

“ $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 混合液中各组分测定” 综合性实验的教学探索

林金华

(厦门大学 化学化工学院 厦门大学化学实验教学示范中心, 福建 厦门 361005)

摘要: 综合性实验是把基础化学理论知识, 各种实验技能和实验方法加以归纳、分析、相互渗透的一种有效实验形式。综合性实验的开设对培养乃至提高学生的实验技能、创新意识、实践能力和综合素质具有重要意义。文章结合“ $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 混合液中各组分测定”, 对综合性实验的设计、实施和教学效果进行探索。

关键词: 综合实验; 组分测定; $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{C}_2\text{O}_4$; 教学探索

中图分类号: G 642.0 **文献标志码:** A **文章编号:** 1006-7167(2011)11-0298-04

Exploration of Comprehensive Experiment “Measurement and Determination of Constituents of $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ Mixed Solution”

LIN Jin-hua

(Experimental Chemistry Center, College of Chemistry and Chemical Engineering,
Xiamen University, Xiamen 361005, China)

Abstract: Comprehensive experiment is an efficient experimenting method which organically combines the theoretical knowledge of general chemistry with basic experimenting skills and methods through the methodology of induction and analysis. The establishment of comprehensive experiment has a great significance to the cultivation and improvement of experimenting skills, innovation, practicing skills and other comprehensive qualities of students. This paper explores the whole process of comprehensive experiment including the design, the implementation and the assessment of teaching based on the experiment of “measurement and determination of the constituents of $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ mixed solution”.

Key words: comprehensive experiment; determination of constituents; $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{C}_2\text{O}_4$; teaching exploration

0 引言

综合性实验是指实验内容涉及课程的综合理论知识或与课程相关的系统性实验。具体做法是将教学大纲要求的某些基本的实验方法和实验手段有机地综合在某一个实验中, 达到完整的、综合的实验目的^[1]。

综合性实验课程体系的建立, 目前国内综合性大学经过多年的教学实践, 足以证明了高校通过综合性

实验可以培养乃至提高学生的实验技能、创新意识^[2]、综合能力。并且符合国家一贯提倡的培养学生实验技能、理论知识、思维能力^[3]、素质综合发展的创新型人才的方向。

开设综合性实验“ $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 混合液中各组分测定”, 是厦门大学化学系基础化学教学团队根据10多年的教学经验, 提出的一项基础化学领域的综合性实验。此项实验开展的10多年教学实践, 深切体会到综合性实验可以广泛拓宽学生知识面、调动学生实验的主动性、积极性^[4]。不仅提高了学生综合分析问题和解决问题的能力, 而且更重要的是拓展了学生的思维空间。本论文结合“ $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 混合液中各组分测定”, 对综合性实验的设计、实施以及教学效果进

收稿日期: 2011-05-12

基金项目: 国家基础科学人才培养基金项目(J1030415)

作者简介: 林金华(1953-), 男, 福建厦门人, 大学本科, 讲师, 研究方向: 实验教学、实验室管理与建设。

Tel.: 0592-2182953, 13906002407; E-mail: jinhuaL@xmu.edu.cn

行探讨。

1 实验内容的综合性

实验内容的综合性是基础化学实验综合性实验教学的重要特征。对综合性大学大一化学专业基础课而言,实验内容一般为本课程的知识综合或系列课程的知识综合^[5]。而专业课则常常涉及相关课程或多门课程的综合知识。目的在于培养学生知识的综合能力和综合知识的应用能力。

(1) 综合性实验教学的原则。选择综合性实验教学内容的原则是:基础性、系统性、综合性、典型性、可操作性等。基于上述原则,对大一化学专业综合性实验教学,开设了“H₂SO₄-H₂C₂O₄ 混合液中各组分测定”。并且安排这个综合性实验为实验进度中的最后一个。这是考虑到学生在大一上学期及下学期初做过基本操作实验,元素化学实验,制备与分析实验等,最后再做综合性实验。学生必将在实验技能、方案设计,分析问题、解决问题,数据处理与表达,最后得出结论等各个环节,有一个全面的、综合的训练和提高^[6]。不仅有助于学生拓宽知识及创新思维,而且更重要的是为今后科研工作逐步奠定基础。

H₂SO₄-H₂C₂O₄ 混合液中各组分测定,这一实验在设计内容上不仅复杂、丰富,而且综合性很强。同时既涉及到水溶液中的酸碱滴定平衡理论知识,又涉及到氧化还原滴定平衡的理论知识,加深了学生实验与理论知识之间的密切联系。

(2) 综合性实验教学的目的是。开设此项实验的目的是通过实验方法,测定未知混合溶液中 H₂SO₄-H₂C₂O₄ 各自的含量。原理是根据 H₂SO₄ 与 H₂C₂O₄ 皆为二元酸(H₂SO₄ 的 K_{a2} = 1.0 × 10⁻²; H₂C₂O₄ 的 K_{a1} = 5.9 × 10⁻², K_{a2} = 6.4 × 10⁻⁵)。由于 K_{a1}/K_{a1+1} < 10⁵, 故难以用酸碱滴定法测得某一酸型体的浓度。但由于 K_{a1} 均 > 10⁻⁵, 只要酸的浓度不是太低,可用酸碱滴定法测定两种酸的总浓度。在 H₂SO₄ 介质中, MnO₄⁻ 与 C₂O₄²⁻ 定量反应,即 2MnO₄⁻ + 5 C₂O₄²⁻ + 16H⁺ = 2Mn²⁺ + 10CO₂ ↑ + 8 H₂O。因此 H₂C₂O₄ 的含量可用 KMnO₄ 氧化还原滴定法测得。酸的总量减去 H₂C₂O₄ 的含量后,便可求得 H₂SO₄ 的分量。

上述实验要求学生必须查阅大量相关文献资料,提前一周拟出实验方案,含所用试剂、仪器设备、实验课时等。综合性实验方案提前一周交由教师批阅,经教师审阅并提出修改后交由学生定稿,整个综合性实验由学生在一定课时内独立完成。

(3) 注重试剂的配制,提高学生的操作技能。在配制系列试剂时,除了酚酞指示剂、以及基准物由实验室提供外,其余试剂均由学生配制。综合性实验的成

败很重要的一条取决于试剂的配制是否准确,这就要求学生必须严格按照规定方法配制试剂。尤其是标准溶液的标定准确与否,对测定结果准确度的影响至关重要。

在标定 C(NaOH) = 0.1 mol · L⁻¹ 时,学生按设计方案准确称取 0.4 ~ 0.6 g 邻苯二甲酸氢钾基准物 3 份,分别于锥形瓶中,加入 40 ~ 50 mL 水使之溶解,加入 2 或 3 滴酚酞指示剂,用待标定 NaOH 溶液滴定至呈现微红色,保持 30sec. 不褪色,即为终点。计算每次标定的 NaOH 溶液准确浓度,并求各次标定结果的相对偏差。学生不仅熟练掌握酚酞指示剂终点的判断,而且还进一步掌握了分析天平的使用。

在标定 C(1/5KMnO₄) = 0.1 mol · L⁻¹ 时,学生按设计方案准确移取 25.00 mL 0.1 mol · L⁻¹ Na₂C₂O₄ 溶液 3 份,分别于锥形瓶中,加入 7 ~ 8 mL (1:1) H₂SO₄ 及 50 mL 水,加热至 70 ~ 85℃,趁热用待标定的 KMnO₄ 溶液滴定。滴定刚开始时滴定速度很慢^[7],待溶液产生 Mn²⁺ 而使反应速度加快时,滴定速度才逐渐加快,直至正常的滴定速度,当滴定至溶液呈现微红色并 30sec. 不褪色即为终点。平行标定 3 份,计算 KMnO₄ 溶液的准确浓度,并求各次标定结果的相对偏差。使学生进一步掌握反应条件(温度、酸度、催化剂)对滴定反应的影响,加深了理论知识与实践的联系,进一步巩固了课堂上所学到的理论知识。

(4) 注重实验的全过程,提高学生的综合能力。在 H₂SO₄-H₂C₂O₄ 总量测定时,学生按设计方案取一定量原混合酸溶液,以酚酞作指示剂,用 0.1 mol · L⁻¹ NaOH 滴定至溶液呈现出微红色,30sec. 不褪色,即为终点。平行测定 3 份,准确计算每次测定 H₂SO₄-H₂C₂O₄ 的总量,并求每次测定结果的相对偏差。

在 H₂C₂O₄ 分量测定时,学生按设计方案取一定量原混合酸溶液,加入 1:1 H₂SO₄ 5 mL,加热至 70 ~ 85℃,趁热用 0.1 mol · L⁻¹ KMnO₄ 溶液滴定至溶液呈微红色,且 30sec. 不褪色,即为终点。平行测定 3 份,准确计算每次测定 H₂C₂O₄ 的分量,并求每次测定结果的相对偏差。

H₂SO₄ - H₂C₂O₄ 混合液中各组分测定,此项实验是一个较完整的研究课题,实验过程中涉及温度、酸度、反应速率、催化剂、指示剂、酸碱平衡、氧化还原平衡等实验技术。学生不仅可以学习到酸碱质子理论、水溶液中多元酸(H₂C₂O₄)的逐级离解平衡原理等理论知识,而且还掌握 KMnO₄ 法测定的实验方法。这既是对学生的综合实验操作技术的锻炼,又是对学生前期基础实验的考核。同时,让学生认识到混合酸的测定需要多种化学反应平衡理论知识和实验技术的支持,应该开阔思路,需要更多领域知识结合起来完成研究

课题,提高学生的综合能力。

2 实验现象观察多样性

综合性实验作为实验教学改革中的一种新的实验内容方式^[8],其实施需要实验指导老师的精心组织和学生的积极配合,经过不断改进,才能得到充实、完善和发展。^[9]综合性实验过程中如何引导学生正确、仔细观察实验现象是至关重要的,诸如温度、酸度、催化剂等反应条件,对上述 MnO_4^- 与 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ (H_2SO_4 介质) 的氧化还原反应,为了使这个反应能够定量地较快地进行,指导老师引导学生注意观察以下反应条件:

(1) 注重培养学生观察实验中的“三度”,提高学生的观察能力。所谓“三度”。是指温度、酸度、滴定速度对 H_2SO_4 - $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 混合液测定的影响。

温度:室温下 MnO_4^- 与 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 的反应速率很慢,因此必须将溶液加热至 $70 \sim 85^\circ\text{C}$ 进行滴定。但温度不宜过高,若高于 90°C 会使部分 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 发生分解^[10]。学生真正掌握了该化学反应必须控制在一定的温度范围内,温度过低或过高将不利于化学反应。

酸度:酸度过低, KMnO_4 易分解为 MnO_2 , 酸度过高,会促使 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 发生分解^[11]。所以要求学生将此实验酸度控制在 $0.5 \sim 1 \text{ mol/L}$ 间,提高了学生严格控制酸度的重要性。

滴定速度:开始滴定时速度不宜过快,否则加入的 KMnO_4 溶液来不及与 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 反应,即在热的酸性溶液中发生分解: $4\text{MnO}_4^- + 12\text{H}^+ \rightarrow 4\text{Mn}^{2+} + 5\text{O}_2 + 6 \text{H}_2\text{O}$, 学生真正懂得滴定速度对氧化还原反应中电子转移的影响程度。

(2) 注重培养学生观察实验中的“二剂”,提高学生的识别能力。所谓“二剂”。是指催化剂、指示剂、滴定终点对 H_2SO_4 - $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 混合液测定的影响。

催化剂:开始滴定时加入第一滴 KMnO_4 溶液褪色较慢,随着滴定产物 Mn^{2+} (催化剂) 的不断生成,反应速度逐渐加快。使学生进一步认识到催化剂不仅能加速化学反应速度,而且在化学反应结束后,催化剂仍然以 Mn^{2+} 形式存在于溶液中。

指示剂:实验中 KMnO_4 既做氧化剂;又做滴定剂;还做指示剂。这是因为 KMnO_4 本身呈紫红色。学生真正了解到 KMnO_4 在反应过程中具有三重作用。

滴定终点:用 KMnO_4 溶液滴定至终点后,溶液中出现的粉红色不能持久,这是因为空气中的还原性气体和灰尘都能使 MnO_4^- 还原,使溶液粉红色逐渐消失。所以滴定时溶液出现的粉红色如在 30sec. 内不褪色,即为终点。

通过仔细观察以上反应条件对滴定的影响后,学生重温了课堂上的理论知识,不仅加深了整个实验过

程的深刻印象,而且经过亲手操作及肉眼观察,理论与实践更紧密联系起来,真正掌握了 H_2SO_4 - $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 混合液中各组分测定这一知识点,学生深刻体会到混合酸的测定与平时单一酸的测定截然不同,混合酸的测定知识面广、难度大,实际操作中又学到更多知识。学生通过实验,提高了运用基本理论分析、解决问题的能力,培养了观察实验现象,正确记录、处理原始数据及分析实验结果的能力,学习了实验研究的工作方法。综合设计实验在增长学生实验知识的同时,使学生的实验技能向研究能力转化等方面具有重要作用。

3 人才培养的综合性

开设综合性实验目的是通过实验内容、方法、手段的综合性,掌握综合的知识,培养综合考虑问题的思维方式,运用综合的理论知识、方法、手段分析问题、解决问题,达到实验技能、综合素质的全面提高和综合培养^[12],这样才能达到人才培养的综合性。

(1) 提高学生的综合能力。学生做“ H_2SO_4 - $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 混合液中各组分测定”,实验之前,老师事先布置与实验有关题目。即:①用酸碱滴定法滴定酸的总浓度至化学计量点时,体系中主要酸碱型体是什么? pH 值有多大? 写出体系的质子条件式;②用 KMnO_4 法准确滴定 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 时滴定应在什么条件下进行? 应选用什么作为指示剂? 具体操作应注意些什么?③分析测定 H_2SO_4 与 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 各自含量的化学计量关系是什么? 学生在实验之前务必做好预习,查阅有关资料,达到了本实验目的的要求,弄懂实验原理和注意事项,熟悉实验的内容和步骤,了解实验所涉及的基本操作和仪器的使用。只有这样,才能激发学生的好奇心,提高学生的实验积极性和自觉性,并引导学生更深的思维,进而达到提高学生的综合能力。

(2) 培养学生使用计算机能力^[13]。 H_2SO_4 - $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 综合性实验结束后,要求学生用计算机处理原始数据,计算实验结果及相对偏差,完成实验报告,由此加深学生对实验过程数据处理的理解,培养学生使用计算机的能力,为高年级的专业实验、毕业论文的设计打下良好的基础。

(3) 培养学生综合设计能力。 H_2SO_4 - $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 综合性实验涉及的知识面广、难度大,学生要做好实验,必须查阅大量相关文献资料,学生不仅拓展了知识面,而且培养了查阅文献资料的能力。综合设计实验后,要求学生进行实验总结和讨论,学生可对实验方法、步骤、仪器设备等提出疑义或建议,对实验结果进行全面分析,寻找实验成败的原因并进行剖析。要求学生按论文格式撰写综合设计实验报告,老师批阅实验报告,侧重点不仅放在实验数据及结果上,而且注重综合设计实验的总结、讨论的深度及广度上;不仅培养学生收

集数据和处理数据的能力,而且更注重培养学生总结归纳、创造性思维的能力^[14]。

(4) 提高学生实验研究能力。H₂SO₄-H₂C₂O₄混合液中各组分测定最终实验结果是要得到各自准确浓度。实验的设计从选择何种方法测定,配制标准溶液,控制溶液酸度、温度、催化剂,指示剂,使用标准溶液滴定被测组分,最后用计算机处理数据。学生的思考是通过一系列实验步骤,来定量准确测定其被测物质含量。再一次验证了化学是一门以实验为基础的学科^[15]。而通过实验训练和培养了学生对综合设计实验的总体思路。对实验中出现的问题进行深入分析,使学生的理论知识和实验技能得到进一步提高^[16]。为今后更深入、更复杂的专业实验以及科研工作打下坚实的基础。

4 教学效果

10多年来的教学实践证明,我校类似于H₂SO₄-H₂C₂O₄综合性实验教学取得良好的效果,并得到学生的广泛认同。学生通过系统的训练,提高了实验技能和综合素质,包括查阅文献资料、独立操作、观察现象、获取数据、发现问题、解决问题、实验报告的撰写,数据的处理和表达,最后得出结论等各个环节;提高了学生独立工作的能力,增强了学生的创新意识,为高年级毕业论文的设计及今后的科研工作打下了基础。

5 结 语

总而言之,综合性实验H₂SO₄-H₂C₂O₄混合液中各组分测定,是把基础理论知识,各种实验技能和实验方法加以归纳、分析、总结、相互渗透。综合性实验的实施,全方位培养了学生的综合能力,提高了学生的实验技能。作为高校一名实验教学工作者,首先必须更新观念、探索研究、不断总结经验,力争在综合性实验

方面下功夫,在保证教学质量的前提下,努力培养出更多高技能、高素质、实践能力强的创新型人才。

参考文献(References):

- [1] 段晓英,姚天明,杨 勇,等.巧设综合实验内容 提升综合能力[J].实验室研究与探索,2008,27(4):97-99.
- [2] 朱亚先,夏海平,袁右珠,等.利用本科生科研平台培养高素质人才[J].大学化学,2010,25(5):17-19.
- [3] 金正一,黄永春.改革实验教学方式 培养综合能力[J].实验技术与管理,2008,25(1):135-137
- [3] 金正一,黄永春.改革实验教学方式 培养综合能力[J].实验技术与管理,2008,25(1):135-137
- [4] 魏占祯,徐凤麟,王伟志,等.以人为本 开放创新 充分发挥实验室培养本科生人才的作用[J].实验技术与管理,2008,25(1):21-23.
- [5] 郭祥群.浅谈课程教学核心知识与知识网络建构——以分析化学为例[J].中国大学教学,2009(1):32-35.
- [6] 林金华.在基础化学实验(一)教学中注重培养学生的能力[J].实验技术与管理,2010,27(5):141-143.
- [7] 蔡维平.基础化学实验(一)[M].北京:科学出版社,2004.
- [8] 张小林,周美华,李茂康.综合性设计性实验教学改革探索与实践[J].实验技术与管理,2007,24(7):94-96.
- [9] 李登文,周 军.细胞生物学综合性实验的设计[J].实验室研究与探索,2008,27(4):100-101.
- [10] 武汉大学.分析化学[M].4版.北京:高等教育出版社,2001.
- [11] 彭崇慧,冯建章,张锡瑜.定量化学分析简明教程[M].北京:北京大学出版社.1992.
- [12] 齐 燕,王书文,刘永军,等.综合设计性实验教学尝试——多种实验手段合成苯偶姻[J].实验技术与管理,2010,27(4):144-145.
- [13] 林金华.综合性大学基础化学实验(一)教学改革[J].大学化学,2010,25(5):20-23.
- [14] 郑传明,吕桂琴,王良玉.在物理化学实验教学中注重培养学生的能力[J].实验技术与管理,2008,25(1):132-134.
- [15] 冯 洁.创新型人才培养中实验教学的问题与对策[J].实验室研究与探索,2008,27(4):102-105.
- [16] 严小平,李成平,申屠超,等.分析化学实验考核方法的改革与探索[J].实验技术与管理,2007,24(6):114-116.

办好期刊,用好期刊,提升理念,
推进实验室的创新与发展!