

乙酰苯胺重结晶实验的教学反思与创新改进探索*

龙威**, 邱贵福, 连结

(广东石油化工学院化学学院, 广东 茂名 525000)

摘要:本文通过对乙酰苯胺的重结晶实验的教学反思与评析,通过分析实验难点,剖析其在学生实验能力培养的体现,通过内容扩充、学生分组和结晶条件优化等措施,改进了重结晶实验的整体设计与教学.学生的实验兴趣明显增加,且获得自主探究实验设计和实施经验,有利于实验综合能力的培养与提升.这为全方位贯穿以人为本、鼓励自主探究实验教学发挥了很好的示范作用.

关键词:重结晶;熔点测定;无机化学实验;教学改革;乙酰苯胺

中图分类号:G642.0

DOI:10.19789/j.1004-9398.2021.01.014

0 引言

无机化学及无机化学实验是化学、化工和材料专业等本科学生的专业基础课,该课程一般安排在大学一年级学业中,是高中化学知识向大学化学知识过渡的第一座桥梁^[1].据学生反映,无机化学实验课程趣味性大,但实际操作却比较吃力^[2].与高中化学实验相比,大学化学实验涉及的仪器更加复杂且操作难度增加,对学生动手实验的要求和目的也有所提升.高中化学实验主要是定性实验,得到明显的实验现象即达到了实验目的,而大学化学实验多为定量实验,需要计算样品的产率,分析实验结果,并写成书面实验报告,其考虑的实验影响因素更多,且教师对学生实验的指导更少,而更多地让学生自主探究式实验.吴晗清等^[3]指出化学探究式教学可以较好地应用于当代化学实验的教学与展开,但探究应该是因时、因地、因人制宜而设计的,因此,越来越多的研究重视实验教学转型与先进的探索.

重结晶实验在药物生产中具有很重要的作用,马静等^[4]提出在旋转填充床中可以使用反溶剂重结晶法制备出粒度<500 nm的硫酸沙丁胺醇颗粒,便于用在呼吸道疾病的治疗上.相对于工业生产而

言,大学实验室开展的重结晶实验属于微型实验^[5-6],这同样较早就得到了国外化学教育界的认可^[7].重结晶实验是无机化学实验课程中的常规实验,一般是以无机盐为原料,要求学生能较好地通过重结晶实验,得到纯度较高的无机盐.近年来,对重结晶实验改进的研究不断被提出:刘俊华^[8]提出保温抽滤可促使重结晶更快更多地析出产品;张越峰等^[9]就学生进行重结晶实验的步骤提出改进和要求,可提高产品回收率的同时避免产品的浪费;孟莉和李丽^[10]则对苯甲酸重结晶实验影响因素进行考核,研究表明活性炭、溶剂和过滤速率是其重结晶实验的关键影响因素;王海龙^[11]则提出化学实验教学改革应是多引导学生自主探究式实验;何杏宇等^[12]提出新工科建设中开展跨学科嵌入式实验教学,有利于培养学生跨学科自主创新的能力,较好地提升学生合作创新的协同能力.这些研究一方面就实验的局部改进进行了实验研究,另一方面对实验整体改革政策进行探索.

经多年实际教学,在广东石油化工学院化学学院以无机盐进行重结晶实验,实验效果不佳,本文以乙酰苯胺的重结晶实验教学为基础,通过对原教材上的实验进行创新设计^[13],引入使用熔点测定仪进行熔点的测定练习.就微型实验下如何自主探究

收稿日期:2020-01-12

* 广东石油化工学院2018年成人教育教学与管理研究项目(Cj1802)

** 通信作者:longwei@gdupt.edu.cn

实验的展开进行教学改革,在大学生基础实验综合能力的培养与提升方面做大胆的整体尝试。

1 乙酰苯胺重结晶实验设计

重结晶是对物质提纯的重要方法,是利用不同物质在不同或同一溶剂中的溶解度不同实现分离

的一种方法,包括溶解、趁热减压过滤^[14-15]、重结晶、晶体洗涤、干燥和熔点测定等步骤,这些均是无机化学领域里常见的物质分离方法。重结晶实验的步骤如图 1 所示,本实验提纯对象是乙酰苯胺,杂质主要包括其他有机物、不溶性无机物杂质和微量可溶于水的无机盐等。

