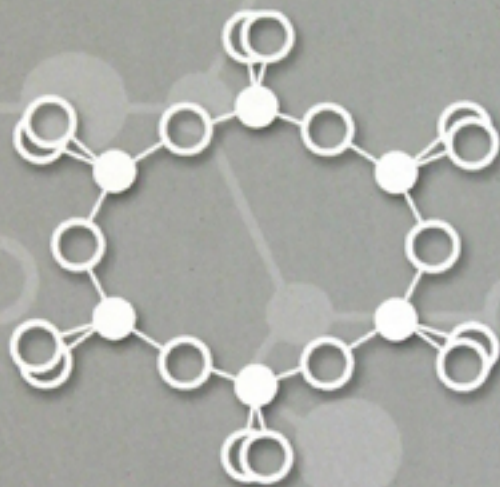




- 普通高等教育“十二五”规划教材
- 普通高等院校化学精品教材



大学化学实验

▶▶ 张开诚 主编

(下)



华中科技大学出版社

<http://www.hustp.com>

普通高等教育“十二五”规划教材
普通高等院校化学精品教材

大学化学实验

(下)

主 编 张开诚
副主编 杨 明 朱本美
编 委 (以姓氏笔画排序)
任占冬 关金涛 时宝宪 张 剑
周汉芬 周晓荣 徐玉玲 喻玖宏

华中科技大学出版社
中国·武汉

内 容 提 要

本教材是根据“湖北省普通高等学校化学实验教学示范中心”建设的总体要求编写而成的。

本教材在化学一级学科层面上对传统的无机化学实验、有机化学实验、分析化学实验、物理化学实验、仪器分析实验等化学分支学科的实验内容进行了有机融合,精心编入了130个实验。将实验内容划分为基础型、综合型、研究创新型三个层次,以实验操作技能的系统训练为主线,注重探索意识与创新能力的培养。在内容编排上,由浅入深、逐层提高,并注意与相关理论课的衔接,具有简明、实用、以学生为中心的特点。

本教材分上、下两册,可作为一般工科院校应用化学、化工、材料、制药、食品、生物、环境及水产等专业的化学实验课教材,也可作为高等职业培训的教材及相关化学实验人员的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验(下)/张开诚 主编. —武汉:华中科技大学出版社,2010.12
ISBN 978-7-5609-6693-9

I. 大… II. 张… III. 化学实验-高等学校-教材 IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 207060 号

大学化学实验(下)

张开诚 主编

责任编辑:程 芳

封面设计:刘 卉

责任校对:刘 竣

责任监印:周治超

出版发行:华中科技大学出版社(中国·武汉)

武昌喻家山 邮编:430074 电话:(027)87557437

录 排:华中科技大学惠友文印中心

印 刷:通山金地印务有限公司

开 本:710mm×1000mm 1/16

印 张:18.5

字 数:404 千字

版 次:2010 年 12 月第 1 版第 1 次印刷

定 价:28.00 元



华中出版

本书若有印装质量问题,请向出版社营销中心调换
全国免费服务热线:400-6679-118 竭诚为您服务
版权所有 侵权必究

前 言

本教材是按照“湖北省普通高等学校化学实验教学示范中心”建设的要求,在原《实验化学》(周锦兰、张开诚主编)的基础上,集编者多年化学实验教学改革经验和成果编写而成的。

化学实验是化学的基本原理和操作技术的集成,是培养应用型、创新型人才的基础。本教材有机地融合了无机化学实验、有机化学实验、分析化学实验、物理化学实验、仪器分析实验等化学分支学科的实验内容,在实验技术上更注重通用性、操作规范性,在教学理念上更注重实践性和综合性,并以操作技能的系统训练为主线,进行大学化学实验体系的构建,以凸显如下特色。

1. 系统性

本教材根据“一体化、多层次、开放式”的实验教学体系,内容编写由浅入深、由简到繁、循序渐进、逐步提高,明确地把实验划分为基础型、综合型、研究创新型三个层次。

本教材分为化学实验的基础知识、基本技术、基本技能操作实验、物质的基本性质与分析、物质的制备及表征、基本物理量和化学参数的测定、研究创新型实验、附录八个部分,130个实验,以达到既“夯实基础、规范操作”,又“提升素质、培养能力”的总体教学目标。

