

全国重点大学化学实验教学研究会会员单位

北京教育科学研究院

高中化学

创新
教学设计

第三本

新大纲
新理念
新思维
新模式
新课型
新方法

典库

高中化学实验改进设计（五）

化学工业出版社

目 录

溴化钠(钾)、碘化钠(钾)液液保存方法	(员)
检验 月 ₂ 和 陨的实验	(圆)
变质碘化钾(钠)的再利用	(愿)
废弃卤化银中银、溴、碘的回收	(怨)
碘化钾中碘的去除法	(员)
碘与金属反应实验的改进	(圆)
碘分子运动和存在的实验	(猿)
卤化银感光性的演示实验	(源)
卤素萃取实验废弃物的综合利用	(源)
比较卤素各单质活动性的补充实验	(缘)
卤化物的两个实验现象说明及操作关键	(远)
玻璃蚀刻实验的改进	(苑)
一个有趣的实验	(愿)
还原 反应 \rightarrow 还原反应在实验中妙用	(员)
惰 性 通入 惰 性 溶液有沉淀吗?	(圆)
实验验证硫元素的多种价态	(圆)
硫与氢气化合的实验	(缘)
硫氧化制三氧化硫晶体标本	(圆)

燃烧单质硫实验的改进	(圆)
硫代硫酸钠与硫酸的反应	(圆)
铜在硫蒸气里燃烧实验的改进(一)	(圆)
铜在硫蒸气里燃烧的实验改进(二)	(圆)
硫和铜反应的实验改进	(圆)
硫与铜、铁反应的演示实验	(猿)
铜片(或铜丝)在硫蒸气中燃烧实验	(猿)
铜与硫反应实验的改进(一)	(猿)
铜与硫反应实验的改进(二)	(猿)
硫和铜反应的防污染装置	(猿)
铜丝在硫蒸气中燃烧实验的改进	(猿)
铁与硫反应实验的改进	(猿)
铁和硫反应的实验装置的改进	(猿)
铁粉在硫粉里燃烧	(源)
硫与铁粉反应实验改进	(源)
沉积有硫的试管的洗涤	(源)
去除试管内壁附着硫的方法	(源)
硫垢洗涤法	(源)
硫化氢性质演示实验的改进(一)	(源)
硫化氢性质演示实验的改进(二)	(源)
硫化氢性质演示实验的微型化	(源)
一个臭鸡蛋的实验	(源)
增设硫化氢分解反应实验	(源)
硫化氢受热分解实验的改进	(源)

硫化氢还原性实验改进(一)	(缘)
硫化氢还原性实验改进(二)	(缘)
硫化氢演示实验的设计及反应速度的控制	(缘)
硫化氢燃烧实验的改进	(缘)
硫化氢的氧化物判断	(缘)
匀 _杂 和 匀 _杂 反应生成硫的快速实验	(缘)
全封闭 匀 _杂 和 匀 _杂 反应的装置(一)	(缘)
全封闭 匀 _杂 和 匀 _杂 反应装置(二)	(远)
二氧化硫和硫化氢的反应实验	(远)
硫化氢、二氧化硫的制取和性质的演示实验	(远)
匀 _杂 和 匀 _杂 气体反应实验(一)	(远)
匀 _杂 与 匀 _杂 气体反应实验(二)	(远)
匀 _杂 与 匀 _杂 反应装置的改进	(远)
硫化氢与二氧化硫反应实验的改进(一)	(远)
硫化氢与二氧化硫反应实验的改进(二)	(远)
硫化氢与二氧化硫氧化—还原反应的演示实验装置.....	(远)
硫化氢、二氧化硫的制取和性质的演示实验	(远)
氯水与氢硫酸反应实验的探索	(苑)
氯气与硫化氢反应的学生微型实验设计	(苑)
氯水与氢硫酸反应实验的改进	(苑)
氢硫酸与氯水反应实验的改进	(苑)
氯与硫化氢置换反应实验的改进	(苑)
对 匀 _杂 和 匀 _杂 置换反应的改进	(苑)

