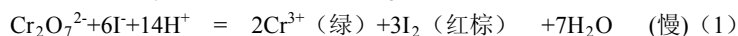
答：碘量法滴定分析的常用指示剂是淀粉，碘( $\text{I}_2$ 或 $\text{I}_3^-$ )与淀粉呈蓝色。

**问题 59: 为什么间接碘量法滴定分析时需加入过量的 $\text{I}^-$**

答： $\text{I}^-$ 可与 $\text{I}_2$ 反应生成水溶性不易挥发的 $\text{I}_3^-$ ，防止分析过程中 $\text{I}_2$ 的挥发损失。

**问题 60: 用 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 作基准物标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液时, 为什么要加入过量的KI和HCl溶液?为什么放置暗处一定时间后才加水稀释? 加水是稀释的目的?**

答：用 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 作基准物标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液时，反应原理方程式为



加入过量的KI的目的主要有两点：一是使反应(1)趋于完全(即增大反应物的浓度)；另一是增大 $\text{I}_2$ 的溶解度。加入过量的HCl的目的主要有两点：一是使反应(1)趋于完全(即增大反应物的浓度)；

另一是增强 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 的氧化性。由于 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 6\text{I}^- + 14\text{H}^+ = 2\text{Cr}^{3+} (\text{绿}) + 3\text{I}_2 (\text{红棕}) + 7\text{H}_2\text{O}$ 是较慢的反应，为确保 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 与KI反应完全，则须防止一段时间，为防止 $\text{I}_2$ 挥发，则须防止在暗处。

加水稀释的目的有两点：一是降低溶液的酸度，确保 $\text{I}_2$ 于 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 定量完成；另一是降低 $\text{Cr}^{3+}$ (绿)的浓度，亦即降低绿色的深度以使终点变色敏锐。

**问题 61: 为什么用 $\text{I}_2$ 溶液滴定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液时应预先加入淀粉指示剂?而用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 滴定 $\text{I}_2$ 溶液时必须将在近终点之前才加入?**

答：用 $\text{I}_2$ 溶液滴定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液时应预先加入淀粉指示剂，未达终点时，溶液为无色液，终点时，过量的 $\text{I}_2$ 与淀粉指示剂立即生成蓝色的配合物而指示终点。淀粉指示剂若加入过早，则大量的 $\text{I}_2$ 与淀粉结合生成蓝色物质，这一部分 $\text{I}_2$ 就不容易与 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 反应，因而使滴定产生误差。

**问题 62: 用 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 作基准物标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液时, 应用\_\_\_\_\_式滴定管。所称量的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 应放入\_\_\_\_\_中, 要加入过量的KI和HCl溶液, 加盖并加\_\_\_\_\_，置暗处一定时间后\_\_\_\_\_，用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定, 为了防止 $\text{I}_2$ 挥发, 滴定反应应在\_\_\_\_\_温度下进行, 开始滴定时应\_\_\_\_\_滴\_\_\_\_\_摇。**

答：酸式；碘量瓶；水封；加水稀释；室温( $>30^\circ\text{C}$ )；快；慢。

**问题 63: 硫酸铜易溶于水, 为什么溶解时要加硫酸? 可否加HCl?**

答：防止 $\text{Cu}^{2+}$ 水解生成 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ ，而造成结果偏低。但不能加HCl，应为氯离子与二价铜离子络合，降低 $\text{Cu}^{2+}$ 的氧化能力，所以调节酸度不能用盐酸而用硫酸。

**问题 64: 用碘法测定铜含量时, 为什么要加入KSCN溶液?如果在酸化后立即加入KSCN溶液, 会产生什么影响?**

答：由于 $\text{CuI}$ 沉淀强烈地吸附 $\text{I}_2$ ，会使测定结果偏低。如果加入KSCN，使 $\text{CuI}$ 转化为溶解度更小、无吸附作用的 $\text{CuSCN}$ 沉淀  $\text{CuI} + \text{KSCN} = \text{CuSCN}\downarrow + \text{KI}$  则不仅可以释放出被 $\text{CuI}$ 吸附的 $\text{I}_2$ ，而且反应时再生出来的 $\text{I}^-$ 可与未作用的 $\text{Cu}^{2+}$ 反应，这样，就可以使用较少的KI而能使反应进行得完全。

但是KSCN只能在接近终点时加入，否则 $\text{SCN}^-$ 可能被 $\text{Cu}^{2+}$ 氧化而使结果偏低。

**问题 65: 已知  $\varphi_{\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^+}^{\ominus} = 0.158\text{V}$  ,  $\varphi_{\text{I}_2/\text{I}^-}^{\ominus} = 0.54\text{V}$  , 为什么本法中 $\text{Cu}^{2+}$ 却能使 $\text{I}^-$ 氧化为 $\text{I}_2$ ?**

答：由于 $\text{Cu}^+$ 与 $\text{I}^-$ 生成 $\text{CuI}$ ，降低了 $\varphi_{\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^+}$  ( $\varphi'_{\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^+} = 0.87\text{V}$ ) 即  $\varphi'_{\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}^+} > \varphi_{\text{I}_2/\text{I}^-}$ ，所以 $\text{Cu}^{2+}$

却能使 $\text{I}^-$ 氧化为 $\text{I}_2$ 。

**问题 66: 测定反应为什么一定要在弱酸性溶液中进行?**

答: 为了防止铜盐水解, 反应必须在酸性溶液中进行(一般控制pH值在3~4之间)。如果酸度过低, 反应速度慢, 终点拖长; 酸度过高, 则 $\text{I}^-$ 被空气氧化为 $\text{I}_2$ 的反应加快, 且 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 分解, 使结果偏高。

**问题 67: 如果分析矿石或合金中的铜, 应怎样分解试样? 试液中含有的干扰性杂质 $\text{Fe}^{3+}$ , 应如何消除它们的干扰?**

答: 加硝酸分解, 然后加硫酸除硝酸。测定时应注意防止其它共存离子的干扰, 例如试样含有 $\text{Fe}^{3+}$ 时, 由于 $\text{Fe}^{3+}$ 能氧化 $\text{I}^-$ , 其反应为 $2\text{Fe}^{3+} + 2\text{I}^- = 2\text{Fe}^{2+} + \text{I}_2$ , 故干扰铜的测定。若加入 $\text{NH}_4\text{HF}_2$ , 可使 $\text{Fe}^{3+}$ 生成稳定的 $\text{FeF}_6^{3-}$ 配离子, 使 $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ 电对的条件电势降低, 从而防止 $\text{Fe}^{3+}$ 氧化 $\text{I}^-$ 。

**问题 68: 如果用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液测定铜矿或铜合金中的铜, 用什么基准物标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的浓度最好?**

答: 应用纯铜最好, 这样可以确保标定条件与测定条件一致而消除系统误差。

#### 实验名称: 胃舒平药片中铝和镁含量的测定

**问题 69: 能否用 EDTA 标准溶液直接滴定铝?**

答: 不能。① $\text{Al}^{3+}$ 对二甲酚橙产生封闭作用② $\text{Al}^{3+}$ 在最低PH水解③因为 $\text{Al}^{3+}$ 与EDTA反应速度较慢。

**问题 70: 在铝完全沉淀分离后的滤液中测定镁, 为什么要加入三乙醇胺溶液?**

答: 因为 $\text{Al}^{3+}$ 对铬黑T指示剂有封闭作用。微量的铝-铬黑T(微红色)在计量点后继续滴加EDTA不能置换出游离的铬黑T而转变成天蓝色, 从而干扰镁滴定分析的终点指示。加入三乙醇胺可对铝离子起掩蔽作用。

**问题 71: 为什么配制液体铬黑 T 指示剂不如配制混合固体铬黑 T 指示剂(铬黑 T: 氯化钠=1: 100)好?**

答: 因为铬黑 T 指示剂配成液体的使用与保存过程中, 易氧化失效。

#### 实验名称: 化学反应焓变的测定

**问题 72:  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 晶体要用分析天平称量, 锌粉用什么称? 为什么?**

答: 锌粉用台秤称约3g。为保证锌粉与硫酸铜充分反应, 锌粉是过量的, 所以不必准确称量。

**问题 73: 锌粉倒入量热器后, 应如何摇动?**

答: 在水平方向上充分摇动量热器, 使锌粉与硫酸铜充分反应。

**问题 74: 温度计的读数精确到 $0.1^\circ\text{C}$ 还是 $0.01^\circ\text{C}$ ?**

答: 根据实验要求, 精确至 $0.1^\circ\text{C}$ 即可, 在反应放热过程中, 温度升高的太快, 若要求读至 $0.01^\circ\text{C}$ 则来不及准确读数。

**问题 75: 如何确定 $\Delta T$ ? 反应后溶液升高到的最高温度是否可作为温度的上限值? 为什么?**

答: 反应后溶液升高到的最高温度不能作为温度的上限值。因为量热器并非绝热, 和环境有热量的交换, 应该通过作图, 用温度对时间的外推法确定温度的上限值, 以未加入锌粉时溶液的温度作为温度的下限值。

**问题 76: 本实验的误差来源有哪些?**

答: (1)加入锌粉后量热器摇动可能不均匀, 使反应放热不均匀。(2)没有考虑量热器及环境与反应溶液的热交换。(3)温度计的读数的准确程度。

#### 实验名称: 蛋壳中 Ca, Mg 含量的测定 (配合滴定法)

**问题 77: 简述如何处理蛋壳?**

答: 先将蛋壳洗净, 加水煮沸5~10min, 去除蛋壳内表层的蛋白薄膜, 然后把蛋壳放于烧杯中用小火烤干, 研成粉末。

**问题 78: 蛋壳粉溶解稀释时的泡沫如何处置? 为什么?**

答: 加少量95%乙醇可以消除泡沫。溶解蛋壳产生泡沫是因为蛋壳中少量的蛋白膜产生的表面活性剂。乙醇分子能够嵌入到表面活性剂的界面膜中导致膜的强度降低, 使表面活性剂的表面张力降低。因此蛋壳溶液中加入乙醇使表面活性剂分子之间的排列变得疏松影响了泡沫的稳定性从而使泡沫消除。

**问题 79: 在该实验中, 标定 EDTA 溶液的基准物用什么试剂最好? 为什么?**

答: 用 $\text{CaCO}_3$ 最好。原因是通常选用的基准物的标定条件应尽可能与测定条件一致, 以免引起系统误差, 本次实验是测定钙镁总量, 以 $\text{CaO}$ 的含量表示, 因此选用 $\text{CaCO}_3$ 做基准物。

