



普通高等教育“十二五”规划教材

化学综合实验

首都师范大学化学实验教学中心 编



科学出版社

普通高等教育“十二五”规划教材

化学综合实验

首都师范大学化学实验教学中心 编

科学出版社

北京

内 容 简 介

本书共分为两篇,第一篇为基础型综合实验,实验内容涉及材料合成、有机物合成及分离检测等,共9个实验;第二篇为研究型综合实验,包含24个实验,涵盖无机化学、有机化学、分析化学、高分子化学、物理化学等与化学研究相关的实验内容,涉及多种功能材料的合成、分离与提纯、物理化学性质测定和结构表征等,部分实验内容是由教师科研成果转化而来,具有较好的综合性和创新性。此外,每个实验设计都留有深入探索的空间,鼓励学生在实验之余继续探索,实现教学内容的外延发展,促进学生科研创新能力的发展。

本书可作为高等学校化学及相关专业的本科生和研究生教材,也可供化学相关专业的教师和科研技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

化学综合实验/首都师范大学化学实验教学中心编. —北京: 科学出版社, 2017

普通高等教育“十二五”规划教材

ISBN 978-7-03-051684-8

I. ①化… II. ①首… III. ①化学实验-高等学校-教材 IV. ①O6-3

中国版本图书馆CIP数据核字(2017)第014345号

责任编辑: 丁 里/责任校对: 何艳萍

责任印制: 张 伟/封面设计: 迷底书装

科学出版社出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码: 100717

<http://www.sciencep.com>

北京教图印刷有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2017年3月第一版 开本: 720×1000 B5

2017年3月第一次印刷 印张: 11 1/4

字数: 227 000

定价: 39.00元

(如有印装质量问题, 我社负责调换)

前 言

化学综合实验是在无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验和物理化学实验等基础实验课程基础之上开设的综合性实践课程，从实验内容和实验技术上体现综合性和设计性，培养学生运用所学知识分析问题和解决问题的能力。

本书是首都师范大学化学实验教学中心多年来探索化学专业人才培养模式的成果积累。在本书编写过程中，注重将教师科研成果转化为实验教学内容，将新技术和新仪器融入实验教学设计中，并注重实验教学内容的多样性和综合性。编者已经在首都师范大学进行了多轮实验教学实践并不断完善，逐渐形成了本书的主体内容。

本次教材编写得到了首都师范大学化学系多位教师的支持，参与编写的教师有马占芳、左霞、邓玉恒、娄新徽、廖奕、魏玮、肖岭梅、袁菁、马洁、韩天宇、廖清、王健春、孟祥福、林雨青、相玉红、刘月英、陈郑博、叶能胜、万重庆、金琼花、梁建波、李伟、吉琳、冯晓颖、郑婷婷、段雨爱、韩洪亮和王前。全书由叶能胜统稿，左霞教授定稿。

由于编者水平有限，书中难免存在疏漏和不足之处，恳请读者批评指正。

编 者

2017年1月

目 录

前言

第一篇 基础型综合实验

| | | |
|------|---|----|
| 实验 1 | 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备和组成测定 | 3 |
| 实验 2 | 杂多化合物 $K_5CoW_{12}O_{40} \cdot 20H_2O$ 的合成与鉴定 | 7 |
| 实验 3 | 无水四碘化锡的制备与表征 | 11 |
| 实验 4 | 安息香的合成 | 15 |
| 实验 5 | 安息香衍生物二苯基乙二酮的合成及表征 | 18 |
| 实验 6 | 2-氨基-1,3,4-噻二唑(敌枯唑)的合成 | 20 |
| 实验 7 | 天然水中盐类总量的测定 | 21 |
| 实验 8 | 离子交换法分离镍和钴及其含量的测定 | 24 |
| 实验 9 | 测定溶剂萃取锌的萃取分配比 | 29 |

