

新编 大学化学实验 (下册)

高桂枝 等 编著
陈敏东



**NEW UNIVERSITY
CHEMISTRY EXPERIMENT**

中国环境科学出版社

高等院校环境类系列教材

新编大学化学实验

(下册)

高桂枝 陈敏东 王正梅 李 俊 刘大刚 编著

中国环境科学出版社·北京

图书在版编目 (CIP) 数据

新编大学化学实验. 下册/高桂枝等编著. —北京: 中国环境科学出版社, 2011.12
高等院校环境类系列教材
ISBN 978-7-5111-0762-6

I. ①新… II. ①高… III. ①化学实验—高等学校—教材 IV. ①06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 224923 号

责任编辑 陈雪云
责任校对 扣志红
封面设计 玄石至上

出版发行 中国环境科学出版社
(100062 北京东城区广渠门内大街 16 号)
网 址: <http://www.cesp.com.cn>
联系电话: 010-67112765 (编辑管理部)
发行热线: 010-67125803, 010-67113405 (传真)

印 刷 北京市联华印刷厂
经 销 各地新华书店
版 次 2011 年 12 月第 1 版
印 次 2011 年 12 月第 1 次印刷
开 本 787×960 1/16
印 张 18.75
字 数 340 千字
定 价 25.00 元

【版权所有。未经许可请勿翻印、转载, 侵权必究】

如有缺页、破损、倒装等印装质量问题, 请寄回本社更换

前 言

目前,大学化学实验教学改革方兴未艾,新的理念和思路层出不穷,本实验教材编写旨在进一步综合各个学科的实验教学方法,促进各学科渗透,加强综合性的实验教学内容,提高实验教学效率,培养学生的创新思维能力,提高学生综合应用知识解决问题的能力,满足社会对复合型人才的要求。

本套教材分为上、下两册,上册综合了无机、有机、分析、物化和环境等内容,突出基本训练,已于2009年由中国环境科学出版社出版。本书为下册,主要是综合性、探索性、兴趣性实验,其中也包括了绿色化学实验等内容。本书实验内容在许多方面融合了教师的科研成果,体现了实验教学内容的前瞻性。

本教材适应于化学专业、化工专业、环境科学专业、环境工程专业、海洋科学专业、资源与环境专业、生态学专业、医学专业、农学专业、药学专业和材料学专业等的本科生使用,也可供高等院校教师、科技工作者、研究生等参考使用。

参与本书编写工作的有(以拼音字母为序):高俊、郭照冰、郭彦、焦岩、孔庆刚、陆建刚、马嫣、腾飞、唐登勇、肖琼、谢学俭、徐晶晶、徐静、张超智、赵晓莉、周永慧。本册副主编王正梅、李俊、刘大刚。由高桂枝、陈敏东主编并统稿。

在编写过程中,得到了南京大学化学化工学院邱金恒教授富有建设

性的修改意见,也得到了江苏省大气环境监测与污染控制高技术研究重点实验室、南京信息工程大学教务处和南京信息工程大学滨江学院的支持,在此向所有提供帮助的单位、领导、同仁表示衷心的感谢!

由于编者水平有限,书中错误和不当之处难免,恳请读者批评指正。

编 者

2011年6月于南京信息工程大学

目 录

第 1 章 综合性化学实验	1
1.1 硝酸钾的制备和提纯	1
1.2 氯化铵的制备方法比较	4
1.3 混合溶剂重结晶法提纯硫化钠及纯度分析	6
1.4 焦磷酸钾的制备及纯度检验	8
1.5 纳米 $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ 复合材料制备及光催化降解	10
1.6 电极活性材料钴酸锂的制备及充放电实验	14
1.7 欠电位沉积法测定硫醇组装机动力学	17
1.8 钙钛矿型催化剂的制备及其反应活性测试	22
1.9 MnO_2 催化剂的制备及其 CO 催化氧化性能	24
1.10 五水硫酸铜的制备、提纯与组成分析	26
1.11 缓冲溶液的配制和性质测定	30
1.12 微波辐射法合成 ϵ -己内酯	34
1.13 可降解材料——聚己内酯 (PCL) 的合成	36
1.14 可降解材料——高分子量聚乳酸的制备	39
1.15 变性淀粉的制备及测定	42
1.16 超声波法制备生物柴油方法比较	45
1.17 芳香 β -二酮化合物的合成及表征	48
1.18 乙酰水杨酸的制备及测定	50
1.19 环保型复合脲醛树脂胶黏剂合成及性能测定	51
1.20 局部麻醉剂药物——对硝基苯甲酸的合成	57
1.21 苯佐卡因的两种合成方法比较	59
1.22 乙酰化葡萄糖的三种制备方法及其立体选择性	62
1.23 聚氨酯泡沫塑料的制备	65

