教育部师范教育司组织编写

中学教师进修高等师范本科(专科起点) 教材

中级无机化学实验

钟　山　主编

王明召　王麟生　申俊英
谷名学　钟　山　黄如丹　编
(以姓氏笔画为序)

高等教育出版社

需要全本请访问 www.ertongbook.com

内容提要

本书是教育部师范教育司组织编写、中学教师进修高等师范本科(专科起点)的化学专业中级无机化学实验课程教材。

全书包括序言、合成篇、测定篇、综合篇及附录五部分。共有24个实验,内容涉及无机化学的各主要领域。

本书在编写上重视基础性,强调综合性,注意研究性,体现先进性;并考虑成人教育的特点,对实验的原理包括化学原理、实验方法原理和实验仪器原理,均作了较为详细的叙述,同时在实验中增加了实验结果和讨论,以便于学生的自学和自检。

本书除可作为"专升本"化学专业的教材外,也可供高等师范院校有关学科专业参考使用。

图书在版编目(CIP)数据

中级无机化学实验/钟山主编. —北京:高等教育出版社,2003.6
ISBN 7-04-011984-6

Ⅰ.中… Ⅱ.钟… Ⅲ.无机化学-化学实验
Ⅳ.061-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2002)第110776号

出版发行	高等教育出版社	购书热线	010-64054588
社　　址	北京市东城区沙滩后街55号	免费咨询	800-810-0598
邮政编码	100009	网　　址	http://www.hep.edu.cn
传　　真	010-64014048		http://www.hep.com.cn
经　　销	新华书店北京发行所		
印　　刷			
开　　本	850×1168　1/32	版　　次	年　月第　版
印　　张	6.25	印　　次	年　月第　次印刷
字　　数	150 000	定　　价	8.30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

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》。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。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。

现公布举报电话及通讯地址：

电　　话：（010）84043279　13801081108

传　　真：（010）64033424

E - mail: dd@hep. com. cn

地　　址：北京市东城区沙滩后街 55 号

邮　　编：100009

责任编辑　杨树东

封面设计　张　楠

责任绘图　杜晓丹

版式设计　陆瑞红

责任校对　杨凤玲

责任印制

序　　言

化学是一门在原子、分子层次上研究物质性质、组成、结构、变化和应用的科学。在人类生活中，化学无所不在，而化学对人类文明的贡献以及化学在发展过程中使相关学科有了新的发展的事实，也有力地证明了“化学是一门中心的、实用的和创造性的科学”。

化学是一门实验科学。化学实验是化学理论、规律产生的基础，化学实验不仅是检验化学理论正确与否的唯一标准，而且还是化学学科与生产力发展的结合点。

化学实验教学在整个化学教学中始终占有重要地位，同时化学实验教学不仅要传授给学生知识和技能，更要训练科学方法和思维能力，培养科学精神和创新意识。

如果说无机化学、有机化学、分析化学、物理化学各基础课的实验教学是第一层次的实验训练，而建立在学习了化学各分支学科基础上的综合化学实验训练则是更高层次的实验教学。中级无机化学实验就是这个层次上的重要一环。

本课程是为化学专业“专升本”学生编写的一本中级无机化学实验教材。目的是使学生加深和丰富无机化学的知识，了解近代无机化学研究方法和实验技术，提高综合应用化学各分支学科的知识和实验能力，为能胜任 21 世纪化学教学工作打下坚实的基础。

为了适应我国经济发展和无机化学学科发展的需要，本教材的实验内容涉及无机化学的各主要领域，包括无机合成、配位化学、生物无机化学、金属有机化学、无机材料以及有关物理化学研究方法等；实验方法包括合成及分离、组成分析和性质研究，涉及

稳定性、异构现象、光学性质、磁学性质、热学性质、结构测定以及热力学、动力学研究等;实验手段是在掌握酸度计、分光光度计、电导率仪、旋光仪等常规仪器基础上,学习和使用红外光谱仪、紫外-可见分光光度计、原子吸收分光光度计、磁天平、热重分析仪、差热分析仪、X射线衍射仪等近代分析手段。

本教材的特点:①重视基础性,继续加强对基本操作和技能的严格训练,做到实验操作规范化;②强调综合性,从一级学科出发,内容涉及化学各分支学科的综合;③注意研究性,提倡创新、减少照方配药,积极引导学生向科研能力转化;④体现先进性,尽可能反映学科的新进展和学科之间的交叉渗透。

