

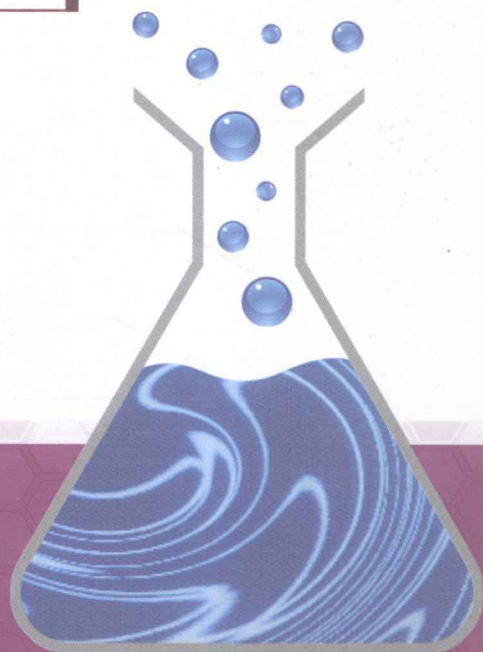


普通高等教育“十二五”规划教材

大学化学实验

丛书主编 张四方

本册主编 闫怀义



化学探究实验

CHEMISTRY

中国石化出版社

[HTTP://WWW.SINOPEC-PRESS.COM](http://www.sinopec-press.com)

普通高等教育“十二五”规划教材

大学化学实验

主编 张四方

化 学 探 究 实 验

本册主编 闫怀义

中国石化出版社

内 容 提 要

本书是根据我国高等教育化学教学改革需要,为高等化学本科教育而编写的实验教材。全书共四个单元,包括废旧物质回收利用探究、物质组分含量测定探究、物质制备合成表征探究、物质性能参数测定探究。探究实验课题的选择涉及废旧物质的检测、回收、利用;物质的制备、合成、表征;化学过程的测量、控制、运用等,旨在通过学生自主设计方案,独立解决问题,帮助他们构建科学研究意识,提升科学探究能力,实现自我价值。

本书可以作为普通高等院校化学、应用化学专业的实验教材使用,也可作为相关人员的参考书使用。

图书在版编目(CIP)数据

化学探究实验 / 闫怀义主编. —北京:中国石化出版社, 2011. 11
(大学化学实验/张四方主编)
普通高等教育“十二五”规划教材
ISBN 978-7-5114-1286-7

I. ①化… II. ①闫… 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231651号

未经本社书面授权,本书任何部分不得被复制、抄袭,或者以任何形式或任何方式传播。版权所有,侵权必究。

中国石化出版社出版发行

地址:北京市东城区安定门外大街58号

邮编:100011 电话:(010)84271850

读者服务部电话:(010)84289974

<http://www.sinopec-press.com>

E-mail: press@sinopec.com

北京科信印刷有限公司印刷

全国各地新华书店经销

*

787×1092毫米 16开本 10印张 248千字

2011年12月第1版 2011年12月第1次印刷

定价:25.00元

序

在过去的 100 多年里，化学作为一门核心、实用、创造性科学，为人类认识物质世界和人类文明进步做出了巨大贡献。特别是近几十年来，数学、物理、生物、计算机学科和量子化学的迅速发展，以及在化学中的广泛应用，化学已从描述性学科逐渐走向推理性学科，化学研究的对象也从传统的原子、分子层次扩展到了原子、分子片、分子、超分子、多分子聚集态层次；按无机化学、有机化学、分析化学、物理化学、高分子化学划分的化学二级学科体系被打破，建构起了合成化学、分离化学、分析化学、物理化学、理论化学、化学生物学、纳米(材料)化学、绿色化学、化学信息学新体系；化学已成为研究从原子、分子片、分子、超分子，到分子和原子的各种不同尺度和不同复杂程度的聚集态和组装态的合成和反应、分离和分析、结构和形态、物理性能和生物活性及其规律和应用的自然科学。

化学学科的迅速发展，对化学人才的培养，特别是高素质创新人才的培养提出了更高的要求。高等院校作为我国高素质化学人才培养的重要基地，对高素质人才的培养将起到不可替代的作用。然而，我国高等化学教育长期以来一直沿用“专业化、专门化”的“窄、专、深”课程体系，使化学实验教学依附化学二级学科，化学实验的目的重在加深对理论的理解和技能的训练，人为地削弱了化学学科之间的内在联系与渗透，学生综合能力得不到有效提高，严重制约了高素质化学人才的培养。为了适应 21 世纪社会发展对高素质化学人才培养的需求，全面反映化学学科发展水平，中国石化出版社组织编写了普通高等教育“十二五”规划教材《大学化学实验》。

普通高等教育“十二五”规划教材《大学化学实验》编写时力求以培养高素质化学人才为宗旨，提高学生化学综合素质为目标，打破了传统化学实验教学的旧模式，建立了以能力培养渐进发展的新模式，使教材具备以下特点：

新颖性 编写体系上，根据社会对化学人才的需求和化学学科发展的变化，打破了传统化学实验教学依附于化学二级学科的实验教学模式，重建了以能力培养为核心的“技能、基础、综合、探究”能力培养新模式，强化了高素质化学人才能力培养在普通高等教育中的重要性；实验体例上，增加了实验背景、实验指导、实验拓展等内容。实验背景为学生课前准备实验提供了与本实验相关的背景材料，内容涉及相关物质的性质与用途、研究成果与动态、实验方法与技术等，旨在启发思维，拓展视野；实验拓展为学生实验后提供本实验延伸的