1.24	2-甲基-4-(4-硝基苯偶氮)苯酚的合成及表征	68
1.25	4-(2-溴乙基)-4'-硝基偶氮苯合成及表征	69
1.26	油脂的提取和油脂的性质	71
1.27	从黄连中提取黄连素	74
1.28	由锌灰制备硫酸锌和提取重金属镉	76
1.29	畜禽肉中土霉素、四环素、金霉素残留量的测定	79
1.30	反相色谱法测定可乐中咖啡因含量	81
1.31	中草药——金银花中绿原酸含量测定	83
1.32	电位滴定法测定污水中阴离子洗涤剂的含量	85
1.33	离子色谱法测定酸雨中阴离子	90
1.34	火焰原子吸收光谱法测定废水中的铜	94
1.35	气相色谱法分离二甲苯异构物	97
1.36	红外光谱法测定芳香族化合物	100
1.37	核磁共振氢谱法测定乙酰乙酸乙酯互变异构体	103
1.38	新型环境友好材料——室温离子液的制备	107
1.39	聚乙酸乙烯酯乳液的合成及性能测试	111
1.40	聚合物的热谱分析(DSC)	114
第2章 探索性化学实验		121
2.1	纤维素纳米晶的制备及其结构 X 射线衍射表征	121
2.2	聚乙烯醇纳米纤维的静电纺法制备及尺寸分布表征	124
2.3	稀土铈、铽 β -二酮配合物的制备、表征和性能测定	127
2.4	ZSM-5 分子筛的制备及其比表面积、微孔体积和孔径分布测定	132
2.5	ZSM-5 分子筛选择性吸附分离水体中的对硝基氯苯与邻硝基氯苯	136
2.6	电化学法合成聚苯胺实验条件探索	139
2.7	氧化铁催化法和三氯化铝催化法合成二苯甲酮比较	143
2.8	杀菌剂“代森锌”的合成及杀菌实验	147
2.9	微量法合成菊酸实验条件探索	150
2.10	具有抗癌活性的二氯二茂钛的绿色合成及抗菌效果	155
2.11	反相悬浮法制备聚丙烯酸	160

2.12	高吸水性树脂的制备及吸水率测定	163
2.13	塑料及可降解材料薄膜吹制工艺探索	167
2.14	双螺杆挤出改性聚乙烯醇材料工艺探索	174
2.15	塑料和可降解材料薄膜的拉伸性能测试比较	182
2.16	铁氧体法处理含铬废水探索	190
2.17	高分子絮凝剂的制备及在水处理中的应用	194
2.18	实验室酸碱废液的处理方法探索	196
2.19	液相色谱废液的回收利用	198
2.20	废干电池中锌和锰的回收及再利用	200
2.21	土壤污染程度评价	204
2.22	去除土壤中污染物的方案设计及实验	206
第 3 章	趣味性化学实验	208
3.1	头发蛋白中氨基酸纸色谱分析	208
3.2	洗发香波膏体的配制	211
3.3	香料醋酸异戊酯的合成	213
3.4	离子交换法制备纯水及其电导率的测定	215
3.5	生活用水水质评价	218
3.6	气相色谱法测定食品中防腐剂含量	221
3.7	薄层色谱法测定食品中防腐剂含量	224
3.8	番茄中维生素 C (Vc) 含量的测定	227
3.9	蔬菜中农药残留分析	229
3.10	茶叶品质及有害物质鉴定	231
3.11	酸牛奶酸度和钙含量的测定	232
3.12	蜂蜜的质量评价	234
3.13	由煤矸石制备硫酸铝	236
3.14	从印刷废版液中回收锌并制备硫酸锌	238
3.15	喷射型玻璃清洗剂配制及清洗效果评价	239
3.16	汽车车体清洗剂配制及使用效果评价	241
3.17	汽车尾气处理方法探讨	242