考虑到成人教育的特点,本教材在实验原理部分作了较为详细的叙述,既有化学原理又有实验方法原理和实验仪器原理,目的是为了便于自学。同时在每一个实验中,增加了实验结果和讨论部分,不仅指出实验成功的关键,而且附上实验结果的文献值,以便学生自己检查实验结果并进行误差分析。

本教材由钟山主编。实验一、二由东北师范大学黄如丹编写;实验四、六由北京师范大学王明召编写;实验七、八由华南师范大学申俊英编写;实验九、十六由华东师范大学王麟生编写;实验二十一、二十二由西南师范大学谷名学编写;其余实验均由华东师范大学钟山编写。最后由钟山统稿。赵新华教授审阅了书稿并提出修改意见,编者在此表示衷心感谢。

本教材在出版过程中参考了国内外有关书刊,并得到高等教育出版社的支持和帮助,在此一并表示感谢。

由于编者水平限制,不妥和错误之处在所难免,请读者批评指正。

编　者

于华东师范大学化学系

2001年9月

需要全本请访问 www.ertongbook.com

目　　录

第一部分　合成篇 …… 1

实验一　无水四碘化锡的制备和性质 …… 1

实验二　十二钨硅酸的制备 …… 7

实验三　碘酸钾的电化学合成 …… 12

实验四　硝酸六氨合铬[$Cr(NH_3)_6$] (NO_3) $_3$ 在液氨介质中的制备 …… 17

实验五　二茂铁的制备 …… 22

实验六　一种发光稀土配合物 $Eu(phen)_2 \cdot (NO_3)_3$ 的制备 …… 26

实验七　溶胶 - 凝胶法制备纳米材料 …… 32

实验八　无机耐高温涂料的制备 …… 43

第二部分　测定篇 …… 47

实验九　H 电位滴定法测定铜(Ⅱ) - 乙二胺配合物的稳定常数 …… 47

实验十　氯化一氯五氨合钴(Ⅲ) 配合物的制备和电导测定 …… 61

实验十一　微型化学实验——离子交换法测定配离子的电荷 …… 66

实验十二　配合物几何异构体的制备及异构化速率常数的测定 …… 69

实验十三　配合物光学异构体的制备、拆分和旋光度的测定 …… 76

实验十四　配合物键合异构体的制备及红外光谱的测定 …… 82

实验十五　双水杨醛缩乙二胺合钴(Ⅱ) 配合物的制备及载氧功能 …… 86

实验十六　原子吸收分光光度法测定生物样品中的锌含量 …… 94
实验十七　酪氨酸酶促反应及米氏常数的测定 …… 108
实验十八　叶绿素的提取、分离和性质 …… 116
实验十九　热重分析法测定 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 的失水率 …… 123
实验二十　差热分析法测定 $CaC_2O_4 \cdot H_2O$ 脱水反应活化能 …… 132
实验二十一　三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备及磁化率的测定 …… 141
实验二十二　三草酸合铁(Ⅲ)配离子的光化学反应 …… 160
实验二十三　X 射线粉末衍射法物相分析 …… 167
第三部分　综合篇 …… 177
实验二十四　$Cr(NH_3)_5Cl]Cl_2$ 配合物的合成及组成分析 …… 177
第四部分　附录 …… 187
附录一　不同温度下水的饱和蒸气压 …… 187
附录二　常用离子交换树脂 …… 188
附录三　常见基团和化学键的红外吸收特征频率 …… 189
附录四　一些典型化合物的分解温度 …… 193

第一部分　合　成　篇

实验一　无水四碘化锡的制备和性质

一、实验要求

(一) 掌握在非水溶剂中制备四碘化锡的条件和方法。

(二) 根据单质碘的有限取量和金属锡的消耗量确定四碘化锡的最简式。

(三) 了解四碘化锡的性质。

二、实验原理

某些高纯度的无水金属卤化物可以用来制备配合物,或作为有机合成的催化剂。由于某些金属卤化物极容易发生水解,所以必须采用非水溶剂制备。主要方法有:

1. 直接合成法:将金属与卤素在无水条件下直接加热合成,例如:

$$Sn + 2Cl_2 \longrightarrow SnCl_4$$

2. 金属氧化物的卤化,例如:

$$TiO_2 + 2Cl_2 + 2C \longrightarrow TiCl_4 + 2CO$$

3. 含水金属卤化物的脱水:用亲水性更强的物质(脱水剂)HCl、NH_4Cl、$SOCl_2$ 等与含水金属卤化物反应,例如:

$$FeCl_3 \cdot 6H_2O + 6SOCl_2 \longrightarrow FeCl_3 + 6SO_2\uparrow + 12HCl$$

4. 热分解高卤化物,例如:

$$MoI_3 \longrightarrow MoI_2 + \frac{1}{2}I_2$$

本实验采取直接合成法制备无水四碘化锡。

四碘化锡是橙色立方晶体,熔点 143.5 ℃,沸点 348 ℃约在 180 ℃开始升华,遇水即发生水解,在空气中也会缓慢水解,所以必须贮存于干燥容器中。

四碘化锡易溶于四氯化碳、三氯甲烷(氯仿) 和二硫化碳等溶剂,在石油醚中溶解度较小,含有四碘化锡的丙酮溶液与碱金属碘化物作用生成 $M_2[SnI_6]$ 黑色晶状化合物。

根据四碘化锡的特性,除采用碘蒸气与金属锡的气 - 固直接合成方法外,一般可在非水溶剂中制备。溶剂可以选择二硫化碳、四氯化碳、三氯甲烷、苯、冰醋酸和醋酸酐体系、石油醚等。本实验选用低沸点石油醚为溶剂(沸点 60 ~90 ℃),金属锡和碘在石油醚溶剂中直接合成:

$$Sn + 2I_2 \quad SnI_4$$

三、实验仪器和试剂

1. 仪器:托盘天平、电光分析天平、圆底烧瓶(30 mL)、冷凝管、水银温度计(200 ℃)、试管(若干)、小烧杯、提勒管、熔点管、抽滤瓶、布氏漏斗、水泵、滤纸。

2. 试剂:锡箔、碘、冰、石油醚(沸点 60 ~90 ℃)、甘油、丙酮、$AgNO_3$ 溶液($0.1\ mol \cdot L^{-1}$)、$Pb(NO_3)_2$ 溶液($0.1\ mol \cdot L^{-1}$)、NaOH(稀)、HCl(稀)、饱和 KI 溶液(试剂均为分析纯)。

四、实验步骤

(一) 四碘化锡的制备

称取 0.5000 g 碘晶体(准确称至 0.0001 g),置于干燥清洁的 30 mL 圆底烧瓶中再加入约 0.2000 g 锡箔(剪成碎片) 和15 mL 石油醚。按图 1 - 1 装好微型冷凝管,在水浴上加热使混合物沸腾,控制水浴温度在 85 ~95 ℃,保持回流状态。同时调节冷凝水的流速,使易挥发组分的冷凝液不高于回流冷凝管的中间部位,直

到反应完全为止(至冷凝下来的石油醚液滴由紫色变为无色),约为50～70 min。

取下冷凝管,趁热用倾泻法把溶液倒入20 mL干洁的小烧杯内(擦干圆底烧瓶底部的水,以防止水滴进入小烧杯内),使未反应的金属锡遗留在烧瓶内。烧瓶内部与锡箔上沾有的四碘化锡晶体,可用1～2 mL石油醚洗涤,将洗液合并入小烧杯内。再置于冰水浴中冷却、结晶。用倾泻法把结晶上部的清液沿玻璃棒小心倾入另一烧杯内,然后将盛结晶的小烧杯放在热水浴上干燥、称重、计算产率。

(二) 四碘化锡熔点的测定

1. 把研细的四碘化锡试样在表面皿上堆成小堆,将熔点管的开口端插入试样中装料,然后把熔点管竖起,在桌面上顿几下,使试样落入管底,这样重复取样几次。然后取长约40～50 cm玻璃管一支,在管内将熔点管自由落下数次至试样堆紧密为止,试样高度为2～3 cm。

2. 将提勒管夹在铁架台上,倒入甘油,甘油液面高出侧管0.5 cm左右,提勒管口配一缺口单孔软木塞,用于固定水银温度计。将装好试样的熔点管借少量甘油粘贴在温度计旁,使熔点管中试样处于温度计水银球的中间,温度计插入提勒管的深度以水银球的中点恰在提勒管的两侧管口连续线的中点为准,如图1-2。

3. 加热提勒管弯曲支管的底部,每分钟升温4～5 ℃,直到试样熔化,记下温度计读数,得到一个近似熔点,然后将浴液冷却下来,换一根新的熔点管(每一根装试样的熔点管只用一次),进行第二次测定。

