



典型教学案例视频文件说明

三草酸合铁(III)酸钾的制备及组成测定
(准设计实验)

乙酰苯胺的制备及产品的红外表征

乙酸乙酯皂化反应的计算机在线检测



化学与分子工程学院基础化学实验中心



《三草酸合铁(III)酸钾的制备及组成测定》简介

(准设计实验)

一、实验特点

准设计性实验是学生根据给定的实验题目,在教师指导下查阅文献资料,自行设计实验方案,准备实验仪器和药品,独立进行实验操作,最后在教师指导下写出实验报告,总结实验结果,即在教师指导下的设计性实验。准设计性实验的特点是能体现出实验原理和方法的多样性、实验技能的综合性和探索性以及学生学习的自主性。准设计性实验不但要求学生综合多科知识或多种实验原理来设计实验方案,还要求学生能运用已有的知识去自主地发现问题、分析问题和解决问题。因此,准设计性实验具有设计性实验的特征。

二、实验目的

1. 学习三草酸合铁(III)酸钾的制备原理、方法,巩固无机制备基本操作。
2. 学习用 KMnO_4 法测定 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 与 Fe^{3+} 的原理和方法。
3. 巩固滴定分析的基本操作,掌握确定化合物组成的原理和方法。
4. 使学生初步了解文献资料的查阅、分析、综合整理及撰写科技论文的基本要求和方法,并且训练学生的语言文字表达能力。

三、实验要求

准设计性实验安排在大一第二学期的后期进行,具体安排及要求如下:

- (1) 发布实验题目。提前4周发布实验题目,学生根据预习报告提纲查阅资料,写出预习报告(拟实验方案),在1~2周内完成,交实验教师评阅。预习报告包括前言(文献综述)和实验部分。
- (2) 教师批阅预习报告,指导学生写出可行性实验方案(第3周)。
- (3) 实验课堂教学。学生首先汇报预习报告。教师重点讲授以下内容:
 - ① 教师点评学生的可行性实验方案,指出确保实验成功的关键。
 - ② 指导学生如何写实验报告,即小论文。为了指导学生写好准设计性实验的实验报告,教师在向学生提供小论文提纲的基础上,重点讲解摘要、关键词、结论及参考文献的写法。
- (4) 学生进一步完善可行性实验方案,按自己设计的实验方案独立完成实验(第4周)。
- (5) 学生参考实验报告提纲、根据实验结果写出实验报告(小论文)(第4~5周)。小论文包括如下基本内容:题目,作者姓名,摘要,关键词,前言,实验部分,结果与讨论,结论,参考文献。

四、实验指导

1. 三草酸合铁(III)酸钾合成及组成测定预习报告(拟实验方案)提纲



三草酸合铁(III)酸钾合成及组成测定预习报告

姓名_____ 班级_____

一、查阅资料：(1) 查阅参考书。

(2) 利用网络资源。

二、写出预实验报告(包括以下内容)

1. 前言(包括以下内容)

(1) 三草酸合铁(III)酸钾的性质、用途、目前制备路线及组成分析方法。

要求：从不同的原料出发，至少讨论三种制备路线；组成测定时需将 Fe^{3+} 还原为 Fe^{2+} ，至少讨论三种方法。

(2) 分析不同制备及分析组成方法的优缺点及可行性，设计出拟采用的方法。

2. 实验部分

(1) 拟采用的方法路线、反应原理及计算公式。

(2) 仪器、药品。

(3) 实验步骤。

2. 实验报告(小论文)的书写提纲

三草酸合铁(III)酸钾的制备及组成测定

姓名_____ 班级_____

摘要：指出本文采用的方法、手段、所作的工作及其结果。

关键词：三草酸合铁(III)酸钾 制备 组成测定

1. 前言(包括以下内容)

$\text{K}_2[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 的性质、用途、合成路线方法。从不同的原料出发，至少讨论三种制备路线；组成测定时需将 Fe^{3+} 还原为 Fe^{2+} ，至少讨论三种方法。分析不同制备及分析组成方法的优缺点及可行性，指出本文采用的方法、所作的工作及其结果。

2. 实验部分.

2.1 $[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的制备

2.1.1 仪器、药品

2.1.2 制备原理

2.1.3 实验步骤步骤

2.1.4 产品的分析(包括公式)

2.2 $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 合成

2.2.1 仪器、药品

2.2.2 制备原理.