**问题 80: EDTA标准溶液和 $\text{CaCO}_3$ 标准溶液的制备方法有何不同?**

答: EDTA标准溶液采用间接法配制, 用台秤称量试剂, 试剂装入试剂瓶中待用;  $\text{CaCO}_3$ 标准溶液采用直接法配制, 用万分之一分析天平称量试剂, 试剂转移至容量瓶中备用。



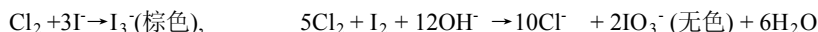
### 实验名称：P 区元素

**问题 81：白磷是一种危险品，怎样保存和取用？**

答：白磷时实验室中最危险的药品之一，所以在保存和使用上都要严格按照要求进行。保存：一般存放在盛有水的试剂瓶中，瓶埋在沙罐里，这样可以防止玻璃被碰破。取用：用镊子取出，放在盛有水的培养皿中，用小刀在水里切割。切割（切取量要小）后要用滤纸洗干水分。用后处理：取出白磷切割后，立即放回原试剂瓶。白磷屑不论怎么微量，都不要随意丢弃，吸过白磷水的滤纸连同用过的器皿，用过后必须及时处理（如果处理不好，有可能实验完毕后着火，极易引起火灾）若不慎引燃白磷，可用砂子扑灭火焰。红磷的危险性比白磷小，但使用时也要注意安全。红磷长期保存易吸湿，所以要密封。吸湿的红磷用滤纸吸去水分。再薄薄平铺，让其自然干燥，干燥时注意周围不要有火源。千万不要混进氧化剂，否则有爆炸的危险。除非特殊需要，否则白磷不能与碱液混合，因为二者反应后生成的 PH<sub>3</sub> 剧毒且易着火。

**问题 82：通 Cl<sub>2</sub>（或氯水）于碱性 KI 溶液中，溶液先变成棕色，后又褪色，为什么？写出有关方程式。**

答：因为适量的 Cl<sub>2</sub> 与 KI 反应生成 I<sub>2</sub>，I<sub>2</sub> 与 I<sup>-</sup> 结合生成 I<sub>3</sub><sup>-</sup> 为棕色，过量的 Cl<sub>2</sub> 会将单质碘继续氧化生成 IO<sub>3</sub><sup>-</sup>，IO<sub>3</sub><sup>-</sup> 为无色。有关方程式如下：



**问题 83：利用 AgNO<sub>3</sub>、NaCl、KBr、KI、(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>、Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 等溶液设计出能观察到卤化银的颜色及验证其溶解性相对大小的系列试验（每种试剂只准使用一次，用方程式表示）。**

- 答：①  $\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- \rightarrow \text{AgCl} \downarrow$ （白色）  
②  $\text{AgCl} + 2\text{NH}_4^+ \rightarrow \text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+ + \text{Cl}^- + 2\text{H}^+$   
③  $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+ + \text{Br}^- \rightarrow \text{AgBr} \downarrow$ （浅黄色）+ 2NH<sub>3</sub>  
④  $\text{AgBr} + 2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} \rightarrow [\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)_2]^{3-} + \text{Br}^-$   
⑤  $[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)_2]^{3-} + \text{I}^- \rightarrow \text{AgI} \downarrow$ （黄色）+ 2S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup>

**问题 84：用 AgNO<sub>3</sub> 试剂检验卤素离子时，为什么要加少量 HNO<sub>3</sub>？**

答：与银离子生成沉淀的离子除了 Cl<sup>-</sup>、Br<sup>-</sup> 和 I<sup>-</sup> 以外，还有 CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> 和 OH<sup>-</sup>。这两种离子与 Ag<sup>+</sup> 分别生成 Ag<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 和 Ag<sub>2</sub>O，都可以溶于 HNO<sub>3</sub>，而 AgCl、AgBr 和 AgI 都不溶于 HNO<sub>3</sub>。所以用 AgNO<sub>3</sub> 试剂检验卤素离子时，要加少量 HNO<sub>3</sub>。

**问题 85：根据实验比较 S<sub>2</sub>O<sub>8</sub><sup>2-</sup> 与 MnO<sub>4</sub><sup>-</sup> 氧化性强弱，为何实验中二价锰离子用 MnSO<sub>4</sub>？能否用 MnCl<sub>2</sub> 代替？为什么反应要在酸性介质中进行？**

答：由于 S<sub>2</sub>O<sub>8</sub><sup>2-</sup> 可以将 Mn<sup>2+</sup> 氧化成 MnO<sub>4</sub><sup>-</sup>，所以 S<sub>2</sub>O<sub>8</sub><sup>2-</sup> 的氧化性更强。实验中二价锰离子只能用 MnSO<sub>4</sub> 而不能用 MnCl<sub>2</sub> 代替，因为 S<sub>2</sub>O<sub>8</sub><sup>2-</sup> 可以将 Cl<sup>-</sup> 氧化成 Cl<sub>2</sub>。如果不在酸性介质中会有 MnO<sub>2</sub> 生成，所以反应要在酸性介质中进行。

**问题 86：简述 Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 溶液与 AgNO<sub>3</sub> 溶液反应生成 Ag<sub>2</sub>S 沉淀的原理及实验现象？**

答：Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 与 AgNO<sub>3</sub> 反应时先生成 Ag<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 沉淀，Ag<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 逐渐分解转化成 Ag<sub>2</sub>S 沉淀。转化过程中颜色变化是：白色→黄色→棕色→黑色。

**问题 87：长期放置的 H<sub>2</sub>S、Na<sub>2</sub>S 和 Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 溶液会有什么变化？并写出有关方程式。**

答：长期放置的 H<sub>2</sub>S、Na<sub>2</sub>S 和 Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 溶液会出现乳白色浑浊。有关方程式如下：  
 $2\text{H}_2\text{S} + \text{O}_2 \rightarrow 2\text{S} \downarrow + 2\text{H}_2\text{O}; \quad 2\text{S}^{2-} + \text{O}_2 + 4\text{H}^+ \rightarrow 2\text{S} \downarrow + 2\text{H}_2\text{O}; \quad \text{S}_2\text{O}_3^{2-} \rightarrow \text{S} \downarrow + \text{SO}_3^{2-}$

### 实验名称 d 区 ds 区

**问题 88：Cr(VI) 的氧化性实验中要求滴加 3% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 并微热，如果不加热可不可以？**

答：可以，若加热必须冷却后再加入乙醚，否则乙醚挥发，看不到应有的现象。

**问题 89：Cr(III) 的还原性实验中可以在开始时直接大量滴加 6 mol/L 或 2 mol/L 的 NaOH 吗？**

答：不能，开始若滴加 6 mol/L 的 NaOH，很难看到 Cr(OH)<sub>3</sub> 沉淀，而是直接看到亮绿色的溶液，若是大量滴加 2 mol/L 的 NaOH，则沉淀溶解后需多加 NaOH 确保碱性，而后 HNO<sub>3</sub> 也需多加。

**问题 90：Cr(VI) 的氧化性实验中能迅速加入大量的 HNO<sub>3</sub> 和 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 吗？**

答：不能，HNO<sub>3</sub> 和 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 加入的量不可以太多，也不可以太快，否则  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 3\text{H}_2\text{O}_2 + 8\text{H}^+ = 2\text{Cr}^{3+} + 3\text{O}_2 \uparrow + 7\text{H}_2\text{O}$

**问题 91：将 H<sub>2</sub>S 通入 Hg<sub>2</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> 的溶液中，得到的沉淀物是什么化合物？**

解：得到了一种黑色的 HgS 和 Hg 的沉淀物。

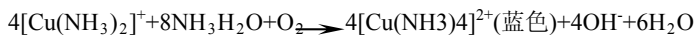
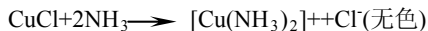
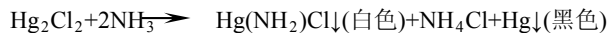




所以  $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2 + \text{H}_2\text{S} \longrightarrow \text{HgS}\downarrow(\text{黑}) + \text{Hg}\downarrow + 2\text{HNO}_3$

**问题 92:**  $\text{CuCl}$ 、 $\text{AgCl}$ 、 $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  都是难溶于水的白色粉末, 试区别这三种金属氯化物。

答: 取三种白色粉末少许, 分别加入氨水, 放置一段时间, 有黑色沉淀出现的是  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ; 先变成无色溶液, 后又变为蓝色的是  $\text{CuCl}$ ; 溶解得到无色溶液的是  $\text{AgCl}$ 。反应如下



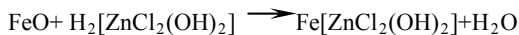
**问题 93:** 解释下列实验事实:

- (1) 焊接铁皮时, 常先用  $\text{ZnCl}_2$  浓溶液处理铁皮表面;
- (2)  $\text{HgC}_2\text{O}_4$  难溶于水, 但可以溶于含  $\text{Cl}^-$  离子的溶液中;
- (3) 过量的汞与  $\text{HNO}_3$  反应的产物是  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ ;
- (4) 加热分解  $\text{CuCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  时得不到无水  $\text{CuCl}_2$ 。

答: (1)  $\text{ZnCl}_2$  的浓溶液有显著的酸性, 因为



故能与铁皮表面的氧化物作用



从而保证焊接。

(2) 由于生成  $[\text{HgCl}_4]^{2-}$ , 所以  $\text{HgC}_2\text{O}_4$  能溶解于含  $\text{Cl}^-$  的溶液中



△

(3)  $3\text{Hg} + 8\text{HNO}_3 \longrightarrow 3\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 + 2\text{NO}\uparrow + 4\text{H}_2\text{O}$



(4)  $\text{CuCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  受热分解时, 由于水解放出氯化氢, 并形成碱式盐, 因此得不到无水盐

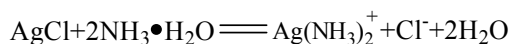


**问题 94:** 试分离下列各组混合物:

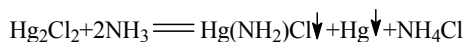
- (1)  $\text{ZnS}$ 、 $\text{CdS}$  和  $\text{HgS}$ ;
- (2)  $\text{AgCl}$ 、 $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  和  $\text{HgCl}_2$ 。

