

基础化学实验

东华大学化学化工学院

基础化学实验编写组

 东华大学 出版社

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验 / 东华大学化工学院编. — 上海: 东华

大学出版社, 2009.12

ISBN 978-7-313-07500-0

I. ①基… II. ①东… III. ①化学实验—高等学校—教材

IV. ①O6-43

中国版本图书馆CIP数据核字(2009)第192400号

责任编辑 竺海娟

封面设计 旭 日

基础化学实验

东华大学化工学院编著

东华大学出版社出版

上海市延安西路 1882 号

邮政编码 200042 电话: (021) 31201552

新华书店上海发行所发行 苏州望电印刷有限公司印刷

2009 年 12 月第 1 版 2009 年 12 月第 1 次印刷

开本 787mm×1092mm 1/16 印张 10.5 字数 240 千字

印数 1000 册

ISBN 978-7-313-07500-0

定价 18.00 元

目 录

前 言	(I)
实验误差分析	(III)

无机化学实验

实验 非金属元素化学	(V)
实验 氯、溴、碘的化合物	(VI)
实验 氧、硫、氮、磷	(VII)
实验 金属元素化学	(VIII)
实验 铁、钴、镍	(IX)
实验 化学反应焓变的测定	(X)
实验 醋酸电离常数的测定	(XI)
实验 硫酸铜的提纯	(XII)
实验 硫酸亚铁铵的制备	(XIII)
实验 磷酸二氢钠与磷酸氢二钠的制备	(XIV)
实验 钴(III) 氨氯化物的制备和性质分析	(XV)
实验 实验练习(电解质在水溶液中的电离平衡)	(XVI)
实验 三草酸合铁(III) 酸钾的制备	(XVII)
实验 电解质在水溶液中的离子平衡	(XVIII)
实验 锡、铅、铋、铊	(XIX)

分析化学实验

实验 酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	(XX)
实验 基准物质浓度的标定	(XXI)
实验 醋酸溶液浓度的测定	(XXII)
实验 盐酸溶液浓度的标定	(XXIII)
实验 碱液中 和 含量的测定	(XXIV)
实验 混合碱的分析	(XXV)
实验 铵盐中氨的测定(甲醛法)	(XXVI)
实验 基准物质标准溶液的配制和标定	(XXVII)
实验 应用 测定水硬度	(XXVIII)
实验 铅、铋混合液中铅和铋的连续测定(络合滴定法)	(XXIX)
实验 高锰酸钾标准溶液的配制和标定	(XXX)

实验 月	摇过氧化氢含量的测定		(原班)
实验 月	摇硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定		(原班)
实验 月	摇铜盐中铜的测定		(原班)
实验 月	摇可溶性硫酸盐中含硫量的测定		(原班)
实验 月	摇电位滴定法测定亚铁盐的含量		(原班)
实验 月	摇水中微量氟离子的测定——离子选择性电极法		(原班)
实验 月	摇电导法分析水质和混合酸的含量		(原班)
实验 月	摇水中微量铁的目视比色测定		(原班)
实验 月	摇邻菲罗啉分光光度法测定铁		(原班)
实验 月	摇混合液中 运和 运浓度的测定 (双组分分光光度分析法)		(原班)
实验 月	摇可溶性硫酸盐总量的离子交换法测定		(原班)
实验 月	摇混合染料的薄层色谱分离和鉴定		(原班)
实验 月	摇无机离子的纸上色谱分离和检出		(原班)
实验 月	摇苯系物的气相色谱分析		(原班)
实验 月	摇气相色谱中 与 曲线的绘制		(原班)
实验 月	摇定量校正因子的测定		(原班)
实验 月	摇邻二甲苯中杂质的气相色谱分析		(原班)
实验 月	摇高效液相色谱柱效能的测定		(原班)
实验 月	摇利用紫外吸收光谱检查物质的纯度		(原班)
实验 月	摇紫外分光光度法测定微量硝酸钾		(原班)

物理化学实验

实验 月	摇恒温技术与粘度		(原班)
实验 月	摇凝固点降低法测分子量 (贝克曼温度计和电子贝克曼温度计使用)		(原班)
	(一) 测定尿素分子量 (二) 测定萘分子量		
实验 月	摇液体的饱和蒸汽压测定 (大气压力计的使用)		(原班)
实验 月	摇电动势测定与应用		(原班)
实验 月	摇电导率法测醋酸电离常数		(原班)
实验 月	摇二元液固平衡相图		(原班)
实验 月	摇二元液系相图 (阿贝折光仪和超级恒温槽原理与使用方法)		(原班)
实验 月	摇最大泡压法测定溶液的表面张力		(原班)
实验 月	摇滴重法测定液体的表面张力		(原班)
实验 月	摇溶液中的等温吸附		(原班)
实验 月	摇色谱法测定无限稀活度系数		(原班)
实验 月	摇过氧化氢催化分解 (一级反应)		(原班)

前摇摇言

化学是一门实验的科学,无论是从化学研究的目的:了解物质的结构、性质及其变化,还是从其应用:制备特种材料,利用化学性质和化学变化为生产和生活服务来讲,脱离了实验都将一无所成。学习化学,除了理论课学习,还须伴随着实践课程——化学实验同时训练。

虽然在中学时代做过一些化学实验,但条件所限,大都还未进行过系统的实践训练。作为基础化学实验,首要的目的在于“基本训练”,让同学们掌握基本技术,为进一步学习后续课程、专业课程打下基础。就像是学习金工课一样,先要掌握的是“车,钳,钐”,学的是技术而不在于做的是什么产品——简单的锤子还是复杂的部件或工艺品。所以不要把“基础实验”与“科研论文”目的混淆了。不能要求刚学步的孩子立刻学“百米赛跑”或“撑杆跳高”;所以不要把实验内容简单地划分为“定性实验”和“定量实验”,或者认为是“验证理论课内容”,重要的是学会“基本技能”。

“定性实验”和“定量实验”对于学习化学都是需要的,也是不可截然分开的。没有定性知识当然谈不上定量。问题是怎样利用这些知识。大家都知道食盐溶于水,这是常识,而且在多数有机物中它不溶解。纺织品的涂层常有一缺陷:不透气,以前有一种采用针打孔使其透气的方法,现在有一种方法就是把食盐做成细粉,均匀分散在有机涂层剂中,涂层后再用水洗去食盐就留下微孔透气了。所以不要误认为定性知识没有用,如果不知道氯化钠溶于水,当然也谈不上讨论它的溶解度是多少。

“传统基础实验”和“近代实验”也各有长处。“传统基础实验”经过多少年的锤炼,是经典的,在教学中已证明对训练同学动手能力是有效的。“近代实验”能体现科学发展的需要,但对设备(从而对实验室经费)要求有较大的投入。在可能条件下,开发一些较新的实验是必须的。在条件不成熟时也只能用多媒体教学“看实验”了。

化学实验和物理实验不同,物理实验仪器可反复使用,平常消耗少,而化学实验药品消耗大。所以同学们应珍惜每次实验机会,从有限的实验中获得较大的收获。

进实验室前应对实验内容作预习,根据实验要求写出预习报告。不能像进中药铺,对着讲义“照方配药”。

在实验中要勤看勤问多动手,一个实验下来,各人收获常不一样。仔细观察每个现象,不懂多问。有的同学三年下来,做论文不会用烘箱,遇到问题不会处理。说老师未讲过,其实,每一次实验都有预先规定的教学任务,不会有哪一个教师专门讲烘箱怎样用,也从未有同学来问过。实验室仪器很多,毕业后还会遇到更多未见过的设备,最简单的方法是看说明书,不懂可以问。

实验结束要认真总结,把实验的结果和结论写在实验报告上。在实验报告中除了有实验目的、实验原理、实验步骤和实验结果或结论外,要逐渐培养起对实验结果分析讨论的习惯,提出自己的见解,为以后写作科研论文打下基础。