2. 先进性

为了提高学生的科研和创新能力,在实验的设计中引进了新技术、新反应、新理念,如膜分离技术、酶催化反应、相转移催化反应、光化学合成、微波合成、超声合成、配合物制备、纳米材料制备实验等。为了与科技发展相适应,并尽可能照顾更广的读者层面,书中优先选择了一些较为典型、实用且不失先进性的主流仪器作了介绍。

3. 实用性

全书内容丰富、信息量大,所选内容紧贴后续课程及社会经济发展的需要,给教师和学生选择空间大。综合型和研究创新型实验选择部分与工业生产、人类生活、环境保护、食品科学、材料科学、制药工程等密切相关的内容,加强了轻工类院校各相关学科专业的结合,突出了轻工特色,体现了工程应用性。

本书分为上、下两册,由武汉工业学院张开诚担任主编,杨明、未本美担任副主编,参加编写的有任占冬、周汉芬、关金涛、时宝宪、张剑、喻玖宏、周晓荣、徐玉玲(排名不分先后)。张智勇教授和程先忠教授对本教材进行了严格的审阅,提出了许多

宝贵的修改意见,编者深表谢意!在编写过程中,本教材参阅了大量兄弟院校已出版的优秀教材及国内一些研究性文献,在此一并表示衷心的感谢!

由于编者水平有限,书中缺点和错误在所难免,敬请有关专家同行和读者批评指正。

编 者

2010 年 8 月

目 录

第5章 物质的制备及表征	(1)
基本实验	
实验 51 硫酸亚铁铵的制备及纯度检验	(1)
实验 52 聚合硫酸铁的制备及净水效果实验	(4)
实验 53 纳米氧化锌粉的制备及质量分析	(7)
实验 54 四碘化锡的制备	(9)
实验 55 磷酸锌的微波合成	(10)
实验 56 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成及配离子组成测定	(11)
I 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成	(12)
II 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾配离子组成的测定	(13)
实验 57 三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备及其化学式的确定	(14)
实验 58 卤代烃的制备	(16)
I 正溴丁烷的合成	(18)
II 2-氯丁烷的合成	(20)
III 溴苯的制备(普通合成和超声合成)	(21)
实验 59 醚的合成	(23)
I 甲基叔丁基醚(无铅汽油抗震剂)的合成	(24)
II 苯乙醚的合成	(26)
III 正丁醚的合成	(28)
实验 60 格氏反应	(29)
I 2-甲基-2-己醇的合成	(30)
II 2-甲基丁酸的合成	(32)
实验 61 坎尼扎罗反应	(34)
I 呋喃甲酸与呋喃甲醇的合成	(35)
II 苯甲酸与苯甲醇的合成	(37)
实验 62 傅氏反应	(39)
I 苯乙酮的合成	(40)
II 对二叔丁基苯的制备	(42)
III 食品中抗氧化剂 TBHQ 的制备	(43)

实验 63	酯化反应	(45)
I	苯甲酸乙酯的合成	(46)
II	增塑剂——邻苯二甲酸二丁酯的合成	(47)
实验 64	局部麻醉剂的制备	(49)
实验 65	乙酰水杨酸的合成(酰化反应)	(53)
实验 66	肉桂酸的制备(Perkin 反应)	(56)
实验 67	乙酰乙酸乙酯的合成(Claissen 酯缩合)	(58)
实验 68	环己酮的合成(氧化反应)	(60)
实验 69	甲基橙的制备(重氮化反应)	(63)
实验 70	喹啉的制备(Skraup 反应)	(65)
实验 71	Diels-Alder 环加成反应	(67)
实验 72	苯频那醇的光化学制备及重排反应	(69)
实验 73	微波制备苯甲酸	(71)
实验 74	苯胺的绿色合成	(73)
实验 75	超声合成苯氧乙酸	(75)
综合性实验		
实验 76	从印刷电路烂板液制备硫酸铜及间接滴定法 测定产品中铜的含量	(77)
I	硫酸铜的制备	(79)
II	硫酸铜中铜含量的测定	(80)
实验 77	$[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ 和 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$ 的制备、电导及其配离子 分裂能 Δ_o 的测定	(81)
实验 78	纳米 TiO_2 的制备、表征及光催化性能测试	(83)
实验 79	107 胶的制备及性能测定	(85)
实验 80	三乙酸甘油酯的合成及薄层色谱分析	(87)
实验 81	绿色能源——生物柴油的制备	(89)
实验 82	固体超强酸的制备及乙酸正丁酯的合成与表征	(92)
实验 83	α -苯乙胺的制备与拆分	(94)
实验 84	二茂铁及乙酰二茂铁的合成	(97)
实验 85	离子液体催化合成食品防腐剂——对羟基苯甲酸乙酯	(101)
设计性实验		
实验 86	磷系列化合物的制备	(103)
实验 87	丙交酯的制备研究	(105)
第 6 章	基本物理量和化学参数的测定	(107)
基本实验		
实验 88	恒温槽装配和性能测试	(107)

