

高等学校实验课系列教材

化工专业实验

H U A G O N G Z H U A N Y E S H I Y A N

●主编 陈虹 颜杰

EXPERIMENTATION



重庆大学出版社

<http://www.cqup.com.cn>

化工专业实验

主 编 陈 虹 颜 杰

重庆大学出版社

内容提要

本书作为普通高等院校化工类专业实验平台建设的配套教材,以化工专业为背景,甄选了相关专业的部分典型实验,强调对专业实验技能的综合训练。本书分为三个部分,介绍了 50 个实验。内容涉及化学工程与工艺、应用化学、制药工程、环境工程、安全工程等专业。全书按公共专业实验、特色专业实验、设计性实验三个层次编写,所选实验具有不同难度、不同层次,便于开设化工及相关专业的各类高等院校根据不同专业或不同实验要求进行选用。

本书内容丰富,实用性强,可作为本、专科院校的化工及相关专业的实验教材使用。

图书在版编目(CIP)数据

化工专业实验/陈虹,颜杰主编. —重庆:重庆大学出版社,2007.9

(高等学校实验课系列教材)

ISBN 978-7-5624-4258-5

I. 化… II. ①陈…②颜… III. 化学工业—化学实验—高等学校—教材 IV. TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 147480 号

化工专业实验

主编 陈 虹 颜 杰

责任编辑:曾显跃 版式设计:曾显跃

责任校对:任卓惠 责任印制:张 策

*

重庆大学出版社出版发行

出版人:张鸽盛

社址:重庆市沙坪坝正街 174 号重庆大学(A 区)内

邮编:400030

电话:(023) 65102378 65105781

传真:(023) 65103686 65105565

网址:<http://www.cqup.com.cn>

邮箱:fxk@cqup.com.cn (市场营销部)

全国新华书店经销

重庆科情印务有限公司印刷

*

开本:787×1092 1/16 印张:9 字数:225 千

2007 年 9 月第 1 版 2007 年 9 月第 1 次印刷

印数:1—3 000

ISBN 978-7-5624-4258-5 定价:15.00 元

本书如有印刷、装订等质量问题,本社负责调换

版权所有,请勿擅自翻印和用本书

制作各类出版物及配套用书,违者必究

前言

实验教学过程是培养工科类学生良好专业素养,启发其创新意识,训练其实践能力的一个重要教学环节。以往的实验教学体系多以理论课程为主,辅以一定的实验内容。不同的专业多强调本专业的特色,不太注重课程、学科的交叉,这样的实践课程体系已不适当今社会对学生独立思考,独立解决问题以及综合应用能力的需要。目前,建立独立的模块化实验教学平台,是实验教学改革的趋势。总结几年来改革及实践的经验,配合实验教学平台建设,我们编写了系列教材。

本书在编写过程中注意吸取其他兄弟院校的实验教学经验,也是我院化工及相关专业长期办学经验的积累。全书分为“公共专业”实验、“特色专业”实验和“设计性”实验三部分。公共专业实验是针对化工及相关专业学生的基础专业实验,它涵盖了考虑化工背景而设置的化工热力学、化工反应工程、化学合成、新型分离技术等方面的实验。而特色专业实验精选了部分具有较强不同专业或方向特色的实验,设计性实验则强调了学生的独立思考、独立分析及解决实际问题能力的训练。专业特色及设计性实验,针对不同专业或方向,学生可根据自己的兴趣及能力部分互选,开阔了学生眼界、拓展了思路。

本书面向化工及相关专业的学生,内容选材上体现了依托实验教学平台的特点,以综合实验技能、化工前沿与学科交叉的知识为主线,加大了综合性实验和设计性实验的比重,强调理论联系实际,注重科学研究方法和创新意识的培养,构成了一个基础扎实、循序渐进、层次清晰、具有特色的完整的专业实验教学体系。它既强调了宽的基础和基本的实验技能,又注意了专业和学生个性的发展,即考虑了专业特色又注重了学科交叉,打破了以往各专业封闭的专业实验教学体系。