3.18 污水中总磷的测定方法比较	245
附录：常用仪器简介	249
1.1 气相色谱	249
1.2 液相色谱	255
1.3 紫外色谱	259
1.4 红外光谱	265
1.5 离子色谱	271
1.6 核磁共振	274
1.7 气谱和质谱联用	279
1.8 XRD 技术	286
主要参考书目	289

第 1 章 综合性化学实验

1.1 硝酸钾的制备和提纯

硝酸钾是重要的化工原料，主要用于焰火、黑色火药、火柴、导火线、烛芯、烟草、彩电显像管、药物、化学试剂、催化剂、陶瓷釉彩、玻璃、复合肥料及花卉、蔬菜、果树等经济作物的叶面喷施肥料等。另外，冶金工业、食品工业等将硝酸钾用作辅料。

【实验目的】

1. 观察验证盐类溶解度和温度的关系。
2. 利用物质溶解度随温度变化的差别，用转化法制备硝酸钾。
3. 熟悉溶解、减压抽滤等操作，掌握用重结晶法提纯物质的方法。

【实验原理】

硝酸钾的制法有：钠-氯化钾转化法、硝酸铵-氯化钾转化法、硝酸-氯化钾法、复分解内循环法等，复分解法是制备无机盐类的常用方法，不溶性的盐利用复分解法很容易制得，但是可溶性盐则需要根据温度对反应中几种盐类溶解度的不同影响来处理。本实验是采用转化法由 NaNO_3 和 KCl 来制备硝酸钾，其反应如下：



该反应是可逆的，因此可以通过改变反应条件使反应向右进行。

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/100 g 水）如表 1-1 所示。

由表 1-1 中的数据可以看出，反应体系中四种盐的溶解度在不同温度下的差别是非常显著的， NaCl 的溶解度随温度变化不大，而硝酸钾的溶解度随温度的升高却迅速增大。因此，混合溶液在较高温度下加热浓缩时，由于 NaCl 的溶解度增加很少，随着浓缩，溶剂减少， NaCl 晶体首先析出。而硝酸钾溶解度增加很多，

达不到饱和, 所以不析出, 趁热减压抽滤, 可除去 NaCl 晶体。之后将此滤液冷却至室温, 混合体系中 KNO_3 的溶解度最小, 故先析出, 过滤后可得含少量 NaCl 等杂质的硝酸钾晶体。

表 1-1 各种盐在不同温度下的溶解度

单位: $\text{g}/100\text{g}$ 水

温度/ $^{\circ}\text{C}$ 盐的种类	0	10	20	30	40	60	80	100
KNO_3	13.3	20.9	31.6	45.8	63.9	110.0	169	246
KCl	27.6	31.0	34.0	37.0	40.0	45.5	51.1	56.7
NaNO_3	73	80	88	96	104	124	148	180
NaCl	35.7	35.8	36.0	36.3	36.6	37.3	38.4	39.8

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。对于重结晶, 溶液中含有的杂质是少量的, 少量杂质对主要成分的溶解度影响不太, 可以忽略不计, 此时用溶解度曲线进行分析是合理的, 不影响为理解原理而进行的有关计算和讨论。

硝酸钾产品中的杂质 NaCl , 利用氯离子和银离子生成氯化银白色沉淀来检验。

【仪器及试剂】

仪器: 电子天平 (精度 0.01 g), 电加热套, 循环水减压抽滤装置, 瓷蒸发皿, 温度计 (100°C , 精确到 0.1°C), 烧杯 (100 mL 、 50 mL)。

试剂: KCl (AR), NaNO_3 (AR), 饱和 KNO_3 溶液, AgNO_3 溶液 ($0.1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$), K_2CrO_4 溶液 ($0.1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$)。

