

ZHIXI·SHI·Y

天津科学技术出版社



中学化学实验

(续编)

中学化学实验

(续 编)

徐祖迁 编

天津科学技术出版社

责任编辑： 黄立民

中学化学实验

(续 编)

徐祖迁 编

天津科学技术出版社出版

天津市赤峰道124号

天津市蓟县印刷厂印刷

新华书店天津发行所发行

开本787×1032毫米 1/32 印张10.75 字数229,000

一九八五年十二月第一版

一九八五年十二月第一次印刷

印数：1-6,000

书号：7212.7 定价：1.65元

目 录

第五章 几种无机物的制取	(1)
一、溴、碘、磷和硫的制取	(1)
二、盐酸、硫酸、硝酸的制取	(8)
三、氨的合成和磷化氢的制取	(18)
四、晶体的制取	(22)
第六章 通用试剂的性质实验	(25)
一、硫酸	(25)
二、硝酸和硝酸盐	(29)
三、卤化氢	(37)
四、钠、镁、铝	(45)
五、氧化剂	(53)
六、指示剂的选择	(60)
第七章 基础知识的实验	(67)
一、气体	(67)
二、物质的溶解性	(70)
三、胶体	(74)
四、化学反应速度	(81)
五、电解质	(90)
六、离子反应	(94)
七、原电池	(98)
第八章 有机化学实验	(104)
一、基本操作	(104)
二、有机物性质实验	(114)

三、有机物制取实验	(143)
四、有机元素分析	(155)
五、应用化学实验	(169)
第九章 趣味化学	(176)
一、化学晚会的组织	(176)
二、趣味化学实验	(178)
三、趣味化学知识	(209)
四、洗相	(217)
 附录一 工业分析	 (230)
附录二 农业分析	(270)
附录三 物质的溶解性	(337)
附录四 冷冻剂	(339)

第五章 几种无机物的制取

一、溴、碘、磷和硫的制取

1. 溴的制取

溴的蒸气对鼻粘膜有强烈刺激作用。因此，制取操作应在通风橱中进行。为防止溴蒸气向空气中扩散造成污染，若采用与制氯相似的装置制溴，则制溴的尾气和制氯气时一样要用碱液吸收。

溴对橡胶有腐蚀作用，所以，制溴的装置最好不用橡胶塞、橡胶管来连接仪器。如图5-1所示，将曲颈甑插入试管

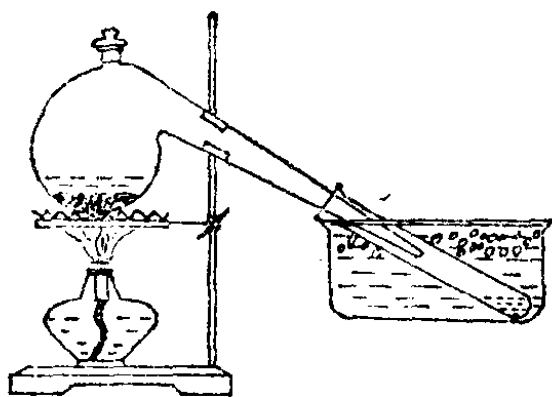


图 5-1

作为主要装置，为使生成的溴冷却，可把试管没入盛有冰水的水槽中。如果没有曲颈甑，也可用蒸馏烧瓶代替。但在仪器对接处，要使玻璃管口紧贴防止溴蒸气与橡胶管作用。因此，实验室制溴装置也可似图5-2所示。