实验室新法制取硫化氢	(苑)
硫化氢气体制备的新方法	(苑)
硫化氢气体的收集方法	(苑)
硫化氢气体吸收装置的改进	(苑)
硫化氢的制取及性质实验装置的改进	(苑)
演示制备硫酸的简易方法	(苑)
制取硫酸的简便方法	(苑)
浓硫酸溶解于水的趣味实验	(苑)
接触法制 SO_2 和固态 SO_2 (一)	(苑)
接触法制 SO_2 和固态 SO_2 (二)	(苑)
水加入浓硫酸中发生爆沸现象的演示实验	(苑)
皮肤接触浓硫酸能否先用水冲洗	(苑)
浓硫酸灼伤的急救	(苑)
把水加入浓 H_2SO_4 使水沸腾的实验	(苑)
浓硫酸溶于水放热现象的实验改进	(苑)
浓硫酸吸水性的实验设计(一)	(苑)
浓硫酸吸水性的实验设计(二)	(苑)
浓硫酸吸水性的实验设计(三)	(苑)
浓硫酸吸水性的实验设计(四)	(苑)
浓硫酸吸水性的实验设计(五)	(苑)
浓硫酸吸水性的实验设计(六)	(苑)
浓硫酸脱水性的实验	(苑)
浓硫酸的脱水性和氧化性实验设计(一)	(苑)
浓硫酸的脱水性和氧化性实验设计(二)	(苑)

高中化学实验改进设计 (五)

第五部分

卤化物化学性质实验的改进设计

溴化钠(钾)、碘化钠(钾)溶液保存方法

“用两种化学方法(可用 湿润 溶液、氯水)鉴别 三种溶液”,这是我市连续两年来的一道实验考查题。这里就首先必须处理好 三种溶液的保存问题。如果把这两种溶液存放在棕色瓶里或三种溶液全都放在棕色瓶里再让学生来做实验,则鉴别的前提不一或失去可视性;如果把三种溶液都存放于无色的瓶中(实际中称白瓶,因有近浅白色),则这两种溶液,又易见光变质,并析出单质溴或碘使溶液显色,既然溶液显出不同色来,又何须鉴别呢?溴化钠(钾)、碘化钠(钾)是要避光保存的,尤其是它们的溶液,一般是临时配制使用且要求存放在棕色瓶里。但在实际当中,经常都遇到需要它们在见光条件下存放与使用的问题,若然此问题能解决,对实验工作将有现实意义。

广东省珠海市二中陈少康老师经过反复试验,已得出解决此

问题的一种简便方法，做法是：配制溴化钠（钾）、或碘化钠（钾）溶液时，加入少量 NaOH 或 KOH ，把溶液调至 pH 值为 $8 \sim 9$ 即可，这样便能久存在白瓶中待用。

经本人实验得：以最易见光显色的 AgNO_3 溶液为例，把新制的 AgNO_3 溶液用试管作平行试验，（1）置于阳光下 15 分钟溶液变红棕色；（2）置于无阳光照射的白天自然光中 1 小时溶液变红棕色；（3）当调至 pH 值为 $8 \sim 9$ 时塞紧瓶塞，置于露天处连续在白天晒 1 个月而保持无色。表明加碱能解决该问题。

检验 Fe^{2+} 和 Fe^{3+} 的实验

在现行的中师和中学教科书里，介绍用 KSCN 试剂检验 Fe^{3+} 时，以 FeCl_3 试剂作对比试验，并向生成的沉淀中加入稀硝酸，以白色沉淀是否消失的事实来判断是否含 Fe^{3+} 。然而，当我讲解、演示 Fe^{2+} 和 Fe^{3+} 的检验（即氢溴酸、氢碘酸及其盐的检验）时，按教科书所载的实验方法和步骤：不作对比实验，先向被检验的溶液里滴加几滴 KSCN 溶液，然后再加入少量稀硝酸，以生成不溶于稀硝酸的浅黄色、黄色沉淀的现象，作为 Fe^{2+} 和 Fe^{3+} 的一种检验方案。学生往往要一个接一个地探问：（1）为什么要加入稀硝酸？（2）还有哪些物质遇 KSCN 亦生成黄色沉淀？（3）硝酸试剂的浓度大了行不行？若不行，稀到什么程度才合理？……。

探讨和实验

就学生之询，解答之后，再从基础化学知识阶段上分析出现问题的原因，意识到教材里设计的实验方案在目的性与科学性上存在两点不足：（1）没有作其它反应生成的黄色银盐沉淀溶解于稀硝酸的对比实验。因此就不能阐明该实验方案中使用硝酸试剂的目的性；（2）硝酸试剂的浓度（严格地说，应以硝酸在沉淀混和物中的浓度为准。但采用硝酸试剂的浓度便于分析与研究。下文亦这样处理。）应有确定的数值范围。因为，当增加对比实验