【实验步骤】

1. 硝酸钾粗产品的制备

在 50 mL 烧杯中加入 8.5 g KCl 和 10 g NaNO_3 , 再加入 20 mL 蒸馏水。小心加热并不断搅拌使其中的盐全部溶解, 当加热至杯内溶液剩下原有体积的 $2/3$ 时, 这时烧杯内开始有较多晶体析出 (NaCl 晶体), 测溶液温度, 趁热快速减压抽滤 (布氏漏斗在沸水中或烘箱中预热), 抽滤瓶内预先加入 2 mL 蒸馏水, 以防降温时 NaCl 达到饱和而析出。将滤液转移至烧杯中, 用 $8\sim 10\text{ mL}$ 水洗涤吸滤瓶, 洗液转移至烧杯中, 静置、冷却 (可用冷水浴冷却) 至室温, 记录温度, 减压抽滤, 尽量抽干硝酸钾晶体, 将布氏漏斗中产品转移到瓷蒸发皿中。将滤液倒入烧杯中, 再加热至溶液中有少量丝絮物出现时立即停止加热, 冷却结晶, 抽滤, 将产品转移到同一瓷蒸发皿中。如此再进行 1 次, 合并产品, 水浴加热干燥, 得到产品为

硝酸钾粗产品，称重，并计算实际产率。

将硝酸钾的粗产品保留约 0.5 g 供纯度检验用，其余产品进行下面重结晶。

2. 硝酸钾粗产品的提纯

按质量比为硝酸钾（粗）： H_2O = 2 : 1 的比例，将粗产品溶于蒸馏水中，加热并搅拌，使溶液沸腾，若晶体尚未溶解完，可加适量蒸馏水使其刚好溶解完，停止加热。冷却到室温后，观察晶体状态（针状），抽滤，用滴管逐滴滴加 4~6 mL 饱和 KNO_3 溶液于晶体的各部位洗涤、抽干、干燥、称重，观察晶体状态。

3. 产品纯度检验

配制 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{AgNO}_3$ 溶液 250 mL：称取 0.850 0 g AgNO_3 固体，转移至小烧杯中加蒸馏水溶解，并转移至 250 mL 容量瓶中，烧杯用蒸馏水冲洗 3 次，洗涤液也倒入容量瓶中定容。

称取硝酸钾固体产品 1 g 溶解在蒸馏水中，倒入 250 mL 容量瓶，烧杯用蒸馏水冲洗 3 次，洗涤液也倒入容量瓶中定容。取其中 25 mL 滴定，加入指示剂铬酸钾，用已知浓度的 AgNO_3 溶液滴定，氯化银先沉淀，当砖红色的铬酸银沉淀生成时，表明氯离子沉淀完全，已经到达终点。根据滴入硝酸银的体积可以算出氯离子的量，计算硝酸钾纯度。

【数据记录及处理】

1. 观察晶体形状：热过滤时的晶体；减压过滤时的晶体。

2. 产品称重及产率计算：称量粗硝酸钾固体总重量（g）及纯硝酸钾固体产品重量（g）；计算 KNO_3 的理论产量（g）、 KNO_3 的产率、 η （实际产量/理论产量） $\times 100\%$ 。

【注意事项】

1. 溶液在沸腾时，必须不断搅拌，否则大量析出 NaCl 时盐溶液会溅出。

2. 减压过滤需注意：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住；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，慢慢打开循环水泵，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，后关循环水泵；⑤ 为使沉淀抽得更干，可用干净的玻璃塞子或小烧杯底部紧压漏斗内的沉淀物。

3. 当加热至杯内溶液剩下原有体积的 2/3 时，这时烧杯内开始有较多晶体析出（ NaCl 晶体），必须趁热过滤，否则 KNO_3 会与 NaCl 一起析出。如果漏斗是冷的或不太热， KNO_3 就会析出而影响产率。

本实验约需 4 h。

【思考题】

1. 本实验涉及哪些基本操作？应注意什么？
2. 能否将除去 NaCl 后的滤液直接冷却制取硝酸钾？
3. 趁热过滤后，有时候也先往滤液里加少量水，加热至沸，然后再冷却结晶，目的是什么？
4. 制备硝酸钾过程中，为什么要两次“蒸发至原体积的 2/3”？蒸发过多或过少对实验结果有何影响？
5. 重结晶时，硝酸钾与水的比例为 2:1 的依据是什么？
6. 产品中的主要杂质是什么？

1.2 氯化铵的制备方法比较

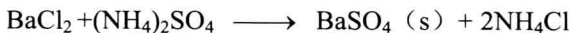
氯化铵是可溶性无机盐，不稳定。主要用于干电池、蓄电池、铵盐、鞣革、电镀、医药、照相、电极、黏合剂等。氯化铵简称“氯铵”，又称卤砂，是一种速效氮素化学肥料，含氮量为 24%~25%，属生理酸性肥料。它适用于小麦、水稻、玉米、油菜等作物，尤其对棉麻类作物有增强纤维韧性和拉力并提高品质之功效。