2.2.3 实验步骤

2.2.4 分析方法



3. 结果与讨论

- 3.1 $[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的合成
- 3.2 $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 合成
- 3.3 $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 组成测定
4. 结论
5. 参考文献.

3. 参考文献

1. 崔学桂, 张晓丽主编. 基础化学实验 (I). 第 1 版. 北京: 化学工业出版社, 2007 年 7 月, 138~141
2. 周其镇, 方国女, 樊行雪. 大学基础化学实验 (I). 第 1 版第 2 次印刷. 北京: 化学工业出版社, 2002 年 7 月, 238
3. 凌必文, 刁海生. 三草酸合铁(III)酸钾的合成及组成测定. 安庆师范学院学报(自然科学版), 2001, 7 (7): 13~16
4. 姜传福, 王彦. 三草酸合铁(III)酸钾的合成和结构测定. 锦州师范学院学报(自然科学版), 1999, (2): 24~27
5. 蒋荣立主编. 无机及分析化学实验. 第 1 版第 1 次印刷. 江苏淮阴: 中国矿业大学出版社, 2006 年 4 月, 198~200
6. 侯海鸽, 朱志彪, 范乃英编著. 无机及分析化学实验. 第 1 版. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 2005, 195~197
7. 史长华, 唐树戈主编. 普通化学实验. 第 1 版. 北京: 科学出版社, 2006 年 2 月, 62~65
8. 辛剑, 孟长功主编. 基础化学实验. 第 1 版. 北京: 高等教育出版社, 2004 年 6 月, 275~279

《乙酰苯胺的制备及产品的红外表征》简介

一、实验特点

基础合成实验是多个基本单元操作的组合，同时又是综合应用实验的基础，有利于培养学生的基本合成操作技能，及对实验后处理的设计。

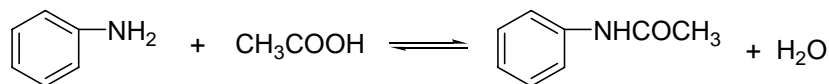
利用现有的仪器资源对学生合成的产品进行测试。在指导教师详细的讲解和指导下，让学生自己动手操作测试自己的产品。通过此实验，学生不仅了解了红外光谱仪器的结构及其应用范围，而且掌握了其基本操作，学会了识谱的方法，熟悉了红外光谱在有机结构分析中应用。

二、实验目的

1. 掌握苯胺乙酰化反应的原理和实验操作。
2. 进一步熟悉固体有机物提纯的方法—重结晶。
3. 学习红外光谱仪的操作

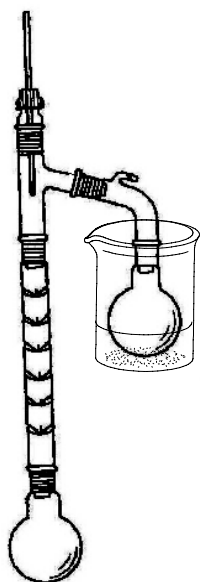
三、实验原理及过程

反应式为：



由于该反应是可逆的，在实际操作中，一般加入过量的乙酸，同时采用分馏柱除去生成的水来提高产率。为防止苯胺氧化，需加少量锌粉。

实验装置及流程：



5 mL 苯胺、7.4 mL 冰醋酸+Zn 粉（少量）

- ↓ 小火加热，微沸约 15 min
- ↓ 105℃ 约 40 min,
- 至温度下降或瓶底出现白雾
- ↓ 分馏蒸出 H₂O ↓ 反应混合物
- ↓ 搅拌下趁热倒入 100 mL 冷水中
- 粗品沉淀
- ↓
- 抽滤，冷水洗涤固体
- ↓
- 粗产品
- ↓
- 重结晶
- ↓
- 纯乙酰苯胺（白色片状晶体）、称量、红外表征

四、操作要点

- 1、苯胺有毒，醋酐有刺激性，不要接触皮肤，及时盖紧试剂瓶。久置的苯胺因为氧化

而颜色较深，最好使用新蒸馏过的苯胺

- 2、因属小量制备，最好用微量分馏管代替刺形分馏柱。分馏管支管用一段橡皮管与一玻璃弯管相连玻璃管下端伸入试管中，试管外部用冷水浴冷却。
- 3、锌粉的作用是防止苯胺氧化，只要少量即可。加得过多，会出现不溶于水的氢氧化锌。
- 4、分馏时，应检查分馏柱保温状况，反应温度保持在 105℃左右，反应时温度不能太高，以免大量乙酸蒸出而降低产率。
- 5、活性炭脱色：其用量要根据反应液染色而定，不必准确称量，通常加半牛角勺即可。特别注意不要在溶液沸腾时加入，以防暴沸。
- 6、热过滤时，玻璃漏斗必须预先在热水中充分预热，尽量减少产物在滤纸上结晶析出。

五、深入讨论

乙酰苯胺为无色晶体，具有退热镇痛作用，是较早使用的解热镇痛药，有“退热冰”之称。

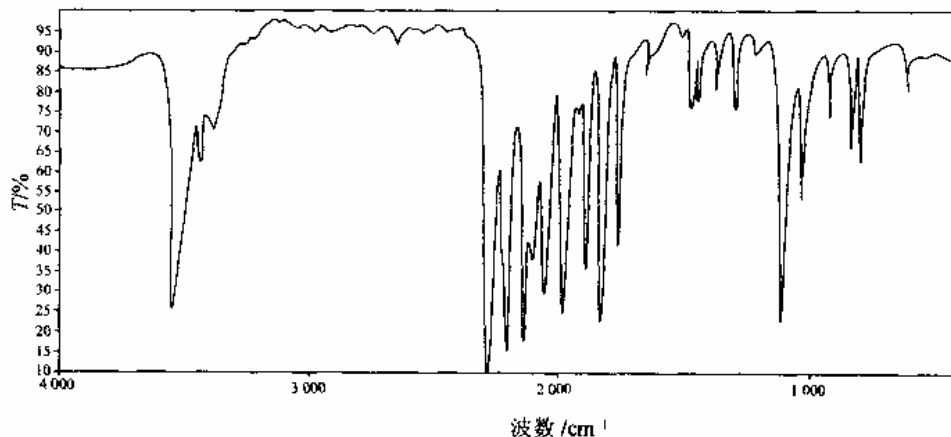
乙酰苯胺可由苯胺与乙酰化试剂如：乙酰氯、乙酐或乙酸等直接作用来制备。反应活性是乙酰氯>乙酐>乙酸，乙酰氯和乙酐的价格较贵。

芳胺酰基化的作用：1) 保护氨基；2) 降低氨基在亲电取代反应中的活化能力。

六、实验结果处理

计算所得产物的产量及产率，并对化合物进行红外光谱表征。

乙酰苯胺的红外光谱



乙酰苯胺红外光谱图中的特征振动

波数	键的振动类型
3200~3300 cm^{-1}	N-H 伸缩振动
1670 cm^{-1}	C=O 伸缩振动
1560 cm^{-1}	N-H 弯曲振动
760 cm^{-1}	单取代苯环上的 C-H 弯曲振动
699 cm^{-1}	

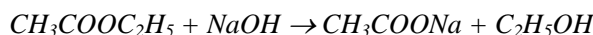
《乙酸乙酯皂化反应的计算机在线检测》简介

【目的要求】

1. 掌握电导率法测定化学反应速率常数和活化能的原理和方法；
2. 了解计算机在线检测的基本原理并学会其使用方法；
3. 掌握作图法求二级反应速率常数的方法。

【实验原理】

乙酸乙酯皂化反应是二级反应，反应式为



其反应速率方程可表示为：

$$\frac{dy}{dt} = k([\text{A}]_0 - y)([\text{B}]_0 - y) \quad (19.1)$$

式中 $[\text{A}]_0$ 、 $[\text{B}]_0$ 分别表示乙酸乙酯（A）和氢氧化钠（B）的初始浓度； y 为经过 t 时刻后消耗掉的 A 和 B 的浓度； k 为反应速率常数。

若 $[\text{A}]_0 = [\text{B}]_0$ ，式（19.1）可转化为

$$\frac{dy}{dt} = k([\text{A}]_0 - y)^2 \quad (19.2)$$

积分式（19.2）得

$$k = \frac{y}{t[\text{A}]_0([\text{A}]_0 - y)} \quad (19.3)$$

为了证明该反应是二级反应，可通过测定不同时刻的 y 值，由式（19.3）计算出对应的 k 值。若 k 基本上是常数值，则该反应是二级反应，并可取 k 的平均值作为反应速率常数。通常是以 $y/([\text{A}]_0 - y)$ 对 t 作图，若得一直线，也可证明此反应是二级反应，并可以从其斜率求得 k 值。

乙酸乙酯反应进行到不同时刻，反应物（如 OH^- ）的浓度可用化学分析法测定，也可以用物理法（如电导法）测定。本实验用电导法测定，即通过测定反应系统电导率的变化来表示反应物浓度的变化，从而计算反应速率常数。下面介绍电导法测定 y 的基本原理。

在整个反应系统中可近似认为乙酸乙酯和乙醇是不导电的，反应过程中溶液电导率的变化完全是由于反应物 OH^- 不断被产物 CH_3COO^- 所取代而引起的。而 OH^- 的电导率比 CH_3COO^- 大得多，所以，随着反应的进行， OH^- 浓度不断减小，溶液电导率不断降低。

另外，在稀溶液中，每种强电解质的电导率与其浓度成正比，而且溶液的总电导率等于组成溶液的电解质的电导率之和。

基于上述两点假设，再考虑到反应开始时溶液电导率 κ_0 完全由 NaOH 贡献，反应结束后溶液电导率 κ_∞ 完全由 CH_3COONa 贡献。则对于稀溶液反应来说， κ_0 、 κ_∞ 和 t 时刻溶液的电导率 κ_t 可分别表示为：

$$\kappa_0 = K_1[\text{A}]_0 \quad (19.4)$$

$$\kappa_\infty = K_2[\text{A}]_0 \quad (19.5)$$

$$\kappa_t = K_1([\text{A}]_0 - y) + K_2 y \quad (19.6)$$

式中 K_1 、 K_2 分别为与温度、溶剂、电解质 NaOH 和 CH_3COONa 的性质有关的比例常数。由式（19.4）、（19.5）和（19.6）可得：

$$\frac{y}{[A]_0 - y} = \frac{\kappa_0 - \kappa_t}{\kappa_t - \kappa_\infty} \quad (19.7)$$

将式 (19.7) 带入式 (19.3) 得:

$$k = \frac{\kappa_0 - \kappa_t}{t[A]_0(\kappa_t - \kappa_\infty)} \quad (19.8)$$

移项后式 (19.8) 可改写为

$$\kappa_t = \frac{\kappa_0 - \kappa_t}{k[A]_0 t} + \kappa_\infty \quad (19.9)$$

以 κ_t 对 $(\kappa_0 - \kappa_t)/t$ 作图可得一直线, 其斜率 $b=1/(k[A]_0)$, 从而可确定 k 值。

若测得两个不同温度 T_1 和 T_2 下的反应速率常数 $k(T_1)$ 和 $k(T_2)$, 根据阿累尼乌斯方程

$$k = A \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right)$$

或

$$\ln \frac{k(T_2)}{k(T_1)} = \frac{E_a(T_2 - T_1)}{RT_1 T_2} \quad (19.10)$$

即可求得反应的活化能。

计算机在线检测原理

(1) 计算机-电导率仪联机

计算机-电导率仪在线检测系统是将一块 12 位 A/D 转换数据采集卡直接插在计算机内的扩充槽口中, 以实现计算机和电导率仪联机。本实验使用的 DDS-11A 电导率仪有 0~10mV 信号输出插孔, 而 A/D 采集卡所需输入电压为 0~5V 直流电压, 因而需将电导率仪的 0~10mV 输出信号进行放大。接口联机示意图为图 II-19-1 所示。

(2) 软件设计

在设计软件时考虑了实验数据处理的要求和习惯, 使用 Visual Basic 语言编译, 直接运行于 Windows 系统。考虑到实验过程中的误操作等影响, 程序中采用对话框和指定按钮回答方式等措施, 为程序的正常运行提供了保证。

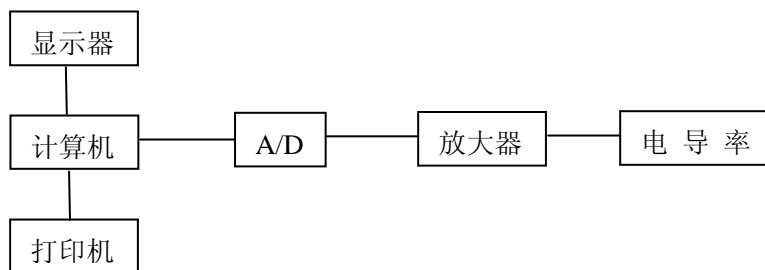


图 II-19-1 计算机-电导率仪接口联机示意图

(3) 数据处理

由式 (19.9) 用作图法求得准确的 k 的关键是外推求得正确的 κ_0 值。本计算机程序用牛顿迭代法经多次迭代求得最佳 κ_0 。直线方程的斜率 b 和相关系数 R 按最小二乘法回归求取, 进而计算反应速率常数 k 。在取得两个温度下的 $k(T_1)$ 和 $k(T_2)$ 后按式 (19.10) 计算活化能

E_a 。数据处理过程可用图II-19-2 示意如下：

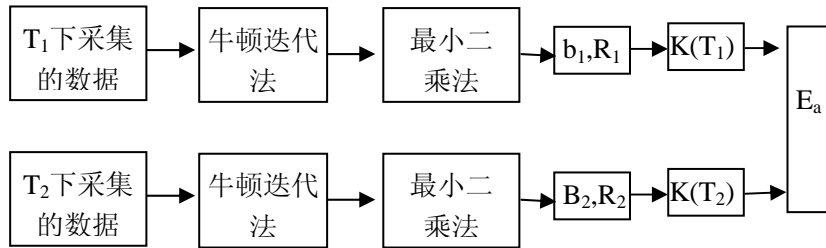


图 II-19-2 数据处理流程图

【仪器与试剂】

DDS-11A 型电导率仪 1 台；玻璃恒温槽 1 个；皂化反应器（图 II-19-3）2 个；100 mL 容量瓶 1 个；1 mL 移液管 2 支；1 mL 移液管 1 支；小试管 1 支；塞锥形瓶 1 个。

0.100 mol·L⁻¹ NaOH 标准溶液；分析纯乙酸乙酯。

公用仪器：计算机 1 台；打印机 1 台。

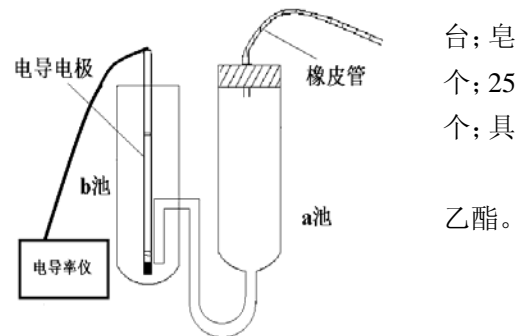


图 II-19-3 皂化反应器

【实验步骤】

1. 配制乙酸乙酯溶液


根据实验室给出的标准 NaOH 溶液的准确浓度、室温下乙酸乙酯的体积质量及摩尔质量，计算配制与 NaOH 溶液相同浓度的乙酸乙酯溶液 100 mL 所需乙酸乙酯的体积。

2. 向 100 mL 容量瓶中加入 2/3 体积的蒸馏水，用 1 mL 移液管吸取所需乙酸乙酯，加入容量瓶中，加水定容，摇匀后转移至具塞锥形瓶中备用。

3. 打开电源，使仪器处于待测状态，调节恒温槽水温，使温度为 25.0±0.1℃。

4. 将 NaOH 标准溶液稀释 1 倍，用小试管取此稀释液约 2 mL，将清洁、干燥的电导电极插入溶液中，在恒温槽内恒温 5 min。电导率仪温度补偿钮置于 25℃，在测量档、最大量程上，将电导率仪示数调节到 8 左右。

5. 用 25 mL 移液管向混合反应器的 a 池中加入 15 mL NaOH 溶液（注意不要使溶液进入 b 池中），再用另一支移液管向 b 池中加入 15 mL 乙酸乙酯溶液，并将清洁、干燥的电导电极插入 b 池中。

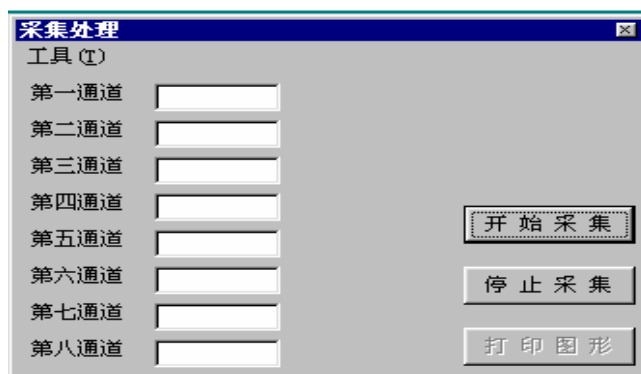
6. 打开计算机，点击皂化反应控制系统  图标，进入如下画面。



双击鼠标左键，进入如下对话框：

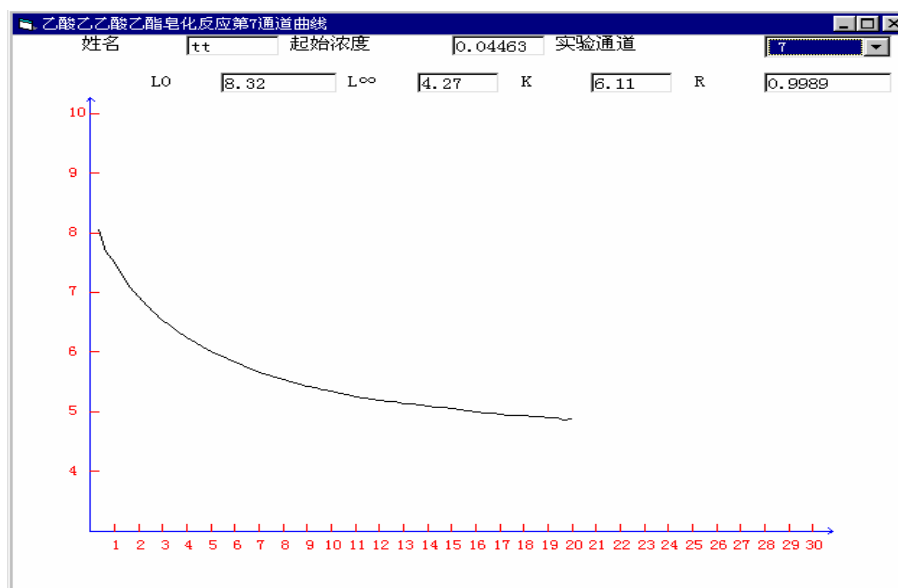


点击“否”，出现下面对话框：



7. 恒温 15 min 后点击计算机“开始采集”按钮，然后用洗耳球与 a 池相连，以不致使溶液喷出的速度挤压洗耳球，使氢氧化钠进入 b 池与乙酸乙酯溶液混合，反复混合 3 次，混合的同时用秒表计时。

8. 计算机记录约 20 min 后，测量自动停止，点击“打印图形”，出现下面对话框：



填写“姓名”及“起始浓度”，选择相应的实验通道，计算机自动打印出数据和图形。

9. 取另一个皂化反应器按步骤 1~8 在 35°C 下重复上述实验。

10. 实验结束后，取出电极，洗净并浸泡在蒸馏水中。弃去反应器中的溶液，洗净用过的所有玻璃仪器。关闭所有仪器的电源。

【注意事项】

1. 在进行电导率仪校正时，要先将“校正—测量”置于“测量”档，校正用的 NaOH 溶液的浓度应为实验所用溶液浓度的一半。

2. 进行溶液混和时动作要迅速，一般应在 20 s 之内完成。混和后溶液应尽量存在于插入电极的反应器中，以保证电极浸入反应液中。

3. 电导率仪调好后注意不要碰触，否则会使设定好的 κ_0 发生变化，影响实验的准确性。

4. 待计算机记录数据结束后方可取出电极，结束实验。

【数据记录与处理】

1. 从计算机记录的数据中，分别取得 T_1 、 T_2 温度下的 κ_0 和不同 t 时刻的 κ_t ；

2. 以 κ_t 对 $(\kappa_0 - \kappa_t)/t$ 作图，从直线斜率分别求得 $k(T_1)$ 和 $k(T_2)$ ；

3. 按式 (19.10) 计算反应活化能 E_a 。

【思考题】

1. 本实验中，被测溶液的电导是哪些离子的贡献？反应过程中溶液的电导为何会发生变化？

2. 本实验所依据的方程式是式 (19.9)，式 (19.9) 的应用条件是什么？本实验是采取哪些措施来满足这些条件？

3. 为什么反应开始时要尽可能快、尽可能完全地使两种溶液混合？

4. 根据式 (19.8)，以 $(\kappa_0 - \kappa_t) / (\kappa_t - \kappa_\infty)$ 对 t 作图，可从所得直线的斜率求算速率常数，但需 κ_0 和 κ_∞ 数据。试设想如何通过实验直接测得 κ_0 和 κ_∞ 。

5. 本实验中，应如何对电导率仪进行校正？