参考思路，内容涉及知识迁移、方法迁移、应用迁移等，旨在举一反三，触类旁通；实验指导为学生在实验过程中如何高质量完成实验提供指导，内容涉及实验安全注意事项、实验操作关键和技巧等，旨在保证安全，提高效率。这些变化使《大学化学实验》与传统教材相比具有了一定的新颖性。

先导性 内容选择上，删除了那些内容陈旧、方法简单，不再适应高素质人才培养需求的实验，增加了能够反映当今化学学科成就的新技术、新方法、新成果，并将新能源、新材料、食品安全、绿色化学等与人类社会关系密切的化学内容纳入到了教材之中，突出了化学对社会所应承担的义务，使《大学化学实验》在内容上具备了一定的先导性。

系统性 《大学化学实验》共分6册：《化学技能训练》、《化学基础实验》、《化学综合实验》、《化学探究实验》、《中学化学实验研究》和《化学创新实验》。《化学技能训练》、《化学基础实验》、《化学综合实验》、《化学探究实验》构成了现代高等教育本科化学基本实验教学体系；《中学化学实验研究》为这个实验教学体系提供了教师教育延伸，为未来从事化学教育教学的学生提供专项培养；《化学创新实验》为这个实验教学体系提供了科学研究延伸，为未来从事科学研究和继续深造的学生提供专项培养。一个基本实验教学体系和两个专项培养模块使《大学化学实验》比传统化学实验教材更具系统性。

针对性 《大学化学实验》编写时充分考虑了“985”和“211”院校与一般高等院校人才培养目标和教学条件的差异，将《大学化学实验》使用的对象定位于一般高等院校的化学和应用化学专业。为了更好地适应一般高等院校的使用，教材内容选择不求仪器设备的高精尖，但求实验思路的异新变，教材内容为教学选择留出来足够的余地，使不同层次、不同类型的学校可以根据自身特点和区域特点进行特色办学、个性办学。

《大学化学实验》主要内容介绍如下：

《化学技能训练》 以教育部理科化学教学指导委员会制订的“化学、应用化学专业化学实验教学基本内容”为依据，包括实验安全、实验物品、样品采集、实验操作、测量仪器、数据处理、技能训练等内容，旨在规范和训练学生操作技能。

本册教学建议：教学在第1学期，时数为78学时。

《化学基础实验》 以教育部理科化学教学指导委员会制订的“化学、应用化学专业化学实验教学基本内容”为依据，包括重要常数测定、物质性质检验、无机物质制备、有机物质制备、物质分离鉴定、化学方法分析、仪器方法分析、重要参数测定和化学过程操作等内容，旨在强化化学实验操作和学习解决化学问题的基本方法。

本册教学建议：教学在第2、3、4、5学期，时数为216学时。

《化学综合实验》 内容选择标准有二，一是实验内容的综合性，一个实验含有两个或两个以上知识点的有机结合与渗透；二是实验方法(或手段)的多元性，综合运用两种或两种以上方法和手段来完成同一个实验。包括无机物制备与分析、配合物制备与测定、有机物合成与表征、物质的分离与检测、物质参数控制与测量、新技术训练与应用等内容，旨在强化知识、方法的综合运用，在化学学科层次理解化学。

本册教学建议：教学在第6学期，时数为54学时。

《化学探究实验》 提出课题，给出背景材料，通过学生的创新活动，共同构成学生的科学训练计划。包括合成路线设计、反应过程控制、物质分离提纯、物质结构表征、性能参数测定等内容，旨在帮助学生构建科学研究意识，提升科学探究能力，实现自我价值。

本册教学建议：教学在第7学期，时数为54学时。

《中学化学实验研究》 以中学化学实验教学内容为研究对象，通过科学探究，了解过程与结果之间的关系，为未来从事化学实验教学储备能量。包括典型高中化学实验、典型初中化学实验、改进型化学实验、手持化学实验、综合化学实验和探究化学实验等内容，旨在为学生未来从事化学教学做准备。

本册教学建议：教学在第7学期，时数为51学时。

《化学创新实验》 实验内容来自于教师科研项目成果、大学生创新性实验成果、化学学科的研究成果等。内容包括无机物、有机物、高分子化合物的合成与表征，新型功能性材料的制备与功能研究，食品、环境、化工等领域的化学问题与解决，旨在为学生从事科学研究和研究生学习做准备。

本册教学建议：教学在第7学期或第8学期，时数为54学时。

《大学化学实验》由张四方任总主编。参编院校有：太原师范学院、海南师范大学、晋中学院、忻州师范学院、运城学院和长治学院。所有分册的编写思路、实验内容、实验体例等都由大家共同讨论，充分酝酿确定，是集体智慧的结晶。《大学化学实验》的编写得到了参编院校、中国石化出版社的大力支持，太原师范学院教务处和中国石化出版社任翠霞老师给予了大力协助，在此向他们表示衷心的感谢。在编写过程中，我们参阅了大量文献资料，在此也衷心地向参阅文献的所有作者表示最诚挚谢意。

由于编者水平所限，加之时间仓促，教材中存在不妥之处，真诚希望读者提出宝贵意见。

张四方

2011年6月于太原

前 言

《化学探究实验》是完成《化学技能训练》、《化学基础实验》、《化学综合实验》教学之后，在化学学科层面运用化学知识、方法解决化学实际问题的一门实验课程，是高等教育本科化学基本实验教学体系的重要组成部分，旨在强化化学知识、方法的综合运用，加强在化学学科层面对化学的理解，构建科学研究意识，提升科学探究能力，实现自我价值。