本书由四川理工学院编写。陈虹,颜杰任主编,参加本教材编写工作的有陈虹(第1部分的实验1、第2部分的实验8、实验15~实验18、第3部分的实验38、实验39、实验41、实验42、实验46、实验48~实验50),颜杰(第2部分的实验12~实验14,实验23~实验26、第3部分的实验43、实验47),袁东,袁基刚(第2部分的实验22、实验29~实验37),崔益顺,向群

(第1部分的实验2、第2部分的实验7、实验10、实验11),马燮(第1部分的实验3~实验6,第2部分的实验9),张承红(第2部分的实验27、实验28,第3部分的实验40、实验44、实验45),张丽萍(第2部分的实验19~实验21)。

本书由杨虎教授、李明愉博士审阅,并提出宝贵意见,在此表示诚挚的感谢。

本书是配合实验体系改革的配套教材,编写工作是一个探索与研讨的过程,由于编者水平有限,加之编写时间仓促,本书的欠缺之处,欢迎读者批评指正。

编 者

2007年6月

目 录

绪 论	1
0.1 化工专业实验的目的和内容	1
0.2 本课程的特点	1
0.3 实验教学要求	2
第 1 部分 公共专业实验	3
1.1 实验 1 乙酰水杨酸的合成与测定	3
1.2 实验 2 三元盐水系溶解度的测定	7
1.3 实验 3 连续均相管式循环反应器中的返混	11
1.4 实验 4 反应精馏	15
1.5 实验 5 超临界 CO ₂ 萃取	19
1.6 实验 6 膜分离实验	22
第 2 部分 特色专业实验	27
2.1 实验 7 复混肥的制备及指标分析	27
2.2 实验 8 CO 中温—低温串联变换反应	35
2.3 实验 9 气固流化床特性及动态信号测定与分析	38
2.4 实验 10 无机盐产品的表面改性处理	42
2.5 实验 11 高岭土中杂质铁的除去与增白	44
2.6 实验 12 十二醇硫酸钠的合成及洗发香波的配制	46
2.7 实验 13 乳胶漆—醋酸乙烯乳胶漆的制备	50
2.8 实验 14 油类及脂肪类质量指标的测定	52
2.9 实验 15 乳酸正丁酯的催化合成	55
2.10 实验 16 从桂皮中提取肉桂油	57
2.11 实验 17 芦丁的提取和鉴定	60
2.12 实验 18 提取、分离黄连素的工艺过程	62
2.13 实验 19 水泥熟料全分析(化学分析法)	63

2.14	实验 20	糖果中还原糖及蔗糖的测定(兰—艾农法)	68
2.15	实验 21	吸光度加和性实验及水中微量铬(VI)和锰(VII)同时测定	72
2.16	实验 22	大气采样及 SO ₂ 测定	75
2.17	实验 23	药物片剂的质量检查	80
2.18	实验 24	微型胶囊的制备	83
2.19	实验 25	溶液型与胶体型液体制剂的制备	85
2.20	实验 26	L-抗坏血酸棕榈酸酯的合成	89
2.21	实验 27	青霉素 G 钾盐的氧化	91
2.22	实验 28	扑炎痛的制备	92
2.23	实验 29	河水水质监测实验	94
2.24	实验 30	生活污水活性污泥培养与性能指标测试	102
2.25	实验 31	工业废水可生化性实验	104
2.26	实验 32	混凝沉淀实验	106
2.27	实验 33	颗粒自由沉淀实验	108
2.28	实验 34	生活垃圾中有机质含量的测定	110
2.29	实验 35	烟气脱硫实验	112
2.30	实验 36	可燃气体(蒸气)爆炸性检测实验	113
2.31	实验 37	燃烧液体开口闪点、闭口闪点的测定	116
第 3 部分 设计性实验			118
3.1	实验 38	重过磷酸钙的制取	118
3.2	实验 39	硫酸亚铁铵的制备	119
3.3	实验 40	水处理絮凝剂——聚碱式氯化铝的制备	119
3.4	实验 41	聚丙烯酸钠高吸水树脂的制备及应用	120
3.5	实验 42	新型绿色食品防腐剂——丙酸钙的制备	121
3.6	实验 43	洁齿制品的制备	122
3.7	实验 44	废水中苯胺类化合物的测定	123
3.8	实验 45	校区及市售豆浆质量的调查	123
3.9	实验 46	“胃舒平”药片中铝、镁含量的测定	124
3.10	实验 47	药物的含量测定	125
3.11	实验 48	β-胡萝卜素的提取、分离和鉴定	126