实验 89	燃烧热的测定	(110)
实验 90	溶解热的测定	(114)
实验 91	差热分析法研究 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的热稳定性	(118)
实验 92	乙醇-乙酸乙酯双液系相图	(120)
实验 93	凝固点降低法测定萘的摩尔质量	(122)
实验 94	易挥发物质摩尔质量的测定	(125)
实验 95	化学反应速率与活化能的测定	(127)
实验 96	旋光度法测定蔗糖水解反应的速率常数	(132)
实验 97	电导法测定乙酸乙酯皂化反应的速率常数	(135)
实验 98	量气法测定一级分解反应的速率常数	(137)
实验 99	pH 法、电导率法、滴定曲线法测定醋酸的电离平衡常数	(140)
I	pH 法测定醋酸的电离平衡常数	(142)
II	电导率法测定醋酸的电离平衡常数	(143)
III	滴定曲线法测定醋酸的电离平衡常数	(144)
实验 100	甲基红的酸电离平衡常数的测定——分光光度法	(145)
实验 101	铈(IV)-乙醇配合物组成及生成常数的测定	(148)
实验 102	硫酸钙溶度积常数的测定	(150)
实验 103	电解质溶液电导的测定	(152)
实验 104	电极制备及电池电动势的测定	(155)
实验 105	氢阴极析出极化曲线的测定	(158)
实验 106	金属钝化曲线的测定	(160)
实验 107	表面张力的测定	(163)
实验 108	溶液吸附法测定固体比表面	(165)
实验 109	黏度法测定高聚物的相对分子质量	(168)
实验 110	液体饱和蒸气压的测定	(171)
实验 111	偶极矩和介电常数的测定	(174)
实验 112	磁化率的测定	(177)
实验 113	联机测定 B-Z 化学振荡反应	(181)
综合性实验		
实验 114	磺基水杨酸合铁(III)配合物的组成及稳定常数的测定	(185)
实验 115	$\text{Fe}(\text{OH})_3$ 溶胶的制备及聚沉值、 ζ 电位的测定	(187)
I	溶胶的制备及聚沉值的测定	(189)
II	$\text{Fe}(\text{OH})_3$ 溶胶的电泳及 ζ 电位的测定	(190)
实验 116	液膜分离废水中的醋酸	(190)
实验 117	酪氨酸酶的提取及其催化活性研究	(194)
实验 118	硅铝酸钠沸石分子筛的制备及其物性测定	(197)

实验 119	明胶等电点的测定与明胶软胶的吸水膨胀	(200)
实验 120	电导法测定表面活性剂临界胶束浓度	(203)
第 7 章	研究创新型实验	(205)
实验 121	蔬菜、食品中铁和钙的测定	(205)
实验 122	肉制品中亚硝酸盐的含量测定	(207)
实验 123	芦荟多糖的含量测定	(209)
实验 124	环氧树脂的制备及其水性改性的研究	(211)
实验 125	天然药物大黄游离蒽醌的提取与鉴定	(213)
实验 126	钛酸盐纳米管的水热合成	(215)
实验 127	天然高分子改性絮凝剂研究	(217)
实验 128	聚丙烯酰胺衍生物的合成与表征	(220)
实验 129	氧化电解水的制备和杀菌效果试验	(223)
实验 130	电催化氧化处理废水	(228)
附录		(232)
附录 A	常用仪器操作技术	(232)
附录 B	常用数据表	(251)
主要参考文献		(286)