《化学探究实验》的编写以高等化学教育改革为指导，以培养高素质化学人才为目的。内容选择上涉及废旧物质回收利用探究、物质组分含量测定探究、物质制备合成表征探究、物质性能参数测定探究等；问题选择上突出化学与生活、化学与环境、化学与社会的密切关系；探究要求上突出“思路要清晰、方案要可行、控制要准确、结果要可靠”的科学探究原则；方法运用上既有传统经典方法又有现代新型方法。通过努力，使本教材具备了探究性、生活性、教育性。

《化学探究实验》共有4个单元，其主要内容如下：

单元1 废旧物质回收利用探究，包括废旧电池中 有用成分的回收、无机废弃物的鉴定与提纯、用官能团反应鉴别有机废弃物、化学实验室废液的简单处理、含铁污水的净化与铁含量的测定、蛋壳中钙含量的测定、从含碘废液中回收碘并制取碘化钾、由铜废液制备碱式碳酸铜及最佳条件探究、硝酸钾的制备及其溶解度测定、从印刷电路腐蚀废液中回收铜和氯化亚铁等。

单元2 物质组分含量测定探究，包括维生素片中 VC 含量的测定、啤酒中草酸含量的测定、环境水样中多环芳烃的测定、植物体中微量元素的测定、自来水中氟含量的测定、食品中亚硝酸根含量的测定、多维葡萄糖中维生素 B₂ 含量的测定、摩尔盐的制备及其组成分析、胃舒平中铝含量的测定、HCl - NH₄Cl 混合液各组分含量的测定、食醋中苯甲酸含量的测定、白酒中甲醇含量的测定、植物叶中铅含量的测定、面粉中过氧化苯甲酰含量的测定等。

单元3 物质制备合成表征探究，包括 2,4 - 二氯苯氧乙酸的制备、超分子主体化合物——杯[4]芳烃的合成及表征、对溴苯胺的合成及表征、二茂铁衍生物的合成及表征、解热止痛药阿司匹林的合成及表征、抗疟药 5,5 - 二苯乙内酰脲的合成、蜜蜂警戒信息素 2 - 庚酮的合成及检测、香草醛合成方法的研究及表征、香蕉油的合成、香料“结晶玫瑰”的合成及表征、ZnO 晶体的制备与表征、四苯基卟啉化合物的合成及表征、鲁米诺的制备及其在食盐中碘酸钾含量测定的应用等。

单元4 物质性能参数测定探究,包括植物性食品和动物性食品的热值测定与比较、苯分子共振能的测定、用差热分析法绘制二元金属相图、难溶盐溶度积测定、温度和浓度对电解质溶液平均活度系数的影响、电解质溶液浓度对电极电势的影响、反应热的测定、铝阳极氧化的最佳实验条件探究、酸度对蔗糖水解反应速率常数的影响、影响反应速率常数因素的探究、表面活性剂溶液临界胶束浓度测定、溶液吸附法测定活性炭的吸附量及比表面积等。

本教材由闫怀义任主编,闫怀义、张四方、李军修订并统校全稿。参加编写的有:运城学院王健(单元1)、运城学院周福林(单元2)、忻州师范学院赵三虎(单元3)、长治学院李燕(单元4)。在编写过程中,我们参阅了大量文献和资料,在此向这些文献和资料的作者表示衷心感谢。中国石化出版社、忻州师范学院及赵明根教授对本教材的出版给予了大力支持,晋中学院白官老师为本书的文字图表加工做了大量工作,在此也对他们表示衷心感谢。

由于编者水平所限,加之时间仓促,教材的不妥之处,恳请读者提出宝贵意见。

闫怀义

2011年8月于忻州师范学院

目 录

单元1 废旧物质回收利用探究	1
实验一 废旧电池中 useful 成分的回收	1
实验二 无机废弃物的鉴定与提纯	5
实验三 用官能团反应鉴别有机废弃物	9
实验四 化学实验室废液的简单处理	12
实验五 含铁污水的净化与铁含量的测定	15
实验六 蛋壳中钙含量的测定	20
实验七 从含碘废液中回收碘并制取碘化钾	23
实验八 由铜废液制备碱式碳酸铜及最佳条件探究	25
实验九 硝酸钾的制备及其溶解度测定	28
实验十 从印刷电路腐蚀废液中回收铜和氯化亚铁	34
单元2 物质组分含量测定探究	40
实验一 维生素片中 VC 含量的测定	40
实验二 啤酒中草酸含量的测定	44
实验三 环境水样中多环芳烃的测定	46
实验四 植物体中微量元素的测定	49
实验五 自来水中氟含量的测定	53
实验六 食品中亚硝酸根含量的测定	55
实验七 多维葡萄糖中维生素 B ₂ 含量的测定	58
实验八 摩尔盐的制备及其组成分析	60
实验九 胃舒平中铝含量的测定	64
实验十 HCl - NH ₄ Cl 混合液各组分含量的测定	66
实验十一 食醋中苯甲酸含量的测定	67
实验十二 白酒中甲醇含量的测定	69
实验十三 植物叶中铅含量的测定	73
实验十四 面粉中过氧化苯甲酰含量的测定	76
单元3 物质制备合成表征探究	79
实验一 2, 4 - 二氯苯氧乙酸的制备	79
实验二 超分子主体化合物——杯[4]芳烃的合成及表征	81
实验三 对溴苯胺的合成及表征	84
实验四 二茂铁衍生物的合成及表征	86
实验五 非那西汀的合成及表征	89
实验六 解热止痛药阿司匹林的合成及表征	90
实验七 抗痉挛药 5, 5 - 二苯乙内酰脲的合成	92
实验八 蜜蜂警戒信息素 2 - 庚酮的合成及检测	94