3.12	实验 49 软膏剂的制备	126
3.13	实验 50 校园环境噪声监测与调查	127
附录		129
附录 A	10 mL 费林氏试液相当的转化糖	129
附录 B	重要化合物在水中的溶解度	131
附录 C	基准物质及其干燥温度、时间	132
附录 D	常用酸碱指示剂的配制	133
参考文献		134

绪 论

0.1 化工专业实验的目的和内容

(1) 教学目的

化工专业实验课程的主要任务是培养学生的创新意识、一定的产品研发能力、良好的专业素养,训练学生熟练的实验操作技能,考查学生综合应用专业理论知识分析问题和解决问题的能力。其教学目的主要是:

①针对一定的实验目的,学生应学会查阅相关资料,结合所学专业知识,了解化工及相关专业的常用研究方法,进行实验方案的设计。

②巩固并熟练掌握化学、化工实验技能,掌握常用仪器、设备的使用方法。

③结合专业理论课程的知识,能够独立分析实验现象及结果,正确处理实验数据,完成规范的实验报告,进一步加深对理论知识的理解和掌握。

(2) 教学内容

本实验课程的第一部分为“公共专业”实验,公共专业实验是针对化工及相关类学生的必修专业实验,它的内容涵盖了考虑化工背景而设置的化工热力学、化工反应工程、化学合成、新型分离技术等;第二部分为“特色专业”实验,不同专业或方向的学生可根据其专业特点,选择相应的实验;第三部分为“设计性”实验,原则上对不同专业均设置了相应的“设计性”实验,要求学生独立设计实验方案并完成实验。

0.2 本课程的特点

依托化工实验平台,以模块化建设来统筹专业实验建设。“模块+平台”的实践课程体系首先保证了以化工专业为基础的通识能力的训练,为不同专业开设了相同的公共专业实验,保证了专业骨架的系统及科学性,同时,可以交叉选择的专业特色实验又为学生提供了更加自由的选择空间。这样的体系打通了各个专业及课程间的壁垒,加强了学科、专业的交叉渗透,体

现了大专业的共性,也表现了不同专业的特色。不同专业及学科的交叉,促进了一批真正综合型、设计型实验项目的建设。学生的创新意识、综合素质得到了有效的训练,同时,这样一个大的专业实验模块也为进一步的开放实验室与开放性实验奠定了基础。

0.3 实验教学要求

要实现专业实验的目的,必须注重教学过程中不同类型实验对学生有不同的要求。对验证型实验,要求学生明确实验目的,熟练掌握实验原理,熟练进行实验操作,正确记录实验现象及数据,规范撰写实验报告,应用理论知识对实验结果进行讨论。对综合性实验,除上述要求外,应强调实验中不同课程、不同学科知识的相互渗透和综合应用。对设计性实验,应强调学生查阅文献的基本能力,独立思考,独立拟定实验方案的能力。

第 **I** 部分

公共专业实验

1.1 实验1 乙酰水杨酸的合成与测定

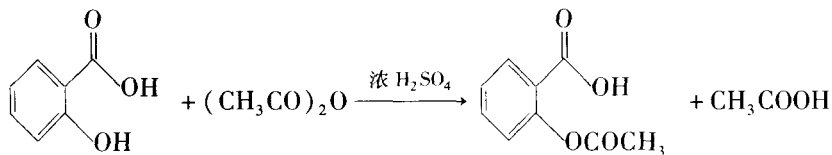
1.1.1 实验目的

- ①掌握乙酰水杨酸的制备原理和实验方法；
- ②掌握重结晶、抽滤、熔点测定等基本操作；
- ③了解乙酰水杨酸的应用价值；
- ④了解紫外光谱法、红外光谱法等有机合成中的应用。

1.1.2 实验原理

乙酰水杨酸即阿司匹林 (aspirin), 通常是由水杨酸 (邻羟基苯甲酸) 与醋酸酐进行酯化反应而得的。19 世纪末, 人们成功地合成了乙酰水杨酸, 作为一种有效的解热止痛、治疗感冒的药物, 至今仍被广泛使用, 有关资料表明, 人们正在发现它的某些新功能。

乙酰水杨酸由水杨酸与醋酸酐进行酯化反应制得, 即



由于水杨酸分子中既有羟基又有羧基, 羧基和羟基都可以发生酯化, 在生成乙酰水杨酸的同时, 水杨酸分子之间也可以发生酯化反应, 形成少量水溶性低的高聚副产物聚合酯, 这是引起变态反应的主要杂质组分, 也使反应复杂化。

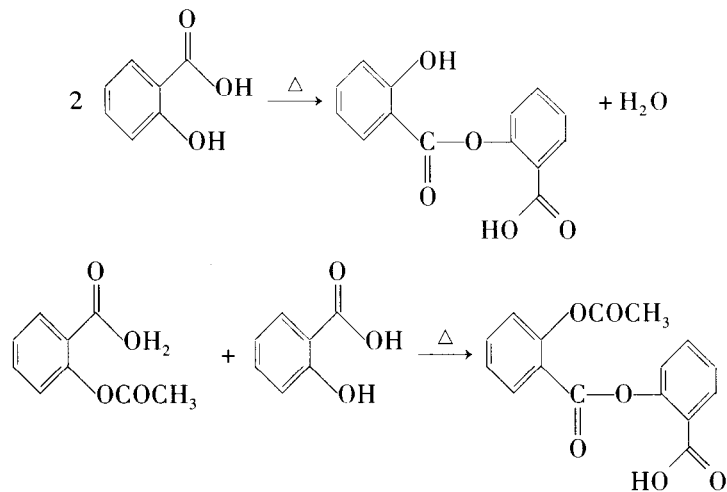
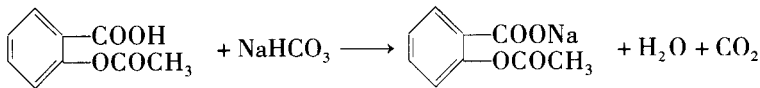


表 1.1 主要试剂和产品的物理常数

名 称	分子量	mp 或 bp	水	醇	醚
水杨酸	138	158 (s)	微	易	易
乙酸酐	102.09	139.35 (1)	易	溶	∞
乙酰水杨酸	180.17	135 (s)	溶、热	溶	微

乙酰水杨酸和 NaHCO₃ 反应可生成水溶性钠盐,而高聚副产物聚合酯则无此性质,利用此性质上的差别,可用于乙酰水杨酸的纯化。



由于乙酰化反应不完全,在生成物中可能含有水杨酸,它可以在各步纯化过程和产品的重结晶过程中被除去。与大多数酚类化合物一样,水杨酸可与 FeCl₃ 形成深色配合物,而乙酰水杨酸因酚羟基已被酰化,不再与 FeCl₃ 发生颜色反应,因而未作用的水杨酸很容易被检出。

乙酰水杨酸的红外光谱图,如图 1.1 所示。

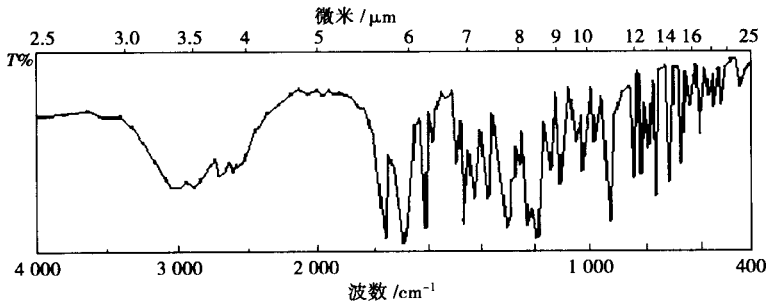


图 1.1 乙酰水杨酸(阿司匹林)的红外光谱图

乙酰水杨酸的核磁共振谱图如图 1.2 所示。产品可通过红外、核磁共振等方法鉴定产品是否为乙酰水杨酸。为了测定产品中乙酰水杨酸的含量,将产品用稀的 NaOH 溶液溶解后,乙

酐水杨酸水解生成水杨酸二钠。

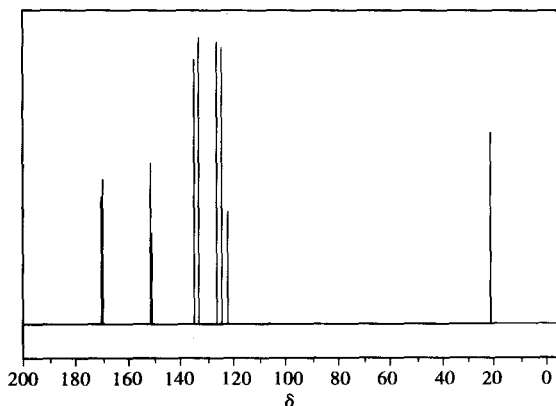
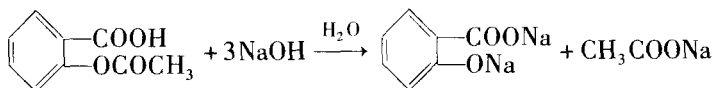


图 1.2 乙酰水杨酸(阿司匹林)的核磁共振谱图



该溶液在 296.5 nm 左右有个吸收峰,测定稀释成一定浓度的乙酰水杨酸的 NaOH 水溶液的吸光度值,并由已知浓度的水杨酸的 NaOH 水溶液作标准曲线,可得出产品中乙酰水杨酸的含量。

1.1.3 仪器与试剂

(1) 仪器

紫外分光光度计、显微熔点测定仪、电子天平、吸滤装置、吸量管、容量瓶、锥形瓶、温度计等。

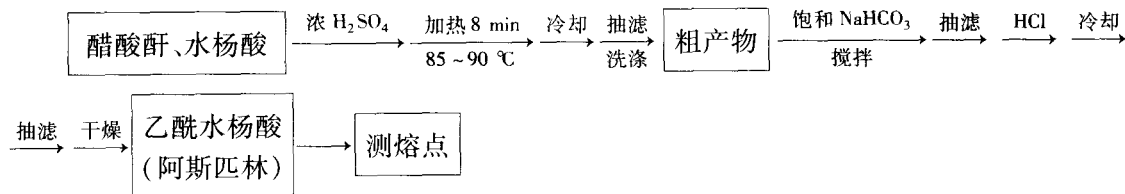
(2) 试剂

水杨酸、浓 H_2SO_4 、 NaHCO_3 饱和溶液、浓 HCl 、醋酸酐、1% FeCl_3 溶液、0.1 mol/L NaOH 溶液、 CHCl_3 等。

1.1.4 实验步骤

(1) 实验流程

实验流程如下:



(2) 乙酰水杨酸的合成

在干燥的 100 mL 锥形瓶中,加入 3.2 g 干燥的水杨酸、8 mL 新蒸馏的醋酸酐和 8 滴浓 H_2SO_4 ,使水杨酸全部溶解后,装上回流冷凝管,控制水浴温度在 85 ~ 90 °C,加热 10 min。冷却至室温,即有乙酰水杨酸晶体析出,撤去回流冷凝管。如无晶体析出,可用玻璃棒摩擦瓶壁

或将反应物置于冰水中冷却,使晶体产生。加入 50 mL H_2O ,混合物继续在冰水中冷却,使结晶完全。减压抽滤,用滤液反复淋洗锥形瓶,直至所有晶体被收集到布氏漏斗中,用少量冷水洗涤晶体,将溶剂尽量抽干,称量粗产品。

将所得的粗产品转移到 250 mL 烧杯中,在搅拌下加入 25 mL NaHCO_3 饱和溶液,至无 CO_2 气泡产生。减压抽滤,副产物聚合物被滤出,用 5 ~ 10 mL H_2O 冲洗漏斗,合并滤液,倒入预先盛有 15 mL HCl (1:2) 溶液的烧杯中,搅拌均匀,即有乙酰水杨酸晶体析出。将烧杯置于冰水浴中冷却,使结晶完全,抽滤,再用少量冷水洗涤 2 次(此时可取少量滤液用 1% FeCl_3 溶液检验),将晶体转移到表面皿上,干燥后称量。

(3) 乙酰水杨酸(阿司匹林)的鉴定

①在电热熔点仪上测定熔点,文献值为 133 ~ 135 $^{\circ}\text{C}$ 。乙酰水杨酸易受热分解,因而熔点不明显,它的分解温度为 128 ~ 135 $^{\circ}\text{C}$ 。测定熔点时,应将热载体加热约至 120 $^{\circ}\text{C}$,再放入样品测定。

②用 KBr 压片法扫描产品的红外光谱图,指出各主要特征吸收峰的归属,并与乙酰水杨酸的标准图谱比较。

③以 CHCl_3 为溶剂,测定产品的 ^1H NMR 谱图,解析谱图进一步证实产品为乙酰水杨酸。

(4) 产品中乙酰水杨酸含量的测定

①准确称取 0.100 0 g(准确至 ± 0.0001 g)水杨酸于 100 mL 容量瓶中,加入 50 mL 蒸馏水,温热使水杨酸溶解。溶解后冷却溶液,用蒸馏水定容。标记为“原始标准储备液”。用 5.00 mL 吸量管分别取 1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 和 5.00 mL 原始标准储备液于 5 只 100 mL 容量瓶中,并在每只容量瓶中各加入 0.1 mol/L NaOH 溶液 1.00 mL,用蒸馏水定容,并计算每只标准溶液的浓度(单位为 mg/mL)。

在紫外分光光度计上扫描每一标准溶液在 250 ~ 350 nm 范围内的紫外吸收光谱,记录最大吸收波长 λ_{max} 和最大吸光度 A_{max} ;然后,在 λ_{max} 处测定 5 个标准溶液的吸光度值。

②准确称取 0.100 0 g(准确至 ± 0.0001 g)本实验合成的乙酰水杨酸,加 0.1 mol/L NaOH 溶液 40 mL,搅拌数分钟,转移到 100 mL 容量瓶中,用蒸馏水定容。再取 2.00 mL 上述溶液至一只 100 mL 容量瓶中,用蒸馏水定容。用此稀释液作为试样,在 λ_{max} 处读取吸光度值 A 。

(5) 酚的重要性质及鉴定实验

水杨酸既是酸又是酚。可利用水杨酸进行酚的重要性质的鉴定实验。由于乙酰水杨酸没有酚羟基,因此就不再有酚的特性。

1) 酚的弱酸性实验

取约 0.5 g 水杨酸,加入 2 mL 蒸馏水,振荡,用 pH 试纸检验其水溶液的酸碱性。逐滴加入 10% NaOH 溶液,使其全部溶解,再逐滴加入 10% HCl 溶液,观察现象并解释原因。同样,取 0.5 g 乙酰水杨酸做对比实验,观察并解释结果。

2) FeCl_3 实验

在两个小烧杯中,分别加入 1 mL 的 1% 水杨酸水溶液及 1% 乙酰水杨酸乙醇稀释溶液,再分别加入 2 滴 1% FeCl_3 溶液,摇动,观察现象并解释原因。有颜色反应为正性反应。若晶体不纯,杂质主要为水杨酸,此时加入 1% FeCl_3 呈蓝色。

3) 溴水实验

在装有 1 mL 的 1% 水杨酸水溶液的试管中,逐滴加入 $\text{Br}_2\text{-KBr}/\text{H}_2\text{O}$,观察现象并解释原因。溴水退色为正性反应。

1.1.5 实验数据处理

(1) 工作曲线的绘制

将实验数据填入表 1.2。

表 1.2 实验数据处理

水杨酸标准溶液	1	2	3	4	5
浓度/ $(\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1})$					
吸光度 A					

(2) 计算乙酰水杨酸含量

根据实验合成的乙酰水杨酸溶液在 λ_{max} 处的吸光度值,从工作曲线上查得待测溶液的水杨酸质量浓度(mg/mL),换算成乙酰水杨酸的含量。

$$\begin{aligned}
 m &= \rho \times 100 \times 100/2 \\
 &= \rho \times (180.15/138.12) \times 100 \times 100/2 \\
 \text{乙酰水杨酸 \%} &= \frac{\text{乙酰水杨酸质量}}{\text{样品质量}} \times 100\%
 \end{aligned}$$

式中: m ——乙酰水杨酸的质量,g;

ρ ——乙酰水杨酸的密度, g/mL 。

1.1.6 思考题

- ①为什么实验使用新蒸馏的醋酸酐?
- ②水杨酸与醋酸酐的反应过程中,加入浓 H_2SO_4 的目的是什么?
- ③为什么要控制反应温度在 $85 \sim 90^\circ\text{C}$?
- ④本实验中可产生什么副产物? 加水的目的是什么?
- ⑤若在 H_2SO_4 的存在下,水杨酸与乙醇作用将得到什么产物? 写出反应方程式。
- ⑥乙酰水杨酸还可以使用溶剂进行重结晶,重结晶时需要注意什么?
- ⑦熔点测定时需要注意什么问题?

1.2 实验2 三元盐水系溶解度的测定

1.2.1 实验目的

- ①掌握三元盐水系液固相平衡关系和相图知识;
- ②了解和掌握三元盐水系液固相平衡数据的测定原理和实验方法;
- ③通过完成三元盐水系液固相平衡数据的测定,达到提高综合实验能力的目的。

1.2.2 实验原理

三元盐水系溶解度的测定,通常用恒温法进行。恒温法是:在一定温度下,将两种盐和水按一定比例混合,在到达平衡后分别测定饱和溶液和固相的组成。依次改变两种盐的比例,得到若干个点后,即可画出等温相图。到达平衡后液相组成可以由直接取样分析求出,但因为取出的固相总不可避免地夹带一些溶液,而洗涤和烧干又可能引起固相的变化,因此,通常可以用以下几种方法来确定固相。

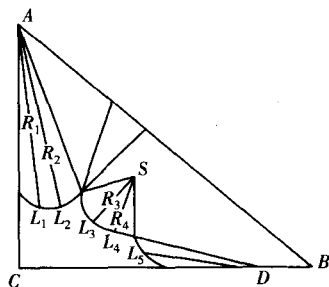


图 1.3 三元水盐系相图

(1) 湿渣法

此法是以连线规则为基础,当液固相达到平衡后,分别取出饱和溶液和含饱和溶液的湿渣加以分析。由连线规则可知,既然是固相和饱和溶液的混合物,在相图上,湿渣的组成点必然在饱和溶液点和固相点之间,而且三点必然成一条直线。反过来,固相点必然在饱和溶液点与湿渣点所连直线的延长线上,图 1.3 中的 R_1, R_2, R_3 为湿渣点, L_1, L_2, L_3 为其对应的饱和溶液点,连 $L_1, R_1, L_2, R_2, L_3, R_3$ 并延长之。如果有两条以上相邻的连线交于一点,则其交点即为一种平衡的固相;如果交点刚好落在代表一种盐的顶点上,则固相即为该种盐的无水盐,如 A 点即为平衡的固相;如果交点刚好落在 AC 或 BC 边上,则固相为水合物,如 D 点即为 B 盐的水合物;如果交点落在三角形之内,则固相为水合复盐,如 S 点;如果交点刚好落在斜边 AB 上,则固相为无水复盐。另外,如果两条以上相邻的连线都从液相的同一点出发,则这一液相点必为两种盐的共饱和点,如 L_3, L_5 即是。

(2) 合成复体法

在实验开始时,准确称量要加入系统中的盐和水,在密封的溶解度瓶中搅拌,使之建立平衡。复合体在相图上的成分点(简称复体点)可由加入的原料直接计算而得,而平衡后的液相点可由取样分析决定。连接复体点和液相点并延长之,数条这种连线的交点,即为固相点。合成复体法,由于不需分析湿渣,比较简单,但要求试剂的纯度高;在实验中,不能有水分的挥发和固体的加料损失。

