



高等教育“十二五”规划教材

综合化学实验

史继诚 车如心 主编

ZONGHE
HUAXUE SHIYAN



北京交通大学出版社
<http://www.bjtu.com.cn>

高等教育“十二五”规划教材

综合化学实验

史继诚 车如心 主编

北京交通大学出版社

· 北京 ·

内 容 简 介

本教材主要包括六部分内容：化工专业基础实验、无机合成方向专业实验、有机合成方向专业实验、材料表面处理方向专业实验、环境化学方向专业实验及专业课程实践训练。本书在编写过程中结合了环境科学与工程学科及化学工程与技术学科的相关专业本科生培养方案、目标，以及我国高校专业实验室现有条件编写而成。本教材按专业方向编排实验内容，突出专业实验的针对性，满足不同学校化学、化工类专业方向的实验要求。

本教材可作为高等院校化工类、化学类、环境类、材料类、制药类等有关专业的本科教学用书，也可供其他相关专业使用，并可作为科研和工程技术人员的参考用书。

版权所有，侵权必究。

图书在版编目 (CIP) 数据

综合化学实验 / 史继诚, 车如心主编. — 北京: 北京交通大学出版社, 2014. 1
(高等教育“十二五”规划教材)

ISBN 978 - 7 - 5121 - 1775 - 4

I. ① 综… II. ① 史… ② 车… III. ① 化学实验 - 高等学校 - 教材 IV. ① O6 - 3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2014) 第 011541 号

责任编辑: 田秀青

出版发行: 北京交通大学出版社

电话: 010 - 51686414

北京市海淀区高粱桥斜街 44 号

邮编: 100044

印刷者: 北京瑞达方舟印务有限公司

经 销: 全国新华书店

开 本: 185 × 260 印张: 17.5 字数: 437 千字

版 次: 2014 年 2 月第 1 版 2014 年 2 月第 1 次印刷

书 号: ISBN 978 - 7 - 5121 - 1775 - 4/O · 129

印 数: 1 ~ 2 000 册 定价: 36.00 元

本书如有质量问题, 请向北京交通大学出版社质监组反映。对您的意见和批评, 我们表示欢迎和感谢。
投诉电话: 010 - 51686043, 51686008; 传真: 010 - 62225406; E-mail: press@bjtu. edu. cn。

前 言

目前,如何通过化学实验课程,培养和提高学生综合运用化学知识的能力,是实验教学工作人员考虑的重要问题。在不同的专业方向上,综合性和设计性实验的开设,是解决此问题的有效方法。综合性、设计性实验内容与四大化学基础实验内容区别很大,其中的某些实验项目直接取材于科研实验,对于学生来说,可以更好地发挥科研反哺教学的作用。使学生通过该类实验,对科学研究的过程有一个清晰的了解,也有助于学生进行毕业设计活动。但综合性、设计性实验往往对实验设备条件要求较高,这也限制了某些综合类实验项目的借鉴采用。在实际中综合性实验的开设,各校都带有自己的科研特色,来自于本专业教师的科研成果或借鉴采纳其他实验教材。本实验教材是结合学校的科研特色,并借鉴兄弟院校在综合性实验开设方面的杰出成果,编写了化学化工专业基础实验、无机材料合成化学、有机材料合成化学、电镀工艺学实验、环境化学、专业课程实践训练方面的综合性实验。本教材综合了无机化学、分析化学、有机化学和物理化学等化学分支学科中重要的实验方法与技术,通过多种实验技术的综合应用来研究无机物或有机物的制备、分离、分析、性能和应用等。专业课程实践训练的重点主要放在培养学生运用化学的基本理论、基础知识和基本技能来解决科研和生产实际问题的能力,特别是新产品研制和开发的能力上,其目的在于促进学生理解、掌握本专业理论知识,提高分析问题、解决问题的能力。