答: (1) 加入稀  $\text{HCl}$  将  $\text{ZnS}$  溶解, 过滤。将不溶于稀  $\text{HCl}$  的  $\text{CdS}$  和  $\text{HgS}$  混合物用浓  $\text{HCl}$  处理,  $\text{CdS}$  溶解而  $\text{HgS}$  不溶, 过滤将两者分离开。

(2) 加入过量的水将  $\text{HgCl}_2$  溶解, 过滤。将不溶于水的  $\text{AgCl}$  和  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  混合物用氨水处理,  $\text{AgCl}$  溶解:



而  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  仍转化为不溶物:



过滤将两者分离开。

**问题 95:** 白色固体 A 不溶于水和氢氧化钠溶液, 溶于盐酸形成无色溶液 B 和气体 C。像溶液 B 中滴加氨水先有白色沉淀 D 生成, 而后 D 又溶于过量氨水中形成无色液体 E; 将气体 C 通入  $\text{CdSO}_4$  溶液中的黄色沉淀, 若将 C 通入溶液 E 中则析出固体 A。

试根据上述实验现象判断各字母所代表的物质。

答: A— $\text{ZnS}$ ; B— $\text{ZnCl}_2$ ; C— $\text{H}_2\text{S}$ ; D— $\text{Zn}(\text{OH})_2$ ; E— $\text{Zn}(\text{NH}_3)_4^{2+}$

## 有机化学实验

### 实验一 有机化学实验的基本知识及仪器的认领

#### 1、安装常压操作装置进行加热或反应时，在实验装置上应注意什么？

答：不能把实验装置接成密闭体系。

#### 2、无论是常压蒸馏还是减压蒸馏，为什么均不能将液体蒸干？

答：防止局部过热或产生过氧化物而发生爆炸。

#### 3、温度计打碎后，应怎样处理？

答：一定先把硫磺粉撒在水银球上，然后汇集在一起处理。

#### 4、学生实验中经常使用的冷凝管有哪些？各用在什么地方？

答：学生实验中经常使用的冷凝管有：直形冷凝管，空气冷凝管及球形冷凝管等。直形冷凝管一般用于沸点低于 140℃ 的液体有机化合物的沸点测定和蒸馏操作中；沸点大于 140℃ 的有机化合物的蒸馏可用空气冷凝管。球形冷凝管一般用于回流反应即有机化合物的合成装置中(因其冷凝面积较大，冷凝效果较好)。

#### 5、有机化学实验一旦着火，一般应该采取的措施有哪些？

答：首先立即切断电源，移走易燃物。烧瓶内反应物着火，可用石棉布盖住瓶口；地面或桌面着火，可用淋湿的抹布或沙子灭火。火势较大，应采用灭火器灭火，并应遵循从火的周围向中心的扑灭过程。

#### 6、蒸馏前，为什么必须将干燥剂滤除？

答：干燥剂与水的反应为可逆反应，当温度升高时，这种可逆反应的平衡向干燥剂脱水方向移动，所以在蒸馏前，必须将干燥剂滤除。

#### 7、利用干燥剂对液体有机物进行干燥时，怎样判断已干燥完全？

答：观察被干燥液体，溶液由混浊变澄清，表明干燥完全；观察干燥剂，干燥剂加入后，不会粘在器壁上，可随容器旋转，表明干燥完全。

#### 8、安装仪器应遵循的总则是什么？

答：(1) 先下后上，从左到右；(2) 正确、整齐、稳妥、端正；其轴线应与实验台边沿平行。

### 实验二 熔点的测定与重结晶

#### 1、毛细管装样时，应注意什么？

答：样品要先研细，并且要装得紧密，样品高度要适中，一般应控制在 2 mm。

#### 2、毛细管及温度计各放于什么位置？

答：毛细管的放置应使管中的样品位于水银球的中部，温度计应处在提勒管的两叉口中。

#### 3、为什么毛细管中的样品熔融再冷却固化后不可用于第二次测熔点？

答：因为有些物质在测定熔点时可能发生了部分分解或变成了具有不同熔点的其他结晶形式。

#### 4、重结晶操作时，活性炭不能在溶液沸腾时加入，为什么？

答：活性炭不能在溶液沸腾时加入，否则会引起暴沸，使溶液溢出，造成产品损失。

#### 5、进行热过滤时，操作上应注意什么？

答：趁热过滤是为了防止在过滤过程中，由于温度的降低而在滤纸或漏斗上析出结晶，降低产率。为了保持滤液的温度使过滤过程尽快完成，一、动作要快；二、采用短颈漏斗；三、短颈漏斗进行预热。

#### 6、在抽滤前应注意什么操作？

答：在抽滤之前必须用同种溶剂将滤纸润湿，使滤纸紧贴于布氏漏斗的底面；然后打开水泵将滤纸吸紧，避免固体在抽滤时从滤纸边缘吸入抽滤瓶中。

#### 7、抽滤时怎样洗出粘附在容器上的晶体？

答：抽滤前，预留少量母液用来洗出最后粘附在容器上的晶体，倒入漏斗中抽滤。

#### 8、怎样洗涤漏斗上已抽滤过的晶体上残留的少量杂质？

答：使用少量冷的新鲜的溶剂，抽滤洗涤 2-3 次。

### 实验三 蒸馏和分馏实验

#### 1、(1) 蒸馏时加入沸石的作用是什么？(2) 如果蒸馏前忘加沸石，能否立即将沸石加至接近沸腾的液体中？(3) 当重新进行蒸馏时，用过的沸石能否继续使用？

答：(1) 沸石作为助沸物加入液体中，以期引入气化中心，保证沸腾平稳而不发生暴沸。(2) 在任何情况下，切记将沸石加至接近沸腾的液体中，否则常因突然放出大量蒸气而将大量液体从蒸馏瓶中喷出造成危险。如果加热前忘记加入沸石，需要先将液体冷却后才能加入。(3) 重新进行蒸馏时，用过的沸石不能继

续使用，需要加入新的沸石。这是因为起初加入的沸石在加热时逐出了部分空气，在冷却时吸附了液体，因而可能已经失效。

## 2、说出普通蒸馏装置所用的玻璃仪器名称。

答：普通蒸馏装置所用的玻璃仪器为（1）蒸馏瓶（2）蒸馏头（3）温度计（4）直形冷凝管（5）接液管（6）接受瓶。

## 3、口述仪器安装的次序及注意点。并按要求画出蒸馏装置图。

安装仪器顺序一般是自下而上，从左到右，准确端正，横平竖直。蒸馏装置安装的次序如下：

（1）选好并固定蒸馏瓶。选择合适的蒸馏瓶，注意液体的体积不超过蒸馏瓶容积的 2/3，也不要少于 1/3。蒸馏瓶的高度距离电加热套底部 1~2 cm。

（2）将涂有少量凡士林的蒸馏头装到蒸馏瓶上。

（3）将温度计（借助于温度计套管）固定在蒸馏头的上口处。注意温度计水银球的上限应和蒸馏头侧管的下限在同一水平线上。

（4）将直形冷凝管连接到蒸馏头上。注意冷却水从下口流入，上口流出。

（5）将接液管连接到冷凝管的下端。

（6）连上接收器。

### 画图略。

## 4、蒸馏什么液体用空气冷凝管？为什么？

答：蒸馏液体沸点在 140℃ 以下时，用直形冷凝管冷凝。如果液体的沸点在 140℃ 以上时，用水冷凝管冷凝时，在冷凝管接头处容易爆裂，这时改用空气冷凝管（高沸点化合物用空气冷凝管已达到冷却目的）。

## 5、简述蒸馏操作加热时注意事项

答：加热前先开通冷却水。开始加热时，电压可以调的略高些，一旦液体沸腾，水银球部位出现液滴，开始控制调压器电压，以蒸馏速度每秒 1~2 滴为宜。蒸馏时，温度计水银球上应始终保持有液滴存在。

## 6、说出分馏装置所用的玻璃仪器名称。画出分馏装置图

答：（1）蒸馏瓶（2）分馏柱（3）蒸馏头（4）温度计（5）直形冷凝管（6）接液管（7）接受瓶。

## 7、简述分馏操作注意事项

答：（1）分馏要缓慢进行，要控制好恒定的蒸馏速度（2）要有相当量的液体自柱流回烧瓶中，即要选择合适的回流比（通常是 4：1），即冷凝液流回瓶 4 滴，柱顶馏出液 1 滴；（3）尽量减少分馏柱的热量散失和波动。一般在柱的外围用石棉绳包住以减少柱内热量散发。

## 实验四 水蒸气蒸馏

### 1、判断下面说法的准确性，准确者画√，不准确者画×

- （1）用蒸馏法、分馏法测定液体化合物的沸点，馏出物的沸点恒定，此化合物一定是纯化合物。
- （2）用蒸馏法测定沸点，馏出物的馏出速度影响测得沸点值的准确性。
- （3）用蒸馏法测沸点，温度计的位置不影响测定结果的可靠性。
- （4）用蒸馏法测沸点，烧瓶内装被测化合物的多少影响测定结果。
- （5）测定纯化合物的沸点，用分馏法比蒸馏法准确。

答：（1）×（2）√（3）×（4）√（5）×。

### 2、什么情况下用水蒸气蒸馏？用水蒸气蒸馏的物质应具备什么条件？

答：下列情况可采用水蒸气蒸馏：

- （1）混合物中含有大量的固体，通常的蒸馏、过滤、萃取等方法都不适用。
- （2）混合物中含有焦油状物质，采用通常的蒸馏、萃取等方法都不适用。
- （3）在常压下蒸馏会发生分解的高沸点有机物质。

用水蒸气蒸馏的物质应具备下列条件：

- （1）随水蒸气蒸出的物质应不溶或难溶于水，且在沸腾下与水长时间共存而不起化学变化。
- （2）随水蒸气蒸出的物质，应在比该物质的沸点低得多的温度，而且比水的沸点还要低得多的温度下即可蒸出。

### 2、怎样正确进行水蒸汽蒸馏操作？

答：（1）在进行水蒸气蒸馏之前，应认真检查水蒸气蒸馏装置是否严密。

(2) 开始蒸馏时, 应将 T 形管的止水夹打开, 待有蒸气溢出时再旋紧夹子, 使水蒸气进入三颈烧瓶中, 并调整加热速度, 以馏出速度 2—3 滴/秒为宜。

(3) 操作中要随时注意安全管中的水柱是否有异常现象发生, 若有, 应立即打开夹子, 停止加热, 找出原因, 排除故障后方可继续加热。

### 3、怎样判断水蒸汽蒸馏操作是否结束?

答: 当流出液澄清透明不再含有有机物质的油滴时, 即可断定水蒸汽蒸馏结束 (也可用盛有少量清水的锥形瓶或烧杯来检查是否有油珠存在)。

### 4、水蒸气蒸馏装置主要由几大部分组成?

答: 水蒸气蒸馏装置主要由水蒸气发生器、三颈瓶和冷凝管三部分组成。

### 5、水蒸气发生器中的安全管的作用是什么?

答: 安全管主要起压力指示计的作用, 通过观察管中水柱高度判断水蒸气的压力; 同时有安全阀的作用, 当水蒸气蒸馏系统堵塞时, 水蒸气压力急剧升高, 水就可从安全管的上口冲出, 使系统压力下降, 保护了玻璃仪器免受破裂。

## 实验五、六 薄层色谱及柱色谱

### 1. 薄层色谱所用的硅胶有那些种?

答: 有硅胶 G (含黏合剂煅石膏); 硅胶 H (不含黏合剂); 硅胶 GF254 (含有黏合剂和荧光粉, 可在 254nm 紫外光下发出荧光); 硅胶 HF254 (只含荧光粉)。

### 2. 黏合剂 CMC 的使用浓度一般为多大?

答: CMC 一般配成水溶液使用, 质量分数一般为 0.5-1%, 最好是 0.7%。

### 3. 薄层板制备的厚度一般是多少? 太厚或太薄有何影响?

答: 厚度一般为 0.5~1mm, 太厚展开时会出现拖尾, 太薄样品分不开。

### 4. 比移值 (R<sub>f</sub> 值) 如何计算, 为什么在一定的操作条件下, 可利用 R<sub>f</sub> 来鉴定化合物?

答: 某种化合物在薄层板上上升的高度与展开剂上升的高度的比值称为该化合物的比移值 (R<sub>f</sub> 值)。对于一种化合物, 当展开条件相同时, 比移值为一个常数。因此, 其可用于鉴定化合物。

### 5. 薄层板的显色方法, 常用的有几种?

答: 常用的有两种: 第一种是显色剂法, 常用的显色剂有碘和三氯化铁水溶液等; 第二种为紫外光显色法, 其使用于由硅胶 GF254 制成的薄层板。

## 柱色谱

### 6. 柱色谱分为几个实验步骤?

答: ①装柱——常用湿法 (色谱柱要垂直, 把吸附剂用溶剂拌成的糊状物, 一次性均匀加入乘有溶剂且打开活塞滴放着溶剂的层析柱中, 使紧密、均匀、无气泡, 溶剂不能流干, 装柱溶剂一般为开始的洗脱溶剂); 吸附剂上常铺一层石英砂。

② 加样——可用液体、溶液、固体拌料加入, 待柱中溶剂流至刚好泡住吸附剂时, 关闭活塞, 加入样品, 开启活塞, 溶剂流至石英砂层时, 关闭活塞, 然后用少量溶剂洗下粘在柱壁上的样品 (2~3 次)。

③ 洗脱——按要求接收各组分; 如不确定, 则按等分接收, 用薄层层析鉴定后, 再分别合并各组分。

### 7. 层析柱装柱时有什么要求?

答: 柱层析时, 柱子要致密紧实, 无气泡, 无裂缝。

### 8. 色谱法在有机实验中有何作用?

答: ① 分离混合物 ② 精制提纯化合物 ③ 分析鉴定化合物 ④ 观察化学反应。

### 9. 在进行柱层析时, 淋洗剂如何选择?

答: 柱层析的淋洗剂的极性通过薄层层析来选择, 淋洗剂的极性一般要小于样品的极性。

### 10. 简述干法装柱的一般步骤?

答: 在层析柱中加入石油醚, 在小烧杯中加入一些石油醚, 取少许棉花用石油醚浸湿, 挤出气泡后放在层析柱底部, 在它上面放一片直径略小于管柱的滤纸或铺一层细纱。通过玻璃漏斗缓缓加入氧化铝, 同时打开活塞让石油醚流下, 以保证柱内石油醚的高度不变。氧化铝在柱中堆积过程中可用软性物轻轻敲震层析柱以便使氧化铝装得平实。装完后再用一圆形滤纸或一薄层细纱覆盖在氧化铝上面。调节柱中石油醚液面高度, 确保石油醚液面高出氧化铝或细纱 1~2 毫升。

### 实验七 从茶叶中提取咖啡因

1、 实验中使用生石灰的作用有哪些？

用 CaO 吸收萃取液中的水分，还可以吸收酸性物质，如浓缩液中的丹宁酸、色素等。

2、 除可用乙醇萃取咖啡因外，还可采用哪些溶剂萃取？

氯仿、苯等

3、从茶叶中提取出的粗咖啡因有绿色光泽，为什么？（叶绿素的存在）

4、具有何条件的物质才能够用升华法提纯？

容易升华的物质含有不挥发物质，可以用升华法进行精制。

5、升华操作的关键是什么？

关键是控制温度，缓慢加热，升华物质受热均匀。

### 实验八 正溴丁烷的制备

1、加浓硫酸和水的顺序？顺序为什么不能颠倒？

答：先加水，后加浓硫酸。因为浓硫酸和水混合放出大量热量，浓硫酸的密度比水大，若反过来加水在上层沸出，易伤人。

2、回流操作中加沸石的目的？沸石能否重复利用？为什么？

答：沸石可起到防爆沸和助沸的目的，沸石不能重复利用，因为用过的沸石汽化中心已被堵死。

3、回流过程中为什么要不断振摇？

答：是因为该反应是两相反应，通过振摇增加反应物分子的接触几率。

4、为什么用饱和碳酸氢钠溶液洗涤前要先用水洗涤？

答：水洗先除硫酸，防止直接加入饱和碳酸氢钠会放出大量二氧化碳。

5、反应后各步洗涤的目的何在？

答：各步洗涤的目的是：

- a、10mL水：                  除去HBr、Br<sub>2</sub>、少量醇；
- b、10mL 浓硫酸：          除去未反应的正丁醇及副产物正丁醚；
- c、10mL 水：              除去大量硫酸；
- d、10mL 饱和碳酸氢钠：    进一步除去硫酸；
- e、10mL 水：              除去碳酸氢钠

### 实验九 乙酸乙酯的制备实验

1. 实验室制备乙酸乙酯提高产率的关键点是什么？

答：因该反应为可逆反应，要想提高产率需采用：

- 1)增加反应物乙酸和乙醇的浓度。
- 2)迅速蒸出产物：乙酸乙酯与形成的恒沸混合物。(沸点：70.4℃)。
- 3)还应严格控制反应温度维持反应温度在 120-25℃，最高不能超过 130℃。

2. 若温度超过 130℃会出现什么情况？

答：反应温度过高会增加付产物乙醇的含量，使产率下降。因为乙醇在浓硫酸催化加热至 140℃左右，会生成乙醚。

3. 反应器中加入沸石的作用是什么？

答：防止暴沸。

4. 反应馏出液中的主要成分有哪些？

答：主要有：合成目标产物：乙酸乙酯；未反应物：乙醇，乙酸，催化剂：硫酸；水；付产物（少量）：乙醚等。

5. 分离馏出液时加饱和Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>的作用是什么？

答：中和馏出液中的乙酸和硫酸。

6. 馏出液中有没有硫酸？为什么？

答：有，因为虽然浓硫酸的沸点很高，但在反应过程中会产生SO<sub>3</sub>气体，冷凝后溶入馏出液中。

### 实验十 乙酰苯胺的制备

1、在制备乙酰苯胺时，为什么要加入锌粉？

答：加入锌粉的目的是防止苯胺在反应过程中被氧化，生成有色的杂质。

2、制备乙酰苯胺要采用分馏柱，为什么？

答：因水的沸点为 100 °C，反应物醋酸的沸点为 118 °C，两者温度相差不大，故采用分馏柱，可使水与醋酸尽可能分离，水被蒸出，而醋酸重新回流到反应器中，保证醋酸过量的环境

3、合成乙酰苯胺时，柱顶温度要控制在多少度左右？为什么？

答：柱顶温度要控制在 105 °C 左右。因为：为了提高乙酰苯胺的产率，反应过程中不断分出产物之一水，以打破平衡，使反应向着生成乙酰苯胺的方向进行；为了达到即要将水份（沸点 100 °C）除去，又不使醋酸（沸点为 118 °C）损失太多的目的，必需控制柱顶温度在 105 °C 左右。

4、怎样判断反应已经完成？

答：观察到温度计示数下降时，表示反应已经完成，或观察收集的水的体积，与理论计算值相比较。

5、反应完成后，为什么要趁热将反应物倒入冷水中？

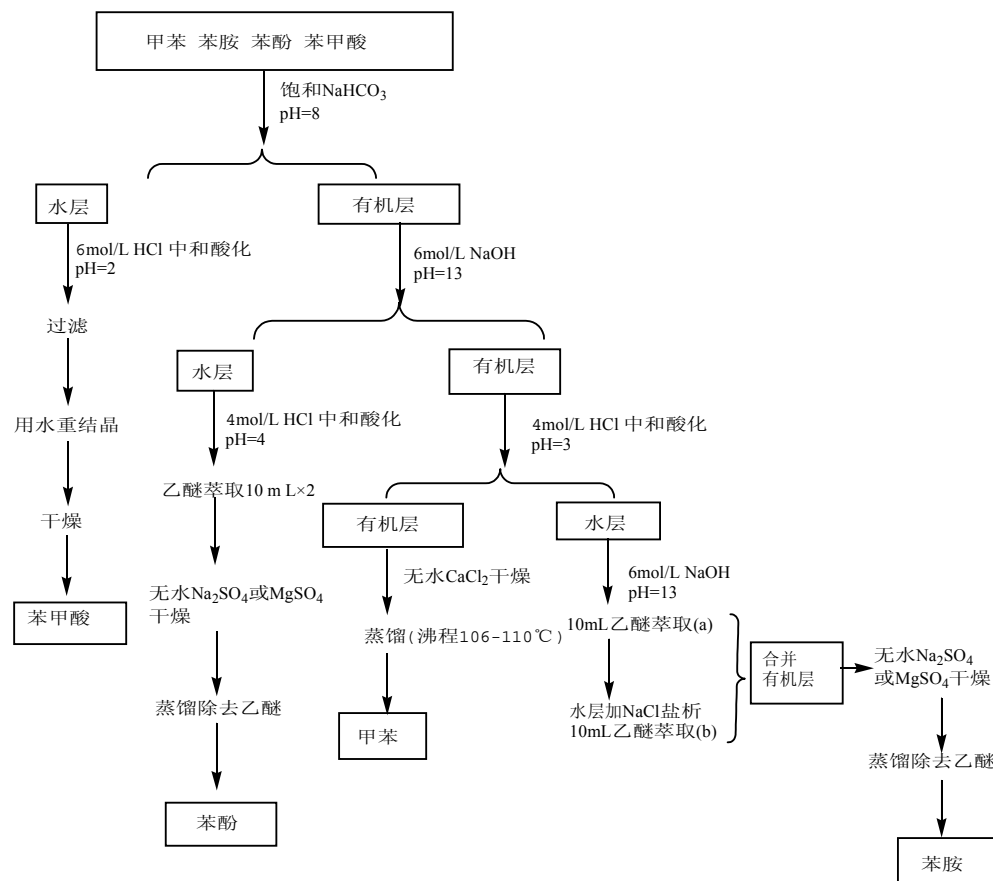
答：反应物冷却后，固体产物立即析出，粘在瓶壁上不易处理，故需趁热将反应物倒入冷水中。

实验十一、十二多组分分离的设计及实践

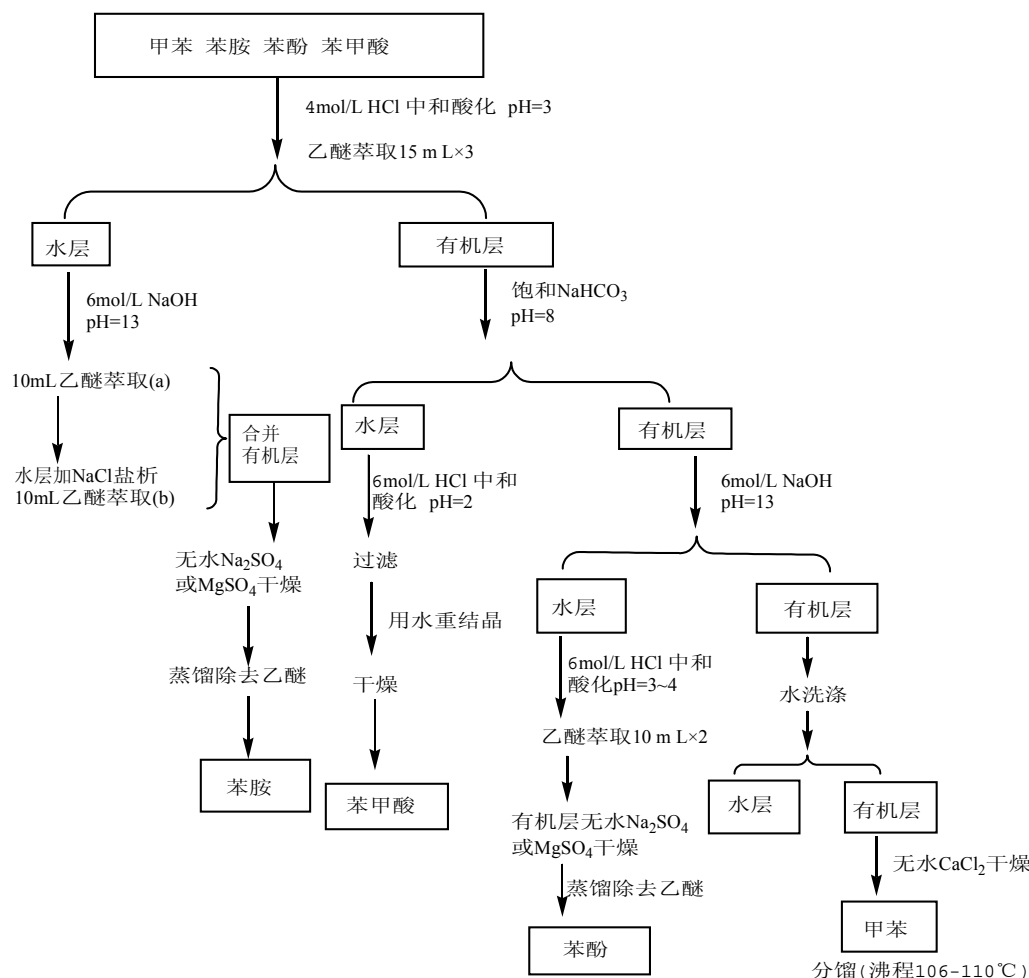
1、实验十画出甲苯、苯胺、苯酚、苯甲酸四组份分离流程图

有下面两种分离方案：

方案（1）



方案（2）



## 2. 比较甲苯、苯胺、苯酚、苯甲酸的酸碱性大小

苯甲酸和苯酚显酸性，苯甲酸的 $pK_a=4.2$ ，苯酚的 $pK_a=9.94$ ，苯甲酸的酸性比醋酸的酸性还要大，苯酚的酸性很弱。苯胺显弱碱性。甲苯基本显中性。按酸性的顺序排列：苯甲酸>苯酚>甲苯>苯胺

## 3. 本实验中甲苯、苯胺、苯酚、苯甲酸各组份在水相和有机相中以什么形式存在？

甲苯不溶于水，只在有机相中。苯胺与盐酸形成季铵盐，可溶于水相，而苯胺在冷水中的溶解度不大，用乙醚萃取时，苯胺进入有机相。苯甲酸和苯酚的钠盐溶于水。苯甲酸在强酸性条件下从水中析出。苯酚在水中有较大的溶解度，用乙醚萃取时，苯酚进入有机相。

## 4. 在萃取分离时，如何来判断有机层在上层或下层？

从分液漏斗下方放出少量溶液到盛有水的烧杯中，如果溶于水，即表明放出液是水相，有机层在上层；如果不溶于水，有油珠沉在杯底，则表明放出液是有机相，有机层在下层。

## 5. 本实验中各组份是如何纯化的？

苯甲酸采用在水中重结晶提纯；甲苯、苯胺、苯酚可采用蒸馏或分馏提纯。

## 6. 为什么甲苯、苯胺、苯酚、苯甲酸混合物有时会出现红棕色？

这是因为少量苯胺和苯酚在空气中分别被氧化成硝基苯和醌所致。

## 7. 在进行萃取操作时能否剧烈振荡分液漏斗？

不能振荡太剧烈，否则会因为形成乳浊液而使有机相和水相分层不清晰。

## 实验十三 环己烯的制备

### 1. 该实验中环己烯产率为何较低（46% - 56%）？

答：a. 由于反应可逆，随着反应进行，反应液中水含量增加，不利于反应正向进行；b. 有较多环己醇



随水和环己烯共沸蒸出。

**2. 如果分馏柱足够长，在馏出温度不超过 90℃时，可否使环己醇完全不被蒸出？**

答：分馏操作不能分离共沸物，故环己烯-水、环己烯-环己醇仍旧共沸蒸出。

**3. 为何反应终了时，柱顶温度先下降后上升？**

答：发应体系中低沸点液体（低于 90℃）基本蒸出，柱顶温度下降；随着继续加热，高沸点馏出液（如水等）使柱顶温度升至 90℃以上。

**4. 柱顶馏出的粗产品可能含有哪些杂质？分别是如何除去的？**

答：杂质有水（分液及干燥除去）、环己醇（CaCl<sub>2</sub>干燥及蒸馏除去）、少量环己醚（蒸馏除去）以及微量酸（5% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>中和除去）等。

**5. 本实验中可能存在哪些副反应？**

答：醇的分子间脱水；烯聚合等。

#### 实验十四 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备

**1. 在以呋喃甲醛和氢氧化钠为原料制备呋喃甲醇和呋喃甲酸的实验中，根据什么原理分离提纯呋喃甲醇和呋喃甲酸？**

答：在强碱性条件下，呋喃甲醛可以发生歧化反应生成呋喃甲醇和呋喃甲酸。根据呋喃甲酸溶解于氢氧化钠溶液，而呋喃甲醇不溶于氢氧化钠的性质，首先用乙醚萃取分离，得到呋喃甲醇的醚溶液，蒸馏可以得到纯呋喃甲醇。萃取后的水溶液用浓盐酸酸化至 pH=2~3，析出呋喃甲酸沉淀，过滤，用水重结晶可以得到纯呋喃甲酸。

**2. 在以呋喃甲醛和氢氧化钠为原料制备呋喃甲醇和呋喃甲酸的实验中，能否用浓硫酸酸化乙醚萃取后的水溶液得到呋喃甲酸？**

答：不能。因为浓硫酸具有强氧化性，易使反应产物氧化。

**3. 在以呋喃甲醛和氢氧化钠为原料制备呋喃甲醇和呋喃甲酸的实验中，乙醚萃取后的水溶液用 25% 盐酸酸化到中性是否合适？为什么？**

答：不合适。因为呋喃甲酸为弱酸，在中性条件下，不能将呋喃甲酸钠盐完全转化为呋喃甲酸。萃取后的水溶液应该用浓盐酸酸化至 pH=2~3，使呋喃甲酸钠盐完全转化为呋喃甲酸。

**4. 在以呋喃甲醛和氢氧化钠为原料制备呋喃甲醇和呋喃甲酸的实验中，反应过程中容易出现黄色浆状物，黄色浆状物是什么？**

答：黄色浆状物主要是生成的呋喃甲酸钠盐，加入少量水可以使其溶解。

**5. 怎样利用 Cannizzaro 反应将呋喃甲醛全部转化为呋喃甲醇？**

答：利用甲醛的还原能力较强的性质，用甲醛和呋喃甲醛在碱性条件下反应，甲醛可以将呋喃甲醛还原为呋喃甲醇，而甲醛被氧化为甲酸。

#### 实验十五 乙酰乙酸乙酯的制备

**1. 乙酰乙酸乙酯的制备中仪器未经干燥，所用原料含水，对反应各有什么影响？**

答：金属钠遇水即燃烧或爆炸，所用仪器必须绝对干燥。在称量或切片过程中应迅速，以免空气中水汽侵蚀或被氧化。原料中含水除存在以上问题外，还会使原料水解，影响酯缩合反应。