第二篇 研究型综合实验

| | | |
|-------|---------------------------------------|-----|
| 实验 10 | 金纳米粒子的制备、表面修饰及表征 | 33 |
| 实验 11 | 多孔金属-有机骨架化合物的制备和性质表征 | 41 |
| 实验 12 | $\alpha-Fe_2O_3$ 纳米颗粒的制备及催化性能测试 | 58 |
| 实验 13 | 水溶性纳米发光探针的制备及表征 | 62 |
| 实验 14 | 葡萄糖电化学生物传感器的制备及表征 | 68 |
| 实验 15 | 从废塑料中提取对苯二甲酸及其应用 | 75 |
| 实验 16 | 聚乙烯醇/ TiO_2 纳米复合薄膜的制备与光催化性能表征 | 77 |
| 实验 17 | 钴(Ⅲ)配合物及其异构体的制备及表征 | 81 |
| 实验 18 | 配合物 $trans-[Co(en)_2Cl_2]Cl$ 的制备及性质测定 | 87 |
| 实验 19 | 叶绿素(天然金属卟啉)的分离及性质测定 | 92 |
| 实验 20 | 碳纳米管/酞菁钴复合材料修饰电极的制备及其应用 | 96 |
| 实验 21 | 高效液相色谱法测定茶叶中的儿茶素 | 100 |
| 实验 22 | 适配子生物传感器比色法检测水溶液中的钾离子 | 108 |
| 实验 23 | 利用近红外光谱测定柑橘的酸度 | 111 |
| 实验 24 | 普鲁士蓝薄膜修饰电极的制备及基于不同原理对钾离子和过氧化 | |

| | |
|-----------------------------------|-----|
| 氢的分析测定 | 115 |
| 实验 25 荧光光谱仪检测罗丹明 B 的稳态光谱、寿命及其量子产率 | 121 |
| 实验 26 pH 响应型水凝胶的制备、表征与检测 | 126 |
| 实验 27 聚甲基丙烯酸甲酯的性能测定及评估 | 131 |
| 实验 28 超临界流体负载法制备固体催化剂及其应用 | 144 |
| 实验 29 过碳酸钠的制备、检验及性能测试 | 148 |
| 实验 30 无机半导体染料敏化太阳能电池的组装 | 151 |
| 实验 31 中学化学手持技术实验 | 154 |
| 实验 32 乙酰基二茂铁的制备 | 158 |
| 实验 33 超临界二氧化碳萃取葡萄籽油的研究 | 159 |

附 录

| | |
|-------------------|-----|
| 附录 1 紫外光谱 | 169 |
| 附录 2 红外光谱 | 171 |
| 附录 3 近红外光谱分析的一般步骤 | 173 |

第一篇 基础型综合实验

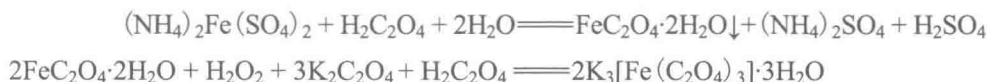
实验 1 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备和组成测定

一、实验目的

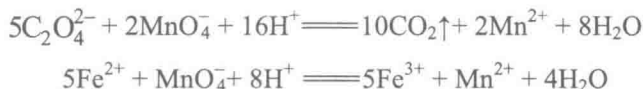
- (1) 掌握合成 $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ 的基本原理和操作技术。
- (2) 加深对铁(Ⅲ)化合物和铁(Ⅱ)化合物性质的了解。
- (3) 掌握滴定分析、电导率仪等基本操作。

二、实验原理

本实验以硫酸亚铁铵为原料,与草酸在酸性溶液中先制得草酸亚铁沉淀,然后草酸亚铁在草酸钾和草酸的存在下,以过氧化氢为氧化剂,得到三草酸合铁(Ⅲ)酸钾配合物。主要反应为



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。用 $KMnO_4$ 标准溶液在酸性介质中滴定得草酸根的含量。 Fe^{3+} 含量可先用过量锌粉将其还原为 Fe^{2+} , 然后用 $KMnO_4$ 标准溶液滴定而测得,其反应式为



$K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ 加热到 373 K 脱去结晶水,在 503 K 时分解,其质量也随之变化。配离子的电荷可通过测定溶液的电导求得。电解质溶液的电导率 κ 随溶液中离子数目的不同而变化,即随溶液浓度不同而变化。因此,通常用摩尔电导率 A_m 来衡量电解质溶液的导电能力。摩尔电导率的定义为:1 mol 电解质溶液置于相距为 1 cm 的两电极间的电导。摩尔电导率与电导率的关系为

$$A_m = \kappa \times 1000/c$$

式中, c 为电解质溶液的物质的量浓度。该关系式还可写为

$$A_m = \kappa \mu \times 1000$$

式中, μ 为稀度,表示溶液稀释的程度。

摩尔电导率将随着每摩尔溶质所产生的离子数目而变化,因此摩尔电导率可提供关于每摩尔溶质所产生的离子数据。如果测得一系列已知离子数目的物质的摩尔电导率,并与被测配合物的摩尔电导率相比较,即可求得配合物的离子总数,从而可以确定配离子的电荷数。在 298 K 时,在稀的水溶液中电离出 2、3、4 和

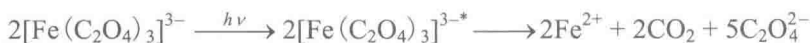
5 个离子的摩尔电导率范围示于表 1-1 中。

表 1-1 离子数与 Λ_m 之间的关系

| 离子数 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|---|---------|---------|---------|---------|
| $\Lambda_m / (\text{S} \cdot \text{cm}^2 / \text{mol})$ | 118~131 | 235~273 | 408~435 | 523~560 |

摩尔电导率随着电解质溶液浓度的减小而增大，并在极稀溶液中趋近一恒定值。

三草酸合铁(Ⅲ)酸钾在光化学研究上常作为测定光量子效率的试剂，光化学反应是由光子供给能量进行的化学反应。在紫外光的作用下，一个 $[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]^{3-}$ 吸收一个光子后，就得到一个活化配离子(激发态)，激发态进一步发生离子内的电子转移，结果使中心离子 $\text{Fe}(\text{Ⅲ})$ 变为 $\text{Fe}(\text{Ⅱ})$ 、 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 被氧化为 CO_2 ，反应过程为



其中配离子的光量子数越多，产生的 Fe^{2+} 也越多。六氰合铁(Ⅲ)酸钾与 Fe^{2+} 反应生成深蓝色沉淀：



早期的晒图工艺就是依据此原理进行操作的。

三、仪器和试剂

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

试剂： $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ，1 mol/L H_2SO_4 ， $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 饱和溶液， $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 饱和溶液，KCl(A. R.)，300 g/L KNO_3 ，95%乙醇，乙醇-丙酮混合液(1:1)，5% $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ，3% H_2O_2 ， KMnO_4 。

四、实验步骤

1. 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备

1) 草酸亚铁的制备

称取 5 g 硫酸亚铁铵固体放在 100 mL 烧杯中，然后加入 15 mL 蒸馏水和 5~6 滴 1 mol/L H_2SO_4 ，加热溶解后，再加入 25 mL 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 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 沉淀后倾析，弃去上层清液，加入 20 mL 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

向草酸亚铁沉淀中加入 10 mL 饱和 $K_2C_2O_4$ 溶液, 水浴加热 313 K, 恒温下慢慢滴加 20 mL 3% H_2O_2 溶液, 沉淀转为深棕色。边加边搅拌, 加完后将溶液加热至沸, 然后加入 8 mL 饱和草酸溶液, 沉淀立即溶解, 溶液转为绿色。趁热过滤, 滤液转入 100 mL 烧杯中, 加入 10 mL 95% 乙醇, 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, 可向其中滴加 KNO_3 溶液。晶体完全析出后, 抽滤, 用 10 mL 乙醇-丙酮混合液淋洒滤饼, 抽干混合液。固体产品置于表面皿上, 置暗处晾干。称量, 计算产率。

2. 三草酸合铁酸钾组成的测定

1) 草酸根含量的测定

把制得的 $K_3Fe[(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ 在 110 °C 于恒温干燥箱中干燥 1 h, 在干燥器中冷却至室温, 精确称取样品约 0.2 g, 放入 250 mL 锥形瓶中, 加 25 mL 水和 5 mL 1 mol/L H_2SO_4 , 用 0.1000 mol/L $KMnO_4$ 标准溶液滴定。滴定时先加入 8 mL $KMnO_4$ 标准溶液, 然后加热到 343~358 K (不高于 358 K) 直至紫红色消失。再用 $KMnO_4$ 滴定热溶液, 直至微红色在 30 s 内不消失。记下消耗 $KMnO_4$ 标准溶液的体积, 计算 $K_3Fe[(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ 中草酸根的含量, 并换算成物质的量。滴定后的溶液保留待用。

2) 铁含量的测定

在上述滴定过草酸根的保留溶液中加锌粉还原, 至黄色消失。加热 3 min, 使 Fe^{3+} 完全转变为 Fe^{2+} , 抽滤, 用温水洗涤沉淀。滤液转入 250 mL 锥形瓶中, 再用 $KMnO_4$ 标准溶液滴定至微红色。计算 $K_3[Fe(C_2O_4)_3]$ 中含铁量, 并换算成物质的量。

结论: 在 1 mol 产品中含 $C_2O_4^{2-}$ _____ mol, Fe^{3+} _____ mol, 该物质的化学式为_____。

3. 三草酸合铁(Ⅲ)酸根离子电荷数的测定

1) 电导池常数的测定

准确称取 0.1491 g 已干燥的 KCl 溶于水中, 稀释至 100 mL, 得 0.02 mol/L KCl 溶液, 水浴保持在 298 K, 用电导率仪测定其电导。已知 0.02 mol/L KCl 溶液在 298 K 时的电导率为 0.002 768 S/cm, 计算电导池常数 (电导池常数=电导率/电导)。

2) 摩尔电导率的测定

用分析天平准确称取 0.3844 g $K_3Fe[(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ 溶于水中, 配成 100 mL 溶液, 此溶液的稀度为 128, 即表示 128 L 溶液中含有 1 mol 溶质。从稀度为 128 的溶液中依次取 25 mL、12.5 mL、6.25 mL 溶液分别稀释至 50 mL, 则此三种溶

液稀度分别为 256、512、1024。在 298 K 时用电导率仪测定以上四种溶液的摩尔电导率(表 1-2)，将结果与表 1-1 中提供的参考数值进行比较。

表 1-2 四种溶液的摩尔电导率

| MA ₂ 型(三离子电解质) | | MA ₃ 型(四离子电解质) | |
|---------------------------|--------------------------------|---------------------------|--------------------------------|
| 稀度 | 摩尔电导率/(S·cm ² /mol) | 稀度 | 摩尔电导率/(S·cm ² /mol) |
| 128 | 215~260 | 128 | 340~370 |
| 256 | 220~270 | 256 | 370~440 |
| 512 | 230~280 | 512 | 440~420 |
| 1024 | 235~290 | 1024 | 420~450 |

4. 确定配离子的电荷数

根据测得的配合物溶液的摩尔电导率，参考表 1-1 和表 1-2 提供的数据，确定配合物的离子数，进而确定配离子的电荷数。

五、思考题

(1) 能否用 FeSO₄ 代替硫酸亚铁铵合成 K₃Fe[(C₂O₄)₃]？这时可用 HNO₃ 代替 H₂O₂ 作氧化剂，写出用 HNO₃ 作氧化剂的主要反应式。用哪个作氧化剂较好？为什么？

(2) 根据三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成过程及其 TG 曲线，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 8 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 10 mL 95%乙醇或将此溶液过滤后往滤液中加入 10 mL 95%乙醇，现象有何不同？为什么？并说明对产品质量有何影响。

(4) 测定溶液的电导率时，对溶液的浓度有何要求？为什么？

(5) 在测定 Fe[(C₂O₄)₃]³⁻ 的电荷数时，必须用新配制的溶液测定，为什么？

实验2 杂多化合物 $K_5CoW_{12}O_{40} \cdot 20H_2O$ 的合成与鉴定

一、实验目的

- (1) 了解杂多化合物的组成和结构。
- (2) 了解杂多化合物的一般合成方法。
- (3) 合成杂多化合物 $K_5CoW_{12}O_{40} \cdot 20H_2O$ ，并用红外光谱鉴定。

二、实验原理

杂多化合物的合成最早起源于 1826 年，科学家 Berzelius 发现将钼酸铵加入磷酸中会产生黄色沉淀，就是现在人们所熟知的钼黄 $[(NH_4)_3 PMo_{12}O_{40}]$ 。1848 年，生成这种黄色化合物的沉淀法被用到分析化学中。但直到 1862 年，Marignac 发现钨硅酸及其盐后，这些杂多酸的组成才被确定下来。到 20 世纪初，已发现了近 60 种杂多酸及几百种盐。现在人们已经发现近 70 种元素可作为杂多酸中的杂原子。

经典的杂多化合物有两种最常见的组成类型，分别为具有 Keggin 结构的阴离子 $[XM_{12}O_{40}]$ 和具有 Dawson 结构的阴离子 $[X_2M_{12}O_{62}]$ 。具有 Keggin 结构的阴离子有五种异构体，其中 α -Keggin 结构如图 1-1(a) 所示，其中的杂原子 XO_4 四面体以桥氧被 4 个 M_3O_{13} 单元包围在中间。在 M_3O_{13} 单元中，3 个 MO_6 八面体之间两两共边后，3 个单元共用 1 个顶点构成 M_3O_{13} (考虑到共边和共顶点因素，每个单元只有 10 个氧原子，故可写成 M_3O_{10} 单元)。4 个 M_3O_{13} 单元之间靠顶点氧即构成 α -Keggin 结构。

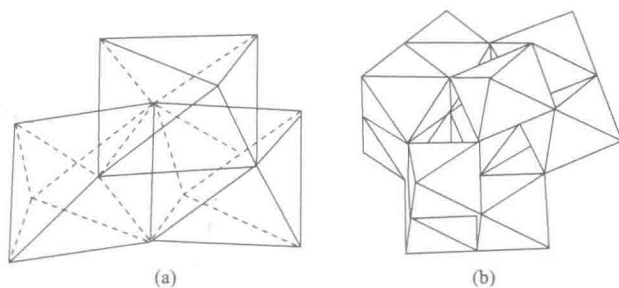


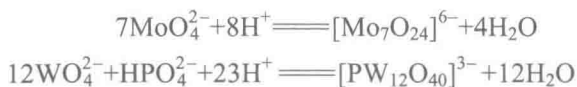
图 1-1 α -Keggin 结构(a)和 M_3O_{13} 单元(b)

在性质方面，杂多酸是一种强质子酸，通常表现出比无机含氧酸(如硫酸、磷酸等)更强的酸性，并且杂多酸的酸强度可通过改变中心原子和多原子的种类来调变。除了能大量溶于水外，杂多酸在多种含氧有机溶剂中也有较高的溶解度，并

且具有比在水溶液中更高的稳定性,所以被广泛用于有机合成中的均相催化体系。在精细化工合成方面,杂多酸型催化剂也展示了广阔的应用前景,俄罗斯的 Kozhevnikov 等做了开拓性的工作。日本在实现杂多酸催化剂的工业化规模应用方面成果最为显著,已取得了较大的经济效益和社会效益。我国对杂多酸催化剂的应用研究有坚实的基础,并做了大量的工作。

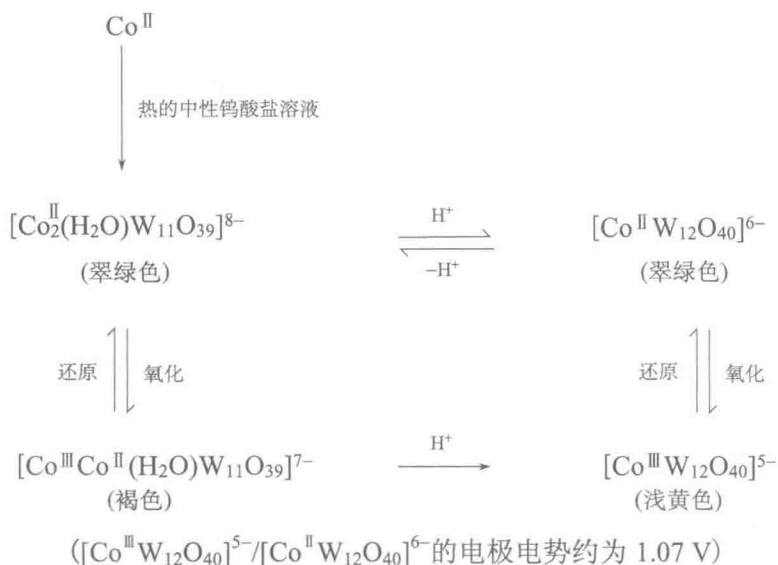
目前,杂多酸的催化研究领域仍然相当活跃,除了 Keggin 结构及其衍生物外,一些新型结构的杂多酸也在催化应用领域不断出现。可以预计,随着杂多酸型催化剂应用研究的深入,将会获得许多有价值的新发现,使更多的杂多酸催化剂的应用实现工业化规模。但是,近年来杂多化合物的概念有被“金属氧酸盐”或“金属氧原子簇”取代的趋势。

常用来合成杂多化合物的方法是酸化含杂原子和含氧阴离子的水溶液:



加入合适的阳离子,杂多化合物从水溶液中析出。在实验中,试剂的加入顺序、合适的反应温度、溶液的 pH 控制均十分重要。

本实验合成杂多化合物 $\text{K}_5\text{CoW}_{12}\text{O}_{40} \cdot 20\text{H}_2\text{O}$,以铋酸钠作为氧化剂,将 Co^{2+} 氧化为 Co^{3+} ,用乙酸调节 pH 并用硫酸酸化产物,通过抽滤、洗涤等步骤纯化产物,得到较为纯净的溶液,使其自然结晶,可生成黄色棒状晶体。



产物通过红外光谱测定,杂多化合物往往有特征的红外光谱, $\text{K}_5\text{CoW}_{12}\text{O}_{40} \cdot 20\text{H}_2\text{O}$ 的 IR 除了 $3400 \sim 3500 \text{ cm}^{-1}$ 和 $1620 \sim 1630 \text{ cm}^{-1}$ 两个结晶水的特征吸收峰

外, $[\text{CoW}_{12}\text{O}_{40}]^{5-}$ 有四个特征吸收峰, 其中 955 cm^{-1} 、 895 cm^{-1} 、 758 cm^{-1} 吸收峰与 W—O 键振动有关, 而 433 cm^{-1} 吸收峰可能与 Co—O 键振动有关。

三、仪器和试剂

仪器: 水浴装置, 抽滤装置, 烧杯, 量筒, 搅拌棒, 电子天平, 精密 pH 试纸, 生物显微镜(或放大镜), 红外光谱仪, 热重分析仪。

试剂: $\text{NaWO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (C. P.), H_2SO_4 (A. R.), NaBiO_3 (A. R.), $\text{CoAc}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (A. R.), 冰醋酸 (A. R.), K_2SO_4 (A. R.), 冰块。

四、实验步骤

(1) 在烧杯中加入 13 mL 去离子水及两滴冰醋酸, 加入 2.5 g $\text{CoAc}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 搅拌溶解, 得到紫红色的乙酸钴溶液。

(2) 将 19.8 g $\text{NaWO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 溶于 40 mL 去离子水, 用乙酸调节 pH 6.5~7.5, 得钨酸钠溶液(严格控制 pH)。

(3) 将钨酸钠溶液放入沸水浴中加热 5 min, 加入乙酸钴溶液, 继续加热 15 min, 称取 15.2 g K_2SO_4 加入溶液中并搅拌, 加热 5 min 后, 将溶液取出, 自然冷却到室温抽滤, 沉淀物呈深绿色, 以少量滤液洗涤沉淀物。

(4) 取出沉淀物, 加入 40 mL 2 mol/L 的硫酸溶解, 将溶液水浴加热 10 min, 趁热过滤, 弃去不溶物(过滤速度较慢)。得到的溶液继续高温水浴($T=50\text{ }^\circ\text{C}$)加热 2 min, 称取 1.1 g NaBiO_3 , 少量多次加入溶液中, 不断搅拌直到溶液变为橙色。取出烧杯, 将溶液自然冷却到室温, 抽滤得到橙色透明溶液, 用 50 mL 量筒测量并记录所得溶液, 放置一周进行自然结晶, 抽滤并洗涤得到黄色棒状晶体, 称量, 计算产率, 测产物的红外光谱。

(5) $\text{K}_5\text{CoW}_{12}\text{O}_{40} \cdot 20\text{H}_2\text{O}$ 的红外光谱鉴定: 取少量较纯净、空气中自然干燥的晶体产物, 加入 100~200 倍的 KBr 晶体, 按要求研细后压片, 测其红外光谱, 以鉴定产物纯度及结构。

若产物中有杂质, 则红外光谱图上 $1000\sim 1200\text{ cm}^{-1}$ 处有几个吸收峰, 杂质较多时, 该区域的吸收峰较强, 甚至会掩盖 W—O 在 955 cm^{-1} 处的特征吸收峰, 并且 $570\sim 610\text{ cm}^{-1}$ 处出现强吸收峰。此外, $[\text{CoW}_{12}\text{O}_{40}]^{5-}$ 在红外光谱中的特征吸收峰可能有较小的位移, 此为正常现象。图 1-2 为实际制得样品的红外光谱图。

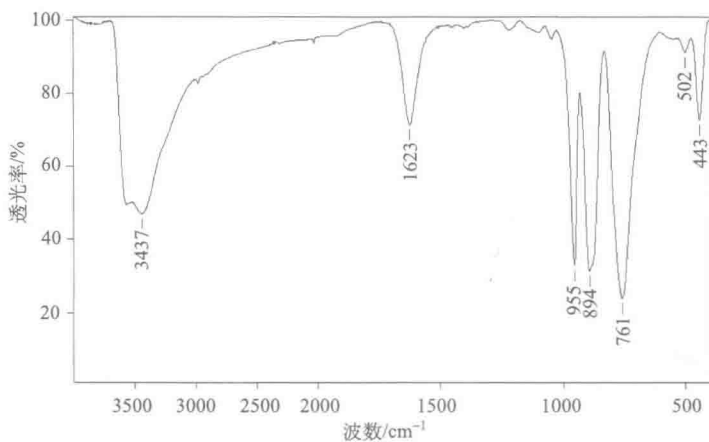


图 1-2 合成样品的红外光谱图

五、思考题

- (1) 如何使晶体长得大而杂质尽可能少?
- (2) 为什么化合物的特征红外吸收峰有时会略有位移?
- (3) 为什么在乙酸钴溶解前, 先向水中加两滴冰醋酸?

参 考 文 献

- 师同顺, 徐家宁, 郑国栋. 1995. 中级无机化学实验. 长春: 吉林大学出版社: 1-6.
张寒琦, 徐家宁. 2006. 综合和设计化学实验. 北京: 高等教育出版社: 3-5.
邹明珠, 张寒琦. 2000. 中级化学实验. 长春: 吉林大学出版社: 3-5.

实验3 无水四碘化锡的制备与表征

一、实验目的

- (1) 学习在非水溶剂中制备无水四碘化锡的原理和方法。
- (2) 学习加热、回流等基本操作。
- (3) 了解如何根据所有消耗的试剂用量确定物质的最简式。
- (4) 了解四碘化锡的某些化学性质。

二、实验原理

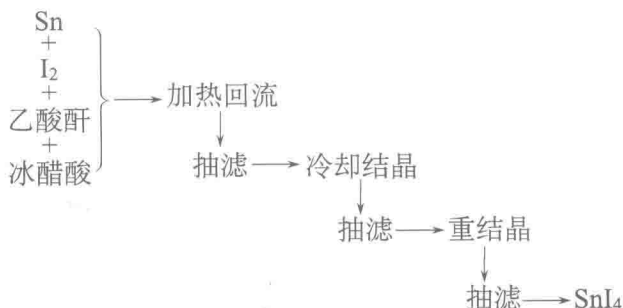
无水四碘化锡是橙红色的立方晶体,为共价型化合物,熔点 416.5 K,沸点 637 K,453 K 开始升华,受潮易水解。在空气中也会缓慢水解,易溶于二硫化碳、三氯甲烷、四氯化碳、苯等有机溶剂中,在冰醋酸中溶解度较小。

根据四碘化锡溶解度的特性,它的制备一般在非水溶剂中进行,目前较多选择四氯化碳或冰醋酸为合成溶剂。

本实验采用冰醋酸为溶剂,金属锡和碘在非水溶剂冰醋酸和乙酸酐体系中直接合成无水四碘化锡:



制备 SnI_4 的流程如下:



三、仪器和试剂

仪器: 天平, 圆底烧瓶(100~150 mL), 球形冷凝管, 布氏漏斗, 抽滤瓶, 干燥管, 提勒管, 酒精灯, 滤纸, 熔点管, 软木塞。

试剂: I_2 (s), 锡箔 (s), 无水氯化钙, 沸石, 无水乙酸, 乙酸酐, 氯仿, KI 饱和溶液, 丙酮, 0.1 mol/L AgNO_3 , 1 mol/L $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, 稀 H_2SO_4 溶液, 稀 NaOH