本教材的主要实验内容包括纳米材料的定义与性质、基本制备方法,纳米材料的检测与分析;有机合成中的电化学合成方法,不同形态有机物的分离提纯方法及鉴定;几何异构体配合物的合成方法,分光光度法测定几何异构体配合物的原理及方法;相转移反应的应用,合成制备仪器的组装使用;双配位化合物的制备、分析及确定组成的全过程,离子交换法分离双配合物与有关结构测试的方法;化学镀的一般原理及实验方法;铝阳极氧化的基本原理和实验方法及表面氧化膜检测方法等。

本书可作为高等院校化学化工专业高年级本科生的实验教材。

受编者水平和时间所限,本书不妥和错误之处在所难免,望读者不吝指正。

编者

于大连交通大学环境与化学工程学院

2013年10月

目 录

第一部分 化工专业基础实验

实验一	共沉淀 - 分光光度法测定水中微量钼元素的含量	3
实验二	几何异构体配合物的合成、结构式确定及异构化速率常数的测定	6
实验三	纳米材料的合成与表征	10
实验四	反式 - $[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}_2]_3[\text{Fe}(\text{ox})_3] \cdot 4 \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ 的制备及其组成和性能测定	13
实验五	一种钴 (Ⅲ) 配合物的合成	16
实验六	补锌口服液葡萄糖酸锌的合成与分析	19
实验七	$\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ 抗氧化水基磁流体的制备与表征	22
实验八	配合物键合异构体钴 (Ⅲ) 氨氯化物的制备和性质分析	25
实验九	氢氧化镍的制备与表征	30
实验十	三 (乙二胺) 合钴 (Ⅲ) 盐光学异构体的制备与拆分	33
实验十一	甘氨酸铜螯合物的制备及表征	36
实验十二	电化学方法合成有机化合物	38
实验十三	从淡奶粉中分离、鉴定酪蛋白和乳糖	41
实验十四	$\text{Cr}(\text{Ⅲ})$ 配合物八面体晶体场分裂能 (Δ_o) 的测定	43
实验十五	三草酸合铁 (Ⅲ) 酸钾的制备及配合物组成、电荷测定	46

第二部分 无机合成方向专业实验

实验十六	水热法制备纳米 SnO_2 微粉	53
实验十七	乙酰二茂铁的制备分离和表征	56
实验十八	无机粉体 (CaCO_3) 的聚合物胶囊化改性	60
实验十九	TiO_2 纳米材料的制备与表征	63
实验二十	明矾晶体的制备及组成分析	65
实验二十一	硝酸钾的制备及含量测定	68
实验二十二	电解法制备过二硫酸钾	71
实验二十三	过氧化钙的制备及组成分析	75
实验二十四	非水溶剂合成——四碘化锡的制备	77

第三部分 有机合成方向专业实验

实验二十五	香草醛的合成	81
-------	--------	----

实验二十六	汽油添加剂甲基叔丁基醚的合成、分离和鉴定	83
实验二十七	酸碱指示剂甲基橙的合成	85
实验二十八	增塑剂——邻苯二甲酸二丁酯的合成	87
实验二十九	药物渗透促进剂——氮酮的合成与表征	89
实验三十	雪花膏的配制	92
实验三十一	液体香波的配制	95
实验三十二	咪唑乙酸盐的合成	97
实验三十三	表面活性剂——十二烷基硫酸钠的合成	99
实验三十四	Ⅱ号橙染料的合成及染色	102
实验三十五	水杨酸甲酯（冬青油）的合成	105
实验三十六	3-二甲基氨基苯丙酮盐酸盐的制备	108
实验三十七	2,3-环氧基-2-甲基丙酸甲酯的制备	110
实验三十八	乙酸与正丁醇酯化反应制乙酸正丁酯	112
实验三十九	聚乙烯缩甲醛胶水的制备	116
实验四十	香豆素-3-羧酸的制备	119
实验四十一	彩色固体酒精的制备及燃烧热测定	121
实验四十二	醋酸乙烯酯的乳液聚合及其乳胶涂料的配制	123

