Nitrogen and Sulfur <sup>2017年6月18日 23:23</sup>

Introduction To Organic Chemistry <sup>2017年6月18日 23:23</sup>

Hydrocarbons <sup>2017年6月18日 23:24</sup>

Halogenoalkanes <sup>2017年6月18日 23:24</sup>

Alcohols, Esters and Carboxylic Acids 2017年6月18日 <sup>23:25</sup>

Carbonyl Compounds 2017年6月18日 23:25						

### Practical Skills

Monday, September 18, 2017 7:17 PM

## 实验奇淫巧技

### Ion Identification:

- 当加热一个Crystal的时候
  - 如果crystal有融化的现象: NOn + O2
    - 原因: crystal的化学式: MNOn·XH<sub>2</sub>O
    - 一般来讲NOn溶于水,因此会导致其融化在自己的结晶水中
  - 如果crystal持续为粉末状,无融化迹象,但是瓶口有水蒸气沉淀: CO<sub>3</sub>
    - 原因: crystal的化学式: MCO<sub>3</sub>·XH<sub>2</sub>O
    - CO₃溶解度低于NOn, 因此没有"融化"的迹象
  - 另外一个判断方法是加入dilute acid,如果冒泡是立刻而迅速的可以认为是CO3,而如果只有缓慢的冒泡则说明是Non(可以观测到微量的NO2形成)
  - 注意: 该测试只在温柔加热时有效,不保证100%准确率。如果加热速度过快导致晶体本身超过熔点则难以区分
  - 加热时候需要区分warm和boil的区别,前者的现象可能发生于沸腾之前,后者则着重于 沸腾之后,需要在操作上做出区别
  - 对于非过渡金属晶体而言,如果晶体呈现半透明状,则一般情况下含结晶水,而粉末状 的情况则~60%可以判断为无结晶水
  - 对于过渡金属而言,判断的核心标准在该阶段为是否带有颜色(>=90%的情况下可以认为有色晶体含有过渡金属,但是过渡金属不一定为有色)
- 测试O2的正确方法:
  - 在试验开始前预先准备一根仍然带有火星的木条
  - 待得液体中有明显气泡时,将带火星的木条倾斜试管插入到液面附近
  - 如果气体成分含有O₂,则会观察到火星飘出更多火焰并且有复燃迹象
  - 一般情况下如果看到有火星就可以认为是复燃了,过渡暴力的点火可能会导致氧气剧烈 反应从而导致pop声与氢气混淆
- 测试NO<sub>2</sub>的正确方法
  - 在捂好口鼻后剧烈加热溶液,会观察到有明显的棕黄色气体飘出
  - 并且伴有腐蚀性气味,如果浓度过低可以将其通入水中观察(注意:不推荐直接闻的操作,但可以作为最后备份操作)
  - 注意: 为防止伤害到呼吸道,一旦确认后请立刻加水冲洗(否则你的epithelium可我可管不了,等着COPD吧)
- 测试CO2的正确方法:
  - 将滴管预备在右手,将石灰水准备在试管架上
  - 剧烈加热溶液,并不断从试管液面附近用滴管抽取液体加入到石灰水中
  - 如果石灰水变浑浊则说明为阳性结果
  - 对于如何区别
- Group I metal相关
  - 注意:在A年纪中不存在所谓的group | metal flame test, 当你确定他是group | 的时候无法进一步区分,因此应该填Unknown,注意和题目相对照:一般情况下,如果一个Anion无法和氨水以及氢氧化钠反应可以认为这是一个NH4+或者Unknown Group |,具体情况需要根据题目的详细情况判断(是否有加入AI foil的加热实验是判断是否为NH4+

的标准)