后,若硝酸的浓度太小,就不能把对比实验中本来能够溶解的黄色银盐沉淀(如 Ag_2S) 溶解。那么,就不能正确地鉴别出 AgCl 和 Ag_2S 了;若硝酸试剂的浓度太大,就会把生成的 Ag_2S 沉淀混和物中残存的 Ag_2S 大量地氧化成 Ag_2O 致使沉淀混和物变成其它颜色,干扰了 AgCl 和 Ag_2S 的正确鉴别。

四川江纳师范胥光勇老师就对比物质的选择、 Ag_2S 沉淀的溶解, Ag_2S 沉淀混和物中 AgCl 稳定存在的条件进行了探讨和实验。

对比实验试剂的选择

和 Ag^+ 作用后能够生成黄色银盐沉淀的物质,除了可溶性溴化物、碘化物外,还有可溶性无色磷酸盐、磷酸氢盐、磷酸二氢盐、亚砷酸盐、亚硝酸盐、钨酸盐等物质(参见上海科技出版社《试剂手册》第二版 Ag^+ 项下),它们和 Ag^+ 作用后,分别生成黄色的 Ag_3PO_4 、 Ag_3AsO_4 、 Ag_3PO_3 、 $\text{Ag}_3\text{W}_7\text{O}_{21}$ 的沉淀,因此,作对比试验的试剂可选上述物质之一。考虑到中师和中学教学实际,最好选用磷酸盐。因为中师和中学的化学课本中有磷酸盐的知识内容。加之磷酸盐在自然界中的分布和应用都比其它那几种盐广泛,用它作对比试剂,使检验 AgCl 和 Ag_2S 的实验在科学性和可接受性上不相矛盾。本文拟选用能溶于水的碱金属磷酸盐—— Na_3PO_4 。

Ag_2S 沉淀的溶解

Ag_2S 沉淀在硝酸中溶解,是由于该沉淀溶解平衡 ($\text{Ag}_2\text{S} \rightleftharpoons 2\text{Ag}^+ + \text{S}^{2-}$) 混和物中的 S^{2-} 和硝酸电离出的 H^+ , 结合逐级生成 HS^- 、 H_2S 、 HS^- 的三种弱电解质所致。笔者采用实验手段,以得到使 Ag_2S 溶解所要用硝酸试剂的最低浓度值范围(下限)。操作步骤:在试管中加入 1 毫升 Ag_2S 溶液(浓度值见表一)。然后加入 0.5 毫升的 Na_3PO_4 溶液 1 滴,振荡,再加入稀硝酸(浓度值见表一),逐滴加至 1 毫升,观察沉淀溶解情况。又继续加稀硝酸至 1 毫升以内,再观察沉淀的溶解情况(结果见表一)。注:各种试剂的纯度均为化学纯以上,下文亦同。

表一 碘化汞沉淀的生成和溶解情况的实验记录

碘化汞溶液的 摩尔浓度 毫升	加入碘化汞溶液 后的现象	加入硝酸的摩 尔浓度 毫升	加硝酸从 1 滴至	续加至 1 毫升
			1 毫升	
0.01	黄色沉淀	0.01	不溶	微溶
		0.02	溶解	溶解
		0.03	溶解	溶解
0.02	黄色沉淀	0.01	不溶	不溶
		0.02	不溶	不溶
		0.03	溶解	溶解
0.03	黄色沉淀	0.01	不溶	不溶
		0.02	不溶	溶解
		0.03	溶解	溶解
0.04	黄色沉淀	0.01	不溶	不溶
		0.02	不溶	溶解
		0.03	溶解	溶解
0.05	黄色沉淀	0.01	不溶	不溶
		0.02	不溶	溶解
		0.03	溶解	溶解
0.06	黄色沉淀	0.01	不溶	溶解
		0.02	不溶	溶解
		0.03	溶解	溶解

