



国家级实验教学示范中心基础化学实验系列教材
普通高等教育“十二五”规划教材

基础化学实验2



物质制备与分离

王书香 翟永清 主编



化学工业出版社



国家级实验教学示范中心基础化学实验系列教材
普通高等教育“十二五”规划教材

基础化学实验2

物质制备与分离

王书香 翟永清 主编

徐建中 段慧云 王利勇 副主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

《基础化学实验 2 物质制备与分离》第 2 版精选了无机、有机化合物的制备实验 124 个,内容涵盖了基础的无机、有机合成实验。紧密联系实际,有针对性地选取与日常应用或工业生产相关的合成实验和提取分离实验,对近年来在教学实践中采用的新实验及改进的合成方法与技术给予了特别关注。考虑到目前化工产品检验的重要性,增加了部分化合物的制备与检测方法的内容。注重培养学生绿色化学理念,增加综合性实验训练。涉及微量实验、绿色实验、天然产物提取等,包括目前材料、能源领域发展迅猛的新材料的合成。

《基础化学实验 2 物质制备与分离》第 2 版可以作为化学、化工、材料、环境、生物、农林等专业的基础化学实验课教材,也是化学、化工、材料等领域科研人员和实验室人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验 2 物质制备与分离/王书香,翟永清
主编. —2 版. —北京:化学工业出版社,2015.4

国家级实验教学示范中心基础化学实验系列教材 普
通高等教育“十二五”规划教材

ISBN 978-7-122-23264-9

I. ①基… II. ①王…②翟… III. ①化合物-制备-
化学实验-高等学校-教材②化合物-分离-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(2015)第 044809 号

责任编辑:刘俊之

装帧设计:韩 飞

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印 刷:北京永鑫印刷有限责任公司

装 订:三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 13 字数 329 千字 2015 年 6 月北京第 2 版第 1 次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:32.00 元

版权所有 违者必究

前言

《基础化学实验2 物质制备与分离》第一版于2009年出版。第2版是按照高等教育化学、化工及相关专业化学实验教学的基本要求,在第一版教材教学实践和广泛征集使用学校意见的基础上修订而成的。历经六年教学实践的检验,及时吸纳来自教学一线教师的意见和建议,不断改进、更新与提高。

本次修订在保持第一版精华与特色的基础上,充分考虑到化学所涉及的重要的、有代表性的、典型的反应与类型,并兼顾新理论、新反应和新技术;其次考虑到安全和减少环境污染,适当调整了部分内容。

1. 考虑到目前化工产品检验的重要性,增加了部分化合物的制备与检测方法的内容。例如:实验2 离子交换法制备碳酸氢钾及含量测定,实验7 氧化锆纳米粉末的合成与材料表征,实验15 由碳酸氢铵和食盐制备碳酸钠及其含量的测定,实验16 硫代硫酸钠的制备及含量的测定,实验17 七水合硫酸锌、活性氧化锌的制备及其含量的测定,实验39 葡萄糖酸锌的制备及锌含量测定等。

2. 紧密联系实际,有针对性地选取与日常应用或工业生产相关的合成实验和提取分离实验,提高学生的兴趣。例如:实验20 水热法制备 BiFeO_3 纳米粉体及其阻燃消烟性能测试,实验40 8-羟基喹啉铝配合物的合成表征及发光性质,实验50 对甲苯磺酸钠的制备,实验69 邻苯二甲酸二丁酯的制备,实验77 α -D-葡萄糖五乙酸酯的制备,实验118 4-(4'-正丁基环己基)苯甲酸戊基苯酚酯的制备,实验124 从虾蟹壳制取氨基葡萄糖盐酸盐等。

3. 培养学生绿色化学理念。绿色化学的核心内涵体现在减少“三废”的排放,重复使用催化剂、载体等,降低成本,减少废物排放,回收、再生原料,以加强对学生环保意识的培养。

4. 对近年来在教学实践中采用的新实验及改进的合成方法与技术给予了特别关注。例如:实验10 低温熔盐法制备 LaFeO_3 纳米粉体及其光催化性能,实验19 水热法制备纳米尖晶石型 NiFe_2O_4 及表征,实验20,实验25 微波法合成羟基磷灰石及分析表征。

5. 增加综合性实验训练。综合性实验可以锻炼学生综合应用所学知识分析、解决问题的能力,激发和培养学生的创新意识。例如:实验10,实验19,实验25,实验31 八钼酸铵的制备及表征。

限于编者水平,书中疏漏之处,还望读者批评指正。

编者
2015年2月

第一版 前 言

根据教育部《关于进一步深化本科教学改革、全面提高教学质量的若干意见》、《高等学校本科教学质量与教学改革工程》、《普通高等学校本科化学专业规范》等相关要求,在知识传授、能力培养、素质提高、协调发展的教育理念和以培养学生创新能力为核心的实验教学观念指导下,在研究化学实验教学与认知规律的基础上,将实验内容整合为基础型实验、综合型实验和研究创新型实验三大模块,形成“基础—综合—研究创新”交叉递进式三阶段实验教学新体系。学生在接受系统的实验基本知识、基本技术、基本操作训练的基础上,进行一些综合性、设计性实验训练,而后通过创新实验进入毕业论文与设计环节,完成实验教学与科研的对接。

《基础化学实验》系列教材是在上述实验教学体系框架下,以强化基础训练为核心,以培养学生良好的科学实验规范为主要教学目标,以化学实验原理、方法、手段、操作技能和仪器使用为主要内容,逐步培养学生文献查阅、科研选题、实验组织、实验实施、实验探索、结果分析与讨论、科研论文的撰写能力,培养学生创新能力,为综合化学实验和研究创新实验打下良好的基础。在实验教学内容上增加现代知识、现代技术容量,充分融合化学实验新设备、新方法、新技术、新手段,将最新科研成果转化为优质实验教学资源,从宏观上本着宽领域、渐进式、交互式、创新式、开放式来编排,将原隶属于《无机化学实验》、《有机化学实验》、《物理化学实验》、《分析化学实验》、《仪器分析实验》和《化工基础实验》的相关内容按照新的实验教学体系框架综合整编为《基础化学实验1 基础知识与技能》、《基础化学实验2 物质制备与分离》、《基础化学实验3 分析检测与表征》、《基础化学实验4 物性参数与测定》、《基础化学实验5 综合设计与探索》五个分册,力争实现基础性和先进性的有机结合,教学、科研和应用的结合。

本系列教材可作为高等学校化学、化工、应用化学、材料化学、高分子材料与工程、药学、医学、生命科学、环境科学、环境工程、农林、师范院校等相关专业本科生基础化学实验教材,也可作为有关人员的参考用书。在使用时各校可结合具体的教学计划、教学时数、实验室条件等加以取舍,也可根据实际需要增减内容或提高要求。

“物质制备与分离”是《基础化学实验》系列教材中的第2分册,共包括7章。第1章为无机化合物的制备,第2章为金属有机化合物的制备,第3章为有机化合物的常量合成,第4章为有机化合物的小量、半微量及微量合成,第5章为绿色有机合成,第6章为多步连续合成,第7章为天然有机化合物的提取、生物转化与手性拆分。在加强合成实验训练、强化分离和纯化操作的指导思想下,根据无毒化、绿色化和实用化选编了121个实验。从环保的角度出发,注意渗透化学实验绿色化的理念,把常量、小量实验扩展到半微量、微量实验,以训练有机化学实验的基本操作技能和素质能力的培养,使学生在掌握扎实常量操作技能的基础上,选做部分半微量、微量实验,循序渐进,逐步提高,以培养学生科研工作的能力。引进了超声波、微波促进的化学反应,以及光反应、电化学、离子液体、超临界、生物

转化、无溶剂反应等新合成技术，以便使学生了解化学科学与实验技术的发展。有些实验将反应、合成、分离、纯化、物性的测定和波谱鉴定等环节联成一体，以增加实验内容的研究性和探索性，从而培养学生的实践能力和综合能力。

书末所列参考文献对本书的编写给予了启示和支持，编者借鉴了其中许多有益的内容。本系列教材编委会主要成员对该书进行了审阅并提出了许多建设性意见，化学工业出版社给予了大力支持，在此一并致谢！

由于编者水平有限，书中不足之处在所难免，恳请同行与读者批评指正。

编者

2009 年 1 月于河北大学

目 录

第 1 章 无机化合物的制备	1
实验 1 硫酸亚铁铵的制备	1
实验 2 离子交换法制备碳酸氢钾及含量测定	2
实验 3 碱法制备硫酸铝	5
实验 4 钛酸四丁酯水解法制备 TiO_2	6
实验 5 均匀沉淀法合成纳米氧化锌	7
实验 6 β -磷酸三钙骨修复材料的制备	8
实验 7 氧化锆纳米粉末的合成与材料表征	9
实验 8 溶胶-凝胶法制备多孔 SiO_2	10
实验 9 溶胶-凝胶法合成纳米二氧化锶	11
实验 10 低温熔盐法制备 LaFeO_3 纳米粉体及其光催化性能	12
实验 11 复分解法制备硝酸钾	13
实验 12 氧化还原溶胶-凝胶法制备 LiCoO_2	15
实验 13 氯化亚铜的制备	16
实验 14 低温固相合成磷酸锌	17
实验 15 由碳酸氢铵和食盐制备碳酸钠及其含量的测定	18
实验 16 硫代硫酸钠的制备及含量的测定	20
实验 17 七水合硫酸锌、活性氧化锌的制备及其含量的测定	22
实验 18 水热法制备纳米氧化铁材料	24
实验 19 水热法制备纳米尖晶石型 NiFe_2O_4 及表征	25
实验 20 水热法制备 BiFeO_3 纳米粉体及其阻燃消烟性能测试	26
实验 21 电化学法合成碘酸钾	28
实验 22 高温合成法制备无水三氯化铬	29
实验 23 高温陶瓷材料——钛酸铝的制备	31
实验 24 微波辐射法合成磷酸锌	31
实验 25 微波法合成羟基磷灰石及分析表征	32
实验 26 微波合成非晶形 ZrO_2	34
实验 27 醋酸亚铬的制备	35
实验 28 超声波辐射法制备超细 SnO_2	37
实验 29 钨磷酸的制备	38
实验 30 12-钨硅酸的制备、结构及性质	39
实验 31 八钼酸铵的制备及表征	40