第 5 章 物质的制备及表征



实验 51 硫酸亚铁铵的制备及纯度检验

实验目的

了解复盐的一般特征和制备方法;练习常压过滤和减压过滤、蒸发、结晶等基本操作;学习用目视比色法检验产品质量。

实验原理

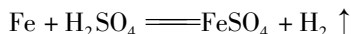
硫酸亚铁铵 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 又称莫尔氏盐,为浅蓝绿色单斜晶体。它在空气中比一般亚铁盐稳定,不易被氧化,而且价格低,制备工艺简单,容易得到较纯净的晶体,因此,其应用非常广泛,在化学上常用作还原剂,工业上常用作废水处理的混凝剂,在农业上既是农药又是肥料,在定量分析中常用作氧化还原滴定的基准物质。

像所有的复盐一样,硫酸亚铁铵在水中的溶解度比组成它的任何一个组分 FeSO_4 或 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的溶解度都要小,因此从 FeSO_4 和 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 溶于水所制得的浓混合溶液中,很容易得到结晶的莫尔氏盐。三种盐在水中的溶解度见表 5-1。

表 5-1 三种盐在水中的溶解度[$\text{g} \cdot (\text{100 g H}_2\text{O})^{-1}$]

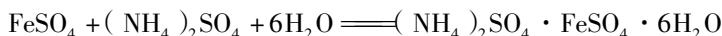
温度 T/K	273	283	293	303	313	323	333
$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	15.6	20.5	26.5	32.9	40.2	48.6	—
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	70.6	73.0	75.4	78.0	81.6	—	88.0
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	12.5	17.2	—	—	33.0	40.0	—

本实验采用过量铁与稀硫酸作用生成硫酸亚铁:



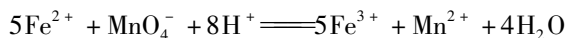
在硫酸亚铁溶液中加入硫酸铵并使其全部溶解,加热浓缩制得的混合溶液,再冷

却即可得到溶解度较小的硫酸亚铁铵盐晶体:



为防止 Fe^{2+} 的水解,在制备 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 过程中,溶液应保持足够的酸度。

硫酸亚铁和硫酸亚铁铵含量测定采用高锰酸钾滴定法。在酸性介质中, Fe^{2+} 可被 KMnO_4 定量氧化为 Fe^{3+} , KMnO_4 本身的紫红色可作为滴定终点的判断。



用目视比色法可估计产品中所含杂质 Fe^{3+} 的量。 Fe^{3+} 与 SCN^- 能生成红色 $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$, 红色深浅与 Fe^{3+} 含量有关。将所制备的硫酸亚铁铵晶体与 KSCN 溶液在比色管中配制成待测溶液, 将它所呈现的红色与含一定量 Fe^{3+} 所配制成的标准 $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ 溶液的红色进行比较, 确定待测溶液中杂质 Fe^{3+} 的含量范围, 确定产品等级。不同等级标准溶液中 Fe^{3+} 含量见表 5-2。

表 5-2 不同等级标准溶液中 Fe^{3+} 含量

规格	I	II	III
Fe^{3+} 含量/mg	0.050	0.10	0.20

实验用品

仪器 台秤;电炉;表面皿;布氏漏斗;容量瓶;比色管;烧杯;锥形瓶;pH 试纸等。

试剂 H_2SO_4 (3 mol · L⁻¹, 浓); KMnO_4 标准溶液(约 0.10 mol · L⁻¹); Na_2CO_3 (10%); HCl (3 mol · L⁻¹); H_3PO_4 (85%); KSCN (25%); $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (s); $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (s); 铁屑; 乙醇(95%)等。

实验步骤

1. 铁屑的净化(除去油污)

用台秤称取 2.0 g 铁屑, 放入小烧杯中, 加入 15 mL 10% Na_2CO_3 溶液。缓缓加热约 10 min 后, 倾去 Na_2CO_3 碱性溶液, 用自来水冲洗后, 再用去离子水把铁屑冲洗干净(如果用纯净的铁屑, 可省去这一步)。

2. 硫酸亚铁的制备

往盛有 2.0 g 洁净铁屑的小烧杯中, 加入 15 mL 3 mol · L⁻¹ H_2SO_4 溶液, 盖上表面皿, 放在低温(70 ~ 80 °C)电炉上加热反应。在加热过程中应不时加入少量去离子水, 以补充被蒸发的水分, 防止 FeSO_4 结晶出来; 同时要控制溶液的 pH 值不大于 1 (为什么? 如何测量和控制?), 使铁屑与稀硫酸反应至不再冒出气泡为止(约 25 min)。趁热过滤, 滤液承接于洁净的蒸发皿中。将留在小烧杯中及滤纸上的残渣取出, 用滤纸片吸干后称量。根据已作用的铁屑质量, 计算出溶液中 FeSO_4 的理论产