**2. 乙酰乙酸乙酯必须绝对干燥，但应含有 1~2% 的乙醇，过多、过少对反应有什么影响？**

答：乙醇过少没有足够的碱醇钠生成，使反应过慢或不足以夺取 α-H 引发反应。过多可以促进酯缩合逆反应进行。

**3. 反应瓶内如有很少量未反应的金属钠，能否进行下一步操作，操作中应注意什么？**

答：反应瓶内如有很少量未反应的金属钠，可以进行下一步操作。但下一步加酸必须十分小心，以免金属钠遇水燃烧或爆炸。

**4. 乙酰乙酸乙酯为何要用减压蒸馏？常用的减压蒸馏装置由几部分组成，各部分的作用是什么？**

答：乙酰乙酸乙酯常压蒸馏很容易分解。常用的减压蒸馏装置由蒸馏、抽气、保护和测压四部分组成。各部分的作用见教材 49 页

**5. 减压蒸馏为什么要用毛细管？如果在蒸馏瓶中装入沸石或装入磁力搅拌子可否？如果待蒸馏物对空气敏感，应采取什么措施？**

答：毛细管的作用是引入汽化中心，使蒸馏平稳。不能用沸石。装入磁力搅拌子也可以。如果待蒸馏物对

空气敏感，就可用磁力搅拌子代替毛细管。如仍用毛细管，应通过毛细管导入惰性气体（如氮气）加以保护。

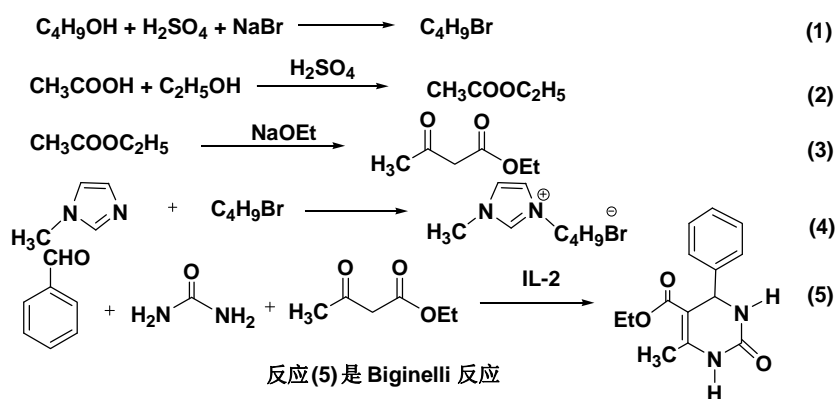
注：需掌握的基本装置操作：（会画、实物装配及注意事项）

- 1、简单蒸馏装置
- 2、分馏装置
- 3、水蒸气蒸馏装置
- 4、减压蒸馏装置

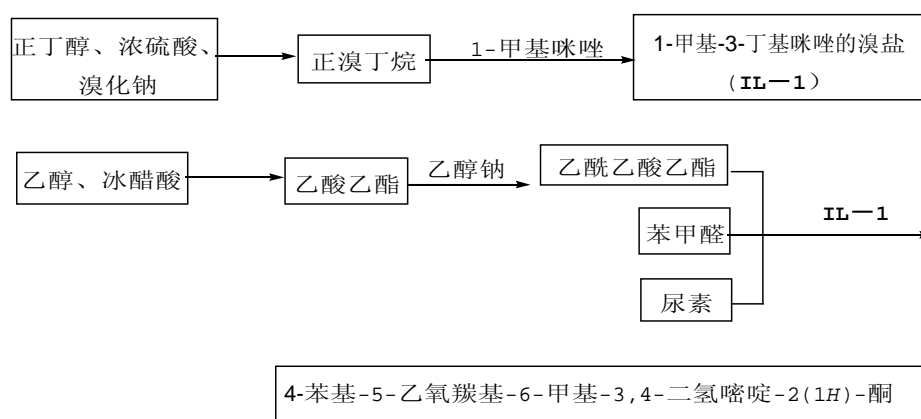
#### 实验十六、十七 4-苯基-5-乙氧羰基-6-甲基-3,4-二氢嘧啶-2(1H)-酮的制备（Biginelli 反应）

1893 年 Biginelli 首次报道了用苯甲醛、尿素和乙酰乙酸乙酯三组分以乙醇作为溶剂在浓盐酸的催化下“一锅煮”得到 3,4-二氢嘧啶-2(1H)-酮，并命名该类反应为 Biginelli 反应<sup>1</sup>。但这一极具实验价值的多组分反应 (MCR) 反应，目前在国内外有机教科书中却未介绍。Biginelli 反应最大的优点是操作简单，“一锅煮”即可得到产物，但缺点是收率较低，(20-50%)。为了提高产率，人们作了大量的工作，通过各种改进方法，使反应产率显著提高，有的高达 90% 以上。改进的工作主要集中在两方面，一是使用更好的催化剂，如用  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、离子液体、三溴化铟等催化剂；二是用其他方法，如微波促进、固相合成等，均得到了高产率的 3,4-二氢嘧啶-2(1H) 酮。

反应方程式为：



离子液体 IL-1 的制备反应 (4)，是我们前期的基础性实验正溴丁烷的制备实验 (1) 的延伸，Biginelli 合成反应 (5) 又是在我们的基础性实验乙酸乙酯的制备 (2) 和乙酰乙酸乙酯制备 (3) 的基础上的进一步延伸，同时应用了我们在反应 (4) 中所合成的离子液体 IL-2 作为反应进行的催化剂。



#### 1. 甲基-3-丁基咪唑的溴盐的合成：

在 50 mL 圆底烧瓶中加入 3.0 g (0.037 mol) 1-甲基咪唑，加入 20 mL 1,1,1-三氯乙烷做溶剂，在磁力搅拌的条件下，用恒压滴液漏斗缓慢滴加正溴丁烷 5.0 g (0.036 mol)，约 40 min 滴完，溶液变浑浊，将滴液漏斗撤下，换上球型回流冷凝管，加热回流 2 h，完应完毕。用旋转蒸发器将 1,1,1-三氯乙烷蒸出，得到 1-甲基-3-

丁基咪唑的溴盐，为粘稠状液体。

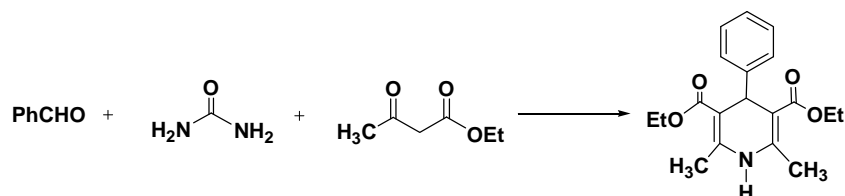
注释：

- 1、要注意控制搅拌速度和滴加速度，使两种原料缓慢混合均匀。
- 2、滴完后，迅速换上球形冷凝管回流，1,1,1-三氯乙烷的沸点为 73-76℃，应控制回流速度，不易过快。
- 3、将旋蒸仪的水浴温度缓慢上升至 80℃，0.1 Mp 下旋蒸 40 min，将 1,1,1-三氯乙烷完全蒸出。
- 4、得到的离子液体为红棕色粘稠状液体，可以不经处理直接作为催化剂和溶剂应用于有机化合物的合成。

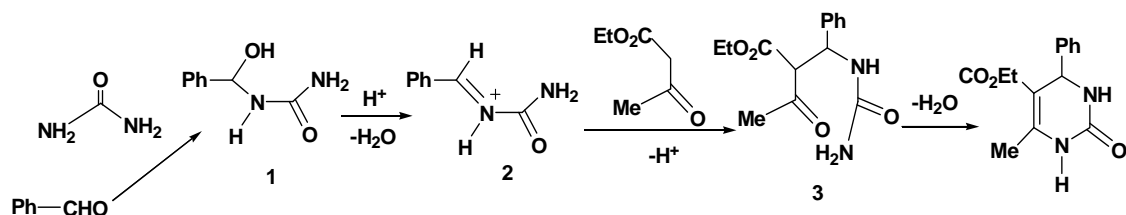
## 2. 4-苯基-5-乙氧羰基-6-甲基-3,4-二氢嘧啶-2(1H)-酮的制备 (Biginelli 反应)

在 50 mL 圆底烧瓶中依次加入尿素 1.8 g，苯甲醛 2.1 g，乙酰乙酸乙酯 2.6 g，离子液体 IL-1 2 滴，装上回流冷凝管，在磁力搅拌的条件下，缓慢升温至 100℃，大约 1 h 后，开始有大量白色固体析出，继续保温反应 0.5 h，停止反应，过滤，滤饼用少量石油醚分 2 次洗涤，抽滤所得的粗产品用无水乙醇重结晶后，得白色针状结晶。熔点：204-205℃。

- (1) 注意加料顺序：由于苯甲醛和乙酰乙酸乙酯易挥发，所以应先加入尿素，再加入苯甲醛和乙酰乙酸乙酯，加完后应迅速安装冷凝管，进行反应。
- (2) 离子液体的用量不易过多，否则会导致最后析出的固体粘稠，不易处理。
- (3) 在搅拌下，将温度缓慢控制在 100℃ 以内，使尿素溶解，体系变为澄清液体，如温度过高，会有副产物吡啶酮生成。



- (4) 反应开始析出固体时，先不要急于停止反应，当有大量固体析出时，再停止反应，以提高产率。
- (5) 用石油醚洗涤的目的是除去可能未反应的苯甲醛、乙酰乙酸乙酯及少量杂质。
- (6) 该反应未加任何溶剂，且用环境友好的离子液体做催化剂，符合当今绿色化学的发展要求。
- (7) 近年来，为了改进这一反应，化学家们做了大量的研究工作。主要方法有 Lewis 酸催化如  $\text{BF}_3 \cdot \text{OEt}_2$ ,  $\text{VCl}_3$ ,  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Yb}(\text{OTf})_3$ ,  $\text{Bi}(\text{OTf})_3$ ,  $\text{Zn}(\text{OTf})_2$ ,  $\text{InCl}_3$ ,  $\text{InBr}_3$ ,  $\text{LiBr}$  等，Shaabani A. 等人用  $\text{NH}_4\text{Cl}$  催化该反应，在无溶剂条件下也取得了很好的结果。其它方法如微波促进、酸性蒙脱石 KSF 等方法也有报道。邓友全等使用  $(\text{BMIImBF}_4)$  和  $(\text{BMIImPF}_6)$ 、Gholap 等使用  $(\text{HBIImBF}_4)$  已对 Biginelli 反应进行了改进。
- (8) 该反应的机理为：首先是芳醛与尿素之间发生缩合反应，类似于 Mannich 反应得到中间体 1；之后酰亚胺盐 2 作为亲电体与  $\beta$ -二羰基化合物发生亲核加成反应得到中间体 3；最后 3 中的酮羰基与尿素中的氨基加成，脱水生成目标产物。