在蒸馏烧瓶(瓶口为磨砂标准口，用磨砂玻璃塞)中盛反应物，收集溴的试管没入盛有冰食盐水的烧杯中，尾气导出管插入氢氧化钠溶液中。

制溴的实验步骤是：在曲颈甑或烧瓶中加入15毫升的浓

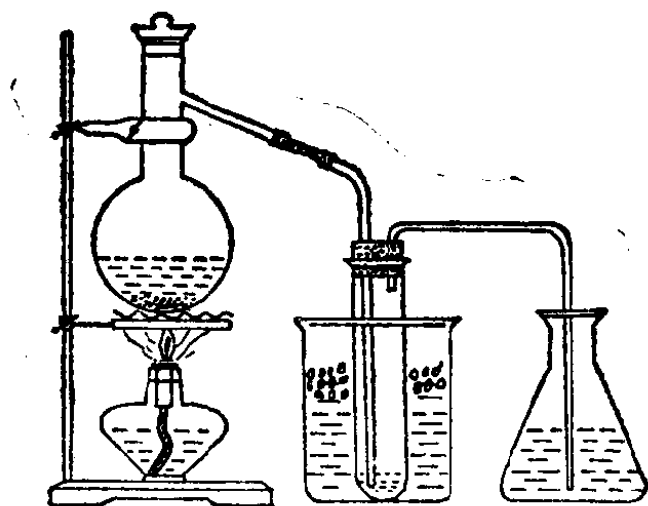
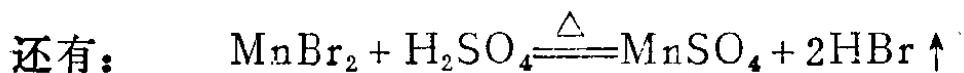
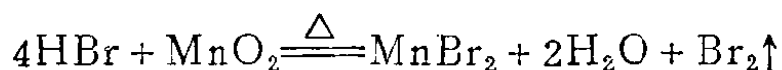
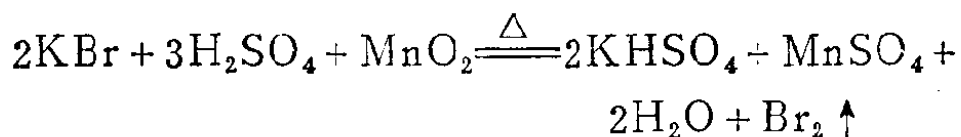


图 5-2

硫酸（98%）、5克溴化钾（或溴化钠）和10克二氧化锰，振荡使其混和均匀后加热。其反应为：



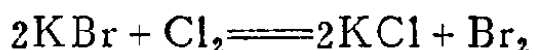
总的反应方程式是



制得的溴素应保存在磨口试剂瓶中，并用石膏封闭（勿用蜡封）。如果实验时不慎吸入溴蒸气，可吸入由等体积酒精和10%氨水组成的混和物蒸气。这种混和蒸气对溴有一定的解毒作用。若溴素不慎滴在皮肤上，必须立即用大量水冲洗，并用稀氨水（或稀纯碱水）润湿皮肤，再用净水冲洗，最后还要以硫代硫酸钠溶液擦拭并用清水洗净。如果伤害严

重必须立即到医院治疗。

制溴的另一方法是：用氯气通入溴化钠溶液中，其装置和图5-2相似，在烧瓶中加入溴化钾的浓溶液，另用一导管通入氯气。反应时无色溶液先变黄色再变为橙色。其方程式为：



由于生成的溴可被氯气再氧化成溴酸，所以氯气不可过量。溶液中生成的单质溴可在加热的条件下吹入空气带出，再将带溴空气在冷凝器中冷凝，使溴成液体与空气分离。

溴水的制取：在一试剂瓶中注入100毫升水和2毫升溴素，密闭振荡放置一天即得常用的浓溴水。

2. 碘的制取

在图5-3装置的试管中加入2克碘化钾、1克二氧化锰，1~2毫升浓硫酸（98%），振荡使其均匀混和后塞上带有长玻璃管的单孔塞，用酒精灯微热。试管内即有紫色蒸气发生，蒸气遇冷凝成紫黑色晶体，附着在试管口或玻璃管内壁。若硫酸中含水较多，由于加热碘在水中溶解度增大，可在试管中看到红棕色或紫色碘水。碘的制取反应方程式为：

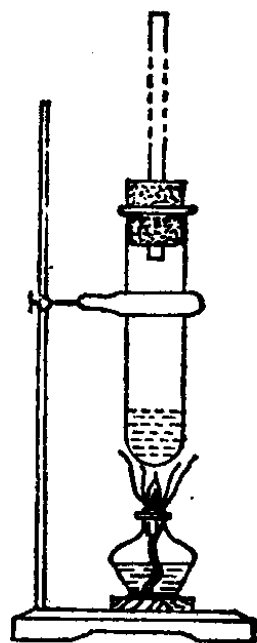
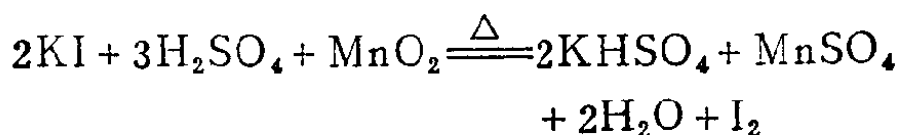


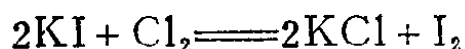
图 5-3



其总反应方程式

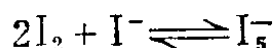
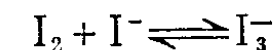


也可以用氯气通入碘化钾浓溶液中来制取碘。用这种方法制取时，排出的尾气中含有大量氯气，应在通风橱中进行，或用碱液吸收尾气。这种制碘的反应为：



制得的碘在容器底部成晶体析出。若要提纯，可把固体碘取出并溶解在有机溶剂（四氯化碳等）中，使碘与杂质分离。再加热溶有碘的有机溶剂，使溶剂蒸发，即可把碘提纯，若用溴代替氯，亦可从碘化物中置换出碘。

碘水的制取：碘难溶于水，不易得到浓碘水。但单质碘能与碘离子形成可溶于水的 I_3^- 、 I_5^- 等络合物，这些络合物在溶液中与单质碘之间存在着一个平衡，所以在多碘络合物的溶液中有碘的单质分子。故多碘络合物的溶液在一般情况下，可作碘水使用。在制碘水时加入一定量的碘化钾，可得所需浓度的碘水

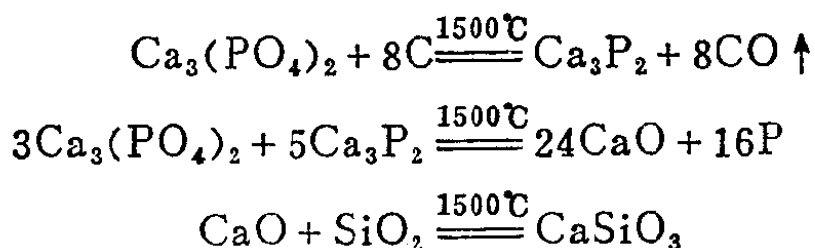


3. 磷的制取

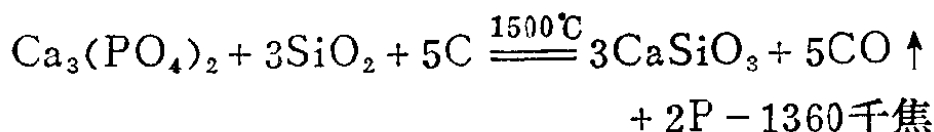
单质磷有多种同素异形体，如白磷、红磷、紫磷、黑磷和无色结晶磷等。但常见的就是白磷（也叫黄磷）和红磷两种。在实验室不做由化合物制取磷单质的实验，只做两种磷的同素异形体之间的转化实验。

