

教学教改

燃烧热测定实验仪器的改进

罗伟强¹, 曹琴¹, 袁利娟^{1,2}, 陈春姨¹, 张驰¹

(1. 广西民族大学 化学化工学院, 广西林产化学与工程重点实验室, 广西 南宁 530006; 2. 四川省邻水实验学校, 四川 邻水 638500)

[摘 要] 燃烧热测定实验是普通高校基础物理化学实验中的一个经典实验。针对燃烧热测定实验中存在的燃烧成功率较低、实验误差较大的问题, 从压片技术、实验装置、内桶位置、氧弹底座和点火线连结方式等五方面进行了改进。改进后, 其燃烧成功率可达 96%, 萘的测定相对误差为 0.20%, 提高了实验效率, 取得了良好的教学效果。

[关键词] 物理化学实验; 燃烧热; 测定; 仪器改进

[中图分类号] G4

[文献标识码] A

[文章编号] 1007-1865(2020)19-0170-01

Improvement of Experimental Apparatus for Measuring Combustion Heat

Luo Weiqiang¹, Cao Qin¹, Yuan Lijuan^{1,2}, Chen Chunyi¹, Zhang Chi¹

(1. Guangxi Key Laboratory of Chemistry and Engineering of Forest Products, School of Chemistry and Chemical Engineering, Guangxi University for Nationalities, Nanning 530006; 2. Sichuan Linshui Experimental School, Linshui 638500, China)

Abstract: The combustion heat measurement experiment is a classical experiment in basic physical chemistry experiment in colleges and universities. In order to solve the problems of low success rate of combustion and large experimental error in the experiment of combustion heat measurement, five improvements were made from five aspects, such as tablet pressing technology, experimental equipment, position of inner barrel, oxygen bomb base and connection mode of ignition wire. After the improvement, the combustion success rate can reach 96%, and the relative error of naphthalene determination is 0.20%, which improves the experimental efficiency and achieves good teaching effect.

Keywords: physical chemistry experiment; combustion heat; determination; instrument to improve

物理化学是大学化学中最重要的学科之一, 更是一门研究所有物质的化学行为的机理、规则的学科。物理化学实验是一个与化学、化工、材料等专业密不可分的基础性实验课程。燃烧热的测定就是一个经典的实验, 在教学上不仅可以提高学生们的动手能力, 在科学研究和工业生产上更是有着广泛的应用^[1]。燃烧热是物质在物理化学中一个重要的数据, 该实验的原理是将一定质量的待测样品放置在氧弹中点燃并完全燃烧, 通过测量燃烧前后系统温度的升高和对点火丝产生的热量的校正, 最终得到样品的燃烧热的数据^[2], 实验过程中需要用到一些特殊的仪器, 而一些仪器在设计上有不少缺陷, 学生们使用时会有诸多不便, 测量的结果也会有所偏差, 传统的氧弹式量热计在稳定性和精确度等方面存在问题。本文针对实验中出现的这些问题, 经过思考, 创新, 改进了一些实验装置, 使实验操作简单易行。经过学生实验课堂的使用, 效果良好, 取得了较好的教学效果。

1 压片技术改进

燃烧热的测定实验主要是有压片、充氧、燃烧热测定这三个部分, 其中压片是主要环节之一, 压片的松紧度是点火成功的关键因素之一^[3], 压片太紧, 样品不易点燃, 压片太松, 样品不能燃烧完全^[4]。而且一般压片机是采用手动旋转施加压力, 对操作者的手臂力气有较高要求, 也很难准确量化^[5-7]。本文主要针对压片过程中压片松紧度进行改进, 用有液压压力数值的压片机(型号为: FW-4A 型)替代传统的手动旋转施加压力的压片机进行压片, 通过控制液压压片机上的压力数值来控制样品片的松紧度^[3], 实验表明, 教学实验的压力数值在约 1.2 MPa, 从而保证样品能够完全燃烧。经过实验证明, 此方法易于操作, 压出的样品片松紧度合适, 可以完成燃烧, 燃烧成功率可达 96%, 萘的测定相对误差为 0.20%, 缩短了实验时间。