量。

3. 硫酸亚铁铵的制备

根据 FeSO_4 的理论产量,计算并称取所需固体 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的用量。在室温下将称出的 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 加入上面所制得的 FeSO_4 溶液中,在水浴上加热搅拌,使硫酸铵全部溶解,调节 pH 值为 1~2,继续蒸发浓缩至溶液表面刚出现薄层的结晶时为止。自水浴锅上取出蒸发皿,放置,冷却后即有硫酸亚铁铵晶体析出。待冷至室温后用布氏漏斗减压过滤,用少量乙醇洗去晶体表面所附着的水分。将晶体取出,置于两张洁净的滤纸之间,并轻压以吸干母液,称量。计算理论产量和产率。

4. 产品检验[Fe(III) 的含量分析]

1) Fe(III) 标准溶液的配制

称取 0.8634 g $\text{NH}_4\text{Fe(SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$,溶于少量水中,加 2.5 mL 浓 H_2SO_4 ,移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液含 $0.1000 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1} \text{Fe}^{3+}$ 。

2) 标准色阶的配制

取 0.50 mL Fe(III) 标准溶液于 25 mL 比色管中,加 2 mL $3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HCl}$ 溶液和 1 mL 25% KSCN 溶液,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀,配制成 Fe 标准溶液(含 $\text{Fe}^{3+} 0.05 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$)。

同样,分别取 1.00 mL Fe(III) 和 2.00 mL Fe(III) 标准溶液,配制成 Fe 标准溶液(分别含 $\text{Fe}^{3+} 0.10 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ 、 $0.20 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$)。

3) 产品级别的确定

称取 1.0 g 产品于 25 mL 比色管中,用 15 mL 去离子水溶解,再加入 2 mL $3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HCl}$ 溶液和 1 mL 25% KSCN 溶液,加水稀释至 25 mL,摇匀。与标准色阶进行目视比色,确定产品级别。

此产品分析方法是成品配制成溶液,与各标准溶液进行比色,以确定杂质的含量范围。如果成品溶液的颜色不深于标准溶液,则认为杂质含量低于某一规定限度,所以这种分析方法称为限量分析。

5. $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 含量的测定

$0.02 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{KMnO}_4$ 标准溶液的配制与标定参见实验 24。

称取 0.8~0.9 g(准确至 0.0001 g)产品于 250 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 不含氧的去离子水(怎么处理?),加入 15 mL $3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液和 2 mL 85% H_3PO_4 溶液,使试样溶解。滴加 3~5 滴硫酸锰溶液,用 KMnO_4 标准溶液滴定至溶液刚刚出现微红色(30 s 内不消失)即为终点。 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 含量计算公式如下:

$$w_{(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = \frac{5c_{\text{KMnO}_4} V_{\text{KMnO}_4} \times 0.3921}{m_{\text{样}}} \times 100\%$$

注意事项

(1) 若所用铁屑不纯,与酸反应时可能产生有毒的氢化物,最好在通风橱中进行。

行。不必将所有铁屑溶解完,实验时溶解大部分铁屑即可。

(2) 制备硫酸亚铁铵时,用 $3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液调节 pH 值为 1~2,以保持溶液的酸度,反应过程中,应适当补加少量去离子水,以防硫酸亚铁结晶析出,但要注意加水量。

(3) 注意计算 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的用量。

(4) 硫酸亚铁铵的制备:加入硫酸铵后,应搅拌使其溶解后再进行后面的操作。在水浴上加热时,要防止失去其失去结晶水。

(5) 蒸发浓缩初期要不停搅拌,但要注意观察晶膜,一旦发现晶膜出现即停止搅拌。

(6) 趁热过滤并以少量热水洗涤。最后一次抽滤时,注意将滤饼压实,不能用蒸馏水或母液洗涤晶体。

思考题

(1) 为什么制备硫酸亚铁铵时要保持溶液有较强的酸性?

(2) 减压过滤的操作步骤有哪些?

(3) 如何计算 FeSO_4 的理论产量和反应所需 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的质量?

(4) 在检验产品中 Fe^{3+} 含量时,为什么要用不含氧的去离子水? 如何制备不含氧的去离子水?