工业上磷的制取是：把磷酸钙、焦炭、砂子放入电炉

中，在1500℃条件下反应制得。



总的反应方程式为：



在这条件下磷成蒸气从电炉逸出，用水洗涤冷却后，在贮水器的底部就有磷沉积。这时由于蒸气被迅速冷却，得到的是白磷。

若将白磷溶于二硫化碳以后，用蒸发溶剂的方法，使磷从二硫化碳中析出，可得到美丽的无色晶体磷。

如果将少许红磷放在玻璃管中间，一端封闭。加热盛有红磷的部位（如图5-4），红磷被气化向玻璃管两端扩散，蒸气在两端处被冷却附着在管壁即成白磷（黄白色固体）。为证明红磷已转化成白磷，可进行以下实验：把玻璃管撤离热源，冷却，然后拔开玻璃管一端的塞子，迅速水平移动玻璃管，即见火焰从玻璃管口喷出，甚为奇异，这就是由于空气从管内通过，使白磷氧化而发火燃烧之故。

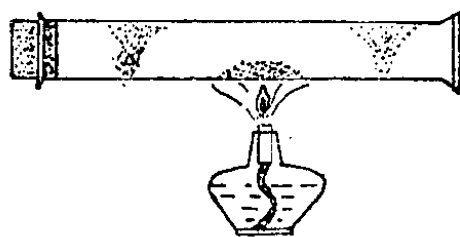


图 5-4

白磷在储存时，逐渐转变成比较稳定的红磷，在光照或有微量碘存在时，可大大加速转化过程。如果在密闭容器

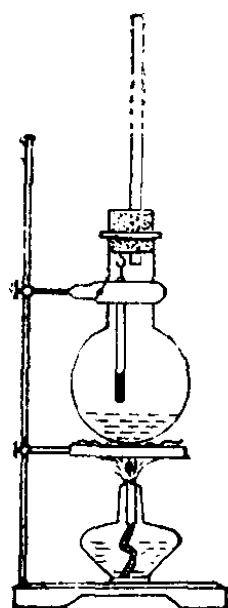


图 5-5

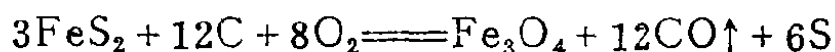
中，在280~340℃加热白磷，也可得到红磷。其步骤是：把干燥的白磷2~3克，置于一端封闭的玻璃管中，并放入少量晶状碘，然后将玻璃管悬置于烧瓶中（如图5-5所示），在烧瓶内盛有沸点为302℃的二苯胺100克。加热烧瓶，二苯胺沸腾的蒸气将玻璃管加热到300℃左右，这时管内白磷即转化成红磷。（烧瓶单孔塞上的长玻璃管起冷凝回流作用，把二苯胺蒸气冷凝后回滴入烧瓶）。

实验室存放红磷的试剂瓶有时有一层水，这是由于磷（尤其是混有少量白磷时）被空气氧化成磷酐，而磷酐有强烈的吸水作用所引起，在使用时只要用滤纸将水吸干或微热把水蒸发即可。

白磷剧毒，0.1克即可使人致死。故使用时要特别小心。若误食少量白磷，需不断服用2%的硫酸铜溶液（5分钟一茶匙）直至呕吐，如果不慎被燃磷烧伤，伤口需用5%硫酸铜溶液浸透的绷带包扎。用这种临时急救处理后，仍需将病人送医院治疗。

4. 硫的制取

工业上制取硫可用天然硫矿或硫化物为原料，根据硫熔点较低的性质，把天然硫矿隔绝空气加热，或用过热蒸气把硫矿加热到140~150℃，使硫熔化与砂、石分离。或者把黄铁矿（FeS₂）与焦炭混合后，通以有限空气，使其在炼硫炉中熔炼，也可得到单质硫，其反应为



硫在实验室很少用其它化合物来制取，然而许多反应可使硫成单质析出；如氢硫酸被空气氧化、硫化氢的不完全燃烧、卤素单质把硫离子置换出来和二氧化硫与硫化氢反应等等。

在实验室进行的实验是各种硫的同素异形体之间的转化。其操作步骤是：在烧瓶中加入25~30克硫黄粉末，和40~50毫升二硫化碳，塞紧塞子振荡，使硫大部分溶解。在通风橱中过滤，滤液盛于蒸发皿中。当二硫化碳缓慢蒸发后，可得正八面体的菱形硫。如果用水浴蒸发可加速结晶，但晶体细小，只能用放大镜才能观察其晶形（注意不要用明火直接加热二硫化碳，以免失火）。

单斜硫在96.5℃以上比较稳定，如果把熔化的硫缓慢冷却也可获得单斜硫。只是单斜硫会渐渐转化为菱形硫。单斜硫制取的实验操作为：将盛有硫黄的坩埚在石棉网上加热使硫熔化（但不能过热，防止硫燃烧）。在加热时，由于熔化的硫塌陷，使硫表面下沉，这时要添加硫黄直至熔化的硫液面低于坩埚边缘1~2厘米，并要注意使熔化的硫黄颜色经常保持淡黄色。如果熔化的硫黄颜色出现棕色，表示熔硫的温度已高于160℃，实验就会失败。为防止坩埚底部温度过高，在加热时要用玻璃棒小心搅动。当坩埚内硫黄全部熔化后，撤去热源使其缓慢冷却。当熔硫表面刚刚出现一层薄皮时，用事先加热的刀尖在薄皮上刺二个小孔，一个

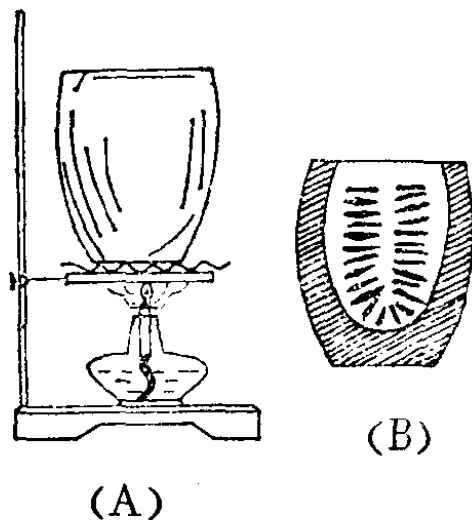


图 5-6

孔作为倒出熔硫的出口，另一个作为空气补入的入口。将尚未凝结的熔硫全部倒入另一只坩埚中，在熔硫倒出时不要转动坩埚。将熔硫倒尽后，用加热的小刀切去表面的薄皮层，即可看到许多凝结在坩埚壁上的，近乎无色的、半透明的、针形单斜硫晶体（如图5-6B所示）。

弹性硫是当熔化的硫（ 230°C 以上）急剧冷却时，在表面硬化的硫中有一部分来不及转化的开链型硫分子，这种物质具有特征性质——弹性。但随着开链分子在室温下转化成环状结构，几十分钟后其“弹性”也就消失。所以说弹性硫不是硫的一种形态，而是硫在特殊条件下的一种性质。它的制

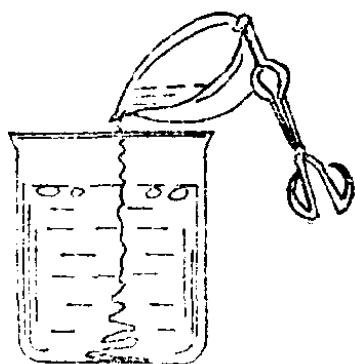


图 5-7

性硫的柔韧性。

取方法是：把硫黄盛在蒸发皿中加热，使其熔化，当熔化的硫黄接近沸腾时，用热坩埚钳尖夹住蒸发皿离开热源。把熔化的硫以细流慢慢的倒入冰水中，由于熔硫在急剧冷却下，即转变成弹性硫，呈软而有柔韧的线条沉积在冰水中。将其取出即可试验弹

二、盐酸、硫酸、硝酸的制取

盐酸、硫酸、硝酸一般在实验室是不制取的，因为市场上大量供应，没有必要象气体那样自己制取。但作为学习、了解三酸的生产原理则实验室制取三酸就是很重要的。本节主要介绍三酸工业生产原理的实验。