实验九 香草醛合成方法的研究及表征	96
实验十 香蕉油的合成	99
实验十一 香料“结晶玫瑰”的合成及表征	100
实验十二 ZnO 晶体的制备与表征	101
实验十三 四苯基卟啉化合物的合成及表征	106
实验十四 鲁米诺的制备及其在食盐中碘酸钾含量测定的应用	109
单元 4 物质性能参数的测定探究	112
实验一 植物性食品和动物性食品的热值测定与比较	112
实验二 苯分子共振能的测定	114
实验三 用差热分析法绘制二元金属相图	118
实验四 难溶盐溶度积测定	121
实验五 温度和浓度对电解质溶液平均活度系数的影响	124
实验六 电解质溶液浓度对电极电势的影响	126
实验七 反应热的测定	130
实验八 铝阳极氧化的最佳实验条件探究	132
实验九 酸度对蔗糖水解反应速率常数的影响	136
实验十 影响反应速率常数因素的探究	139
实验十一 表面活性剂溶液临界胶束浓度测定	143
实验十二 溶液吸附法测定活性炭的吸附量及比表面积	146

单元1 废旧物质回收利用探究

实验一 废旧电池中有用成分的回收

实验目的

- (1) 了解废旧电池的回收利用，树立环保意识；
- (2) 掌握废旧电池中铜、锌、二氧化锰等有用成分的回收方法；
- (3) 体验科学探究的过程，学习科学探究的方法。

实验背景

含有有害物质的废旧电池如果丢弃到垃圾中，会因腐蚀作用而遭到破损，导致重金属和酸碱电解液泄漏出来，污染环境，直接或间接危害人类的健康。废旧电池中的重金属污染物在环境中的转移过程是废旧电池随生活垃圾进入填埋和焚烧的垃圾处理过程。在垃圾的填埋中，废电池的重金属会通过渗漏作用直接污染相关的水体和土壤；在土壤和水体中的重金属离子会被植物的根系吸收，当牲畜吃了含有这些重金属成分的植物后，重金属在体内慢慢积累，经过食物链的生物富集作用，重金属就会随着食物进入人体，在人体内聚集造成慢性中毒，损害人的神经系统及肝脏功能。在垃圾的焚烧过程中，废电池中的重金属会因高温挥发而被烟气带入空气，进入空气中的重金属可通过呼吸直接进入人体。因此，废旧电池如果丢弃到垃圾中，对环境的污染非常严重。

目前，中国已成为世界第一电池生产和消费大国，如何处理废旧电池以及如何废旧利用不仅关系着人们的身体健康，而且也关系着资源的再生利用。废旧电池再生处理已引起了人们的广泛关注。

废旧电池中所含的多种金属都属再生资源。目前，我国经济增长和资源供给的矛盾十分突出，多种自然资源趋于萎缩，人均资源量只有世界水平的1/2，居世界第53位。所以从可持续发展的角度出发，应尽早考虑资源的回收再利用。

目前，发达国家已在为走向“循环经济社会”做准备，使以“大量生产，大量消费和大量废弃”为基本特征的现代经济社会，向以“最优消费和最少废弃”的可持续发展的循环经济社会转变。走循环经济之路，也是我国社会经济发展的必然之路。因此加强对废旧电池回收利用的研究，使其能够尽快实现无害化和资源化。否则，不仅造成大量的资源浪费，而且由于环境的污染，既有害于我们自己，又贻害子孙后代。

1. 废旧锌锰电池的处理方法

目前，废旧电池的回收工艺可大致分为人工分选回收利用技术、干法回收利用技术、湿法回收利用技术、干湿法回收利用技术。

(1) 人工分选回收利用技术 将回收的废旧干电池进行分类，在带有负压和净化装置的作业柜中用简单的机械将电池逐个剖开，人工分选出塑料盖、铁壳、铜帽、碳棒、锌皮、二

氧化锰及水锰石的混合物，塑料盖送塑料厂再生利用；铁壳送冶炼厂回收铁；铜帽作为回收铜应用；锌皮洗净后送入电炉重新铸成锌锭；残存的二氧化锰及水锰石的混合物送入回转窑煅烧，脱水后获得二氧化锰，作为化工原料。此外，还可以将电池的黑色填充物质加水浸溶，静置沉淀，取上清液过滤后，蒸发结晶，制取氯化铵；也可用电池内的碳黑和电糊来制取肥料，补充农作物中锌的含量。

此方法简单易行，但费工费时，经济效益小。

(2) 干法回收利用技术 干法回收利用技术是让电池在高温下使其所含的金属及其氧化物等氧化、还原、分解、挥发和冷凝。这种方法又分为传统的常压冶金法及真空回收法。

常压冶金法是利用各种金属的不同沸点，随着温度的提高，各种金属先后挥发出来，再分级冷凝蒸气，便可使金属相互分离。此法中废旧电池需经预处理，一般冶炼厂中通常只需增加一些设备即可完成废旧电池部分有效物质的回收。

