

孔文忠 张英贞 李郁颖 编



化学实验 的尝试与改进

北京师范大学出版社

化学实验的尝试与改进

孔文忠 张英贞 李郁颖

北京师范大学出版社

化学实验的尝试与改进

孔文忠 张英贞 李郁颖

*

北京师范大学出版社出版

新华书店北京发行所发行

展望印刷厂印刷

*

开本：787×1092 1/32 印张：4.5 字数：90千

1984年6月第1版 1984年6月第1次印刷

印数：1—16,500

统一书号：7243·195 定价：0.42元

编写说明

为了帮助中等专业学校学生掌握某些化学实验规律，丰富中学课外活动，进而使学生开扩眼界，提高实验的技能技巧，我们编写了这本实验参考书。

本书是根据我们的教学实践，参考国内外有关资料，并吸取有关专业厂矿的实践经验，在对每一实验进行多方验证的基础上编写的。在内容选材和编写上注意结合中专学校教学和高中化学教材。全书共分两大部分44个专题实验，前部分是结合生产的尝试性系列实验，为中专学生将面向生产实际需要而设计的实验，如金属的表面处理，包括表面清洗，阳极氧化，发蓝、磷化、电镀、废水处理等配合了中专化学课的后续实验，符合新的教学大纲。后部分配合中专和高中化学教学，在其课本的基础上，增加了一些实验的改进和注意事项，这对教师和学生将会有一些经验教训可以吸取。总之，我们力图做到选材新颖，操作简便易行，效果明显，做起来生动有趣。

本书初稿完成后承黄京元老师审校，并提出许多宝贵意见，对此表示衷心感谢。王振声同志、王小慧同志参加部分工作，编写过程中还得到北京洗衣机厂，北京五金电镀厂，北京皮革五金厂，北京铝制品厂，北京塑料钮扣厂等单位大力支持，在此一并致谢。

本书可作为师范院校、中专院校师生，普通中学师生，自学青年学习用书，也可供中专学生和中学生课外活动

参考。

由于我们水平有限，实践经验不足，书中还会有不少缺点和错误，望读者教正。

编 者

1983.6

目 录

第 I 部分 生产性系列实验 (1)

第一组 金属表面清洗 (1)

实验一 化学除油 (1)

实验二 电解除油 (2)

实验三 酸洗除锈 (4)

实验四 电解除锈 (电解腐蚀) (5)

第二组 金属表面的氧化、磷化处理 (7)

实验一 钢铁发蓝 (7)

实验二 钢铁磷化 (9)

实验三 电泳涂漆 (12)

实验四 铝的阳极氧化 (14)

第三组 电镀 (18)

实验一 无氰镀锌——碱性锌酸盐镀锌 (19)

实验二 防护——装饰性镀铬 (21)

实验三 电镀笔——涂镀 (27)

实验四 塑料的电镀 (30)

第四组 电镀废水的处理 (34)

实验一 离子交换法除铬 (34)

实验二 氧化法除含氰废水中的 CN^- (37)

实验三 电解法除 CN^- (39)

第五组 容量分析 (41)

实验一 中和滴定法测定碱洗液的浓度 (41)

实验二 水的硬度测定 (43)

实验三	镀镍电镀液成分的测定	(44)
(一)	NiSO_4 的测定 (络合滴定法)	(44)
(二)	NaCl 含量的测定 (沉淀法)	(45)
(三)	H_3BO_3 含量的测定 (中和法)	(47)
实验四	电镀废水中 CN^- 的测定 (络合法)	(47)
第六组	鉴别	(50)
实验一	几种塑料的简单鉴别	(50)
实验二	用燃烧法鉴别几种常见的合成纤维	(53)