【实验目的】

1. 运用本学科理论知识，分析、论证 NH_4Cl 制备实验方案的可行性，并提出合理、可行性建议。
2. 练习、巩固抽滤，蒸发浓缩，冷却结晶，固液分离等基本操作。
3. 观察和验证盐类的溶解度与温度变化的关系。

【实验原理】

方法 1：利用 BaCl_2 与 NH_4SO_4 作用来制备 NH_4Cl ：



方法 2：利用 NaCl 与 NH_4SO_4 作用来制备 NH_4Cl ：



各种盐在不同温度下的溶解度 (g/100g 水) 如表 1-2 所示。

根据各种盐溶解度及其受温度影响的差别，分别对混合物溶液通过抽滤、加热冷却结晶等方法分离提纯。

表 1-2 不同温度下的溶解度

单位: g/100 g 水

温度/℃	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
NH ₄ Cl	29.7	33.3	37.2	41.4	45.8	50.4	55.2	60.2	65.6	71.3	77.3
(NH ₄) ₂ SO ₄	70.6	73.0	75.4	78.0	81.0	84.8	88.0	91.6	95.3	99.2	103.3
NaCl	35.7	35.8	36.0	36.2	36.5	36.8	37.3	37.6	38.1	38.6	39.2
Na ₂ S·10H ₂ O	4.7	9.1	20.4	41.0 (32.4)	—	—	—	—	—	—	—
Na ₂ S	—	—	—	49.7	48.2	46.7	45.2	44.1	43.3	42.7	42.3

【仪器及试剂】

仪器: 电子天平(精度 0.01 g), 水浴加热锅, 电热套, 循环水抽滤装置, 瓷蒸发皿(12 cm), 坩埚钳, 温度计(精度 0.1℃), 烧杯(250、100 mL)。

试剂: BaCl₂ (AR), (NH₄)₂SO₄ (AR), NH₄Cl (AR), NaCl (AR)。

【实验步骤】

方法 1: 称取固体 39 g BaCl₂, 加入 90 mL 水, 加热搅拌使之溶解。称取 25 g (NH₄)₂SO₄, 放入 100 mL 烧杯中, 加水 50 mL, 加热搅拌, 使其溶解。在搅拌下将(NH₄)₂SO₄ 溶液逐渐滴加到 BaCl₂ 溶液中, 继续搅拌使其充分混合, 加完(NH₄)₂SO₄ 溶液后静置至沉淀完全, 在此过程中有大量 BaSO₄ 析出, 经抽滤后将滤液倒入蒸发皿中, 水浴加热蒸发至液体表面有一层薄膜出现时再停止加热, 取出冷却, 此时 NH₄Cl 晶体逐渐析出, 冷却至室温抽滤。滤液按照上一步操作重复处理两次。把三次所得的 NH₄Cl 晶体合并, 放在玻璃皿上水浴加热干燥, 称重, 计算产率。

方法 2: 称取 23 g NaCl, 放入 250 mL 烧杯内, 加入 100 mL 水。加热、搅拌使之溶解。若有不溶物, 过滤去除。在 NaCl 溶液中加入 26 g (NH₄)₂SO₄, 水浴加热、搅拌, 促使其溶解。在烧杯上作记号, 记下溶液刻度线, 浓缩溶液至 80 mL 左右时, 停止加热, 并趁热抽滤。将滤液迅速倒入 100 mL 烧杯中, 静置冷却, NH₄Cl 晶体逐渐析出, 冷却至 35℃左右, 抽滤。把滤液重新置于水浴上加热蒸发, 有晶体析出时, 静置冷却至 35℃左右, 抽滤。如此重复二次。把三次所得的 NH₄Cl 晶体合并称重, 在玻璃皿上水浴加热干燥, 称重, 计算产率。

产品的鉴定: 在恒重为 $G_{\text{空}}$ 瓷蒸发皿中加入 3.00 g NH₄Cl 产品, 总质量 $G_{\text{和}}$, 水浴加热瓷蒸发皿直至固体不再气化, 再称量瓷蒸发皿的质量 $G_{\text{剩}}$ 。计算产品纯度。

$$\text{NH}_4\text{Cl 纯度} = (G_{\text{和}} - G_{\text{剩}}) / (G_{\text{和}} - G_{\text{空}}) \times 100\%$$