第四部分 材料表面处理方向专业实验

实验四十三	金属及非金属的表面处理技术——化学镀与磷化	129
实验四十四	钢铁零件氧化发蓝处理	132
实验四十五	金属铝的阳极氧化	135
实验四十六	金属的电化学腐蚀及其防止	139
实验四十七	电解抛光	143
实验四十八	电镀铜	146
实验四十九	不锈钢腐蚀行为及影响因素的综合评价	149
实验五十	电镀工艺中阴极电流效率的测定	154
实验五十一	非金属（塑料）电镀	157
实验五十二	铜及铜合金着色	160
实验五十三	化学镀镍	162
实验五十四	极化曲线的测定	165
实验五十五	极化曲线测量金属的腐蚀速度	170

第五部分 环境化学方向专业实验

实验五十六	聚铝的合成及评定	175
实验五十七	丙烯酸-丙烯酸羟丙酯共聚物的制备及阻垢性能评定	177
实验五十八	还原沉淀法处理含铬废水	179
实验五十九	水体富营养化程度的评价	181
实验六十	土壤对铜的吸附	185

实验六十一	水中重金属的污染评价	188
-------	------------	-----

第六部分 专业课程实践训练

实验六十二	碱式碳酸铜的制备	193
实验六十三	碳酸氢钠的制备	195
实验六十四	硫酸四氨合铜的制备及表征	197
实验六十五	氯化亚铜的制备与性质	200
实验六十六	解热镇痛药乙酰苯胺的制备 (I)	202
实验六十七	解热镇痛药乙酰苯胺的制备 (II)	205
实验六十八	香料乙酸异戊酯的合成	207
实验六十九	醇酸树脂的合成	209
实验七十	水溶性酚醛树脂胶黏剂的制备	212
实验七十一	聚丙烯酸酯乳液胶黏剂的制备	215
实验七十二	化学反应转化速率和活化能的测定	217
实验七十三	不同尺寸 Fe_3O_4 磁性颗粒的制备和表征	221
实验七十四	导电高分子聚苯胺的制备	223
实验七十五	二草酸合铜 (II) 酸钾的制备和组成测定	226
实验七十六	工业硫酸铜的制备及含量测定	229
实验七十七	工业纯碱 (Na_2CO_3) 的制备及含量测定	232
实验七十八	漂白精的制备及有效氯的测定	235
实验七十九	废干电池的综合利用	238
实验八十	水蒸馏法提取姜油	240
实验八十一	从果皮中提取果胶及果冻的制备	241
实验八十二	氟离子选择电极法测定牙膏中的氟	243
实验八十三	脲醛树脂制备及其黏度的测定	245
实验八十四	茶叶中的咖啡因的提取	247
附录 A	化学实验室安全知识	251
附录 B	环境污染物简介	257
附录 C	实验室管理制度	266

第一部分

化工专业基础实验



实验一 共沉淀 - 分光光度法测定 水中微量钼元素的含量

一、实验目的

- ① 掌握共沉淀富集微量钼金属离子的方法。
- ② 掌握分光光度测定离子浓度的实验方法。

二、实验原理

共沉淀法用于富集微量金属元素组分,可降低常规仪器分析方法(如分光光度法)的最低检测浓度,扩大分析应用范围。

在 $\text{pH}=3.5 \sim 4.0$ 的条件下,新制备的氢氧化铁胶粒表面带有正电荷,它能吸附水中的微量钼(MoO_4^{2-})形成共沉淀。溶液静置、过滤后,将沉淀溶于少量混合酸,然后依次往试液中加入硫氰酸钾显色剂、二氯化锡还原剂,溶液中的钼(VI)被二氯化锡还原为钼(V),钼(V)立即与溶液中的硫氰酸根配合形成橙红色的钼酰硫氰酸配离子 $[\text{MoO}(\text{SCN})_5]^{2-}$ 。与此同时,溶液中的 $\text{Fe}(\text{III})$ 离子也被二氯化锡还原成 $\text{Fe}(\text{II})$ 而消除干扰,最后采用分光光度法测定微量钼元素的含量。

三、实验仪器与药品

1. 仪器

- ① 分光光度计一台。
- ② 分液漏斗等玻璃仪器一套。

2. 药品

① 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 钼(VI)标准溶液:称取0.1840 g 优级纯的钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于适量水中,移入1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。使用时用水稀释为50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的钼(VI)标准溶液。

② 10% SnCl_2 溶液:100 g 二氯化锡($\text{SnCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$)加热溶于100 mL 浓盐酸中,用水稀释至1 L。在配好溶液的试剂中加入少量锌粒保存(SnCl_2 易水解,加酸防止水解)。

③ 盐酸-硫酸混合液:缓慢地将225 mL 浓硫酸加入725 mL 水中,再加入50 mL 浓盐酸,边加边搅拌。

④ 0.10 mol/L FeCl_3 溶液、10% KSCN 溶液、9 mol/L H_2SO_4 溶液、6 mol/L 和1 mol/L 的氨水。

四、实验步骤

1. 工作曲线的绘制

在 50 mL 容量瓶中, 分别加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 和 5.00 mL 50 $\mu\text{g/mL}$ 的钼标准溶液, 依次加入硫酸和盐酸混合酸 15 mL, 6 mL 10% 的硫氰酸钾溶液, 混合均匀, 再加入 3 mL 10% 二氯化锡溶液, 充分混合均匀, 定容至 50 mL, 放置 15 分钟, 以试剂空白为参比, 于 464 nm 波长处测定吸光值, 绘制工作曲线。

在测定吸光值前, 在 420 ~ 520 nm 波长范围内确定钼酰硫氰酸配离子 $[\text{MoO}(\text{SCN})_5]^{2-}$ 的最大吸收波长。

2. 实际水样钼含量的测定

取一份 250 mL (约含 10 μg 钼) 水样于 400 mL 烧杯中, 加入 9.0 mol/L 硫酸 1.0 mL, 加入 0.10 mol/L FeCl_3 溶液 1.5 mL, 小心用稀氨水将溶液调至 $\text{pH} = 4$, 搅拌后沉淀 2 小时。用定性滤纸过滤, 纸上的沉淀用 15 mL 硫酸—盐酸混合酸溶入烧杯中, 加入 6 mL 10% 硫氰酸钾溶液, 混合均匀, 以下操作按绘制工作曲线的步骤进行。根据工作曲线计算实际水样中钼的含量和富集倍数。

五、注意事项

① 共沉淀时溶液 pH 的控制时机是影响富集效果的关键因素之一。共沉淀时溶液 pH 太低或太高, 共沉淀富集的效果均较差。可采用甲基橙指示剂或精密试纸检验, 并观察溶液中 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 的絮状沉淀生成。

② 在分离富集过程中, 应注意待测物沉淀是否损失。在过滤、溶解、洗涤和转移过程中, 应保证沉淀不流失。

③ 在有机相移入比色皿时, 应保证分液漏斗颈干燥没有水珠, 以免放入有机相时产生乳浊液或锡盐的水解沉淀, 影响后面的光度测定。

④ 加入试剂的量应固定。由于五价钼的硫氰酸盐配合物不够稳定, 所以, 必须有相当过量的硫氰酸钾。但二氯化锡还原剂过量太多是有害的, 因为可能使钼还原至更低价而生成颜色较浅的硫氰配合物, 使结果偏低。另外, 硫氰酸钾和二氯化锡溶液加入的次序不能颠倒。



思考题

1. 为什么本实验水中钼含量的测定, 要先采用共沉淀富集?
2. 实验中能否采用其他氢氧化物共沉淀富集? 能否采用其他有机溶剂萃取?
3. 实验中大量的 Fe^{3+} 离子对钼的比色测定是否有干扰? 若有干扰如何消除?
4. 实验中为什么硫氰酸钾显色剂、二氯化锡还原剂的加入顺序不能颠倒?
5. 查阅文献并设计一种不用富集直接测定水中钼含量的方法。

参考文献

- [1] 陈国珍, 黄贤智, 刘文远, 等. 紫外—可见分光光度法: 下册. 北京: 原子能出版

社, 1987.

- [2] Fogg A G, Kumar J L, Burms D T. Spectrophotometric determination of molybdenum in steel with thiocyanate and tetraphenylarsonium chloride. *Analyst*, 1975, 100: 311 - 315.
- [3] 刘绍璞, 刘毅. 碱性染料及硫氰酸盐光度法测定微克量钼. *理化检测: 化学分册*, 1980, 16 (1): 24 - 27.
- [4] 陈连山, 赵洪刚, 杨开梅, 等. 在二甲基亚砷 - 丙酮 - 水溶液中研究硫氰酸钼 (V) 配合物. *化学学报*, 1986, 44 (5): 520 - 523.
- [5] Sun Y C, Yang J Y, Tzeng S R. Rapid determination of molybdate in natural water by coprecipitation and neutron activation analysis. *Analyst*, 1999, 124 (3): 421 - 424.
- [6] 马钦科. 元素的分离和分光光度法测定. 郑用熙, 关英, 冯克聪, 译. 太原: 山西高校联合出版社, 1992.

实验二 几何异构体配合物的合成、结构式确定及异构化速率常数的测定

一、实验目的

- ① 合成顺、反式二草酸二水合铬(Ⅲ)酸钾。
- ② 自行设计确定结构式的实验方案,在教师指导下实验。
- ③ 应用分光光度法测定反→顺异构化速率常数,计算活化能。

二、实验原理

二草酸二水合铬(Ⅲ)酸钾是 $[M(AA)_2X_2]$ 型八面体配合物(AA是双齿配体),它可能以顺式或反式两种异构体形式存在,如图1-1所示。

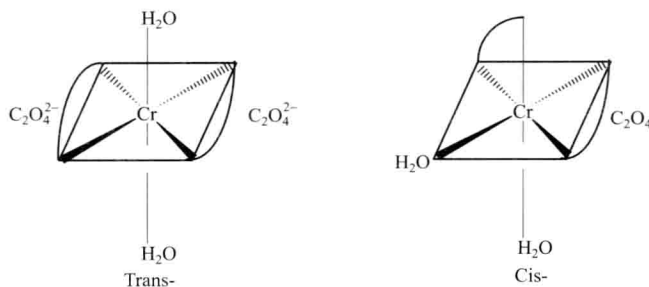


图1-1 $[M(AA)_2X_2]$ 型八面体配合物的结构示意图

对于八面体的顺、反式异构体,至今还没有通用的合成方法。欲得到某一特定构型的异构体,一般可通过以下方面。① 利用已知构型的配合物取代;② 先合成异构体混合物,然后利用溶解度或极性的不同分离得到所需异构体;③ 特定合成方法。

本实验合成反式异构体采用上述的方法②,合成顺式异构体采用上述的方法③。关于异构体纯度的鉴定,是基于它们与稀氨水形成相应构型的二草酸羟基水合铬(Ⅲ)离子,顺式的是可溶性的深绿色物质,反式的是不溶性的棕色固体。此特征反应也可用于区别顺、反异构体。

此配合物的反式异构体在水溶液中将发生反→顺异构化作用,且顺、反异构体有不同的吸收光谱,因此,有可能利用分光光度法对其异构化速率常数进行测定。

反应速率常数是以各反应物浓度为单位量时的反应速率,它由反应的性质、温度和介质条件所决定,其表观值与所取的时间和浓度的单位有关。

分光光度法测定异构化速率是根据朗伯-比尔定律,溶液浓度与光吸收的关系为

$$A = \lg(I_0/I_t) = \varepsilon bc \quad (1-1)$$

式中: ε ——摩尔吸光系数, $L/(\text{mol} \cdot \text{cm})$;

b ——液池厚度, cm ;

c ——溶液浓度, mol/L ;

A ——吸光度;

I_0 ——计时开始的吸光度值;

I_t —— t 时刻吸光值。

如果溶液中同时存在两种吸收物质 X 和 Y, 则在时间 t 时的吸光度由下式给出

$$D_t = b\{\varepsilon_x[X]_t + \varepsilon_y[Y]_t\} \quad (1-2)$$

设 X 和 Y 分别是一级反应的反应物和产物, 那么, 速率定律为

$$dx/dt = -k[X] \quad (1-3)$$

积分得

$$[X]_t = [X]_0 e^{-kt} \quad (1-4)$$

式中: $[X]_t$ ——在时间 t 时 X 的浓度;

$[X]_0$ ——X 的初始浓度;

t ——反应时间;

k ——反应速率常数。

设当完全异构化后的反应异构体溶液的吸收光谱与顺式异构物的吸收光谱相同。

$$\text{当 } t=0 \text{ 时,} \quad D_0 = \varepsilon_x b[X]_0 \quad (1-5)$$

$$\text{当 } t=\infty \text{ 时,} \quad D_\infty = \varepsilon_y b[Y]_\infty = \varepsilon_y b[X]_0 \quad (1-6)$$

$$\text{于 } t \text{ 时刻时,} \quad D_t = \varepsilon_x b[X]_t + \varepsilon_y b[Y]_t = \varepsilon_x b[X]_t + \varepsilon_y b\{[X]_0 - [X]_t\} \quad (1-7)$$

式中: $[Y]_t$ —— t 时刻顺反异构体的浓度;

ε_x ——反式异构体的摩尔吸光系数;

ε_y ——顺式异构体的摩尔吸光系数。

联立式 (1-5) 和式 (1-6)、式 (1-6) 和式 (1-7), 分别得

$$[X]_0 = (D_\infty - D_0)/(\varepsilon_y - \varepsilon_x) \cdot b \quad (1-8)$$

$$[X]_t = (D_\infty - D_t)/(\varepsilon_y - \varepsilon_x) \cdot b \quad (1-9)$$

将式 (1-8) 和式 (1-9) 代入式 (1-4), 得

$$D_\infty - D_t = (D_\infty - D_0) e^{-kt} \quad (1-10)$$

取对数, 得

$$\lg(D_\infty - D_t) = -kt/2.303 + \lg(D_\infty - D_0) \quad (1-11)$$

以 $\lg(D_\infty - D_t)$ 对 t 作图若为一直线, 则证明反应是一级的。根据该图可求出反应速率常数 k 。

若有足够的不同温度下的速率常数数据, 据阿伦尼乌斯公式 $k = A \exp(-E_a/RT)$, 可求出异构化活化能 E_a 和指前因子 A 。这里必须指出: 只有简单反应, 才符合阿伦尼乌斯公式。

不同实验组测定不同的反应温度下的反应速率常数, 然后汇总各组的速率常数数据, 即可进行活化能及指前因子的计算。

三、实验仪器与药品

1. 仪器

紫外可见分光光度计（带恒温夹套）、恒温槽。

2. 药品

草酸（A. R.）、重铬酸钾（A. R.）、无水乙醇（A. R.）、高氯酸（A. R.）。

四、实验步骤

1. 二草酸二水合铬酸钾反式和顺式异构体的制备

（1）反式异构物的制备

在 100 mL 烧杯中加入 12 g 二水合草酸，慢慢加入沸水（约 50 mL）至固体正好溶解。分数次小份地加入 4 g 研细的重铬酸钾（反应剧烈！应控制每次加入量以免溶液溢出，注意用表面皿盖上）。待反应完毕，蒸发溶液至原体积的一半（约 25 mL），随后，自然蒸发至原体积的三分之一（而且不能过少，以免顺式异构体一起析出）。过滤，用冷水和 60% 乙醇各洗涤两次，得紫红色晶体，60 °C 干燥后称量，计算产率。

（2）顺式异构物的制备

将分别充分研细的 2 g 重铬酸钾与 12 g 二水合草酸充分混合，将混合粉末堆积在 15 cm 直径的蒸发皿中，在混合物中心的小坑内滴入一滴水，盖上表面皿。经短周期诱导反应，反应剧烈进行，放出水蒸气和 CO_2 。反应结束后，得紫色黏性物质。往产物中加入 20 mL 无水乙醇，充分搅拌（必要时可倾析掉乙醇液再加入新的无水乙醇搅拌）至产物呈松散的暗紫色粉末（在蒸发皿中进行）。抽滤，用无水乙醇洗 3 遍，60 °C 干燥，称量并计算产率。

2. 反-顺异构化速率常数的测定

（1）工作波长的选择

① 准确称取 0.1 g 反式异构物，溶于少量冰冷的 1×10^{-4} mol/L HClO_4 的水溶液中，完全移入 50 mL 容量瓶中，用冰水稀释至刻度。马上在分光光度计上进行 390 ~ 600 nm 波长范围内的扫描。

② 准确称取 0.1 g 顺式异构物，按上法操作，测定吸收曲线。

③ 根据①、②的吸收曲线选定工作波长。

（2）速率常数的测定

准确称取 0.1 g 反式异构物试样，迅速用恒温的 1×10^{-4} mol/L HClO_4 的水溶液溶解（不同的同学选用不同的温度），于 50 mL 容量瓶中在恒温条件下定容（容量瓶应事先进行体积校正）。同时开始计时，迅速倒入 1 cm 比色皿中（恒温条件下），在选定的工作波长处以 1×10^{-4} mol/L HClO_4 的水溶液为参比进行测定。开始阶段 2 分钟测一次，当反应减慢时，可延长测定时间间隔。2 小时一般可转化完全，但应得到完全转化的数据后才能取其值为 D_∞ 。

作 $\lg(D_\infty - D_t) - t$ 图，验证是否是一级反应。求实验温度下的异构化速率常数 k_T 。

汇总六组的 k_T 值，求频率因子和活化能。

（3）结构式的确定

自行设计出 Cr^{3+} 、 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 、 H_2O 的定性和定量分析及测定配离子电荷的具体实验方案，在教师的指导下进行实验。



思考题

1. 该反应速率常数的测定，除本实验规定的方法外，还有没有其他的方法？试进行比较。
2. 草酸在本合成中起什么作用？
3. 欲判别这两种异构体还有什么其他方法？

参考文献

- [1] 帕斯，萨克利夫. 实验无机化学：制备、反应和仪器方法. 郑汝骊，译. 北京：科学出版社，1980.
- [2] Macdiarmid A G. 无机合成：第十七卷. 陆秀菁，译. 北京：科学出版社，1986.

实验三 纳米材料的合成与表征

一、实验目的

- (1) 掌握纳米材料的定义、性质和用途。
- (2) 掌握纳米材料的低温固相合成原理和合成过程，以及液相均相沉淀法合成原理和合成过程。
- (3) 了解纳米材料的表征手段。

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 ~ 100 nm）的固体材料。由于这种材料的粒度范围处于原子簇和宏观物体的交接区域，故而具有表面效应，并产生奇异的力学、电学、磁学、光学、热学和化学等特性，实现了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。从而使其在国防、电子、化工、冶金、航空、轻工、医药、生物、核技术等领域中具有重要的应用价值。

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。气相法还可分为气体冷凝法、活性氢-熔融金属反应法、溅射法和化学气相沉积法等；液相反应也可进一步分为溶胶-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。上述方法各有优缺点。

在固相反应过程中，反应产物的形貌取决于反应过程中产物成核与生长的速率，当成核速率大于生长速率时，得到的产物为纳米颗粒；反之则得到块状材料。该反应的突出优点是操作简单、转化率高、污染少、粒径分布窄并可调控。本实验分别采用室温固相法、液相均相沉淀法和固相反应法合成纳米 CuO、纳米 Mn₂O₃ 和纳米 CdS 粉末。

纳米材料常见的表征手段如下：利用透射电子显微镜（TEM）可以观察到纳米颗粒的大小及形貌；粒子的比表面积可由 BET 法测得，利用测得的数据可以计算出粒子的孔径；差热重分析法可以测得粒子的含水量。

三、实验仪器与药品

1. 仪器

超声波清洗器、离心机、磁力搅拌器、马弗炉、透射电子显微镜（TEM）

2. 试剂

CuCl₂ (A. R.)、NaOH (A. R.)、无水乙醇 (A. R.)、MnCl₂ · 4H₂O (A. R.)、H₂O₂ (A. R.)、C₁₈H₂₉NaO₃S (十二烷基苯磺酸钠) (A. R.)、CdCl₂ (A. R.)、Na₂S · 9H₂O (A. R.)。