2 实验装置方式改进

老款的燃烧热测定装置主要由恒温式氧弹式量热计、数显式精密温温差测定仪二部分构成, 做燃烧热测定实验, 实验时间长, 要人工点火、人工记录诸多温度数据, 数据难读准, 眼睛累, 费力, 并通过手工绘图雷诺校正等计算, 会导致测定结果误差较大。本室改用 WHR-15 型实验装置, 该测定装置主要由恒温式氧弹式量热计、量热器为氧弹实验仪 WHR-15 型燃烧热数据采集接口装置、计算机三部分构成。该装置不仅能避免以上这些现象, 还可通过数据采集口和电脑连接, 将整个实验过程的数据传输到电脑中, 再通过其配套的软件进行数据处理, 整个实验过程可通过系

统自动完成^[8-9]。经过 3 年的教学实验实践, 效果良好。

3 内桶位置的改进

氧弹式量热计有外桶和内桶, 内桶放在外桶内的底座三角架上, 底座三角架的边立柱和内桶之间有缝隙, 由于使用一段时间后, 外桶内的底座三角架边立柱支撑不牢固发生了变动, 即内桶放的位置发生变动, 导致内桶与热电偶的位置有变动, 即难保证每一次实验内桶与热电偶的位置一致, 使得测定的温度不准确, 对实验的误差有一定影响。经过实验, 解决内桶位置固定的方法是: 在外桶的内壁上等分三份位置各粘上 1 条带有镂空的有机玻璃方条(镂空是为了减少水的流动阻力), 使底座三角架的边立柱与内桶位置相对固定, 底座三角架的边立柱和内桶之间更紧贴减少了缝隙, 保证内桶位置的稳定性, 使得每一次实验时内桶与热电偶的位置一致, 测定的温度更准确, 减少实验误差。

4 氧弹底座的改进

在测定样品燃烧热测定的实验过程中, 需要把氧弹放到盛有 2500 mL 自来水的内桶中, 原设计是圆形薄的不锈钢支架套在氧弹上放在内桶底部, 由于圆形支架设计欠合理与稳定, 氧弹放上去时有较大的松动, 而且氧弹较重而把圆形支架压变形使氧弹发生倾斜, 使得氧弹与热电偶的距离难以保证每一次相同, 这样测得的温度不准确, 对实验的误差有一定影响。通过实验, 解决的办法是: (1) 换掉金属圆形支架, 在内桶的内壁上等分三份各粘上 1 条带有镂空的有机玻璃方条, 使氧弹与内桶位置相对固定, 保证氧弹位置的稳定性; (2) 在内桶底部 3 块有机玻璃方块, 起到隔离氧弹与内桶的作用。此装置便解决了氧弹将支架压变形以及氧弹容易位置变动的问题, 使得氧弹、搅拌器与热电偶的位置都固定了。这样操作更简单方便, 实验表明, 实验误差减少了。

5 点火线连结方式的改进

点火线是否与氧弹正常连接, 关系到点火的成功与否, 也关系到整个实验的成功与否。在原有的仪器设备中, 连结点火电极的电线是软电线直接通过小插头插在氧弹小孔上, 且点火电线在内桶里没有固定下来, 因此点火电线容易被搅拌器搅拌刮到, 从而使点火电线电极离开与氧弹的连接点, 造成点火失败, 不仅对实验结果有较大影响, 而且教学实验不能在规定的教学计划时间内完成, 浪费老师和学生的宝贵时间, 降低了实验教学效果。经过思考, 改进为: 将点火线一部分电线固定在内桶内上部的位置, 这样与氧弹连结点火电极的电线不会因为受到搅拌流动水力的作

(下转第 175 页)

[收稿日期] 2020-08-25

[基金项目] 广西民族大学校级教学改革工程项目(2016XJGY31), 广西民族大学自治区级大学生创新创业训练计划项目(201910608182), 广西民族大学校级研究生教育创新计划项目(gxun-chxzs2018064, gxun-chxps201774), 广西高等教育本科教学改革工程项目(2020JGZ115)

[作者简介] 罗伟强(1962-), 男, 广西藤县人, 本科, 高级实验师, 主要研究方向为物理化学实验技术。

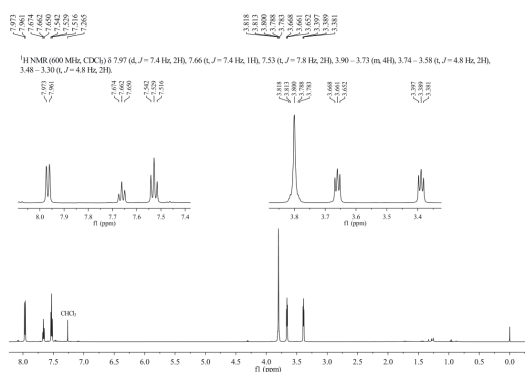


图 4 1-吗啉-2-苯基-1,2-二酮的氢谱图

Fig.4 ^1H NMR of 1-morpholin-4-yl-2-phenylethane-1,2-dione

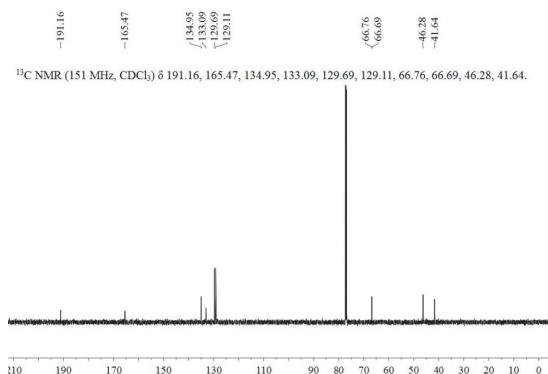


图 5 1-吗啉-2-苯基-1,2-二酮的碳谱图

Fig.5 ^{13}C NMR of 1-morpholin-4-yl-2-phenylethane-1,2-dione

4.4 其他产物的表征结果

1-吗啉-2-(4-甲基苯基)-1,2-二酮：黄色油状，收率 79 %。
IR(KBr, cm^{-1}) ν 3499, 2963, 2922, 2856, 1725, 1677, 1647, 1604, 1572, 1443, 1410, 1363, 1287, 1270, 1221, 1177, 1115, 1071, 980, 928, 845, 756, 694, 614, 582, 479, 407; ^1H NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ : 7.85 (d, $J=8.1$ Hz, 2H, Ar-H), 7.32 (d, $J=8.1$ Hz, 2H, Ar-H), 3.81~3.77 (m, 4H, CH_2), 3.66~3.63 (m, 2H, CH_2), 3.39~3.35 (m, 2H, CH_2), 2.44 (s, 3H, CH_3); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 151 MHz) δ : 190.90, 165.69, 146.29, 130.67, 129.83, 129.80, 66.76, 66.69, 46.28, 41.59, 21.93。

1-吗啉-2-(4-溴苯基)-1,2-二酮：黄色固体，收率 86 %。m.p. 136~137 $^{\circ}\text{C}$; IR(KBr, cm^{-1}) ν 3086, 2976, 2919, 2868, 1676, 1626, 1580, 1444, 1397, 1364, 1305, 1276, 1215, 1178, 1113, 1066, 1013, 980, 933, 847, 755, 685, 657, 584, 507, 472,

418; ^1H NMR (CDCl_3 , 600 MHz) δ : 7.83 (d, $J=8.5$ Hz, 2H, Ar-H), 7.67 (d, $J=8.5$ Hz, 2H, Ar-H), 3.81~3.76 (m, 4H, CH_2), 3.66 (t, $J=4.8$ Hz, 2H, CH_2), 3.38 (t, $J=4.8$ Hz, 2H, CH_2); ^{13}C NMR (CDCl_3 , 151 MHz) δ : 189.91, 164.86, 132.50, 131.89, 131.07, 130.50, 66.75, 66.65, 46.30, 41.73。

5 结语

本实验是在前期科学研究的基础上，结合有机化学实验的教学特点，设计开发的一种简单高效，原料便宜易得，反应条件温和，无金属催化剂介入的适合于高年级本科生的综合有机化学实验。其特点在于将实验教学内容与学科发展前沿紧密联系，将实验操作、产品表征及图谱解析的并重，目的是为了让学生关注学科前沿的发展趋势，培养学生的科学创新理念，对学生在实验操作和谱图解析方面进行全面的训练，为今后科学研究打下坚实的基础。

参考文献

- [1]Fusetani N, Matsunaga S, Matsumoto H, et al. Bioactive marine metabolites. 33. Cyclotheonamides, potent thrombin inhibitors, from a marine sponge Theonella sp[J]. Journal of the American Chemical Society, 1990, 112(19): 7053-7054.
- [2]Sheha M M, Mahfouz N M, Hassan H Y, et al. Synthesis of di- and tripeptide analogues containing α -ketoamide as a new core structure for inhibition of HIV-1 protease[J]. European Journal of Medicinal Chemistry, 2000, 35(10): 887-894.
- [3]Yang L, Wang D X, Huang Z T, et al. Cr(III)(salen)Cl Catalyzed Enantioselective Intramolecular Addition of Tertiary Enamides to Ketones: A General Access to Enantioenriched 1H-Pyrrol-2(3H)-one Derivatives Bearing a Hydroxylated Quaternary Carbon Atom[J]. Journal of the American Chemical Society, 2009, 131(30): 10390-10391.
- [4]Zhang C, Jiao N. Dioxygen Activation under Ambient Conditions: Cu-Catalyzed Oxidative Amidation-Diketoneization of Terminal Alkynes Leading to α -Ketoamides[J]. Journal of the American Chemical Society, 2010, 132(1): 28-29.
- [5]Shao Y, Wu Z, Miao C, et al. Mild gold-catalyzed aerobic dehydrogenative coupling of amines and phenylglyoxal derivatives[J]. Journal of Organometallic Chemistry, 2014, 767: 60-64.
- [6]Papp M, Skoda-Foldes R. Phosphine-free double carbonylation of iodobenzene in the presence of reusable supported palladium catalysts[J]. Journal of Molecular Catalysis A: Chemical, 2013, 378: 193-199.
- [7]任相伟, 王光伟, 唐向阳, 等. 不饱和烃在碘催化下一锅法合成 α -酮酰胺[J]. 有机化学, 2015(35): 1733-1738.
- [8]Wei W, Shao Y, Hu H Y, et al. Coupling of Methyl Ketones and Primary or Secondary Amines Leading to α -Ketoamides[J]. The Journal of Organic Chemistry, 2012, 77(17): 7157-7165.

(本文文献格式：任相伟, 张万东. 碘催化下 α -酮酰胺的合成[J]. 广东化工, 2020, 47(19): 173-175)

(上接第 170 页)

用而脱离连接点，保证电压顺利达到点火电极点燃火丝。经过实验表明，可以有效提高燃烧热测定实验点火成功率。

6 结束语

在燃烧热测定实验装置中针对压片技术、实验装置、内桶位置、氧弹底座和点火线连结方式等五方面进行改进后，很大程度上有效提高实验点火成功率，燃烧成功率可达 96 %，解决了长期以来困扰教学实验的问题，减少了实验误差、泰的测定相对误差为 0.20 %，测定更加准确，对学生学习物理化学知识起到了积极的作用。收到了良好的教学效果，有效地提高了实验教学质量。

参考文献

- [1]李森兰, 杜巧云, 王保玉. 燃烧热测定实验研究[J]. 大学化学, 2001, 16(1): 51-52, 57.
- [2]李恩博. 燃烧热测定实验的改进[J]. 河北北方学院学报(自然科学版), 2009, 25(1): 32-35.

- [3]占亮, 宁小媚, 周小松, 等. 设计压片模具提高燃烧热的测定实验成功率[J]. 广东化工, 2018, 45(3): 209.
- [4]黄成, 彭敬东. 燃烧热测定实验技术的改进[J]. 西南师范大学学报(自然科学版), 2013, 38(5): 169-172.
- [5]邱金恒, 孙尔康, 吴强. 物理化学实验[M]. 北京: 高等教育出版社, 2010.
- [6]袁誉洪. 物理化学实验[M]. 北京: 科学出版社, 2008.
- [7]夏颖, 闫淑莲, 徐艳霞, 等. 物理化学实验仪器的一些改进[J]. 继续医学教育, 2015, 29(6): 57-58.
- [8]刘弋璐, 胡晓洪, 梁舒萍. 基于绿色低碳的物理化学实验教学改革[J]. 实验室研究与探索, 2011, 30(8): 0345-0348.
- [9]刘雪梅, 顾雪凡, 王文珍, 等. 从燃烧热的测定实验谈物理化学实验教学的育人理念[J]. 化工高等教育, 2020(3): 113-116.

(本文文献格式：罗伟强, 曹琴, 袁利娟, 等. 燃烧热测定实验仪器的改进[J]. 广东化工, 2020, 47(19): 170)