碘化汞沉淀混和物中碘稳定存在的条件在可溶性碘化物（本文选用碘化汞溶液中加入少量碘化汞溶液后，生成了黄色的碘化汞沉淀。

由于沉淀的溶解平衡，在混和物中还存在一定量的碘。根据电极电位可知，当加入硝酸试剂的浓度达到一定值时，就会起副反应——硝酸把碘氧化成单质碘（还断会继续被氧化），依生成的碘的量使混和物变成棕色（碘溶于水的颜色）、深棕色（大量的碘溶于水及碘的颜色）、褐色（析出的单质碘、碘水及碘化汞的混和色）、黑色（析出大量固体碘的颜色）以及其它中间色。下面通过实验方法确定不同浓度不同体积的硝酸试剂氧化残存碘的情况，以得出碘能稳定存在时硝酸试剂的最大浓度范围（上限）。操作步骤：在试管中加入 1 毫升碘化汞溶液（浓度见表二），然后加入 0.01 毫升碘化汞溶液 1 滴，振荡后加入硝酸（浓度见表二），边振荡边滴加至 1 毫升以内，观察现象，又继续加硝酸到 1 毫升，再观察现象

(结果见表二)。

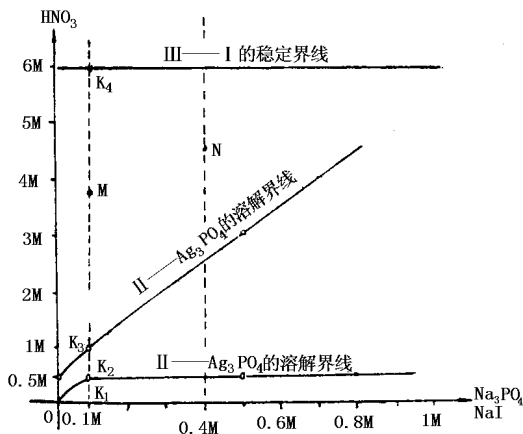
表二 零陵沉淀混和物中 零陵被氧化变的实验记录

零陵溶液的摩尔浓度	加零陵的溶液后的现象	加硝酸的摩尔浓度	加硝酸从 零陵滴至 零陵毫升	续加至 零陵毫升
			现象	
零陵	黄色沉淀	远	不变颜色	不变颜色
		苑	不变颜色	久置后变棕黄
		愿	基本不变色	变棕红色
		愿	略变棕黄	变成棕红
零陵	黄色沉淀	远	不变颜色	不变颜色
		苑	不变颜色	略变黄色
		愿	略变棕黄	变棕红、变褐
		愿	变棕红色	变成褐色
零陵	黄色沉淀	远	不变颜色	不变颜色
		苑	基本不变色	略变棕黄
		愿	变棕红色	变成黑色
零陵	黄色沉淀	远	不变颜色	不变颜色
		愿	基本不变色	基本不变色
		愿	变棕红色	变成黑色
零陵	黄色沉淀	远	不变颜色	不变颜色
		愿	略变棕黄	略变棕黄
		愿	变棕黄色	变深棕红、变黑、冒气

操作图 and 解析

如图 零陵 所示,以 零陵 的或 零陵 的浓度为横坐标,硝酸和浓度

为纵坐标建立坐标系。根据表一列出的某些数据，第一步，作界



图员

线限即在适量酸下(以员毫升硝酸为准)粤早孕的溶解界线。也是硝酸的浓度下限。描绘法:以表一中所列出粤早孕的浓度值为横坐标,在粤早孕溶解时所使用硝酸试剂的最低浓度值为纵坐标,所对应的各点描绘而成。第二步,作界线II,即在过量酸下(以猿毫升硝酸为准),粤早孕的溶解界线。也是硝酸的另一条浓度下限,描绘法同前。第三步,作界线III,即是粤早孕沉淀混和物中陨的稳定界线,也是硝酸的浓度上限,描绘法:以表二中粤早孕的浓度值为横坐标,当陨不被氧化变色时硝酸试剂的最低浓度为纵坐标,所对应的各点描绘而成。

按照图员并参照表一和表二,在界线I、III和纵轴所围成的区域内任意一点的坐标,都给出了磷酸盐、粤早孕试剂的浓度值和硝酸试剂的浓度值的对应范围。

例如图员中的酝点。过酝点作横轴的垂线,该垂线与横轴和界线I、II、III分别相交于运、运、运、运四点,再量出各点的纵坐标数值,便可得出:当粤早孕试剂的浓度为园员自键值(由运的横坐标得出),粤早孕的浓度在员自键值内,硝酸试剂的浓度在员一