本实验采用湿渣法。

1.2.3 仪器与试剂

(1) 仪器

玻璃恒温水浴、调温电炉、电子天平、电动搅拌器、溶解度测定瓶、容量瓶等。

(2) 试剂

NaCl 、 NH_4Cl 、 AgNO_3 、 NaOH 、 HCl 、10% K_2CrO_4 溶液、0.1% 甲基橙等均为分析纯。

1.2.4 实验装置

图 1.4 所示为常用的溶解度测定瓶,瓶口具有水封,

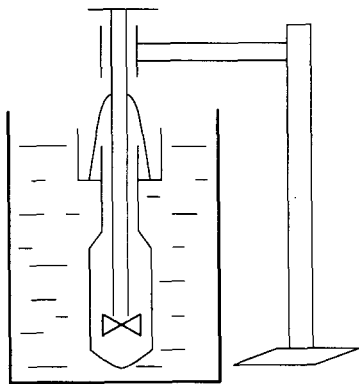


图 1.4 溶解度瓶安装图

瓶内有搅拌桨。待液固相达到平衡后,静置片刻,然后用经恒温处理的取液管取出清液后,再用玻璃小勺取出湿渣作为分析之用。通常移液管和玻璃小勺都是放置在一支大试管中,再浸没在同一恒温浴内,使之保持温度相同。在用恒温法测定溶解度时,首先要建立足够长时间的恒温条件,使液固相之间达到溶解平衡,因此,实验一般在玻璃恒温浴中进行;其次,溶解度测定瓶必须密闭,防止杂质进入或瓶内水分蒸发而影响液固相之间的溶解平衡;为了保证液固相的接触面不断更新以加速溶解和结晶,必须充分搅拌,使固相悬浮于液相中。

1.2.5 实验步骤

(1) 试样称量

测定三元相图的溶解度,首先以二元的溶解度数据为基础。表 1.3 给出了 25 °C、90 °C 时 NaCl-H₂O 与 NH₄Cl-H₂O 二元系溶解度数据。

表 1.3 二元系溶解度数据

温度/°C	溶解度	
	NaCl	NH ₄ Cl
25	26.43	28.28
90	27.85	39.80

称量时,可用托盘天平称至 ± 0.1 g,对 10 g 以下的配料,可用感量为 ± 0.01 g 的天平,然后用漏斗倒入溶解度测定瓶。蒸馏水由滴定管直接加入,至最后 1~2 mL,必须逐滴加入,以免过量。

由于不能预先知道三元体系的溶解度,但可以由二元体系的溶解度进行估计。如果测定一种盐不饱和时的溶解度,则在配料时,使饱和的那种盐大于其纯盐溶解度的 5%~15%,而不饱和的那种盐则可按计算加入。一般以平衡时,固液相的体积比取 0.3~0.5 为宜。表 1.4 给出了配料示例,实际配料一般比理论量过量 10%~20%。

(2) 装置安装

用电接点温度计控制恒温水浴至实验温度,往溶解度测定瓶装入称量的盐和水,浸入恒温水浴。在瓶上插入带有搅拌棒的水封盖,用手转动顺利无阻碍时,加水封使颈罩浸没约 3 mm。开动搅拌,使固体全部处于悬浮状态。

(3) 取样

当固液相达平衡时,停止搅拌并静置片刻。取液相时,不允许吸入固相,也不能改变系统的温度而影响液固两相的平衡。为了防止固相吸入,可在取样管口缠上脱脂棉。用已达平衡温度的取液管快速取清液(饱和溶液)约 5 mL 于已知质量的烧杯(50 mL)内,冷却后称量,并将烧杯中的溶液(因温度降低可能有盐晶体析出)转移入 250 mL 容量瓶中定容。

用玻璃小勺取出 1~2 g 固体于已知质量的烧杯内,冷却后称量,然后将固体溶解并转移入 250 mL 容量瓶中定容。

(4) 试样分析

液相与固体分析方法相同。每份样品、每种离子至少进行 2 次平行实验。

1) Cl⁻ 的分析