1. 盐酸

氯化氢溶于水即成盐酸，由合成法制盐酸主要分二步，

第一步：氯化氢合成；第二步：氯化氢被水吸收。从启普发生器中产生的氢气试纯后，通过盛有浓 H_2SO_4 的洗气瓶再与燃烧管中的氢气导入管B相联，并在燃烧管中点燃氢气。同时将由高锰酸钾和浓盐酸反应产生的氯气亦通过盛有浓 H_2SO_4 的洗气瓶干燥后，均匀的通入燃烧管中的氯气导管A，这时可看到氢气在氯气中燃烧时产生的苍白色火焰。将燃烧管固定在与吸收瓶相联的倒扣漏斗下面，这时吸收瓶开始抽气（水流抽气）。燃烧生成的氯化氢被抽进吸收瓶的下口，和从吸

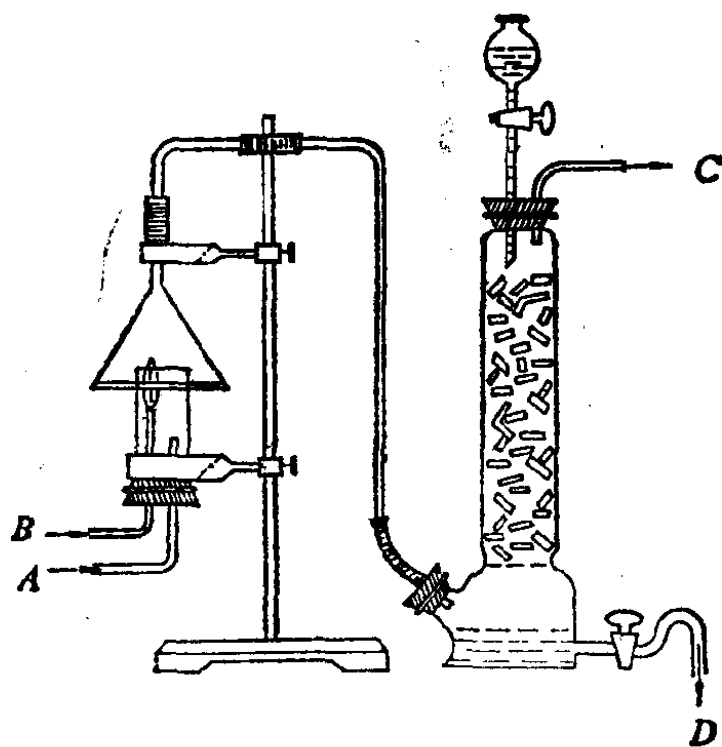
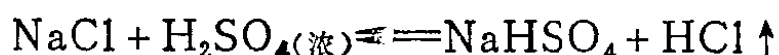


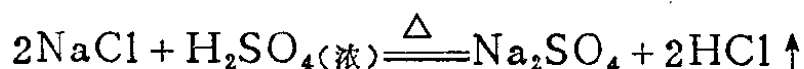
图 5-8

收瓶上流下的水与氯化氢形成逆流。为增加吸收效率，可在吸收瓶中填满小段的玻璃管（或瓷环），由吸收瓶下口经玻璃管上升的氯化氢气体被从上向下经小段玻璃管缝隙下流的水吸收，成为盐酸溶液贮存在吸收瓶的底部，经盐酸导出管D导出。

如果氯化氢的产生由氯化物和浓硫酸反应而来，也可用图5-9装置制取盐酸，在一烧瓶的底部铺一层食盐（或氯化铵），向烧瓶中慢慢滴入浓硫酸（3:2），在常温下即发生：



反应，若在500~600℃时则发生：



反应。把产生的氯化氢通入盛有水的锥形瓶中，氯化氢被水吸收即成盐酸。当导管插入锥形瓶时，导管口不能没入水中，必须在水面上，但也不要远离水面，以便氯化氢能充分被水吸收，同时用以吸收氯化氢的水也就不会经过导管倒流入烧瓶。