远 $\times 10^{-3}$ 之间(由运、运_源之纵坐标得出),按照常规试剂用量作实验,就能得到正确的结果。若硝酸试剂的用量稍多(如达到猿毫升),则其浓度范围可拓宽到园缘—远 $\times 10^{-3}$ (由运、运_源之纵坐标得出)。如果取硝酸试剂浓度的中间值猿缘 $\times 10^{-3}$ 左右,那么,即使待测月_源、陨及磷酸盐的浓度偏大,硝酸试剂的用量稍多或稍少,都能得到可靠的实验结果(即粤_源的沉淀溶解、残存的陨不被氧化)。又如图员中的晕点,过晕点作横轴的垂线,得出四个交点,就求得当晕_源的浓度为园缘 $\times 10^{-3}$ 时(晕_源浓度在员 $\times 10^{-3}$ 以内),使用硝酸试剂的浓度在园缘—远 $\times 10^{-3}$ (硝酸过量时为园缘—远 $\times 10^{-3}$)范围内,亦会得到正确的结果。

缘按另一方法作月_源和陨的检验实验:

①在已盛猿毫升园缘的粤_源溶液的试管中加入园缘 $\times 10^{-3}$ 的晕_源溶液源滴,再加入园缘 $\times 10^{-3}$ 稀硝酸不足员毫升,结果沉淀亦要溶解。②在盛有猿毫升园缘粤_源溶液的试管中加入几滴晕_源溶液(浓、稀均可),再加入稀硝酸或浓硝酸至过量,均不能改变沉淀混和物的颜色。这二实验说明:按此法作月_源、陨的检验,对硝酸试剂的浓度可不作限制。但是,粤_源的价格贵,一般不采用此法。另外,通过这一实验结果还说明了向同体积、同浓度的晕_源(或晕_源溶液中加入粤_源的量不同(影响残存孕_源或陨的量),再加入硝酸试剂后沉淀的溶解或陨的氧化情况就不同了。

结论

检验月_源和陨的实验,应作两点改进:①增加对比实验——可溶性磷酸盐与粤_源的反应。②硝酸试剂的浓度大小应有确定的范围。因为,若浓度过大,会把残存的陨氧化至溶液变色,若浓度过小,就不能把对比实验所生成的粤_源的沉淀溶解。

根据对图员中酝点和晕的分析,说明硝酸试剂的浓度范围由晕_源和晕_源的浓度值确定(从图员中得出),一般来说,硝酸试剂浓度最好控制在源 $\times 10^{-3}$ 左右。在这条件下,即使晕_源、晕_源的

浓度偏高（在常温下 I_2 的饱和溶液的浓度约为 0.001 mol/L ），都能得到正确的实验结果。

变质碘化钾（钠）的再利用

碘化钾和碘化钠是一类较为昂贵的化学试剂，若此类药品封存不严或贮放过久，则其中的 I^- 离子易被氧化成单质的碘而变质（呈黄色），常不能使用。浙江平湖师范汪建群老师多次试验表明，将上述药品经简便快速的“洗涤”处理（约 5 分钟），除去混入的碘，可得到较为纯净的碘化钾（钠）。方法是：将上述的药品倒入一洁净的烧杯中，若已潮解的，须先将其中的黄色溶液倒入废液缸，再把留下的固体药品置于烧杯里，然后加入蒸馏水（其量约为固体药品体积的 10 倍），用干净的玻棒稍搅拌（搅匀），待晶体颗粒沉入杯底后，倾出上层黄色溶液；若留下的固体药品没转变为白色，再加入少量蒸馏水（是固体药品体积的 10 倍），重作上述操作，直到它变为白色为止。最好滤净杯内的黄色混合溶液，留下的固体就可用于实验（如氯水、溴水与 I^- 溶液的置换反应）。

试验结果表明：只要控制加水的量和洗涤时间，经两次洗涤，变质药品就可转变为白色晶体，全过程约 10 分钟，其量约为洗涤前的一半可再利用。

此法可行的原因是：碘在碘化钾（钠）溶液中的溶解度增大，故通过两次或两次以上的溶解，能把它从混合溶液中（绝大部分）一同除去；而碘化钾（钠）留在水里的时间短暂（约为 10 分钟），故只能部分的溶解（注意加入的水量！），从而变质药品通过“清洗”除去已溶的碘化钾（钠）和其中的碘，仍将能得到约一半的较为纯净的碘化钾（钠）晶体，用于实验。