4. 第二次测定时,距熔点20 ℃以下时加热可以快些,但接近熔点时,调节火焰,使温度每分钟约升高1 ℃,注意观察熔点管中试样的变化,记下熔点管中刚有微细液滴出现(初熔)和全部变为液体(全熔)的温度,即为试样在实际测定中的熔点范围。

(三) 四碘化锡最简式的确定

图 1 - 1　反应装置　　图 1 - 2　熔点测定装置

在水浴上挥发掉烧瓶内残余的溶剂，再将剩余的锡片倒出用电光分析天平称重，根据碘的用量（视为完全反应）和金属锡的消耗量计算各反应物的摩尔比，确定碘化锡的最简式。

（四）　四碘化锡的某些性质实验

1．取少量四碘化锡固体于试管中，再向试管中加入少量蒸馏水，观察现象，写出反应式，其溶液及沉淀留作下面实验用。

2．取四碘化锡水解后的溶液，分盛两支试管中，一支滴加 $AgNO_3$ 溶液，另一支滴加 $Pb(NO_3)_2$ 溶液，观察现象，写出反应式。

3．取 1 中沉淀分盛两支试管中，分别滴加稀酸、稀碱，观察现象，写出反应式。

4．制备少量四碘化锡的丙酮溶液并分成两份，分别滴加 H_2O 和饱和 KI 溶液，有何现象？

五、实验结果与讨论

（一）　实验现象

1．四碘化锡的制备

需要全本请访问 www.ertongbook.com

(1)将锡片、碘、石油醚加入烧瓶中,混合液呈紫色,加热后烧瓶内充满紫色蒸气。

(2)停止加热时,烧瓶内紫色蒸气已经完全消失,溶液由紫红色变为深橙红色。

(3)冷却后有橙色立方晶体析出。

2.四碘化锡熔点的测定

粗测:141 ~144 ℃。

测定:142 ~144 ℃,142 ~143 ℃,143 ~144 ℃。

熔点约为 143 ℃。熔点测定值与理论值相近,说明制得的晶体纯度较高。

3.四碘化锡的某些性质

(1)四碘化锡易水解,产生白色浑浊,溶液呈酸性。

(2)四碘化锡水解产生的沉淀加入稀酸、稀碱后均溶解。

(3)四碘化锡水解液与 $AgNO_3$ 溶液反应,产生黄色沉淀;与 $Pb(NO_3)_2$ 溶液反应,也产生黄色沉淀。

(4)四碘化锡的丙酮溶液滴加水产生白色浑浊,滴加 KI 溶液产生红黑色浑浊。

4.四碘化锡最简式的测定

I_2:0.4907 g(0.001 93 mol)。

Sn:0.2107 g,消耗0.2107 g - 0.0304 g = 0.1803 g(0.000 95 mol)。

Sn 与 I_2 摩尔比≈1∶2,测得最简式为 SnI_4。

实际产量:0.4271 g,理论产量:0.6710 g,产率:63.6%。

(二) 结果讨论

1.制备四碘化锡的原料锡应用剪碎的锡箔。由于其表面积大,与碘接触面积大,反应速率快,回流时间短,反应比较完全。因此,锡粒和锡块均不适宜。若无锡箔,使用锡粒实验,反应回流时间至少 2 h 以上。也可将锡粒放在坩埚中烧至红热,迅速用坩埚钳夹住坩埚,将熔锡倒在石棉网上,用玻璃片压制成锡片,剪碎。反应回流时间约 90 min。

2. 反应结束时溶液由紫色变成深橙红色, 是由于生成的四碘化锡和少量未反应的碘溶于其中。

3. 冷却后得到橙色立方晶体, 是由于随温度降低, 生成的四碘化锡溶解度也降低, 因此晶体析出。

4. 产品后处理过程中, 操作应迅速, 以防四碘化锡在空气中水解。

5. 实验产率约为 63.6%。误差分析: 未完全反应; 部分产物溶在石油醚中, 未结晶析出; 产品在后处理过程中有一定损失。

6. 四碘化锡水解:

$$SnI_4 + 4H_2O \quad Sn(OH)_4\downarrow(\text{白色}) + 4HI$$

$Sn(OH)_4$ 遇稀酸、稀碱均溶解, 说明 $Sn(OH)_4$ 具有两性。

7. 四碘化锡水解液的反应:

$$I^- + Ag^+ \quad AgI\downarrow(\text{黄色})$$

$$2I^- + Pb^{2+} \quad PbI_2\downarrow(\text{黄色})$$

证明水解液中有 I^- 存在。

8. 四碘化锡丙酮液的反应:

$$SnI_4 + 4H_2O \quad Sn(OH)_4\downarrow(\text{白色}) + 4HI$$

$$SnI_4 + 2KI \quad K_2[SnI_6](\text{黑色晶状物})$$

9. 由于四碘化锡极易水解的特性, 制备所用仪器必须干燥。

六、思考题

1. 试讨论四碘化锡合成中, 以何种原料过量为好? 为什么?

2. 若碘蒸气与石油醚溶剂从冷凝管逸出或回流液带有颜色就终止反应, 结果影响怎样? 为什么?

七、参考文献

1 华东化工学院无机化学教研组. 无机化学实验. 第 3 版. 北京: 高等教育出版社, 1990

2　沈君朴主编. 实验无机化学. 第 2 版. 天津: 天津大学出版社, 1992

实验二　十二钨硅酸的制备

一、实验要求

(一)　掌握乙醚萃取法制备十二钨硅酸的条件和方法。
(二)　练习萃取分离操作。
(三)　了解实验室中乙醚的安全使用方法。

二、实验原理

钨和钼在化学性质上的显著特点之一是在一定条件下易自聚或与其他元素聚合, 形成多酸或多酸盐。由同种含氧酸根离子缩聚形成的叫同多阴离子, 如: $[W_7O_{24}]^{6-}$, 其酸叫同多酸。由不同种类含氧酸根离子缩聚形成的叫杂多阴离子, 如: $[PW_{12}O_{40}]^{3-}$, 其酸叫杂多酸。到目前为止, 人们发现元素周期表中半数以上的元素都可以参与到多酸化合物的组成中来。多酸化合物的主要用途除传统的用作分析试剂外, 近代在催化、材料科学、药物化学和电子学等领域也倍受瞩目。

1864 年, 钨硅酸的合成与表征, 开拓了多酸研究的新时代。人们利用 X 射线粉末衍射法成功地测定了十二钨硅酸的分子结构。$[SiW_{12}O_{40}]^{4-}$ 是一类具有 Keggin 结构的杂多化合物的典型代表之一, 具有 α β γ三种异构体(图 2 - 1), α- Keggin 结构是由四组三金属簇(W_3O_{13})围绕杂原子(Si)所形成的四面体笼形结构。若 α异构体中的三个共边的 W_3O_{13} 中一个三金属簇绕 C_3 轴旋转 60 °得到 β异构体, 阴离子的整体对称性由 T_d 降到 C_{3v}。同样, α异构体中的两个相对的簇同时旋转 60 °得到 γ异构体。

杂多酸的制备方法通常有乙醚萃取法、离子交换法和电解酸化法等。本实验采用乙醚萃取法制备 α体十二钨硅酸。该方法

图 2 - 1　$[SiW_{12}O_{40}]^{4-}$ 的三种异构体

是以构成杂多酸的两种原始无机盐溶液为反应物,混合一起加热后用浓盐酸酸化来得到杂多酸。该反应仅在酸的存在下才能完全。为了将杂多酸和氯化物分离,向溶液中注入乙醚并酸化,经共振萃取后,分成三层:上层为溶有少量杂多酸的醚层;中间层主要是含有氯化物的水层;下层是杂多酸和乙醚生成的不稳定醚合物的油层。收集下层,将乙醚进行蒸发即析出杂多酸的晶体。

制备反应如下:

$$12Na_2WO_4 + Na_2SiO_3 + 26HC1 \longrightarrow H_4[SiW_{12}O_{40}] \cdot xH_2O + 26NaCl + (11 - x)H_2O$$

在此过程中,H^+ 与 WO_4^{2-} 离子中的氧结合形成水分子,从而使钨原子间通过共享氧原子配位形成多核簇状结构的杂多钨硅酸阴离子。该阴离子与反荷 H^+ 离子结合,得到 $H_4[SiW_{12}O_{40}] \cdot xH_2O$。它是具有光泽的无色八面体晶体。熔点 50℃,在水、乙醇、乙醚中易溶。x 通常为 7,也有 24 和 30 水合物生成。

三、实验仪器和试剂

1. 仪器:托盘天平、烧杯(150 mL)、磁力加热搅拌器、表面皿、蒸发皿、滴液漏斗、分液漏斗、布氏漏斗、吸滤瓶、水泵、滤纸、广泛 pH 试纸。

2．试剂: Na_2WO_4 · $2H_2O$、Na_2SiO_3 · $9H_2O$、浓盐酸、乙醚、H_2O_2(3%,或溴水)(试剂均为分析纯)。

四、实验步骤

1．十二钨硅酸溶液的制备

称取25 g Na_2WO_4 · $2H_2O$于150 mL烧杯中,用50 mL水溶解。将烧杯置于磁力加热搅拌器上,在激烈搅拌下加入1.9 g Na_2SiO_3 · $9H_2O$。将烧杯盖上表面皿,然后移到石棉网上以煤气火焰加热至沸。然后将烧杯重新放在磁力加热搅拌器上,除去表面皿,边加热搅拌边从滴液漏斗向其中滴加浓盐酸(约13 mL)至pH为2～3为止(此步操作至少应控制在8～12 min)。滤出析出的硅酸沉淀并将混合液冷却至室温。

2．酸化,乙醚萃取制备十二钨硅酸

在通风橱中,将冷却后的全部溶液转移入分液漏斗中,加入乙醚(约为混合液体积的1/2,约10 mL),并逐滴加入浓盐酸(约2 mL)。充分振荡[萃取方法见附注(一)],静置后分层,将下层油状的十二钨硅酸醚合物分出于蒸发皿中,然后再向分液漏斗中加入少量浓盐酸重复萃取,直至下层不再有油状物分出。向蒸发皿中加入约3 mL蒸馏水(约为醚合物体积的1/4),在40 ℃水浴上蒸醚(小心!醚易燃,不要用明火,最好用电热水浴锅),直至液体表面出现晶膜。若在蒸发过程中液体变蓝,则需滴加少许3%过氧化氢或溴水至蓝色褪去。在布氏漏斗上抽滤,即可得到白色十二钨硅酸固体粉末。一般可得到16 g。

五、实验结果与讨论

1．在滴加浓盐酸酸化过程中,若滴加过急会出现黄色沉淀,摇匀后变成白色浑浊溶液。这可能是由于浓盐酸局部浓度过大造成的,故必须控制滴加速度。

2．在滴加浓盐酸酸化过程中,有时产生绿色沉淀,可能是由

于钨(Ⅵ)部分被还原成“杂多蓝”造成的。由于十二钨硅酸具有较强氧化性,与橡胶、塑料等有机物或金属单质等无机还原性物质接触,甚至与空气中的灰尘接触时,均易被还原为“杂多蓝”。因此在制备过程中要尽量避免与这些物质接触。若发生还原可滴加少量过氧化氢(3%)或溴水至颜色消失。

3. 在萃取步骤中,由于加入的乙醚和浓盐酸均易挥发,振荡时分液漏斗内的气压明显增大,操作时必须注意及时排气,以防止发生事故或气体将液体带出。

4. 由水浴加热制得钨硅酸为白色粉末。若想得到无色透明大晶体,需将加水后的醚合物溶液静置一周以上。

5. 乙醚的沸点、燃点较低,挥发性强,注意其安全使用,见附注二。

6. 得到的晶体的红外光谱的主要谱线有:(cm^{-1})

1020, 981, 928, 880, 785, 552(sh), 540, 475, 415, 373 和 332。这些吸收峰为[α-$SiW_{12}O_{40}$]$^{4-}$的特征吸收,证明制得产物为α体。

7. 在水溶液中制备杂多酸,加入试剂顺序不同,产物可能不同。如:

SiO_3^{2-} + WO_4^{2-} 然后加 H^+ → [α-$SiW_{12}O_{40}$]$^{4-}$

(WO_4^{2-}, H^+) + (SiO_3^{2-}, H^+) → [β-$SiW_{12}O_{40}$]$^{4-}$

六、思考题

1. 针对十二钨硅酸易被还原为“杂多蓝”的特性,在制备过程中应注意哪些问题?

2. 针对乙醚易挥发、易燃的特性,总结在制备过程中要注意哪些问题。

七、参考文献

1 北京师范大学无机化学教研室等. 无机化学实验. 第3版. 北京:高等教育出版社,2001

2 王恩波,胡长文,许林. 多酸化学导论. 北京:化学工业出版社,1998

3 North E O. Inorg Synth, 1939, 1: 129

需要全本请访问 www.ertongbook.com