科学研究必须老老实实,实事求是,不得弄虚作假。这点也必须从基础实验培养起来,

东华大学开设“无机,分析,有机,物化”四门化学实验课程已有多年的历史,这本基础化学实验教材是在 1957 年以后历年实验讲义基础上组织广大任课教师修改、编写而成的。参加“基础化学实验”改编过程的有:减春颖 [实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验] 赵曙辉 [实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验] 林苗 [实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验] 盛季陶 [实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验] 员实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验;分析化学部分:张露菁 [实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验] 员实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验;颠润南 [实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验] 员实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验;黄芳 [实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验] 员实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验;王琼娥 [实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验] 员实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验;陆兆仁 [实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验] 员实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验;余逸男 [实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验] 员实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验;李国维 [实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验] 员实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验;张凤琴 [实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验] 员实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验;徐永芬 [实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验] 员实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验;程若男 [实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验] 员实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验;刘海雄 [实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验] 员实验 无机实验 无机实验 无机实验 无机实验。在编写和出版工作中得到东华大学出版社和化工学院的大力支持,对此我们表示衷心的感谢。

实验误差分析

由实验获得的数据有时需要进一步处理才能得到需要的结果,正确的处理方法往往对结果的好坏产生很大影响。

实验的结果由于各种原因偏离正确值而产生误差(例如仪器的精度影响,同一个实验值,如在滴定管中的体积读数,各人观察得到的结果也常有差异)。误差可用绝对误差 $\varepsilon_{\text{测}}$ 和相对误差 $\varepsilon_{\text{测}}$ 来表示($\bar{x}$ 表示准确值或真实值):

$$\varepsilon_{\text{测}} = \bar{x} - x_{\text{真}}; \quad \varepsilon_{\text{测}} = \frac{\bar{x} - x_{\text{真}}}{\bar{x}};$$

根据误差的性质又可分为系统误差,偶然误差和过失误差。

(1) 系统误差:它是在同一条件下多次测量同一物理量,由于某种原因,它的绝对误差 $\varepsilon_{\text{测}}$ 大小和正负号始终相同。或在改变条件测量时,测量的误差按一定规律而变化。

它产生的主要原因来自:

(1) 测量仪器本身或实验样品的纯度。

(2) 实验条件控制不合要求,如恒温槽温度调节偏高造成粘度测量偏低。

(3) 操作者习惯性操作偏差。如读数时习惯性偏高。

(4) 实验方法本身,如采用凝固点下降法测分子量常会偏低。

实验人员的重要任务之一就是寻找出系统误差的原因,尽可能将其改正。

(2) 偶然误差:它是在同一条件下多次测量同一物理量,绝对误差 $\varepsilon_{\text{测}}$ 的大小和正负号每次都不一样,随机改变;它的特点是始终围绕着某一数值无规律变化。这种误差总是存在,但可用测量的平均值(在统计上又称数学期望)来估计其真实值。设 $\bar{x}$ 为被测的物理量;则其数学期望定义为:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

式中 n 为测量物理量 x 的次数,所以相对误差又常表示为:

$$\varepsilon_{\text{测}} = \frac{\bar{x} - x_{\text{真}}}{\bar{x}};$$

(3) 过失误差:这是由于操作者失误(操作不当)造成的,例如,仪器已有故障,会出现错误指示值,可操作者不知,仍使用来进行测量,造成误差。(这种情况,误差往往很大,应分析原因重做实验)

误差分析 以凝固点下降法测分子量为例说明 根据凝固点下降公式:

$$\Delta T_f = K_f \cdot m$$

$$m = \frac{w_B}{w_A} \cdot \frac{100}{M_B}$$

$$\Delta T_f = K_f \cdot \frac{w_B}{w_A} \cdot \frac{100}{M_B}$$

會	會	會	會	會	會		會
贈	贈	贈	贈	贈	贈		贈

摇摇拟合直线 贈皂會遭求斜率 皂和截据 遭

因绝对误差有正负,如同打靶,第一次偏左 员米,第二次偏右 员米,虽然两次绝对误差和为零,但命中率不好,所以实验误差分析用方差 杂来表示多点误差情况更合理:

$$杂越\sum_{皂=1}^灶(贈皂原贈乙圆;$$

摇摇此地 贈和 贈汾别为测量值和拟合结果;

$$亦杂越\sum_{皂=1}^灶(贈皂原皂皂原遭圆;$$

摇摇要使方差最小,须有:

$$\frac{\partial 杂}{\partial 皂}越园;\frac{\partial 杂}{\partial 遭}越园;$$

摇摇得联列方程组:

$$\left\{\begin{array}{l}灶遭皂>贈皂>贈乙圆\\遭皂垣皂>皂皂>皂遭圆\end{array}\right.$$

$$皂越\frac{灶\sum_{皂=1}^灶贈皂原\sum_{皂=1}^灶皂\sum_{皂=1}^灶贈}{灶\sum_{皂=1}^灶皂原(\sum_{皂=1}^灶皂)^2}$$

