化学物语

05: VQ2303010

目录(页码以页脚标注为准)

- 一、前言 P1
- 二、常用仪器准备 P4
- 三、相关资料文献查找 P5-6
- 四、基本应急处理措施 P7
- 五、实验方案 P8-P44

现象类实验

镀镜/金属晶雨

- --铜镜、铜晶雨、银镜、银晶雨
- 晶雨/晶体成品
- ——灿烂现象成品:天气瓶、 ,血晶雨、墨晶雨
- ——彩虹系列: 红; 橙; 黄; 绿; 青; 蓝; 紫

彩虹衍变晶雨: 《黑晶雨、

晶体培养:

- ——铋、硫酸铜、铬染硫酸铝钾、硫酸亚铁铵、硫酸镍: P35
- 配合物制作: P45-93
- --入门配合物
- --荧光配合物

前言

给大家带来一份参考资料库~

链接: https://pan.baidu.com/s/1kCCic9tO0xjFhg2wo3DU5w?pwd=2025 提取码: 2025 大家关心的溶解度、电极电势、实际价格均可在上面查找。

若有额外问题可咨询 qq:705303070

浩如烟海的化学世界中,总有那么盏盏星光照亮黑暗宇宙,或是电子信仰之跃,或是 晶体悄然现身......

化学的魅力, 仅回眸一笑便百媚生, 纵是无情也动人, 哪怕危险也勾魂。

在综合了数位前辈的"圣遗物"和个人经验后,通过查找文献和 bilibili 视频电子稿化, 我满怀热血写下这本书。

本书的目的在于指导俗称的"家庭实验党"做实验《也可以是学校社团成员),作为一本保姆级别的工具书,在给出具体方案的同时也希望大家多思考,举一反三、推陈出新。理论和实验,相辅相成,希望大家重视数理化基础。

在许多人的帮助下,我尝试着写了这本实验入门手册。感谢@氖 @余切的指导, @带鱼 晶体的收录, @冰冰@群青@氟氙 在配合物的指正和帮助还有很多大佬不再一一列举。

最后,这本书作为一本化学实验的启蒙读物,只起抛砖引玉作用,或有不完善之处,还希望各位读者联系作者并见谅。

--2024.7.24

不会炼金的阿贝少

常用仪器准备

一.容器

烧杯、试管、锥形瓶、陶瓷/刚玉/铁制/镍制/银制/石墨坩埚,布氏/砂芯漏斗和抽滤瓶,各类密封瓶,水热皿。燕发皿、培养皿、干燥皿等,

磨口全玻:锥形瓶,单口/双口/三口烧瓶,直形/球形/蛇形冷凝管,漏斗。恒压漏斗,玻璃塞,温度计套简,转接头,分馏头,牛角管等。

2.其他器材

药勺、胶头滴管、玻璃棒、量简、酒精灯、镊子、移液管、导管、硅胶管、胶塞、试管夹。试管架, 铁架台, 坩埚钳, 温度计, 试纸, 滤纸, 喷枪等。

各种玻璃器材,追求性价比可以选择蜀牛、环球等品牌,追求性能可以选择欣维尔 二。实验仪器

这一部分主要是各种重要的电器。

(带加热的)磁力/机械搅拌器:各种实验几乎都会用到。磁搅使用更方便且更常用,机搅适用于那些需要力度较大的情况(比如分粘稠的液体)。

一般都买带加热的款式。温度至少得要两三百度才够用。

电热板/套:用于一般的加热。电热套主要是给烧瓶用的,也有带磁搅的版本。

电子天平:一般称量用。精度在 10ng 及以上最好。

真空泵,水泵:分别是抽滤/真空干燥/真空燕墙用和燕馆通冷凝水用。

电炉:高温合成用。建议确定了研究方向再考虑。

冷柜:存放一些不稳定的试剂和需要降温结晶的溶液.实验与生活分开,

不要用家里日用的冰箱储存溶液和试剂,尤其是那些挥发性或有潜在危险的。

水浴锅:用于水浴。不是真的锅。

各种实验器材购买时尽量一次到位, 不要贪便宜, 以免对将来的使用造成不便。

相关资料文献查找

一、关于文献

参考资料部分按顺序分别写的是:作者,标题,所在刊物,年份、刊号及页码。

根据文献网站的不同可以从中选择不同的关键词和范围查找。一篇文献所参考和所被参考的文献有时可以在网站对应详情页面下方找到,可快速找到更多相关资料有时候参考的是某本书里的内容,格式会有所变化。

大部分文献有对应的 DOI 号,可重定向到对应期刊的文献页面(号前加上 doi. org/,)也是用于下载文献的重要信息。DOI 号一般可以在网站对应详情页面找到。

二、文献查找

有大学支持的人可以直接上 scifinder 或者 reaxys 查找

https://scifinder.cas.org

https://reaxys.com

一般人可以使用 scihub 下载 (需要提供 DOI, 有时候下不到)

https://sci -hub. st

(scihub 有多个镜像,可以将"st"更换为"ee""se""do")

具体的物质可以到摩贝网(MolBase)、化源网(https://www.chemsrc.com/)查找,简单的注册一下 就可以看各种危险品了。上面有性质及附带相关文献的合成路线,还提供上下游产品供参考

文献的话,知网、维普、万方都是国内很好的数据库,不过一般要钱。

其他的途径,可以在微信上关注爱学术后每日白嫖,也可以在百度里搜(如道客巴巴) 有些国内刊物(比如中国无机化学学报)是可在官方网站直接下载的。

由于各种原因国内文献质量大多不比国外文献,有能力的建议首选参考外文文献。 直接在谷歌搜索刊物名称或缩写,一般都能找到对应的官网。 如果是随机的查点文献,可以考虑以下这些网站:

https://scholar.google.com

https://www.researchgate.net

https://pubs.acs.org

https://pubs.rsc.org

https://www.onlinelibrary.iley.com

htts://www.sciencedirect.com

https://www.springer.com

https://www.tandfonline.com

https://www.publish.csiro.au

此外,查找物质结构和物理性质(主要是溶解度)可以分别使用

https://www.ccdc.cam.ac.uk/structures

http://chemister.ru/Database/search-en.php

常用词如合成搜 synthesis,表征搜 characterization,制备搜 preparation

表征文献搜 reference

基本应急处理措施

- 一、易燃物:基本原则为隔绝氧化剂,降低温度至燃点下,去除易燃物。
- 适用范围:较少量,且不在人体上燃烧。
- 1.乙醚: 用湿抹布覆盖(降温,隔氧气)
- 2.硫,磷:用大量水扑灭(降温)
- 注:此类物质水量少时容易激起火星,请用较多的水。
- 3.钠, 镁: 少量时用沙土, 大量用 D 类灭火器(降温, 隔绝氧化剂)
- 注:活泼金属注意氧化剂可以是水、氮气、二氧化碳等物质。
- 4.烷基金属:见活泼金属处理方法。
- 二、有毒物质:基本原则为尽快排出,清除毒物。
- 处理中毒需要良好的医学基础和足够的药物,一般首选就医。适用范围:误服,接触
- 1.苯胺,亚硝酸钠(氧化类):催吐,用还原剂(硫代硫酸钠,亚甲基蓝)
- 2. 氰化物,叠氮化物(呼吸抑制剂):催吐,亚硝酸类(钠盐或酯)或硫代硫酸钠解毒。
- 3.有毒金属离子:催吐,服用富含蛋白质物品,用相应解毒剂。
- 4.有机磷:催吐,用抗胆碱能药物(如阿托品)或解磷定类(恢复活性)。
- 5.磷化氢:通风,无特效药,维持通气,纠正生理异常。(大部分气体中毒皆如此)
- 三、腐蚀类:基本原则为尽快移除物质,保护和恢复皮肤。适用范围:少量沾于身体。
- 1浓硫酸,磷酐:建议用大量水快速冲洗(避免放热造成二次烫伤),不建议用抹布。
- 2.硝酸,盐酸:立即用水冲洗。
- 3.氢氧化钠:用水冲洗,涂醋可有效中和及缓解滑腻感。
- 4.钠等金属: 立即将燃烧部位浸入水中。
- 5.溴:用硫代硫酸钠溶液冲洗,并用甘油。

实验方案

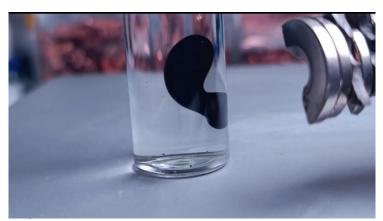
在进行实验方案的详细阐述前, 先明确行实验的三大原则:

- ①尽量不进行危险的实验:爆炸/含能/燃烧,或造成污染气体泄露的实验应原则上杜绝。
- ②尽量不进行奢侈的实验:有些实验药品及其昂贵或稀缺,如 I2、KMnO4、AgNO3等,对于涉及这些药品的实验,若必须进行,则需谨慎用量,并做好尽可能的回收处理。
- (3)尽量不进行困难的实验:有些实验对操作手法要求极高,一个不慎则可能导致失败。对于那些手法并不熟练的人,请尽可能主动放弃高难度实验(或深入学习后再进行)
- 一般而言,简单易进行的初等实验可分为三大类:现象实验、结晶操作、试剂制备
- 一、现象实验(大多取自 GeekChemistry)

1.流体铁的制取:

将七水合硫酸亚铁和六水合氯化铁以 1: 2 摩尔比的加入滴有一毫升醋酸的水中(参考量 6g 硫酸亚铁 70ml 水 1ml 酸),过滤,在 70℃ 剧烈搅拌下迅速加入氨水到 pH≈8 后(不建议磁搅),加入等体积无水乙醇,取一磁铁至容器底部,静置待黑色固体大部分沉淀后倒去上清液,并重新加入清水重复数次,留下潮湿固体备用;另取 250ml 水加入 1ml 油酸,在剧烈搅拌下缓慢滴加 10ml27%氨水(可用磁搅),待溶液呈淡乳白色后停止搅拌;将上述溶液加入先前制得的潮湿固体中,搅拌数分钟后按照先前磁选步骤再重复用清水洗涤数次,最后一次洗涤用无水乙醇;将所得固体在室温干燥,直到不再闻到乙醇气味为止,得到浆糊状黑色物质;

将该物质用无水煤油分散即得目的产物



2.点亮鲁米诺

称取 2g 氢氧化钠加入 250mL 水中,搅拌使其充分溶解后加入 0.3g 鲁米诺,随后缓缓加入 30mL 的 30%过氧化氢,另取 2g 铁氰化钾加入另一盛有 250mL 水的烧杯,将两者溶液混合,即可产生亮蓝色光芒(黑暗下观赏更佳)



"天蓝色的——继阳光 怡然和良 却也黯然喜摇"

3.变色大赏 1"我们在色环上遥不可及,却又在烧杯里交替亮相,永不相见" 称取 28g 酒石酸钾钠加入 100mL 水中,搅拌使其充分溶解。

另取 6.2g 硫酸铜加入另一盛有 20mL 水的烧杯中,搅拌使其充分溶解。

再准备一个空的 500mL 烧杯,向其中加入 60mL 酒石酸钾钠溶液后,

量取 4mL 的 3%过氧化氢加入其中,随后向其中加入 1mL 硫酸铜溶液,

加热该烧杯中溶液至 70℃以上:蓝色变绿色在变为橙黄色,橙黄色变为橙红色再向烧杯中加入 40mL 的 3%过氧化氢,则溶液立刻变为棕色,随后变为绿色,

再变回蓝色。将温度升高后又可进行循环。(可酌情调整各溶液用量)

变色大赏 2——碘钟

称取 1-2g 淀粉加入 250mL 热水中并搅拌均匀,待其冷却后向其中加入 3.9g 丙二酸和 0.8g 硫酸锰,搅拌至其溶解。另取一烧杯并向其中加入 2.1g 碘酸钾和 50mL 水,搅拌至其溶解。最后取一大烧杯,向其中加入 50mL12%过氧化氢(可自行调配)、和另外两个烧杯中溶液,随后向其中滴加 1mL 硫酸,溶液在黄色与蓝色之间反复切换"夕阳与潮水,在冰冷无情的烧杯中争相起舞,浪漫与温情却存于其中不曾消逝"

变色大赏 3——红绿灯

称取 4g 葡萄糖加入 150mL 水中, 另取一烧杯中, 加入 1.5g 氢氧化钠和 50mL 水于其中。 将两溶液充分搅拌后混合倒入一锥形瓶, 用玻璃棒蘸取少量靛蓝胭脂红

(即靛蓝二磺酸钠) 加入溶液中, 停止搅拌。溶液呈现绿色变为红色再变黄色。

剧烈晃动锥形瓶,溶液呈现黄色到红色到绿色的一个周期性变换。(若不变色则晃动)"绿灯,红灯,黄灯,尽管没有车流作观众,小小的晃动却也可铸就一出大戏"变色大赏 4——魔壶"化学,本身就是一场绚丽的魔法表演"

预先准备好 5 个烧杯,向其中分别加入 0.5g 邻菲罗啉、2mL的 30%过氧化氢、

0.5g 氢氧化钠和 2mL30%的过氧化氢、0.2g 铁氰化钾、5mL 硝酸银溶液。

随后打造"魔壶":向大烧杯中加入 5g 硫酸亚铁,向其中加入 250mL 水和少量盐酸,搅拌使其充分溶解后,将该"魔壶"内液体倒入 5 个烧杯。

五个烧杯分别呈现"草莓"、"茶"、"可乐"、"蓝莓"和"牛奶"



4.熔岩火舞

向 250mL 烧杯中加入 200mL 水和 10mL 醋酸,搅拌均匀后加入少量红墨水。

另取一烧杯, 向其中加入 10g 碳酸氢钠和 80mL 食用油, 将两者溶液混合出现熔岩火舞。

"飞火与熔岩交织, 烈焰在液相起伏"



5.CPPO(双-(2.4.5-三氯水杨酸正戊酯)-草酸酯)荧光液

量取 200mL 邻苯二甲酸二丁酯,向其中加入 3-5gCPPO。

另取一烧杯,向其中加入 180mL 叔丁醇和 20mL 的 30%过氧化氢,

适当搅拌后加入 2g 罗丹明 B, 持续搅拌并向其中加入 CPPO 溶液,

随后瞬间释放橙红色荧光 (加入无水乙酸钠可加强荧光强度,但会减少荧光时间)

罗丹明 B 也可换成曙红 Y (黄色荧光)或羟甲香豆素 (蓝色荧光)







镀镜及晶雨:

西林瓶/螺口瓶若足够的干净整洁也可不进行敏化处理。

1.铜镜

敏化处理可在一定程度上让银镜/铜镜更为光亮、均匀。

试剂: 五水合硫酸铜(CuSO₄·5H₂O)、抗坏血酸(C₆H₈O₆,別称: 维生素 C)、蒸馏水、浓氨水(主要成分 NH₃·H₂O)、液体石蜡。

敏化所需试剂(非必需): 二水合氯化亚锡(SnCl₂·2H₂O)、浓盐酸、浓 NaOH 溶液。 仪器: 50mL 烧杯、20mL 量筒、 表面皿(可用烧杯或称量纸代替)、

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),称量仪器根据用量选择。实验步骤: ①称取 5 gCuSO₄·5H₂O 于 50mL 烧杯中,加 20mL 水后搅拌使其充分溶解②称取 2g 维生素 C 加入硫酸铜溶液中,搅拌使其充分溶解,随后补加水至 30mL 处③向溶液中滴加浓氨水(会产生棕黄色沉淀),继续加浓氨水至沉淀溶解(溶液变蓝)④(提前对西林瓶/螺口瓶进行敏化处理后)迅速将该深蓝色溶液加入至 3 个 10mL 的西林瓶/螺口瓶或已敏化的西林瓶/螺口瓶中,并使溶液液面凸出: 迅速盖紧瓶盖并倒置⑤约 8h 后镀镜完成(也可等一天),倒出瓶中液体后充分洗涤,随后加满液体石蜡

⑥盖紧瓶盖,将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完 **敏化步骤:** 先加入浓 NaOH 溶液清洗西林瓶,随后倒出并用清水洗干净,接着加入 SnCl₂ 溶液 (SnCl₂ 溶液需提前溶于浓盐酸中防水解),随后倒出并用清水洗干净。

反应方程式: CuSO₄+4NH₃·H₂O=[Cu(NH₃)₄]SO₄+4H₂O, CuSO₄+2C₆H₈O₆=[Cu(C₆H₈O₆)₂]SO₄ 其余方程式未知,有待考证。猜测是有 Cu²+被抗坏血酸还原成 Cu⁺

相关疑问: I.第5步为何出现棕黄色沉淀?

答:维生素 C 将 Cu²⁺还原为 Cu⁺, CuOH 为棕黄色。

Ⅱ.第7步为何要加入液体石蜡?

答: 防止空气中的氧气氧化铜单质。

相关注意:

浓氨水(氨气的浓水溶液)为国家制危化品试剂(属腐蚀性液体,为中强碱,易挥发), Cu^{2+} 为重金属离子,对人体及生物有害,请进行无毒处理后排入生活用水。

实验的全部过程仅供参考,请在进行该实验时保持良好冷风,并做好完备的保护措施。

相关介绍:

铜镜反应是一个镀镜反应(在西林瓶/螺口瓶表面镀上一层光亮的铜)。该反应步骤中,第4步使液面凸出是为了使瓶内充满液体无气泡,倒置目的是使底部也镀上光亮的铜。若实验成功,反应后的西林瓶/螺口瓶可作为观赏用的工艺品,应小心保管以防破裂。

相关参考:

氨水一能增强体系碱性提升抗坏血酸的还原性(与二烯醇结构产生氢键),

二能与铜离子强络合提高铜离子的稳定性,同时避免氧化亚铜的产生,

热力学上可能有拉动亚铜离子歧化的作用。于是形成铜镜的步骤应该是如下:

四氨亚铜离子从活性还原物种中夺得一个电子成为 Cu, 然后聚合成铜镜。

逐步还原机理:二价铜到一价铜再到0价铜,一价铜络合离子在玻璃表面还原沉积,

这反应主要做纳米铜用,反应慢且好控制成核速率。最后得到纳米 Cu₂O 和纳米铜溶胶。

2.铜晶雨

试剂: 氯化铜(CuCl2)、铁丝(Fe)、甘油(C3H8O3)、蒸馏水

仪器: 100mL 烧杯、 表面皿 (可用烧杯或称量纸代替)、

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①称取 2g 氯化铜于 100mL 烧杯中,加 60mL 水后充分搅拌至其完全溶解(溶液显蓝色)
- ②称取 2.2g 铁丝加入原先 100mL 烧杯中,静置十分钟待反应完全(不要静置过久!)
- ③反应完全后,溶液显棕黄色。将溶液反复震荡至铜晶体充分的分散其中
- 4)量取 80mL 甘油于另一 100mL 烧杯中
- ⑤将溶液进行过滤。过滤后的滤渣用清水洗涤 2-3 次, 待其干燥后倒入甘油中
- (6)将甘油溶液搅拌 1-2 分钟后倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。成品即为"铜晶雨"
- (7)将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成

反应方程式: Fe+CuCl₂=Cu+FeCl₂

相关注意:

Cu²⁺为重金属离子,对人体及生物有害,请进行无毒处理后排入生活用水。

实验的全部过程仅供参考,请在进行该实验时保持良好冷风,并做好完备的保护措施。

相关介绍:

"铜晶雨"制备即通过铁和氯化铜进行置换反应,铜离子反应后全部被还原成铜单质从而得到具有观赏性的棕黄色的铜晶体。**静置过程不宜超时,否则铜容易被氧化变黑!**用甘油作溶剂增大密度和粘稠度,从而延长晶体悬浮时间,增加其"晶雨"效果。

最好不要用硫酸铜代替氯化铜!硫酸铜置换后得到的铜为粉末状,难以呈现"晶雨"溶剂也可采用其他有机类溶剂。尽量不要用水作为溶剂,否则久置后铜易氧化变质!若实验成功,装瓶后的西林瓶/螺口瓶可作为观赏用的工艺品,应小心保管以防破裂。

3.银镜

试剂: 硝酸银(AgNO₃)、浓氨水、液体石蜡、葡萄糖(C₆H₁₂O₆)、蒸馏水 敏化所需试剂(非必需)——二水合氯化亚锡(SnCl₂·2H₂O)、浓盐酸。 仪器: 50mL 烧杯、100mL 容量瓶、 表面皿(可用烧杯或称量纸代替)、 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),称量仪器根据用量选择。

实验步骤: (西林瓶/螺口瓶的敏化过程见前文铜镜制备)

- ①称取 2g AgNO3 于 50mL 烧杯中,加一定量水后充分搅拌,直至其完全溶解
- ②将溶液加入 100mL 容量瓶,加蒸馏水定容,配成 2%质量分数的的 AgNO3 溶液
- (3)称取 10mL 浓氨水于烧杯中,随后加蒸馏水稀释至 50mL
- (4)称取 5g 葡萄糖于 50mL 烧杯中,加一定量水后充分搅拌,直至其完全溶解
- (5)将溶液加入 100mL 容量瓶,加蒸馏水定容,配成 5%质量分数的葡萄糖溶液
- ⑥量取 3mL 配置好的 AgNO3 溶液,加入容量为 10mL 的西林瓶中
- ⑦向其中逐滴滴加配置好氨水溶液至沉淀溶解(此时配置的溶液即为银氨溶液)
- ⑧迅速向其中滴入一滴管左右的葡萄糖溶液,并补加蒸馏水至溶液液面凸出, 迅速盖紧瓶盖并倒置(使底部也镀上银),该过程中不要过度晃动西林瓶!
- (9)将西林瓶进行 70℃左右恒温加热(水浴加热下控制温度)持续 10 分钟(或更久)
- 1010分钟后,镀镜完成,倒出瓶中液体后充分洗涤,随后加满液体石蜡
- (11)盖紧瓶盖,将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成

反应方程式: AgNO3+NH3·H2O=AgOH+NH4NO3

 $2 AgOH = Ag_2O + H_2O, \quad Ag_2O + 4NH_3 \cdot H_2O = 2[Ag(NH_3)_2]OH + 2H_2O$

 $CH_2OH(CHOH)_4CHO+2Ag(NH_3)_2OH=CH_2OH(CHOH)_4COONH_4+3NH_3\cdot H_2O+2Ag \\ \downarrow$

相关疑问:

- I.第7步为何氨水要过量?
- 答:保证反应体系为碱性,防止银氨溶液分解
- Ⅱ.银氨溶液为何不能久置?
- 答: 久置的银氨溶液可以析出叠氮化银(AgN₃)、氮化银(Ag₃N)、亚氨基化银(Ag₂NH) 三种沉淀, 该三种物质均不稳定易爆炸。
- III.反应结束后的废液为何不能久置?
- 答:银氨溶液易与醛类反应生成雷酸银(AgONC),该物质不稳定易爆炸

相关注意:

AgNO₃ 为国家管制危化品试剂(属易制爆类,为硝酸盐,重金属银盐,对人体有害),浓氨水为国家管制危化品试剂(属腐蚀性液体,为中强碱,易挥发),

Ag⁺为重金属离子,对水体及生物有害,请进行无毒处理后再排入生活用水。

银盐与肢体接触易生成黑色的蛋白银、较难洗去、可等其自然脱落。

请在进行该实验时保持良好通风,并做好完备的保护措施。

该实验应全程戴好手套。若有液体不慎滴在手臂上应立刻清洗并做出相应的后续处理。

相关介绍:

银镜反应是一个镀镜反应(在西林瓶/螺口瓶表面镀上一层光亮的银)。该反应步骤中,第8步使液面凸出是为了使瓶内充满液体无气泡,倒置目的是使底部也镀上光亮的银。若实验成功,反应后的西林瓶/螺口瓶可作为观赏用的工艺品,应小心保管以防破裂。

4.银晶雨

试剂: 锌片(Zn)、5%硝酸银溶液(AgNO₃)、甘油(C₃H₈O₃)、蒸馏水

仪器: 100mL 烧杯、 表面皿 (可用烧杯或称量纸代替)、

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),称量仪器根据用量选择。

实验步骤:

- ①量取 50mL 的 5%硝酸银溶液于 100mL 烧杯中(也可用硝酸银固体自行配置)
- ②称取 3g 锌片加入原先 100mL 烧杯中,静置十分钟待反应完全(锌片全部消失)
- ③静置一天后,溶液显灰白色。将溶液反复震荡至银晶体充分的分散其中
- ④量取 80mL 蒸馏水于另一 100mL 烧杯中待用
- (5)将溶液进行过滤。取滤渣(舍弃多余的未被反应掉的锌片,留下银)倒入蒸馏水中
- 6 将溶液搅拌 1-2 分钟后倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。成品即为"银晶雨"
- (7)将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成

反应方程式: Zn+2AgNO3=2Ag+Zn(NO3)2

相关注意:

Ag⁺为重金属离子,对人体及生物有害,请进行无毒处理后排入生活用水。

实验的全部过程仅供参考,请在进行该实验时保持良好冷风,并做好完备的保护措施。

相关介绍:

"银晶雨"制备即通过锌和硝酸银进行置换反应,银离子反应后全部被还原成银单质从而得到具有观赏性的银白色的银晶体。其久置易沉淀,适当摇匀则银晶摇曳。可加少量甘油增大密度和粘稠度,从而延长晶体悬浮时间,增加其"晶雨"效果。

锌片不可换成锌粒或锌粉! 一旦**锌粒/锌粉稍微过量便可能难以与银单质分离开来!** 若实验成功,装瓶后的西林瓶/螺口瓶可作为观赏用的工艺品,应小心保管以防破裂。

5.天气瓶

试剂: 氯化铵(NH4CI)、硝酸钾(KNO₃)(也可用氯化钾(KCI)代替)、蒸馏水、 天然樟脑((1R,4R)-1,7,7-三甲基二环【2.2.1】庚烷-2-酮)】、无水乙醇(C₂H₅OH) 染色所需试剂(非必需): 甲基红/甲基橙/甲基黄/甲基绿/甲基青/甲基蓝/甲基紫 仪器: 50mL 烧杯、100mL 烧杯、 表面皿(可用烧杯或称量纸代替)、 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) **实验步骤:**

- ①称取 2.5g 氯化铵于 50mL 烧杯中,加 40ml 水后充分搅拌,直至其完全溶解
- ②称取 2.5g 硝酸钾加入原先 50mL 烧杯中,不加水,充分搅拌使其完全溶解
- ③称取 10g 天然樟脑于 100mL 烧杯中,加 45mL 无水乙醇后充分搅拌,直至溶解完全
- (4)将原先 50mL 烧杯中溶液倒入原先 100mL 烧杯中,适当搅拌
- (5)加热 100mL 烧杯中的溶液,至溶液基本澄清时停止加热(可采用水浴加热)
- ⑥ (选做)用牙签沾一点喜欢的染色试剂固体放入溶液中,搅拌直至颜色均匀
- (7)将溶液倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 8 将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成

反应方程式: 无。"天气瓶"中主要原理为物理变化(沉淀与溶解)

相关注意:

KNO₃ 为国家管制危化品试剂(属易制爆类,为硝酸盐),应小心保管 请在进行该实验时保持良好通风,并做好完备的保护措施。

相关介绍:

"天气瓶"的本质是溶质溶解度随温度的变化而变化,在低温下大量结晶从而析出。 当处于夏天这种温度持续偏高的状态下时,结晶难以析出,需做特殊低温处理。 "天气瓶"的用料低廉易得,原理通俗易懂,是一种常见的入门级别观赏试剂。

6雪晶雨

试剂:钠(Na)、碳酸二乙酯(C₅H₁₀O₃)、95%乙醇(C₂H₅OH)、蒸馏水 仪器:50mL 烧杯、100mL 烧杯、 表面皿(可用烧杯或称量纸代替)、 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①称取 1g 钠于 50mL 烧杯中。量取 2.5mL 碳酸二乙酯于另一 50mL 烧杯中, 待(3)使用。
- ②量取 20mL 的 95%浓度乙醇于原先 50mL 烧杯中, 待其反应完后迅速进行下一步
- (3)向溶液中迅速加入原先量取的碳酸二乙酯,加入过程中不断搅拌
- ④搅拌过程中溶液会迅速升温,当③反应完全后,新取一个 100mL 的空烧杯,向其中加入 60mL 的常温水,并将反应完后的 50mL 烧杯泡在 100mL 烧杯中缓慢降温
- (5)当 50mL 烧杯中的溶液持续降温时,保持搅拌直至其恢复室温,大量白色沉淀析出
- ⑥将烧杯中母液与乙醇以 1: 1 的比例倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。成品即为"雪晶雨"⑦将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成

反应方程式: 2Na+2H₂O+C₅H₁₀O₃=2C₂H₅OH+Na₂CO₃↓+H₂个相关注意:

Na 为国家管制危化品试剂(属易制爆类),易自燃、遇水放热;应小心保管 请在进行该实验时保持良好通风,并做好完备的保护措施。

相关介绍:

"雪晶雨"制备即通过钠与极少量的水(95%乙醇里的水)反应生成中间产物氢氧化钠, 氢氧化钠再和碳酸二乙酯进行反应从而得到了具有观赏性的白色的碳酸钠晶体。

(该实验原理为碳酸钠几乎不溶于醇和酯,因此在有机溶剂环境下极易析出晶体) 若实验成功,装瓶后的西林瓶/螺口瓶可作为观赏用的工艺品,应小心保管以防破裂。

7..白晶雨

试剂:铋(Bi)、硝酸(HNO3)、无水乙醇(C2H5OH)、蒸馏水

仪器: 50mL 烧杯、100mL 烧杯、 表面皿 (可用烧杯或称量纸代替)、

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①称取 10g 铋于 50mL 烧杯中。量取 60mL 无水乙醇于 100mL 烧杯中, 留存至⑦使用。
- ②量取 5mL 的 30%浓度硝酸于原先 50mL 烧杯中,静置让其自然反应一段时间
- ③ 当溶液显黄色且不再冒出气泡时,量取 2-3mL30%浓度硝酸于另一 50mL 烧杯中
- (4)向单独装有硝酸的烧杯中加水,硝酸稀释至 7mL 左右时停止加水
- (5)将稀释后的硝酸倒入原先反应液中(即(2)中烧杯溶液),充分搅拌至溶液显浅白色
- ⑥将溶液倒入**新的 100mL** 烧杯中,加水稀释至 60mL。静置片刻至大量白色晶体沉淀。
- (7)对溶液进行过滤处理,保留晶体并用水洗涤 2-3 次,将洗涤后的晶体倒入无水乙醇
- ⑧将烧杯中的溶液倒入西林瓶中, 盖紧瓶盖。成品即为"白晶雨"
- (9)将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成

反应方程式: Bi+4HNO3= Bi(NO₃)₃+NO个+2H₂O, Bi(NO₃)₃+H₂O=BiONO₃↓+2HNO₃ 相关注意:

HNO₃ 为国家管制危化品试剂(属易制爆类),应小心保管 请在进行该实验时保持良好通风,并做好完备的保护措施。

相关介绍:

"白晶雨"制备即通过铋和硝酸反应得到中间产物硝酸铋,硝酸铋再随着水解反应掉从而得到具有观赏性的雪白色的硝酸氧铋晶体。其久置易沉淀,适当摇匀则雪花飘落。可加适量甘油增大密度和粘稠度,从而延长晶体悬浮时间,增加其"晶雨"效果。若实验成功,装瓶后的西林瓶/螺口瓶可作为观赏用的工艺品,应小心保管以防破裂。

8.粉晶雨

试剂: 硫酸铬钾 (KCr(SO₄)₂)、仲钼酸铵 ((NH₄)₆Mo₇O₂₄)、蒸馏水、甘油 (C₃H₈O₃) 仪器: 50mL 烧杯、100mL 烧杯、 表面皿 (可用烧杯或称量纸代替)、

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- (1)称取 2.5g 硫酸铬钾于 50mL 烧杯中,加 30mL 水后充分搅拌,直至其完全溶解
- (2)称取 5g 钼酸铵于另一 50mL 烧杯中,加 20mL 水后充分搅拌,直至其完全溶解
- ③将两烧杯中溶液倒入 100mL 烧杯中混合,此时溶液呈紫黑色,持续加热并充分搅拌
- (4) 当溶液变为粉色并有大量晶体析出(即变明显浑浊时)停止加热
- (5)将烧杯中溶液倒入锥形瓶中,并向锥形瓶中加入 150mL 水 (使溶液稀释为 200mL)
- (6)将锥形瓶中溶液搅拌 1-2 分钟后倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。成品即为"粉晶雨"
- (7)将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成

反应方程式: 12(NH₄)₆Mo₇O₂₄+14KCr(SO₄)₂+146H₂O=15(NH₄)₂SO₄+7K₂SO₄+6H₂SO₄+7(NH₄)₆[Cr₂Mo₁₂O₄₂]·20H₂O↓

相关注意:

钼为重金属元素,对人体及生物有害,请进行无毒处理后排入生活用水。

请在进行该实验时保持良好通风,并做好完备的保护措施。

该实验应全程戴好手套。若有液体不慎滴在手臂上应立刻清洗并做出相应的后续处理。

相关介绍:

"粉晶雨"制备即通过钼酸铵和硫酸铬钾反应得到绚丽的二十水合十二钼二铬酸六铵 (7(NH₄)₆[Cr₂Mo₁₂O₄₂]·20H₂O),晶体雨久置易沉降,可加适量甘油增大密度和粘稠度 该物质是一种杂多钼酸盐,也是一种难溶性铵盐。为粉紫色晶体,易风化为粉末。 若实验成功,装瓶后的西林瓶/螺口瓶可作为观赏用的工艺品,应小心保管以防破裂

9.红晶雨(该实验推荐多人共同进行。安全问题和处理措施老生常谈,懂的都懂)

试剂: 硫酸镍(NiSO₄)、碳酸氢钠(NaHCO₃)、乙酸(CH₃COOH)、乙酸铵(CH₃COONH₄)、亚硝酸钠(NaNO₂)、浓氨水(主要成分 NH₃·H₂O)、无水乙醇(C₂H₅OH)、蒸馏水仪器: 100mL 烧杯、250mL 烧杯、 表面皿(可用烧杯或称量纸代替)、

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:①称取 12.9g 硫酸镍于 100mL 烧杯中,加 50ml 水后充分搅拌直至完全溶解

- (2)称取 8.4g 碳酸氢钠于 250mL 烧杯中,加 100mL 水后充分搅拌,直至其完全溶解
- ③)将硫酸镍溶液倒入 250mL 烧杯的碳酸氢钠溶液,加热至溶液沸腾并保持搅拌
- ④溶液沸腾后进行趁热过滤。将原先 250mL 烧杯洗涤干净后,取滤渣于其中。
- ⑤量取 5mL 乙酸于另一空的 100mL 烧杯中,加水稀释至 15mL
- (6)将稀释后的乙酸倒入 250mL 烧杯中(溶液浑浊),持续加热 250mL 烧杯至沉淀消失
- (7)称取 60g 乙酸铵于**另一空的** 250mL 烧杯中,加 15mL 水后持续加热并保持搅拌。
- ⑧称取 40g 亚硝酸钠, 倒入 250mL 烧杯的乙酸铵溶液, 加 40mL 水后搅拌至完全溶解
- (9)量取 30mL 浓氨水,与(8)中溶液一同倒入(6)中溶液(乙酸镍溶液),搅拌 1-2 分钟
- 10将9中混合后的溶液静置一天,一天后溶液产生沉淀,过滤后取滤渣并将其洗涤
- (11)新取一 100mL 空烧杯, 向其中加入 100mL 无水乙醇, 随后将滤渣全部溶于其中
- 迎搅拌溶液半分钟后,将烧杯中母液倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。成品即为"红晶雨"
- (13)洗净收好仪器,清理桌面后完善实验报告,实验完成

反应方程式: NiSO4+2NaHCO3+5H2O=Na2SO4+NiCO3·6H2O +CO2个

 $NiCO_3 \cdot 6H_2O + 2CH_3COOH = Ni(CH_3COO)_2 + CO_2 \uparrow + 7H_2O$

 $Ni(CH_3COO)_2+2NaNO_2+4NH_3=2CH_3COONa+[Ni(NO_2)_2(NH_3)_4]$

相关介绍:"红晶雨"的制备即通过硫酸镍、碳酸氢钠、乙酸、乙酸铵、亚硝酸钠和浓氨水反应得到红色晶体二硝基四氨合镍。该实验操作过于复杂繁琐,不进行推荐。

10.血晶雨

药品: 甲基橙 (C14H14N3SO3Na)、乙醇 (C2H5OH)、水

仪器: 50mL 烧杯、250mL 烧杯、 表面皿 (可用烧杯或称量纸代替)、

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①称取 2g 甲基橙于 50mL 烧杯中,加 40ml 的 95%乙醇后充分搅拌 1-2 分钟
- (2)将 50mL 烧杯中的溶液倒入 250mL 烧杯中,并用足量水清洗 50mL 烧杯壁上残留物
- ③将 50mL 烧杯壁上残留物倒入 250mL 烧杯后,向 250mL 烧杯中继续加水
- ④当 250mL 烧杯中溶液达到 250mL 刻度线后停止加水, 充分搅拌 1-2 分钟
- ⑤搅拌 1-2 分钟后,将含有晶雨的上层溶液倒入新的 250mL 烧杯中,留下大块颗粒物
- 6 若倾倒后的溶液仍然出现大块颗粒物,则重复步骤(5)
- (7)烧杯中的母液倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。成品即为"血晶雨"
- ⑧将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成 反应方程式:

无,本质是甲基橙的沉淀溶解平衡(析出的晶体为甲基橙)

相关注意:

甲基橙沾染到手上难以清洗,该实验应全程戴好手套。若溶液滴在手臂上应立刻清洗 相关介绍:

"血晶雨"本质是甲基橙在水溶液中析出,沉淀溶解从乙醇到乙醇的稀溶液发生剧变 该溶液颜色较深,可搅拌/震荡/摇匀后进行打光处理——血红的晶体在溶液中流淌漂浮 若实验成功,装瓶后的西林瓶/螺口瓶可作为观赏用的工艺品,应小心保管以防破裂。

11. 橙晶雨 (成分分析暂时未知,等手册的第二版发行再予以调整)

药品:乙酸铅((CH₃COO)₂Pb)、乙酸(CH₃COOH)、碘化钾(KI)、重铬酸钾(K₂Cr₂O₇) 仪器: 50mL 烧杯、250mL 烧杯、 表面皿(可用烧杯或称量纸代替)、

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①称取 0.38g 乙酸铅于 50mL 烧杯中,加 40ml 水后充分搅拌,直至出现明显浑浊
- ②加入 3-5mL 乙酸,此时溶液迅速恢复澄清。
- (3)往另一烧杯中加入 0.35g 碘化钾,加 15mL 水后充分搅拌,直至其完全溶解
- ④将两烧杯中溶液倒入 250mL 烧杯中混合,加水至 100mL
- (5)加热 250mL 烧杯中的溶液, 至溶液基本澄清时停止加热(此时溶液只有少量沉淀)
- ⑥过滤,将过滤后的澄清溶液倒入新的 250mL 烧杯中
- (7)将新的 250mL 烧杯中溶液倒入西林瓶,盖紧瓶盖(可加适量甘油增大密度和粘稠度)
- ⑧西林瓶静置 1-2 小时后自然冷却, 当西林瓶中溶液冷却至室温时, "黄金雨"出现
- ⑨向"黄金雨"中加入 0.5g-1g 重铬酸钾,黄色沉淀全部转化为橙色沉淀后倒入西林瓶
- 10"橙晶雨"诞生。盖紧瓶盖,洗净收好仪器,清理桌面后完善实验报告,实验完成

反应方程式: (CH₃COO)₂Pb+2KI=2CH₃COOK+PbI₂↓,产生橙色沉淀的方程未知

相关注意: Pb²⁺为重金属离子,对人体及生物有害,请进行无毒处理后排入生活用水。

请在进行该实验时**时刻保持良好通风**,并做好完备的保护措施。**切忌接触 Pbl₂!**

该实验应全程戴好手套。若有液体不慎滴在手臂上应立刻清洗并做出相应的后续处理。

相关介绍:"橙晶雨"的制备即通过乙酸铅和碘化钾反应生成初步的金黄色沉淀 Pbl2,

Pbl₂再和 K₂Cr₂O₇反应生成溶解度更小的橙色沉淀,随后大量精致的橙色晶体尽数析出。

若实验成功,装瓶后的西林瓶/螺口瓶可作为观赏用的工艺品,应小心保管以防破裂。

12.黄晶雨

试剂:乙酸铅((CH₃COO)₂Pb)、乙酸(CH₃COOH)、碘化钾(KI)、蒸馏水、甘油 仪器:50mL 烧杯、250mL 烧杯、 表面皿(可用烧杯或称量纸代替)、

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①称取 0.38g 乙酸铅于 50mL 烧杯中,加 40ml 水后充分搅拌,直至出现明显浑浊
- ②加入 3-5mL 乙酸,此时溶液迅速恢复澄清。
- (3)往另一烧杯中加入 0.35g 碘化钾,加 15mL 水后充分搅拌,直至其完全溶解
- (4)将两烧杯中溶液倒入 250mL 烧杯中混合,加水至 120mL
- (5)加热 250mL 烧杯中的溶液, 至溶液基本澄清时停止加热(此时溶液只有少量沉淀)
- ⑥过滤,将过滤后的澄清溶液倒入新的 250mL 烧杯中
- (7)将新的 250mL 烧杯中溶液倒入西林瓶,盖紧瓶盖(可加适量甘油增大密度和粘稠度)
- ⑧西林瓶静置 1-2 小时后自然冷却, 当西林瓶中溶液冷却至室温时, "黄金雨"出现
- (9)将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成

反应方程式: (CH₃COO)₂Pb+2KI=2CH₃COOK+PbI₂↓

相关注意:

Pb²⁺为重金属离子,对人体及生物有害,请进行无毒处理后排入生活用水。

请在进行该实验时保持良好通风,并做好完备的保护措施。切忌接触 Pbl2!

该实验应全程戴好手套。若有液体不慎滴在手臂上应立刻清洗并做出相应的后续处理。

相关介绍:

"黄晶雨"的制备即通过乙酸铅和碘化钾反应生成 Pbl₂,在较高温度下 Pbl₂ 大量溶解,而当温度恢复常温时,精致的金黄色晶体 Pbl₂ 尽数析出,形成流星雨般的壮阔场景。若实验成功,装瓶后的西林瓶/螺口瓶可作为观赏用的工艺品,应小心保管以防破裂。

13.绿晶雨

试剂: 碱式碳酸铜(Cu₂(OH)₂CO₃)、对氨基苯磺酸(C₆H₇NO₃S)、蒸馏水(H₂O)

仪器: 100mL 烧杯、250mL 烧杯、 表面皿(可用烧杯或称量纸代替)、

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

①称取 6.82g 对氨基苯磺酸于 250mL 烧杯中,加 100ml 水后将溶液煮沸, 直至其完全溶解(若出现少量不溶物,则添加少许水至其溶解)

- ②称取 2.4g 碱式碳酸铜于 50mL 烧杯中,将其分多次批量加入对氨基苯磺酸溶液中
- ③碱式碳酸铜加入完毕后,将溶液继续煮沸半小时。
- (4) 煮沸完毕后将溶液静置冷却,恢复室温时绿色晶体完全析出。
- (5)将烧杯中的母液倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。成品即为"绿晶雨"。
- 6 将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

反应方程式: 4C₆H₇NO₃S+Cu₂(OH)₂CO₃=C₂₄H₂₄Cu₂O₁₂S₄↓+3H₂O+CO₂个相关注意:

Cu²⁺为重金属离子,对人体及生物有害,请进行无毒处理后排入生活用水。

请在进行该实验时时刻保持良好通风,并做好完备的保护措施。

该实验应全程戴好手套。若有液体不慎滴在手臂上应立刻清洗并做出相应的后续处理。

相关介绍:

"绿晶雨"的制备即通过对氨基苯磺酸和碱式碳酸铜反应得到绿色晶体对氨基苯磺酸铜。若实验成功,装瓶后的西林瓶/螺口瓶可作为观赏用的工艺品,应小心保管以防破裂。

该实验的试剂少量易得且操作简易轻松,推荐单刷或在较短时间内(1-2 小时)可进行

14.翠晶雨

试剂:硫酸镍(NiSO4)、对甲基苯磺酸(C7H8O3S)、蒸馏水(H2O)

仪器: 100mL 烧杯、250mL 烧杯、 表面皿 (可用烧杯或称量纸代替)、

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) **实验步骤:**

- ①称取 20g 硫酸镍于 100mL 烧杯中,加 50ml 水后充分搅拌,直至其完全溶解 (目的在于配成饱和溶液。若溶液析出硫酸镍晶体,则过滤后取原先滤液)
- ②称取 20g 对甲基苯磺酸于 250mL 烧杯中,加 100ml 水后充分搅拌,直至其完全溶解
- ③将硫酸镍溶液从原先 100mL 烧杯中倒入对甲基苯磺酸溶液的 250mL 烧杯中
- (4)硫酸镍与对甲基苯磺酸反应析出绿色晶体后,搅拌溶液1分钟左右至晶体完全析出。
- (5)将烧杯中的母液倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。成品即为"绿晶雨"
- (6)将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成

反应方程式: 2C7H8O3S+NiSO4=H2SO4+C14H14NiO6S2↓

相关注意:

Ni²⁺为重金属离子,对人体及生物有害,请进行无毒处理后排入生活用水。

请在进行该实验时时刻保持良好通风,并做好完备的保护措施。

对甲基苯磺酸是**腐蚀性极强的有机强酸**,取用过程中应务必注意安全。

该实验应全程戴好手套。若有液体不慎滴在手臂上应立刻清洗并做出相应的后续处理。

相关介绍:

"绿晶雨"的制备即通过对甲基苯磺酸和硫酸镍反应得到绿色晶体对甲基苯磺酸镍。

若实验成功,装瓶后的西林瓶/螺口瓶可作为观赏用的工艺品,应小心保管以防破裂。

该实验的试剂少量易得且操作简易轻松,推荐单刷或在较短时间内(1-2 小时)可进行

15.青晶雨(无法长时间保存,不作推荐)

试剂: 硫酸钴(CoSO₄)、仲钼酸铵((NH₄)₆Mo₇O₂₄)、过硫酸钾($K_2S_2O_8$)、蒸馏水仪器: 50mL 烧杯、100mL 烧杯、 表面皿(可用烧杯或称量纸代替)、

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤: ①称取 2.8g 硫酸钴于 50mL 烧杯中,加 20mL 水后搅拌半分钟

- ②称取 12.4g 仲钼酸铵于另一 50mL 烧杯中,加 30mL 水后搅拌半分钟
- (3)将两烧杯中溶液倒入 100mL 烧杯中混合,此时溶液呈暗红色,持续加热并充分搅拌
- (4) 当烧杯中溶质基本完全溶解时,再向其中加入 2g 过硫酸钾,不断搅拌至溶液沸腾
- (5)溶液沸腾 3-5 分钟后趁热过滤,滤液静置 1-2 小时至冷却室温,大量绿色晶体析出
- (6)对原先滤液再次过滤,取滤渣于 100mL 烧杯中,向其中加入 80mL 水
- (7)将烧杯中的溶液倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。成品即为"青晶雨"
- (8)将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成

反应方程式: 14CoSO₄+12(NH₄)₆Mo₇O₂₄+7K₂S₂O₈+48H₂O = 15(NH₄)₂SO₄+7K₂SO₄+6H₂SO₄+14 (NH₄)3H₆[CoMo₆O₂₄]↓

相关注意:

钼为重金属元素,对人体及生物有害,请进行无毒处理后排入生活用水。

请在进行该实验时保持良好通风,并做好完备的保护措施。

该实验应全程戴好手套。若有液体不慎滴在手臂上应立刻清洗并做出相应的后续处理。

相关介绍:

"青晶雨"制备即通过硫酸钴、仲钼酸铵和过硫酸钾(K₂S₂O₈)反应

从而得到具有观赏性的青色的 Anderson-6-钼(VI)钴(III)酸四丁基铵晶体。

此晶体不稳定,久置会失去折光性且易变白,综合体验感较差,不推荐进行该实验。

若实验成功,装瓶后的西林瓶/螺口瓶可作为观赏用的工艺品,应小心保管以防破裂。

16.蓝晶雨

试剂: 甘氨酸(C₂H₅NO₂)、碱式碳酸铜(Cu₂(OH)₂CO₃)、蒸馏水

仪器: 50mL 烧杯、250mL 烧杯、 表面皿 (可用烧杯或称量纸代替)、

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒)

实验步骤:

- ①称取 6g 甘氨酸于 50mL 烧杯中,加 40ml 水后充分搅拌,直至其完全溶解
- ②停止搅拌开始加热(磁力搅拌器的加热或用酒精灯+石棉网),加热至溶液微沸停止
- ③分多次加入 4g 碱式碳酸铜(如每次加 1g 碱式碳酸铜,每次间隔半分钟,加四次)
- 4)持续搅拌烧杯中的溶液直至冷却到室温(可在撤去加热后持续启动磁力搅拌器)
- (5)将原先 50mL 烧杯中的溶液转移到 250mL 烧杯中
- (6)对溶液进行稀释处理并搅拌(稀释到 120ml-160ml 即可,具体用量看个人颜色偏好)
- (7)将溶液倒入西林瓶中,盖紧瓶盖(摇晃后可观察到蓝色悬浊液——即"蓝晶雨")
- 8 将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成

反应方程式: 4C₂H₅NO₂+Cu₂(OH)₂CO₃→2Cu(C₂H₄NO₂)₂↓+3H₂O+CO₂个

(最终所看到的"蓝晶雨"即为甘氨酸铜 Cu(C2H4NO2)2)

相关注意:

Cu²⁺为重金属离子,对人体及生物有害,请进行无毒处理后排入生活用水。

请在进行该实验时保持良好通风,并做好完备的保护措施。

该实验应全程戴好手套。若有液体不慎滴在手臂上应立刻清洗并做出相应的后续处理。

相关介绍:

"蓝晶雨"的制备即通过甘氨酸和碱式碳酸铜反应从而得到具有观赏性的甘氨酸铜。

该化合物存在顺反异构体, 顺式异构体随着缓慢降温率先析出, 形成针状晶体。

若实验成功,装瓶后的西林瓶/螺口瓶可作为观赏用的工艺品,应小心保管以防破裂。

17.紫晶雨

试剂: 硫代硫酸钠(Na₂S₂O₃)、硫酸铜(CuSO₄)、浓氨水(主要成分 NH₃·H₂O) 仪器: 50mL 烧杯、250mL 烧杯、 表面皿(可用烧杯或称量纸代替)、 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤: ①称取 20g 硫代硫酸钠于 50mL 烧杯中,加 40mL 水后充分搅拌至基本溶解 ②称取 10g 硫酸铜于另一 50mL 烧杯中,加 40mL 水后充分搅拌,直至其完全溶解 ③取部分浓氨水自行调配成 30mL 浓度 10%氨水(或直接用 30mL 的 10%浓度的氨水),加入新的 50mL 空烧杯中,再次称取 10g 硫酸铜于其中,充分搅拌至其完全溶解 ④将上述三个烧杯中的溶液进行加热,溶液为 70℃~80℃时开始下一步(不中断加热) ⑤先将硫代硫酸钠溶液加入 250mL 烧杯中,再将铜氨溶液(即 ③中溶液)倒入其中 稍加搅拌后加入硫酸铜溶液,此时产生少量氢氧化铜沉淀,加入 5mL 浓氨水使其溶解。 倒入溶液过程中持续搅拌,搅拌 1-2 分钟后静置,静置冷却至室温后进行下一步 ⑥将烧杯中的溶液倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。成品即为"紫晶雨"

(7)将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成

反应方程式: CuSO4+4NH3·H2O=[Cu(NH3)4]SO4+4H2O

 $17Na_{2}S_{2}O_{3}+4[Cu(NH_{3})_{4}]SO_{4}+8CuSO_{4}+10NH_{3}\cdot H_{2}O=9Na_{2}SO_{4}+5(NH_{4})_{2}SO_{4}+5H_{2}O$ $+4Na_{4}[Cu(NH_{3})_{4}][Cu(S_{2}O_{3})_{2}]_{2}\cdot NH_{3} \downarrow$

相关注意: Cu²⁺为重金属离子,对人体及生物有害,请进行无毒处理后排入生活用水。浓氨水为国家管制危化品试剂。请在进行实验时保持良好通风,并做好完备保护措施。该实验应全程戴好手套。若有液体不慎滴在手臂上应立刻清洗并做出相应的后续处理。相关介绍: "紫晶雨"制备即通过一水合氨、硫酸铜和硫代硫酸钠反应从而得到具有观赏性的紫色的二(硫代硫酸根)合铜(I)酸四氨合铜(II)四钠,一氨合物晶体。若实验成功,装瓶后的西林瓶/螺口瓶可作为观赏用的工艺品,应小心保管以防破裂。

18.黑晶雨

试剂: 氯化铁($FeCl_3$)、对苯二酚($C_6H_6O_2$)、50%乙醇(主要有效成分为 C_2H_5OH)、30%硫酸(主要有效成分为 H_2SO_4)、蒸馏水(H_2O)

仪器: 250mL 烧杯、 表面皿 (可用烧杯或称量纸代替)、

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①取 20g 对苯二酚于 250mL 烧杯中,加 200mL 的 50%乙醇(或水、乙醇各加 100mL)
- (2)取 12mL 的 1mol/L 浓度的氯化铁溶液(或将氯化铁固体溶解在稀硫酸中自行配置)
- (3) 向对苯二酚溶液中加入 4mL 氯化铁溶液至溶液变为暗红色,持续搅拌 1 分钟
- ④向溶液中加入 12mL 氯化铁溶液至溶液显暗黑色, 搅拌半分钟后黑色晶体析出
- (5)将烧杯中的母液倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。成品即为"黑晶雨"
- (6)将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成

反应方程式: $FeCl_3+6C_6H_6O_2 \rightarrow H_3[Fe(C_6H_5O_2)_6] +3HCl$ (前提条件反应,实际情况更复杂)

C₆H₆O₂+2FeCl₃→C₆H₄O₂(对苯醌)+2FeCl₂+2HCl

C₆H₆O₂+C₆H₄O₂→C₁₂H₁₀O₄(醌氢醌)

相关注意:

Fe³⁺是重金属离子,具有一定危险性,应小心保管。

请在进行该实验时保持良好通风,并做好完备的保护措施。

相关介绍:

"黑晶雨"制备即通过对苯二酚被三价铁氧化成对苯醌、对苯醌再去和对苯二酚结合 从而得到了具有观赏性的暗绿色的醌氢醌晶体。(氧化基于三价铁和对苯二酚的络合) (醌氢醌的颜色太深了。当醌氢醌大量堆积时,溶液的外观由暗绿色转而变成深黑色) 若实验成功,装瓶后的西林瓶/螺口瓶可作为观赏用的工艺品,应小心保管以防破裂。

19.墨晶雨(基于黄金雨的改造,溶剂方面仍然可以选择水和甘油的混合物)

药品: 乙酸铅 ((CH₃COO)₂Pb) 、乙酸 (CH₃COOH) 、碘化钾 (KI) 、硫化钠 (Na₂S) 仪器: 50mL 烧杯、250mL 烧杯、 表面皿 (可用烧杯或称量纸代替) 、

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①称取 0.38g 乙酸铅于 50mL 烧杯中,加 40ml 水后充分搅拌,直至出现明显浑浊
- (2)加入 3-5mL 乙酸,此时溶液迅速恢复澄清。
- (3)往另一烧杯中加入 0.35g 碘化钾,加 15mL 水后充分搅拌,直至其完全溶解
- (4)将两烧杯中溶液倒入 250mL 烧杯中混合,加水至 100mL
- (5)加热 250mL 烧杯中的溶液, 至溶液基本澄清时停止加热(此时溶液只有少量沉淀)
- ⑥过滤,将过滤后的澄清溶液倒入新的 250mL 烧杯中
- ⑦将新的 250mL 烧杯中溶液倒入西林瓶,盖紧瓶盖(可加适量甘油增大密度和粘稠度)
- ⑧西林瓶静置 1-2 小时后自然冷却, 当西林瓶中溶液冷却至室温时, "黄金雨"出现
- (9)向"黄金雨"中加入 0.5g-1g 硫化钠, 黄色沉淀全部转化为黑色沉淀后倒入西林瓶中
- 10"墨晶雨"诞生。盖紧瓶盖,洗净收好仪器,清理桌面后完善实验报告,实验完成

反应方程式: (CH₃COO)₂Pb+2KI=2CH₃COOK+PbI₂↓, PbI₂+Na₂S=2NaI+PbS↓

Na₂S 取用后切记及时盖紧瓶盖。Na₂S 溶于水后易产生带有臭鸡蛋气味的 H₂S,极难闻

相关注意: Pb²⁺为重金属离子,对人体及生物有害,请进行无毒处理后排入生活用水。

请在进行该实验时**时刻保持良好通风**,并做好完备的保护措施。**切忌接触 Pbl₂!**

该实验应全程戴好手套。若有液体不慎滴在手臂上应立刻清洗并做出相应的后续处理。

相关介绍: "墨晶雨"的制备即通过乙酸铅和碘化钾反应生成初步的金黄色沉淀 Pbl2,

Pbl₂ 再和 Na₂S 反应生成溶解度更小的 PbS, 随后大量精致的墨黑色晶体 PbS 尽数析出。

若实验成功,装瓶后的西林瓶/螺口瓶可作为观赏用的工艺品,应小心保管以防破裂。

二、结晶操作

结晶分为常温下蒸发结晶(本篇目中所提及的绝大部分用培养皿培养的晶体)和高温下重结晶(代表作是铋晶体的重结晶,操作时间短但对手法要求高)高温下重结晶:铋晶体

试剂:铋金属(Bi),铝箔纸(AI),铜片(Cu)

仪器:双层金属保温碗、坩埚(可装下一碗多的铋),电炉或丁烷炉或灶、金属叉子、金属药匙,多把金属镊子、隔热手套,两个耐热或废弃的碟子。 **实验步骤:**

- ①用坩埚熔化所需要的铋(用量一般为半碗到一碗)。
- 等到固态铋全部转化为液态时再稍微加热两三分钟即可,切忌把铋水烧红。
- ②戴上隔热手套,用坩埚钳抓住坩埚后将铋水倒入保温碗中(不要洒出!)液面距离碗口约半厘米为佳,多余的铋水留在锅内,静置待其自然冷却。
- ③用叉子按同一方向将漂浮在液面上的铋的氧化层轻轻地刮到一边。 叉子不要伸入过多,两到三毫米即可。然后用药匙将刮在一起的氧化物舀出, 倒在一个盘子上。若没有叉子,可以用药匙按同样方法刮去氧化物并舀出。 新星素在空气中的液铋合油迅速氧化,整黑片刻。随后重复之前是哪份续到
- 新暴露在空气中的液铋会被迅速氧化,静置片刻,随后重复之前步骤继续刮。 ④揉搓一到五个直径约一厘米的铝箔小球作为凝结核。后续多次制作过程中可以掰取上一步积累的铋的氧化物作为凝结核(尺寸大小要求同上),用镊子夹取凝结核轻轻放置在铋水表面。由于密度原因凝结核会漂浮在表面,具体放置数量依照碗的尺寸决定:一般而言坩埚尺寸的碗在中心放置一个,饭碗大小的碗呈"十"字形等距放置五个。尺寸介于饭碗和绀蜗之间的碗,可以呈等边三角形排布三颗。如果想让铋晶体粘结在一起以形成超大型晶体,可以让多个凝结核之间间距不超过一厘米,但尽量不要让凝结核挨在一起。

- ⑤结晶范围达到所希望的面积后,用不同镊子依次夹起各块晶体提出液面。可以夹住凝结核提出晶体,如果凝结核脱落可以从侧面用镊子夹住晶体底座(即液面上方的结晶范围)提出液面。
- ⑥将晶体提出液面后,在一个盘子上方轻轻震动,并将晶体上的铋水抖落,随后将晶体放置在另一个盘子上静置冷却。若出现镊子粘连在晶体上,应等待其彻底冷却后再小心掰下(不要趁热掰下!)。放置完一个晶体后,应立即按照相同的方法更换镊子提出另一个晶体,间隔时间尽可能短。放置在盘子上冷却的晶体需要小心粘连一起,应避免挨近放置。
- ⑦耐心等待晶体冷却直至出现颜色。在等待冷却的过程中处理掉残余铋水: 用坩埚钳夹住双层碗(坩埚钳可伸入液面以下以获得良好的夹持效果), 确保夹稳后迅速将铋水倾倒回加热用的锅内。佩戴隔热手套(保持干燥)后 握持住双层碗,用碗口用力砸击地板或桌面,从而将粘结在碗上的铋砸下 ⑧将残留的铋放回加热用的锅中。若有需要,待铋晶体冷却后掰下凝结核。 实验原理:

熔融的铋在重结晶成晶体时可以形成具有明显分型形态的棱角分明的晶体。同时在铋晶体降温冷却时,表层的铋会被氧化形成厚薄不一的氧化层。氧化层由于衍射等光学效应会使得晶体带上蓝、绿、紫、金等渐变色的光泽。若想使晶体颜色停留在金黄色,可第⑦步等待冷却时浇水从而快速冷却铋。注意事项:

成晶过程中应尽量避免晃动结晶容器。较高的环境温度有利于结出优质晶体。 结晶时间通常不固定,但可以通过用叉子轻轻敲击碗边从而查看结晶范围。 高温的铋水非常危险,同时铋水遇到水会爆炸性飞溅,造成不可预知的后果。 装铋水的容器易保持高温。整套装置应当远离易燃物并做好完备的安全措施。 常温下蒸发结晶:在依据摩尔比配比的时候,要记得用相应水合物计算! 更多详细内容欢迎在晶体化学吧观赏!

单盐: 1.硫酸铜

实验药品: 硫酸铜、蒸馏水

实验器材:一次性用品:滤纸

称量型容器: 烧杯(按需求决定规模数量)、培养皿(或结晶皿等透明容器)使用型器材: 药匙、玻璃棒、铁架台、漏斗、称量仪、磁力搅拌器(玻璃棒)操作流程: 直接将粉末配制成溶液: 以 100mL 溶液为例(其他依此类推)取 25g 硫酸铜晶体于烧杯中,加入 100g 清水于烧杯中,

用玻璃棒搅拌(或开磁力搅拌器)至其完全溶解。溶解后溶液为天蓝色。

也可直接用饱和溶液进行结晶。可在配置好的饱和溶液加入 1-2g 硫酸铜,充分搅拌后过滤。过滤完后,选择培养皿或其他透明容器加入配置好的溶液。用于结晶的容器需要完全洗干净并且自然风干,若存在污渍应立即擦干净。溶液在容器中高度一般有 3-5cm 即可(培养皿用溶液基本灌满即可)放置在通风,低温的环境下自然蒸发结晶,过程中不震动不移动。可拿张纸盖住培养皿以防灰尘。需要观察时用手电筒探照观察有无晶体形成。最好不要放在封闭环境中培养。每隔两三天就可观察一次,直至晶体成熟。晶体培养时间不宜过长,否则容易在表面长出其他小晶体从而破坏原有晶体。用药匙小心翼翼地将成熟的晶体挖出来(最好不要用镊子,容易伤害晶体),可先用餐巾纸包住将晶体表面溶液擦干,随后将晶体装入小盒子等容纳装置。在不涉及培养晶簇的情况下,取出后不再次培养。擦干溶液之后密封保存,防止晶体风化或是磨损。(可用环氧树脂保存。培养晶簇只需用其做晶种)

2.硫酸镍

实验药品: 硫酸镍、蒸馏水

实验器材:一次性用品:滤纸

称量型容器: 烧杯(按需求决定规模数量)、培养皿(或结晶皿等透明容器)

使用型器材: 药匙、玻璃棒、铁架台、漏斗、称量仪、

磁力搅拌器(也可选择用玻璃棒手动搅拌)

操作流程:直接将粉末配制成溶液:以100mL溶液为例(其他依此类推)

取 40g 硫酸镍于烧杯中,加入 100g 清水于烧杯中,

用玻璃棒搅拌(或开磁力搅拌器)至其完全溶解

溶解后溶液为青绿色。在容器下垫张纸,能透过溶液看清纸上的文字即可。

也可直接用饱和溶液进行结晶。可在配置好的饱和溶液加入 1-2g 硫酸镍,

充分搅拌后过滤。过滤完后,选择培养皿或其他透明容器加入配置好的溶液。

用于结晶的容器需要完全洗干净并且自然风干,若存在污渍应立即擦干净。

溶液在容器中高度一般有 3-5cm 即可(培养皿用溶液基本灌满即可)

放置在通风,低温的环境下自然蒸发结晶,过程中不震动不移动。

可拿张纸盖住培养皿以防灰尘。需要观察时用手电筒探照观察有无晶体形成。

最好不要放在封闭环境中培养。每隔两三天就可观察一次,直至晶体成熟。

晶体培养时间不宜过长,否则容易在表面长出其他小晶体从而破坏原有晶体。

4)用药匙小心翼翼地将成熟的晶体挖出来(最好不用镊子,容易伤害晶体),

可先用餐巾纸包住将晶体表面溶液擦干,随后将晶体装入小盒子等容纳装置。

在不涉及培养晶簇的情况下,取出后不再次培养。擦干溶液之后密封保存,

防止晶体风化或是磨损。(可用环氧树脂保存)

3. 硫酸镁

实验药品: 硫酸镁、蒸馏水

实验器材:一次性用品:滤纸

称量型容器: 烧杯(按需求决定规模数量)、培养皿(或结晶皿等透明容器)

使用型器材: 药匙、玻璃棒、铁架台、漏斗、称量仪、

磁力搅拌器(也可选择用玻璃棒手动搅拌)

操作流程: 直接将粉末配制成溶液: 以 100mL 溶液为例(其他依此类推)

取 35g 硫酸镁于烧杯中,加入 100g 清水于烧杯中,

用玻璃棒搅拌(或开磁力搅拌器)至其完全溶解

也可直接用饱和溶液进行结晶。可在配置好的饱和溶液加入 1-2g 硫酸镁,

充分搅拌后过滤。过滤完后,选择培养皿或其他透明容器加入配置好的溶液。

用于结晶的容器需要完全洗干净并且自然风干,若存在污渍应立即擦干净。

溶液在容器中高度一般有 3-5cm 即可(培养皿用溶液基本灌满即可)

放置在通风,低温的环境下自然蒸发结晶,过程中不震动不移动。

可拿张纸盖住培养皿以防灰尘。需要观察时用手电筒探照观察有无晶体形成。

最好不要放在封闭环境中培养。每隔两三天就可观察一次, 直至晶体成熟。

晶体培养时间不宜过长,否则容易在表面长出其他小晶体从而破坏原有晶体。

(4)用药匙小心翼翼地将成熟的晶体挖出来(最好不用镊子,容易伤害晶体),

可先用餐巾纸包住将晶体表面溶液擦干, 随后将晶体装入小盒子等容纳装置。

在不涉及培养晶簇的情况下,取出后不再次培养。擦干溶液之后密封保存,

防止晶体风化或是磨损。(可用环氧树脂保存)

4.硫酸钾

实验药品: 硫酸钾、蒸馏水

实验器材:一次性用品:滤纸

称量型容器: 烧杯(按需求决定规模数量)、培养皿(或结晶皿等透明容器)

使用型器材: 药匙、玻璃棒、铁架台、漏斗、称量仪、

磁力搅拌器(也可选择用玻璃棒手动搅拌)

操作流程:直接将粉末配制成溶液:以100mL溶液为例(其他依此类推)

取 10g 硫酸镁于烧杯中,加入 100g 清水于烧杯中,

用玻璃棒搅拌(或开磁力搅拌器)至其完全溶解

也可直接用饱和溶液进行结晶。可在配置好的饱和溶液加入 1-2g 硫酸镁,

充分搅拌后过滤。过滤完后,选择培养皿或其他透明容器加入配置好的溶液。

用于结晶的容器需要完全洗干净并且自然风干,若存在污渍应立即擦干净。

溶液在容器中高度一般有 3-5cm 即可(培养皿用溶液基本灌满即可)

放置在通风,低温的环境下自然蒸发结晶,过程中不震动不移动。

可拿张纸盖住培养皿以防灰尘。需要观察时用手电筒探照观察有无晶体形成。

最好不要放在封闭环境中培养。每隔两三天就可观察一次, 直至晶体成熟。

晶体培养时间不宜过长,否则容易在表面长出其他小晶体从而破坏原有晶体。

④用药匙小心翼翼地将成熟的晶体挖出来(最好不用镊子,容易伤害晶体),

可先用餐巾纸包住将晶体表面溶液擦干,随后将晶体装入小盒子等容纳装置。

在不涉及培养晶簇的情况下,取出后不再次培养。擦干溶液之后密封保存,

防止晶体风化或是磨损。(可用环氧树脂保存)

5.磷酸二氢钾

实验药品:磷酸二氢钾、蒸馏水

实验器材:一次性用品:滤纸

称量型容器: 烧杯(按需求决定规模数量)、培养皿(或结晶皿等透明容器)

使用型器材: 药匙、玻璃棒、铁架台、漏斗、称量仪、

磁力搅拌器(也可选择用玻璃棒手动搅拌)

操作流程:直接将粉末配制成溶液:以 100mL 溶液为例(其他依此类推)取 22.5g 磷酸二氢钾于烧杯中,加入 100g 清水于烧杯中,

(或取 33.5g 磷酸二氢钾,将溶液加热至 45℃并持续搅拌,降温得到晶种) 用玻璃棒搅拌(或开磁力搅拌器)至其完全溶解

也可直接用饱和溶液进行结晶。可在配置好的饱和溶液加入 1-2g 硫酸镁,充分搅拌后过滤。过滤完后,选择培养皿或其他透明容器加入配置好的溶液。用于结晶的容器需要完全洗干净并且自然风干,若存在污渍应立即擦干净。溶液在容器中高度一般有 3-5cm 即可(培养皿用溶液基本灌满即可)放置在通风,低温的环境下自然蒸发结晶,过程中不震动不移动。

可拿张纸盖住培养皿以防灰尘。需要观察时用手电筒探照观察有无晶体形成。最好不要放在封闭环境中培养。每隔两三天就可观察一次,直至晶体成熟。

晶体培养时间不宜过长,否则容易在表面长出其他小晶体从而破坏原有晶体。

- ④用药匙小心翼翼地将成熟的晶体挖出来(最好不用镊子,容易伤害晶体),可先用餐巾纸包住将晶体表面溶液擦干,随后将晶体装入小盒子等容纳装置。在不涉及培养晶簇的情况下,取出后不再次培养。擦干溶液之后密封保存,防止晶体风化或是磨损。(可用环氧树脂保存)
- (5)若有已成型的小晶体(或降温结晶得到的小晶种),

可将其置于大量饱和溶液中进行二次培养,一段时间后可得到完整的大晶体。

合盐: 1.铬染硫酸铝钾晶体

实验药品: 硫酸铝钾、硫酸铬钾、蒸馏水

或饱和硫酸铬钾溶液、饱和硫酸铝钾溶液。

实验器材:一次性用品:滤纸

称量型容器: 烧杯(按需求决定规模数量)、培养皿(或结晶皿等透明容器)

使用型器材: 药匙、玻璃棒、铁架台、漏斗、称量仪、

磁力搅拌器(也可选择用玻璃棒手动搅拌)

操作流程:①直接将粉末配制成溶液:以 100mL 溶液为例(其他依此类推)取 10g 硫酸铝钾于烧杯中,加入 100g 清水于烧杯中,

用玻璃棒搅拌(或开磁力搅拌器)至其完全溶解

②用药匙取 1-2g 硫酸铬钾,加入已配置的硫酸铝钾溶液并搅拌使其溶解 遵循粉末质量比保持在硫酸铬钾:硫酸铝钾为 1:5-1:10 之间即可。

溶解后溶液为浅紫色。在容器下垫张纸,能透过溶液看清纸上的文字即可。

(也可直接用饱和溶液混合。饱和硫酸铬钾溶液: 饱和硫酸铝钾溶液=1:5)

③将溶液过滤后,选择培养皿或是其他透明容器加入配置好的溶液。

用于结晶的容器需要完全洗干净并且自然风干,若存在污渍应立即擦干净。

溶液在容器中高度一般有 3-5cm 即可(培养皿用溶液基本灌满即可)

放置在通风,低温的环境下自然蒸发结晶,过程中不震动不移动。

可拿张纸盖住培养皿以防灰尘。需要观察时用手电筒探照观察有无晶体形成。

最好不要放在封闭环境中培养。每隔两三天就可观察一次,直至晶体成熟。

晶体培养时间不宜过长,否则容易在表面长出其他小晶体从而破坏原有晶体。

④用药匙小心翼翼地将成熟的晶体挖出来(最好不用镊子,容易伤害晶体),可先用餐巾纸包住将晶体表面溶液擦干,随后将晶体装入小盒子等容纳装置。在不涉及培养晶簇的情况下,取出后不再次培养。擦干溶液之后密封保存,防止晶体风化或是磨损。(可用环氧树脂保存。培养晶簇只需用其做晶种)简要介绍:铬染硫酸铝钾晶体晶型为正八面体,四棱锥,三角反棱柱,由于使用平底容器,大部分晶体都为三角反棱柱晶型,浅紫色的晶体若铬的浓度稍微增加,可以透过晶体看到紫红色。





2.硫酸亚铁铵晶体

实验药品: 硫酸亚铁铵、蒸馏水、稀硫酸

实验器材:一次性用品:滤纸

称量型容器: 烧杯(按需求决定规模数量)、培养皿(或结晶皿等透明容器)

使用型器材: 药匙、玻璃棒、铁架台、漏斗、称量仪、

磁力搅拌器(也可选择用玻璃棒手动搅拌)

操作流程: ① 先对水进行酸化处理,再直接将粉末配制成溶液:

以 100mL 溶液为例(其他依此类推):加入 100g 清水于烧杯中,

向烧杯内滴加 5-10mL 稀硫酸,取 25g 硫酸亚铁铵粉末放置于烧杯中,

用玻璃棒搅拌(或开磁力搅拌器)至其完全溶解

(2)将溶液过滤后,选择培养皿或是其他透明容器加入配置好的溶液。

用于结晶的容器需要完全洗干净并且自然风干,若存在污渍应立即擦干净。

溶液在容器中高度一般有 3-5cm 即可(培养皿用溶液基本灌满即可)

放置在通风,低温的环境下自然蒸发结晶,过程中不震动不移动。

可拿张纸盖住培养皿以防灰尘。需要观察时用手电筒探照观察有无晶体形成。

最好不要放在封闭环境中培养。每隔两三天就可观察一次,直至晶体成熟。

晶体培养时间不宜过长,否则容易在表面长出其他小晶体从而破坏原有晶体。

(3)用药匙小心翼翼地将成熟的晶体挖出来(最好不用镊子,容易伤害晶体),

可先用餐巾纸包住将晶体表面溶液擦干, 随后将晶体装入小盒子等容纳装置。

在不涉及培养晶簇的情况下,取出后不再次培养。擦干溶液之后密封保存,

防止晶体风化或是磨损。(也可用环氧树脂保存)

3.硫酸铜铵晶体

实验药品: 硫酸铜, 硫酸铵, 蒸馏水 硫酸铜 250, 硫酸铵 132 或饱和硫酸亚铁铵溶液。

实验器材:一次性用品:滤纸

称量型容器: 烧杯(按需求决定规模数量)、培养皿(或结晶皿等透明容器)

使用型器材: 药匙、玻璃棒、铁架台、漏斗、称量仪、

磁力搅拌器(也可选择用玻璃棒手动搅拌)

操作流程:①直接将粉末配制成溶液:以 100mL 溶液为例(其他依此类推)取 25g 硫酸铜放置于烧杯中,加入 100g 清水于烧杯中,

用玻璃棒搅拌(或开磁力搅拌器)至其完全溶解

②用药匙取 13g 硫酸铵加入已配置的硫酸铜溶液并搅拌使其溶解

(也可直接用饱和溶液混合)摩尔比保持在硫酸铜:硫酸铵为1:1左右即可

③将溶液过滤后,选择培养皿或是其他透明容器加入配置好的溶液。

用于结晶的容器需要完全洗干净并且自然风干,若存在污渍应立即擦干净。

溶液在容器中高度一般有 3-5cm 即可(培养皿用溶液基本灌满即可)

放置在通风,低温的环境下自然蒸发结晶,过程中不震动不移动。

可拿张纸盖住培养皿以防灰尘。需要观察时用手电筒探照观察有无晶体形成。

最好不要放在封闭环境中培养。每隔两三天就可观察一次,直至晶体成熟。

晶体培养时间不宜过长,否则容易在表面长出其他小晶体从而破坏原有晶体。

④用药匙小心翼翼地将成熟的晶体挖出来(最好不用镊子,容易伤害晶体),可先用餐巾纸包住将晶体表面溶液擦干,随后将晶体装入小盒子等容纳装置。在不涉及培养晶簇的情况下,取出后不再次培养。擦干溶液之后密封保存,防止晶体风化或是磨损。(可用环氧树脂保存)

4.乙酸铜钙晶体

实验药品: 乙酸铜, 乙酸钙, 蒸馏水

或饱和硫酸亚铁铵溶液。13.1g 乙酸钙,5g 乙酸铜

实验器材:一次性用品:滤纸

称量型容器: 烧杯(按需求决定规模数量)、培养皿(或结晶皿等透明容器)

使用型器材: 药匙、玻璃棒、铁架台、漏斗、称量仪、

磁力搅拌器(也可选择用玻璃棒手动搅拌)

操作流程:①直接将粉末配制成溶液:以 100mL 溶液为例(其他依此类推)取 13.1g 乙酸钙放置于烧杯中,加入 100g 清水于烧杯中,

用玻璃棒搅拌 (或开磁力搅拌器) 至其完全溶解

②用药匙取 5g 乙酸铜加入已配置的乙酸钙溶液并搅拌使其溶解

(也可直接用饱和溶液混合)摩尔比保持在乙酸铜:乙酸钙为1:3左右即可

③将溶液过滤后,选择培养皿或是其他透明容器加入配置好的溶液。

用于结晶的容器需要完全洗干净并且自然风干,若存在污渍应立即擦干净。

溶液在容器中高度一般有 3-5cm 即可 (培养皿用溶液基本灌满即可)

放置在通风,低温的环境下自然蒸发结晶,过程中不震动不移动。

可拿张纸盖住培养皿以防灰尘。需要观察时用手电筒探照观察有无晶体形成。

最好不要放在封闭环境中培养。每隔两三天就可观察一次,直至晶体成熟。

晶体培养时间不宜过长,否则容易在表面长出其他小晶体从而破坏原有晶体。

④用药匙小心翼翼地将成熟的晶体挖出来(最好不用镊子,容易伤害晶体),

可先用餐巾纸包住将晶体表面溶液擦干,随后将晶体装入小盒子等容纳装置。

在不涉及培养晶簇的情况下,取出后不再次培养。擦干溶液之后密封保存,

防止晶体风化或是磨损。(可用环氧树脂保存)

5.四氯合铜酸钾晶体

实验药品: 氯化铜, 氯化钾, 蒸馏水

或饱和硫酸亚铁铵溶液。

实验器材:一次性用品:滤纸

称量型容器: 烧杯(按需求决定规模数量)、培养皿(或结晶皿等透明容器)

使用型器材: 药匙、玻璃棒、铁架台、漏斗、称量仪、

磁力搅拌器(也可选择用玻璃棒手动搅拌)

操作流程:①直接将粉末配制成溶液:以 100mL 溶液为例(其他依此类推)取 30g 氯化钾放置于烧杯中,加入 100g 清水于烧杯中,

用玻璃棒搅拌(或开磁力搅拌器)至其完全溶解

②取 68g 氯化铜加入已配置的氯化钾溶液并搅拌使其溶解

(也可直接用饱和溶液混合)摩尔比保持在氯化铜:氯化钾为1:1左右即可

③将溶液过滤后,选择培养皿或是其他透明容器加入配置好的溶液。

用于结晶的容器需要完全洗干净并且自然风干,若存在污渍应立即擦干净。

溶液在容器中高度一般有 3-5cm 即可 (培养皿用溶液基本灌满即可)

放置在通风, 低温的环境下自然蒸发结晶, 过程中不震动不移动。

可拿张纸盖住培养皿以防灰尘。需要观察时用手电筒探照观察有无晶体形成。

最好不要放在封闭环境中培养。每隔两三天就可观察一次, 直至晶体成熟。

晶体培养时间不宜过长,否则容易在表面长出其他小晶体从而破坏原有晶体。

④用药匙小心翼翼地将成熟的晶体挖出来(最好不用镊子,容易伤害晶体),可先用餐巾纸包住将晶体表面溶液擦干,随后将晶体装入小盒子等容纳装置。在不涉及培养晶簇的情况下,取出后不再次培养。擦干溶液之后密封保存,防止晶体风化或是磨损。(可用环氧树脂保存)

三、试剂制备

红色络合物: 1.二氯化六氨络钴[Co(NH₃)₆]Cl₂

试剂: 氯化钴(CoCl₂·6H₂O)、浓氨水(主要成分 NH₃·H₂O)、无水乙醇、蒸馏水 仪器: 250mL 烧杯、 表面皿(可用烧杯或称量纸代替)、

- ①称取 15g 氯化钴于 250mL 烧杯中,加 15ml 水后充分搅拌,直至其完全溶解。
- ②取 40mL 的 30%氨水于 50mL 烧杯中,加热维持在 60℃左右; 并另取 75mL 乙醇于 100mL 烧杯中静置待用。
- (3)将氯化钴溶液煮沸,并趁热加入氨水和乙醇,产生沉淀。
- 4将溶液冷却至室温,析出蔷薇色细结晶。
- (5)过滤,将过滤后的结晶用无水乙醇洗涤,并将其晾干。
- 6将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- ⑦将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

2.三氟络锰酸钠

试剂: 氟化钠(NaF)、氯化锰(MnCl₂)或硫酸锰(MnSO₄)、蒸馏水

仪器: 250mL 烧杯、 表面皿 (可用烧杯或称量纸代替)、

- (1)称取 5g 氟化钠于 250mL 烧杯中,加 100ml 水后充分搅拌,煮沸至溶液澄清
- (2)称取 1g 氯化锰(或硫酸锰)于 50mL 烧杯中,加 25ml 水后充分搅拌至完全溶解
- (3)将氯化锰溶液倒入氟化钠溶液中,煮沸 10 分钟左右
- 4)将溶液冷却至室温,析出浅红色结晶
- (5)过滤,将过滤后的结晶用无水乙醇洗涤,并将其晾干
- 6将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- ⑦将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

(暗红色) 3.氯代硫代硫酸根五氨络钴

试剂: 氯化钴(CoCl₂)、硫代硫酸钠(Na₂S₂O₃)、氯化铵(NH₄Cl)、氨水、蒸馏水、 乙醇

仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒)

①量取 40mL 水于 250mL 烧杯中备用

实验步骤:

- ②依次称取 10g 氯化钴和 24g 氯化铵加入烧杯中,搅拌使其完全溶解
- ③称取 12g 硫代硫酸钠加入烧杯中,搅拌至固体完全溶解
- 4)量取 60mL 的 7%氨水加入其中,搅拌一段时间后放置在空气下氧化并冰浴 1.5 小时
- (5) 再在阴凉处放置 2 小时,过滤收集沉淀,并向滤渣中加入 100mL 浓 NH₄Cl 溶液提纯
- ⑥过滤并用乙醇洗涤结晶
- 7将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 8 将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

4.四碘络铋酸钾

试剂: 碘化钾(KI)、氧化铋(Bi₂O₃)、冰醋酸(CH₃COOH)、蒸馏水

仪器: 250mL 烧杯、 表面皿 (可用烧杯或称量纸代替)、

- ①称取 45g 碘化钾于 500mL 烧杯中,加 80ml 水后充分搅拌,煮沸至溶液澄清。
- ②称取 18g 氧化铋(最好研磨成粉末)加入碘化钾溶液中。
- ③向 500mL 烧杯中中加入 225mL 温热的(60℃左右)冰醋酸,蒸发浓缩至 50mL。
- 4将溶液冷却至室温,析出石榴石红色结晶。
- (5)过滤,将过滤后的结晶用无水乙醇洗涤,并将其晾干
- 6将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- ⑦将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

5.六溴络碲酸钾

试剂: 溴化钾(KBr)、二氧化碲(TeO₂)、40%氢溴酸(主要成分 HBr)、蒸馏水仪器: 250mL 烧杯、 表面皿(可用烧杯或称量纸代替)、

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ① 称取 50mL 的 40%氢溴酸于 100mL 烧杯中。
- (2)称取 5g 二氧化碲加入氢溴酸溶液中,蒸发浓缩至出现橙色结晶,将其过滤分离
- (3)将溶液用 5~10%氢溴酸的沸水重结晶,冷却至室温,析出大量红色结晶。
- (4)过滤,将过滤后的结晶用 5%~10%氢溴酸沸水溶液进行重结晶
- (5)重结晶后用无水乙醇洗涤,并将其晾干。
- 6 将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- (7)将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

注: 该结晶遇水分解成二氧化碲, 在稀盐酸中只溶解不分解

6.三个(草酸根)络锰酸钾

试剂:碳酸钾(K_2CO_3)、草酸($H_2C_2O_4$)、高锰酸钾($KMnO_4$)、蒸馏水仪器: 500mL 烧杯、 表面皿(可用烧杯或称量纸代替)、

- ①称取 31.5g 的草酸于 500mL 烧杯中,加 200mL 水后充分搅拌,加热至 75℃左右。
- ②称取 6.4g 高锰酸钾加入草酸溶液中,持续搅拌至溶液变为无色。
- (3)称取 6.9g 碳酸钾加入溶液,持续搅拌并冷却至 4℃左右,加入 150mL 的 1℃水稀释
- ④拉上窗帘制造避光环境, 称取 1.6g 高锰酸钾加入溶液中, 在 1℃左右搅拌十分钟
- (5)在 0℃左右过滤溶液,向滤液加入 160mL 无水乙醇,静置两小时后析出红紫色结晶
- (6)用 25mL 的 50%乙醇和 10mL 的无水乙醇洗涤结晶,将其自然干燥后倒入西林瓶中
- ⑦将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

7.三个(甘氨酸根)络铬

试剂: 氯化铬($CrCl_3$)、甘氨酸($C_2H_5NO_2$)、氢氧化钾(KOH)、蒸馏水

仪器: 250mL 烧杯、 表面皿 (可用烧杯或称量纸代替)、

- ①称取 15.8g 的氯化铬于 250mL 烧杯中,加 150mL 水后充分搅拌,直至完全溶解
- ②称取 13.4g 甘氨酸加入溶液中,并将溶液煮沸。
- ③溶液沸腾后, 称取 10g 氢氧化钾加入其中, 得到暗红色溶液同时析出紫色盐。
- 4)趁热过滤除去结晶,将冷却后的滤液放入装有浓硫酸的干燥器中自然蒸发。
- (5) 当溶液浓缩至一定程度后析出混有少量紫色盐的红色结晶,用乙醇洗涤滤去杂质。
- (6)将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- ⑦将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

8.六个(异硫氰酸根)络铬酸钾

试剂: 硫氰酸钾(KSCN)、硫酸铬钾(KCr(SO₄)₂)、蒸馏水

仪器: 250mL 烧杯、 表面皿 (可用烧杯或称量纸代替)、

- (1)称取 30g 硫氰酸钾于 250mL 烧杯中,加 200mL 水后充分搅拌,直至完全溶解
- ②称取 24g 硫酸铬钾加入溶液中,充分搅拌一到两分钟
- (3)向溶液中加入 50mL 无水乙醇从而使硫酸钾析出,过滤除去硫酸钾
- (4)将滤液煮沸浓缩至 30mL,静置冷却
- (5)溶液恢复至室温时,大量暗红色结晶析出,过滤后用乙醇洗涤结晶
- 6)将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 7将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

9. (红棕色) 二-桥-氯二个(二氯络铜酸钾)

试剂: 氯化铜(CuCl₂)、氯化钾(KCl)、纯乙酸(CH₃COOH)、蒸馏水

仪器: 250mL 烧杯、 表面皿 (可用烧杯或称量纸代替)、

- ①称取 10g 氯化铜于 250mL 烧杯中,加 10mL 水后加热并充分搅拌,直至其完全溶解
- ②称取 4g 氯化钾加入溶液中, 充分搅拌一到两分钟
- (3)向溶液中加 120mL 的 60℃下的无水乙酸,充分搅拌并冷却至 40℃,红色结晶析出
- 4)将溶液进行过滤,用无水乙酸洗涤两次滤渣后置于蒸发皿中干燥
- (5)将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 6 将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

(红棕色) 10.氯化水杨酸根四氨合钴

试剂:水杨酸(C₇H₆O₃)、氯化钴(C₀Cl₂)、浓氨水、双氧水、蒸馏水、乙醇 仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①量取 16mL 水于 250mL 烧杯中
- ②称取 7.14g 氯化钴加入烧杯中
- (3)向烧杯中加入 15mL20%氨水至沉淀完全溶解,再量取 5mL30%双氧水滴加溶液中
- (4)称取 4.14g 水杨酸加入烧杯中,加热浓缩至出现晶膜
- (5)静置冷却至室温,大量红棕色结晶析出
- 6)过滤并用冷水洗涤结晶
- (7)将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 8 将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

11.二硝基四氨络镍(红晶雨主要成分)

试剂: 硫酸镍(NiSO₄)、碳酸氢钠(NaHCO₃)、乙酸(CH₃COOH)、乙酸铵(CH₃COONH₄)、 亚硝酸钠(NaNO₂)、浓氨水(主要成分 NH₃·H₂O)、无水乙醇(C₂H₅OH)、蒸馏水 仪器: 100mL 烧杯、250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸代替)、

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:①称取 12.9g 硫酸镍于 100mL 烧杯中,加 50mL 水后充分搅拌至完全溶解

- (2)称取 8.4g 碳酸氢钠于 250mL 烧杯中,加 100mL 水后充分搅拌,直至其完全溶解
- ③将硫酸镍溶液倒入 250mL 烧杯的碳酸氢钠溶液,加热至溶液沸腾并保持搅拌
- ④溶液沸腾后进行趁热过滤。将原先 250mL 烧杯洗涤干净后, 取滤渣于其中。
- ⑤量取 5mL 乙酸于另一空的 100mL 烧杯中,加水稀释至 15mL
- ⑥将稀释后的乙酸倒入 250mL 烧杯中(溶液浑浊),持续加热 250mL 烧杯至沉淀消失
- (7)称取 60g 乙酸铵于**另一空的** 250mL 烧杯中,加 15mL 水后持续加热并保持搅拌。
- ⑧称取 40g 亚硝酸钠, 倒入 250mL 烧杯的乙酸铵溶液, 加 40mL 水后搅拌至完全溶解
- (9)量取 30mL 浓氨水,与(8)中溶液一同倒入(6)中溶液(乙酸镍溶液),搅拌 1-2 分钟
- 10将9中混合后的溶液静置一天,一天后溶液产生沉淀,过滤后取滤渣并将其洗涤
- (11)新取一 100mL 空烧杯, 向其中加入 100mL 无水乙醇, 随后将滤渣全部溶于其中
- 迎搅拌溶液半分钟后,将烧杯中母液倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。成品即为"红晶雨"
- (13)洗净收好仪器,清理桌面后完善实验报告,实验完成

橙色络合物: 1. (橙红色) 三硝酸一水五氨络铬 (用于做 2 的原料)

试剂:硝酸铵(NH4NO₃)、硫酸铬钾(KCr(SO₄)₂)、浓氨水、浓硝酸、蒸馏水、乙醇仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸代替)、

- (1)称取 20g 硫酸铬钾于 250mL 烧杯中,加 50mL 浓氨水后充分搅拌,直至完全溶解
- ②称取 50g 硝酸铵加入溶液中,水浴加热到 60℃并持续充分搅拌
- (3)在 60℃下保持一小时后冷却至 20℃以下,并置于空气中半小时
- (4)向溶液中注入 20g 冰和 50mL 浓硝酸的混合物,同时冰浴至橙色结晶完全析出
- (5)将溶液过滤,用乙醇洗涤结晶
- 6 将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- ⑦将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

2.二硝酸乙酸根五氨络铬

试剂: 三硝酸一水五氨络铬、硝酸铵(NH4NO3)、硫酸铬钾(KCr(SO4)2)、

乙酸钠(CH₃COONa)、N,N-二甲基乙酰胺、蒸馏水、乙醇

仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸代替)、

- (1)称取 5g 三硝酸一水五氨络铬于 100mL 饱和硝酸铵溶液中,冰浴降温结晶
- ②称取①中结晶于 250mL 烧杯中,向其中加入 125mL N, N-二甲基乙酰胺
- (3)称取 1g 乙酸钠加入溶液中,水浴加热一个半小时并充分混合
- 4)加热完成后橙色结晶完全析出
- (5)将溶液过滤,用乙醇洗涤结晶
- (6)将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 7将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

3.三氯化六氨络钴

试剂: 氯化铵(NH₄Cl)、氯化钴(CoCl₂)、活性炭、浓氨水、浓盐酸、蒸馏水、乙醇 仪器: 锥形瓶、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵

- ①量取 25mL 浓氨水于锥形瓶中
- ②称取 3.5g 氯化铵和 0.3g 活性炭, 依次加入锥形瓶中
- ③称取 9.5g 氯化钴加入溶液中,搅拌使其充分溶解
- 4)用清水冲洗锥形瓶瓶壁,随后用气泵向溶液鼓入空气持续40分钟
- (5)加热溶液至45℃,随后将溶液趁热过滤,取滤液待其冷却恢复常温
- (6)溶液冷却后析出大量橙黄色结晶,随后过滤并用水洗涤结晶
- (7)将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 8 将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

4.六硝基合镍酸钾

试剂: 氯化镍(NiCl2)、亚硝酸钾(KNO2)、蒸馏水、

仪器: 50mL 烧杯、表面皿 (可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵

- ①称取 10g 氯化镍于 50mL 烧杯中,量取 10mL 热水加入其中
- ②称取 40g 亚硝酸钾加入另一 50mL 烧杯中,量取 15mL 热水加入其中
- (3)将两个烧杯中的溶液混合,溶液变为深绿色
- 4)持续搅拌至析出大量橙黄色结晶,过滤后用水、乙醇依次洗涤并置于干燥皿中干燥
- (5)将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 6将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

5.六硝基合钴酸钠

试剂: 氯化钴(CoCl₂)、亚硝酸钠(NaNO₂)、乙酸(CH₃COOH)、蒸馏水、乙醇 仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) **实验步骤:**

- ①称取 75g 亚硝酸钠于 250mL 烧杯中,量取 75mL 热水加入其中
- ②称取 20.2g 氯化钴加入烧杯中,加热搅拌至溶液变为红黑色
- ③量取 12.5mL 无水乙酸加入另一 250mL 烧杯中,再量取 12.5mL 水将其稀释至 50% 将混合后的乙酸溶液缓缓滴加至红黑色溶液
- (4)搅拌并用气泵向其中通气持续半小时,静置两小时后过滤。
- (5)向滤液中加入 10-20mL 无水乙醇。醇析后大量橙黄色结晶析出。
- (6)过滤并用水、乙醇依次洗涤结晶
- 7将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- ⑧将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

黄色络合物: 1.六氯络碲酸铵

试剂: 氯化铵(NH4CI)、二氧化碲(TeO2)、浓盐酸、蒸馏水、

仪器: 50mL 烧杯、表面皿 (可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒)

实验步骤:

- ①量取 15mL 浓盐酸于 50mL 烧杯中
- ②称取 5g 二氧化碲加入烧杯中,并将溶液加热浓缩至 7.5mL
- (3)称取 3.5g 氯化铵于 12mL 水中,加入溶液中并搅拌使其充分溶解
- 4)加热浓缩至析出晶体,随后将溶液趁热过滤,取滤液待其冷却恢复常温
- (5)溶液冷却后析出大量橙黄色结晶,随后过滤并置于干燥皿中干燥
- (6)将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- ⑦将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。 该结晶可溶于水但分解生成二氧化碲。在盐酸中只溶解不分解

2.过氧二个(硫酸根)络钛酸钾

试剂:硫酸钾(K₂SO₄)、硫酸钛(Ti(SO₄)₂)、30%双氧水、浓硫酸、蒸馏水、乙醇 仪器:500mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) **实验步骤:**

- ①量取 15mL 双氧水于 500mL 烧杯中
- ②称取 8.6g 硫酸钾加入烧杯中,并将溶液冷却至 0℃
- (3)称取 5g 硫酸钛加入溶液中,再加入 10mL 浓硫酸并搅拌使其充分溶解
- (4)将溶液用水稀释三倍后加入 200mL 用冰冷却的乙醇
- (5)大量橙黄色结晶析出,随后过滤并置于干燥皿中干燥
- (6)将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- ⑦将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

3. (棕黄色) 二氯化一硝基五氨络钴

试剂: 氯化铵(NH₄Cl)、氯化钴(CoCl₂)、亚硝酸钠(NaNO₂)、活性炭、浓氨水、浓盐酸、蒸馏水、乙醇

仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①量取 25mL 水于 250mL 烧杯中
- ②称取 9g 氯化钴、10g 氯化铵和 13.5g 亚硝酸钠依次加入烧杯中
- (3)向烧杯中加入 50mL20%氨水和 75mL 水,再量取 0.5g 活性炭于其中,持续充分搅拌
- 4)用气泵向溶液鼓入空气持续 40 分钟
- (5)将溶液过滤,取滤液并加入 50mL 浓盐酸
- (6)溶液久置后析出大量棕黄色结晶,随后过滤并用稀盐酸、乙醇依次洗涤结晶
- 7将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- ⑧将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

4. (棕黄色) 五氯络锰酸钾

试剂:高锰酸钾(KMnO₄)、氯化钾(KCI)、浓盐酸、蒸馏水、乙醇 仪器:50mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①打开通风橱,量取 10mL 40%盐酸于 50mL 烧杯中
- (2)称取 10g 高锰酸钾加入烧杯中,持续搅拌至生成的棕色沉淀溶解
- ③搅拌过程生成大量氯气,将该溶液静置两小时后析出少量 K₂[MnCl₆]
- 4)将溶液过滤,取滤液并加入 20mL 浓的氯化钾溶液 (接近饱和即可)
- (5)析出大量棕黄色结晶,随后过滤并置于装有 KOH 的干燥器里干燥
- 6)将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- ⑦将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

5. 三硝基三氨络钴

试剂: 氯化铵(NH₄Cl)、氯化钴(CoCl₂)、亚硝酸钠(NaNO₂)、浓氨水、浓盐酸、蒸馏水、乙醇

仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①量取 75mL 水于 250mL 烧杯中
- ②称取 10g 氯化铵和 13.5g 亚硝酸钠依次加入烧杯中
- (3)向烧杯中加入 50mL20%氨水和 25mL 水,再量取 9g 氯化钴于其中,持续充分搅拌
- 4)用气泵持续向溶液鼓入空气直至溶液变为暗棕色
- (5)将溶液置于大型蒸发皿中自然蒸发到黄色结晶缓缓析出
- (6)过滤并用冷水洗涤结晶(可用含少量乙酸的热水溶解重结晶)
- ⑦将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- ⑧将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

绿色络合物: 1. (蓝绿色) 三氯化六个 (脲) 络铬

试剂: 氯化铬(CrCl₃)、脲(即尿素: CO(NH₂)₂)、蒸馏水、乙醇

仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒)

实验步骤:

- ①量取 50mL 水于 250mL 烧杯中
- ②称取 10g 氯化铬和 13.5g 脲依次加入烧杯中,水浴加热并持续搅拌
- ③蒸发至析出绿色固体后,取出固体研磨并继续用水调成粥状
- 4)将粥状浊夜加热至透明
- (5)将透明溶液过滤
- 6)滤液自然蒸发后析出结晶
- (7)将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- (8)将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

尿素不稳定,实验过程温度不要开太高!

2.三个(草酸根)络铁酸钾

选择(1): 二价铁氧化法

试剂: 硫酸亚铁(FeSO₄)、草酸(H₂C₂O₄)、草酸钾(K₂C₂O₄)、双氧水、蒸馏水、

仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒)

实验步骤:

- ①量取 50mL 水于 250mL 烧杯中备用
- ②称取 2.7g 草酸和 1.4g 硫酸亚铁依次加入烧杯中,搅拌一段时间
- ③ 称取 4.5g 草酸钾加入烧杯中(也可用草酸和碳酸钾制取),水浴加热并持续搅拌
- (4)向烧杯中缓慢滴加 8mL 的 5%双氧水,此时溶液为深红棕色
- (5)量取 1.4g 草酸缓慢加入烧杯中,分次投入草酸至溶液变为绿色
- (6)适当蒸发浓缩后降温结晶,随后过滤洗涤
- ⑦将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- ⑧将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

选择②:直接络合法

试剂: 氯化铁(FeCl3)、草酸钾(K2C2O4)、蒸馏水

仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒)

实验步骤:

- ①量取 50mL 水于 250mL 烧杯中备用
- ②称取 2.7g 草酸钾和 2.1g 氯化铁依次加入烧杯中,搅拌一段时间
- ③ 当溶液变为青绿色后停止搅拌,适当蒸发浓缩后降温结晶,随后过滤洗涤
- ④将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。

- (5)将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。
- 3. (蓝绿色) 三个(草酸根)络铬酸钾

试剂: 硫酸亚铁(FeSO₄)、草酸(H₂C₂O₄)、草酸钾(K₂C₂O₄)、重铬酸钾(K₂Cr₂O₇) 仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) **实验步骤:**

- ①量取 100mL 水于 250mL 烧杯中备用
- ②依次称取 3g 草酸钾和 7g 草酸加入烧杯中,持续搅拌一段时间
- ③称取 2.5g 重铬酸钾,在激烈搅拌下一点一点地加入烧杯中
- (4) 当溶液放完气体变为暗绿色后,充分蒸发浓缩
- (5) 当溶液析出大量蓝绿色结晶后,用热水重结晶
- 6 将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- ⑦将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

4. (青绿色) 柠檬酸铜

试剂: 硫酸铜(CuSO₄)、柠檬酸(H₂C₂O₄)、氢氧化钠(NaOH)、蒸馏水 仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①量取 100mL 水于 250mL 烧杯中备用
- ②称取 18.75g 硫酸铜加入烧杯中,持续搅拌至其完全溶解
- (3)称取 10.5g 柠檬酸加入烧杯中, 持续搅拌至其完全溶解
- ④称取 6g 氢氧化钠于另一 250mL 烧杯中,加入 50mL 水,持续搅拌至其完全溶解 (也可不用柠檬酸和氢氧化钠,可以用等化学计量的柠檬酸三钠直接和硫酸铜混合)
- (5)待氢氧化钠溶液恢复常温后,倒入硫酸铜-柠檬酸混合溶液,此时先生成沉淀后溶解
- (6)持续加热至溶液变浑浊,将析出的青绿色结晶过滤后用水和乙醇依次洗涤
- 7将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 8 将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

5 (墨绿色) 四硝基合铜酸钠

试剂: 硫酸铜(CuSO₄)、亚硝酸钠(NaNO₂)、氢氧化钠(NaOH)、蒸馏水仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒)实验步骤:

- ①量取 5mL 水于 100mL 烧杯中备用
- ②依次称取 5g 硫酸铜和 5g 亚硝酸钠加入烧杯中
- (3)将溶液加热并搅拌至固体完全溶解
- 4) 当固体全部溶解完且溶液为墨绿色后,适当蒸发浓缩
- (5) 静置冷却直至墨绿色晶体完全析出,过滤并用乙醇进行洗涤
- 6 将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 7)将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。
- 6.对氨基苯磺酸铜:参考绿晶雨过程,过滤后干燥收集晶体即可

7. (抹茶色) 二个 (8-羟基喹啉基) 络铜

试剂:硫酸铜(CuSO₄)、8-羟基喹啉(CgH₇NO,可在 1688 购得)、乙醇、蒸馏水仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒)实验步骤:

- ①量取 25mL 水于 100mL 烧杯中备用
- ②称取 5.3g 硫酸铜加入烧杯中,搅拌使其完全溶解
- (3)量取 75mL 乙醇于 250mL 烧杯中备用
- (4)称取 6.2g 8-羟基喹啉于 250mL 烧杯中, 搅拌使其完全溶解
- (5)将硫酸铜溶液倒入 8-羟基喹啉溶液, 析出大量抹茶色结晶, 过滤并用蒸馏水洗涤
- (6)将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- (7)将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。
- 6.对氨基苯磺酸铜:参考绿晶雨过程,过滤后干燥收集晶体即可

蓝色络合物:

- 1.甘氨酸铜:参考蓝晶雨过程,过滤后干燥收集晶体即可
- 2.二个(草酸根)络铜酸钾

试剂: 硫酸铜(CuSO₄)、草酸钾(K₂C₂O₄)、蒸馏水

仪器: 100mL 烧杯、250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①量取 25mL 水于 100mL 烧杯中备用
- ②称取 12.5g 硫酸铜加入烧杯中,将溶液加热并搅拌至固体完全溶解
- ③量取 100mL 水于 250mL 烧杯, 称取 36.8g 草酸钾加入其中并搅拌至固体完全溶解
- (4)在激烈搅拌下将草酸钾溶液迅速加入硫酸铜溶液中,并将溶液冷却至 10℃
- (5)冷却直至蓝色晶体完全析出,过滤并用冷水进行洗涤
- 6将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- ⑦将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

3.三水合二碳酸根合铜酸钠

试剂:碱式碳酸铜(Cu₂(OH)₂CO₃)、碳酸钠(Na₂CO₃)、碳酸氢钠(NaHCO₃)、水仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵、研钵电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒)实验步骤:

- ①量取 100mL 水于 250mL 烧杯中备用
- (2)依次称取 12.8g 碳酸钠和 8.4g 碳酸氢钠加入烧杯中,将溶液搅拌至固体完全溶解
- ③称取 11.9g 碱式碳酸铜,持续搅拌下分量多次加入烧杯中
- (4) 再称取 8.3g 碳酸钠和 8.4g 碳酸氢钠加入研钵中,将研磨后的粉末倒入烧杯中
- ⑤将溶液加热至沸腾持续一小时至溶液完全变蓝,冷却直至蓝色晶体完全析出, 过滤并用冷水进行洗涤
- (6)将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 7将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

4.二个(甘氨酸根)二水络镍

试剂:碳酸镍(NiCO₃)、甘氨酸(C₂H₅NO₂)、蒸馏水、乙醇 仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵、研钵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) **实验步骤:**

- ①量取 100mL 水于 250mL 烧杯中备用
- ②称取 15g 甘氨酸加入烧杯中,将溶液搅拌至固体完全溶解
- ③称取 11.8g 碳酸镍(可用其他镍盐制取),持续搅拌下分量多次加入烧杯中
- (4)将溶液加热至沸腾持续一小时,充分浓缩溶液
- (5)浓缩完后静置,冷却直至蓝色晶体完全析出,过滤并用冷水和乙醇进行洗涤
- (6)将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- ⑦将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

紫色络合物: 1. (乙二胺四乙酸根)络钴酸钾

试剂: 乙二胺四乙酸($C_{10}H_{16}N_{2}O_{8}$)、乙酸钾($C_{13}COOK$)氯化钴($C_{10}COCL_{2}$)、双氧水、蒸馏水、乙醇

仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①量取 120mL 水于 250mL 烧杯中
- ②依次称取 16g 氯化钴、40g 乙酸钾和 20gEDTA(乙二胺四乙酸)加入烧杯,持续搅拌
- ③水浴加热接近沸腾后,搅拌下小心分多次滴加 60mL 的 3%双氧水
- 4)溶液变为深红紫色后适当浓缩,随后趁热过滤
- ⑤静置冷却后量取 10-20mL 乙醇加入烧杯, 使得紫色晶体尽数析出
- 6 过滤并用水、乙醇依次洗涤结晶
- ⑦将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 8 将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

2. (紫红色) 二氯化一氯五氨络钴

试剂: 氯化铵(NH4CI)、氯化钴(CoCl₂)、双氧水、浓氨水、稀盐酸、蒸馏水、乙醇仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒)

- ①量取 150mL 浓氨水于 250mL 烧杯中
- ②依次称取 25g 氯化铵和 50g 氯化钴依次地分多次缓慢加入烧杯中,持续搅拌
- (3)浅红色沉淀(二氯六氨络钴)完全生成后,搅拌下小心分多次滴加 40mL30%双氧水
- (4)发泡发热结束后,溶液变为深红色,缓慢加入 150mL 浓盐酸至溶液变浅蓝绿色
- 5加热浓缩蒸发到紫红色结晶缓缓析出
- (6)静置冷却至常温,过滤并用稀盐酸、乙醇依次洗涤结晶
- 7将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 8 将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

3.三个(甘氨酸根)络钴

试剂:碳酸氢钾(KHCO₃)、氯化钴(CoCl₂)、甘氨酸(C₂H₅NO₂)、双氧水、乙酸、蒸馏水、乙醇

仪器: 100mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①量取 30mL 水于 100mL 烧杯中,向其中加入足量冰块
- ②称取 30g 碳酸氢钾加入 100mL 烧杯中,持续搅拌
- ③称取 10g 氯化钴加入另一烧杯,加入 10mL 热水溶解后再加 15mL30%双氧水并加冰
- 4)向碳酸氢钾溶液中滴加钴盐溶液(保持冰浴),滴加完后迅速抽滤绿色溶液
- (5)称取 9.5g 甘氨酸分多次加入滤液,水浴加热至蓝色溶液,滴加乙酸至溶液变红紫色
- 6 静置冷却至常温,析出红色结晶。过滤并用水、乙醇依次洗涤结晶
- (7)将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 8 将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

4. (蓝紫色) 反式-二个(甘氨酸根)草酸基络钴酸钾

试剂:草酸钾($K_2C_2O_4$)、氯化钴($CoCl_2$)、甘氨酸($C_2H_5NO_2$)、二氧化铅、甲醇、蒸馏水、乙醇

仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①量取 50mL 水于 250mL 烧杯中,向其中加入足量冰块
- ②称取 19.5g 氯化钴加入 100mL 烧杯中, 持续搅拌
- ③ 称取 21.9g 草酸钾和 17.8g 甘氨酸加入另一 250mL 烧杯,加入 100mL 水后搅拌溶解
- 4)将氯化钴溶液加入钾盐溶液中,水浴加热并充分搅拌
- ⑤称取 15g 二氧化铅,在加热和充分搅拌下分批次加入溶液,水浴浓缩至一半
- 6 静置冷却至常温,抽滤后再度静置一夜,析出蓝紫色结晶。过滤并用乙醇洗涤结晶
- ⑦将洗涤后的结晶自然干燥(可用少量水溶解的甲醇重结晶),再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- (8)将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

5.硫酸四氨络铜

试剂: 硫酸铜(CuSO₄)、浓氨水、蒸馏水、乙醇

仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒)

- ①量取 15mL 水于 250mL 烧杯中备用
- ②称取 10g 硫酸铜加入烧杯中,搅拌至固体完全溶解
- (3)量取 20mL 浓氨水加入烧杯中
- ④在激烈搅拌下将 10-20mL 无水乙醇加入溶液中
- ⑤紫色晶体完全析出后,用纱布或滤网过滤(纤维素可溶于铜氨溶液) 并用浓氨水和无水乙醇的混合液进行洗涤
- 6将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 7将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

6.硫酸二个(乙二胺)络铜

试剂: 硫酸铜(CuSO₄)、乙二胺盐酸盐(C₂H₈N₂·HCl)【或乙二胺】、蒸馏水、乙醇 仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①量取 50mL 水于 250mL 烧杯中备用
- ②称取 20g 硫酸铜加入烧杯中,搅拌至固体完全溶解
- ③量取 5mL 乙二胺加入烧杯中,溶液立刻变紫(无水乙二胺会剧烈发烟,过程要快)或用乙二胺盐酸盐加少量水和等摩尔量的碱制成高浓度乙二胺溶液,只适合做下位
- 4)在剧烈搅拌下向溶液加入 20-30mL 乙醇, 使得紫色晶体完全析出
- (5)紫色晶体完全析出后,过滤并用无水乙醇进行洗涤
- 6将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- ⑦将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

7.二硝基六氨络镍

试剂:硝酸镍(Ni(NO₃)₂)、浓氨水、蒸馏水、乙醇

仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒)

- ①量取 25mL 热水于 250mL 烧杯中备用
- ②称取 20g 硝酸镍加入烧杯中,搅拌至固体完全溶解后静置冷却
- ③量取 25mL 浓氨水缓慢加入烧杯中,析出紫色结晶
- 4)过滤并用浓氨水和无水乙醇的混合液进行洗涤
- (5)将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 6 将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

8.硝酸六咪唑络镍

试剂: 硝酸镍(Ni(NO₃)₂)、咪唑(C₃H₄N₂)、浓氨水、蒸馏水、乙醇

仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒)

- ①量取 60mL 热水于 250mL 烧杯中备用
- ②依次称取 2.7g 咪唑和 2.4g 硝酸镍加入烧杯中,搅拌至固体完全溶解后静置冷却
- ③待反应基本结束后,将烧杯放入碎冰中降温结晶
- 4)过滤并用冷水进行洗涤
- (5)将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 6 将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

9. (粉紫色) 柠檬酸钴

试剂:硫酸钴(CoSO₄)、柠檬酸(H₂C₂O₄)、氢氧化钠(NaOH)、蒸馏水 仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①量取 100mL 水于 250mL 烧杯中备用
- (2)称取 20.8g 硫酸钴加入烧杯中,持续搅拌至其完全溶解
- (3)称取 10.5g 柠檬酸加入烧杯中, 持续搅拌至其完全溶解
- ④称取 6g 氢氧化钠于另一 250mL 烧杯中,加入 50mL 水,持续搅拌至其完全溶解 (也可不用柠檬酸和氢氧化钠,可以用等化学计量的柠檬酸三钠直接和硫酸镍混合)
- (5)待氢氧化钠溶液恢复常温后,倒入硫酸铜-柠檬酸混合溶液,此时先生成沉淀后溶解
- 6 持续加热至溶液变浑浊,将析出的粉紫色结晶过滤后用水和乙醇依次洗涤
- (7)将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 8 将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

- 10. (粉紫色) 二甘油合钴酸钠(待研发)
- 11.硫酸三个(乙二胺)合镍

试剂: 硫酸镍(NiSO₄)、乙二胺盐酸盐($C_2H_8N_2\cdot HCI$)、氢氧化钠(NaOH)、蒸馏水、乙醇

仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①量取 100mL 水于 250mL 烧杯中备用
- ②依次称取 10.65g 乙二胺盐酸盐和 6.4g 氢氧化钠加入烧杯中, 搅拌使其完全溶解
- (3)称取 5.25g 硫酸镍加入烧杯中,搅拌至固体完全溶解并加热反应至溶液颜色变紫
- (4)蒸发浓缩至 50mL 后静置冷却
- (5)溶液恢复至室温后,紫色晶体大量析出,过滤并用无水乙醇进行洗涤
- 6将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 7将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。
- 12.一氨合二硫代硫酸根合铜酸四氨合铜四钠:参考紫晶雨过程,过滤后干燥收集晶体

13 (粉紫色) 硫代硫酸三乙二胺合镍

试剂: 硫酸镍(NiSO₄)、乙二胺盐酸盐($C_2H_8N_2\cdot HCI$)、氢氧化钠(NaOH)、 硫代硫酸钠(Na $_2S_2O_3$)、蒸馏水、乙醇

仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①量取 75mL 水于 250mL 烧杯中备用
- ②依次称取 14g 乙二胺盐酸盐和 9.6g 氢氧化钠加入烧杯中,搅拌使其完全溶解
- ③称取 7.35g 硫酸镍加入烧杯中,搅拌至固体完全溶解并加热反应至溶液变蓝紫色
- ④过滤滤去不溶物后, 称取 6g 硫代硫酸钠于另一 250mL 烧杯, 向其中加入 75mL 水 并搅拌至完全溶解。
- ⑤ 将硫代硫酸钠溶液缓缓倒入镍盐溶液中,搅拌后紫色晶体析出。
- 可直接提取结晶或将溶液蒸发浓缩后二次结晶
- 6过滤并用水和乙醇依次洗涤结晶
- (7)将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 8 将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

14.四个(异硫氰酸根)二个(苯胺)络铬酸苯胺鎓

试剂: 硫氰酸钾(KSCN)、硫酸铬钾(KCr(SO₄)₂)、苯胺(C₆H₇N)乙酸(CH₃COOH)、 蒸馏水、甲醇、乙醇

仪器: 1000mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸代替)、

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①量取 50mL 水于 1000mL 烧杯中备用
- ②依次称取 50g 硫酸铬钾和 50g 硫氰酸钾于烧杯中,持续搅拌并水浴加热 4 小时
- ③加热结束后静置冷却,待溶液恢复室温后量取 50mL 苯胺加入烧杯中,

持续搅拌并在60℃下水浴3小时,随后冷却至室温

- ④向烧杯中加入 60mL 冰乙酸和 600mL 水,过滤并将生成的沉淀用 150mL 冷甲醇溶解
- ⑤甲醇溶解完毕后再次过滤,取滤液并向其中加入 600mL 水,则析出大量紫色结晶 (可再次用甲醇和水重结晶。该晶体可溶于甲醇,难溶于水)
- 6 过滤并用水洗涤结晶
- ⑦将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 8 将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

黑灰色: 反式-二个(硫代硫酸根)二个(乙二胺)络钴酸钠

试剂: 氯化钴(CoCl₂)、乙二胺盐酸盐(C₂H₈N₂·HCl)、氢氧化钠(NaOH)、

硫代硫酸钠(Na₂S₂O₃)、乙酸(CH₃COOH)、蒸馏水、乙醇

仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒)

实验步骤:

- ①量取 110mL 水于 250mL 烧杯中备用
- ②依次称取 15g 乙二胺盐酸盐和 10g 氢氧化钠加入烧杯中,搅拌使其完全溶解
- ③称取 20g 氯化钴加入烧杯中,搅拌至固体完全溶解并用气泵持续通入空气 4 小时
- (4)称取 100g 硫代硫酸钠(0.4mol, 五水合物)加入其中并搅拌至溶解,

随后量取 4mL 乙酸加入其中

- ⑤静置一日后量取 **100mL** 乙醇加入其中,再在阴凉处放置一日后黑灰棕色晶体析出 (可再用 **150mL** 饱和硝酸钠溶液提纯)
- 6 过滤并用水和乙醇依次洗涤
- (7)将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- ⑧将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

荧光配合物:

1红色荧光:四氯合锰酸胍

试剂: 氯化锰(MnCl₂)、盐酸胍(C₂H₇N₃·HCl)、蒸馏水、乙醇

仪器: 100mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒)

- ①量取 6mL 热水于 100mL 烧杯中备用
- ②依次称取 25g 氯化锰和 26g 盐酸胍加入烧杯中
- ③控制反应液温度再 60-80℃持续五分钟,在此期间持续搅拌
- 4)待反应物完全溶解后停止加热
- (5)静置冷却至常温(也可放入冰水中冷却),大量粉色晶体析出
- 6 过滤并用乙醇洗涤
- (7)将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 8 将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

- 2.黄色荧光:四(u³-碘化)四吡啶合四亚铜
 - (一定要在通风良好的环境下进行! 时刻打开通风橱并准备好面具)

试剂: 碘化钾(KI)、硫酸铜($CuSO_4$)、吡啶(C_5H_5N)、硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3$)、蒸馏水、乙醇

仪器: 100mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①量取 50mL 水于 100mL 烧杯中备用, 另量取 50mL 水于另一 100mL 烧杯备用
- ②称取 10g 硫酸铜加入其一烧杯,搅拌使其溶解后称取 6.64g 碘化钾加入其中成浊夜
- ③称取 10g 硫代硫酸钠于另一 100mL 烧杯,搅拌使其溶解后将其逐步滴加至浑浊液中, 待溶液颜色由黑棕色褪为灰白色时停止滴加(此时产物为碘化亚铜)。
- (4)过滤得到碘化亚铜的糊状物,量取 5-6mL 吡啶滴加其中
- (5)将糊状物置于研磨皿中研磨,并用紫光灯在一旁观察
- 6) 当研磨皿内物质可发出明亮的绿色荧光时,停止研磨
- ⑦将该结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。 (该物质不稳定,见光易转化为其他物质,要做好完善的避光处理)
- (8)将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

3.绿色荧光: 溴锰酸四苯鳞

试剂: 硫酸锰(MnSO₄)、三苯基膦(C₁₈H₁₅P)、浓氢溴酸、甲醇

仪器: 100mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①量取 30mL 浓氢溴酸于 100mL 烧杯①备用,再量取 20mL 浓氢溴酸于 100mL 烧杯②
- ②称取 28.82g 三苯基膦在加热搅拌下加入烧杯①中,再称取 8.5g 硫酸锰加入烧杯②中
- ③当①和②烧杯中溶质全部溶解后,将三苯基膦溶液缓缓加入硫酸锰溶液中
- (4)静置冷却至常温(也可放入冰水中冷却),大量晶体析出
- ⑤过滤并用甲醇-氢溴酸 1: 1 溶液洗涤
- (6)将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- 7将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

4.青色荧光: 8-羟基喹啉铝/锌/镁

试剂: 硫酸铝钾/硫酸锌/硫酸镁(KAI(SO₄)₂/ZnSO₄/CuSO₄)、

8-羟基喹啉(C9H7NO, 可在 1688 购得)、乙醇、蒸馏水

仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵

电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒)

- ①量取 25mL 水于 100mL 烧杯中备用
- ②称取 10.2g 硫酸铝钾/4.3g 硫酸锌/6.1g 硫酸镁加入烧杯中,搅拌使其完全溶解
- ③量取 75mL 乙醇于 250mL 烧杯中备用
- ④称取 6.2g 8-羟基喹啉于 250mL 烧杯中, 搅拌使其完全溶解(可向其中加入少量氨水)
- ⑤将硫酸铝钾/硫酸锌/硫酸镁溶液倒入 8-羟基喹啉溶液持续搅拌,析出大量黄色结晶,过滤并用蒸馏水洗涤
- (6)将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- ⑦将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

5.蓝色荧光: 8-羟基喹啉钙

试剂: 乙酸钙((CH₃COO)₂Ca)、8-羟基喹啉(C₉H₇NO,可在 1688 购得)、乙醇、蒸馏水

仪器: 250mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵 电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干)、磁力搅拌器(或玻璃棒) 实验步骤:

- ①量取 25mL 水于 100mL 烧杯中备用
- ②称取 4.4g 乙酸钙加入烧杯中,搅拌使其完全溶解
- ③量取 75mL 乙醇于 250mL 烧杯中备用
- ④称取 6.2g 8-羟基喹啉于 250mL 烧杯中, 搅拌使其完全溶解(可向其中加入少量氨水)
- ⑤将乙酸钙溶液倒入8-羟基喹啉溶液,析出大量奶白色结晶,过滤并用蒸馏水洗涤
- 6将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- (7)将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。

6.紫色荧光: 水杨酸二(三苯基磷)合亚铜

试剂:水杨酸(C₇H₆O₃)、碱式碳酸铜(Cu₂(OH)₂CO₃)、三苯基膦(C₁₈H₁₅P)、乙醇仪器: 100mL 烧杯、表面皿(可用烧杯或称量纸)、锥形瓶、气泵电子秤(或其他称量仪器)、10mL 西林瓶/螺口瓶(若干),磁力搅拌器(或玻璃棒)实验步骤:

- ①量取 50mL 无水乙醇于 100mL 烧杯中备用
- ②依次称取 1.19g 碱式碳酸铜和 2.96g 水杨酸加入烧杯中,煮沸 2 小时并持续搅拌
- ③2 小时后过滤, 称取 8g 三苯基膦加入滤液中, 继续加热搅拌
- (4)溶液初步褪色(很浅的青绿色)后停止加热
- (5)静置冷却至常温(也可放入冰水中冷却),大量晶体析出
- 6)过滤并用乙醇洗涤
- ⑦将洗涤后的结晶自然干燥,再将干燥后的结晶倒入西林瓶中,盖紧瓶盖。
- (8)将全部仪器洗净并收好,清理好桌面后完善实验报告,实验完成。