- o 如果不是非常确定,可以用将一部分样品洒在bensen burner上手动测试,但是注意结果必须是unknown(诸位猛男请谨慎使用该技能)
- Group VII halide相关
  - 溴化银测试
    - 与G年级一样,从周期表由上至下分别是白色,乳白色 (cream) ,黄色
    - 如果是明黄色说明是铅(这一点倒是超遗憾的)
  - 注意: 实验步骤需要包括碘化银测试和氨水溶解测试两个部分!
    - 氯离子沉淀溶于氨水,溴离子少量溶于氨水,碘离子不溶于氨水,然而这些现象非常难以观测,需要等待沉淀以后去掉上清液再次加入大量氨水才能观测到(推荐同时去除一些ppt.因为溶解度的差别其实非常的小)
    - 一个偏门的办法是——比走廊瓷砖黄的是碘,没有走廊瓷砖黄的是溴
- 氨水和氢氧化钠测试
  - 主要用于测试金属阳离子,需要注意: 首先应该微量加入,倾斜试管并且保证不晃动, 否则局部情况下可能导致络合物溶解(某些ligand属于不太稳定的类型)
  - 对于我校试剂,有时候过量 = 加半瓶 (Rua!)
  - 注意: 对于氨水应该先确定其浓度以保证实验质量(这里不推荐闻,但是可以作为判断标准)
  - Mn2+类似屎黄色的奇怪颜色叫做Off white,其它颜色的区分度则比较高
  - 其它详细情况参见附表和附图
- 关于颜色的对比
  - 无论是什么颜色,都需要把溶液/颗粒放到白色背景去对比。某些气体(NO2)可能在背景上才有可以分辨的颜色。一些沉淀和一些浓度较低的溶液也可能在白色背景中才有可以观测的颜色。在滴定的时候也是一样的道理,因此这一点尤其需要注意。

#### 其它

- 在有些时候可能会需要自行设计一个实验,在这个情况下需要做的事情是反复比较目标 试剂的不同并且根据附表所给的各个试剂进行cross-referencing和validation,选择两种 试剂的交集进行实验,或者先行排除一种,再具体判断另外一种
- 在一般情况下所给的FA x有可能属于需要过滤水溶性和非水溶性混合物的,在这种情况 下出于时间考虑建议进行并行处理,优先级分配给别的实验直到过滤完毕(建议通读试卷)
- 一般来说identified的时候需要写**离子形式**,具体情况请看题目决定

# Heating & Thermodynamics:

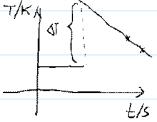
- 关于加热物质测量反应质量(氧化物质量)
  - 操作方面需要注意的事项比较多,否则可能无法得到一个理想的结果(但是 这并不影响因为你完全可以高斯一个结果进去)这里指出几个比较容易跳进 去的坑
  - 第一是实验材料方面,一定要确定提供给你的材料表面没有覆盖的氧化膜或者其它异物(在本实验里面主要提供的就是Mg,因此用砂纸磨掉这层氧化膜是相当关键的一点)
  - 实验材料的选取一般以实验提供的量为准,但是建议尽量选取在3-5cm长度的材料(在这个长度的实验误差处于可以接受的范围,而更长的材料由于实验时间的延长可能导致做不完,以及对于氧气的消耗增大而导致开盖次数的增加)可能会导致你的数据需要高斯的帮助,在这里为了不浪费时间需要注

意这一点。测量质量的时候切记需要画表

- 第二是实验的操作方面,首先是Bunsen burner的火一定要开大,不然一是反应温度可能较慢抵达,二是实验时间也大大增加,从而导致无法给出准确的数据。在实验操作的时候要求你每隔半分钟开盖一次(这个属于正常操作,具体时间间隔请看试卷),这是因为需要补充反应完的氧气和检查是否完成了反应。请注意用坩埚钳开盖的时候一定不能完全打开,否则一部分反应中的氧化物可能溢出(表现为白色的烟冒出)在实验的时候如果观察到了这一现象或者反应物仍然表现出了燃烧的现象,说明并没有完成反应,盖上盖子继续等待。
- 反应完毕测量重量的时候,一定要等待冷却到室温(猛男可以尝试暴力冷却手段,比如空调冷却法或者液相冷却)的时候才能上秤测量,否则由于校准的不同会导致没有准确测量到质量从而造成实验误差。此时盖子上可能沾上了部分氧化物(白色的膜),因此和之前一样需要带盖子测量(不要手欠去刮! (╯ \□')╯ ———)
- 如果有剩余时间做,可以多次重复直到测量不出质量变化为止(其它实验也是同样的道理,比如说滴定)这个实验的improvement主要就是在这一点上(开盖的泄露难以避免,各位同志准备高斯)

#### • 关于反应热的计算

- 另一个常见的热力学实验是反应热的计算,核心方程主要就是一点:Q = mcΔT (m是总的溶液质量,可以由ρV计算而来,c是比热容,等于4.18J/gK,而T这里不关心是不是热力学温标K(都符合依数性)),大部分实验都是建立在这个基础上的(实际上是个恒压反应,恒容的我们没有条件做(你想想氧弹多危险))
- 这个实验的难点主要是"假想"反应热,即根据冷却曲线推断出来的反应时升温。这个实验主要假设冷却的过程时恒定的(符合牛顿线性冷却律),因此反应时的理论温差可以通过冷却曲线反推而出(由于总热量变化一定),得到理论上的总温度变化以后就可以通过核心方程计算反应生成热了
- 操作上面需要注意的点主要是保持一致性和尽量隔热。保持一致性意味着你不能一会搅拌一会不搅拌(这样反应物一会均匀一会不均匀),而我建议尽量都要搅拌提升精确度,准确的记录下数据(注意温度计的精度是带一位小数点的!),然后再根据曲线画图。有一个比较诡异的地方是如果你的温度变化曲线比较不合作(比如说不是线性或者根本就不



降温),比较罕见,但是需要一些特殊的处理技巧(line of best fit,这里可以是curve! ,并且应该只选取出现了冷却走势的点(特殊情况下平缓的点也可以考虑))最后的温度差应该是反应前和加入反应物瞬时的曲线两者之间在该时间点上的温度差

• 主要难点就是这些,然而最后一问有可能涉及到实验的改进问题:这里有两个思路:第一个是提升实验本身的精度,比如说改用pipette量取液体之类的,第二是隔热以增加可信度,添加盖子之类的)

## Reaction Kinetics:

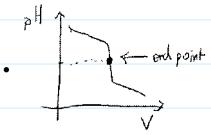
### • 反应速率的相关实验

- 这个实验属于做烂的那种非常简单的实验,对于反应速率的测量主要集中在 颜色变化或者产物浓度变化方面。主要考试内容只包括颜色变化,因此我们 的结果通常不是非常的符合真实结果。
- 这里要掌握的主要就是一致性(CIE给你的那张带字的小卡纸),如果你认为 反应完成的记录时间是看不见小字,那你就要保持一致性的使用这个标准, 这样子大部分情况下足够得到正确的数据了。其它的一致性包括该晃动的时 候要晃,不该晃的时候别瞎搞等等
- 诸位切记手需要快,该停表是就停表,不然追悔莫及啊(注意秒表的s.f.可能和实际问题不是特别的相称,需要保证在data ploting的情况下拥有一位小数即可,一般两位的figure是用不到的,但是仍然建议写)
- 除此之外主要就是各种improvement question了,这里主要就是讨论end point judging inaccuracy从而使用colorimeter等等来提高精度就能有效的解决 问题之类的,当然也可以老生常谈的measuring cylinder-> pipette->burette 这样子

### Titration:

### • 酸碱中和滴定

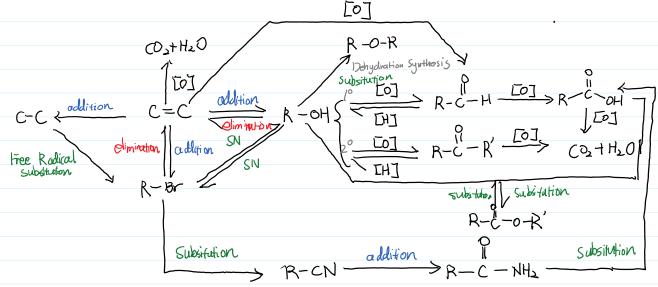
- 这个实验是相当常见的一个实验。到了AS level需要学习的东西相比IG又有了一些增加,比如说更加严格的要求了格式的定义等等。这里尽量全部列出方便诸位
- 第一是格式方面的要求: 画表记录数据。表的row应该包括final reading/cm^3 | initial reading /cm^3 | change of volume/cm^3 这是无论做哪种类型的实验都需要写下来的。而且注意: rough的数据也需要记录在给定的表格里面,否则会扣分(而且rough不能当作真实实验数据用在最后titrated volume的确定里面,否则你就gg了)做titration的时候有一条离奇的规定需要高斯: 在burette的读数里面必须要出现0.05的值,否则就要扣分(会以为是fake result,但是我们需要fake一个fake result)同样需要强调的是burette的读数问题: burette的accuracy是0.05,因此需要写上两位小数! (平视读数之类的问题我就不谈了)

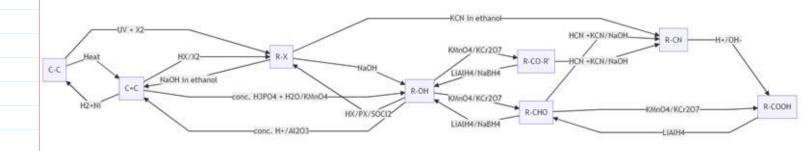


第二是titration的end point问题。重所周知学校的试剂不是特别的好,因此需要特别注意。对于比较好康的酚酞我就不讨论了,总之你们看到它变色的时候记录就好了,但是这里要讨论的甲基橙简直就是色盲检测器…这是因为甲基橙的end point橙色和它的红色差不多,所以特别难看出橙色的痕迹,这里建议是搞一个reference在边上,如果颜色和reference有区别同时又还没有变成黄色,说明是正确的颜色(尽量少的红色,需要注意的就是如果你已经到了黄色说明你加多了!)在滴定的时候需要和rough做对比,我的建议是在第一次的时候取个大概的值,然后减去1-2cm^3,在这个volume之前可以疯狂的加,在这个volume之后需要一滴一滴的加,最后取变色那一瞬间的volume作为reading

• 第三是如何判断是否已经做完了规定数量的滴定。CIE的官方标准是variation

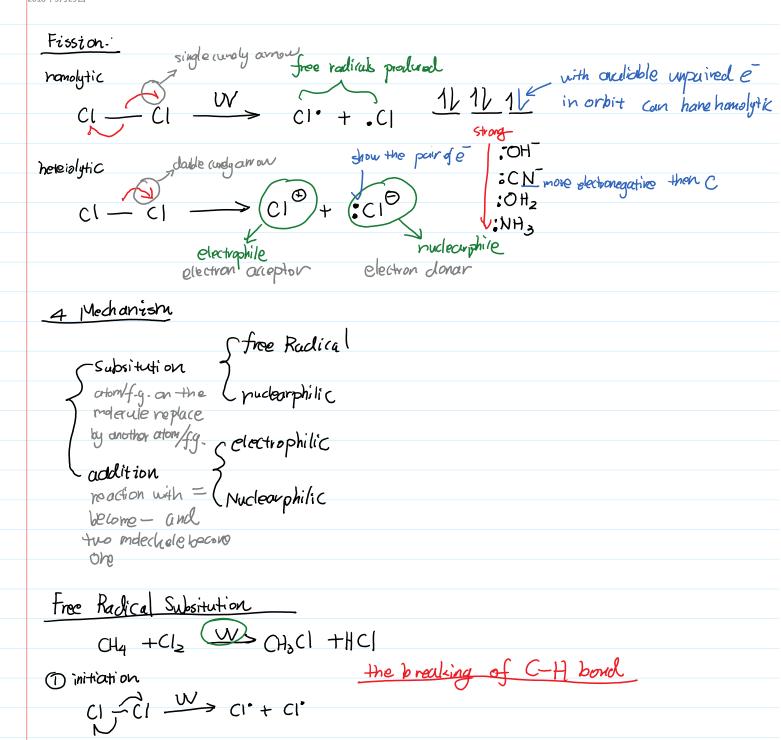
	within 0.1 in two sets of data,因此只要有连续的两次在这个margin里面就算	
	做完了,然后你应该在这两组数据下面打上√并且用他们的平均值作为最后 的titrated volume	
•	第四是一些细枝末节的东西,比如说:化学计量数的问题以及各种factor,这 些部分只能期望你们仔细读题了。需要提及的一点是burette的accuracy是相	
	型部分只能期望你们行组读题了。需要提及的一点定burette的accuracy是相当常考的部分:单词读书variation是0.05,因此一个完整的titration variation	
• 氧化还原滴定	是2次读数*0.05!	
	氧化还原滴定大部分情况和之前的情况类似,这里只需要提及一点就是氧化 还原反应的化学计量数不同,因此在计算的时候需要尤其注意这一点。(大	
	部分情况下都是KMnO4或者NaK2O7之类的试剂所以颜色的判断会非常明	
	显,至于碘钟?我很久没有见过碘钟了)	





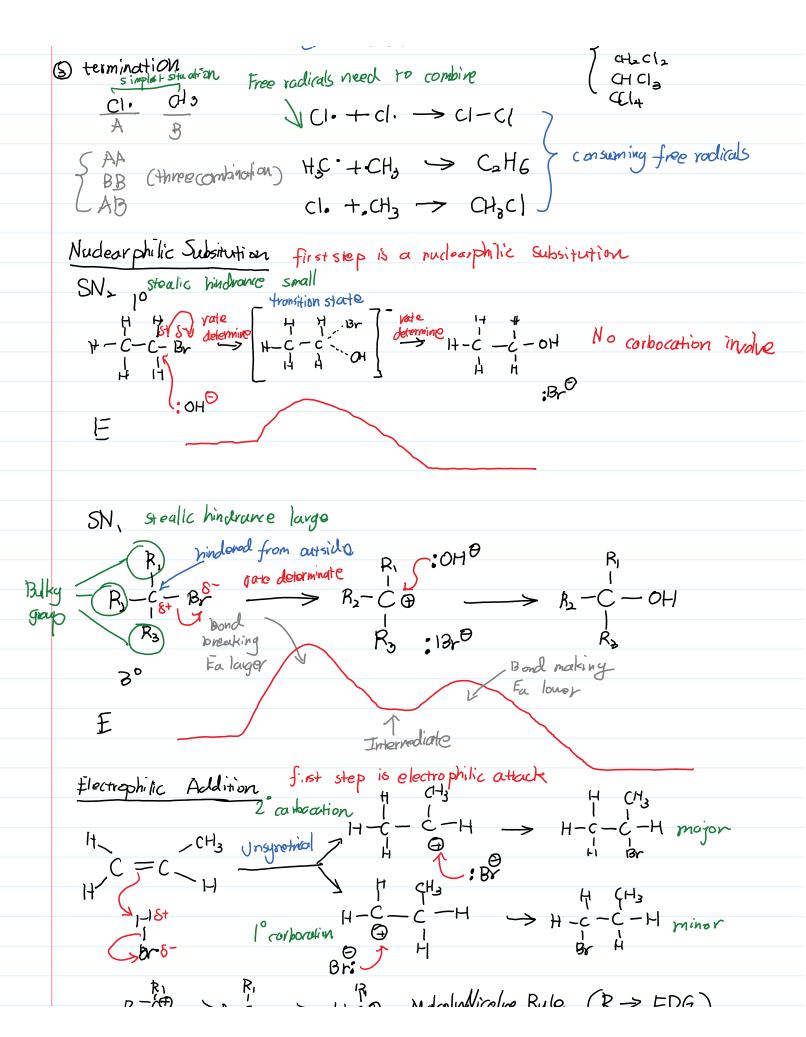
# Organic Revision



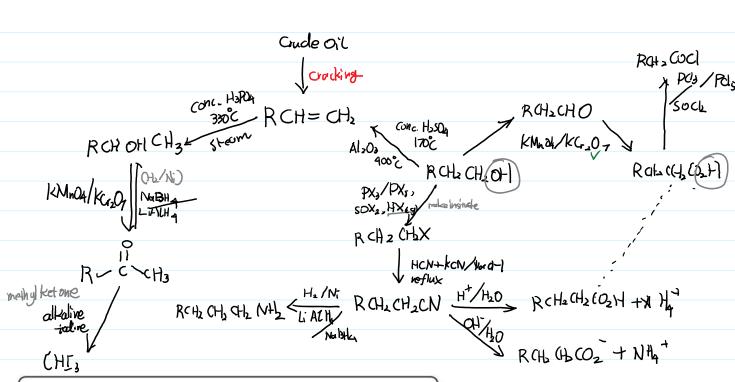


S termination simple + situation

Free radicals need to combine



Crude oil



#### "Degrees of Unsaturation" (or "Index of Hydrogen Deficiency")

• In a hydrocarbon with no double bonds or rings, the number of hydrogens and carbons is related as follows:

#Hydrogens = (2 × #Carbons) + 2

- Each multiple bond *or* ring reduces the hydrogen count by 2, which we refer to as a "degree of unsaturation"
- The degrees of unsaturation in a molecule can be calculated from its molecular formula using the following calculation:

Degrees of Unsaturation = 
$$\frac{2C + 2 + N - H - \chi}{2}$$
  $C = \#$ carbons  $H = \#$ hydrogens  $X = \#$ halogens

- Note that this tells you the sum of [multiple bonds + rings], but does not specify exactly how many multiple bonds or rings are present.
- This simple and fast calcluation is a useful first step to take when confronted with determining the structure of an unknown molecule.

$$CH_3 - C - CH_3 + H_2 NNH_2 \rightarrow CH_3 - C - R + H_2 O$$

$$R = \frac{24 D 14PH}{12 - C - R}$$

$$R = \frac{24 D 14PH}{12 - C - R}$$