摇摇解得:

$$遭越\frac{\sum_{皂=1}^灶贈\sum_{皂=1}^灶皂原\sum_{皂=1}^灶皂贈\sum_{皂=1}^灶皂}{灶\sum_{皂=1}^灶皂原(\sum_{皂=1}^灶皂)^2}$$

摇摇用计算机计算出 皂和 遭的值来。

曲线拟合要复杂一些,可参考有关计算数学教材,如计算方法或概率论与数理统计类教材。

参考资料:

[园] 冯师颜援误差理论与实验数据处理[北京 科学出版社,员苑苑
[圆] 匀勃勃,刘精忠,张建强,陈刚,李忠,姜平,张福,曹光,陈金,刘殿允,杜宰,王增,覃碧,冉,梁,魏,员,延

无机化学实验

实验 非金属元素化学

实验目的

了解卤素单质和最高、最低及中间氧化值化合物的氧化还原性。

了解某些金属离子的氢氧化物的酸碱性。

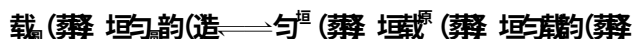
了解某些金属氯化物与水的作用。

实验原理

卤素单质和最高、最低及中间氧化值化合物的氧化还原性

卤素单质的氧化还原性及歧化反应

相等卤素单质与水反应并存在下列平衡：



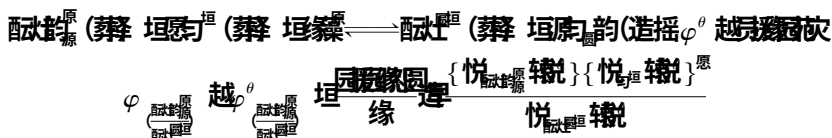
反应物 X_2 表示相等卤素单质,主要表现为氧化性。但在此反应中,既是氧化剂,又是还原剂。类似这样的反应称为歧化反应。上述平衡常数的表达式为

$$K = \frac{[\text{HX}][\text{HOX}]}{[\text{X}_2]}$$

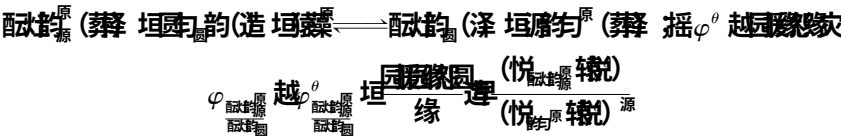
上述歧化反应的进行程度与溶液的 pH 值有关。在溶液中加入酸能抑制卤素单质的歧化反应,加碱则能促进其歧化反应的进行。其中 K_{HClO_2} 为 HClO_2 的酸常数, K_{HClO} 为 HClO 的酸常数, $K_{\text{H}_2\text{O}}$ 为 H_2O 的离子积常数。

最高氧化值化合物的氧化性

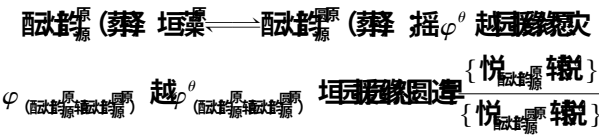
对于同一元素不同氧化值的化合物来说,最高氧化值的化合物只可能有氧化性。例 高锰酸钾,其氧化性随介质酸度的降低而减弱,且在不同介质中其还原产物也有所不同。在酸性介质中, MnO_4^- 能被还原为无色或浅红色的 Mn^{2+} ,其电极反应为



摇摇在中性或碱性介质中,酞^原能被还原为褐色或黄褐色的二氧化锰沉淀,其电极反应为



摇摇在强碱性介质中,酞^原则可被还原为绿色的酞^原,其电极反应为



摇摇(猿)最低氧化值化合物的还原性

摇摇最低氧化值的化合物只有还原性。例如,悦^Ⅱ、月^Ⅱ、陨^Ⅱ其还原性按顺序依次增强。在通常情况下,陨^Ⅱ可将云^Ⅵ还原为云^Ⅲ,而悦^Ⅱ、月^Ⅱ则不能。这可从它们的标准电极电势加以比较:

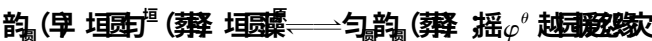


摇摇(源)中间氧化值化合物的氧化还原性

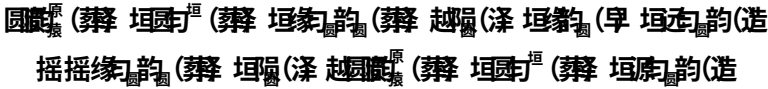
摇摇中间氧化值的化合物既有氧化性又有还原性。例如,匀^Ⅲ既可与相应的低氧化值化合物组成氧化还原电对,作为氧化剂,被还原为匀^Ⅱ或匀^Ⅰ,如:



摇摇又可与相应的高氧化值化合物组成氧化还原电对,作为还原剂,被氧化为匀^Ⅳ,如:



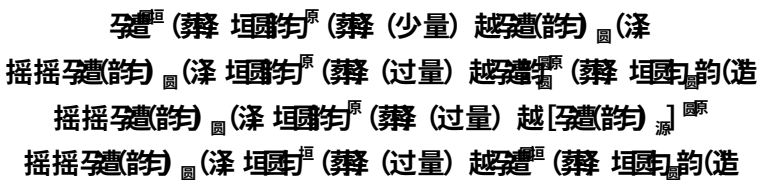
摇摇匀^Ⅲ还能够在同一反应系统中既可作为氧化剂又可作为还原剂。例如,在酞^Ⅵ和丙二酸悦^Ⅲ(悦^Ⅲ)存在下,过氧化氢(作为还原剂)与在酸性介质中的碘酸钾运^Ⅴ(氧化剂)发生氧化还原反应生成单质碘 陨^Ⅱ和溶液中的淀粉形成蓝色配合物。同时,过量的过氧化氢(作为氧化剂)又能将反应生成的单质碘(还原剂)氧化成为碘酸根 陨^Ⅴ离子,使溶液的蓝色消失;当碘酸根离子再次被过氧化氢还原生成单质碘时,溶液又变为蓝色^[注]。反应如此“摇摆”发生,颜色也随之反复变化,直到过氧化氢等物质消耗至一定程度,反应方才结束。主要化学反应式为:



圆某些离子的氢氧化物的酸碱性

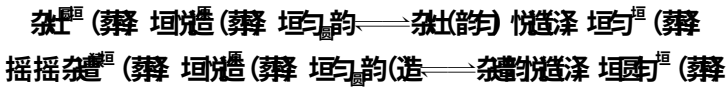
摇摇许多金属离子的氢氧化物虽然难溶于水,但某些离子的氢氧化物能与酸碱反应。根据它们与酸碱反应的不同,习惯上仍可分为酸性、碱性和两性。例如,粤^Ⅲ、悦^Ⅲ、在^Ⅲ、杂^Ⅲ和孕^Ⅲ等的氢氧化物能溶于强酸或强碱中,均为两性氢氧化物。以孕^Ⅲ(孕^Ⅲ)为例,与酸碱反应

的有关化学反应式简单表达如下：



某些金属氯化物与水的作用

除 区的 运 和 等很活泼金属的氯化物外，一般金属氯化物都能与水作用，并使溶液呈酸性。而 区的 和 等的氯化物与水作用能生成溶解度很小的白色碱式盐或氯氧化物。例如：



因此在配制这类化合物的溶液时，必须加入适量的浓盐酸，以抑制其与水的作用，从而防止上述沉淀的析出。

仪器与试剂

数摇器

试管、试管架、试管夹、药匙、滴管、量筒、洗瓶、玻璃棒

试剂

盐酸	匀	浓、纯	摇摇	硫酸	匀	
硝酸	匀					
氢氧化钠	匀		摇摇	氨水	匀	
硝酸银	匀		摇摇	氯化铝	匀	
硫酸铝	匀			硝酸钴	匀	
硫酸铬	匀			硫酸铜	匀	
三氯化铁	匀			硫酸亚铁	匀	
铁氰酸钾	匀			碘化钾	匀	
溴化钾	匀			高锰酸钾	匀	
氯化镁	匀			硫酸锌	匀	
氯化钠	匀			亚硫酸钠	匀	
氯化铵	匀			硫化钠	匀	
硝酸铅	匀			硫酸镍	匀	
氯化亚锡	匀					

摇摇其他 溴水 (饱和) 摇摇碘水 (饱和) 摇摇斐林试纸 摇摇淀粉 (园园象)

过氧化氢 匀韵(豫) 摇摇摇摇摇摇苯 悦匀 摇摇摇摇氯水(饱和)

摇摇“摇摆反应”试液配制：

摇摇试液(I)取本品约0.5g，加水溶解并搅匀，倒入大烧杯中，加水稀释至5ml，并搅匀，贮存于棕色瓶中。

摇摇试液(Ⅱ)称取**磷酸三乙酯**置于烧杯中,加入适量水,加热使其完全溶解。待冷却后,加入**亚甲基蓝**将混合液加水稀释至**100mL**并搅匀,贮存于棕色瓶中。

摇摇试液(Ⅲ)称取 0.5g 可溶性淀粉,置于烧杯中,用少量水调成糊状,加入盛有沸水的烧杯中,然后加入 1.0g 吡啶和 0.5g 丙二酸,不断搅拌使它们全部溶解。冷却后,加水稀释至 100ml,贮存于棕色瓶中。

实验步骤

异氰素单质的氧化还原性及歧化反应

摇摇 (员) 分别往加有少量饱和氯水、溴水和碘水溶液的试管中,各加入数滴强碱稀溶液,观察现象。然后再分别加入强酸稀溶液至过量。观察现象,用离子反应式解释之。

摇摇(圆)分别往含少量饱和氯水、溴水和碘水溶液的试管中,各加人数滴园毫皂堊蘊粵粵的溶液。观察现象,用离子反应式解释之。

图 1 最高、最低及中间氧化值化合物的氧化还原性

摇摇 (员) 高锰酸钾的氧化性摇摇往 园园皂皂 蕴蕴 运运 韵韵 溶液中分别加入等量的 猿猿皂皂 蕴蕴 匀匀 韵韵 溶液或 运运 皂皂 蕴蕴 匀匀 溶液和 匀匀 韵韵 使高锰酸钾溶液在不同介质 (酸性、碱性、中性) 条件下, 分别与少量 园园皂皂 蕴蕴 匀匀 韵韵 溶液作用, 观察有何不同现象发生 (注意碱性条件下 园园皂皂 蕴蕴 匀匀 韵韵 溶液的用量要尽量少, 同时碱溶液用量不宜过少)。写出有关化学反应式。

摇摇 (圆) 卤素离子的还原性摇摇将少量 Fe^{2+} 溶液与 Fe^{3+} 溶液在试管中混匀,能否观察到有反应发生?若能反应,产物是什么?

摇摇再用饱和溴水及 Fe^{2+} 、 Fe^{3+} 、 I^- 、 I_2 溶液等药品,设计并进行一些简单实验,以比较: Fe^{3+} 、 Cl_2 、 Br_2 、 I_2 电对的电极电势大小,并指出它们在所发生的反应中作为氧化剂、还原剂时的相对强弱。

摇摇提示 说月叫隔在水中通常由于浓度较小,而使颜色不易显出,但它们易溶于苯或四氯化碳中。所以可加少量苯或四氯化碳,使卤素单质溶解并浓缩于有机溶剂中(这一方法称为萃取)以显色。

摇摇对于 云³⁵和 云³⁷的鉴别,一般可利用下列反应:

猿^遠 (驛 垣^圓 云^猿 悅^遠) 猿 越^猿 云^猿 悅^遠 (澤
搖搖 搖藍色

实验 氯、溴、碘的化合物

实验目的

通过实验掌握卤化氢还原性的强弱，氯的含氧酸及其盐的性质。

学习挥发性气体的检测方法。

学习试管振荡、离心分离、水浴加热等基本操作。

掌握 Fe^{3+} 、 Fe^{2+} 、 I^{-} 离子的鉴定与分离。

实验原理

卤素单质和卤化氢

氯、溴、碘是周期表中Ⅶ族元素，在化合物中最常见的氧化值为 0，但在一定条件下可生成氧化值为 +1、+3、+5 的化合物。

卤素是氧化剂，它们的氧化性按下列顺序变化：



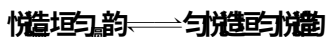
而卤素离子的还原性，按相反顺序变化：



例如： Cl_2 能将浓 HCl 还原到 H_2 ， Br_2 能将浓 HCl 还原为 H_2 ，而 I_2 则不能还原浓 HCl 。

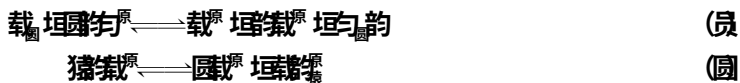
次氯酸盐

氯的水溶液叫做氯水，氯水中存在下列平衡：



当 pH 约 7 时，上述反应向左进行，即次氯酸盐与盐酸作用生成氯气。

当 pH 约 10 时， Cl_2 的歧化反应才能进行。当溶液的 pH 值增大时，平衡向右移动。实际上相当于卤素在碱溶液中发生如下歧化反应：



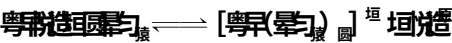
氯气在 pH 约 7 时，只有反应 (1) 进行得很快，在 pH 约 10 时，反应 (2) 才进行得很快。因此将氯

气通入冷的碱溶液中,可使上述平衡向右移动,生成次氯酸盐。次氯酸和次氯酸盐都是强氧化剂。次氯酸盐溶液还具有漂白性,但次氯酸盐的漂白性主要是基于它的氧化性。

次氯酸盐及其它卤化物

次氯酸盐在中性溶液中,没有明显的氧化性,但在酸性介质中能表现出明显的氧化性。所以虽然固体 $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ 是强氧化剂,而 $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ 溶液只有在酸性条件下才有较强的氧化性。而且随着溶液酸度的增强,其氧化性也越来越强。例如 $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ 溶液与 Fe^{2+} 溶液反应时,随着溶液酸性的增强,会将 Fe^{2+} 离子依次氧化为 Fe^{3+} 、 FeO^{2+} 。

次氯酸、 Fe^{2+} 、 Fe^{3+} 离子能和 Mn^{2+} 生成难溶于水的 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ (白色)、 $\text{Mn}(\text{O})$ (淡黄色)、 MnO_2 (黄色) 沉淀,它们都不溶于稀 HNO_3 。 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ 在氨水和 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ 原溶液中,由于生成配离子 $[\text{Mn}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ 而溶解,其反应为:



利用这个性质,可以将 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ 和 $\text{Mn}(\text{O})$ 分离。在分离 $\text{Mn}(\text{O})$ 后的溶液中,加入 HNO_3 酸化,则 $\text{Mn}(\text{OH})_2$ 又重新沉淀,其反应为:



次氯酸和 Fe^{2+} 可以被氯水氧化为 Fe^{3+} 和 FeO^{2+} ,如果用 CCl_4 萃取, Fe^{3+} 在 CCl_4 层中呈橙黄色, FeO^{2+} 在 CCl_4 层中呈紫色,借此可鉴定 Fe^{2+} 和 Fe^{3+} 。

仪器与试剂

主要仪器

试管、离心试管、试管架、恒温水浴、离心机、滴管、煤气灯

主要试剂

固体试剂: $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ 、 Fe^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Mn^{2+} 、 Zn^{2+}

酸: HNO_3 (优级纯,浓)、 HCl (优级纯,浓)、 H_2SO_4 (优级纯,浓)

碱: NaOH (优级纯) 摇 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (优级纯)

盐: $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ (优级纯) 摇 Fe^{2+} (优级纯) 摇 Fe^{3+} (优级纯)

Mn^{2+} (优级纯) 摇 Zn^{2+} (优级纯)

$\text{Mn}(\text{OH})_2$ (优级纯) 摇 CCl_4 (饱和)

其它: 氯水、淀粉溶液、品红溶液、 CCl_4 、试纸、滤纸条