第Ⅱ部分 有改进的中学化学实验

第一组	无机化学实验	(56)
实验一	原电池——盐桥的改进	(56)
实验二	铅蓄电池	(59)
实验三	简易电解实验	(62)
实验四	胶体电泳的改进	(64)
实验五	铝热剂——引燃的改进	(65)
实验六	三氧化二铁的还原——还原剂的改进	(68)
实验七	二氧化硫的催化氧化——装置简单化	(70)
实验八	硫与铁的反应、硫化氢的性质	(73)
实验九	催化剂对化学反应速度的影响	(78)
实验十	接触面积对化学反应速度的影响	(79)
实验十一	影响化学平衡的条件	(80)
实验十二	部分非金属中的一些氧化-还原实验	(84)
第二组	有机化学实验	(89)
实验一	实验室制取甲烷及烷烃的取代反应——药品处理的简化	(89)
实验二	乙烯的实验室制法及不饱和烃的加成反应——制乙烯装置的改进	(93)
实验三	甲烷、乙炔爆炸实验的改进	(96)

实验四	苯的取代反应——卤化、硝化、磺化反应	(99)
实验五	实验室制取溴乙烷及卤代烃的水解和消去 反应	(105)
实验六	各类有机物的氧化反应	(111)
实验七	用硝基苯制苯胺的尝试	(123)
实验八	乙酸乙酯的制取和酯的水解的改进	(124)
实验九	简易制肥皂	(127)
实验十	纤维素的水解——用锯末	(130)
实验十一	介绍试管“石棉绒法”制取某些有机物	(132)

第 I 部分 生产性系列实验

第一组 金属表面清洗

对于金属表面进行涂漆、电镀、表面氧化等处理之前，必须进行表面清洗—除锈和去油。所以，在实际生产中，表面清洗是整个工艺过程的一部分。

通过这一部分实验，对金属表面清洗的原理和主要工艺都会有较实际的了解。

实验一 化学除油

简单原理

化学除油液的主要成分是苛性碱、碳酸钠和磷酸盐。其中苛性碱起皂化作用，和油脂发生皂化反应，生成肥皂和甘油溶于水而被除去。碳酸钠起软化水的作用并维持一定的碱度。磷酸盐起乳化分散和缓蚀的作用。有时为了除去非皂化油（主要指矿物油），还加入乳化剂水玻璃等。此外还有用表面活性剂去油的。

仪器和药品

仪器 工件—可选用直径10mm、长50mm左右的铁管或铁板（10×50mm）、500毫升烧杯、镊子、酒精灯、火柴、玻璃棒。

药品 NaOH晶体、 Na_2CO_3 晶体、 Na_3PO_4 晶体、（以上药

品均用工业品) 热水 (自来水即可)。

实验过程

1. 配碱洗液 有两个配方可供选用:

(1) 按一升溶液计算 含NaOH 40克、 $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 20克、 Na_3PO_4 80克。

(2) 也按一升溶液计算 含 NaOH 50—80克 Na_3PO_4 80—100克。

按照配方和实验时需要的溶液量计算出各种药品的质量, 用热水配制。

2. 在盛碱液的烧杯中放入工件, 不断用玻璃棒搅拌。温度不得低于 80°C , 如果温度太低, 可用酒精灯适当加热, 以提高碱液温度, 加速去油。

3. 处理时间 将油除尽为止, 一般情况下十分钟足够了。

4. 碱洗后的工件用清水清洗。

5. 质量检查 工件表面有一层均匀完整的水膜, 若水膜断裂或有水珠, 表示还有油未除尽, 再放入碱液中重复处理。

实验二 电解除油

简单原理

表面有油污的工件在碱液中, 通电以后, 在阳极产生氧气, 阴极产生氢气。电极上析出的气体一方面冲击和撕剥油膜, 起搅拌作用; 另一方面, 细小气泡从工件表面析出时吸附一层油膜, 使油同金属间的结合力大为减弱, 将油滴带到碱液而除去。

电解除油时工件挂在阳极或是阴极, 需由工件的材料、

性质及要求而定。工件挂在阴极，由于氢气气泡小，数量多，除油效果高，而且不腐蚀工件。但是氢气易进入金属而产生“氢脆”；挂在阳极，虽然没有“氢脆”的问题，但是效率低，而且会腐蚀金属—金属原子失去电子变成离子。本实验将工件挂在阳极。

仪器和药品

仪器 500毫升烧杯、工件（和化学除油相同）、钢板（ $10 \times 50 \text{ mm}$ ）、粗铜丝、细铜丝、热水瓶。

药品 和化学除油相同， NaOH 40克/升、 $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 20克/升、 Na_3PO_4 80克/升。

实验过程

1. 按配方配制碱洗液，碱液量以没过工件为宜。

2. 按图示进行装置，使用学生用稳压电源，电压可稍高，电流强度为 2 A。用烧杯作容器，可以使用 6V，（超过 10V、电源保险管易烧毁）。

3. 碱液温度 80°C 左右，若温度不够高，用酒精灯适当加热。通电后，两极产生大量气泡，处理 5 分钟。

4. 检查去油效果 见“化学除油”，如果未除尽，再处理一次。

注意事项

1. 经过一定时间后，阴极表面会有一层污物复盖表面，妨碍导电，可用刷子刷洗。

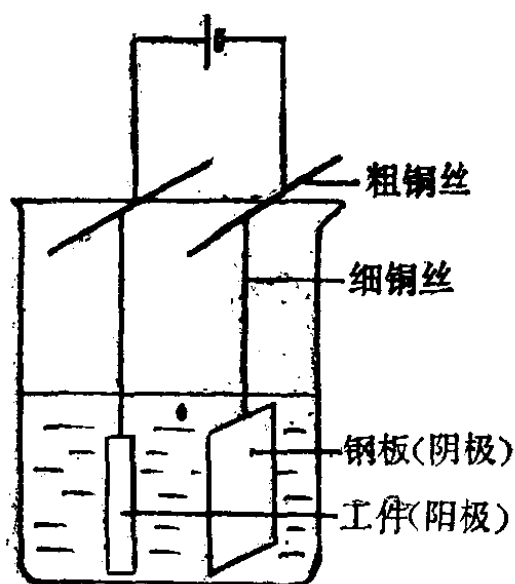


图 I-1 电解除油

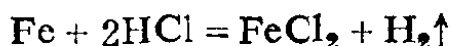
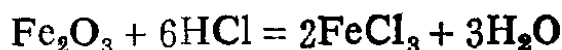
2. 生产上要求电流密度为每平方分米10~15A, 写作 $J = 10 \sim 15 \text{A/dm}^2$

实验三 酸洗除锈

生产上, 工件经过去油处理以后, 还必须经过除锈处理, 目前使用最广泛的是用酸洗除锈。

简单原理

现在一般认为铁锈的主要成分为 $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, 用酸与之反应生成盐而除去锈层。此外, 还利用铁跟酸反应生成的氢气泡的压力把氧化层机械地顶落下来。主要的反应可以表示为:



仪器和药品

仪器 用化学除油的工件 (工件带锈)、500毫升烧杯两个、大试管 (20×200mm) 一个、镊子、试管夹、酒精灯、火柴。

药品 工业盐酸、蒸馏水、化学去油液。

实验过程

1. 两个烧杯中分别倒入半杯蒸馏水和化学去油液备用。
2. 小心地将工件放入大试管中, 慢慢倒入浓盐酸, 使酸液没过工件, 很快有气泡生成, 两分钟以后取出。如果天冷室温低, 可以用酒精灯稍微加热, 反应开始即停火。
3. 停火后将工件取出, 放入盛水的烧杯中漂洗, 可以看到铁锈已经除去。
4. “工序间防锈处理” 工艺上有时进行这一步处理: 用化学去油液浸泡工件, 既中和工件表面的酸, 又可防止再

生锈。

实验四 电解除锈（电解腐蚀）

生产上有时采用电解腐蚀的工艺来除锈。

简单原理

本实验介绍阳极腐蚀，用硫酸作电解液，工件挂在阳极。除了工件表面氧化膜锈层直接跟酸反应外，通直流电后，一方面，阳极产生氧气泡，这气泡起搅拌和剥离锈层的作用；另一方面，工件在阳极还有“电化溶解”——使阳极失去电子变成离子而进入溶液，也促进锈层的脱去。因此，阳极腐蚀的缺点是会腐蚀工件基体，只适于外形简单、对尺寸精度要求不高的工件。