真空冶金法则是将电池在真空中焙烧到一定温度，由于在真空中金属的沸点和熔点会降低，从而达到节约能源的目的，其原理和常压冶金法基本相同。我国一些废旧电池回收厂家便是采用真空冶金的方法。其不足之处是：操作要求比较严格，要适时适量补加铁，否则不能生成符合要求的锰铁合金。

鉴于真空冶金法的不足，国外将废旧干电池整体处理后作为磁性材料，而不再回收单种金属。其方法是：将废旧干电池破碎后，高温加热除去杂质，然后氧化其中的金属元素，其产物可以用来生产铁氧体，而铁氧体在制造彩电及变压器等行业被广泛应用。该工艺简化了分离工序，成本大幅度下降，铁氧体产物附加值高。该方法具有良好的发展前景。

(3) 湿法回收利用技术 湿法回收技术是基于锌、二氧化锰等可溶于酸的原理，使干电池中的锌、二氧化锰与酸作用进入溶液，溶液经过净化后电沉积生产金属锌、二氧化锰或生产化工产品(如立德粉、氧化锌等)及化肥等。由于废干电池含有多种物质，回收后的电解液含有汞、镉、锌等重金属，能耗也较高。

(4) 干湿法回收利用技术 干湿法回收技术也称作火法-湿法工艺或焙烧-酸浸-电积法工艺。具体方法是：废锌锰干电池经过筛选、分类、破碎、磁选除铁后，置于电热回转炉内焙烧。由于电池中含有乙炔黑和石墨，其含量约为把二氧化锰还原成氧化锰所需理论碳量的2倍，故在电池焙烧中可以不加还原剂。焙烧温度通常控制在850℃左右，不宜超过900℃(因为在850℃，电池的锌壳将以蒸气形式进入烟气，含锌烟气经冷却，可以用布袋除尘器回收含锌固体)。含锌固体除去铜帽、碳棒等杂质后，在800℃，用浓度小于200g·L⁻¹的硫酸溶液作浸取剂，按液固比5:1的比例浸取1h，锌全部进入溶液，同时，锰(MnO)也被浸出，浸出率大于95%。

干电池焙烧残渣浸出液的成分比较复杂，需要用电积法回收其中的锌、锰，因此，电沉积前必须将溶液净化，除去铁、铜、钴、镍等杂质。用电积法同时回收锌、锰是一个双电沉积过程，阴阳两极的电沉积条件不同，合理地调整两极的工作状态是非常重要的。如电解锰，电流密度最好在1A·m⁻²；而电解锌，电流密度最好能达到1000A·m⁻²，解决这一矛盾通常是调节电极面积选择不同材质的电极来解决。电解温度对两种金属电解的影响也不同，温度对电沉积锰影响较大，而对电沉积锌的影响不明显。因此，温度控制在85~90℃比较合适。此外，选择合适的酸度，尽量脱除溶液中的氯离子，对提高锌锰双电积效率是很有必要的。有人对“焙烧-电积法”再生工艺进行分析，结果表明此法在技术上和经济上都是可行的。

不论是湿法、干法还是干湿结合法均有一定的可行性，但技术并不成熟，也不够完善，有待

于进一步研究。考虑其回收成本和再利用所创造的收益，湿法回收应该是目前最有效的方法。

实验要求

(1) 设计从废旧电池中回收有用成分(最少要回收3种物质，其中氯化铵和二氧化锰必须回收)的实验方案(内容包括：实验目的、实验原理、实验仪器与试剂、实验步骤、预期的实验结果、实验中可能遇到的问题和对策、参考文献等)。

(2) 各种回收物质的回收质量指标要求(见表1-1)。

表1-1 各种回收物质的回收质量指标要求

回收物质	颜色	纯度
金属锌	银白	85%
金属铜	黄	99%
二氧化锰	棕黑(褐)	85%
氯化铵	白	90%

(3) 利用锌壳制备 $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 时，要对制得的产品进行定性检验。

(4) 实验结果以研究报告形式提交。内容包括：引言或前言、药品试剂、仪器设备、实验方法(应包含工艺路线、主要溶液配制方法及测定方法等)、实验步骤、实验结果、结果讨论、结论、参考文献等。

实验指导

1. 废旧电池有效成分的回收

(1) 金属铜片的回收 将废旧干电池碳棒上的铜帽取下，于平坦处锤平，置于烧杯中，加入一定量的稀硫酸，加热煮沸，滤去溶剂，晾干，可得紫红色的铜片。

(2) 碳棒的回收 取出废旧干电池的碳棒，用水洗去表面的炭粉和 MnO_2 粉末，晾干。

(3) MnO_2 的回收、精制及纯度测定 将废旧干电池中的填充物取出，放入烧杯中弃去纸屑、棉纱等异物。加入适量蒸馏水(每节电池约加50mL水)，再加入稀 HNO_3 促进溶解，充分搅拌数分钟，用细纱布过滤，滤液保留。将滤渣冲洗滤干，放在坩埚中灼热除去有机物和炭粉，待坩埚中不冒白烟时停止加热，坩埚中剩余黑色固体残渣即为粗制的 MnO_2 。