【数据记录及处理】

1. 分别记录两种实验方法所用原料数量、所得产量、纯度等。

2. 查阅相关资料, 进行两种方法成本核算。
3. 比较两种方法的优缺点, 提出应用建议。

【注意事项】

1. 加水溶解各种盐时, 水体积不可过少, 否则即使加热到沸腾亦不能完全溶解。也不能随意加多, 否则, 溶液不饱和。
2. 在方法 1 中不可将 BaCl_2 固体加入到 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 溶液中, 否则快速生成的 BaSO_4 会将未及时反应完的固体包裹起来, 影响反应进行。
3. 抽滤时, 根据溶液的多少选择布氏漏斗的大小。
4. 加热浓缩时要注意不断搅拌, 以防溅出。
5. 检验纯度时, 要待蒸发皿完全冷却后再称量, 因其质量会随温度变化而变化。

本实验约需 4 h。

【思考题】

1. 方法 2 中为什么浓缩时要提前做好记号?
2. 在方法 1 中, 将 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 溶液逐渐滴加到 BaCl_2 溶液中与将 BaCl_2 溶液逐渐滴加到 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 溶液中的操作结果有什么不同?
3. 方法 2 中浓缩溶液至 80 mL (提前作记号) 左右时, 停止加热, 并趁热抽滤, 主要去除什么盐?
4. 你认为在方法 2 中要得到较多、较纯的 NH_4Cl 晶体, 需要怎样操作?

1.3 混合溶剂重结晶法提纯硫化钠及纯度分析

硫化钠主要用于制造硫化染料, 如制革工业中生皮皮革脱毛剂, 金属冶炼作矿石的浮选剂, 照相, 人造丝脱硝等。也广泛用于造纸中纸张的蒸煮剂, 染料工业中用以制造硫化青、硫化蓝或染料中间体还原剂、媒染剂等。用于纺织、特种工程塑料、橡胶等工业部门, 还用于有机中间体及制造硫氢化钠、多硫化钠、硫代硫酸钠等, 在军事工业中也有一定的用途, 如在染料制造中的应用。在实验室人们常常以化学纯或分析纯的硫化钠作为原料制备某些化合物, 而市场上价格低廉的工业级的硫化钠却使用很少, 因此探讨实验室提纯工业级硫化钠的方法非常必要。

【实验目的】

1. 了解混合溶剂重结晶的原理, 了解硫化钠的用途。
2. 掌握冷凝管的安装和回流操作, 掌握趁热抽滤操作。

【实验原理】

硫化钠俗称硫化碱。纯的硫化钠为含有不同数目结晶水的无色晶体（例如 $\text{Na}_2\text{S} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 等）。微溶于乙醇，不溶于醚，易溶于水，溶液呈碱性，易水解，而且在空气中易潮解，易被空气氧化。工业硫化钠由于含有大量杂质如重金属硫化物、粉煤等，呈现出红而黑的颜色，为片状固体。提纯工业硫化钠不能单独用水作溶剂必须同时选择适当的有机溶剂来提纯。

本实验选择了水、工业酒精、丙酮作提纯溶剂，分两步来提纯工业硫化钠。第一步用水和工业酒精作溶剂初步纯化工业硫化钠。使硫化钠能溶于热的溶剂中，其他杂质或在趁热过滤时除去，或在冷却后硫化钠结晶析出时留在母液中而除去。第二步用水和丙酮作溶剂对提纯的粗产品进行重结晶，得到其组成为 $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 的纯产品。此法可代替老的提纯工业硫化钠的方法，节省大量 95% 的乙醇，节约成本。

【仪器及试剂】

仪器：水浴锅，电热鼓风干燥箱，圆底烧瓶（250 mL），球形冷凝管，抽滤瓶抽滤装置，碱式滴定管（50 mL）。

试剂： Na_2S （工业级），工业酒精，丙酮（AR）， I_2 标准溶液（ $0.005\ 0\ \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ）， HCl 溶液（1:1）， $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液（ $0.010\ 0\ \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ），淀粉（AR）。