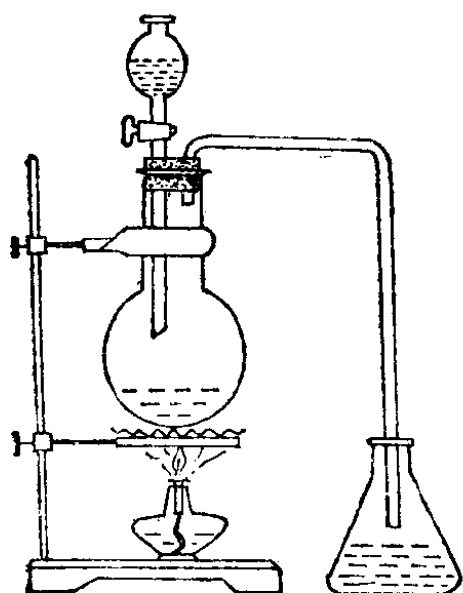


图 5-9

2. 硫酸

工业上硫酸的制取，可以采用接触氧化法和亚硝基法两种，目前亚硝基法已被淘汰，一般都用接触氧化法。也曾用过绿矾（ $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ）加热分解产生三氧化硫再被水吸收制成硫酸。

在实验室，可以模拟工业生产中的接触氧化法来制取硫酸，其实验操作步骤如下图：

在二氧化硫的制取装置中（图5-10(A)-(1)）使亚硫酸钠和硫酸（浓）反应（反应缓慢时可微微加热）产生二氧化硫，二氧化硫通过盛浓硫酸的洗气瓶后，进入三口瓶（三

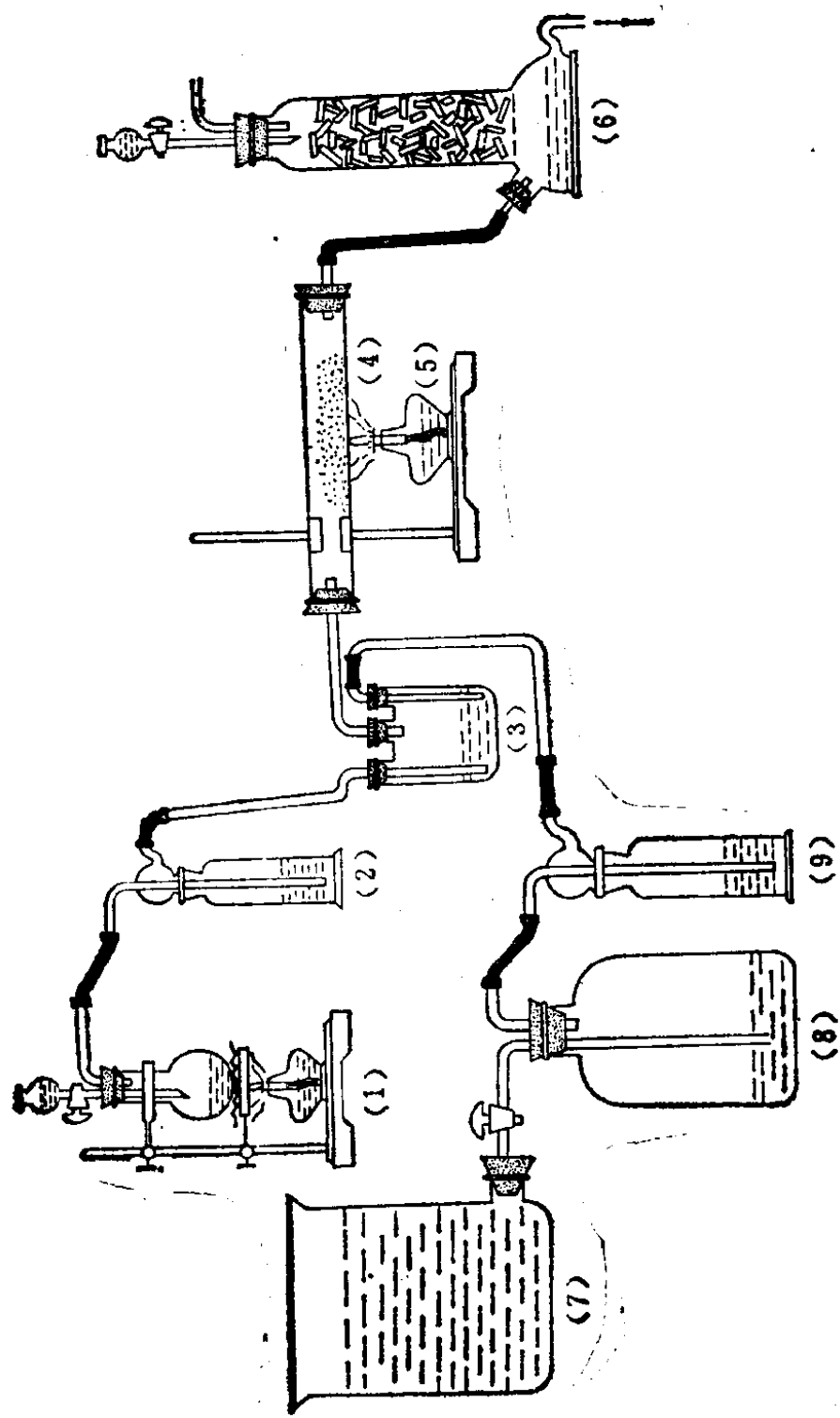
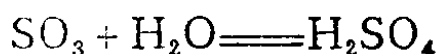
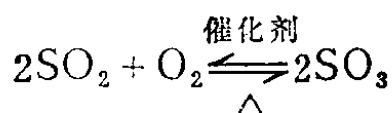