粗制的 MnO_2 中含有一些低价锰和少量其他金属化合物，需要进一步的精致才能得到更纯的 MnO_2 。可用少量稀硝酸及水洗涤、蒸发得到精制 MnO_2 。

MnO_2 可通过测定其熔点(MnO_2 的熔点为 535°C)的方法鉴定其纯度。熔点测定的方法可以参考相关书籍。

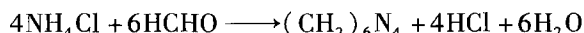
(4) NH_4Cl 的回收 在(3)中，滤液的主要成分为 NH_4Cl 和 ZnCl_2 。二者在不同温度下的溶解度相差悬殊，见表1-2。因此可以通过过滤的方法进行分离，再利用重结晶法制得纯净的氯化铵晶体。

表1-2 NH_4Cl 和 ZnCl_2 的溶解度

温度 $t/^\circ\text{C}$	20	30	40	60	80
$\text{NH}_4\text{Cl}/(\text{g}/100\text{g水})$	37.2	31.4	45.8	65.6	77.3
$\text{ZnCl}_2/(\text{g}/100\text{g水})$	396	437	452	541	614

NH_4Cl 在 100°C 开始显著挥发, 338°C 时升华, 因此应控制适当的温度。

(5) 氯化铵的含量测定 氯化铵与甲醛作用生成六亚甲基四胺和盐酸, 后者用氢氧化钠标准溶液滴定, 以酚酞为指示剂, 到达终点时为红色。反应式为:



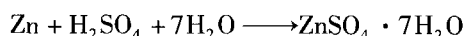
(6) 金属锌的回收及锌粒的制备 将废旧干电池的锌皮收集在一起, 洗刷干净、剪成碎片, 放在坩埚中用酒精喷灯加热至熔化, 弃去液体表面的浮渣, 趁热用小铁勺将坩埚内的锌液一滴一滴地滴入蒸馏水中, 滤去水分, 晾干, 即得锌粒。

2. 回收物的应用

(1) 碳棒可以用作电解食盐水等电解实验的电极。

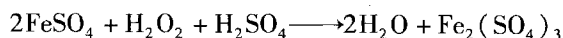
(2) 锌壳可以用来制备 $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 。

将洁净的锌片溶解于适量的硫酸溶液中, 可得 ZnSO_4 溶液。反应式为:

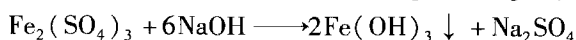
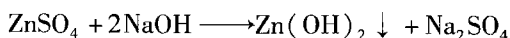


控制温度在 $39 \sim 50^\circ\text{C}$ 之间, 将 ZnSO_4 溶液蒸发掉水分可得 $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 晶体。

在制备 $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 时, 锌片中的杂质也一同溶解到酸性溶液中, 杂质的主要成分是 Fe。为了能得到高品质的产品, 应设法除去溶液中的 Fe 等杂质, 可考虑采用加入 NaOH 溶液生成沉淀、过滤的方式去除。首先需将 Fe^{2+} 氧化为 Fe^{3+} :



用 NaOH 调节溶液到 $\text{pH} = 8$, 使 Zn^{2+} 和 Fe^{3+} 完全沉淀, 反应式为:

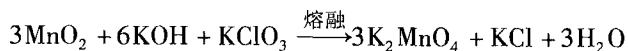


再加入稀硫酸, 控制 $\text{pH} = 4$, 此时 $\text{Zn}(\text{OH})_2$ 溶解而 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 不溶, 即可除去 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 。

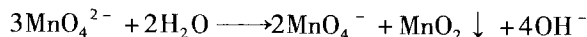
(3) 用 MnO_2 制取 Cl_2 MnO_2 与浓 HCl 在加热条件下可发生如下反应:



(4) 用 MnO_2 制取 KMnO_4 高锰酸钾是深紫色的针状晶体, 是最重要也是最常用的氧化剂之一。将 MnO_2 与碱和氧化剂 (KClO_3) 混合后共熔, 即可得绿色的 K_2MnO_4 :



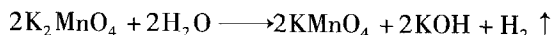
然后将锰酸钾溶于水, 发生歧化反应, 可得 KMnO_4 :



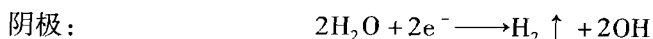
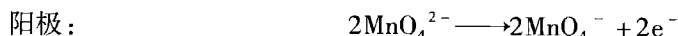
在此溶液中加入酸降低溶液的 pH 值, 可使反应正向进行。常用的方法是通入 CO_2 气体:



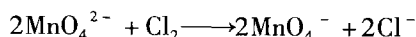
从反应式可见, 用酸化的方法只有 $2/3$ 的 MnO_2 转化为 KMnO_4 , 转化率较低。为了提高转换率, 较好的办法是采用电解 K_2MnO_4 溶液的方法来制备 KMnO_4 :



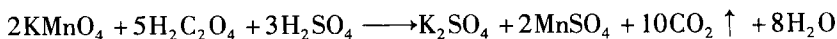
电极反应:



也可在 K_2MnO_4 溶液中直接加氧化剂, 将其氧化成 KMnO_4 :