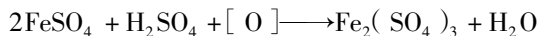
实验 52 聚合硫酸铁的制备及净水效果实验

实验目的

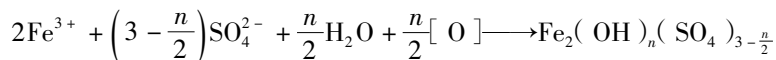
学习聚合硫酸铁的制备方法;了解绝对黏度的测定方法。

实验原理

聚合硫酸铁是红棕色黏稠的液体,为无机高分子类净水剂,常用来处理工业用水。质量优、不含其他重金属离子的聚合硫酸铁亦可用作饮用水的净化剂。它可以在一定浓度的硫酸溶液中用氧化剂如 H_2O_2 、 NaClO_3 、 NaNO_2 、 KClO_3 、 MnO_2 或 O_2 和空气将硫酸亚铁氧化成硫酸铁来制备。

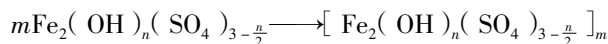


由反应可见,每氧化 1 mol FeSO_4 需消耗 0.5 mol H_2SO_4 。如果在溶液中 H_2SO_4 与 FeSO_4 物质的量之比小于 0.5,在氧化过程中就会有氢氧根取代硫酸根生成碱式盐。

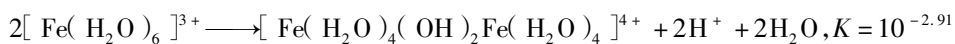
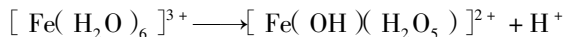


为保证此过程的发生,在溶液中要控制硫酸根总物质的量和总铁物质的量之比小于1.5。

在此条件下, $\text{Fe}_2(\text{OH})_n(\text{SO}_4)_{3-\frac{n}{2}}$ 就会发生聚合,从而制备出聚合硫酸铁净水剂。反应式为



应当指出,由于 Fe^{3+} 的电荷较高,半径较小(r_i 为64 pm),在水中易水解,反应式如下:



且易发生聚合生成 $(\text{HO})_2\text{FeO} \leftarrow \text{FeOOH} \rightarrow \text{FeO}$, n 可以高达40~50。标准聚合硫酸铁样品的主要性能指标见表5-3。

表5-3 标准聚合硫酸铁样品的主要性能指标

指标项目	密度 ρ (20℃) /(g·mL ⁻¹)	总铁量 /(g·mL ⁻¹)	pH 值	黏度(20℃) /(Pa·s)
性能指标	>1.45	>160	0.5~1.0	0.011~0.013

黏度是指流体或半流体受到外力作用流动时,液体分子间表现出的内摩擦力。一般分为动力黏度(μ)和运动黏度(ν),计算方法如下:

$$\text{动力黏度} = \text{时间(s)} \times \text{黏度计常数}(\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-2}) \times \text{密度}(\text{kg} \cdot \text{m}^{-3})$$

动力黏度的单位为 Pa·s,即 $\text{kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ 。

而运动黏度的定义式为

$$\text{运动黏度} = \text{时间(s)} \times \text{黏度计常数}(\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-2})。$$

运动黏度的单位为 $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ 。

例如,若某品氏毛细管黏度计的黏度计常数为 $0.478 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-2}$,测知试样在50℃时的流动时间为322.4 s、322.6 s、321.0 s。在10~100℃温度范围内,要求每次所测流动时间与所测各次的平均流动时间的差值不应超过±0.5,不符合此条件的流动时间舍去,所测平均流动时间(t)和黏度计常数(C_t)的积,则是样品的指定温度(T)下的运动黏度,则上述试样的 ν_{323} 为

$$\nu_T = C_t t \quad (1)$$

$$\nu_{323} = 0.478 \times 322 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1} = 154 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$$

实验用品

仪器 密度计(1.400~1.500);台秤;恒温槽;磁力搅拌器;电动同步搅拌机;光电式浑浊仪;品氏毛细管黏度计(内径0.8 mm或1.0 mm);秒表;锥形瓶;量筒。

试剂 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (s); H_2SO_4 (浓); NaClO_3 (s); KMnO_4 。

实验步骤

实验时按 $n_{\text{总}(\text{SO}_4^{2-})}/n_{\text{总}(\text{Fe})}$ 的值为 1.25, Fe 含量为 $160 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$, 计算出制备 100 mL 聚合硫酸铁所需 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 和浓 H_2SO_4 的量。

1. 硫酸溶液配制

在 250 mL 烧杯或锥形瓶中, 加入 45 mL 水, 用量筒量出所需的浓 H_2SO_4 的量, 倒入烧杯或锥形瓶中, 放置于磁力搅拌器上, 打开磁力搅拌器, 并加热到 $40 \sim 50 \text{ }^\circ\text{C}$, 备用。

2. 氧化、聚合硫酸铁制备

在台秤上称出所需 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 晶体和 5 g NaClO_3 晶体, 各分成 12 份, 在搅拌的情况下, 一次加入 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 和 NaClO_3 各两份, 搅拌约 10 min 后, 按每隔 5 min 加一份, 直至加完。

为保证 FeSO_4 氧化完全, 最后再加 0.5 g NaClO_3 , 继续搅拌 10 ~ 15 min。冷却, 倒入量筒读出其体积, 记下数据, 注入干净的锥形瓶中, 加水使总体积达到 100 mL, 混合均匀。

3. 密度测定

将合成的聚合硫酸铁倒入一大量筒中, 在 $20 \text{ }^\circ\text{C}$ 下, 测其密度。

4. 聚合硫酸铁黏度测定

聚合硫酸铁黏度测定可在品氏毛细管黏度计(见图 5-1)中进行。为准确测定黏度, 要把恒温槽温度调到 $20 \text{ }^\circ\text{C}$, 在此温度下黏度计应在恒温槽中恒温 20 min。

(1) 装样品操作。用食指堵住管身 7 的管口, 倒置, 将黏度计管身 5 插入装有样品的容器中, 用吸耳球从事先洗净烘干的黏度计支管 6 上的橡胶管处把样品吸入管 5 至标线 9 处, 提起黏度计, 使之恢复至正直状态, 用滤纸擦净管身 5 外面附着的样品, 要注意管身 5 的扩张部分, 2, 3 中的液体内不得有气泡和缝隙。随后, 把橡胶管套在管身 5 上。

(2) 黏度测定。将装好样品的黏度计放入恒温槽, 并把管身 5 上的扩张部分 2 浸 $1/2$ 在水中, 用夹子固定在铁架台上, 并用铅垂线将黏度计调整成为垂直状态。用吸耳球从管身 5 上的橡胶管把样品吸入扩张部分 3 中, 使样品达到标线 8 稍高处, 用手指捏住橡胶管, 注意样品中不得有气泡和缝隙, 否则, 重新操作。放开捏住橡胶管的手指, 观察液态样品在管身 5 中的流动情况, 待液面恰好到达标线 8 时, 打开秒表, 当液面到达标线 9 处时, 停止秒表。记下时间。同法至少测 4 次。

将每次测得的时间相加求出算术平均值, 把各次所测得时

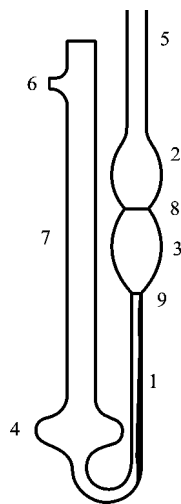


图 5-1 品氏毛细管黏度计

间与平均值比较,保留差值不超过 $\pm 0.5\%$ 的 3 个数据,再求出 3 个数据的算术平均值,即为所测样品的流动时间。把数据代入式(1),可求得聚合硫酸铁的运动黏度。

5. 聚合硫酸铁的絮凝净水效果实验

在 1000 mL 污水中加以铁计聚合硫酸铁 $20 \text{ mL} \cdot \text{mL}^{-1}$,用变速电动同步搅拌机以 $150 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 的速度搅拌 3 min 后,再以 $60 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 的速度搅拌 3 min,静置 30 min 后,吸取上层清液,用光电式浑浊仪测定浊度。注意,饮用水的浊度要求在 5 度以下。

注意事项

聚合硫酸铁溶液中除存着 $[\text{Fe}_2(\text{OH})_n(\text{SO}_4)_{3-\frac{n}{2}}]_m$ 聚合物外,存在着 $[\text{Fe}_2(\text{OH})_3]^{3+}$, $[\text{Fe}_3(\text{OH})_6]^{3+}$, ..., $[\text{Fe}_8(\text{OH})_{20}]^{4+}$ 等多种聚合态铁的配合物,因此,具有优良的凝聚性。

思考题

- (1) 制备聚合硫酸铁应主要注意什么问题?
- (2) 为什么聚合硫酸铁能够用来净化水? 有何优缺点?
- (3) 动力黏度与运动黏度有何区别和联系? 各是怎样定义的? 如何测定?

实验 53 纳米氧化锌粉的制备及质量分析

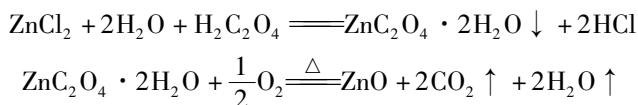
实验目的

了解纳米氧化锌的制备方法;熟悉纳米氧化锌产品的分析方法。

实验原理

氧化锌,又称锌白、锌氧粉。纳米氧化锌是一种新型高功能精细无机粉料,其粒径介于 $1 \sim 100 \text{ nm}$ 之间。由于颗粒尺寸微细化,纳米氧化锌产生了其本体块状材料所不具备的表面效应、小尺寸效应、量子效应和宏观量子隧道效应等,因而使得纳米氧化锌在磁、光、电、敏感等方面具有一些特殊的性能,主要用于制造气体传感器、荧光体、紫外线遮蔽材料(在整个 $200 \sim 400 \text{ nm}$ 紫外光区有很强的吸光能力)、变阻器、图像记录材料、压电材料、高效催化剂、磁性材料和塑料薄膜等,也可用作天然橡胶、合成橡胶及胶乳的硫化活化剂和补强剂。此外,还广泛用于涂料、医药、油墨、造纸、搪瓷、玻璃、火柴、化妆品等工业行业。

本实验以 ZnCl_2 和 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 为原料。 ZnCl_2 和 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 反应生成 $\text{ZnC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 沉淀,经焙烧后得纳米氧化锌粉。反应式如下:



实验用品

仪器 电子天平(0.1 mg);台秤;电磁搅拌器;真空干燥箱;减压过滤装置;马弗炉;烧杯;锥形瓶等。

试剂 $\text{ZnCl}_2(\text{s})$; $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4(\text{s})$; $\text{HCl}(1:1)$; $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}(1:1)$; $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液($\text{pH}=10$); 铬黑 T 指示剂(0.5%); EDTA 标准溶液($0.0500 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)

实验步骤

1. 纳米氧化锌的制备

用台秤称取 2.0 g $\text{ZnCl}_2(\text{s})$ 于 100 mL 小烧杯中,加 50 mL H_2O 溶解,配制成浓度约为 $0.3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 ZnCl_2 溶液。用台秤称取 9 g $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4(\text{s})$ 于 50 mL 小烧杯中,加 40 mL H_2O 溶解,配制成浓度约为 $2.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液。

将上述两种溶液加入 250 mL 烧杯中,在电磁搅拌器上搅拌,常温下反应 2 h,即生成白色 $\text{ZnC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 沉淀。

过滤反应混合物,滤渣用蒸馏水洗涤干净后在真空干燥箱中于 110°C 下干燥。

干燥后的沉淀置于马弗炉中,在氧气气氛中于 $350 \sim 450^\circ\text{C}$ 下焙烧 0.5 ~ 2 h,得到白色(或淡黄色)纳米氧化锌粉。

2. 产品质量分析

(1) 氧化锌含量的测定。称取 0.13 ~ 0.15 g 干燥试样(称准至 0.0001 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加少量水润湿,滴加 HCl 溶液(1:1)至试样全部溶解后,加水 50 mL,用 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 溶液(1:1)中和至 $\text{pH}=7 \sim 8$ 。再加入 10 mL $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液($\text{pH}=10$)和 5 滴铬黑 T 指示剂(0.5%),用 $0.05000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ EDTA 标准溶液滴定至溶液由葡萄紫色变为正蓝色即为终点。

(2) 粒径的测定。利用透射电镜进行观测,确定粒径、粒径分布等。

(3) 晶体结构的测定。利用 X 射线衍射仪检测粒子的晶型。

注意事项

为使 ZnC_2O_4 氧化完全,在马弗炉中焙烧时应经常开启炉门,以保证氧气充足。

思考题

(1) ZnCO_3 分解也能得到 ZnO ,试讨论本实验为何用 ZnC_2O_4 而不用 ZnCO_3 。

(2) ZnC_2O_4 焙烧时为何需要氧气?