

## 无机及分析化学自主设计实验的探究和实践 ——以“硫酸四氨合铜(II)的制备及组成分析”为例

董立军\*, 杜鹏程, 陆广农, 王薇

兰州大学化学化工学院, 兰州 730000

**摘要:** 从教学改革的角度出发, 通过增加自主设计实验来促进学生的自主学习能力和实验设计思维能力的提升。自主设计实验要求学生自主查阅文献、设计实验方案、分析方案可行性、实验探究后进行综合讨论分析。进一步培养学生独立思考、融会贯通的能力, 培养查阅文献、撰写实验方案的能力, 为将来的科学研究工作打下坚实基础。

**关键词:** 实验设计; 可行性分析; 翻转课堂教学法

**中图分类号:** G64; O6

## Exploration and Practice of Independent Design Experiments in Inorganic and Analytical Chemistry: A Case Study of “Preparation and Composition Analysis of Tetraammine Copper(II) Sulfate”

Lijun Dong\*, Pengcheng Du, Guangnong Lu, Wei Wang

College of Chemistry and Chemical Engineering, Lanzhou University, Lanzhou 730000, China.

**Abstract:** This paper, taking the preparation and composition analysis of tetraammine copper(II) as an example, explores teaching reforms by incorporating independent design experiments to enhance students' autonomous learning and cultivate their experimental design thinking. Independent design experiments require students to independently consult literature, design experimental plans, analyze the feasibility of the plans, and engage in comprehensive discussions and analyses after experimental exploration. This approach further nurtures students' abilities for independent thinking and synthesis, fostering skills in literature review and experimental plan writing, thereby laying a solid foundation for future scientific research.

**Key Words:** Design of experiment; Feasibility analysis; Flipped classroom

无机及分析化学实验是我校化学专业本科生的第一门必修实验课, 面向大一学生开设, 本课程以实验项目为载体, 根据学生的实验基础和认知规律, 由浅至深、由低到高, 多层次、全方位的培养学生“想”、会“做”、会“表达”的能力<sup>[1-5]</sup>。通过该课程的学习, 学生了解并掌握了无机及分析化学实验的基本操作技能和相关实验知识, 在此基础上, 如何进一步提升大一新生自主探究及设计实验的创新力是该课程需要达成的教学目标。本文以“硫酸四氨合铜(II)的制备及组成分析”实验为例, 在实验课程后期尝试以自主设计实验和翻转课堂的教学模式来改进实验教学方法, 学生不仅可以进一步巩固和加强传统实验课堂上学习的实验知识及实验技能, 还可以提高自身的自主学习能力、融会贯通的拓展创新意识和批判性科学思维, 从而进一步缩短教学与科研的距离。

收稿: 2023-10-10; 录用: 2023-12-25; 网络发表: 2024-02-05

\*通讯作者, Email: donglj@lzu.edu.cn

基金资助: 兰州大学教育教学改革研究项目(JYXM-2022-02)

## 1 实验设计

“硫酸四氨合铜(II)的制备与分析”实验是在课程后期开设的一个综合设计性实验。该实验从实验原理到实验步骤及实验方法都与前期开展的实验有着不可分割的必然联系。表1列出了该综合设计实验的步骤及方法与前期实验课程的关联。学生在掌握了前期实验的相关知识及操作技能后,在自主设计该实验方案时就可以做到有理可依、有据可循。同时,由于每个实验都有自己的特点,这也要求学生们在设计实验方案时不能照抄照搬,要根据具体情况因地制宜地修改和完善,这个过程可以充分培养学生灵活、综合运用知识的能力,并进一步加深对知识点的理解。

表1 综合设计实验中涉及的步骤、方法与前期实验课程的关联

硫酸四氨合铜(II)的制备与分析			前期实验课程相关内容		
实验内容	实验步骤	实验方法	实验名称	实验内容	
以废铜屑或氧化铜为原料,制备硫酸四氨合铜(II)	废铜或氧化铜原料的预处理	热碱液洗涤油污	硫酸亚铁铵的制备及纯度测定	铁屑的净化	
			铜合金中铜含量的测定	铜合金样品的溶解: 体积比1:1的盐酸溶液+30%双氧水	
	铜或氧化铜原料的溶解	浓硝酸氧化法 双氧水氧化法	钢铁中镍含量的测定	钢样的溶解: 1:1盐酸溶液+1:2硝酸溶液	
			硅酸盐水泥的分析	水泥的溶解: 浓盐酸+浓硝酸	
	硫酸铜的制备	除杂、结晶及重结晶提纯	氯化钠的提纯	粗盐中硫酸根、钙离子、镁离子等杂质离子的沉淀分离	
			硫酸铜的提纯与结晶水的测定	粗硫酸铜中铁的氧化沉淀分离,硫酸铜的重结晶	
	硫酸四氨合铜(II)的制备	控制配体浓度生成配合物,改变介质性质,降低配合物溶解度结晶析出	硫酸亚铁铵的制备及纯度测定	莫尔盐的制备	
			二草酸合铜酸钾的制备及组成测定	二草酸合铜酸钾的制备	
	硫酸四氨合铜(II)的组成分析	氨的分析	蒸馏法 酸碱滴定法	钴配合物的合成及组成分析	氨的测定
				混合碱的测定	酚酞-甲基橙双指示剂法测定碳酸钠-碳酸氢钠混合碱中各组分含量
铜的分析		络合滴定法 氧化还原滴定法 分光光度法	硅酸盐水泥的分析	钙、镁含量的测定	
			铜合金中铜含量的测定	铜含量的测定: 间接碘量法	
			邻二氮菲分光光度法测定铁	亚铁-邻二氮菲显色体系的实验条件优化及定量分析	
硫酸根的分析		重量分析法	钢铁中镍含量的测定	丁二酮肟重量法(微波炉恒重)	
			硅酸盐水泥的分析	二氧化硅的测定: 氯化铵重量分析法(马弗炉恒重)	
结晶水的分析		重量分析法	钴配合物的合成及组成分析	外界氯的测定: 电导滴定法	
			钴和铁的离子交换分离与测定	亚铁-邻二氮菲及钴-亚硝基R盐显色体系的工作曲线及样品测定	
硫酸铜的提纯与结晶水的测定		硫酸铜结晶水的测定			

该实验计划8学时,为保证自主设计实验的教学质量,突破实验学时的局限性,采用“翻转课堂”教学法,使学生有充分的准备和交流时间。教师提前3~4周将实验教材中<sup>[6]</sup>提示性内容及实验设计方案相关要求告知学生,学生独立进行文献检索,观看学习通网络教学平台上提供的相关资料,撰写并提交实验设计方案初稿,撰写过程中遇到问题可及时与教师线上联系沟通交流。线下提交实验设计方案初稿时,教师及助教组织学生实验方案进行可行性分析讨论,同时审阅设计方案初稿的完整度,对不足之处进行标注,鼓励引导学生在实验实践前完成设计方案修订工作。图1是实验设计方案初稿、修改稿及相关要求。

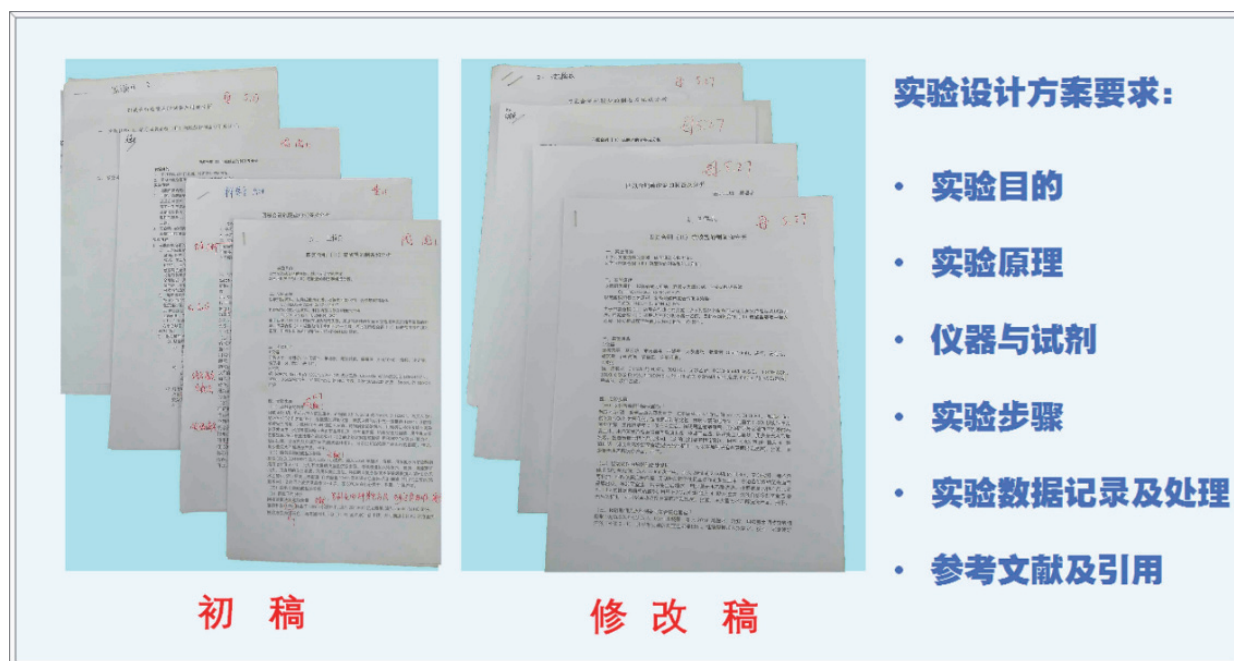


图1 实验设计方案初稿、修改稿及要求

图2展示了个别学生实验设计方案的首页。大一学生初步接触学术型文章的撰写,他们对于框架、格式、语言以及内容和图表制作等都比较陌生。多数学生会仿照实验教材的格式书写,而个别学生也会参考发表文章的格式,包括中英文摘要及关键词等信息。然而,部分学生对参考文献的作用及参考文献在正文中引用的目的都不太了解,经过老师及助教的讲解,学生的修改稿都有质的飞跃,也能充分领会撰写学术型文章的目的。

在实验内容及实验步骤的设计中,要求学生尽可能全面、详细地设计各种方法,以确保实验在实践时能够顺利进行。然而,学生的实验设计初稿中常常存在各种问题。例如,试剂的浓度及用量,若原料取用量较大,不仅会造成试剂浪费,还会增加制备反应的时间。在配合物组成分析时,产品的称取量取决于滴定所用标准溶液的浓度及滴定体积的相对误差,这就要求学生对预滴定的意义。蒸馏法测定氨时,用氢氧化钠返滴定过量的盐酸,这时的酸碱指示剂只能选用甲基红,而不能选用酚酞或甲基橙,要想明白其中原因,就必须理解滴定后的体系是氯化铵水溶液, pH约在5左右。诸如上述问题,教师及助教在组织学生对实验设计方案初稿进行可行性分析讨论时都会指出,并帮助学生从细节上修改完善实验设计方案。实验设计方案的修订不仅可以帮助学生进一步夯实基础实验知识,理清实验思路,还有助于培养学生的科研意识及科研思维。

四氨合铜(II)硫酸盐的制备及分析

兰州大学 化学化工学院 2022 级化学 3 班 张乐怡

一、实验目的

1. 学习文献资料的查阅, 练习设计方案。
2. 学习四氨合铜硫酸盐的制备及组成分析的方法。

二、实验原理

(一)  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  的制备

硫酸四氨合铜是深蓝色正交晶体, 溶于水, 不溶于乙醇、乙醚、丙酮、三氯甲烷、四氯化碳等有机溶剂。在空气中硫酸四氨合铜会水解, 放出氨气。在碱性溶液中稀释至 250 倍无沉淀, 在热水中分解。本实验可利用铜制、氧化铜或五水硫酸铜为原料制备  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 。

硫酸铜与过量氨水作用生成络合物, 在乙醇介质中析出沉淀, 过滤、洗涤得硫酸四氨合铜(II) 络合物。



由于硫酸四氨合铜在加热时易失氨, 所以其晶体的制备不宜选用蒸发浓缩等常规的方法, 且高温下硫酸四氨合铜会分解为硫酸铜、氧化铜和水, 因此也不宜高温干燥, 宜在 60°C 左右烘干。若硫酸铜溶液中加入少量氨水:  $2\text{CuSO}_4 + 2\text{NH}_3 + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{SO}_4 + (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ , 因此为了得到  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  氨气应当过量, 但氨气过多, 会造成浪费和污染, 因此氨气用量宜适当。

以废铜为原料制备硫酸铜的常用方法: ① 浓硝酸氧化法 ② 催化氧化法 ③ 空气氧化法 [1]。方法①以浓硝酸为氧化剂加入铜屑与稀硫酸的混合物中, 加热使之反应完全, 通过蒸发、析晶等操作得到  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  晶体。但此方法在制备过程中会产生大量刺激性有毒的气体  $\text{NO}_2$ , 且排出的  $\text{NO}_2$  与空气中的水结合后生成硝酸, 腐蚀实验设备。方法②是以稀硫酸为介质, 双氧水为氧化剂, 合成硫酸铜晶体  $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  方法③是利用废铜屑灼烧氧化发生  $2\text{Cu} + \text{O}_2 \rightarrow 2\text{CuO}$  再与稀硫酸反应制备  $\text{CuSO}_4$  (改良: 铜粉和稀硫酸混合, 不断通入空气并加热, 一段时间后溶液变蓝, 继续加热一段时间, 铜可以逐渐被氧化完全  $2\text{Cu} + 2\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{O}_2 \rightarrow 2\text{CuSO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$ )。

以氧化铜为原料加稀硫酸溶解制备硫酸铜, 或直接用  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  晶体为原料。

(二)  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  的组成分析

1.  $\text{Cu}^{2+}$  分析

(1) 以斐林试剂为指示剂, 用 EDTA 标准溶液络合滴定。斐林试剂本身在酸性溶液中无色, 碱性溶液中呈深蓝色, 中性溶液呈深紫色, 与  $\text{Cu}^{2+}$  络合后在  $\text{pH}=8$  的醋酸缓冲液中呈橙红色, 在  $\text{pH}=7-8$  的氨缓冲液中呈黄色, 本实验采用  $\text{pH}=8$  的  $\text{NH}_4\text{Cl}$  混合溶液作缓冲液, 当溶液由黄色变为微紫即为终点。

(2) 以二甲酚橙为指示剂, 用 EDTA 标准溶液络合滴定。二甲酚橙为六元酸,  $\text{pH} 6.3$  时, 呈红色;  $\text{pH} 6.3$  时, 呈黄色。二甲酚橙与金属离子形成的络合物都是黄色的, 因此适用于在  $\text{pH} 6$  的酸性溶液中作为指示剂使用。在  $\text{pH} 5.5$  (以六次甲基四胺溶液为缓冲液) 的条件下滴定, 当溶液由紫红色变为黄色即为终点。

四氨合铜硫酸盐的制备及组成分析

黄富耀

兰州大学, 兰州

**摘要:** 本实验以五水硫酸铜为原料合成一水硫酸四氨合铜(II), 探讨传统制备方法和反向沉淀制备法的产率, 并对合成的产品进行组成分析, 对每一种组分提出多种测定方案, 并探讨不同方案的优缺点, 进而对测定方法进行优化。

**关键词:** 四氨合铜硫酸盐 组成分析 间接碘量法 硫酸铜沉淀法

Preparation and composition analysis of tetraamine copper sulfates  
Huang Fuyao

Lanzhou University, Lanzhou

**Abstract:** This experiment uses copper pentahydrate as raw material to synthesize a water-sulfuric acid tetraamine copper (II), discusses the yield of traditional preparation methods and reverse precipitation preparation methods, and analyzes the composition of synthetic products, proposes a variety of measurement schemes for each component, and explores the advantages and disadvantages of different schemes, and then optimizes the measurement methods.

**Keywords:** Tetraamide copper sulfate composition analysis indirect iodine precipitation method of radon sulfate

引言

一水硫酸四氨合铜(II)是一种深蓝色晶体, 通常由硫酸铜溶液与氨水混合制得, 常温下在空气中易与水与二氧化碳反应生成铜的碱式盐, 常用作杀虫剂、杀菌剂, 在碱性铜中也常用作电镀液的主要成分; 也是高效、安全的广谱杀菌剂, 还是植物生长激素, 能促进作物生长, 明显提高作物产量。

实验目的

1. 学习文献资料的查阅练习设计实验

2. 学习四氨合铜硫酸盐的制备及组成

确定的方法

实验原理

1.  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  的制备:



$[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  不溶于乙醇, 往

硫酸铜溶液中加入无水乙醇或 95% 的乙醇溶液, 降低其在水中的溶解度来得到它的晶体。

2. 组成分析

(1)  $\text{Cu}^{2+}$  的分析

① 分光光度法: 根据朗伯-比尔定律  $A = \epsilon bc$ , 配置一系列铜离子溶液, 测其吸光度, 并绘制出其标准曲线, 再测定产品铜溶液的吸光度, 进而得出产品中铜的含量。

② 间接碘量法: 用硫酸铜破坏配合

硫酸四氨合铜的制备及组成测定实验方案

2020 级化学专业-班黄富耀 (C000 024) 2021 年 6 月

指导教师: 董立华, 杜耀耀, 于明辉

实验原理

一、硫酸四氨合铜的制备

硫酸四氨合铜属中高度稳定的络蓝色晶体。常温下在空气中易与水与二氧化碳反应, 生成铜的碱式盐, 使晶体变成绿色的物质。由于硫酸四氨合铜在加热时易失氨, 所以其晶体的制备不宜选用蒸发浓缩等常规的方法, 本实验利用乙醇沉淀法其在乙醇中溶解度未得到它的晶体, 主要反应式如下:



二、硫酸四氨合铜的组成测定

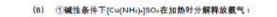
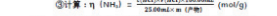
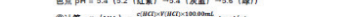
(一) 铜的测定

(A) ① 反应式:  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 + 4\text{HCl} \rightarrow \text{CuSO}_4 + 4\text{NH}_4\text{Cl}$ , 滴定终点呈酸性

② 甲基红和次甲基蓝混合指示剂: 0.12g 甲基红+0.08g 亚甲基蓝溶于 100 mL 无水乙醇中, 变色点  $\text{pH} = 5.4$  (5.2 (红紫)  $\rightarrow$  5.4 (蓝蓝)  $\rightarrow$  5.6 (绿))

③ 计算:  $\eta (\text{NH}_3) = \frac{c(\text{Cu}^{2+}) \times 1000 \times 17}{25.00 \times 10^{-3} \times n} (\text{mol/L})$

(B) ① 碱性条件下  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4$  在加热时分解放出氨气:

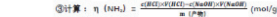


② 甲基红的变色范围:  $\text{pH} 4.4-6.2$ , 其  $\text{pH}$  值在 4.4-6.2 区间时, 呈橙红色,  $\text{pH}$  值  $< 4.4$  时, 呈红色; 其  $\text{pH}$  值  $> 6.2$  时, 呈黄色。

③ 计算:  $\eta (\text{NH}_3) = \frac{25.00 \times c(\text{HCl}) - c(\text{NaOH}) \times V(\text{NaOH})}{V(\text{HCl})} (\text{mol/L})$

(二) 铜的测定

(A) ① 间接碘量法配合物, 在酸性条件下 ( $\text{pH} = 3-4$ ), 用间接碘量法进行测定:



② 由于  $\text{CuI}$  吸附  $\text{I}_2$  使结果偏低, 为了减少  $\text{I}_2$  的吸附可在大部分  $\text{I}_2$  与  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  反应后, 将溶液洗蓝色, 再加入  $\text{KSCN}$  或  $\text{NH}_4\text{SCN}$  使  $\text{CuI}$  转化为更稳定的  $\text{CuSCN}$  溶液转为深蓝色  $\text{CuSCN}$  可  $\text{I}_2$  的吸附而向较小, 可提高分析的准确度。滴定终点蓝色消失, 此时溶液为  $\text{CuSCN}$  的悬浮液:



③ 计算:  $\eta (\text{Cu}) = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times 1000 \times 63.5}{25.00 \times 10^{-3} \times n} (\text{mol/g})$

(B) ① 在  $\text{pH} = 5.5$  左右, 以二甲酚橙作指示剂的条件下, 可用 EDTA 直接滴定法测定铜含量, 终点为黄色变为

紫蓝色; 在  $\text{pH} = 5.5$ , 以二甲酚橙作指示剂的条件下, 可用 EDTA 直接滴定法测定铜含量, 终点为

图2 实验设计方案首页展示

2 实验探究

实验当天, 贯彻“以学生为主体”的教学思想(图3), 随机抽选学生讲解实验原理、方法及实验操作注意事项等内容。经过前期的实验方案设计, 学生们对实验内容都有了较深入的理解, 故主动上台讲解实验的积极性都很高。虽然学生的讲解会消耗较长的时间, 但同学间的深入探讨不仅能使课堂“活起来”, 更能有效地互补各自缺失的知识细节, 同时后续的实验操作速度及准确性也能得到提高, 学生的语言组织能力及口头表达能力也得到了极大的锻炼。课堂讨论过程中, 教师也参与其中进行补充总结。最后, 教师根据实验学时要求及具体准备情况安排实验操作内容(图4)。

3 实验讨论分享

本实验8学时, 受学时限制, 实验室直接提供固体硫酸铜作为原料制备产品。组成分析中, 重量分析法测定  $\text{SO}_4^{2-}$  及结晶水、蒸馏法测定氨等相对耗时长的方法没有探究, 对于其他组成测定方法学



图3 学生讲授实验及教师安排实验内容

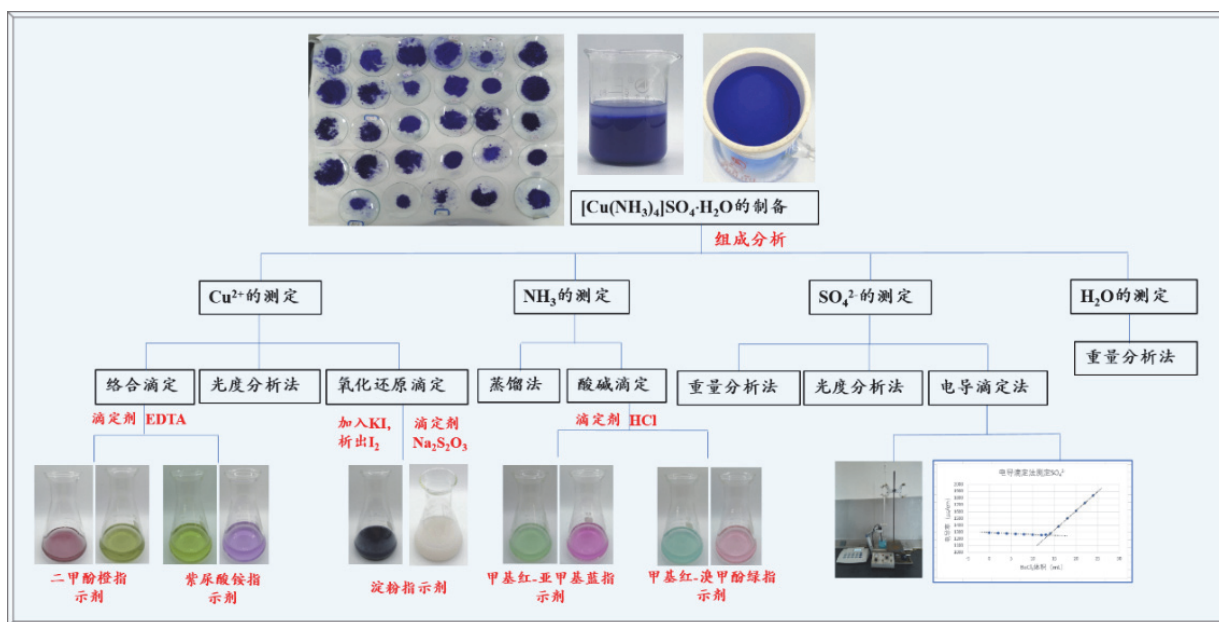


图4 实验实施过程设计

生可自主选择实施。实验结束后，教师及助研组织学生讨论分享。在制备步骤，学生们在硫酸铜原料称取量、加入氨水的量的控制及加入乙醇的作用等方面展开讨论，使大家充分理解了“适量”的含义及固体产品结晶析出的条件等重要知识点。在组成分析中，学生对各种分析方法进行对比讨论，从准确度、操作简易程度及省时环保等各方面综合考虑，普遍认为针对常量组分分析，滴定分析法是最简单、快速、操作简便且准确度高的分析方法。通过实验讨论分享，学生可以掌握更多实验方法的细节及实验设计背后的理论知识。图5是学生整理的实验方案对比分析讨论及实验感悟分享。

滴定试液至溶液由红色变为橙色即为终点讨论:  
对比 Cu<sup>2+</sup>的分析三种方案, 光度分析法测定含量, 较为准确, 但耗时较长, 在有限时间内难以完成; 间接碘量法中利用 [K<sub>sp</sub>(CuI)] = 1.1 × 10<sup>-12</sup>, pK<sub>sp</sub> = 11.96; K<sub>sp</sub>(CuSCN) = 4.8 × 10<sup>-15</sup>, pK<sub>sp</sub> = 14.32] 来二者差异, 将 CuI 转化为更难溶的 CuSCN, 减小了碘对 I<sub>2</sub> 的吸附, 提高了实验的准确度, 对比 EDTA 滴定法利用 lgK(CuY<sup>2-</sup>) = 18.60, lgK<sub>1</sub>(Cu(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub><sup>2+</sup>) = 13.32 二者差异, 用 EDTA 直接滴定 [Cu(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub><sup>2+</sup>] 对比二种较优方案, 使用 EDTA 为最优, 既能保证滴定结果准确性的前提下, 减少试剂的使用, 提高了效率。

在 NH<sub>3</sub> 的分析三种方案中, 蒸馏法测定 NH<sub>3</sub> 耗时较长, 测定误差较大, 且完全蒸出 NH<sub>3</sub> 和 NH<sub>3</sub> 易被 HCl 吸收影响, 易造成较大的误差。用亚硝酸钠滴定法测定 NH<sub>3</sub> 时, 可能会出现终点判断失误, 形式存在的 NH<sub>3</sub> 可能不完全反应, 设计误差较大, 可行性不高。NaOH 还原性操作简便, 测定结果准确度高, 同时除了以本液中 0.2% 甲基红为指示剂外, 还可利用溴甲酚绿、甲基红为指示剂, 变色范围是 pH < 5.0 为红色, pH > 5.2 为黄色, pH = 5.0 ~ 5.2 为灰色, 滴定终点变色点为 pH = 5.1; 较小范围内颜色变化更明显 (滴定液颜色由红色变为灰色)。

**硫酸四氨合铜实验分享**

2020 级基地一班黄兴华 C602 B24

制备实验中存在的注意点:

- ① 称量: 装置开放, 污染环境; 制备实验在通风橱中进行, 避免具有刺激性气味和毒性, 尤其是浓氨水对眼、呼吸系统和皮肤有强烈的刺激性和腐蚀性; 制备有通风设备, 避免造成环境污染; 若改用配液瓶 (在瓶中装入滴定的锥形瓶, 避免振荡, 可避免氨气逸出, 取得具有弹性, 能缓解玻璃仪器内的压力, 安全可靠, 这样不仅能降低氨水的毒害及污染, 还能提高氨水的利用率;
- ② 硫酸四氨合铜属中度稳定的绿色晶体, 常温下在空气中易与水和二氧化碳反应, 生成铜的碱式盐, 使晶体变成绿色的粉末, 由于硫酸四氨合铜在加热时易失氨, 所以其晶体的制备不宜选用蒸发浓缩等常规的方法;
- ③ 制备实验中, 必须使氨过量, 否则, 不仅产率低, 还会有副产物 [Cu(NH<sub>3</sub>)]<sup>+</sup>、[Cu(NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]<sup>2+</sup>、[Cu(NH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>]<sup>3+</sup> 等生成; 但过量过多, 会造成浪费并加重污染, 氨的过量程度对产率有影响, 据文献, 氨过量 80% 时, 产率最高;
- ④ 乙醇用量对产率有影响, 当反应混合液与乙醇的体积比为 1:3 时, 已沉淀完全, 产率最高, 乙醇用量过大, 产率会降低, 产率反而降低, 乙醇沉淀法制备硫酸四氨合铜消耗乙醇量大, 生产成本高, 若将溶液中剩余的乙醇回收再利用, 就可降低成本, 用稀硫酸调节 pH 至 5~6, 将副产物的氨转化为不挥发的铵离子; 然后过滤, 回收乙醇, 回收率可达 90% 以上;
- ⑤ 加入乙醇立即有沉淀析出, 混匀后应立即减压过滤, 以免晶体颗粒粘在反应器内壁上, 不易转移, 除化时间与产率无关, 只是为了获得完整、粗大而纯净的晶体, 而且除化所需时间一般比较长, 需放置过夜或水浴加热 1 h 左右 (故本实验不进行除化操作);
- ⑥ 洗涤的目的是除去晶体表面吸附的硫酸根和氨, 用浓氨水与乙醇混合液洗涤, 不仅没除氨, 由于氨与水的分子间氢键和范德华力都很大, 会使晶体表面吸附更多的氨和水, 导致烘干时间增长, 用乙醇与乙醇混合液洗涤, 可以有效降低晶体表面吸附的杂质, 但乙醇属于易燃易爆危险品, 而且对人体有害, 由此推断, 用乙醇洗涤效果比水洗好;
- ⑦ 间接碘量法进行定量时, 由于 CuI 表面吸附 I<sub>2</sub> 使结果偏低, 为了减少 I<sub>2</sub> 的吸附, 可在大部分 I<sub>2</sub> 与 Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 反应后 (溶液呈浅蓝色), 再加入 KSCN (或 NH<sub>4</sub>SCN) 使 CuI 转化为更难溶的 CuSCN (溶液转为深蓝色), CuSCN 对 I<sub>2</sub> 的吸附倾向较小, 可提高分析的准确度。

图5 实验方案对比分析讨论及实验感悟分享

## 4 结语

自主设计实验中，学生通过文献检索、实验方案撰写、前期讨论、实验方案修改及实验探究等环节，特别是对可能的实验方案进行全面的可行性分析和不同实验方案的对比讨论。这样的过程能够帮助学生将所学的理论知识灵活、充分地运用于实际问题的分析处理中。通过这样的实践，有效地提高了学生分析解决实际问题的综合能力和素质，真正实现了学以致用的教学目的。同时，这样

的教学方法更加激发学生的实验探究兴趣和创新热情。无机及分析化学实验课程中增加自主设计实验以来，在引导和激发学生的学习自主性、积极性、进取性和创造性上都取得了一定的效果。

#### 参 考 文 献

- [1] 王翊如, 邓顺柳, 吕银云, 任艳平. 大学化学, **2021**, *36* (4), 2011014.
- [2] 范天娇, 姚奇志, 金谷. 大学化学, **2021**, *36* (2), 1912054.
- [3] 李炜林, 刘红瑜, 金谷, 姚奇志, 李娇, 李玲玲. 大学化学, **2022**, *37* (4), 2111038.
- [4] 袁艺, 李宁, 委育秀, 陈晨, 黄建国, 林旭锋, 李啸风, 王从敏, 王勇, 王鹏. 大学化学, **2022**, *37* (6), 2108019.
- [5] 汤宏胜, 冯婷, 张天龙, 李延, 李华. 大学化学, **2022**, *37* (4), 2107120.
- [6] 兰州大学化学化工学院大学化学实验中心, 编著. 陆广农, 修编. 大学化学实验 基础化学实验I(上、下册). 第2版. 兰州: 兰州大学出版社, 2011.