高锰酸钾的纯度可以用草酸为基准物质，进行氧化还原滴定而得。草酸与高锰酸钾在酸性溶液中发生下列反应：



反应产物 Mn^{2+} 对反应有催化作用，开始反应较慢，随着 Mn^{2+} 增多反应加快。

在利用 MnO_2 制备锰酸钾时，由于反应是在熔融状态进行，因此要用铁棒不断搅拌。并且随着反应的进行，熔融物的黏度逐渐增大，搅拌力度也应加大，在反应快要干涸时，应加快搅拌，使呈颗粒状，以不结成大块粘在坩埚壁上为宜。待反应物干涸后，加大火焰，在仍保持搅拌下强热 4 ~ 8min，即得墨绿色的锰酸钾。

(5) 剖开电池外壳时，小心操作，避免割伤。

(6) 在制备 ZnSO_4 时，会产生氢气，一定要注意通风、防火。

(7) 在制备 Cl_2 的时候，应该逐滴加入浓 HCl 。缓缓加热，使反应慢慢加速，用向上排气法收集。多余的 Cl_2 可用 NaOH 溶液吸收。

实验思考

1. 如何利用熔点来分析物质的纯度？
2. 为什么熔融碱时不用瓷坩埚和玻璃搅拌？
3. 过滤 KMnO_4 溶液为什么不能用滤纸？

参考文献

1. 文建国，常慧，徐勇军，软湘元. 基础化学实验教程[M]. 北京：国防工业出版社，2006
2. 徐云升，陈军，胡海强. 基础化学实验[M]. 广州：华南理工大学出版社，2007
3. 沈丽霞. 废旧干电池的回收与再利用. 辽宁华工[J], 2007, 36(7): 725 ~ 727
4. 黄昌兵，苏冬艳，王华，崔俊华. 我国废旧干电池的处理现状、技术与对策. 河北工程大学学报[J](自然科学版), 2007, 24(2): 45 ~ 49
5. 马莹，孙晓敏. 废旧干电池的回收与综合利用——集绿色、环保、能力训练于一体的综合性化学实验. 吉林农业科技学院学报[J], 2005, 14(4): 38 ~ 39
6. 廖戎，景晓明，马晨，张林，杨鸿均，谢扬名. 废旧锌锰电池的回收利用. 西南民族大学学报[J](自然科学版), 2003, 29(4): 420 ~ 423
7. 廖戎，孙波，乔海啸. 锌锰废电池的处理. 西南民族学院学报[J](自然版), 2002, (4): 504 ~ 507

实验二 无机废弃物的鉴定与提纯

实验目的

- (1) 掌握常见阳离子和阴离子混合液的分离鉴定与提纯方法；
- (2) 练习分离鉴定与提纯化学废弃物质的基本操作技术；
- (3) 培养独立分析问题和解决问题的能力。

实验背景

工业生产、日常生活、科学实验室中常常会产生许多化学废弃物。这些化学废弃物如果随便丢弃，不仅严重污染环境，而且严重浪费资源。因此，对化学废弃物进行鉴定并

分离提纯成为化学纯品加以利用，具有十分重要的意义。

废弃物质的鉴定，通常是依据物质的特殊性质和特征反应，选择适当的试剂和方法，准确观察反应中的明显现象，如颜色的变化、沉淀的生成和溶解、气体的产生和气味、火焰的颜色等，进行判断、推理而得出结论的。

废弃物质的分离提纯，一般先用化学方法对物质进行处理，然后再根据混合物的特点用恰当的分提方法进行分离提纯。

用化学方法除去溶液中的杂质时，要使被分离的物质或离子尽可能除净，需要加入过量的分离试剂。在分步分离过程中，后加的试剂应能够把前面所加入的无关物质或离子除去。

废弃物质的鉴定，除了常规的化学方法以外，还可利用相关的仪器分析来进行鉴定。如红外光谱仪可以用来研究物质的化学结构，确定物质的组成结构；能谱分析可以确定物质的主要组成元素并能进行定量分析；X射线衍射可以确定主要组分的晶体结构。随着科学技术的不断发展以及新仪器的不断涌现，对于未知物的鉴定，仪器分析在鉴定中的作用会越来越重要。

1. 几种重要阳离子的鉴定

(1) H^+ ：能使紫色石蕊试液或橙色的甲基橙试液变为红色。

(2) Na^+ 、 K^+ ：用焰色反应检验，它们的火焰分别呈黄色、浅紫色(用蓝色钴玻片观察)。

(3) Ba^{2+} ：能与稀硫酸或可溶性硫酸盐溶液反应，生成白色 $BaSO_4$ 沉淀，且沉淀不溶于稀硝酸。

(4) Mg^{2+} ：能与 $NaOH$ 溶液反应生成白色 $Mg(OH)_2$ 沉淀，该沉淀能溶于 NH_4Cl 溶液。

(5) Al^{3+} ：能与适量的 $NaOH$ 溶液反应生成白色 $Al(OH)_3$ 絮状沉淀，该沉淀能溶于盐酸或过量的 $NaOH$ 溶液。

(6) Ag^+ ：能与稀盐酸或可溶性盐酸盐反应，生成白色 $AgCl$ 沉淀，该沉淀不溶于稀 HNO_3 ，但溶于氨水，生成 $[Ag(NH_3)_2]^+$ 。

(7) NH_4^+ ：铵盐溶液可与浓 $NaOH$ 溶液反应，加热放出能使湿润的红色石蕊试纸变蓝的有刺激性气味的氨气。

(8) Fe^{2+} ：能与 $NaOH$ 溶液反应，先生成白色 $Fe(OH)_2$ 沉淀，迅速变成灰绿色，最后变成红褐色 $Fe(OH)_3$ 沉淀；亚铁盐的溶液里加入 $KSCN$ 溶液，不显红色，加入少量新制的氯水后，立即显红色。