图 5-10 (A)

- (1) 二氧化硫制取装置 (2) (9) 洗气瓶 (3) 三口瓶 (4) 硬质玻璃管 (5) 酒精灯 (6) 吸收瓶
(7) 高位水槽 (8) 氧气储气瓶

口瓶中盛四分之一体积的浓硫酸，对气体再一次进行干燥)。同时，在氧气储气瓶中图5-10(A)-(8)，充入由高位槽流出的水，把氧气压向洗气瓶(9)，氧气在洗气瓶中，经浓硫酸干燥后进入三口瓶，再一次除去水蒸气。这时，氧与二氧化硫在三口瓶的上部混和。混和气体进入已经被加热达400℃以上的，盛有铂催化剂的硬质玻璃管中。在催化剂铂(或五氧化二钒等)的作用下，二氧化硫被氧化生成三氧化硫。生成的三氧化硫被导入吸收瓶的底部，然后缓缓上升，上升时被淋下的水吸收成为硫酸，而存于吸收塔底部。未反应的气体，从吸收瓶上部导管排出。在控制二氧化硫与氧气的流量时，氧气要过量。催化剂铂石棉使用完后，要用蒸馏水洗净，直至无 SO_4^{2-} 反应为止，然后灼烧使其干燥，冷却后，保存在瓶中准备下次再用。

这实验的有关反应为：



工业上为防止酸雾的产生，对三氧化硫的吸收不用水而用浓硫酸，但在实验室为了证明硫酸的生成，则用水吸收较好。

为了使实验更接近实际生产，可选用图5-10(B)的装置，实验步骤如下：在坩埚或蒸发皿A中，盛约5克的硫黄粉，用酒精灯加热，使硫燃烧。硫燃着后，即将酒精灯移至作为接触室的硬质玻璃管下加热，(管的直径为2厘米，长20厘米)，玻璃管中放催化剂 V_2O_5 或 Cr_2O_3 ，催化剂不要