实验 32	红色稀土发光材料 $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}$ 的制备	42
实验 33	镁铝水滑石的合成及产物中铝含量的测定	43
实验 34	室温固相反应法合成硫化镉半导体材料	45
实验 35	固体超强酸的制备及表征	46
实验 36	铬(Ⅲ)配合物的制备和分裂能的测定	47
实验 37	硫酸四氨合铜(Ⅱ)的制备、组成分析及物性测定	49
实验 38	三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备和组成测定	52
实验 39	葡萄糖酸锌的制备及锌含量测定	54
实验 40	8-羟基喹啉铝配合物的合成表征及发光性质	56
实验 41	碱式硫酸镁晶须的合成	58
实验 42	磁阻材料 $\text{La}_{0.67}\text{Sr}_{0.33}\text{MnO}_3$ 的制备与表征	59
第 2 章 金属有机化合物的制备		61
实验 43	二茂铁的制备	61
实验 44	苯基溴化镁和三苯甲醇的制备	62
实验 45	正丁基锂的制备与含量测定	65
实验 46	二甲基铜锂的制备	66
实验 47	二乙基铜锂的制备	67
第 3 章 有机化合物的常量合成		69
实验 48	正溴丁烷的制备	69
实验 49	1,2-二溴乙烷的制备	71
实验 50	对甲苯磺酸钠的制备	73
实验 51	丙磺酸内酯的制备	75
实验 52	β -萘乙醚的制备	76
实验 53	2-溴甲基-3-硝基苯甲酸甲酯的制备	77
实验 54	环戊酮的制备	79
实验 55	维生素 K_3 的制备	79
实验 56	溴苯的制备	81
实验 57	硝基苯的制备	83
实验 58	对二叔丁基苯的制备	85
实验 59	苯乙酮的制备	87
实验 60	3-苯基-1-(4-甲基苯基)-丙烯-1-酮的制备	88
实验 61	邻硝基苯酚和对硝基苯酚的制备	89
实验 62	苯胺的制备	92
实验 63	间硝基苯胺的制备	94
实验 64	对硝基苯甲酸的制备	95
实验 65	扁桃酸的制备	97
实验 66	三甲基乙酸的制备	99
实验 67	邻氨基苯甲酸的制备	100
实验 68	苯甲酸乙酯的制备	102
实验 69	邻苯二甲酸二丁酯的制备	105
实验 70	乙酰乙酸乙酯的制备与性质	107
实验 71	对氯甲苯、邻氯甲苯的制备	110

实验 72	间硝基苯酚的制备	112
实验 73	氢化肉桂酸的制备	113
实验 74	邻羟基苯乙酸的制备	115
实验 75	ϵ -己内酰胺的制备	116
实验 76	喹啉的制备	117
实验 77	α -D-葡萄糖五乙酸酯的制备	119
实验 78	对氨基苯乙腈硫酸盐的制备	120
实验 79	对羟基苯乙酸的制备	121
实验 80	对羟基苯乙酸对甲氧基苄酯的制备	122
第 4 章 有机化合物的小量、半微量及微量合成		124
实验 81	三苯基氯甲烷的制备与三苯甲基自由基、正离子和负离子的检验	124
实验 82	环己酮的制备	125
实验 83	对氨基苯甲酸乙酯的制备	128
实验 84	4-对甲苯基-4-氧代丁酸的制备	129
实验 85	1-苯基-3-芳基-4-硝基丁酮的制备	130
实验 86	偶氮苯的制备	131
实验 87	甲基橙的制备	132
实验 88	4-丁基-1-苯基环己烷的制备	134
实验 89	对氨基苯酚的制备	135
实验 90	二苯酮与二苯酮肟的制备	137
实验 91	二苯甲醇的制备	138
实验 92	对羟基苯乙酮和邻羟基苯乙酮的制备	140
实验 93	蒽与顺丁烯二酸酐的加成	141
第 5 章 绿色有机合成		143
实验 94	偶氮苯的光化异构化	143
实验 95	苯频哪醇和苯频哪酮的制备	144
实验 96	3-羟基-2,6-二甲基-5-庚烯的制备	146
实验 97	苯甲醇和苯甲酸的制备	147
实验 98	苯亚甲基苯乙酮的制备	148
实验 99	尼群地平的制备	150
实验 100	3-氯-4-氟硝基苯的制备	151
实验 101	电化学合成碘仿	152
实验 102	苯甲酸的制备	153
实验 103	2-苯基苯并吡喃酮的制备	154
实验 104	己二酸的制备	155
实验 105	离子液体中合成肉桂酸	158
第 6 章 多步连续合成		160
实验 106	18-冠-6 的制备	160
实验 107	对硝基苯胺的制备	161
实验 108	对氨基苯磺酰胺的制备	164
实验 109	2-硝基-1,3-苯二酚的制备	165
实验 110	对氨基苯甲酸的制备	166

实验 111	盐酸苯海索的制备	168
实验 112	阿司匹林和阿司匹林铝的制备	169
实验 113	4-苯基-2-丁酮和亚硫酸氢钠加成物的制备	172
实验 114	香豆素-3-羧酸的制备	174
实验 115	(<i>E</i>)-1,2-二苯乙烯的制备	175
实验 116	2-乙酰基环己酮的制备	177
实验 117	Aza-BODIPY 荧光染料的制备	178
实验 118	4-(4'-正丁基环己基) 苯甲酸戊基苯酚酯的制备	180
第 7 章	天然有机化合物的提取、生物转化与手性拆分	183
实验 119	从肉桂皮中提取肉桂油及其主要成分的鉴定	183
实验 120	乙醇的生物合成	184
实验 121	苦杏仁酸的拆分	186
实验 122	酶法拆分法制备 D-苯丙氨酸	188
实验 123	面包酵母还原苯乙酮合成 S-1-苯基乙醇	189
实验 124	从虾蟹壳制取氨基葡萄糖盐酸盐	190
参考文献		193

第1章 无机化合物的制备

实验1 硫酸亚铁铵的制备

【实验目的】

了解复盐的一般特性以及硫酸亚铁铵的制备方法；掌握水浴加热、蒸发、结晶、减压过滤等基本操作。

【实验原理】

硫酸亚铁铵 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 又称摩尔盐，为浅绿色晶体。它在空气中不易被氧化，比硫酸亚铁稳定得多，而且价格低廉，制造工艺简单，应用广泛。工业上常用作废水处理的混凝剂，农业上常用作农药及肥料，在定量分析上常用作氧化还原滴定的基准物质。它能溶于水，但难溶于乙醇，在 $0\sim 60^\circ\text{C}$ 的范围内，硫酸亚铁铵在水中的溶解度比组成它的每一个组分的溶解度都小，因而有利于结晶分离。本实验采用铁屑与稀硫酸作用，制得硫酸亚铁溶液：



然后硫酸亚铁溶液与硫酸铵溶液作用，生成溶解度较小的硫酸亚铁铵晶体。



【仪器与试剂】

锥形瓶 (150mL)，烧杯 (150mL、400mL)，量筒 (10mL、50mL)，蒸发皿，表面皿，水浴锅，台秤，漏斗，布氏漏斗，吸滤瓶，真空泵。

HCl ($2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)， H_2SO_4 ($3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)， NaOH ($1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)， Na_2CO_3 ($1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)，固体 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ，铁屑，乙醇 (95%)。

【实验操作】

1. 硫酸亚铁铵的制备

(1) 铁屑的净化 称取 2g 铁屑，放入 150mL 烧杯中，加入 20mL $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{Na}_2\text{CO}_3$ 溶液，小火加热约 10min，以除去铁屑表面油污。用倾析法除去碱液，再用水将铁屑洗净。

(2) 硫酸亚铁的制备 在盛有洗净铁屑的烧杯中，加入 15mL $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液，盖上表面皿，放在水浴上加热 (大约需要 0.5h，温度控制在 $70\sim 80^\circ\text{C}$)，使铁屑与稀硫酸发生反应 (在通风橱中进行)。在反应过程中要适当地添加去离子水，以补充蒸发掉的水分。当反应进行到不再产生气泡时，表示反应基本完成。趁热过滤，滤液转入蒸发皿中。将烧杯和滤纸上的残渣洗净，收集在一起，用滤纸吸干后称其质量 (如残渣量极少，可不收集)，计算已作用的铁屑的质量。

(3) 硫酸铵饱和溶液的配制 根据已作用的铁的质量和反应式中的化学计量关系，计算出所需 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 的质量和室温下配制硫酸铵饱和溶液所需要的水的体积（几种盐的溶解度见表 1.1）。根据计算结果，在烧杯中配制 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 饱和溶液。

表 1.1 几种盐的溶解度							单位: $\text{g} \cdot 100\text{g 水}^{-1}$
化 合 物	0℃	10℃	20℃	30℃	40℃	50℃	70℃
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	70.6	73.0	75.4	78.0	81.0	84.5	89.6
$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	15.65	20.51	26.5	32.9	40.2	48.6	56.0
$\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	12.5	17.2	21.6	28.1	33.0	40.0	52.0

(4) 硫酸亚铁铵的制备 将 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 饱和溶液倒入盛 FeSO_4 溶液的蒸发皿中，混匀后用 pH 试纸检验 pH 值是否为 1~2，若酸度不够，用 $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 H_2SO_4 溶液调节。

在水浴上蒸发混合溶液，浓缩至表面出现一层晶膜为止（注意蒸发过程不宜搅动）。静置，让溶液自然冷却，冷至室温时，便析出硫酸亚铁铵晶体。抽滤至干，再用 5mL 乙醇（95%）淋洗晶体，以除去晶体表面上附着的水分。继续抽干，取出晶体，在表面皿上晾干。称其质量，并计算产率。

2. 数据记录和处理（见表 1.2）

表 1.2 数据记录和结果					
已作用的 铁的质量/g	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 饱和溶液		$\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$		
	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 质量/g	H_2O 的体积/mL	理论产量/g	实际产量/g	产率/%

【思考题】

- 1. 为什么硫酸亚铁溶液和硫酸亚铁铵溶液都要保持较强的酸性？
- 2. 制备硫酸亚铁铵时，为什么采用水浴加热？
- 3. 硫酸亚铁铵制备的蒸发浓缩过程为什么不宜搅动？

实验 2 离子交换法制备碳酸氢钾及含量测定^[1]

【实验目的】

了解用离子交换法制备碳酸氢钾的原理；学会安装离子交换柱及制备碳酸氢钾溶液的工艺操作；酸碱滴定训练。

【实验原理】

碳酸氢钾晶体是无色透明的单斜晶系结晶，它是生产碳酸钾、乙酸钾、亚砷酸钾等钾盐的重要原料，亦可作为石油、化学品的灭火剂或用于医药。制备碳酸氢钾的方法有碳化法、吡啶法、有机胺法和阳离子交换法等。阳离子交换法具有原料易得、生产成本低、原料利用率高、没有污染公害等优点，副产氯化铵。

本实验选用聚苯乙烯磺酸型强酸性阳离子交换树脂（活性基团为 $-\text{SO}_3$ ），经预处理，将它从氢型完全转换为钾型：



用去离子水洗去留在树脂间隙中的 H^+ 和 Cl^- ，得到钾型树脂，可表示为 $\text{Ar}-\text{SO}_3\text{K}$ ，

交换基团上的 K^+ 可与溶液中的阳离子进行交换。洗净后将碳酸氢铵溶液顺流通过树脂交换柱,使钾型树脂变为铵型:



实际所得到的淋洗液是含有少量碳酸氢铵的碳酸氢钾溶液。将交换液在较低温度下蒸发,使碳酸氢铵分解,并进一步浓缩结晶,即得碳酸氢钾晶体。

在离子交换树脂上进行的交换反应是可逆的,可以通过控制流速、反应温度、溶液浓度和溶液体积等因素使反应按所需要的方向进行,从而达到最佳交换的目的。利用反应的可逆性,再将 KCl 溶液送入交换柱,即可使铵型树脂再生为钾型树脂,同时副产氯化铵。



【仪器与试剂】

碱式滴定管 (50mL), 酸、碱式滴定管 (50mL), 螺旋夹, 锥形瓶 (250mL), 烧杯 (100mL、250mL), 量筒 (10mL), 移液管 (10mL、25mL), 容量瓶 (100mL)。

732 型强酸性阳离子交换树脂, NH_4HCO_3 ($2.0mol \cdot L^{-1}$), KCl ($2.0mol \cdot L^{-1}$), HCl 标准溶液 ($0.1mol \cdot L^{-1}$), HCl ($2.0mol \cdot L^{-1}$), $NaOH$ 标准溶液 ($0.01mol \cdot L^{-1}$), $NaOH$ ($2.0mol \cdot L^{-1}$), $AgNO_3$ ($0.1mol \cdot L^{-1}$), $Ba(OH)_2$ (饱和), 酚酞, 甲基橙, 奈斯勒试剂, 铂丝 (或镍铬丝), pH 试纸。

【实验操作】

1. 树脂预处理 (转型)

取 732 型阳离子交换树脂 20g 放入 100mL 烧杯中,先用 50mL $2.0mol \cdot L^{-1} KCl$ 溶液浸泡 24h,再用去离子水洗 2~3 次,直到溶液中不含 Cl^- (用 $AgNO_3$ 溶液检验)。并用去离子水浸泡,待用。

2. 装柱

以 50mL 碱式滴定管作为交换柱,在柱内的下部放一小团玻璃纤维,并取下其下方乳胶管中的玻璃珠,橡皮管用螺旋夹夹住,将交换柱固定在铁架台上。在滴定管中注入少量去离子水,排出橡皮管和尖嘴中的空气。

将经预处理的阳离子树脂 (带水) 装入改装过的滴定管中,树脂沿水下沉,这样不致带入空气。若水过满,可松开螺旋夹放掉部分水,当上部残留的水达 2~3cm 时,在顶部装入一小团玻璃纤维或脱脂棉,防止注入溶液时将树脂冲起。在整个操作过程要保持树脂被水覆盖。如果树脂层中进入空气,会产生缝隙,形成偏流使交换效率降低。若出现这种情况,应将螺旋夹旋紧,挤压橡皮管,排出橡皮管和尖嘴中的空气,并将管内气泡排出,或重新装柱。

将 10mL 去离子水慢慢注入交换柱中,调节螺旋夹,控制流速为 $25 \sim 30d \cdot min^{-1}$,不宜太快。用 10mL 量筒承接流出的水。

3. 交换

用量筒量取 $2.0mol \cdot L^{-1} NH_4HCO_3$ 溶液 10.0mL,当滴定管中水面下降到高出树脂层约 1cm 时,将 NH_4HCO_3 加入交换柱中,用小烧杯承接流出液。

开始交换时,不断用 pH 试纸检查流出液,当其 pH 稍大于 7 时,换用 10mL 量筒承接流出液 (此前所收集的流出液基本上是水,可弃去不用)。用 pH 试纸检查流出液,当 pH 接近 7 时,可停止交换。记下所收集的流出液体积 $V(KHCO_3)$ 。流出液留作定性检验和定量分析用。

4. 洗涤

当柱内液面下降到高出树脂约 1cm 时, 用去离子水洗涤交换柱内的树脂, 以 $30\text{d} \cdot \text{min}^{-1}$ 左右的流速进行洗涤, 直到流出液的 pH 为 7。

这样的树脂仍有一定的交换能力, 可重复进行上述交换操作 1~2 次。树脂经再生后可反复使用。

5. 定性检验

通过定性检验上柱液和流出液, 以确定流出液的主要成分。分别取 $2.0\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NH_4HCO_3 和流出液进行以下项目的检验:

- (1) 用奈斯勒试剂检验 NH_4^+ ;
- (2) 用铂丝做焰色反应检验 K^+ ;
- (3) 用 $2.0\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 溶液和饱和 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 溶液检验 HCO_3^- ;
- (4) 用 pH 试纸检验溶液的 pH 值。

将检验结果填入表 1.3。

表 1.3 定性检验结果

检验项目	NH_4^+	K^+	HCO_3^-	实测 pH	计算 pH
NH_4HCO_3 溶液					
流出液					

结论: 流出液中有_____。

6. 定量分析

- (1) 将收集的流出液用 100mL 容量瓶定容。
- (2) NH_4^+ 含量测定。从容量瓶中吸取 25mL 样液, 以酚酞为指示剂, 用 $0.01\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 标准溶液滴定。
- (3) 总 HCO_3^- 含量测定。从容量瓶中吸取 10mL 样液, 以甲基橙为指示剂, 用 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 标准溶液滴定。
- (4) 计算 KHCO_3 的产率。

7. 树脂的再生

交换达到饱和后的离子交换树脂, 不再具有交换能力。可先用去离子水洗涤树脂到流出液中无 NH_4^+ 和 HCO_3^- 为止。再用 $2.0\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ KCl 溶液以 $30\text{d} \cdot \text{min}^{-1}$ 的流速流经树脂, 直到流出液中无 NH_4^+ 为止, 以使树脂恢复到原来的交换能力, 这个过程被称为树脂的再生。再生时, 树脂发生了交换反应的逆反应:



可以看出, 树脂再生时可以得到 NH_4Cl 溶液。

再生后的树脂要用去离子水洗至无 Cl^- , 并浸泡在去离子水中, 留作以后实验使用。

【注意事项】

- 1. 装柱时, 树脂必须带水一起装入, 否则柱内会留有气泡, 影响交换。
- 2. 交换速率不易太快, 一般控制在 $25\sim30\text{d} \cdot \text{min}^{-1}$ 。

【结果与讨论】

1. NH_4^+ 含量测定

试样体积 $V =$ _____ mL, $c_{\text{NaOH}} =$ _____ $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。数据记录和结果见表 1.4。

$$c_{\text{NH}_4^+} = c_{\text{NaOH}} V_{\text{NaOH}} / V_{\text{样}}$$

表 1.4 NH₄⁺ 含量测定数据记录和结果

滴定编号	I	II	III
NaOH 滴定终点读数/mL			
NaOH 滴定前读数/mL			
NaOH 滴定体积/mL			
NH ₄ ⁺ 浓度/mol · L ⁻¹			

2. 总 HCO₃⁻ 含量测定

试样体积 V = _____ mL, c_{HCl} = _____ mol · L⁻¹。数据记录和结果见表 1.5。

$$c_{\text{总HCO}_3^-} = c_{\text{HCl}} V_{\text{HCl}} / V_{\text{样}}$$

表 1.5 总 HCO₃⁻ 含量测定数据记录和结果

滴定编号	I	II	III
HCl 滴定终点读数/mL			
HCl 滴定前读数/mL			
HCl 滴定体积/mL			
总 HCO ₃ ⁻ 浓度/mol · L ⁻¹			

3. KHCO₃ 的产率

$$\text{产率}(\%) = \frac{(c_{\text{总HCO}_3^-} - c_{\text{NH}_4^+}) \times 100}{c_{\text{NH}_4\text{HCO}_3} V_{\text{NH}_4\text{HCO}_3}}$$

4. 讨论影响 KHCO₃ 产率的主要因素。

5. 分析 NH₄⁺ 和 HCO₃⁻ 含量分析中误差的主要来源。

【思考题】

- 1. 转型时，为什么当 pH 接近 7 时可认为转型完全？
- 2. 总 HCO₃⁻ 含量测定时能否用酚酞作指示剂？为什么？

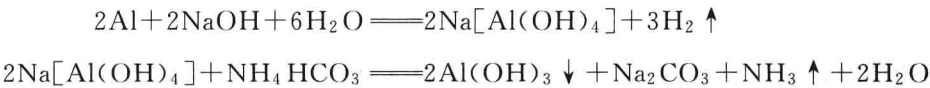
实验 3 碱法制备硫酸铝

【实验目的】

了解碱法制备硫酸铝的基本原理，加深对氢氧化铝两性的认识；进一步掌握水浴加热、蒸发、结晶、减压过滤等基本操作。

【实验原理】

本实验是利用金属铝可以溶解于 NaOH 溶液的特点，先制备铝酸钠，再用 NH₄HCO₃ 调节溶液的 pH 值至 8~9，将其转化为 Al(OH)₃。Al(OH)₃ 溶于 H₂SO₄ 生成 Al₂(SO₄)₃，在低温下结晶，即得硫酸铝晶体 Al₂(SO₄)₃ · 18H₂O，主要反应如下：





$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ 为白色六角形鳞片或针状结晶，易溶于水，极难溶于酒精，在空气中易潮解。加热至赤热即分解成为 SO_3 和 Al_2O_3 。

【仪器与试剂】

托盘天平，烧杯（250mL、150mL），量筒（100mL、10mL），吸滤瓶，布氏漏斗，蒸发皿（75mL）。

NaOH （固体），铝片， NH_4HCO_3 （饱和）， H_2SO_4 （ $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ），无水酒精，pH 试纸（广范）。

【实验操作】

1. 制备铝酸钠

迅速称取 0.75g NaOH 固体倒入 150mL 烧杯中，加入 15mL 蒸馏水，搅拌使溶解。加入 0.25g 铝片（分几次加入。注意：反应剧烈，防止溅入眼内）。反应完毕后，加入水约 13mL，用布氏漏斗抽滤。

2. $\text{Al}(\text{OH})_3$ 的生成和洗涤

将上述铝酸钠溶液转入 250mL 烧杯中，加热至沸，并保持沸腾，在不断搅拌下以细流状缓慢加入 20mL 饱和 NH_4HCO_3 溶液，加毕，将沉淀煮沸数分钟并不断搅拌（注意：加热过程中要不停地搅拌，停止加热后还要搅拌数分钟，以防止迸溅！），静置澄清，用 pH 试纸检验清液，pH 值为 8~9 时证明沉淀已经完全（如果 $\text{pH} > 9$ ，则再加入少量 NH_4HCO_3 ），然后倾出清液。

往 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 沉淀中加入 30~40mL 热蒸馏水，煮沸并充分搅拌洗涤，抽滤（注意：不必抽干就停止抽滤，再加水洗，再抽滤），洗至溶液 $\text{pH}=7\sim 8$ 为止（洗 4~5 次），最后抽干。

3. 制备硫酸铝

将制得的 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 沉淀转入 75mL 蒸发皿中，加入 5mL $3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ H_2SO_4 溶液（ H_2SO_4 不要过量），搅拌，得到浑浊溶液。将浑浊溶液在水浴上加热并加以搅拌，使 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 完全溶解。继续水浴加热浓缩至约为原来浑浊溶液体积的 1/2（不要过分浓缩，稀些结晶较好，工业上浓缩至相对密度约 1.38），然后缓慢冷却结晶〔结晶析出慢时，可加 3mL 无水酒精以减小 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 的溶解度〕。待结晶后，用布氏漏斗抽滤（尽量抽干）迅速称重，计算产率（注意：产品回收作为其他实验试剂）。

【思考题】

1. 本实验中，铝中的杂质铁是如何除去的？
2. 将铝酸钠转化为氢氧化铝时，所加的碳酸氢铵起什么作用？
3. 氢氧化铝的生成和洗涤中，为什么要加热煮沸并充分搅拌？
4. 浓缩硫酸铝溶液进行结晶时，为什么不要过分浓缩？

实验 4 钛酸四丁酯水解法制备 TiO_2 [2,3]

【实验目的】

了解钛酸四丁酯水解法制备 TiO_2 的基本原理和实验方法；掌握真空干燥箱、马弗炉等加热设备的使用方法。

【实验原理】

近年来，为适应电子材料、生物工程材料、复合材料的要求，纳米材料得到了很快的发

展。纳米二氧化钛与普通二氧化钛相比，具有独特的性能，它具有较强的吸收紫外线的的能力，具有高的光催化活性，因而可用于化妆品、油漆分散剂、工业废水处理剂中等。制备纳米二氧化钛的方法很多，目前常见的是液相法和气相法。本实验采用的是醇盐水解法。

以钛醇盐为原料，通过水解和缩聚反应制得溶胶，再进一步缩聚得到凝胶，凝胶经干燥和煅烧处理即可得纳米 TiO_2 。其化学反应式为：



【仪器与试剂】

烧杯，量筒，滴管，真空干燥器，马弗炉。

浓盐酸（37%），钛酸四丁酯，无水乙醇。

【实验操作】

将 5mL 盐酸（37%）和 63mL 去离子水加入 50mL 无水乙醇中，混合均匀得 B 溶液；将 21mL 钛酸四丁酯与 140mL 无水乙醇混合均匀得 A 溶液。将 B 溶液滴加到 A 溶液中，搅拌均匀，水解后陈化得湿凝胶。将湿凝胶经 80°C 真空干燥，煅烧，得到纳米二氧化钛。

不同的煅烧温度，可得到不同晶型的二氧化钛。产品在 500°C 下煅烧，产物为纯锐钛型；在 800°C 下煅烧为纯金红石型。

【思考题】

1. 反应温度对产物的粒径有何影响？
2. 加水量、醇、盐酸的配比对水解过程、产物的收率、粒径等有何影响？

实验 5 均匀沉淀法合成纳米氧化锌^[4,5]

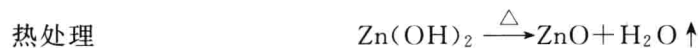
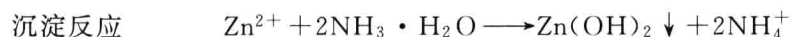
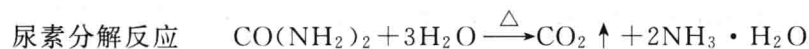
【实验目的】

了解均匀沉淀法制备纳米粉体的原理；掌握沉淀洗涤、转移的基本操作，练习使用恒温磁力搅拌器、马弗炉等仪器；掌握产率的计算方法。

【实验原理】

均匀沉淀合成法是在溶液中加入某种试剂，在适宜的条件下于溶液中均匀地生成沉淀剂，从而使沉淀在整个溶液中均匀析出。这种方法可以避免沉淀剂局部过浓的不均匀现象，使过饱和度控制在适当的范围内，从而控制沉淀粒子的生长速度，能获得粒度均匀、纯度高的超细粒子。

以硫酸锌为原料，尿素为沉淀剂，制备纳米氧化锌的反应方程式如下：



【仪器与试剂】

烧杯（250mL），恒温磁力搅拌器，马弗炉，滤纸，漏斗，托盘天平等。

硫酸锌（分析纯），尿素（分析纯），二次蒸馏水。

【实验操作】

称取 8g 硫酸锌（ m_1 ）和 27g 尿素倒入烧杯，加入 150mL 的蒸馏水溶解，将烧杯置于恒温磁力搅拌器上，于不断搅拌下逐渐升温，随着尿素的慢慢分解，溶液出现浑浊，直到出