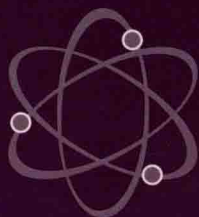


韩山师范学院基础教育研究系列

综合化学实验

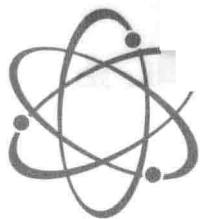


袁明华 主编



暨南大学出版社
JINAN UNIVERSITY PRESS

韩山师范学院基础教育研究系列



综合化学实验

袁明华 主编



暨南大学出版社
JINAN UNIVERSITY PRESS

中国·广州

图书在版编目 (CIP) 数据

综合化学实验/表明华主编. —广州: 暨南大学出版社, 2014. 8
ISBN 978 - 7 - 5668 - 1035 - 9

I. ①综… II. ①衷… III. ①化学实验—高中—教材 IV. ①G634. 81

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2014) 第 110212 号

出版发行: 暨南大学出版社

地 址: 中国广州暨南大学

电 话: 总编室 (8620) 85221601

营销部 (8620) 85225284 85228291 85228292 (邮购)

传 真: (8620) 85221583 (办公室) 85223774 (营销部)

邮 编: 510630

网 址: <http://www.jnupress.com> <http://press.jnu.edu.cn>

排 版: 广州市天河星辰文化发展部照排中心

印 刷: 广东广州日报传媒股份有限公司印务分公司

开 本: 787mm × 960mm 1/16

印 张: 6.25

字 数: 118 千

版 次: 2014 年 8 月第 1 版

印 次: 2014 年 8 月第 1 次

定 价: 20.00 元

(暨大版图书如有印装质量问题, 请与出版社总编室联系调换)

前 言

化学是一门以实验为基础的学科，实验教学不仅传授学生化学知识和训练其实验技能，还培养学生的科学思维、精神及品德。

20 世纪，国内大多地方院校化学类专业的实验课一直是以无机化学实验垫底、物理化学实验盖帽、其余二级学科实验各行其是的概况。该实验体系特点：①实验构建在二级学科的基础上并依附于相应的理论课，实验内容经典但层次不高。②各门实验课均发展了比较完善的实验教学体系，但相互间协调不够以致有低水平的重复。③一方面，实验室规模小，手段落后，仪器设备欠缺；另一方面，仪器设备重复购置现象严重，资源共享困难。

我们结合自身的教改实践，在一级学科的基础上将各二级学科的实验整合为“基础化学实验”，删除不必要的重复内容及部分低水平的实验，将多出的实验课时用于开设“综合化学实验”。我们将“综合化学实验”定位为化学专业类学生在大四进行毕业论文或毕业设计时的过渡或跳板。参加“综合化学实验”讲义编写的教师有衷明华、朱全力、吴云影、任乃林、陈春明、李伟杰、邱永革、郝桂霞、许丽丽、严赞开、张永利、蔡龙飞、黄俊生、赖鹤鋈、才红等，最后由衷明华统稿并定稿。

教材编写力求做到：

(1) 既能立足于地方院校实验条件的实际又能达到综合训练的目



的,实验不仅是化学理论、方法原理的综合,而且是实验方法、仪器设备的综合。

(2) 突出原创,既能训练学生查阅手册、工具书和获取网络资源信息的能力,又能训练学生相互协作的团队精神。

(3) 适当增加新内容、新方法、新技术,开阔学生视野,努力提高学生的实验兴趣,注重创新意识的培养。

(4) 以学生发展为本,多角度训练学生正确选择实验方法、实验条件、仪器和试剂等,使学生具有解决实际问题的基本能力。

由于编者水平有限,书中难免有不足之处,恳请广大读者批评指正。

袁明华

2014年3月于潮州

目 录

前 言	袁明华	1
实验一 三草酸合铁 (Ⅲ) 酸钾的制备及其组成的测定 ... 初玉霞 才 红		1
实验二 三氯化六氨合钴 (Ⅲ) 配合物的合成及组成的测定 ... 李振泉 郝桂霞		5
实验三 三氯化铁氧化法制备二苯基乙二酮	邱永革	9
实验四 安息香的辅酶合成	李伟杰	11
实验五 葡萄糖酸锌的制备	郝桂霞	16
实验六 香豆素-3-羧酸乙酯的制备	李伟杰	20
实验七 天然色素的提取及其稳定性实验	黄俊生	24
实验八 天然产物中多糖的提取、鉴别与含量测定	许丽丽	27
实验九 潮汕功夫茶冲泡技艺的探究	严赞开	30
实验十 氧瓶燃烧—离子色谱测定潮汕植物中氟氯氮硫含量	袁明华	32
实验十一 潮汕植物中微量元素初级形态分析	赖鹤鋈	35
实验十二 潮州瓷土矿的改性及其应用	朱全力	40
实验十三 程序升温考察添加剂对煤燃烧的影响	朱全力	43
实验十四 聚苯乙烯磺酸钠阳离子交换树脂的制备及表征	陈春明	50
实验十五 海藻酸钠的提取、交联及应用	陈春明	54
实验十六 粉体材料表面疏水化改性实验 I	吴云影	57