# 物理化学实验

## 一 “完全互溶双液系相图”实验

1. 在“完全互溶双液系相图”实验中，我们在实验室所测得的纯乙醇和环己烷的沸点与标准大气压下的沸点是否一致？为什么？

答：不一致。当蒸气压等于外界压力时，液体便沸腾，此时的温度称为沸点，而实验室的压力不一定正好是标准大气压。

2. 在“完全互溶双液系相图”实验中，用连续测定法进行实验时，样品的加入量要十分精确吗？为什么？

答：不需要十分准确。实验测的是组成-沸点相图，当样品的组成改变时相应的沸点也改变，平衡时气相和液相的组成也改变。

3. 作环己烷-乙醇标准溶液的折光率-组成工作曲线的目的是什么？

答：在实验中不能直接测得平衡溶液的组成，只能测得其折光率，而所画相图是沸点-组成图，故要先作出一定温度下环己烷-乙醇标准溶液的折光率-组成工作曲线，在实验中测得气相或液相溶液在一定温度下的折光率，再从曲线上查出其组成，最后绘出沸点-组成图。

## 二、“蔗糖水解”实验

1. 在“蔗糖水解”实验中，要正确测定 $\alpha_{\infty}$ ，又不能产生副反应，应怎样控实验条件。

答：将反应液在50-60℃水浴中加热半小时以上再冷却到实验温度测 $\alpha_{\infty}$ 。

2. 蔗糖水解反应速率常数测定实验中，为什么要求将盐酸溶液加入蔗糖溶液中，而不是相反？

答：盐酸在该反应中是催化剂，若将糖加入酸中，刚加入的少量反应物处于大量催化剂中，反应速率很快，使反应过程中，速率不均衡，影响实验结果。

3. 在蔗糖水解反应中为什么可以用托盘天平称蔗糖，配蔗糖水溶液？

答：因为所测蔗糖水解反应速率常数与浓度无关，所以蔗糖浓度可以粗配。

4. 为什么可用旋光仪测定蔗糖水解反应速率常数？

答：蔗糖及其水解产物果糖和葡萄糖都含有不对称的碳原子，故都有旋光性，但各自的旋光能力是不同的。当其它实验条件不变时，旋光度与浓度成正比。随着蔗糖水解反应的进行，溶液中蔗糖及其产物葡萄糖和果糖的浓度不断变化，体系的旋光度也随之不断变化，利用旋光仪测出体系旋光度随时间的变化关系，进而推算蔗糖的水解程度。因此可以利用旋光仪进行蔗糖水解反应速率常数的测定。

## 三、“电解质溶液电导”

1. “电解质溶液电导”实验中所用到的主要仪器有哪些？作用是什么？

答：电导率仪—测定溶液的电导率、超级恒温水浴（超级恒温槽）—调节水温。

2. “电解质溶液电导”实验中影响电导率的因素主要有哪些？

答：电解质溶液的电导率与电解质的本性、电解质溶液温度以及溶液浓度有关。

## 四、液体粘度的测定

1. 如何将一个恒温槽快速、准确地调节到目标温度。

答：打开恒温槽加热开关、搅拌开关与继电器，将接点温度计调至略低于所需要的温度，当水浴温度接近所需要的温度时，继电器应先断开，然后继续将标铁稍稍上升至继电器上“通”的灯亮为止，温度继续上升，这样一步步接近设定温度。

2. 试述玻璃恒温槽的结构？

答：玻璃恒温槽包括以下几部分：玻璃缸（槽体），搅拌器，电加热器，电子继电器，温度计和触电温度计。

3. 液体粘度测定过程中，为什么先测乙醇后测水？顺序反过来可以吗？

答：为确保标准液和待测液体积相等，粘度计在使用前必须干燥。先测乙醇是因为其挥发性大，易于干燥。先测水也可以，只是干燥时间长一些。

## 五、溶解热测定

1. 溶解热测定实验中，为什么要用雷诺图解法求真实温差？

答：由于实验中搅拌操作提供了一定的热量，而且系统也并非严格的绝热系统，因此在盐类的溶解过程中，难免与环境有微小的热交换，为了消除这些影响，求出系统溶解前后真实温度变化  $\Delta T$ ，常采用雷诺图解法。

2. 简述“溶解焓”测定实验的操作步骤。

答：将热量计擦干，量取 200 毫升室温下的蒸馏水装入热量计，然后将数字贝克曼温度计感应器擦入热量计中。打开搅拌器并保持一定搅拌速度，先将面板上“温度-温差”按钮置于“温度”位置，读数为 T1，然后将“温度-温差”按钮置于温差位置，选择适当的基温，待读数稳定上升后，一分钟记录一次，共读八次，然后迅速加入称好的样品，每 0.5 分读一次温度，共两次，接着再一分读一次，读 8 次即可停止。

3. 《溶解热的测定》实验中，能当量的含义是什么？如何标定该仪器的能当量？

答：能当量是除溶液外，使体系温度每升高一度所需的热量。我们通过测量已知摩尔积分溶解焓的标准物质溶解前后的温差变化，根据溶解焓公式标定该仪器能当量的值。

## 六、“液体的饱和蒸气压的测定”

1. 在“液体的饱和蒸气压”实验中，“克劳修斯-克拉贝龙方程式”中公式推导包含什么假设（或近似），公式又进行了什么假设（或近似）？

答： $\Delta V_m = \Delta V_g - \Delta V_l \approx \Delta V_g$ ；

乙醇蒸气为理想气体。

在一定温度范围内  $\Delta_{\text{vap}} H_m$  为常数。

2. “液体饱和蒸气压测定”实验结束时如何防止泵油倒灌？

答：实验结束时，先使三通管通大气，即：先使系统通大气，然后关闭泵。

3. 在我们的实验中，测定乙醇的饱和蒸气压用哪种方法？并画出简图，说明该方法的测定原理？

答：我们的实验是利用静态法测定乙醇的饱和蒸气压。简图如图 1 所示，小球 A 盛装的是被测样品乙醇，U 型管内用乙醇本身作液封。在某一温度下，若小球的液面上方仅有乙醇蒸气，那么在等压计 U 型管 B 端的液面上所受的压力就是饱和蒸气压。当这个压力与 U 型管 C 端液面上的空气的压力相平衡（U 型管两臂液面平齐）时，就可以从与等压计相接的压力计测出在此温度下的饱和蒸气压。

4. 当温度范围变化不大时，气化热-----。(C)

A 上升 B 降低 C 可视为常数 D 较小

4. U 形管内的液体所起到的作用是什么？

答：(1) 起到一个液体活塞（或液封）的作用，用于分隔系统与待测的物质。（同时通过该液体活塞，可将系统中的空气排除到环境中去）

(2) 起到检测压力的作用。（当 U 管中的液面等高时，说明待测物的饱和蒸气压力等于系统中放入的空气的压力，可以通过测量空气的压力来代表待测物的饱和蒸气压力）

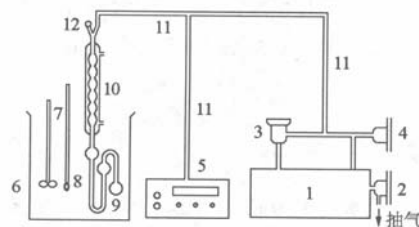


图 1 蒸气压测定装置

1. 不锈钢真空包；2. 抽气阀；3. 真空包抽气阀；4. 进气阀；5. DP-A 数字压力表；6. 玻璃恒温水浴；7. 温度计；8. 等压计；9. 试样球；10. 冷凝管；11. 真空橡皮管；12. 加样口

## 七、电动势的测定

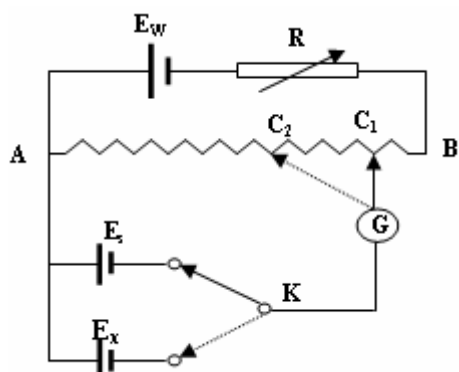
1. 23℃时测得电池： $\text{Hg}(l) - \text{Hg}_2\text{Cl}_2(s) | \text{KCl}(\text{饱和}) || \text{AgNO}_3(0.01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}) | \text{Ag}(s)$  的电动势  $E = 0.4378 \text{ V}$ 。试求测量的相对误差。

已知： $E(\text{甘汞, 饱和}) = 0.2415 - 0.00065(t - 25)$

$E^\circ(\text{Ag}^+/\text{Ag}) = 0.7990 - 0.00097(t - 25)$        $\gamma(\text{AgNO}_3) = 0.90$

答:  $E=0.43794$

相对误差为 0.03%



2. 画出对消法测量电池电动势的电路示意图, 并说明各部分的名称。

答: 图中,  $E_w$  为工作电池;  $R$  为可变电阻;  $AB$  为均匀的滑线电阻;  $E_s$  为标准电池, 其电动势数值为  $1.0000V$ ;  $G$  为高灵敏检流计;  $E_x$  为待测电池;  $K$  为双向开关;  $C$  为可在  $AB$  上移动的接触点

3 在测定双液电池  $Hg(l), Hg_2Cl_2(s) | KCl(饱和) || AgNO_3(0.01mol \cdot L^{-1}) | Ag(s)$  的电动势时, 曾使用过盐桥, 它的作用是什么? 此盐桥内装的是什么盐的饱和溶液? 这种盐有什么特点可作为盐桥? 用什么物质可把这种盐的饱和溶液固定在盐桥内?