废弃卤化银中银、溴、碘的回收

中学化学实验，每年都生成一定量的 AgNO_3 、 Hg_2^{2+} 、 I^- (以下简称 AgNO_3)，通常视为废弃物倒入自然界。如果将它们收集起来，不仅可以回收贵重的银、溴和碘，而且不污染环境，关于从 AgNO_3 回收银，已有文献介绍。至于从 AgNO_3 、 Hg_2^{2+} 回收银和溴碘，则未见到报道。对这个问题，湖北鄂州高级中学潘明先、熊全安老师反复地进行试验，筛选出了一种很满意的方法。现将有关内容扼要予以介绍。

银的回收

(1) 往含 AgNO_3 的废液里滴入饱和 Na_2S 溶液，直到无白色沉淀生成为止，静置。

(2) 倾弃上层清液，用自来水将 Ag_2S 洗涤 (倾泻法) 干净。

(3) 在 Ag_2S 烧杯中放入 1.0 克 Ag_2S 和 1.0 克铝片 (可用易拉罐，擦去表面涂料，剪成约 1.0 厘米长条，对折两次)，加入 1.0 毫升稀盐酸 (1.0 克)，加热至剧烈反应时 (约 1.0 分钟) 为止 (反应放出的热量能使反应继续剧烈进行)，用玻棒搅拌，并将上浮的铝片压入 Ag_2S 层中，直至 Ag_2S 全部被还原成蓬松状暗灰色银粉：

$\text{Ag}_2\text{S} + \text{Al} \rightarrow \text{Ag} + \text{Al}_2\text{S}_3$ [匀]

$\text{AgNO}_3 + \text{Al} \rightarrow \text{Ag} + \text{Al}(\text{NO}_3)_3$

拣出未反应完的铝片，倾泻出溶液 (含 H^+ 、 I^- ，回收溴碘用)，银粉先用自来水洗涤 3 次，然后用蒸馏水洗至无 Cl^- 为止。将银粉熔化即得白银。

溴和碘的回收

(1) 往含 H^+ 、 I^- 的溶液内逐滴滴入酸性 KMnO_4 溶液 (1.0 毫升 KMnO_4 溶与浓 H_2SO_4 按体积比 1:1 混合而成)，边滴边搅拌 (溶液由无色 \rightarrow 红褐色 \rightarrow 褐色) 直至析出大量紫黑色固体碘为止：

$2\text{I}^- + \text{H}_2\text{O} + \text{MnO}_4^- \rightarrow \text{I}_2 + \text{Mn}^{2+} + 4\text{OH}^-$

静置几分钟，往表层清液中再滴入几滴酸性 KMnO_4 溶液，如无紫黑色固体碘析出，说明溶液内 I^- 已完全被氧化 (否则，应酌

钾价格昂贵，化学纯的碘化钾试剂，每缘园克就约值一百多元。在当前学校经费较紧的情况下，为了节约经费，江西省南昌县向塘中学谢生恢、杨江胜老师把部分被氧化成碘的碘化钾，经过处理，把其中的碘除去，使之仍可继续用于实验，具体作法如下：

● 除去碘化钾溶液中的碘

若碘化钾潮解或配成的溶液被氧化成黄色，则把溶液倒在烧杯中加热，然后用滴管吸取配制的草酸钾较浓溶液，慢慢滴入，边滴边用玻棒搅拌，待溶液黄色恰巧消失为止。取出一点用淀粉溶液检验，不显蓝色，即证明碘化钾中的碘已完全被还原。

隔垣运悦韵 \triangle 圆园员圆园缘韵 \uparrow

此溶液用于中学教学实验，效果十分满意。

● 除去固体碘化钾中的碘

若碘化钾是固体没有潮解，但又部分被氧化成黄色，我们则把它放在蒸发皿中加热，防止飞溅，不断用玻棒搅拌，直至其中的碘全部赶跑，黄色消失，此时取出其中少量固体配成溶液，用淀粉溶液检验，不显蓝色，证明无游离态的碘存在，则加热停止。（此去碘的操作，应在通风橱中或空气流通处进行）。待冷却后，取出装瓶，密封贮存。用于实验，效果良好。

碘与金属反应实验的改进

用镁条在水中沾一下，（使其沾上碘粉），再去蘸碘粉，从酒精灯火焰下方伸入内焰，使其加热，反复一两次，就可以看到白色的碘化镁。再用少量水溶解，得到无色溶液。滴入员原圆滴硝酸银溶液，立即有黄色沉淀生成。