电解除锈一般不用盐酸作电解液，因为这样在阳极会有氯气（ Cl_2 ）放出。

仪器和药品

仪器 学生用直流稳压电源（使用范围：2A, 2—16V）、500毫升烧杯、导线、圆柱形钢件（ $50 \times 500\text{mm}$ ）或用化学去油后的工件、带锈工件、镊子、粗铜丝、细钢丝。

药品 硫酸（比重1.84）、蒸馏水。

实验过程

1. 电解液的参考配方：每升溶液含硫酸200克、以倒入烧杯的电解液能没过工件为宜，配好电解液。注意一定要先倒入水，再缓缓地沿杯壁倒入硫酸！

2. 如图所示进行装置，工件挂在阳极、铁板作阴极。处理两分钟即可。

3. 要求温度为 $20^\circ \sim 60^\circ\text{C}$ 均可。

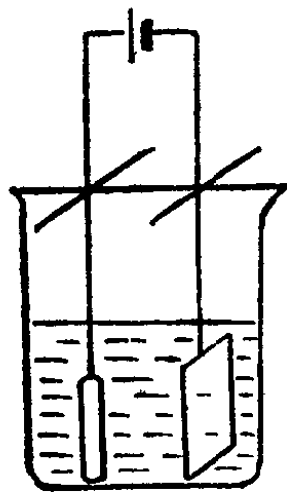


图 1-2 电解除锈

注意事项

1. 如果电解液不需要保留,用自来水配制就可以,不一定用蒸馏水。
2. 处理后,和化学除锈一样,要经过水洗。
3. 生产上要求电流密度 $5-10\text{A}/\text{dm}^2$

补充说明

生产上还有时进行阴极腐蚀的工艺。特别适合于经过热处理后金属表面生成的氧化层膜。进行阴极腐蚀时,依靠阴极产生的大量氢气泡的机械剥离作用,还有氢气对氧化膜的还原作用,以及氧化膜跟酸的反应而去掉金属锈层。但是,易发生“氢脆”(氢气渗入金属表面)。

为了克服单独使用阳极腐蚀和阴极腐蚀的缺点,生产上有时使用交流电进行腐蚀,同时还省去整流装置。

阴极腐蚀的电解液参考配方:

H_2SO_4 (1.84): 40—50克/升、 HCl (工业品): 25—30克/升, NaCl : 20—22克/升、温度 $60-70^\circ\text{C}$ 、阳极用高硅铸铁和铅工件。电流密度 $7-10\text{A}/\text{dm}^2$

第二组 金属表面的氧化、磷化处理

金属表面经过清洗以后，就可以进行一系列处理了。这一部分实验包括了生产上常见的铝阳极氧化、钢铁的发蓝和钢铁磷化三种处理方法。这三种处理方法在教材中均已提及，但是对于学生来说比较生疏。这里的实验可以增加感性知识，而助于对这一部分内容的理解。

电泳涂漆的工艺，在生产上是紧接磷化之后进行的，所以这里还安排了电泳涂漆的实验。

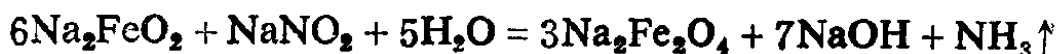
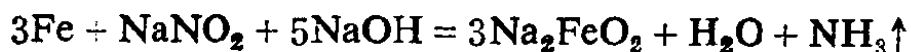
实验一 钢铁发蓝

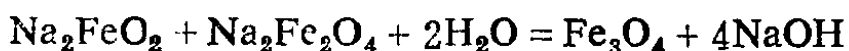
钢铁零件表面进行发蓝处理后，生成一层致密的氧化膜，增加了工件的抗腐蚀能力。发蓝一般呈黑色或深黑蓝色（“发蓝”的名称由此而来）。氧化层光泽美，而且很薄，不影响零件的精密度，加上有较大的弹性和润滑性，又没有“氢脆”的影响，国防工业用作武器零件的防护层，民用生产中弹簧钢、细钢丝及薄钢片零件也常用发蓝处理得到防护层。

