



普通高等教育“十五”国家级规划教材

综合和设计 化学实验

吉林大学

张寒琦 徐家宁 主编



Chemistry



高等教育出版社
Higher Education Press

普通高等教育“十五”国家级规划教材

综合和设计化学实验

吉林大学

张寒琦 徐家宁 主编

高等教育出版社

内容提要

本书为普通高等教育“十五”国家级规划教材,是世行贷款 21 世纪初高等教育教学改革项目“化学实验课程体系和教学模式的创新与实践”课题研究成果,与徐家宁主编的《基础化学实验》教材配套使用。

本书分为综合实验和设计研究实验两部分,共 80 个实验。综合实验既有以无机合成、有机合成、高分子合成为龙头的实验,也有关于现代仪器方法的应用和物质性质的研究与表征的实验。书中许多实验项目源于生产、生活实践和科学研究新成果。大学高年级学生在完成基础化学实验课程之后,方可进行本书所列各实验项目的实验。

本书可作为综合性大学化学类各专业和其他高等院校与化学相关专业的教材和参考书。

图书在版编目(CIP)数据

综合和设计化学实验 / 张寒琦,徐家宁主编. —北京:高等教育出版社,2006.5
ISBN 7-04-019324-8

I. 综... II. ①张... ②徐... 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(2006)第 031863 号

策划编辑 岳延陆 责任编辑 陈海柳 封面设计 于文燕 责任绘图 尹文军
版式设计 王莹 责任校对 金辉 责任印制 韩刚

出版发行 高等教育出版社
社 址 北京市西城区德外大街 4 号
邮政编码 100011
总 机 010-58581000

经 销 蓝色畅想图书发行有限公司
印 刷 北京七色印务有限公司

开 本 787×1092 1/16
印 张 18.5
字 数 450 000

购书热线 010-58581118
免费咨询 800-810-0598
网 址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>
网上订购 <http://www.landaco.com>
<http://www.landaco.com.cn>
畅想教育 <http://www.widedu.com>

版 次 2006 年 5 月第 1 版
印 次 2006 年 5 月第 1 次印刷
定 价 19.60 元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究
物料号 19324-00

郑 重 声 明

高等教育出版社依法对本书享有专有出版权。任何未经许可的复制、销售行为均违反《中华人民共和国著作权法》，其行为人将承担相应的民事责任和行政责任，构成犯罪的，将被依法追究刑事责任。为了维护市场秩序，保护读者的合法权益，避免读者误用盗版书造成不良后果，我社将配合行政执法部门和司法机关对违法犯罪的单位和个人给予严厉打击。社会各界人士如发现上述侵权行为，希望及时举报，本社将奖励举报有功人员。

反盗版举报电话：(010) 58581897/58581896/58581879

传 真：(010) 82086060

E - mail: dd@hep.com.cn

通信地址：北京市西城区德外大街4号

高等教育出版社打击盗版办公室

邮 编：100011

购书请拨打电话：(010)58581118



前言

本书为普通高等教育“十五”国家级规划教材,是我们为承担的世行贷款 21 世纪初高等教育教学改革项目——“化学实验课程体系和教学模式的创新与实践”课题编写的两套实验教学改革教材之一,与《基础化学实验》教材配套使用。

化学实验教学的目的是不只是培养学生的基本实验技能和动手能力,更重要的是通过实验教学提高学生的综合素质,培养学生独立思维的能力和研究能力,树立科学创新意识。因此,化学实验教学在注重基本技术、技能训练的同时,增加综合实验和设计研究实验的比重,让学生能获得更多的实验技能和训练,培养学生科学思维和创新能力。

在化学实验教学改革的实践中,我们按照化学实验将不依附理论课而独立设课的思路,把原来按无机、分析、有机、物化等各专业方向开设的专业实验课取消,而开设综合和设计化学实验课,实验内容以综合实验和设计研究型实验为主,既有将经典实验重新组合、精心设计而成的实验,也有将科研成果移植和精心改造成的新实验;设计实验是根据教材给出的实验题目,学生自己通过查阅文献或参考书来设计实验方案、步骤,再进行实验,同时也鼓励学生开展探索性实验,将生产、生活中的实际问题设计成实验。

综合和设计化学实验课是在已进行基础实验训练的基础上,为加强学生在合成、组成分析、结构和性质表征方面的综合训练,以无机合成、有机合成、高分子合成成为龙头,将合成、分析和表征有机地结合起来,从而开阔学生的视野,扩大知识面,达到训练学生综合实验能力、培养学生创新意识和独立研究能力的目的。

《综合和设计化学实验》是替代化学各方向的专业实验课的实验教材,在编写过程中,力求突出以下特色:

1. 合理选择实验内容。将化学各方向的专业实验课内容合理取舍,增加新的综合实验内容。

2. 选择实验内容时突出“综合”。综合实验的内容不是两个或几个二级学科实验操作的简单组合,而是注重各部分实验操作的内在联系和互相渗透,使各部分实验操作有机地结合在一起。

3. 综合和设计实验要体现现代化学的实验内容。在实验室条件允许的情况下,注意引入新的实验手段,使实验内容充分体现化学研究的新成果。如有机溶剂中无机化合物的合成及其产物表征等。

4. 合理安排设计实验的比例。增加难度合适的设计型实验,给学生提供更多的设计实验题目,让学生有更多的选择余地。学生可以根据自己的兴趣选做实验,培养学生对化学实验的兴趣。在实验过程中,鼓励学生从生活、生产或文献等信息提炼出实验题目进行实验。

5. 始终贯穿素质教育的主题。教材不仅是体现教学内容的载体,更是推进素质教育、培养创新人才的重要保证。通过综合和设计实验教学,不仅培养学生的动手能力,更要培养学生分析和解决问题的能力、独立研究能力以及科学创新能力。

本书包括综合实验和设计实验两部分,其中设计实验仅编入限定性设计实验,即指定实验内容、仪器和试剂,设计操作方法的实验;而对于非限定性设计实验(即仅给出题目、其他均由学生自己设计,或不给题目、完全由学生自己选题、自行设计的实验),则未编入本书。

本书由张寒琦、徐家宁主编,参加撰写的同志主要有卢士香、师同顺、张忆华、杨胥微和高歌,魏士刚在文字编排方面做了许多工作。各实验的编写者已在实验的最后注明。由于编者水平有限,实践经验不足,书中错误难免,敬请读者批评指正。

吉林大学《综合和设计化学实验》编写组

2005年12月

目 录

第一部分 综合实验

实验一	杂多化合物 $K_3CoW_{12}O_{40} \cdot 20H_2O$ 的合成与鉴定	3
实验二	氧化锰纳米晶体的制备及 X 射线衍射分析	6
实验三	ZSM-5 分子筛的合成及表征	10
实验四	溶剂热体系中层状磷酸钛单晶的合成与鉴定	16
实验五	三乙二胺合钴配离子的旋光异构体的制备、拆分和旋光度测定	20
实验六	四(1-萘基)四苯并卟啉的合成	26
实验七	四(1-萘基)四苯并卟啉钴配合物的合成	33
实验八	四(1-萘基)四苯并卟啉钴的电化学性质	37
实验九	乙二醇溶剂中 $Zn_2(HPO_4)_3 \cdot (H_3NCH_2CH_2NH_3)$ 单晶的合成与鉴定	42
实验十	微波辐射法快速合成 NaA 沸石	45
实验十一	$[Co(II)(Salen)]$ 配合物的合成与载氧作用	49
实验十二	醋酸亚铬的制备	53
实验十三	(±) α -氨基乙苯的合成及拆分	57
实验十四	抗痉挛药物——苯妥英的合成及表征	61
实验十五	溶胶-凝胶法制备量子点材料氧化锌	66
实验十六	二茂铁及其衍生物的合成、性质及表征	68
实验十七	鲁米诺的合成及其在化学发光法中的应用	73
实验十八	香料“结晶玫瑰”的合成及表征	77
实验十九	局部麻醉药物——利度卡因的合成及表征	79
实验二十	昆虫信息素——2-庚酮的合成及表征	81
实验二十一	香料 α -紫罗兰酮的合成及表征	84
实验二十二	电化学有机合成——邻氨基苄醇的制备及表征	86
实验二十三	相转移催化二氯卡宾的产生与反应	89
实验二十四	烷氧基的测定(Zeisel 法)	92
实验二十五	卤素的测定(氧瓶法)	95
实验二十六	高氯酸催化乙酰酐化法测定羟基	98
实验二十七	氨基的测定(重氮化法测定芳香伯胺)	100
实验二十八	甲基丙烯酸甲酯的本体聚合	102
实验二十九	自由基共聚合竞聚率的测定	106
实验三十	溶液聚合制备聚乙酸乙烯酯及转化为聚乙烯醇及其缩醛的制备	111
实验三十一	聚醚砜缩聚反应速率常数的测定	117

实验三十二	界面缩聚.....	122
实验三十三	苯乙烯的悬浮聚合和共聚合反应	125
实验三十四	苯乙烯的乳液聚合	128
实验三十五	丙烯腈的离子型聚合	131
实验三十六	丙烯腈沉淀聚合	134
实验三十七	双酚 A 型环氧树脂的制备与固化.....	136
实验三十八	原子发射光谱定量分析法	141
实验三十九	石墨炉原子吸收法测定粮食中的镉和钴	148
实验四十	区带毛细管电泳法测定中药槐米中芦丁的含量	152
实验四十一	槲皮素与人血清白蛋白的相互作用的研究	155
实验四十二	微分脉冲伏安法测定维生素 C	158
实验四十三	旋转圆盘电极法测量电极过程动力学参数	160
实验四十四	磷钼酸-导电聚合物化学修饰电极的制备及电催化性能研究	162
实验四十五	库仑滴定法测定砷	164
实验四十六	高效液相色谱法测定粮食中氨基甲酸酯农药残留量	167
实验四十七	高效液相色谱法测定中药中有效成分	171
实验四十八	高效液相色谱-质谱联用仪对中药淫羊藿中有效成分的分析	173
实验四十九	色谱法测定固体催化剂的吸附性能	176
实验五十	程序升温脱附法——乙烯部分氧化 Pd-V ₂ O ₅ / SiO ₂ 催化剂的研究	181
实验五十一	指示剂法测定表面固体酸的分布	185
实验五十二	平均孔半径的测定——四氯化碳凝聚法	189
实验五十三	微型反应色谱法测定异丙苯裂解催化活性	193
实验五十四	空气吸附法测比表面	197
实验五十五	氧化物催化剂氧化还原性能的研究——TPR 的应用	201
实验五十六	聚合物的热谱图分析	205
实验五十七	聚合物的应力-应变曲线	211
实验五十八	聚合物熔体流动速率的测定	215
实验五十九	偏光显微镜研究聚合物的晶态结构	218
实验六十	聚合物的流变行为	223
实验六十一	聚合物溶度参数的测定	228

第二部分 设计研究实验

实验六十二	卟啉液晶的制备及其液晶行为研究	233
实验六十三	1-氯-3-溴-5-碘苯的合成	237
实验六十四	非那西汀的合成	240
实验六十五	铁的不对称型双核半夹心结构化合物 C _p ₂ Fe ₂ (CO) ₃ Se ₂ C ₂ B ₁₀ H ₁₀ 的合成和表征	242
实验六十六	苯乙烯的本体聚合、改性与表征	246

实验六十七	光学树脂的合成与表征.....	248
实验六十八	环氧树脂的合成与表征.....	253
实验六十九	共混物的制备与表征.....	255
实验七十	γ - Al_2O_3 的制备、表征和活性评价	258
实验七十一	裂化催化剂活性的表征.....	260
实验七十二	镍-金属氢化物电池充放电性能	263
实验七十三	利用旋转圆盘电极测定 $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}/\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$ 电极过程动力学参数.....	265
实验七十四	利用旋转环盘电极研究在碱性溶液中氧在 Pt 和 Ni 电极上的阴极还原	268
实验七十五	阳极溶出微分脉冲极谱法连续测定人发中的铜、铅、镉、锌	271
实验七十六	环境空气中总烃含量的测定	273
实验七十七	水和土壤中有机磷农药残留量的测定.....	276
实验七十八	高效液相色谱-质谱联用法对中药刺五加中有效成分的分析	278
实验七十九	四(1-萘基)四苯并卟啉钴的紫外-可见光谱电化学.....	280
实验八十	四(1-萘基)四苯并卟啉钴的红外光谱电化学	283

第一部分

综合实验

实验一

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

一、实验目的

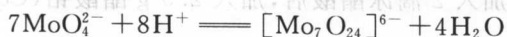
1. 了解杂多化合物的组成和结构。
2. 了解杂多化合物的一般合成方法。
3. 合成杂多化合物 $K_5CoW_{12}O_{40} \cdot 20H_2O$, 并用红外光谱法鉴定。

二、实验原理

杂多类化合物的合成最早起源于 1826 年, 科学家 BerzeLius 发现将钼酸铵加到磷酸中会产生黄色沉淀, 这就是现在人们熟知的钼黄 $(NH_4)_3PMo_{12}O_{40}$ 。1848 年, 生成这种黄色化合物的沉淀法被应用到分析化学上。但直到 1862 年 Marignac 发现了钨硅酸及其盐后, 这些杂多化合物的组成才被确定下来。到 20 世纪初, 已发现了近 60 种不同的杂多酸及几百种盐。现在, 人们已经发现有近 70 种元素可作为杂多酸中的杂原子。杂多化合物已形成了一类庞大而重要的化合物, 杂多酸作为高效的均相催化剂早已应用于有机化工生产中。杂多类化合物在医学、药学、生物化学等领域的潜在应用价值引起了科学家们的极大兴趣。多年来, 人们对杂多化合物的研究长盛不衰。不过, 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。

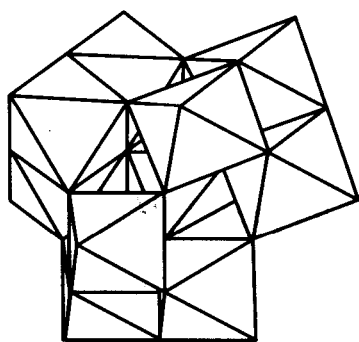
在经典的杂多化合物的合成中, 人们研究较多的两种常见组成类型为具有 Keggin 结构的阴离子 $[XM_{12}O_{40}]$ 和具有 Dawson 结构的阴离子 $[X_2M_{12}O_{62}]$ 。具有 Keggin 结构的阴离子有 5 种异构体, 其中 α -Keggin 结构中的杂原子 XO_4 四面体以桥氧被 4 个 M_3O_{13} 单元包围在中间。在 M_3O_{13} 单元中, 3 个 MO_6 八面体之间两两共边后, 3 个单元又共一个顶点构成 M_3O_{13} (考虑到共边和共顶点因素, 属于每个单元只有 10 个氧原子, 故也可写成 M_3O_{10} 单元)。4 个 M_3O_{13} 单元之间靠共顶点氧而构成 α -Keggin 结构, 如图 1-1 所示。

常用来合成杂多化合物的方法是酸化简单含氧阴离子和含杂原子的水溶液:

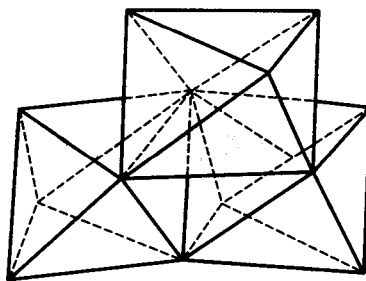


加入合适的阳离子, 杂多酸盐从水溶液中析出。在实验中, 试剂的加入顺序、合适的反应温度和溶液的 pH 控制都是非常重要的。

本实验合成杂多化合物 $K_5CoW_{12}O_{40} \cdot 20H_2O$ 。用 $K_2S_2O_8$ 作氧化剂, 将 Co^{2+} 氧化为 Co^{3+} , 分别用醋酸和硫酸酸化反应产物, 产物中有较多杂质, 经重结晶后控制合适的结晶速度, 可得到



(a)



(b)

图 1-1 α -Keggin 结构和 M_3O_{13} 单元

(a) 结构; (b) 单元

纯净的金黄色大棒状晶体。

产物可通过红外光谱(IR)鉴定。杂多化合物往往有特征的红外光谱, $K_5CoW_{12}O_{40} \cdot 20H_2O$ 的 IR 除 $3400 \sim 3500\text{ cm}^{-1}$ 和 $1620 \sim 1630\text{ cm}^{-1}$ 两个结晶水的特征吸收峰外, $CoW_{12}O_{40}^{5-}$ 阴离子有 4 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、仪器与试剂

1. 仪器

抽滤装置, 烧杯, 量筒, 煤气灯, 搅拌棒, 电子天平, 精密 pH 试纸, 石棉网, 三脚架, 生物显微镜(或放大镜)和红外光谱仪。

2. 试剂

钨酸钠 $NaWO_4 \cdot 2H_2O$ (CP), 硫酸 H_2SO_4 (AR), 过二硫酸钾 $K_2S_2O_8$ (AR), 醋酸钴 $CoAc_2 \cdot 4H_2O$ (AR), 氯化钾 KCl (AR), 冰醋酸 HAc (AR) 和冰块。

四、实验步骤

1. $K_5CoW_{12}O_{40} \cdot 20H_2O$ 的合成

向 13 mL 去离子水中加入 2 滴冰醋酸后, 加入 2.5 g 醋酸钴($CoAc_2 \cdot 4H_2O$), 搅拌溶解, 得醋酸钴溶液。

将 19.8 g 钨酸钠($NaWO_4 \cdot 2H_2O$)溶于 40 mL 去离子水, 以醋酸(HAc)调 pH 至 6.5~7.5, 得钨酸钠溶液。

将醋酸钴溶液加入到已加热近沸的钨酸钠溶液中, 小火煮沸混合物 15 min, 趁热加入 13 g KCl 固体, 溶解后将混合物冷却至室温, 抽滤, 以少量滤液洗涤沉淀物。

将沉淀物取出, 加入 40 mL 2 mol/L 的 H_2SO_4 , 小火加热几分钟后过滤, 弃去不溶物。将滤

液加热至近沸,搅拌下每次加入约 0.5 g $K_2S_2O_8$ (注意不要加入太快,以免溶液爆沸),直至溶液由蓝绿色转为橙色(约需 5 g $K_2S_2O_8$)。煮沸 5~8 min,以分解过量的 $K_2S_2O_8$ 。

将上述混合物冷却至室温,若析出的晶体较少,可用冰浴冷却(不要过冷,以免 $K_2S_2O_8$ 等杂质析出过多),得不纯的 $K_5CoW_{12}O_{40} \cdot 20H_2O$ 晶体,显微镜(或放大镜)下观察到黄色棒状晶体和无色透明杂晶。吸滤,将粗产品以 10 mL 热去离子水重结晶。

若冷却速度慢或溶液较稀,可得较大的黄色棒状(或柱状)晶体。

2. $K_5CoW_{12}O_{40} \cdot 20H_2O$ 红外光谱鉴定

取少量较纯净的、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。

若产物含有杂质,则 IR 图上在 $1\,000 \sim 1\,200\text{ cm}^{-1}$ 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} 附近的特征吸收峰,并且在 $570 \sim 610\text{ cm}^{-1}$ 处出现强吸收峰。此外, $CoW_{12}O_{40}^{5-}$ 在 IR 谱中的 4 个特征吸收峰可能有较小的位移,这是正常现象。 $K_5CoW_{12}O_{40} \cdot 20H_2O$ 的标准红外谱图见图 1-2。

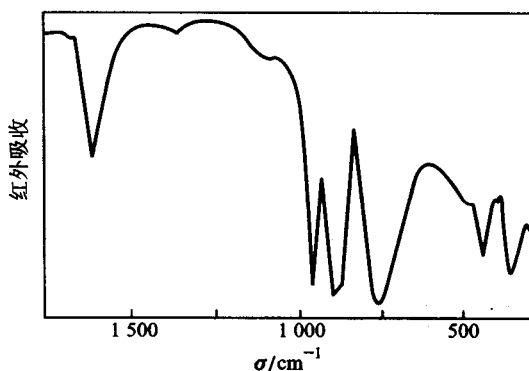


图 1-2 $K_5CoW_{12}O_{40} \cdot 20H_2O$ 的红外谱图

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 IR 吸收峰有时会略有位移?
3. 为什么在醋酸钴溶解前先向水中加两滴冰醋酸?

参考文献

- [1] 邹明珠,张寒琦. 中级化学实验. 长春:吉林大学出版社,2000:3~5.
- [2] 师同顺,徐家宁,郑国栋. 中级无机化学实验. 长春:吉林大学出版社,1995:1~6.

(郭阳虹)

实验二

氧化锰纳米晶体的制备及 X 射线衍射分析

一、实验目的

1. 了解粉末 X 射线衍射分析的基本原理和操作。
2. 了解液相法制备三氧化二锰($\gamma\text{-Mn}_2\text{O}_3$)纳米晶体的方法。
3. 利用粉末 X 射线衍射法对纳米晶体进行物相分析和粒度测定。

二、实验原理

纳米材料是指由极细晶粒组成、尺寸在纳米量级 $1\sim 100\text{ nm}$ 的固体材料。由于这种材料的尺度处于原子簇和宏观物体的交接区域,因此具有表面效应,并产生奇异的力学、电学、磁学、光学、热学和化学等特性,实现直接为人类按需要排布原子、制造出性能独特的产品的理想。

纳米材料的合成方法总体上可分为气相法、液相法和固相法。气相法还可以分为气相冷凝法、活性氢-熔融金属反应、溅射法和化学气相沉积法等。液相法也可以进一步分为溶胶-凝胶法、沉淀法、喷雾法和水热法等。固相法主要有机械研磨法。溶胶-凝胶(sol-gel)法以其较低的反应温度、所制备材料的高度均匀性和纯度以及具有各种各样的形成过程等优点吸引了众多科学家的注意。经过大约一个世纪的发展,溶胶-凝胶法逐渐成为一门独立的科学分支。溶胶-凝胶法涉及溶胶和凝胶两个概念,所谓溶胶,是指分散到液相中足够小($1\sim 100\text{ nm}$)的固态粒子,分散相的重力可以忽略不计,其微粒之间的相互作用主要是短程作用力,例如范德华力、表面电荷作用力等。分散相之间的惯性主要表现为布朗运动;而凝胶是一种由两种或两种以上的物质形成的固形物,其中固相的物质形成一种连续的三维网状结构。

X 射线衍射物相分析是根据晶体的面间距对 X 射线衍射强度来鉴定晶体物相的方法^①。X 射线对人体是有害的,因此 X 射线衍射仪都有含铅的玻璃防护罩,以吸收散射出的 X 射线。

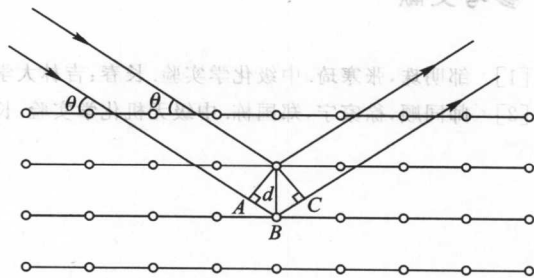


图 2-1 晶面对 X 射线的衍射

^① X 射线衍射基本原理请参考《基础化学实验》下册(徐家宁等,高等教育出版社)。

由结晶化学可知,晶体具有周期性结构,如图 2-1 所示。物质的晶体结构可以看成一些相同的晶面按一定的距离 d 平行排列而成。故一个晶体存在着一组特定的 d 值($d, d_1, d_2, d_3, \dots$),结构不同的晶体其 d 值组都不相同,所以可用它来表示晶体特征。假定晶体中某一方向晶面之间的距离为 d ,X 射线以夹角 θ 射入晶体。经过相邻两个晶面后入射线和衍射线产生的光程差为 $AB+BC$,而 $AB=BC=d\sin\theta$,故光程差 $AB+BC=2d\sin\theta$ 。我们知道,只有当光程差等于入射光波长 λ 的整数倍 n 时,才能产生被加强的衍射线,即符合布拉格(Bragg)方程:

$$2d\sin\theta=n\lambda$$

利用 X 射线衍射仪可以直接测定和记录晶体所产生的衍射方向和强度。利用 X 射线衍射仪即得到样品的粉末 X 射线衍射图。由晶体的粉末 X 射线衍射图各衍射峰所对应的 2θ 角,用布拉格公式可求对应的晶面间距 d :

$$2d\sin\theta=n\lambda$$

式中: n 为整数,一般只求 $n=1$ 时的 d 值; λ 为波长。

由所计算的 d 值和对应的相对强度数据查阅有关的索引书,估计样品的可能化学式,再由索引给出的信息查阅对应的卡片。最后得到该样品的其他结晶学数据。

现在,国际上专门的研究机构——粉末衍射标准联合委员会(JCPDS)收集了几万种晶体的衍射标准数据,并编制了一套 X 射线粉末衍射数据的卡片(JCPDS 卡片)。实际工作中只要测得被测物质的粉末衍射数据,再去查对 JCPDS 卡片,即可得知该被测物质的化学式以及有关的各种结晶学数据。因此,这套卡片已成为 X 射线粉末法物相分析不可缺少的工具。

本实验利用 X 射线衍射方法对纳米晶三氧化二锰($\gamma\text{-Mn}_2\text{O}_3$)进行物相分析和粒度测定。三氧化二锰($\gamma\text{-Mn}_2\text{O}_3$)纳米晶采用液相均相沉淀法合成,以氯化锰为锰源,过氧化氢为氧化剂,与氢氧化钠反应合成 Mn_2O_3 。制备过程中氢氧化钠的滴加速度、表面活性剂的浓度和热处理温度对产物粒度有很大影响。化学反应方程式如下:



三、仪器与试剂

1. 仪器

X 射线衍射仪,玛瑙研钵,烧杯,量筒,电磁搅拌,瓷坩埚,马福炉,脱脂棉。

2. 试剂

氯化锰($\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$),过氧化氢(H_2O_2),十二烷基苯磺酸钠($\text{C}_{18}\text{H}_{29}\text{NaO}_3\text{S}$),氢氧化钠(NaOH)。

四、实验步骤

1. 纳米 Mn_2O_3 粉末样品的制备

把 $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 晶体溶于水中,配成浓度为 0.125 mol/L 的溶液 200 mL ,同时加入 8 mL

2.5 mol/L 的 H_2O_2 作氧化剂, 然后加入 12 mL 浓度为 0.025 mol/L 的 $\text{C}_{18}\text{H}_{29}\text{NaO}_3\text{S}$ (十二烷基苯磺酸钠) 表面活性剂, 溶液中出现了非常轻微的浑浊现象。在电磁搅拌下, 待混合均匀后缓慢加入 12 mL 2.5 mol/L 的 NaOH 溶液, 继续搅拌直到沉淀完全。分离出沉淀, 放入瓷坩埚中在 100 °C 下烘干, 将粉末重新研磨后放入马福炉中, 在 250 °C 下热处理 2 h。保留好样品进行物相分析和粒径测定。

2. X 射线衍射分析

(1) 粉末样品的准备

样品研磨: 对于粒度较大样品, 可先用研钵将样品研细至 200~300 目, 一般用手指压研无颗粒感觉即可, 以防止可能出现的择优取向。本实验中纳米 Mn_2O_3 粉末样品不需研磨。

样品压片: 将粉末样品放入样品板(图 2-2)的槽内压实, 注意从上向下压, 不要来回滑动用来压实样品的玻璃片, 以防止样品压片时产生择优取向。

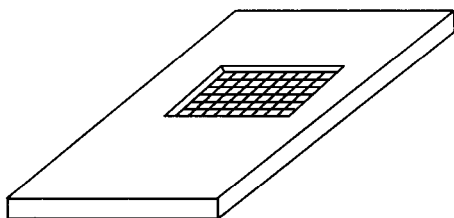


图 2-2 X 射线粉末样品板

(2) 衍射条件的确定

根据不同的样品, 选用不同的扫描范围、狭缝宽度、扫描速度、计数仪的时间常数、衰减倍数等, 每种型号的 X 射线衍射仪在测角仪的扫描速度 $\omega(^{\circ}/\text{min})$ 、时间常数 $T(\text{s})$ 和接收狭缝 F 的宽度 $D(\text{mm})$ 这三者之间有一个最佳的比例关系。请在

仪器管理人员帮助下确定相应的实验条件。

(3) X 射线衍射图的记录

在仪器管理人员或实验指导教师指导下, 将压好的样品槽放入 X 射线衍射样品槽位置上, 注意不要放错位置。调仪器至工作状态后, 测定样品的 X 射线衍射图。

五、数据处理

1. 物相分析

用多晶 X 射线衍射图(XRD)确定产物的物相。

(1) 计算 d 值

将样品名称或编号及实验条件记录在所得 X 射线衍射图上。标出衍射峰的 2θ 角位置及对应的强度 I/I_0 (将最高的衍射峰定为 I_0 , 再定出其他衍射峰的相对强度 I/I_0)。由布拉格公式求出当 $n=1$ 时的各衍射角的 d 值(λ 和 θ 已知)。

(2) 确定产物物相

将得到的 d 和 I/I_0 按 d 值由大到小排列, 查阅 JCPDS 卡片索引, 再由索引给出的卡片号找到卡片后, 确定样品化学式和相对应的结晶学数据。本实验可在卡片中查出 Mn_2O_3 的多晶标准衍射卡片, 将样品的 d 值和相对强度与标准卡片上的数据相对照, 确定产物是否为 $\gamma\text{-Mn}_2\text{O}_3$ 。

2. 粒度分析

纳米粒子的平均粒径可由 Scherrer(谢乐)公式求出: