

湖南科技学院

课程思政教案

2019~2020 学年

课 程 名 称	无机化学实验
系 (院 、 部)	化学与生物工程学院
教研室(实验室)	化学教研室
授 课 班 级	2019 级化学本科 1、2 班
主 讲 教 师	刘 芳
职 称	教 授

湖南科技学院教务处制

二 0 一 九 年 九 月

实验一、实验安全与伦理（危化品管理部分）

【导入】：天津港爆炸事件 → 危化品的安全管理 → 三废处理 → 实验安全与伦理

一、教学目的

- 1、了解化学实验室的安全防火知识。
- 2、熟悉化学实验室规则和要求。
- 3、初步掌握危化品的分类管理原则。
- 4、树立专业伦理的意识。

二、讲授内容

1、化学实验室安全守则。

(1) 不要用湿的手.物接触电源。水、电.煤气一经使用完毕,就立即关闭水龙头、开关、电闸。点燃的火柴用后立即熄灭,不得乱扔。

(2) 严禁在实验室内饮食吸烟,或把食具带进实验室。实验完毕,必须洗净双手。

(3) 绝对不允许随意混合各种化学药品,以免发生意外事故。

(4) 白磷等暴露在空气中易燃烧。所以钾.钠应保存在煤油中,白磷则可保存在水中,取用它们时要用镊子。

(5) 不纯的氢气遇火易爆炸,操作时必须严禁接近明火。在点燃前,必须先检查并确保纯度。

(6) 应配备必要的防护眼镜。

倾注药剂或加热液体时,不要俯视容器,以防溅出。尤其是浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿使其溅在皮肤或衣服上,眼睛更应注意防护。稀释它们时(特别是浓硫酸),应将它们慢慢倒入水中,而不能相反进行,以避免迸溅。试管加热时,切记不要使试管口向着自己或别人。

(7) 不要俯向容器去嗅放出的气味。面部应离远容器,用手把离开容器的气流慢慢地煽向自己的鼻孔

(8) 有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、贡的化合物、特别是氰化物)不得进入口内或接触伤口。剩余的废液也不能随便倒入下水道。

(9) 未经许可,绝不允许将几种试剂或药品随意研磨或混合,以免发生爆炸、灼伤等意外事故。

(10) 实验室所有的药品不得携出室外。用剩的有毒药品 应交还给教师。

(11) 凡有危险性的实验，指导教师应事先讲明操作规程，安全事项，再进行实验，不得随便让实验人员操作。

(12) 严禁在实验室中乱损电线，应经常检查维护线路及通风，防火设备。

(13) 实验结束后，值日人员须关闭电源、水源、气源及门窗，待指导老师对实验室再次进行安全检查合格后，方能离开。

凡违反安全规定而造成事故，应追究当事人的责任，情节严重者，将严肃处理。

2、学生实验守则。

(1) 实验前认真预习实验教材和实验指导书。明确实验目的、实验原理、实验内容和基本操作要求。

(2) 进行实验时，严格遵守操作规程，正确使用仪器设备，仔细观察实验现象。

(3) 根据实验要求，实事求是地记录实验现象和所得数据。

(4) 实验中应严格遵守纪律，认真操作，不得擅自离开实验室和实验台，不得喧闹，合理安排时间按时做完实验。

(5) 听从教师指导，遵守实验室安全规则，如发生意外事故应立即报告指导教师处理。

(6) 节约水电和耗材，严格药品用量，爱护实验室设备和器材。不得将实验室仪器设备和材料带出实验室。

(7) 保持实验室整洁，实验时桌面、地面、水槽仪器干净。实验完毕，清洗器皿，整理仪器，清点器材，打扫卫生，切断水电，关好门窗，经指导教师检查后，方可离去。

(8) 根据要求，认真书写实验报告，并按时交教师批阅。

(9) 讲究精神文明，注意仪表端庄，严禁穿背心、拖鞋、裤衩进入实验室。

(10) 损坏仪器设备和器材者，将按规定赔偿损失并给予批评教育，发生重大事故者，要按规定进行严肃处理。

3、仪器设备丢失、损坏赔偿办法

按 湖南科技学院的相关制度执行。

4、实验事故的处理。

(1) 割伤：清理伤口玻璃碎片，消毒，止血，包扎。

(2) 着火：熄灭附近所有火源，切断电器，干沙、石棉布、灭火器灭火。

灭火器种类

灭火器种类	使用	限制范围	成分
二氧化碳灭火器	适用于油脂、电器及其它较贵重的仪器。	1.火药等自己能供氧的化学药品 2.活泼金属及其氢化物 3.能自燃分解的化学物品火灾 4.纤维物内部的阴燃火灾	(1)碳酸氢钠+盐酸 (2)液体 CO ₂
干粉灭火器	一般固体火灾 1、可燃液体 2、可燃气体 3、带电设备	1.过氧化物等 释放或提供氧源的化合物 2.钾、钠等 活泼金属 3.一般固体物质的深层火或者阴燃火 4.精密仪器或设备	干粉灭火剂(MF)的主要成分是碳酸氢钠和少量的防潮剂(硬脂酸镁)及润滑剂(滑石粉)等。 反应方程式如下: $2\text{NaHCO}_3 = \text{CO}_2 \uparrow + \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O}$
四氯化碳灭火器	油类、电气设备、仪表仪器、图书档案、工艺品等	1.火药等能自己迅速氧化的物质 2.活泼金属 3.金属氢化物 4.能自行分解的化学物质, 如某些过氧化物 5.能自燃的物质, 如: 磷 6.强氧化剂	
泡沫灭火器	一般固体和可燃液体火灾	带电设备、酒精等水溶性液体, 轻金属火灾的扑救	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 + 6\text{NaHCO}_3 = 3\text{Na}_2\text{SO}_4 + 6\text{CO}_2 \uparrow + 2\text{Al}(\text{OH})_3 \downarrow$

(3) 炸: 封闭系统加热或反应; 仪器选用不规范; 反应过于剧烈。

(4) 中毒:

①药品沾染皮肤: 洗手。 通风橱操作, 化学手段处理以破坏或消除毒性。

②毒物入口: 内服 5~10mL 稀硫酸铜溶液, 用手指伸入咽喉内部, 促使呕吐, 吐出毒物, 再送医院。

(5) 灼伤:

酸碱灼伤：酸----1%碳酸钠冲洗， 碱-----1%硼酸冲洗。

溴灼伤：2%硫代硫酸钠洗至伤处呈现白色，涂甘油。

磷灼伤：用1%的硝酸银、5%硫酸铜或浓高锰酸钾溶液洗涤伤口，再包扎。

烫伤： 烫伤软膏

5、实验三废处理。

重点：废液的处理。

(1) **废酸、碱液**：酸液---耐酸塑料网纱或玻璃县委过滤后，再用碱中和；

碱液---酸中和

(2) **废铬酸洗液**：用高锰酸钾氧化法使其再生，重复使用。

(3) **含氰废液**：用碱性氯化法处理。先用碱将废液调至 PH=10，再加漂白粉，使 CN⁻氧化成氰酸盐，并进一步分解成二氧化碳和氮气。

(4) **含重金属盐废液**：加碱或加硫化钠把重金属离子变成难溶的硫化物或氢氧化物沉积下来，然后过滤分离，少量残渣可埋于地下，大量残渣可用焙烧法回收重金属。

6、应急疏散措施，实验楼布局及疏散通道、电路、水路开关介绍。

7、危化品的管理。

8、专业伦理。

实验二、二氧化碳相对分子量的测定

【导入】：

- 1、N95(美标)与KN95(中标)口罩过滤性能是否一样→ 有效数字 → 数据处理
- 2、火箭发射→ 超级计算机 → 数据处理误差 → 失误严重后果
- 世界贸易中，产业链的重要作用→ 分工合作

一、实验目的：

- 1、学习气体相对密度法测定相对分子量的原理和方法。
- 2、加深理解理想气体状态方程式和阿佛加德罗定律。
- 3、学会使用启普发生器和熟悉洗涤，干燥气体的装置。

二、实验原理：

1、阿佛加德罗定律：同温同压下，同体积的气体含有相同数目的分子。

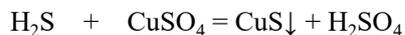
1 体积气体含有的分子数： 6.02×10^{23}

2、理想气体状态方程： $PV = (m/M) * RT$

同温同压下，同体积的两种气体的质量之比等于其相对分子质量之比。

$$m_A/m_B = M_A/M_B \quad M_{CO_2} = m_{CO_2} / m_{空气} \times 29.0$$

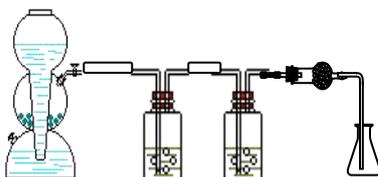
3、除杂反应：



三、实验内容：

1、装配好制取二氧化碳的实验装置。

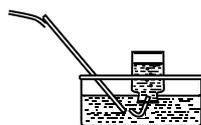
2、排空气法收集一锥形瓶 CO_2 ，在分析天平上称量 CO_2 ，瓶，塞的总质量，重复上述操作，直至恒重。



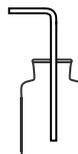
[提问]:

(1) 什么叫恒重?

(2) 收集气体有哪几种方法?



向下排水法



向上排空气法

3、在锥形瓶中装满水，塞好塞子，在台秤上称量。

【思考题】

1、为什么二氧化碳气体、瓶、塞的总质量要在分析天平上称量，而水+ 瓶 + 塞 的质量可以在台秤上称量?

2、常用的气体干燥剂是什么?

常用的气体干燥剂表

气体	干燥剂	气体	干燥剂
H_2	H_2SO_4 (浓), $CaCl_2$, P_2O_5	H_2S	$CaCl_2$
O_2	同上	NH_3	CaO 或 CaO 同 KOH 混合物
Cl_2	$CaCl_2$	NO	$Ca(NO_3)_2$
N_2	H_2SO_4 (浓), $CaCl_2$, P_2O_5	HCl	$CaCl_2$,
O_3	$CaCl_2$	HBr	$CaBr_2$,
CO	H_2SO_4 (浓), $CaCl_2$, P_2O_5	HI	CaI_2 ,
CO_2	同上	SO_2	H_2SO_4 (浓), $CaCl_2$, P_2O_5

3、启普发生器的应用范围是什么？

四、数据记录和结果处理：

室温： /°C

气压： p/Pa

(空气+ 瓶 + 塞子) 的质量： m_A

(二氧化碳 + 瓶 + 塞子) 的总质量： m_B (两次称量的平均值)

水 + 瓶 + 塞 的质量： m_c

瓶的容积 $V = (m_c - m_A) / 1.00$

瓶内空气的质量 $m_{\text{空气}} = PV \cdot m_{\text{空气}} / RT$

瓶和塞的质量 $m_D = m_A - m_{\text{空气}}$

二氧化碳气体的质量 $m_{\text{CO}_2} = m_B - m_D$

二氧化碳的相对分子质量 $M_{\text{CO}_2} = m_{\text{CO}_2} RT / PV$

相对误差 = $(M_{\text{CO}_2 \text{ 测量}} - M_{\text{CO}_2 \text{ 理论}}) / M_{\text{CO}_2 \text{ 理论}}$

【资料】：

理想气体状态方程式的 R 值

PV的单位	R值	R的单位
$\text{Pa} \cdot \text{m}^3$	8.3143	$\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 或 $\text{J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
$\text{Pa} \cdot \text{L}$	8314.3	$\text{Pa} \cdot \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
$\text{atm} \cdot \text{L}$	0.08206	$\text{atm} \cdot \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
$\text{mmHg} \cdot \text{mL}$	62363	$\text{mmHg} \cdot \text{mL} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$

五、实验注意事项

- 1、石子要敲碎到能装入启普发生器为准；石子要用水或很稀的盐酸洗涤，除去石子表面粉末。
- 2、实验后将锥形瓶洗净，倒置于气流烘干器上，烘干后下组用。
- 3、废酸液倒入指定大烧杯内，石子倒入塑料盒内。
- 4、实验最后一组要洗净洗气瓶，瓶口擦净，垫纸。
- 5、用简易启普发生器制 CO_2 ，节省酸和石子。

六、实验改进（参考）

1、盐酸加量稍多或大理石杂质(如硫)含量较高时，酸雾、硫化氢将随 CO_2 气体一并冲入 NaHCO_3 洗气瓶中，碳酸氢钠丧失洗气作用， CO_2 气体中含有杂质气体，造成所称量 CO_2 质量的值失真。

★改进方法：

在启普发生器与 NaHCO_3 洗气瓶之间增加一个缓冲瓶。它除缓冲作用外，更重要的是截住随 CO_2 冲出启普发生器的杂质气体及酸雾。保证 NaHCO_3 洗气瓶有效的除去 HCl 气体。

2、用锥形瓶收集二氧化碳，然后加盖软木塞，塞上做一记号进行称量的方法有 3 个缺点：
(1)由于二氧化碳气流大小有别，是否收集满不易掌握，故导致称量次数增加。延长实验时间。

★改进方法：

CO₂ 尾气通过盛饱和 Ca(OH)₂ 溶液的大试管中，待 Ca(OH)₂ 溶液变浑浊，说明集气瓶中 CO₂ 气体已满，收集 CO₂ 气体即可结束。较好的控制了收集气体时间，减少了重复。

(2)测锥形瓶容积时，由于软木塞为台形，盖入瓶口(记号到位)，无法将水注满锥形瓶的全部空间。给实验者造成水的体积并不等于二氧化碳体积的疑虑。同时，学生往往为使记号到位，向塞子施压，有时导致锥形瓶破裂，实验失败。

(3)软木塞具有较强的吸水性，测定锥形瓶容积 V，需注水称量。由于少量水吸入软木塞，致使二氧化碳与水体积不等。

★改进方法：

收集二氧化碳的锥形瓶配一双孔胶塞。进气导管(内径 1.5-2mm)一端与洗气瓶相连，另一端插入瓶底。排气导管(内径同前)一端与胶塞底面水平，另一端与带尖嘴的导管相连。收集气体或注水结束，将外连胶管取下，进行称量。

整个实验过程避免了胶塞取动，确保二氧化碳与水体积一致，减少了实验误差和疑虑。也提高了实验成功率。称量次数(一般两次即可达到质量差小于 2 毫克的要求)。提高了实验效率。

实验三、一种钴(III)配合物的制备及组分测定

【导入】：屠呦呦 → 青蒿素的合成 → 科研精神 → 坚持不懈、持之以恒 → 细致认真

一、实验目的

1. 掌握制备金属配合物常用的方法—溶液取代和氧化还原反应
2. 对配合物组成进行初步推断
3. 学习使用电导率仪

二、实验原理

通常情况下二价钴比较稳定，但形成氨配合物后，由于三价钴与氨的稳定常数更大，导致电位发生较大变化，Co(II)氨配合物易被氧化为 Co(III)氨配合物。根据制备条件的不同，Co 与氨形成多种配合物，主要有：

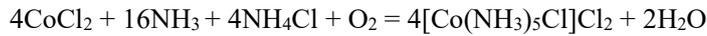
三氯化六氨合钴(III) Co(NH₃)₆Cl₃ (橙黄色晶体)；

三氯化一水五氨合钴(III)[Co(NH₃)₅H₂O]Cl₃ (砖红色晶体)；

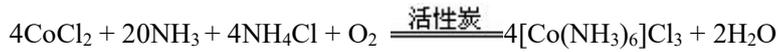
二氯化一氯五氨合钴(III) [Co(NH₃)₅Cl]Cl₂ (紫红色晶体)

1、 [Co(NH₃)₅Cl]Cl₂ 的合成：

氯化钴(II)氨配合物在空气中被氧化，不加催化剂主要生成紫红色 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$ ，其反应式如下：

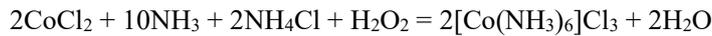


然而，当有催化剂存在时，被空气氧化的产物为橙黄色的 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ 。其反应式如下：



2、 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ 的合成：

若催化剂是活性炭时，采用 H_2O_2 作氧化剂，其被氧化的产物也是橙黄色的 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$



当没有催化剂活性炭时，常常发生取代反应，亦即六配位氨合物中的氨分子易被其它基团取代而得到 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$ 。

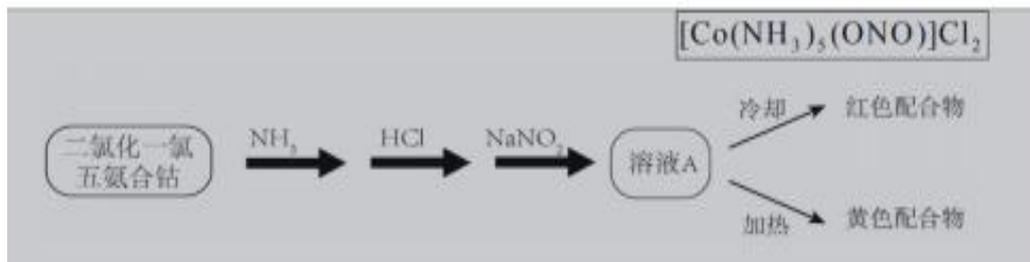
确定某配合物的组成，一般先确定外界，再将配离子破坏看内界，本实验是初步推断，可用电导率仪来测定一定浓度配合物溶液的导电性，与已知电解质溶液导电性进行对比，确定该配合物的化学式。

游离 Co^{2+} 在酸性溶液中与硫氰化钾作用生成蓝色配合物 $[\text{Co}(\text{NCS})_4]^{2-}$ ，以此判断其存在。 NH_4^+ 可用奈氏试剂检验。

3、二氯化一硝基五氨合钴与二氯化亚硝酸五氨合钴的合成

Jorgensen 法：

二氯化亚硝酸五氨合钴，红色

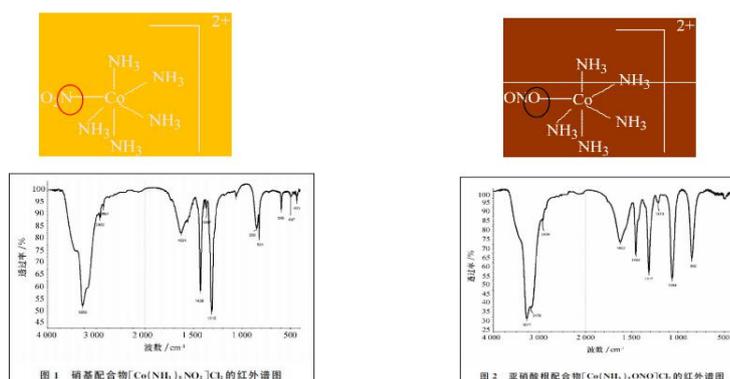


$[\text{Co}(\text{NH}_3)_5(\text{ONO})]\text{Cl}_2$
二氯化一硝基五氨合钴，黄色

氧配位者为红色，氮配位者为黄色。

实验发现，在温度高于 60 度时，固体由红色变为黄色。低温氧配位占优势，高温氮配位占优势。在本实验中一定要注意温度的控制！！

键合异构体：二氯化一硝基五氨合钴与二氯化亚硝酸五氨合钴



来源文献：两种Co(III)配合物键合异构体的制备表征及转化分析

三、实验步骤

(一) 制备 Co(III)配合物

(1) 在锥形瓶中将 1.0g 氯化铵溶于 6mL 氨水中，待完全溶解后手持锥形瓶颈不断振摇，使溶液均匀。(配成： $\text{NH}_4\text{Cl} - \text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 缓冲体系， $\text{pOH} = -\lg [\text{K}_b \cdot \text{C NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} / \text{C NH}_4\text{Cl}]$ ，将 CoCl_2 加入 $\text{NH}_3 - \text{NH}_4\text{Cl}$ 溶液中的目的，一方面是降低 OH^- 浓度，防止生成 $\text{Co}(\text{OH})_2$ 沉淀；另一方面也为反应提供 Cl^- 。)

(2) 分数次加入 2.0g 氯化钴粉末，边加边摇，加完后继续摇动使溶液成棕色稀浆。(生成：棕色 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_2$)

(3) 往其中滴加 2~3mL 30% H_2O_2 ，边加边摇动，加完后再摇动。(生成： $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$)

(4) 当固体完全溶解溶液中停止起泡时，慢慢加入 6mL 浓盐酸，边加边摇动，并在水浴上微热，温度不要超过 85°C ，边摇动边加热 10~15min，然后在室温下冷却混合物并摇动，待完全冷却后过滤出沉淀。(生成： $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$ 。)

说明：

1) 加入浓盐酸的作用：

反应存在如下平衡 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2 = [\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]^{2+} + 2\text{Cl}^-$ ，加入盐酸可使平衡左移。慢加盐酸是为了得到大的晶体，便于过滤与烘干。

2) 水浴微热的目的：

水浴微热并维持 10~15 分钟是为了提高反应速率，保证反应完全。 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ 是外轨型配合物， $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]^{3+}$ 是内轨型配合物，要把外轨向内轨转型，导致速度比较慢，要持续较长时间。不能加热至沸腾，否则产物有变化。

室温慢慢冷却结晶，便于晶体长大，用盐酸、乙醇分别洗涤，抽干，用水浴烘干。不能高温烘干，否则 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$ 可能被还原为 CoCl_2 ；

(5) 用 5mL 冷水分数次洗涤沉淀，接着用 5mL 冷的 6M 盐酸洗涤，产物在 105°C 左右烘干并称量。

本实验没有使用催化剂，产物为 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$ 。

(二) 配合物组成判断

- 1、检验配合物溶液酸碱性
- 2、硝酸银检验配合物外界。加硝酸破坏配合物，硝酸银检验内界。
- 3、加入 SnCl_2 还原 Co^{3+} ，加入硫氰化钾生成蓝色配合物 $[\text{Co}(\text{NCS})_4]^{2-}$ 。
- 4、 NH_4^+ 用奈氏试剂检验。
- 5、溶液加热，配合物被破坏，最后 Co 变为氧化钴的水合物 $\text{Co}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 。
- 6、测量电导率，确定所含离子数。

四、思考题

- 1、将氯化钴加入氯化铵与浓氨水的混合液中，可发生什么反应？生成何种配合物？
- 2、上述制备实验中加入过氧化氢起何种作用？如不加过氧化氢，还可以用哪些物质？用这些物质有什么不好？
- 3、要使本实验制备的产品产率高，你认为哪些步骤是关键？为什么？
- 4、试总结制备钴(III)配合物的化学原理及制备的几个步骤。
- 5、有 5 种不同的配合物，分析其组成后确定它们有共同的实验式： $\text{K}_2\text{CoCl}_2\text{L}_2(\text{NH}_3)_2$ ；电导测定得知在水溶液中 5 种化合物的电导率数值与硫酸钠相近。请写出它们不同配离子的结构式并说明不同配离子间有何不同？

五、实验注意事项

- 1、水浴微热并维持 10~15 分钟，保证反应完全。
- 2、控制好温度，得到需要的产品。
- 3、最后加入的 7mL 浓盐酸，借助同离子效应使产品析出。
- 4、慢加盐酸，慢慢冷却，保证晶体颗粒较好。

六、参考资料（含参考书、文献等）

《无机化学实验》北京师范大学主编（第三版）高等教育出版社

《分析化学实验》武汉大学主编（第四版）高等教育出版社

《化学实验规范》北京师范大学主编 北京师范大学出版社

七、科技前沿

钴配合物的性质：氧化还原性、催化活性

钴配合物的应用：乙烯聚合、环己烷氧化、环己烯氧化、酯的水解、羰基化反应

【课后安排】:

文献学习:

- 1、新型钴配合物的合成及其催化性能研究
- 2、不对称钴配合物的合成及其催化苯乙烯环氧化

实验四、三草酸合铁酸钾的制备及组成测定

【导入】：华为事件 → 民族产业的自主创新 → 我国发展的几个短板

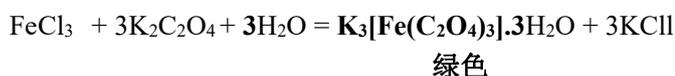
一、实验目的

1. 掌握合成 $K_3Fe[(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ 的基本原理和操作技术;
2. 加深对铁(III)和铁(II)化合物性质的了解;
3. 掌握容量分析等基本操作。

二、实验原理

1、 $K_3Fe[(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ 晶体的制备

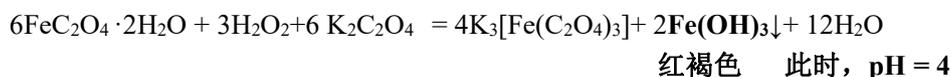
方法一： 反应式:



方法二、 反应式:



反应式(2)可分解为:

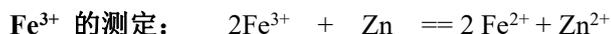
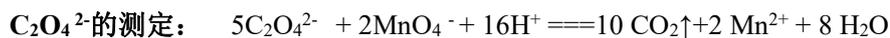
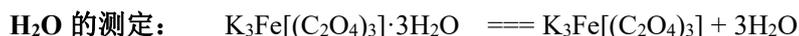


改变溶剂极性并加少量盐析剂,可析出绿色单斜晶体纯的三草酸合铁(III)酸钾,通过化学分析确定配离子的组成。

$Fe(OH)_3$ 沉淀物的 pH

物质	开始沉淀时的 pH		沉淀完全时的 pH (此时, 残留离子浓度 $< 10^{-5} mol \cdot L^{-1}$)
	初始浓度		
	$1 mol \cdot L^{-1}$	$0.01 mol \cdot L^{-1}$	
$Fe(OH)_3$	1.5	2.3	4.1

2、高锰酸钾氧化法测定 $K_3Fe[(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ 晶体的组成测定



三、实验用品

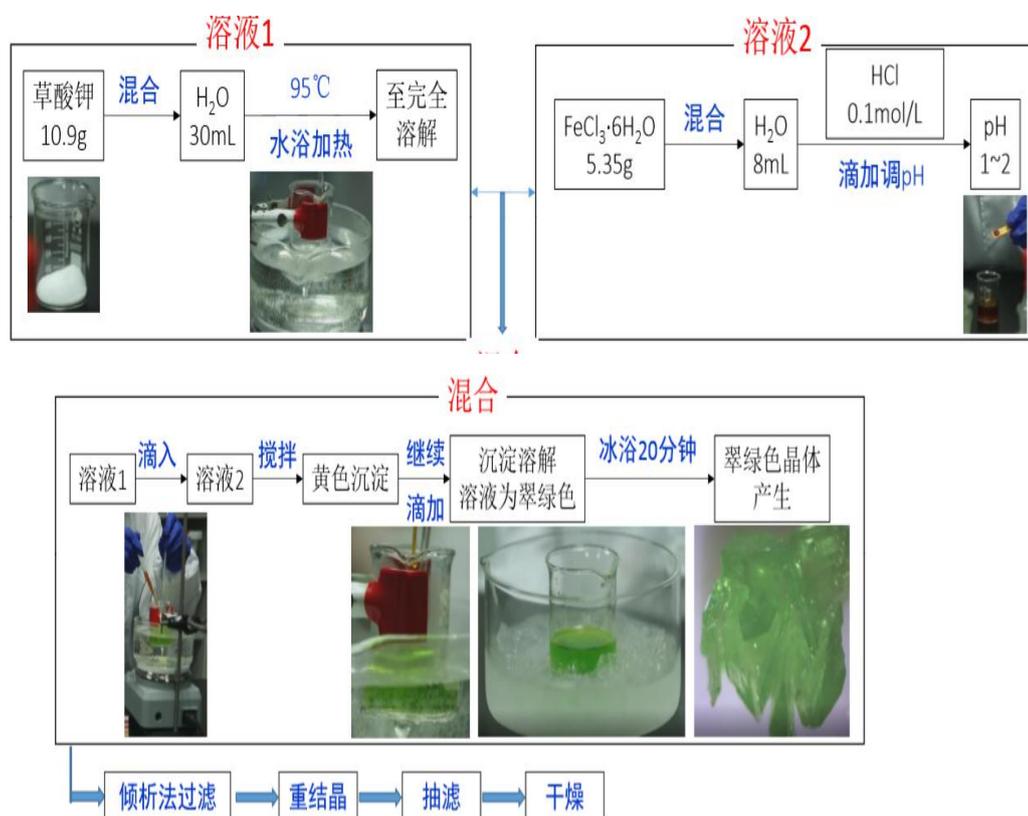
仪器: 托盘天平, 分析天平, 抽滤装置, 烧杯 (100mL), 电炉, 移液管 (25mL), 容量瓶 (50mL, 100mL), 锥形瓶 (250mL)

药品: $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O(S)$, 锌粉(S), $H_2SO_4(1mol \cdot L^{-1})$, $H_2C_2O_4$ (饱和), $K_2C_2O_4$ (饱和), H_2O_2 (3%), KCl (AR), $KNO_3(300g \cdot L^{-1})$, 乙醇 (95%), 乙醇—丙酮混合液 (1:1), $K_3[Fe(CN)_6]$ (5%), $KMnO_4(0.02mol \cdot L^{-1})$

四、实验步骤

1. 三草酸合铁(III)酸钾的制备

方法一:



方法一:

①草酸亚铁的制备

称取 5g 硫酸亚铁铵固体放在 250mL 烧杯中, 然后加 15mL 蒸馏水和 5~6 滴 $1mol \cdot L^{-1}$ H_2SO_4 , 加热溶解后, 再加入 25mL 饱和草酸溶液, 加热搅拌至沸, 然后迅速搅拌片刻, 防止飞溅。停止加热, 静置。待黄色晶体 $FeC_2O_4 \cdot 2H_2O$ 沉淀后倾析, 弃去上层清液, 加入 20mL 蒸馏水洗涤晶体, 搅拌并温热, 静置, 弃去上层清液, 即得黄色晶体草酸亚铁。

②三草酸合铁(III)酸钾的制备

往草酸亚铁沉淀中,加入饱和 $K_2C_2O_4$ 溶液 10mL,水浴加热 313K,恒温下慢慢滴加 3% 的 H_2O_2 溶液 20mL,沉淀转为深棕色(为: $Fe(OH)_3$)。边加边搅拌,加完后将溶液加热至沸,然后加入 20mL 饱和草酸溶液(具体步骤如下:一次性加入 5mL 草酸溶液,然后再慢慢地滴入草酸溶液至沉淀溶解),沉淀立即溶解,溶液转为绿色(此时, $pH = 4\sim 5$)。趁热抽滤,滤液转入 100mL 烧杯中,加入 95%的乙醇 25mL,混匀后冷却,可以看到烧杯底部有晶体析出。为了加快结晶速度,可往其中滴加几滴 KNO_3 溶液。晶体完全析出后,抽滤,用乙醇—丙酮的混合液 10mL 淋洗滤饼,抽干混合液。固体产品置于一表面皿上,置暗处晾干。称重,计算产率。

2. 三草酸合铁(III)酸钾组成的测定

① $KMnO_4$ 溶液的标定

准确称取 0.13~0.17g $Na_2C_2O_4$ 三份,分别置于 250mL 锥形瓶中,加水 50mL 使其溶解,加入 10mL $3\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ H_2SO_4 溶液,在水浴上加热到 $75\sim 85^\circ\text{C}$,趁热用待标定的 $KMnO_4$ 溶液滴定,开始时滴定速率应慢,待溶液中产生了 Mn^{2+} 后,滴定速率可适当加快,但仍须逐滴加入,滴定至溶液呈现微红色并持续 30s 内不褪色即为终点。根据每份滴定中 $Na_2C_2O_4$ 的质量和消耗的 $KMnO_4$ 溶液体积,计算出 $KMnO_4$ 溶液的浓度。

②草酸根含量的测定

把制得的 $K_3[Fe(C_2O_4)_3]\cdot 3H_2O$ 在 $50\sim 60^\circ\text{C}$ 于恒温干燥箱中干燥 1h,在干燥器中冷却至室温,精确称取样品约 0.2~0.3g,放入 250mL 锥形瓶中,加入 25mL 水和 5mL $1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ H_2SO_4 ,用标准 $0.02000\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ $KMnO_4$ 溶液滴定。滴定时先滴入 8mL 左右的 $KMnO_4$ 标准溶液,然后加热到 $343\sim 358\text{K}$ (不高于 358K) 直至紫红色消失。再用 $KMnO_4$ 滴定热溶液,直至微红色在 30s 内不消失。记下消耗 $KMnO_4$ 标准溶液的总体积,计算 $K_3[Fe(C_2O_4)_3]\cdot 3H_2O$ 中草酸根的质量分数,并换算成物质的量。滴定后的溶液保留待用。

$$C_2O_4^{2-}\text{理论值: } 3 * (12 * 2 + 16 * 4) / [39 * 3 + 56 + 3 * (12 * 2 + 16 * 4) + 3 * 18] = 53.7\%$$

③铁含量测定

在上述滴定过草酸根的保留溶液中加入锌粉还原,至黄色消失。加热 3min,使 Fe^{3+} 完全转变为 Fe^{2+} ,抽滤,用温水洗涤沉淀。滤液转入 250mL 锥形瓶中,再利用 $KMnO_4$ 溶液滴定至微红色,计算 $K_3[Fe(C_2O_4)_3]\cdot 3H_2O$ 中铁的质量分数,并换算成物质的量。

$$Fe^{3+}\text{含量的理论值: } 56 / [39 * 3 + 56 + 3 * (12 * 2 + 16 * 4) + 3 * 18] = 11.4\%$$

【注意事项】:

1. 水浴 40°C 下加热,慢慢滴加 H_2O_2 。以防止 H_2O_2 分解。
2. 在抽滤过程中,勿用水冲洗粘附在烧杯和布氏滤斗上的绿色产品。
3. 草酸亚铁被过氧化氢氧化后,加入草酸钾和草酸生成产物的过程中,要调节 $pH = 4\sim 5$,才会有大量的产物产生。

五、思考题

1. 能否用 $FeSO_4$ 代替硫酸亚铁铵来合成 $K_3Fe[(C_2O_4)_3]$? 这时可用 HNO_3 代替 H_2O_2 作氧化剂,写出用 HNO_3 作氧化剂的主要反应式。你认为用哪个作氧化剂较好? 为什么?
2. 根据三草酸合铁(III)酸钾的合成过程及它的 TG 曲线,你认为该化合物应如何保存?
3. 在三草酸合铁(III)酸钾的制备过程中,加入 15 mL 饱和草酸溶液后,沉淀溶解,溶液

转为绿色。若往此溶液中加入 25mL 95%乙醇或将此溶液过滤后往滤液中加入 25mL 95%的乙醇，现象有何不同？为什么？并说明对产品质量有何影响？

4. 用标准 KMnO_4 溶液滴定草酸根时，在滴定时先滴入 8mL 左右的 KMnO_4 标准溶液，然后加热到 343~358K（不高于 358K）直至紫红色消失，再用 KMnO_4 滴定热溶液。这是什么道理？滴定过程中要注意什么？

5 减压 抽滤后，用什么溶剂润洗晶体？可以用水润洗所得的晶体吗？

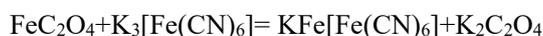
【知识介绍】:

三草酸合铁(III)酸钾：单斜晶体，为翠绿色，溶于水，(0℃时，4.7g/100g 水；100℃时 117.7g/100g 水)，难溶于乙醇。110℃下失去三个结晶水 230℃时分解。该配合物对光敏感，光照下即发生分解。

光解方程式：



在日光直射或强光下分解生成的 FeC_2O_4 遇六氰合铁酸钾生成蓝色的 $\text{KFe}[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ：



因此， $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]$ 可做成感光纸，进行感光实验。

实验五、碱式碳酸铜的制备

【导入】: 为什么有些鱼的鳞片颜色偏绿？ → 不良商贩长途贩运鲜活鱼类采用孔雀石浸泡等不法行为 → 孔雀石的毒性 → 制备注意事项

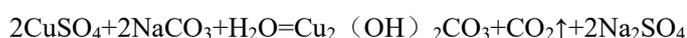
一、实验目的

1. 了解碱式碳酸铜的制备原理和方法；
2. 通过碱式碳酸铜 $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ 制备条件的探求和生成物颜色、状态的分析，研究反应物的合理配料比并确定制备反应适合的温度条件。
3. 练习碱式碳酸铜中铜含量的测定方法。

二、实验原理

碱式碳酸铜为天然孔雀石的主要成分，呈暗绿色或淡蓝绿色（由于所含成分 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ 和 CuCO_3 的比例不同，而颜色不同），加热至 200℃即分解，在水中的溶解度很小，新制备的试样在沸水中很易分解。

为了适于碱式碳酸铜的生成和提取，根据碱式碳酸铜的性质和铜盐的性质，选用硫酸铜和碳酸钠溶液。其反应方程式如下：



反应过程中，反应温度、反应物浓度及反应物配比对反应均有影响。

三、主要试剂与仪器

试剂： CuSO_4 (s, 分析纯) Na_2CO_3 (s, 分析纯), $\text{NH}_3\text{H}_2\text{O}-\text{NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液, PAN 指示剂。

仪器：恒温水浴锅, 分析天平, 托盘天平, 烧杯 (250ml, 100ml), 容量瓶 (250ml), 试管, 布氏漏斗, 吸滤瓶, 烘箱, 滴定管, 锥形瓶。

四、实验步骤

1. 反应物溶液配制

配制 0.5mol/L CuSO_4 溶液和 0.5mol/L Na_2CO_3 溶液各 250mL

2. 制备反应条件的探求

(1) CuSO_4 和 Na_2CO_3 溶液的合适配比。取四支试管, 分别编号为 1, 2, 3, 4, 均加入 2.5.0mL 0.5mol/L CuSO_4 溶液; 另取四支试管, 分别编号为 a, b, c, d, 再分别加入 2.0ml, 2.5ml, 3.0ml, 3.5ml 0.5mol/L Na_2CO_3 溶液。将八支试管放在 50℃ 水浴中预热, 几分钟后, 依次将 CuSO_4 溶液分别倒入 Na_2CO_3 溶液中, 振荡试管, 比较各管中沉淀生成的速度、沉淀的数量及颜色, 从中得出两种反应物溶液以何比例混合为最佳。

(2) 反应温度的探求。取四支试管, 分别编号为 1, 2, 3, 4, 均加入 5.0ml 0.5mol/L CuSO_4 溶液; 另取四支试管, 分别编号为 a, b, c, d, 各加入由上述实验 (1) 得到的合适用量的 0.5mol/L Na_2CO_3 溶液。将它们分别置于 25℃, 50℃, 70℃, 100℃ 的恒温水浴中, 数分钟后将 CuSO_4 溶液分别倒入 Na_2CO_3 溶液中, 振荡并观察现象, 由实验结果确定制备反应的合适温度。

3. 碱式碳酸铜的制备

(1) 根据上述实验步骤 2 所得出的最佳实验条件合成碱式碳酸铜。

(2) 用蒸馏水洗涤沉淀数次, 直到沉淀中不含硫酸根离子为止 (可取上层清液少许置于小试管中, 滴加几滴 BaCl_2 溶液, 观察有无色沉淀), 抽滤。

(3) 将所得产品在烘箱中于 100℃ 烘干, 待冷至室温后称量, 并计算产率。

4. 产品中铜含量的分析

准确称取 0.10~0.16g 产物三份, 分别用 15mL $\text{NH}_3\text{H}_2\text{O}-\text{NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液 (pH=10) 溶解, 再稀释至 100 mL。以 PAN(2~3 滴) 作指示剂, 用 0.05mol/L 的 EDTA 标准溶液滴定至溶液由浅蓝色变为翠绿色, 即为终点。记录所用 EDTA 标准溶液的体积。

五、注意事项

- 1、反应温度不应超过 100℃, 且处于恒温。
- 2、沉淀要洗涤干净。
- 3、若反应后不能观察到暗绿色或淡蓝色沉淀, 可将反应物保持原样 (不可将滤液滤去) 静置 1~2 天, 再作观察。
- 4、反应过程中不可将 Na_2CO_3 溶液倒入 CuSO_4 溶液中。

六、思考题

- 1、自行设计一个实验, 来测定产物中铜及碳酸根的含量, 从而分析制得的碱式碳酸铜的质

量。

2、各试管中沉淀的颜色为何会有差别？估计何种颜色产物的碱式碳酸铜含量最高？

3、若将 Na_2CO_3 溶液倒入 CuSO_4 溶液，其结果是否会有所影响？

实验六、 硫酸亚铁铵的制备

【导入】:

影响人类进步的化学家→分析化学家莫尔小传 → 莫尔盐的制备 → 废铁的回收、利用

一、实验目的

(1) 根据有关原理及数据设计并制备复盐硫酸亚铁铵，进一步掌握水浴加热、蒸发、浓缩、结晶等基本操作。

(2) 了解检验产品中杂质含量的一种方法—目视比色法。

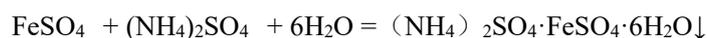
二、实验原理 (讲授法)

硫酸亚铁铵 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ，又称莫尔盐，它是透明、浅蓝绿色单斜晶体，易溶于水而不溶于酒精等有机溶剂。一般的亚铁盐在空气中易被氧化而变质，而形成复盐后则稳定的多，在空气中不易被氧化，在定量分析中常采用莫尔盐来配制亚铁离子的标准溶液。它在制药、电镀、印刷等工业方面得到广泛应用。

1、 硫酸亚铁铵的制备:

取过量的铁屑与稀硫酸反应： $\text{Fe} + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{FeSO}_4 + \text{H}_2\uparrow$

等物质的量的 FeSO_4 与饱和的 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 反应:



分子量: 152 132 392

硫酸铵、硫酸亚铁和硫酸亚铁铵在水中的溶解度数据表

	10 °C	20 °C	30 °C	70 °C
FeSO_4 (151.9)	20.5	26.6	33.9	56.0
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (132.1)	73.0	75.4	78.1	91.9
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (392.1)	18.1	21.6	28.1	38.5

2、目视比色法（又称为限量分析法），确定产品的纯度等级：

确定杂质含量的一种常用方法，在确定杂质含量后便能定出产品的级别，将产品配成溶液，与各标准溶液进行比色，如果产品溶液的颜色比某一标准溶液的颜色浅，就可确定杂质含量低于该标准溶液中的含量，即低于某一规定的限度。

3、硫酸亚铁铵中 Fe^{3+} 含量的测定（拓展内容）：

重铬酸钾法氧化法测定 Fe^{3+} 。

$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 在酸性介质中可将 Fe^{2+} 离子定量地氧化，其本身被还原为 Cr^{3+} ，

反应式为：
$$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 6\text{Fe}^{2+} + 14\text{H}^+ = \text{Cr}^{3+} + 6\text{Fe}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O}$$

滴定在 H_3PO_4 — H_2SO_4 混合酸介质中进行，以二苯胺磺酸钠为指示剂，滴定至溶液呈紫红色，即为终点。

三、实验仪器、药品

仪器：减压抽滤装置 酒精灯

药品： FeSO_4 , $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, $3\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$

四、实验内容

(一)、根据上述原理，设计出制备复盐硫酸亚铁铵的方案：

1、硫酸亚铁 ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 分子量：278) 的制备

- 1) 称取 4.0g 铁屑放入 锥形瓶中。加入 20ml 10% 碳酸钠溶液，小火加热 10min.
- 2) 倾析法除去碱液，并用蒸馏水将其冲洗干净至中性，得到铁屑.
- 3) 往锥形瓶加入 25ml 3.0mol/L 硫酸
- 4) 趁热用普通漏斗过滤，保留滤液，用少量热水洗涤锥形瓶及漏斗上的残渣 .
- 5) 将残渣取出，收集在一起，用滤纸碎片吸干后称量，从而计算出已经反应得铁屑的质量和溶液中 FeSO_4 的理 论含量。

2、硫酸亚铁铵的制备

- 1) 根据溶液中 FeSO_4 的含量，按 $\text{FeSO}_4 : (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 = 1:1$ (mol) , 称取固体 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 加到 FeSO_4 溶液中，水浴加热搅拌，使其全部溶解
- 2) 继续加热蒸发，浓缩直至溶液表面刚出现晶膜为止。静置，冷却到室温。
- 3) 减压过滤，用少量的酒精洗涤晶体 2 次，以除去晶体表面附着的水分。
- 4) 将晶体倒出，倒在一张干净的滤纸上，并用另一张滤纸轻压，以吸干母液，至晶体不再粘附玻璃棒为止。
- 5) 称量，计算理论产量和产率 。

(二) 产品检验

1、采用比色法对产品中的 Fe^{3+} 的限量分析，以确定产品等级。

- 1) 称取 1.0g 样品，置于 25ml 比色管中， 溶水 15ml 不含氧蒸馏水。
- 2) 再加 2ml HCl 溶液和 1ml KSCN 溶液，加入蒸馏水稀释至 25ml，摇匀。
- 3) 与标准溶液进行目视比色，确定产品等级。

2、重铬酸钾法氧化法测定硫酸亚铁铵中 Fe^{3+} 含量（拓展内容）：

- 1) 准确称取 1~1.5g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 样品，置于 250 mL 烧杯中，加入 8 mL $3\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$ 防止水解，再加入蒸馏水加热溶解，然后定量转移至 250mL 容量瓶中定容，

充分摇匀。

2) 平行移取三份 25.00 mL 上述样品溶液分别置于三个锥形瓶中, 各加 50 mL H_2O 、10 mL $3 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$, 再加入 5~6 滴二苯胺磺酸钠指示剂。

3) 摇匀后用 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液滴定, 至溶液出现深绿色时, 加 5.0 mL 85% H_3PO_4 , 继续滴至溶液呈紫色或紫蓝色。

4) 计算试液中 Fe^{3+} 的含量。

说明:

如硫酸亚铁制备失败, 则采用实验室提供的硫酸亚铁, 此时, 分别称取 8.5g $\text{FeSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 4g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$,

四、注意事项

1、由机械加工过程得到的铁屑表面沾有油污, 可采用碱煮(Na_2CO_3 溶液, 约 10min)的方法除去;

2、在铁屑与硫酸作用的过程中, 会产生大量 H_2 的及少量有毒气体(如 H_2S 、 PH_3 等), 应注意通风, 避免事故发生;

3、水浴加热的温度不要超过 80°C , 以免反应过猛, 反应中还需不断补水。

4、所制得的硫酸亚铁溶液和硫酸亚铁铵溶液应保持较强的酸性(pH 为 1~2);

5、反应完毕, 趁热过滤, 并用少量热蒸馏水冲洗锥形瓶及滤渣 ;

6、在进行 Fe^{3+} 的限量分析时, 应使用去氧水来配制硫酸亚铁铵溶液。

五、思考题

1. 铁屑净化及混合硫酸铵和硫酸亚铁溶液以制备复盐时均需加热, 加热时应注意什么问题?

2. 抽滤得到硫酸亚铁铵晶体后, 如何除去晶体表面上附着的水分?

3. 找错误。

绿矾是一种重要的食品和饲料添加剂。某同学通过如下操作由废铁屑制备绿矾晶体:

① 将 15% 的 Na_2CO_3 溶液加入到盛有一定量废铁屑的烧杯中, 加热数分钟, 用倾析法除去 Na_2CO_3 溶液, 然后将废铁屑用水洗涤 2~3 遍;

② 向洗涤过的废铁屑中加入过量的稀硫酸, 控制温度在 $50\sim 80^\circ\text{C}$ 之间至铁屑耗尽;

③ 趁热过滤, 将滤液转入到烧杯中, 静置、冷却结晶;

④ 待结晶完毕后, 滤出晶体, 用少量热水洗涤 2~3 次, 再用置于蒸发皿中将晶体蒸干;

⑤ 将制得的绿矾晶体放在细口瓶中, 密闭保存。

【拓展课题】:

用制氢废液制备硫酸锌晶体

利用实验室制氢废液, 过滤除去 PbSO_4 等杂质后, 用 ZnO 调节滤液使其 pH 约为 2, 过滤取滤液加热、蒸发、浓缩溶液, 制得较高温下的硫酸锌饱和溶液, 快速冷却结晶可制得硫酸锌晶体, 通过重结晶的方法可得到纯度较高的硫酸锌晶体。

【小结】:

无机制备实验的原则。

1、科学性: 原理正确、方案合理

2、安全性: 无危险、毒性小、绿色化

3、可行性: 方法可行、原料易得

三、数据记录

$$x = \frac{160W_1 - W_2}{18(W_2 - W)}$$

x 为结晶水的物质的量，则计算 x 的数学表达式为值只有在 4.9-5.1 之间，才表明实验是成功的。

【注意事项】:

- 1、坩埚及样品都要达到恒重。
- 2、加热的时间要稍长。
- 3、用于测试的 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的量控制在 1.0~1.2g，量不要过大。

【思考题】

- 1、脱水后的白色 CuSO_4 粉末为什么要放在干燥器中冷却？
- 2、该实验为什么以两次称量误差 $\leq 1\text{mg}$ 作为标准？
- 3、在测定硫酸铜结晶水的实验操作中：（1）加热前应将晶体放在_____中研碎，加热是放在_____中进行，加热失水后，应放在_____中冷却。（2）判断是否完全失水的方法是_____。（3）做此实验，最少应进行称量操作_____次。
- 4、实验中产生误差的原因可能是_____（填写字母）所造成。
(A) 硫酸铜晶体中含有不挥发性杂质 (B) 实验前晶体表面有湿存水
(C) 加热时有晶体飞溅出去 (D) 加热失水后露置在空气中冷却

实验八、转化法制硝酸钾

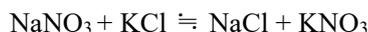
【导入】：烟花、爆竹 → 成分 → 危化品的管理 → 失误严重后果

一、实验目的

- 1、学习用转化法制备硝酸钾晶体。
- 2、掌握重结晶法提纯物质的原理。
- 3、练习物质的溶解、蒸发、浓缩、过滤、间接热浴和重结晶体等基本操作。

二、实验原理

制备反应式：



氯化钠的溶解度随温度变化不大，而氯化钾、硝酸钠和硝酸钾在高温时具有较大或很大的溶解度而温度降低时溶解度明显减小（如：氯化钾、硝酸钠）或急剧下降（如：硝酸钾）的这种差别。将一定浓度的硝酸钠和氯化钾混合液加热浓缩，当温度达 $118 \sim 120^\circ\text{C}$ 时，由于硝酸钾溶解度增加很多，达不到饱和，不析出；而氯化钠的溶解度增加甚少，随浓缩、

溶剂的减少，氯化钠析出。通过热过滤除氯化钠，将此溶液冷却至室温，即有大量硝酸钾析出，氯化钠仅有少量析出，从而得到硝酸钾粗产品。再经过重结晶提纯，可得到纯品。

表 1. 硝酸钾等四种盐在不同温度下的溶解度 (单位: g / 100g H₂O)

盐	0	10	20	30	40	60	80	100
KNO ₃	13.3	20.9	31.6	45.8	63.9	110.0	169	246
KCl	27.6	31.0	34.0	37.0	40.0	45.5	51.1	56.7
NaNO ₃	73	80	88	96	104	124	148	180
NaCl	35.7	35.8	36.0	36.3	36.6	37.3	38.4	39.8

三、实验内容

1. 溶解蒸发

称取 22g NaNO₃ (改成: 11 g, 过量) 和 15g KCl (改成: 7.5 g), 放入一只硬质试管, 加 35mL H₂O (改成: 17.5 mL)。将试管置于甘油浴中加热 (试管用铁夹垂直地固定在铁架台上, 用一只 500mL 烧杯盛甘油至大约烧杯容积的 3/4 作为甘油浴, 试管中溶液的液面要在甘油浴的液面之下, 并在烧杯外对准试管内液面高度处做一标记)。甘油浴温度可达 140~180℃, 注意控制温度, 不要使其热分解, 产生刺激性的丙烯醛。

待盐全部溶解后, 继续加热, 使溶液蒸发至原有体积的 2/3。这时试管中有晶体析出, (是什么? NaCl) 趁热用热滤漏斗过滤。滤液盛于小烧杯中自然冷却。随着温度的下降, 即有结晶析出。(是什么? KNO₃) 注意, 不要骤冷, 以防结晶过于细小。用减压法过滤, 尽量抽干。KNO₃ 晶体水浴烘干后称重。计算理论产量和产率。

2. 粗产品的重结晶

(1) 除保留少量 (0.1~0.2g) 粗产品供纯度检验外, 加溶剂, 将粗产品溶于蒸馏水中 (KNO₃ : H₂O = 2:1 的质量比)。

(2) 加热、搅拌、待晶体全部溶解后停止加热。若溶液沸腾时, 晶体还未全部溶解, 可再加极少量蒸馏水使其溶解。

(3) 待溶液冷却至室温后抽滤, 水浴烘干, 得到纯度较高的硝酸钾晶体, 称量。

3. 纯度检验

(1) 定性检验 分别取 0.1g 粗产品和一次重结晶得到的产品放入两支小试管中, 各加入 2mL 蒸馏水配成溶液。在溶液中分别滴入 1 滴 5mol·L⁻¹ HNO₃ 酸化, 再各滴入 0.1mol·L⁻¹ AgNO₃ 溶液 2 滴, 观察现象, 进行对比, 重结晶后的产品溶液应为澄清。

(2) 根据试剂级的标准检验试样中总氯量 称取 1g 试样(称准至 0.01g), 加热至 400℃使其分解, 于 700℃ 灼烧 15min, 冷却, 溶于蒸馏水中 (必要时过滤), 稀释至 25mL, 加 2mL 5mol·L⁻¹ HNO₃ 和 0.1mol·L⁻¹ AgNO₃ 溶液, 摇匀, 放置 10min。所呈浊度不得大于标准。

标准是取下列质量的 Cl⁻: 优级纯 0.015mg; 分析纯 0.030mg; 化学纯 0.070mg, 稀释至 25mL, 与同体积样品溶液同时同样处理 (氯化钠标准溶液依据 GB602-77 配制)。

本实验要求重结晶后的硝酸钾晶体含氯理化化学纯为合格, 否则应再次重结晶, 直至合格。最后称量, 计算产率, 并与前和次的结果进行比较。

【注意事项】

- 1、热过滤要保持溶液和玻璃漏斗的热量，防止硝酸钾析出而损失。
- 2、溶解样品所用蒸馏水的用量要控制。
- 3、减压抽滤操作的规范性。

【实验习题】

- 1、何谓重结晶？本实验都涉及哪些基本操作，应注意什么？
- 2、制备硝酸钾时，为什么要把溶液进行加热和热过滤？
- 3、试设计从母液提取较高纯度的硝酸钾晶体的实验方案，并加以试验。
- 4、热过滤的目的是什么？
- 5、重结晶时，按 $\text{KNO}_3:\text{H}_2\text{O} = 2:1$ 的质量比的比例向粗产品中加入一定量的水的理论依据是什么？