(9) Fe^{3+} ：能与 $KSCN$ 溶液反应，变成血红色 $Fe(SCN)_3$ 溶液；能与 $NaOH$ 溶液反应，生成红褐色 $Fe(OH)_3$ 沉淀。

(10) Cu^{2+} ：蓝色水溶液(浓的 $CuCl_2$ 溶液显绿色)。能与 $NaOH$ 溶液反应，生成蓝色的 $Cu(OH)_2$ 沉淀，加热后可转变为黑色的 CuO 沉淀； Cu^{2+} 溶液能与 Fe 、 Zn 片等反应，在金属片上生成红色的铜。

2. 几种重要阴离子的鉴定

(1) OH^- ：能使无色酚酞、紫色石蕊、橙色的甲基橙等指示剂分别变为红色、蓝色、黄色。

(2) Cl^- ：能与硝酸银反应，生成白色的 $AgCl$ 沉淀，沉淀不溶于稀硝酸，能溶于氨水生成 $[Ag(NH_3)_2]^+$ 。

(3) Br^- : 能与硝酸银反应, 生成淡黄色 AgBr 沉淀, 沉淀不溶于稀硝酸。

(4) I^- : 能与硝酸银反应, 生成黄色 AgI 沉淀, 沉淀不溶于稀硝酸; 能与氯水反应, 生成 I_2 , 使淀粉溶液变蓝。

(5) SO_4^{2-} : 能与含 Ba^{2+} 的溶液反应, 生成白色 BaSO_4 沉淀, 沉淀不溶于硝酸。

(6) SO_3^{2-} : 浓溶液能与强酸反应, 产生无色有刺激性气味的 SO_2 气体, 该气体能使品红溶液褪色; 能与 BaCl_2 溶液反应, 生成白色 BaSO_3 沉淀, 该沉淀溶于盐酸, 生成无色有刺激性气味的 SO_2 气体。

(7) S^{2-} : 能与 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 溶液反应, 生成黑色的 PbS 沉淀。

(8) CO_3^{2-} : 能与 BaCl_2 溶液反应, 生成白色的 BaCO_3 沉淀, 该沉淀溶于硝酸(或盐酸), 生成无色无味、能使澄清石灰水变浑浊的 CO_2 气体。

(9) HCO_3^- : 煮沸含 HCO_3^- 的盐溶液, 放出无色无味的 CO_2 气体, 该气体能使澄清石灰水变浑浊; 向 HCO_3^- 盐酸溶液里加入稀 MgSO_4 溶液, 无现象, 加热煮沸, 有白色沉淀 MgCO_3 生成, 同时放出 CO_2 气体。

(10) PO_4^{3-} : 含磷酸根的中性溶液, 能与 AgNO_3 反应, 生成黄色 Ag_3PO_4 沉淀, 该沉淀溶于硝酸。

(11) NO_3^- : 浓溶液中加入铜片、浓硫酸后加热, 放出红棕色气体。

3. 常用的分离提纯方法

对于无机物溶液常用下列方法进行分离和提纯。

(1) 生成沉淀法 例如: NaCl 溶液里混有少量的 MgCl_2 杂质, 可加入过量的 NaOH 溶液, 使 Mg^{2+} 转化为 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 沉淀(但引入新的杂质 OH^-), 过滤除去 $\text{Mg}(\text{OH})_2$, 然后加入适量盐酸, 调节 pH 值为中性。

(2) 生成气体法 例如: Na_2SO_4 溶液中混有少量 Na_2CO_3 , 为了不引入新的杂质, 可加入适量的稀 H_2SO_4 , 将 CO_3^{2-} 转化为 CO_2 气体而除去。

(3) 氧化还原法 例如: 在 FeCl_3 溶液里含有少量 FeCl_2 杂质, 可通入适量的 Cl_2 将 FeCl_2 氧化为 FeCl_3 。若在 FeCl_2 溶液里含有少量 FeCl_3 , 可加入适量的铁粉而将其除去。

(4) 正盐和酸式盐相互转化法 例如: 在 Na_2CO_3 固体中含有少量 NaHCO_3 杂质, 可将其固体加热, 使 NaHCO_3 分解生成 Na_2CO_3 , 而除去杂质。若在 NaHCO_3 溶液中混有少量 Na_2CO_3 杂质, 可向溶液里通入足量 CO_2 , 使 Na_2CO_3 转化为 NaHCO_3 。

(5) 利用物质的两性除去杂质 例如: 在 Fe_2O_3 里混有少量的 Al_2O_3 杂质, 可利用 Al_2O_3 是两性氧化物, 能与强碱溶液反应, 往试样里加入足量的 NaOH 溶液, 使其中 Al_2O_3 转化为可溶性 NaAlO_2 , 然后将沉淀过滤并洗涤, 即为纯净的 Fe_2O_3 。

(6) 离子交换法 例如: 用磺化煤(NaR)做阳离子交换剂, 磺化煤(NaR)中的 Na^+ 可与水里的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 进行交换, 从而可除去水中的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 。

实验要求

(1) 熟悉常见的阴、阳离子的基本性质及其分离鉴定方法和提纯方法。

(2) 根据收集到的化学废弃物, 设计对未知废弃物进行鉴定和分离提纯的实验方案(内容要求参见实验一)。

(3) 如果收集不到化学废弃物, 也可以配制如下混合物进行实验: