

普通化学—实验报告

21 级少年班学院 施耀炜 苏宗山
于中国科学技术大学

2021 年 11 月 29 日

目录

- P1 目录
- P2 前言
- P4 硫酸铜的提纯
- P7 硫酸铜中铁的限量分析
- P9 顺、反式二甘氨酸合铜的制备
- P12 阿司匹林（乙酰水杨酸）的制备
- P15 三草酸根合铁（Ⅲ）酸钾的制备
- P17 三草酸根合铁（Ⅲ）酸钾晶体中铁含量的测定（分光光度法）
- P21 氧化还原系列实验
- P24 柠檬酸法制备固体燃料电池 SDC 粉末

前言

两位编者并非准备将化学作为学习方向（本人目前为物理方向，入选了量子信息英才班；另一位编者为生物方向，目前在贝时璋生物英才班就读），但出于对于化学以及实验的热爱，以及学分的要求（培养方案要求在通修课外选择3个学分的课程，而本人选择的是普通化学和普通化学实验即本课程），编者选择了学习普通化学实验这门课。

本课程课时较少，学分也仅1学分，学习的内容主要以实验为主，对于部分同学来说，枯燥无味的理论学习占比较少，很适合用来感受化学实验的魅力。本届由于选择该课程人数较少，故仅有周五晚一个时间段，每周五晚七点开始实验，大部分实验在九点前后就能结束，也偶尔有较为复杂的实验会做到十点上下，实验强度整体不算太高，趣味性较强。

本课程要求提交纸质版实验报告，但编者认为电子版实验报告无论是在格式上还是在保存上都有先天的优势，同时也可以锻炼格式、公式编辑等的能力，为论文的编写做准备打基础。编者也是想给学弟学妹们留下这份电子版实验报告作为参考，故决定编写这份实验报告。

本实验报告初期使用 Markdown 语言在 Typora 上进行编写，后通过 Pandoc 转为 Word 完成了剩余部分。绝大部分文字均为手敲，小部分文字使用 OCR 文字识别技术扫描手写的实验报告得到。这里给学弟学妹们推荐使用 LaTeX 进行实验报告的编写，LaTeX 虽然入门门槛较高，但是熟练之后效率也对应较高，同时格式上会更加规范。

编者对于本课程的完成情况一般，本电子版实验报告的第一目的也是作业，故难免有诸多不佳之处：格式上仍有较大问题，并不满足标准实验报告的要求；可能仍存在各种错误如错别字、多写、漏写等。由于 Deadline 的存在，初版存在问题可能较多，若有任何疑问，都可以联系编者提出修改意见，编者感激不尽。

最后，对本次普通化学实验的导师：吴红老师、刘卫老师，以及助教王令骁老师表示衷心的感谢，在实验的完成和实验报告的书写上给予了巨大的帮助和支持；同时，对在电子版实验报告的编写上给予帮助的郑浩铖学长表示感谢。

21 级少年班学院 6 班 施耀炜

2021 年 11 月 29 日

附：联系方式与个人主页

施耀炜 shiyaowei040126@mail.ustc.edu.cn

Home.ustc.edu.cn/~shiyaowei040126

QQ: 1721324995

苏宗山 heshan_sam@mail.ustc.edu.cn

QQ: 2840630881

硫酸铜的提纯

一、实验目的

- 1.学会分步沉淀和重结晶分离提纯物质的原理和方法。
- 2.练习分离提纯的基本操作。

二、实验原理

1. Fe^{3+} 的去 除

$$K_{sp}[Fe(OH)_3] = 4 \times 10^{-38}, K_{sp}[Cu(OH)_2] = 2.2 \times 10^{-20},$$

当 $[Fe^{3+}]$ 降至 $10^{-6} mol \cdot dm^{-3}$ 时, 有:

$$[OH^-] = \sqrt[3]{\frac{K_{sp}[Fe(OH)_3]}{[Fe^{3+}]}} = \sqrt[3]{\frac{4 \times 10^{-38}}{10^{-6}}} \approx 10^{-10.47} mol \cdot dm^{-3}$$

此时溶液中允许存在的 Cu^{2+} 的量为 $[Cu^{2+}] = \frac{K_{sp}[Cu(OH)_2]}{[OH^-]^2} = 19.2 mol \cdot dm^{-3}$,

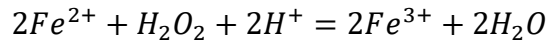
大大超过了 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 的溶解度, 故 Cu^{2+} 不会沉淀。

故 $Fe(OH)_3$ 可以单独沉淀, pH 控制在 3.5 左右即可。

2. Fe^{2+} 的去 除

$K_{sp}[Fe(OH)_2] = 8.0 \times 10^{-16}$, 理论上可以通过沉淀分离出 $Cu(OH)_2$,

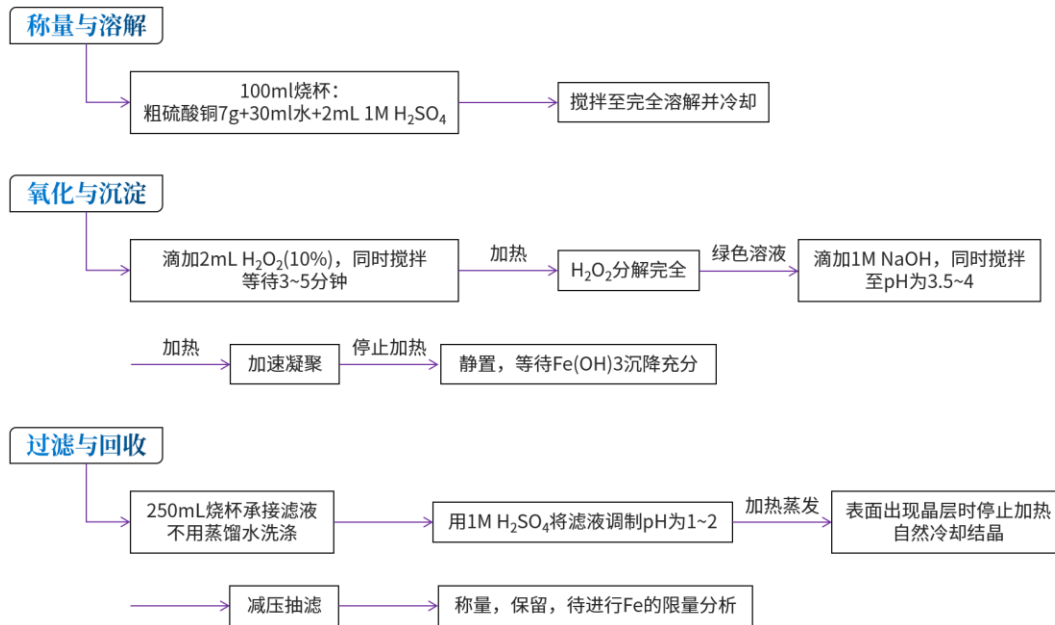
但 Cu^{2+} 是主体, Fe^{2+} 是杂质, 会出现共沉淀, 故必须将 Fe^{2+} 氧化为 Fe^{3+} 再去除:



3. Na^+ 的去 除

利用溶解度随温度的变化大小不同, 使用重结晶法即可。

三、实验流程



“硫酸铜的提纯”实验流程图

1.称量和溶解

- (1)用台秤称取粗硫酸铜 $7g$ ，量筒量取 $30 mL$ 水， $2 mL 1M H_2SO_4$ ，放入 $100 mL$ 烧杯中。
- (2) $150^{\circ}C$ 加热，边搅拌边加热溶解，直至晶体完全溶解，停止加热并冷却（水浴冷却）。

2.氧化和沉淀

- 滴加 $2 mL H_2O_2(10\%)$ ，同时搅拌，等待 $3 - 5$ 分钟使其充分反应，加热， $200 - 250^{\circ}C$ ，并搅拌，使过量 H_2O_2 完全分解。
- 稍冷却后滴加 $1M NaOH$ 溶液，同时搅拌，至 pH 为 $3.5 - 4$ ，再次加热（不沸腾），待溶液有分层现象时停止加热，静置，待 $Fe(OH)_3$ 沉淀充分沉降。

3.过滤

- 用大烧杯承接滤液，便于下一步的蒸发浓缩，最后可以不用蒸馏水洗涤烧杯，防止水太多难以蒸发结晶。

4.蒸发浓缩和结晶

- 用 $1M H_2SO_4$ 将滤液的 pH 调至 $1 - 2$ ，加热搅拌，不用高温防止液体飞溅导致浪费，直至溶液表面出现薄层结晶，立即停止加热，自然冷却结晶。

5.减压抽滤

将晶体与母液转入布氏漏斗中进行抽滤，然后用滤纸片轻压在晶体层表面，吸去表层母液。而后先拔管再关机，取出晶体于滤纸上，再次用滤纸吸干剩余母液。

6.称量、计算产率

再次用电子台秤称得 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的质量，得到产率 = $\frac{m(\text{提纯后})}{m(\text{粗晶})} \times 100\%$

四、实际实验结果

称取 7.0g 粗晶体，提纯后晶体 5.3g，产率 = $\frac{5.3\text{g}}{7.0\text{g}} \times 100\% = 75.7\%$

五、反思与总结

经过简单的调查，发现本产率在本班中大约为中上游水平，说明实验过程中大体上细节充分，完成度较高，总体实验情况优良。下对实验中的重要细节及进行分析和总结：

1. 加入过氧化氢后需等待一段时间，待其充分反应后再进行加热搅拌，使剩余的过氧化氢全部分解；
2. 氢氧化铁的沉降一定要充分，以确保提纯后的硫酸铜中铁的含量较低；
3. 溶液表面出现薄层结晶时应立即停止加热，否则可能得到脱水的硫酸铜，甚至再高温下，会生成氧化铜、氧化亚铜等物质；
4. 对于产量从过高或偏低的分析：过高可能是因为铁离子未除干净，或者水分残留太多抽滤失败；偏低可能是因为沉淀不完全，或者在除去铁离子时 pH 过高，导致部分氢氧化铜沉淀；

本次实验是普通化学实验课程的第一次实验，实验开始时老师先进行了简要的实验安全教育以及仪器使用教育，收获良多。

硫酸铜中铁的限量分析

一、实验目的

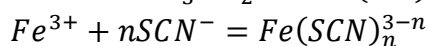
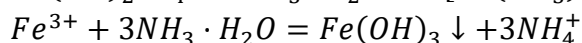
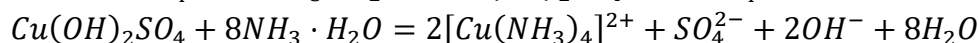
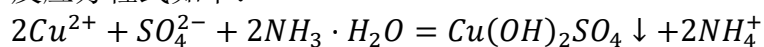
- 1.学会比色管和通风橱等仪器的使用。
- 2.检验上个实验（硫酸铜的提纯）中杂质 Fe^{3+} 的含量。

二、实验原理

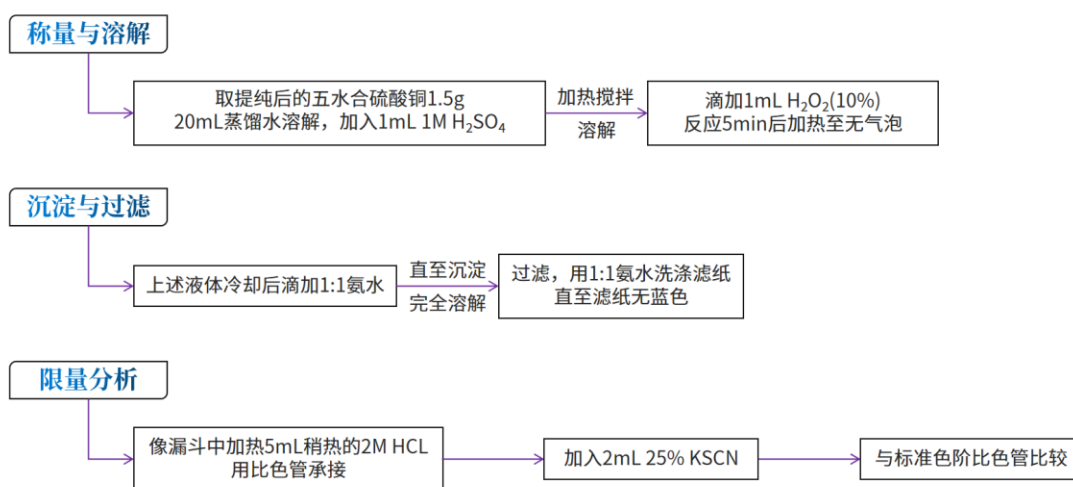
1. Fe^{3+} 的检验

过量氨水与 Cu^{2+} 反应，生成可溶的 $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$ ，与 Fe^{3+} 反应生成 $Fe(OH)_3$ 沉淀，再利用 $KSCN$ 溶液，通过颜色深浅，对比标准比色液，限量分析溶液大致浓度。

反应方程式如下：



三、实验流程



“硫酸铜中铁的限量分析”实验流程图

1.称量和溶解

称取 1.5g 提纯后的五水合硫酸铜晶体，加入 20mL 蒸馏水溶解，加入 1mL 1M H_2SO_4 ，加热搅拌至充分溶解，滴加 1mL 10% H_2O_2 ，反应 5min 后，加热搅拌，冷却。

2.沉淀

在通风橱内滴加足量 1:1 氨水，直至蓝色沉淀完全溶解。

3.过滤

过滤上述溶液，用 1M 氨水洗涤滤纸，直至滤纸无蓝色。

4.限量分析

向漏斗中加入稍热的 5mL 2M 盐酸，再加入 2mL 25% KSCN，均以比色管承接，稀释至刻度线，与标准色阶比色管比较。

四、实际实验结果

待测样品中铁含量与 I 阶标准比色管相近。

五、反思与总结

通过向老师询问以及简单的调查，本次实验的结果较为优秀，说明上一个实验的纯度较高，铁离子去除较为彻底。下对上个实验和这个实验中的一些注意重点和细节进行一些分析：

1. 在“硫酸铜的提纯”实验中，加入氢氧化钠后，pH 不易太低，容易导致铁离子未完全沉淀，而导致铁离子含量过多；
2. 注意滴加氨水时一定要在通风橱内进行，且蓝色沉淀一定要完全溶解；
3. 一定要用氨水充分洗涤滤纸，保证滤纸无蓝色，否则铜离子会影响后续的溶液颜色，影响限量分析。

在后面的学习中，其实还可以使用分光光度法较为精确地测量铁离子的含量，与标准铁溶液共同测量吸光度，然后对标准铁溶液的吸光度进行线性拟合，即可计算出待测铁溶液中的铁含量。

顺、反式二甘氨酸合铜的制备

一、实验目的

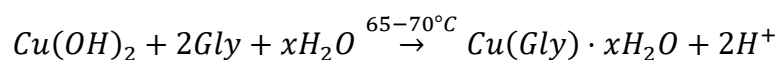
- 1.学习用几种条件控制顺/反式产物的制备和分离
- 2.进一步学习基本实验操作

二、实验原理

1.制备 $Cu(OH)_2$

$Cu^{2+} + 2OH^- = Cu(OH)_2 \downarrow$ ，向硫酸铜中加入氨水和 $NaOH$ 得到新制氢氧化铜。

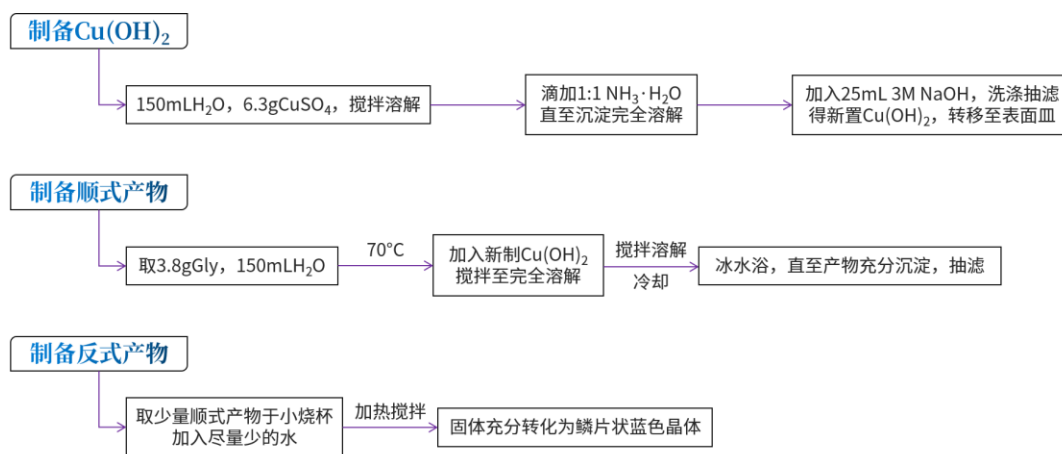
2.制备顺式产物



3.制备反式产物

$Z - Cu(Gly)_2 \xrightarrow{\Delta} E - Cu(Gly)_2$ ，热力学控制使顺式变为热稳定性更高的反式。

三、实验流程



“顺、反式二甘氨酸合铜的制备”实验流程图

1.制备 $Cu(OH)_2$

取 $6.3gCuSO_4$ 晶体，加入 $150 mL$ 蒸馏水，搅拌直至固体完全溶解，再滴加 $1:1NH_3 \cdot H_2O$ ，直至产生的沉淀完全溶解，然后加入 $25 mL 3M NaOH$ 溶液，抽滤，洗涤，抽干，得到新制 $Cu(OH)_2$ 并转移到表面皿上。

2.制备顺式产物

取 3.8g Gly 晶体，加入 150 mL 蒸馏水，加热至 70°C，搅拌直至固体完全溶解，再加入新制 $\text{Cu}(\text{OH})_2$ ，搅拌至完全溶解，冷却，再冰水浴直至产物充分沉淀，抽滤，即得到顺式产物。

3. 制备反式产物

取少量顺式产物于小烧杯中，加入少量水，加热并不断搅拌，直至固体充分转化为鳞片状蓝色晶体，即为反式产物。

四、实际实验结果

烘干后得部分顺式产物为 2.9g。

五、反思与总结

本次实验由于部分顺式产物用于生成反式产物，故无法计算产率。根据简单的调查，发现本次顺式产物的产量偏少，下对其原因进行分析：

1. Gly 晶体称量较少导致理论产量偏低；
2. 冰水浴温度不够低或者时间不够长，导致产物没有充分沉淀；
3. 抽滤时由于操作失误（入滤纸破损、未用冷蒸馏水洗涤）等原因，导致部分产物浪费，进而导致产物产量偏低；

在查阅资料、仔细分析实验过程并向老师请教、与同学讨论后，对于整个实验，有如下需要注意和改进的地方：

1. 冰水浴时可以选用较大的烧杯，由于烧杯的底面积更大，接触面积也更大，冷却效果更好，更容易使产物充分沉淀；
2. 加入氢氧化铜后，一定要将温度控制在 70 摄氏度上下，太低的温度会导致反应不完全或沉淀无法完全溶解，太高的温度会导致大量反式产物的生成，影响顺式产物的纯度；
3. 抽滤时可以多放几层滤纸防止滤纸破损等意外发生，用冷蒸馏水多次洗涤，一样达到较好的过滤效果，一定要注意用冷蒸馏水洗涤；
4. 制作反式产物时，一定注意加尽可能少量的水，否则会导致加热时间大大延长，反式产物纯度较低；

本次实验的最终产物反式二甘酸合铜，加水溶解后可以制作成漂亮的“蓝晶雨”，装在瓶子里后呈深蓝色，摇晃时反式二甘酸合铜的细屑在溶液中和摇晃旋转，灯光下更是闪闪发光，非常好看。

制作并装瓶“蓝晶雨”时，也有一些需要注意的点。如，需要注意调配反式二甘酸合铜以及水的比例，水偏少会导致过于黏稠，很难旋转起来达到“雨”的感觉；

水偏多会导致或于稀，旋转起来“雨”少而飘。同学们也都自己带了一些瓶子，装了不少瓶“蓝晶雨”作为收藏。

大家看着美丽的“蓝晶雨”，对化学与实验又添加了几分热爱。

下面附“蓝晶雨”的照片：



烧杯中的“蓝晶雨”

阿司匹林（乙酰水杨酸）的制备

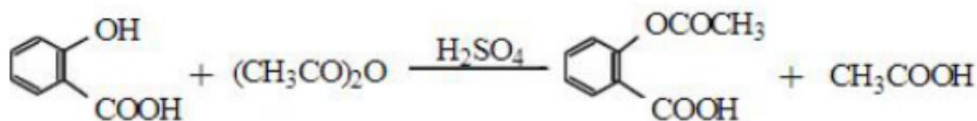
一、实验目的

- 1.学习通过调整溶液极性重结晶提纯物质。
- 2.学习蒸馏的装置搭建和操作。

二、实验原理

1.阿司匹林（乙酰水杨酸）的制取

水杨酸和乙酸酐在催化剂的催化下发生酰基化反应来制取。反应如下：

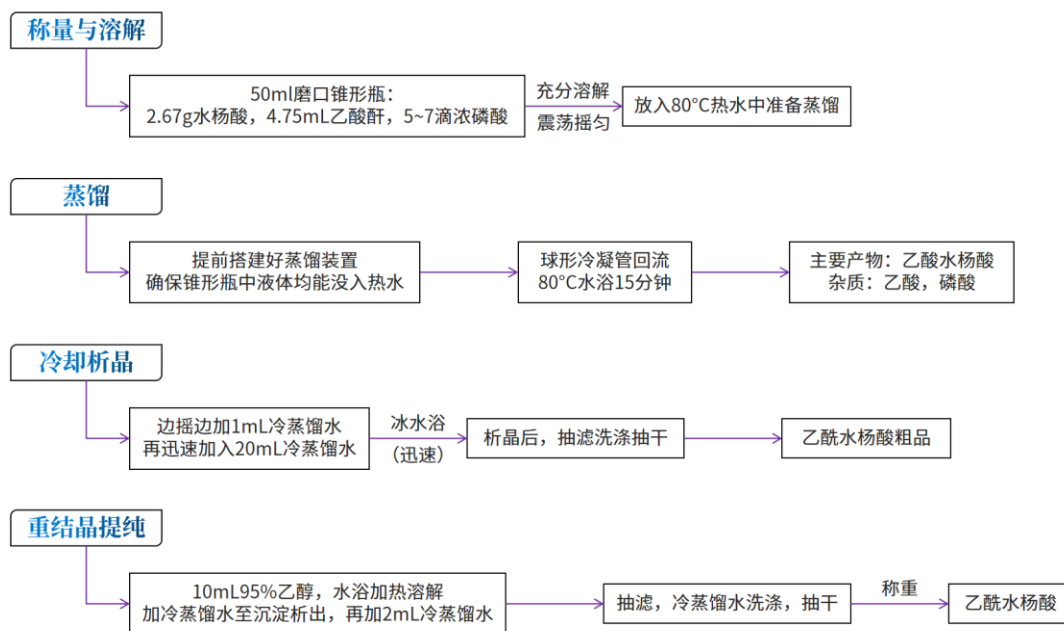


2 分子水杨酸和 1 分子乙酸酐在浓磷酸催化和加热条件下生成 2 分子乙酰水杨酸。

2.副产物的减少

上述反应温度过高易发生副反应，产生水杨酰水杨酸酯和乙酰水杨酰水杨酸酯。故反应时应严格控制温度在 80°C 上下，不可过高。

三、实验流程



“阿司匹林的制备”实验流程图

1. 称量和溶解

称取 2.67g 水杨酸，加入 50 mL 磨口锥形瓶中，用移液枪加入 4.75 mL 乙酸酐。加入 5—7 滴浓磷酸，震荡摇匀，立即置于蒸馏装置上。

2. 蒸馏

提前搭建好蒸馏装备，注意冷凝用的水下进上出。
80°C 水浴加热 15 分钟，球形冷凝管冷凝回流。

3. 冷凝析晶

滴加 1 mL 冷蒸馏水，注意要边滴加边振荡，迅速加入 20 mL 冷蒸馏水，立即冰水浴冷却。结晶充分析出后抽滤，洗涤，抽干，转移产物到 250 mL 烧杯中。

4. 重结晶提纯

用 10 mL 95% 乙醇加热溶解，再加冷蒸馏水，直至不再析出结晶。
加入 2 mL 冷蒸馏水，抽滤，洗涤（注意用冷蒸馏水），抽干，烘干。

5. 称量、计算产率

再次用电子台秤称得阿司匹林的质量，得到产率 = $\frac{m(\text{提纯后})}{m(\text{理论})} \times 100\%$

四、实际实验结果

提纯后得阿司匹林 3.1g，理论产量为 3.4826g，产率 = $\frac{3.1g}{3.4826g} \times 100\% = 89.0\%$

五、反思与总结

本次实验全班整体产率均较高，与部分同学讨论后，发现实验较为成功的关键点如下：

1. 较为精确的称量
2. 精准的温度控制

在蒸馏时准确控制水浴温度在 80 度上下，据调查，绝大多数同学都将温度控制在了±1 度以内，以保证反应的正常进行，同时防止过高温度导致副反应的发生，保证了产品的纯度。

3. 较高质量的冰水浴

冰水浴的温度低，水浴时间长，故阿斯匹林的析出较为充分。

本次实验重点学习了使用球形冷凝管进行冷凝回流的实验设施的搭建以及使用，其中在搭建蒸馏装置的时候注意使锥形瓶底部部分全部没入水中，以保证水浴加热时锥形瓶中样品温度均匀，同时冷凝水应下进上出。

三草酸根合铁(III)酸钾的制备

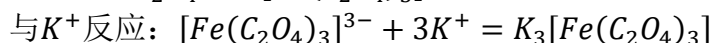
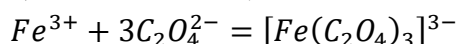
一、实验目的

- 1.合成三草酸根合铁(III)酸钾,了解配位反应与氧化还原反应的条件。
- 2.进一步学习重结晶提纯物质。

二、实验原理

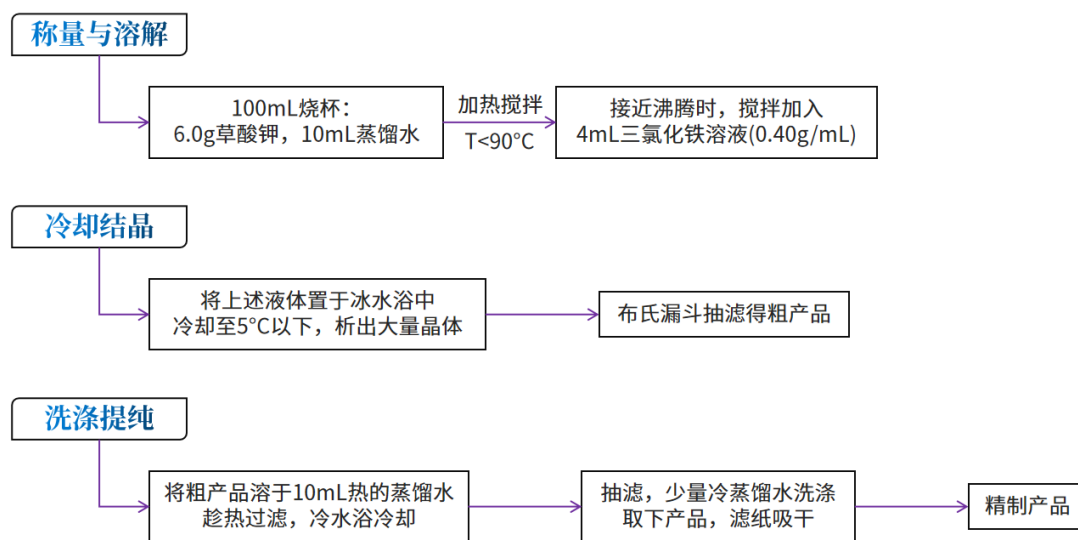
1.三草酸根合铁(III)酸钾的合成

草酸根离子是一个配位体,可以与 Fe^{3+} 形成稳定的配离子 $[Fe(C_2O_4)_3]^{3-}$ 。



产物 $K_3[Fe(C_2O_4)_3]$ 在 $0^\circ C$ 左右溶解度很小,析出绿色晶体,故不发生氧化还原反应。

三、实验流程



“三草酸根合铁(III)酸钾的制备”实验流程图

1.称量和溶解

称取 6.0 克草酸钾置于 100 mL 烧杯中, 注入 10 mL 蒸馏水, 加热, 使草酸钾全部溶解。继续加热至近沸时, 边搅拌边加入 4 mL 三氯化铁溶液(0.40g/mL)。

2.冷却结晶

将上述溶液置于冰水中冷却至 $5^\circ C$ 以下, 即有大量晶体析出, 抽滤得粗产品。

3.洗涤提纯

将粗产品溶于 10 mL 热的蒸馏水中，趁热过滤，将滤液在冰水中冷却。
待结晶完全后，抽滤，并用少量冰蒸馏水洗涤晶体。
取下产品，用滤纸吸干，并在空气中干燥片刻，称重，计算得率。

四、实际实验结果

得到三草酸根铁(III)酸钾晶体 1.9g，理论产量 5.91g，产率 = $\frac{1.9g}{5.91g} \times 100\% = 32.1\%$

五、反思与总结

本次实验产率较低，与同学讨论后，发现大多同学的粗产品质量其实较为优秀，但经过洗涤提纯后，产率下降严重，仔细分析实验步骤并向老师请教后，发现实验中容易存在以下可能出现的问题：

1. 没有趁热过滤，部分产物因温度降低溶解度降低而析出，残留在滤纸上而浪费，进而导致产率偏低；
2. 蒸馏水过多，导致溶液中三草酸根合铁酸钾的浓度较低，即使温度降低后也无法析出较多的晶体；
3. 冰水浴的温度不够低，溶解度依然很大；

就此，可以通过以下方法进行改进：

1. 用较高温度且少量的蒸馏水溶解粗产品，在保证溶解度较高，能够完全溶解粗产品的同时保证了较少的蒸馏水用量；
2. 用较高温度的蒸馏水浸泡漏斗，等需要过滤时再放滤纸并用热蒸馏水冲洗，以保证漏斗的温度较高，不会导致产品在过滤时析出而浪费；
3. 用更低温度的冰水浴，使其溶解度更低，便于析出更多晶体。

三草酸根合铁（Ⅲ）酸钾晶体中铁含量的测定

（分光光度法）

一、实验目的

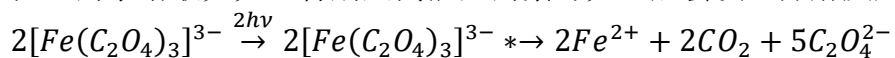
- 1.学习使用分析天平。
- 2.学习使用分光光度计。
- 3.学习使用容量瓶配制溶液。
- 4.学习进行高精度的实验测定，以及配置标准溶液。

二、实验原理

1. $[Fe(C_2O_4)_3]^{3-}$ 的光化学性质。

$K_3[Fe(C_2O_4)_3]$ 晶体是很稳定的，

但它的水溶液见光（特别是高能量的紫外光）后会发生分解反应：

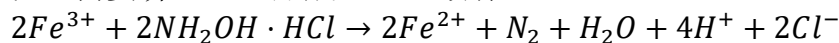


且反应所生成的 Fe^{2+} 与被 $[Fe(C_2O_4)_3]^{3-}$ 吸收的光量子数成一定比例。

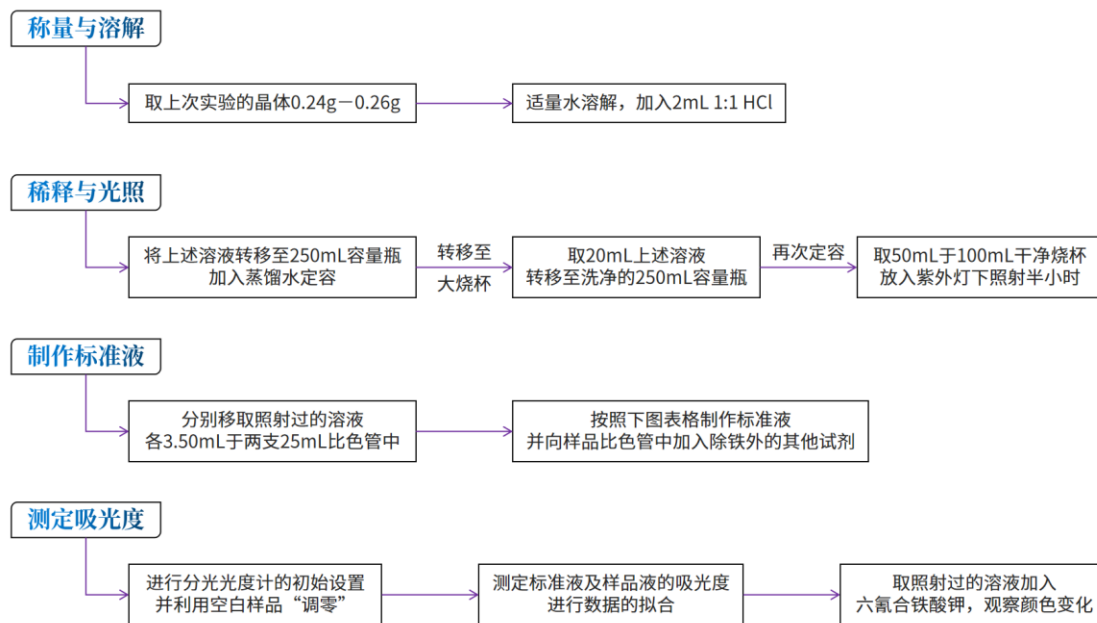
故利用 $[Fe(C_2O_4)_3]^{3-}$ 与 Fe^{2+} 生成滕氏蓝定性判断，

并用分光光度法测定此光化学反应的速率和反应级数。

注意需要讲 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} ，故有：



三、实验流程



图一：“三草酸根合铁（Ⅲ）酸钾晶体中铁含量的测定”实验流程图

序号	0	1	2	3	4	5	样品1	样品2
Fe(II)标准/mL	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00	3.50	3.50
NH ₂ OH·HCl/mL	1.00							
Phen/mL	2.00							
NaAc/mL	2.00							
H ₂ O/mL	20.00	19.00	18.00	17.00	16.00	15.00	16.50	

图二：标准铁溶液与样品溶液的配置表

1. 称量和溶解

精确称取 $0.24\text{g} - 0.26\text{g} (\pm 0.0002\text{g}) K_3[Fe(C_2O_4)_3]$ 晶体，加入 $2\text{ mL } 1:1\text{ HCl}$ ，加入适量水溶解。

2. 稀释与光照

转移至 250 mL 容量瓶中并用蒸馏水稀释至刻度线，摇匀，将溶液转移至大烧杯中，用移液管从烧杯中移取 20.00 溶液至已洗净的 250 mL 容量瓶中，再次定容。将容量瓶中溶液倒入洗净并烘干的 100 mL 小烧杯约 50 mL ，将此溶液放置在紫外灯下照射约半小时后取出。

3.制作标准液

分别移取以上照射过的溶液各 3.50 mL于两支 25 mL比色管中，按图二进行标准液和样品的制作，放置 10min。

4.测定吸光度

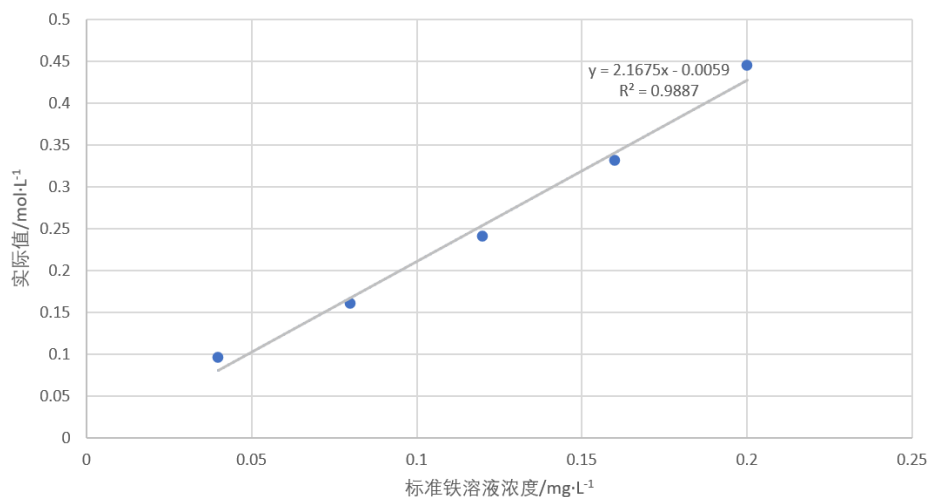
选择波长为 508nm，空白样品置 0%(T)，再空白样品置 100%(T)，选择吸光度模式 0.000(A)，测不同浓度的标准溶液和待测样品的吸光度，最后绘制C - A图，将数据进行拟合，得到样品浓度。

四、实际实验结果

样品	仪器相对吸光度	测量值	实际值	浓度(mg/mL)
1mL标准铁溶液	-0.010	0.086	0.096	0.040
2mL标准铁溶液	-0.021	0.139	0.160	0.080
3mL标准铁溶液	-0.007	0.233	0.240	0.120
4mL标准铁溶液	-0.010	0.321	0.331	0.160
5mL标准铁溶液	-0.021	0.423	0.444	0.200
样品1	-0.007	0.194	0.201	0.095
样品2	-0.021	0.164	0.185	0.088

标准铁溶液与样品溶液的吸光度与浓度表
(其中样品的浓度数据已经拟合后计算完成)

标准铁溶液样品数据及拟合



标准铁溶液的 C-A 工作曲线拟合图

如图，得样品 1 的铁浓度为 0.095mg/ mL，样品 2 的铁浓度为 0.088mg/ mL。

五、反思与总结

本次实验有如下注意事项：

1. 获得产物之后，抽滤时需要均匀分散产物，充分洗涤，控制温度，保证产物产率，同时防止滤纸破损；
2. 重结晶提纯时，控制温度，趁热过滤；
3. 测定铁含量实验中，使用容量瓶配置标准溶液需要注意充分清洗容量瓶，检漏，引流时注意拿稳玻璃棒，不要掉入容量瓶；注意不要超过刻度线，否则需要重新制备；
4. 移液管需要确保专管专用，不得混用；吸取液体时谨防气泡；
5. 使用分光光度计时，需要先用空器皿测定调零，然后加入标准溶液测量，测量值拟合之后用于参考实验组数据，最终得到结果。

氧化还原系列实验

一、实验目的

- 1.了解原电池的原理和装置。
- 2.了解影响电极电势的因素以及电极电势与氧化还原反应方向的关系。
- 3.学习制备胶体。
- 4.掌握反应物浓度和介质对氧化还原反应的影响。

二、实验原理

1.沉淀剂对氧化还原反应的影响

电池：(-) $Cu | S^{2-}(1mol \cdot dm^{-3}) || Pb^{2+}(1mol \cdot dm^{-3}) | Cu$ (+)

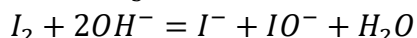
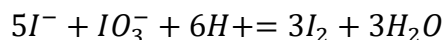
电池反应为： $2Cu + Pb^{2+} + S^{2-} = Cu_2S \downarrow + Pb \downarrow$

由于 S^{2-} 的加入，溶液中的 Cu^{+} 浓度降低， $E_{Cu^{+}/Cu}$ 降低成比 $E_{Pb^{2+}/Pb}$ 更负的电位，使电动势 $\varepsilon > 0$ ，反应变为自发进行。

2.氧化剂浓度对氧化还原反应速度的影响

$Zn + Pb^{2+} = Zn^{2+} + Pb$ ，加入不同浓度的 $Pb(NO_3)_2$ ，铅树生长速度不同。

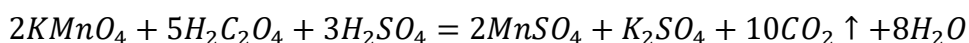
3.酸度对氧化还原反应的影响



酸性环境下， I^{-} 和 IO_3^{-} 发生归中反应，生成单质 I_2 ；

而加入 $NaOH$ 使溶液呈碱性， OH^{-} 与 I_2 反应且 I^{-} 和 IO_3^{-} 无法反应。

4.催化剂对氧化还原反应速率的影响



Mn^{2+} 可以催化该反应，该反应本身是个自催化反应，而 F^{-} 与 Mn^{2+} 反应生成 MnF_2 。

三、实验流程

1.沉淀剂对氧化还原反应的影响

取一只洗净的 50 mL 烧杯，加入 10 mL $1\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ HAc 溶液，和 10 mL 15% Na_2SiO_3 溶液，混匀后，两只试管中各倒入 1/3 混合液（半试管左右），用滴管各滴入 20 滴 $0.5\text{M Pb}(\text{NO}_3)_2$ 溶液（注意不要使液滴碰到试管壁），用玻璃棒混匀（注意不要搅到上部试管壁），放入 $60 - 80^\circ\text{C}$ 水浴中加热，快成胶时，在一个试管中插入一根擦去氧化物的铜丝，继续加热胶化。取出两个试管，在插铜丝的试管中，加入剩余的混合液后，轻轻地、缓慢地加入，勿破坏下层凝胶层，后继续在水浴中加热，直至成胶。在另一个试管中插入一块铜片，放置观察现象。成胶时，水温不能过高，时间不能过长。在插铜丝的试管中，用滴管加入数滴 $1\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 的碱性 Na_2S 溶液，静置观察现象。

2. 氧化剂浓度对氧化还原反应速度的影响

取 50 mL 烧杯，加入 10 mL $1\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ HAc 溶液，10 mL 15% Na_2SiO_3 溶液。混匀后，在两只试管中各倒入 1/3 混合液（半试管左右），然后往一个试管中加入 0.5 mL $0.5\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 溶液，另一试管中加入 0.5 mL $1.0\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 溶液，各自摇匀后，放入 $60 - 80^\circ\text{C}$ 水浴中加热，直至成胶后取出，各插入一片面积相同的锌片，静置观察现象。

3. 酸度对氧化还原反应的影响

在试管中加入 0.5 mL $0.1\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ KI 溶液和 2 - 3 滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ KIO_3 溶液混匀，再滴加 $2\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ H_2SO_4 溶液数滴，再滴加 $2\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ NaOH 溶液使混合液变为碱性。每次操作后均观察现象。

4. 催化剂对氧化还原反应速率的影响

取三支试管，分别都加入 1 mL $2\text{M H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液和 5 滴 $1\text{M H}_2\text{SO}_4$ 溶液，然后往 1 号试管中加 2 滴 0.2M MnSO_4 溶液，往 3 号试管中加数滴 10% 的 NH_4F 溶液，最后向三支试管中分别加入 2 滴 0.2M KMnO_4 溶液，混匀，观察现象。

四、实际实验结果

1. 沉淀剂对氧化还原反应的影响

胶体以上部分出现黑色沉淀，胶体下部分铜丝上析出银黑色固体（Pb）。

2. 氧化剂浓度对氧化还原反应速度的影响

高浓度溶液组铅树生长明显较快。

3. 酸度对氧化还原反应的影响

混合溶液并加入酸后出现褐色，滴加足量碱后褪色。

4. 催化剂对氧化还原反应速率的影响

1 号最快褪色，2 号一段时间后褪色，3 号较长时间内基本无变化。

五、反思与总结

本次实验完成情况均较差，有如下重点注意事项：

1. 在研究沉淀剂对氧化还原反应的影响实验中，控制胶体形成的时机较为关键。在“快要成胶时”插入铜丝，并保证铜丝不能贴壁，再加入上层混合液。实际实验中受制于铜丝弯曲、溶液浓度不一、温度条件不易控制等原因，很难得到均匀无渗漏的胶体。即使得到胶体，加入硫化钠溶液后仍然可能因铅离子浓度低导致无明显实验现象。
2. 在研究酸度对氧化还原反应的影响实验中，滴加溶液时要仔细观察，以免滴加速度过快，观察不到变色时间和变化细节。同时，对溶液量取时需要确保量具清洁无污染，防止影响实验现象。
3. 利用电化学知识设计原电池需要考虑可行性和实际制造难度，合理设计原电池结构可以提高原电池的稳定性。

柠檬酸法制备固体燃料电池 SDC 粉末

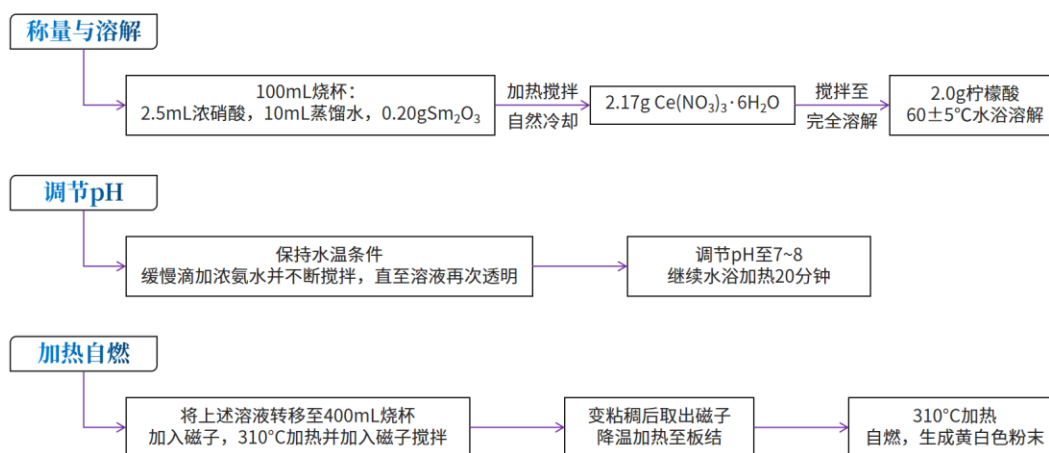
一、实验目的

- 1.了解固体燃料电池的概念。
- 2.掌握符合复合粉体的制备方法。

二、实验原理

以柠檬酸和金属硝酸盐为原料，采用凝胶自燃烧法制备 SDC 粉体，在反应中柠檬酸为燃料，硝酸盐为氧化物。即在一定温度和 pH 条件下，利用柠檬酸的羧基对铵根离子的稳定化作用，与金属离子络合形成金属-柠檬酸的络合物。经过脱水、板结得到干凝胶，再于空气中点燃，利用生成化合物时所产生的高温和释放的热量，使燃烧过程自动维持，直至生成蓬松的 SDC 粉体。

三、实验流程



“柠檬酸法制备固体燃料电池 SDC 粉末” 实验流程图

1.称量与溶解

将 2.5 mL 浓硝酸缓慢滴入盛有 10 mL 蒸馏水的烧杯中，搅拌均匀，等溶液自然冷却后加 0.20g Sm_2O_3 ，搅拌使其完全溶解，称量 2.17g $Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ ，缓慢加入上述溶液，搅拌至完全溶解，再加入 2.0g 柠檬酸， $60 \pm 5^\circ C$ 水浴下搅拌直至完全溶解。

2.调节 pH

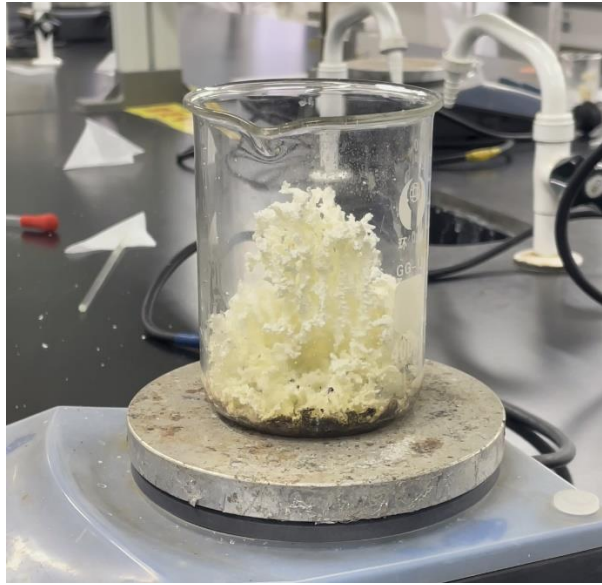
保持水温条件下，向该溶液中缓慢滴加浓氨水并不断搅拌，直至溶液再次澄清调节体系 pH 值为 7 - 8，继续搅拌 20 分钟。

3.加热自燃

将上述溶液转移至 400 mL的大烧杯中，310°C加热并加入磁子不断搅拌。溶液逐渐变粘稠，形成胶状时，降温加热，最后发生板结。此时 310°C加热即可发生自燃，最终得到黄白色粉体。（收集粉体，在 600°C煅烧，即可获得最终所需的燃料电池SDC粉体。）

四、实际实验结果

自燃后，生成黄白色粉末。下附照片：



五、反思与总结

本次实验为最后一次实验，完成情况均较好。有如下重点需要注意：

1. 在通风橱内滴加浓氨水、浓硝酸；
2. 加热时控制水浴温度为 $60 \pm 5^\circ\text{C}$ ，若温度太低，反应速度过慢；温度太高，可能导致副反应发生；
3. 燃烧反应的火焰温度对产物的性质有较大影响。一般来说，火焰温度越高，产物的结晶程度越好，晶体尺寸也越大，但是也容易发生烧结，降低粉体的比表面积，易于团聚。因此需要选择合适的燃料以获取粒度小、团聚弱的粉体。一般认为，采用柠檬酸作燃料制备得到的样品粒度较为均匀，在烧结前后都能保持良好的分散度。

本次实验整体很成功，有一位同学的样品在板结后迟迟没有自燃，而大家的实验都已经结束，于是大家就围在这位同学旁边，一边放着校歌，一边唱着，等着其自燃。在“又红又专，历史交融”的歌声中，终于烧杯里开始冒出了火星，开始自燃，生长出的蓬松粉末效果极佳，差点要漫出烧杯。整理完器材，大家恋恋不舍的结束了这门课程，将美好的记忆留下。