【实验步骤】

1. 硫化钠的提纯。称取 20 g 粉碎的工业硫化钠，量取 100 mL 工业酒精和 6 mL 水加入 250 mL 圆底烧瓶中，在 80°C 下水浴回流 30 min。停止加热，趁热抽滤，以除去不溶性杂质。将滤液转入一只 250 mL 的烧杯中不断搅拌静置，冷却至室温，倾析出上层母液，产品用少量 95% 乙醇洗涤 1~2 次，充分抽滤干后，得到稍带黑色的粗产品，称重，计算收率。母液装入指定的回收瓶里回收。

2. 硫化钠的重结晶。称取初提纯所得的粗产品 13 g，量取 50 mL 丙酮和 6 mL 水，加入 250 mL 圆底烧瓶内，在 60°C 下水浴回流 30 min。停止加热静置片刻，趁热抽滤，将滤液转入到一只 250 mL 的烧杯中，放置一段时间冷却至室温，有大量晶体析出。倾析出上层母液，用少量丙酮洗涤晶体 1~2 次，抽滤至干后，得到纯的硫化钠无色晶体，称重，计算收率。母液回收。

3. 产品组成分析。称取重结晶得到的硫化钠产品 0.010 0 g 于锥形瓶中，加 20 mL 水溶解，向锥形瓶加入 0.02 mL HCl 溶液（1:1）和 25 mL（过量）的 $0.005\ 0\ \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ I_2 标准溶液，将溶液摇匀，盖好，置入暗处，待反应完全（20 min 后），用 $0.010\ 0\ \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定溶液中过剩的 I_2 ，待溶液呈现淡黄色时加入 1% 淀粉液 2~3 滴，继续滴定至溶液蓝色刚好褪去为止，记录用去 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液体积。通过计算，得出重结晶后得到的硫化钠产品含结晶水数目。

【数据记录及处理】

1. 记录硫化钠的粗产品质量, 计算收率; 记录硫化钠纯品质量, 计算收率。
2. 阅读教材并查阅资料, 写出硫化钠产品组成、分析原理及相关反应方程式, 推导出计算公式, 得出硫化钠含结晶水数目。

【注意事项】

1. 水的用量对提纯工业硫化钠有较大的影响, 水的用量太少, 结晶太快, 在抽滤时就已结晶, 造成产品损失量大; 水的用量太大, 会使结晶太慢, 2~3 个小时都难结晶, 甚至得不到产品。所以, 严格按照操作步骤中加水量操作, 不要随意更改。
 2. 控制初步提纯温度在 80°C 左右, 重结晶温度控制在 60°C 左右。回流时间控制在 30 min 左右。因为温度过高、回流时间太长, 可能使硫化钠在回流过程中被空气中的氧气氧化, 得到的产品有颜色、不纯净。
 3. 硫化钠的重结晶操作中, 在 60°C 下回流 30 min。停止加热, 趁热抽滤, 不要长时间停留, 否则, 随着温度降低产品结晶析出, 影响产率。
 4. 提纯工业硫化钠时溶剂的选择很重要。单独用有机溶剂很难得到提纯产品, 只有将水和适当的有机溶剂按一定的比例混合, 在混合溶剂中才能得到纯产品。工业硫化钠初步提纯时不宜用丙酮、水作溶剂, 重结晶时不宜用 95% 的乙醇、水作溶剂, 因为如果这样操作了很难得到结晶产品。
- 本实验约需 4 h。

【思考题】

1. 为什么提纯工业硫化钠的温度高于重结晶温度?
2. 本实验哪些操作对提纯的工业硫化钠的产率、纯度影响比较大? 应如何操作才能减少损耗?
3. 在产品组成分析实验中, 加少量的 HCl 溶液 (1:1) 起什么作用?
4. 过去提纯工业硫化钠常用溶剂是 95% 乙醇, 与本实验选用溶剂不同, 通过比较方法和成本核算, 选择比较适用的方法。

1.4 焦磷酸钾的制备及纯度检验

焦磷酸钾 (别名: 焦磷酸四钾, 无水焦磷酸钾) 由磷酸氢二钾熔融失去水分子而制得, 是无色或白色晶体, 或白色结晶性粉末或颗粒。焦磷酸钾相对密度 2.534, 熔点 1109°C 。焦磷酸钾在空气中有很强的吸湿性, 溶于水, 但不溶于乙醇, 水溶液呈碱性。25 $^{\circ}\text{C}$ 时, 焦磷酸钾溶解度为 187 g/100 g 水。