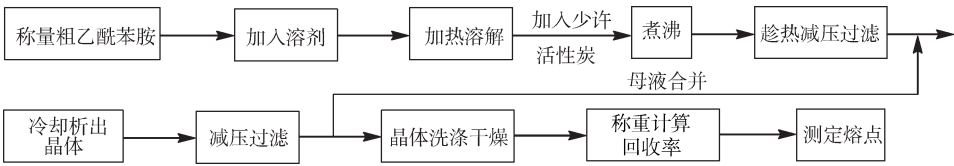


图 1 乙酰苯胺重结晶实验步骤

乙酰苯胺重结晶实验有约 10 个操作步骤,且部分实验操作环节是新学习的内容,原教材上要求学生在 3 个学时(135 min)内完成实验。在时间限制内,一气呵成且无差错完成所有实验操作,这对学生的要求较高。对于本科一年级学生而言,一次性正确完成实验是不容易的。实际教学中,在原计划 3 个实验学时内,大部分学生能实验操作至刚好得到重结晶产品,学生普遍反映实验时间不足,将实验学时改为 6 个学时,仍然存在多数实验结果有回收率较低或熔程区间较大等问题。由于很多学生均出现了实验操作失误或实验速度较慢而未完成实验的问题,为了提高学生的实际操作水平,因此,本实验设置了计划实验学时为 8 个学时。

2 实验难点分析

与高中阶段化学实验相比,乙酰苯胺的重结晶实验在操作上的新颖环节包括趁热减压过滤、合并母液、晶体的洗涤与干燥等^[16],使用的仪器种类同样也有所增加。部分实验操作在 2 个阶段的区别如表 1 所示。可知本科阶段无机化学实验所接触的实验方法及仪器操作均明显复杂。实际教学中,由于新生的实验操作能力停留在高中化学实验能力上,只能从定性的角度去完成实验,且部分学生产生了明显的畏惧和担心的心理。而实验结果也能反映出实验操作的优劣,如有的学生做出乙酰苯胺的回收率为 20%,而有的学生回收率高达 95%;有的学生测得晶体的熔程区间高达 15.0 ℃,而有的学生熔程区间是 0.3 ℃。高熔程区间的结果明显地否定了提纯后的乙酰苯胺的高纯度,低熔程区间表明测试有误或者学生实验失败随意猜测填报。

表 1 乙酰苯胺重结晶实验所涉及操作在本科与高中阶段的区别

序号	本科阶段	高中阶段
1	使用电子天平的减量法称量	使用传统托盘天平直接称量
2	使用电热套均匀加热	使用酒精灯加热
3	使用布氏漏斗和抽滤瓶	使用普通漏斗过滤
4	使用循环水泵减压抽滤	常压下过滤
5	母液合并多次减压抽滤	多次常压过滤
6	晶体合并与洗涤	晶体合并与洗涤
7	晶体在烘箱中干燥	直接加热蒸干
8	提纯样品的熔点测定	—
9	显微镜观察熔化过程	—

注:—指无数据。

3 重结晶实验对化学实验能力的培养

重结晶实验一般要求学生在 8 个学时内独立完成。在实验仪器满足使用的情况下,绝大多数学生能够独立完成实验,实验结果和实验报告的质量也有了较大幅度的提升,通过开展乙酰苯胺的重结晶实验,学生的观察、动手、操作连贯、分析及创新能力有了较大幅度的提升,主要体现在 5 个方面。

3.1 实验观察能力的培养

实验观察能力的培养要求学生能耐心细致地边观察边思考,能关联已学的理论知识,准确地根据实验现象完成正确的实验操作。实验现象的观察和准确描述在实验操作中是非常重要的,本实验涉及溶解、加热、重结晶、减压抽滤、晶体洗涤及测量熔点等过程的观察。许多学生在实验过程中会提问:晶体重结晶何时结束?晶体熔程区间如何确定?若实验观察不当,会造成实验操作失误,而得到个体差异较大的数据。教师在实验现场应不时地

巡视学生的实验情况,及时提点其对晶体及熔化状态的正确观察方法,让学生能掌握正确的实验技能.如晶体的颜色、晶体熔化的形状和熔点仪的温度升高程序的数字显示等.

3.2 理论知识连贯运用能力的培养

乙酰苯胺的重结晶实验既是独立的环节,又是连贯的整体.本实验要顺利完成,要求学生自发地将所学的实验步骤完整地连贯起来,增强连贯的实验动手能力.重结晶实验中主要涉及样品的溶解、再结晶、晶体清洗与干燥及纯度计算等环节,整个实验还有先加热后冷却,控制晶体溶解后在烧杯内壁及漏斗滤纸上的吸附损失等,这些均与实验结果的回收率高低紧密相连.若实验连贯运用能力不够,就会得到不理想的实验结果.其中,减压抽滤步骤是学生比较容易接受的一个物理过程,许多学生只能表观摩仿教师演示,缺乏对减压抽滤的真正理解,操作过程中容易出现水的倒吸,一定程度上影响了样品的回收率,这就要求学生能做到连贯操作,且明确溶剂的使用量.重结晶实验注重理论知识的连贯性,部分学生的实验出现回收率高但熔程长、纯度低的现象,也有部分学生的实验出现回收率低而熔程短、纯度高的问题,这些问题的出现都与实验未能连贯操作有关.本实验只有充分准备,全面连贯地运用理论知识,才能使整个实验控制和开展顺利.

3.3 具体问题具体分析能力的培养

大学化学实验最重要的是培养学生分析解决问题的能力,重结晶实验能较好地体现这一能力的培养.重结晶实验中,学生提出的问题主要有:为何不同学生之间的晶体多少、晶型结构和大小及结晶速度不同?这就提示了学生应该根据具体问题深入分析,参照教材上的提示^[13],粗乙酰苯胺与水的体积比不固定,溶解后重结晶速度及晶体质量受含水量的

影响较大.理论上,在一定条件下,只有过饱和的溶液才会结晶.溶液的饱和度受温度影响,因此,在晶体析出后,溶液溶解度降低时,降低溶液温度以继续维持过饱和状态,实现晶体最大析出量.一定条件下,重结晶过程是一个可逆过程.因此,完全析出晶体是不可能的,即样品回收率必然 $<100\%$.综上所述可知,溶液含水量和温度下降的速度等因素会影响重结晶过程.因此,可以提示学生不局限于某一种操作,可适当进行实验条件调整,得到不同品质的晶体.少数学生在重结晶实验后,惊奇地发现其回收率 $>100\%$,这无疑给了非常明显的出错信号,提示学生需要考虑实验出错的可能性,如晶体是否干燥、抽滤除杂过程中是否引入新的杂质和称量操作是否正确等,引导学生分析具体的实际问题,从而思考并解决问题.

3.4 创新思维与计算能力的培养

大学生的实验教学应包含创新思维与计算能力的培养,重结晶实验体现了这一能力的培养.重结晶实验的环节内含许多创新拓展操作,实验操作步骤可以不断改进,教师在实验教学过程中可以加以引导,如鼓励学生尝试正交实验法的构建^[17],其主要创新思维和操作列于表2.这些因素是正交实验法所涉及的考虑因素,在此可作为基础性铺垫与学习.重结晶实验中,对相关计算的推导或运算能力也有体现,如回收率的计算,回收率(%)为重结晶终产品质量与粗乙酰苯胺质量的百分比值.计算误差主要来自2次天平的称量误差,包括系统误差和个人误差,此处误差主要来自个人误差.参照实验员准备的粗乙酰苯胺中纯度的真实数据,实验报告中的误差分析可让学生独立完成^[18],学生若能明确列举实验误差产生的原因,并给出数值进行论证,可以获得额外加分或表扬,如此锻炼了学生的创新思维与计算能力.

表2 乙酰苯胺重结晶实验创新思维与实验操作

序号	创新思维要点	实验操作
1	探究溶解的水量对重结晶的影响	使用不同比例的水溶解计算回收率
2	探究过滤方式的影响	比较常压过滤和减压抽滤后晶体品质
3	探究母液合并与多次重结晶的影响	比较单次和多次重结晶后的晶体品质
4	探究重结晶后母液中溶质含量	使用定性检测方法判断母液的成分
5	探究熔程区间对晶体的纯度影响	比较含杂质晶体和纯晶体的熔点
6	探究粗乙酰苯胺中杂质的组成	综合使用定性定量化学方法判断
7	探究熔点测定中升温程序的影响	比较不同的升温程序下的熔程结果

3.5 实验习惯与素养的培养

重结晶实验还能有效地培养学生良好实验习惯,提升综合实验素养.化学实验自身的能动性比较强,较容易激发学生的学习热情,动手实验不仅能满足学生探索未知的内容,也能证实已经学到的知识.成功的实验不仅要求学生有一定实验基本技能,同时体现一定的实验素养.当学生获知实验结果并不理想或得到的结论不可信时,这无疑警示他们应注重过程的细致性与操作的准确性.这就要求培养学生沉稳细心的心态、规范的实验操作和良好的实验素养.实验过程决定了实验结果,乙酰苯胺重结晶实验的完成,启发和要求学生培养优良的实验习惯和素养.

4 重结晶实验的创新改进探索

通过乙酰苯胺重结晶实验,学生掌握了重结晶实验的基本操作.许多学生在获得了失败或非理性的结果(回收率低、熔程长)后,主动要求重做,笔者将重结晶实验进行如下的创新性设计.

4.1 实验内容的扩充

结合高中化学教材中已有苯甲酸的重结晶实验^[19],为了降低学生的畏惧心理,并进一步提升学生更好地掌握重结晶的步骤与具体实验操作能力,将乙酰苯胺重结晶实验与苯甲酸重结晶实验合并在一起进行对比实验.重结晶实验涉及的环节比较多,同时实验中可以将固体与水的比例、溶解温度、冷却温度和减压抽滤次数等作为正交实验的主要考虑因素,因此,以 2 人/组开展实验,学生既可对各个正交因素进行拓展性分析与探讨,有益于实验深度的开展,又可锻炼协作能力,提升科学实验思维和提高综合分析问题的能力.实验结束后,许多学生反映,趁热减压抽滤和熔点测定时,2 人合作比单独操作要方便.

4.2 实验分组

重结晶实验在教材上并未体现误差的分析要求^[13],其回收率的真实值也依赖于实验员准备的原料,而学生实验过程中必然会引入各种误差.良好的实验习惯与操作,能提高实验的准确度和降低实验误差.学生动手操作前,教师向学生明示不同的操作误差会带来的实验结果(表 3).并提出回收率必须与真实回收率差距不超过 10%,熔程区间不能超过 8 ℃(说明:本文熔程区间设置过大,后期建议为<2.0 ℃);实验后列出至少 5 条实验误差并分析原因.学生带着

问题的导向,进行了自主探究式实验的开展,通过假设、思考、实验、数据记录及比较,获得了一系列的探究式实验结果,写入实验报告,让实验内容更丰富、数据更详尽,加上合适的理由分析,结论更加完善.如:控制升温程序速度太快,将会导致熔程过小;升温程序速度太小,将会导致熔程过大等.

表 3 影响重结晶回收率及熔程的操作误差及结果

序号	操作误差	结果
1	溶解时水太多	回收率偏低
2	母液未合并重结晶	回收率偏低
3	抽滤后滤纸沾有晶体	回收率偏低
4	晶体干燥不充分	回收率偏高
5	引入了新的杂质	回收率偏高
6	晶体含有结晶水	熔点偏低
7	晶体含有难熔杂质	熔点偏高
8	制样不规范	熔程偏长
9	晶体纯度不高	熔程偏长
10	升温程序控制不当	熔程偏短

根据预设定的乙酰苯胺的纯度,安排一部分学生做系统误差分析,另一部分学生做方法误差分析,这有利于学生对实验方法的准确度产生深入的认识,激发实验创新思维的发展.另外,分组方法灵活机动,可根据影响实验回收率的因素,学生自由选择分组,如表 3 中 10 个因素对应分为 10 个小组,规定每组人数后,学生自由组合,根据问题导向,开展以探究实验为形式的自主研究.

4.3 探究结晶条件优化

晶体的形成一般分为晶核的产生与晶核的长大,教材上对晶体的析出过程并未做深入探究的要求.环境因素对晶体形成的质量影响非常大,晶体的微观形状与结构也是非常值得探究的.因此,在进行结晶时,可以建议学生进行扩展实验,如借助熔点仪的微显微镜观察热的母液在冷却过程中晶体析出的全过程;测定洗涤晶体后的溶液 pH,判断晶体是否洗涤干净;尝试直接烘烤和低温干燥箱干燥晶体,分析晶体回收率区别;引入薄层层析鉴定法替代熔点测定方法分析晶体的纯度等.如晶体析出过程,在电热套上直接烘烤使晶体脱水,温度难控制会造成晶体质量损失,而烘箱中干燥温度易控但耗时长(数小时);晶体剥离过程,滤纸会沾染部分晶体,造成晶体损失,而将用过的滤纸重新放入少量热水中浸泡,重新回收液体中的晶体可减少晶体损失.晶体的形成与实验优化是本实验的重点,

为了突出在实验教学中地位,本研究将该部分设计成实验报告的关键部分,学生需通过实验并结合文献信息调研共同完成。

重结晶实验步骤多,引入误差的操作不可避免,国内外对其整体设计有了一定的实践。高文杰^[20]借助德国双元制的职教理念,与在沪跨国企业及德国教育与培训机构合作,进一步开发适合企业发展的国际化水平的苯甲酸重结晶与检测综合项目。实验优化过程的细节与实验结果数据之间的关系探讨,最近也有了详细的报道^[21-22],重结晶实验的整体设计也完全符合。作为可设置问题导向的自主探究式实验教学,国内高校把重结晶实验推广成双语课教学^[23],但仍存在一些溶剂、操作与教学模式匹配等若干问题,有待后续研究进一步解决和完善。

5 结束语

重结晶实验是大学学生的必做实验,实验难度较大,涉及的步骤较多,由于学生对晶体的认识还不够深入,因此,学生完成效果不理想。本研究通过

内容扩充、学生分组和结晶条件优化等,将乙酰苯胺重结晶实验进行了拓展与综合设计。实验改进后,学生反馈表明:实验的时间更加充裕,实验兴趣明显增加,实验现象更为清晰准确,所写的实验报告数据更详尽,质量更好,能充分体现自主探究实验的环节及具体实施过程。教师在实验教学过程中,能充分感知学生的自主设计与探究发现过程,现场有针对性地提点与辅助对学生帮助大,有效地避免了学生依据教材内容不假思索和照本宣科的模式推进。

学生在乙酰苯胺的重结晶实验中既通过认真观察、探索与优化重结晶条件等实验环节,充分锻炼了基础化学实验技能,又进行了实验设计与分析思考,锻炼了创新思维能力,体验了以人为本的自主探究实验的过程。本实验的创新改进,让学生的分析解决问题的能力与创新思维均得到有效的提升和锻炼,这也为全方位贯穿以人为本、鼓励自主探究实验教学发挥了很好的示范作用。

参 考 文 献

- [1] 艾兴,李任.教师课程设计能力的内涵及其提升[J].教育与教学研究,2019,33(8):42-49.
- [2] 曹延华,徐晓佳,李苏惠.基础化学实验教学改革与探索[J].牡丹江师范学院学报(自然科学版),2005(4):56-57.
- [3] 吴晗清,李雅茜,韩蓉.化学探究式教与学现状的调查研究[J].首都师范大学学报(自然科学版),2018,39(4):46-50.
- [4] 马静,王玉红,王丹梅,等.旋转填充床中反溶剂重结晶法制备超细硫酸沙丁胺醇实验研究[J].材料科学与工程学报,2004,22(1):74-77.
- [5] 朱兵,吴天龙,朱绮琴,等.化学实验改革的新方向:微型实验[J].化学通报,1991(9):50.
- [6] 钱贵晴.微型化学实验与ML仪器的研制[J].化学通报,1999(1):48.
- [7] SINGH M M, SZAIFRAN Z, PIKE R M. Microscale chemistry and green chemistry: complementary pedagogies[J]. Journal of Chemical Education, 1999, 76(12):1684-1688.
- [8] 刘俊华.浅谈实验室重结晶提纯固体方法改进[J].广东化工,2010,37(10):43.
- [9] 张越峰,张红喜,张裕卿.基于苯甲酸重结晶的实验改革[J].当代化工,2010,39(1):89-92.
- [10] 孟莉,李丽.苯甲醇重结晶实验中影响产物因素之讨论[J].赤峰学院学报(自然科学版),2009,26(10):13-14.
- [11] 王海龙.谈化学实验教学的改革方向:微型化学实验[J].科学大众(科学教育),2014(7):28.
- [12] 何杏宇,杨桂松,周亦敏.面向新工科建设的跨学科嵌入式实验教学[J].实验室研究与探索,2019,36(10):182-186.
- [13] 康新平,林培喜.无机化学与分析化学实验[M].北京:北京师范大学出版社,2018:7+44-49.
- [14] 秦序.重结晶实验中热过滤环节的重新设计[J].牡丹江师范学院学报(自然科学版),2012(1):20-21.
- [15] 唐贝.基于乙酰苯胺重结晶实验的过滤环节教学改进[J].实验室科学,2019,22(3):11-13.
- [16] 李英俊,葛丽娜,孙淑琴,等.一种新颖的重结晶装置在半微量有机实验中的应用[J].辽宁师范大学学报(自然科学版),2002,25(3):335-336.
- [17] 赵蒙成,范晓洁.STEM课程本土化:现状,困境与发展路径[J].教育与教学研究,2019,33(5):11-22.
- [18] 高光芹,黄红梅,谢普会.用人工神经网络模拟与控制苯甲酸重结晶实验[J].化学教育,2016,37(12):22-26.
- [19] 宋心琦.普通高中课程标准实验教科书化学选修5:有机化学基础[M].2版.北京:人民教育出版社,2008.
- [20] 高文杰.国际水平的“苯甲酸的重结晶与检测”一体化实验项目设计研究[J].化工管理,2016(12):12-13.
- [21] 王前.凝固点降低法测定摩尔质量实验的优化改进[J].首都师范大学学报(自然科学版),2018,39(5):54-58.

- [22] 段雨爱,王前,廖奕,等.物理化学实验数据处理过程中拟合函数问题的探讨[J].首都师范大学学报(自然科学版),2019,40(2):33-36.
- [23] 吴莉,柏正武.重结晶实验课双语教学中关键问题解析[J].实验室科学,2011,14(8):20-22.

Teaching suggestion and innovate exploring of recrystallization experiment of acetanilide

LONG Wei, QIU Guifu, LIAN Jie

(College of Chemistry, Guangdong University of Petrochemical Technology, Maoming Guangdong 525000)

Abstract: Through the teaching comment and analysis of the acetanilide recrystallize experiment and analysis of difficult points in experiment, this paper put out the performance at the culture students' experimental ability, innovate the total design and teaching of this experiment by the content extension, student grouping and optimization of recrystallize conditions. The results have shown that the students' interest was enhanced distinctly, the students have obtained much experience of the design and operation about explore experiment by themselves, which can benefit for the education and development of students' total experimental ability. This is a good example for executing the practice of teaching people by the spirit of people-oriented and encouraging self-inquiry teaching faith.

Keywords: recrystallization; measurement of melting point; Inorganic Chemistry experiment; teaching innovation; acetanilide

(责任编辑:王 媛)