简单原理

进行发蓝处理的溶液由氧化剂（一般用亚硝酸钠）和氢氧化钠组成。在一定温度下，铁跟它们反应，生成亚铁酸钠（ Na_2FeO_2 ）和铁酸钠（ $\text{Na}_2\text{Fe}_2\text{O}_4$ ），再由亚铁酸钠跟铁酸钠反应生成四氧化三铁（ Fe_3O_4 ）氧化膜。

主要化学方程式如下：





当氧化膜将金属表面全部复盖后，溶液和钢铁表面隔离，铁的溶解速度和氧化膜生成速度降低，氧化膜缓慢地增厚。

工业生产上工艺过程包括：

化学除油→清洗→酸洗→清水洗→氧化（发蓝）→热水洗→冷水洗→填充处理→水洗→吹干或烘干→机油浸（105—110°C、5—10分钟）→检验

仪器和药品

仪器 铁钉10根、500毫升烧杯八个、镊子、三角架、石棉网、酒精灯、火柴。

药品 NaOH、NaNO₂、Na₃PO₄（均用工业品）、K₂Cr₂O₇、肥皂、工业盐酸、蒸馏水、铁屑。

实验过程

1. 配制溶液（溶液用量以没过工件为标准）

a. 化学去油液：采用第1组实验一所列除油液中氢氧化钠和磷酸钠的配方：NaOH 50—80克/升、Na₃PO₄ 80—100克/升。

b. 酸洗液（除锈）：用工业盐酸，不用稀释。

c. 氧化液：NaOH 600—800克/升、NaNO₂ 100—150克/升。

d. 填充液：一个烧杯中放肥皂液（3—5%），另一个烧杯中放K₂Cr₂O₇（3—5%）溶液。

填充的目的是为了提高氧化膜的抗蚀能力，肥皂和重铬酸钾溶液使氧化膜松孔填充、钝化，最后用机油将松孔填满。

2. 钢铁发蓝实验过程的示意及说明：

化学去油→水洗→酸洗→水洗→氧化→水洗→肥皂→重铬酸钾→

(1) (2) (3) (4) (5) (6) (7) (8)

机油浸

(9)

(1) 化学去油：见第一组实验一的叙述。

(2)、(4)、(6)用自来水清洗即可。

(3) 酸洗去锈：第一组实验三的叙述。

(5) 氧化 为了保证氧化膜的致密、牢固、均匀，根据生产的经验，使用氧化液之前，加入适量的铁屑煮沸，使溶液中有一定量 Fe^{3+} —发蓝的效果好。

投入工件前，必须将氧化液加热，沸腾时的温度要求达到 $135\text{—}140^{\circ}\text{C}$ 。如果温度较低而又相差不甚大，可以根据这样的经验处理：按一升溶液计算，若提高 1°C ，须加 NaOH 10克。投入工件后的处理时间为 $25\text{—}40$ 分钟。

(7) 肥皂填充：要求温度 $80\text{—}90^{\circ}\text{C}$ ，处理 $1\text{—}2$ 分钟。

(8) 重铬酸钾(K_2CrO_7)钝化：要求温度 $90\text{—}95^{\circ}\text{C}$ ，处理10分钟。

最后将工件用机油浸5分钟，温度 $105\text{—}110^{\circ}\text{C}$ 。

3. 发蓝质量的检查：

用酒精擦净发蓝工件表面，滴上 $2\%\text{CuSO}_4$ 溶液数滴，20秒钟之内不出现铜的红色斑点为合格。

注意事项

发蓝液最好现配现用，如果短期保存，一定要密封，否则发蓝液失效。

实验二 钢铁磷化

将钢铁零件放入磷酸盐溶液中浸泡，工件的表面形成一