答: 盐桥的作用是消除液体接界电势, 在此电池中, 所用的盐桥内装的是硝酸钾饱和溶液。作为盐桥内所用的盐必须满足以下条件: 正、负离子的迁移数近似相等; 不与所测体系发生反应。用琼脂可将这种盐的饱和溶液固定在盐桥内。

### 八、“二级反应速率常数测定”

1. “二级反应速率常数测定”实验是在乙酸乙酯与氢氧化钠起始浓度相等的条件下进行的。实验上如何满足动力学方程所需要的  $a=b$  的前提条件?

答: 1 配制与  $NaOH$  浓度相同的乙酸乙酯溶液; 2 反应前两溶液有取相同的体积; 3 混合均匀。

2. 乙酸乙酯皂化反应进程中溶液的电导为什么发生变化?

答: 反应体系中, 乙醇和乙酸乙酯可近似看作不导电, 导电物质只有  $NaOH$  和醋酸钠, 随着反应的进行,  $NaOH$  的浓度逐渐减小, 醋酸钠的浓度逐渐增大, 因而溶液的电导率不断变化。

3. 请回答乙酸乙酯皂化反应为几级反应? 速率常数  $k$  的单位是什么? 影响  $k$  值的客观因素是什么?

答: 乙酸乙酯皂化反应为二级反应; 速率常数  $k$  的单位是  $mol^{-1}m^3s^{-1}$ ; 影响  $k$  值的客观因素是反应温度。

### 九、“ $H_2O_2$ 催化分解”实验

1. 室温  $20^\circ C$ , 大气压力为  $102.42$  时“ $H_2O_2$ 催化分解”实验中, 用浓度为  $0.0707 mol \cdot l^{-1} KMnO_4$  滴定  $H_2O_2$ 。取  $5ml H_2O_2$  和  $10ml 3 mol \cdot l^{-1} H_2SO_4$  混合, 用  $KMnO_4$  滴定,  $KMnO_4$  用量为  $15.93ml$ 。试计算  $H_2O_2$  浓度, 并计算此浓度的  $H_2O_2$   $10ml$  在  $KI$  催化下可分解生成多少毫升  $O_2$ ? ( $20^\circ C$  时水的饱和蒸气压为  $2337.80Pa$ )

答:

$$C_{(H_2O_2)} = \frac{C_{(KMnO_4)} \times V_{(KMnO_4)}}{V_{(H_2O_2)}} \times \frac{5}{2} = 0.5631$$

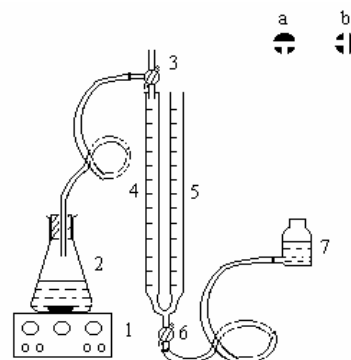
$$V_\infty = \frac{C_{(H_2O_2)} \times V_{(H_2O_2)}}{2} \times \frac{RT}{P_{(O_2)}} = 69.3ml$$

2. 测定不同浓度的  $KI$  的催化作用时, 能否改变搅拌速度? 为什么?

答: 不能。因为搅拌速度影响反应的速率常数。实验要考查的是  $KI$  浓度对反应的影响, 就要消除其它因素对反应的影响。

3. 画出  $H_2O_2$  分解的实验装置, 并写出主要实验步骤。

答: 1. 仪器检漏: 将磨口锥形瓶塞子塞上, 举起下口瓶, 把三通打到三通的位置, 打开止水夹使水位升到一定高度, 放下下口瓶, 把三通打到两通的位置, 轻开止水夹使水位产生一段落差, 然后观察水位, 如果一段时间内水位没有变化, 就说明系统不漏气, 若发现漏气, 可检查各个接口处, 如果是锥形瓶漏气可采用水封。  
2. 依次用移液管量取  $10ml H_2O_2$  和  $10ml H_2O$  溶液于磨口锥形瓶中, 加入搅拌子, 此时活塞处在三通状态, 左右两液面在零点处相平, 打开搅拌, 调节适当的搅拌速度, 用量筒取  $10ml$  浓度为  $0.1 mol \cdot l^{-1}$  的  $KI$  溶液加



入锥形瓶，盖上塞子，同时将活塞打到两通，并开始计时。此时  $H_2O_2$  开始分解，可以观察到量气管液面下降，应缓慢放开水夹，使左右液面水平共同下降，然后每下降 5ml 计时一次，直至量气管液面降至 40ml 时为止。

## 十、表面张力实验

1 表面张力实验结果准确与否在实验中关键决定哪些因素？

答：仪器必须洗涤清洁，毛细管应保持垂直，毛细管端平面与接触处应与液面相切，溶液浓度配制准确。

2. “溶液表面张力测定”的实验中，为什么测定水的最大附加压力？

答：测水的最大附加压力是为了标定毛细管的半径，以便计算样品的表面张力。

3. “溶液表面张力测定”的实验中恒温槽温度调高，对实验有无影响？为什么？

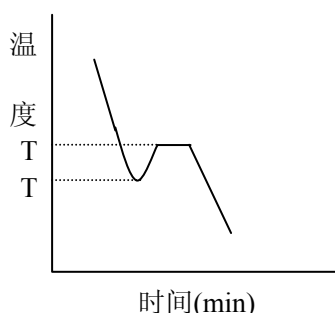
答：有。温度偏高，液体体积增大，密度减小，分子之间距离增大，作用力减小；同时气相密度增大，表面分子的受力不均衡状态得到改善，液体表面张力降低。

## 十一、“二组分合金相图”

1. 在“二组分合金相图”的实验中，假若在降温测定过程中改变冷风的风速，对实验会有什么影响？

答：实验应在相平衡条件下进行，若改变风速，会改变平衡条件，使相变点发生改变或不出现。

2. 在二元金属相图实验中，测定纯 Bi 的步冷曲线时，得到下图结果。请问这是何现象并解释其原因。在做相图时应该取何处温度作为 Bi 的凝固温度？



答：过冷现象。在缓慢的降温过程中虽然系统温度已降到凝固温度，但由于在形成新相时，固相颗粒及其微小，新相的表面吉布斯函数很大，因此新相难以自发生成，从而出现温度低于凝固温度而无固相产生的过冷现象。当系统受到外界干扰或微小颗粒聚集较大颗粒时，固相就会形成。取  $T_1$  温度作为 Bi 的凝固温度。

3. 在“二元金属相图”实验中，加热速率不能太快，并且升温到设定温度后要停

留一段时间才开始冷却的主要目的是（ A ）。

A. 保证样品完全熔化； B. 保护加热电炉； C. 防止出现过冷现象； D. 防止样品氧化

## 十二、BZ 化学振荡反应

1. 在溴酸钾氧化丙二酸的 BZ 化学振荡反应中， $Ce^{4+}/Ce^{3+}$  电对的作用是什么？

答：催化剂。

2. BZ 化学振荡反应中，为什么要用 1mol  $H_2SO_4$  用液接？

答：氯离子对实验有影响，用 1mol 硫酸做液接，可防止氯离子进入反应体系。

3. B-Z 振荡实验中，记录的电势代表什么含义？

答：甘汞电极与  $Ce^{4+}/Ce^{3+}$  电对电极组成的电池的电动势。

## 十三、偏摩尔体积的测定

1. 在偏摩尔体积的测定实验中使用的密度瓶为什么要用带有毛细管的磨口塞？

答：恒温过程中的温度通常高于室温，会引起液体膨胀，液体膨胀时可以从毛细管溢出。

2. 在偏摩尔体积的测定实验中在什么条件下, 表观摩尔体积 $Q$ 与 $\sqrt{b_B}$ 呈线性关系?

答: 在强电解质的稀薄水溶液中, 表观摩尔体积 $Q$ 与 $\sqrt{b_B}$ 呈线性关系。

3. 什么是偏摩尔体积?

答: 偏摩尔体积的物理意义可从两个角度理解: 一是在温度、压力及溶液浓度一定的情况下, 在一定量的溶液中加入极少量的 A (由于加入 A 的量极少, 可以认为溶液浓度没有发生变化), 此时, 系统体积的改变量与所加入 A 的物质的量之比即为该温度、压力及溶液浓度下的 A 的偏摩尔体积。二是可以将 A 的偏摩尔体积理解为: 在一定温度、压力及溶液浓度的情况下, 将 1 摩尔的 A 加入到大量的溶液中 (由于溶液量大, 可以认为加入 1 摩尔 A, 溶液浓度没有发生改变), 此时, 溶液体积改变量则为该温度、压力及溶液浓度下的 A 的偏摩尔体积。

#### 十四、燃烧焓的测定实验

1. 燃烧焓的测定实验中, 内桶用的水用不用定量, 为什么?

答: 需要。因为能当量计算时, 系统中包括了内桶的水。

2. 燃烧焓的测定实验中, 实验中搅拌器的性能对实验结果有何影响?

答: 搅拌器不能正常工作, 体系温度不均匀, 影响温差的准确测定。

3. 在燃烧焓测定实验中, 写出把样品放入氧弹中的操作步骤。

答: 拧开氧弹盖, 放在专用架上, 将弹内擦净。用移液管取 10ml 去离子水加入氧弹中。分别将引燃丝两端固定在氧弹内两电极柱上, (药片要悬于不锈钢坩埚上方, 但不要使引燃丝与坩埚上方, 但不要使引燃丝与坩埚接触以免短路导致点火失败), 盖上氧弹盖并拧紧。

#### 十五、黏度法测定高聚物的摩尔质量实验

1. 黏度法测定高聚物的摩尔质量实验所用的乌氏粘度计与奥氏粘度计有何不同? 是否可以通用?

答: 不可以通用。乌氏粘度计比奥氏粘度计多一个支管, 不要求所测液体的体积相同。

2. 黏度法测定高聚物的摩尔质量实验中, 开始时为什么要用干燥的粘度计?

答: 不干燥会影响样品的初始浓度。

3. 用乌氏粘度计测定溶液和溶剂的相对粘度时, 下列叙述正确的是 C。

A 溶液和溶剂的用量必须相同

B 溶液和溶剂的用量可以不同

C 溶液和溶剂都必须准确计量

D 以上均不正确。