实验十七	粉体材料表面疏水化改性实验 II	吴云影	61
实验十八	苯的程序升温加氢考察Ⅷ族金属的催化性能	朱全力	64
实验十九	水处理中浸渍型 Cu 系固体催化剂的制备	张永利	71
实验二十	化学修饰电极的制备及性能测试	任乃林	74
实验二十一	化学发光体系的开发及应用	任乃林	79
实验二十二	亲核取代反应过渡态计算	邱永革	82
实验二十三	简单纸芯片检测食品、环境中的有毒污染物	蔡龙飞	87
实验二十四	高效液相色谱法测定饮料中咖啡因含量	许丽丽	90
实验二十五	中学化学实验设计与改进	袁明华	93

实验一 三草酸合铁 (Ⅲ) 酸钾的制备及其组成的测定

一、目的要求

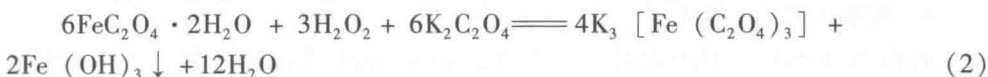
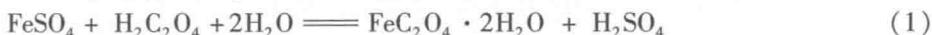
(1) 了解氧化、还原、络合等反应的原理, 掌握三草酸合铁 (Ⅲ) 酸钾的制备方法。

(2) 掌握络合物组成的测定方法。

(3) 熟练掌握溶解、加热、沉淀、过滤以及滴定分析等基本操作。

二、实验原理

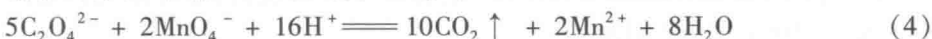
三草酸合铁 (Ⅲ) 酸钾是翠绿色晶体, 可溶于水而难溶于乙醇; 对光敏感, 光照下发生分解; 是制备负载型活性铁催化剂的主要原料。本实验是以 Fe (Ⅱ) 盐为原料, 先制取 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 再通过氧化、络合等多步反应制得 $\text{K}_3 [\text{Fe} (\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 。主要反应方程式如下:



在反应物的混合液中加入乙醇后, 便析出三草酸合铁 (Ⅲ) 酸钾晶体。析出物的组成可用氧化还原滴定法进行测定。

1. $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 含量的测定

$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 含量可直接用 KMnO_4 标准溶液在酸性介质中滴定, 根据消耗 KMnO_4 标准溶液的体积 (V_1) 和浓度计算出 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 的含量。反应方程式如下:

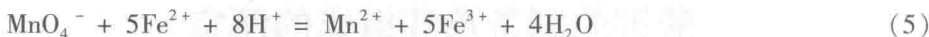


2. Fe^{3+} 含量的测定

Fe^{3+} 含量的测定是采用 $\text{SnCl}_2 - \text{TiCl}_3$ 联合还原法, 先将 Fe^{3+} 还原为 Fe^{2+} , 然



后在酸性介质中,用 KMnO_4 标准溶液滴定试液中 Fe^{2+} 和 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 的总量,再根据消耗 KMnO_4 标准溶液的体积 (V_2) 与测定 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 含量时消耗的体积 (V_1) 以及此标准溶液的浓度计算出试液中 Fe^{3+} 的含量。其滴定反应方程式如下:



为了避免因 Cl^- 存在而发生诱导反应和便于终点颜色的判断,需加入由一定量的 MnSO_4 、 H_3PO_4 和浓 H_2SO_4 组成的混合液。其中 MnSO_4 可防止 Cl^- 对 MnO_4^- 的还原作用; H_3PO_4 可与滴定过程中产生的 Fe^{3+} 络合生成无色的 $[\text{Fe}(\text{PO}_4)_2]^{3-}$ 阴离子,从而消除 Fe^{3+} 对滴定终点颜色的干扰。

三、仪器与试剂

仪器:减压过滤装置、电子天平、玻璃漏斗、酸式滴定管、100mL 移液管、容量瓶。

试剂: $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (基准级)、 KMnO_4 (S)、硫酸亚铁铵(S)、 H_2SO_4 溶液 ($3\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)、磷酸、 $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液 (饱和)、 H_2O_2 溶液 (30%)、 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液 (S)、锌粉、 MnSO_4 。

MnSO_4 混合液:称取 1.5g MnSO_4 溶于 50mL 水中,缓慢加入 13mL 浓 H_2SO_4 ,再加入 30mL H_3PO_4 (85%),再加水稀释到 100mL。

四、实验参考步骤

1. 制取 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

称取 2g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 晶体于烧杯中,加入 20mL 去离子水和 1mL H_2SO_4 溶液,加热使其溶解。然后在不断搅拌下加入 20mL $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液 (2.52g),加热至沸腾。静置,待黄色 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 晶体沉淀完全后,倾析弃去上层清液。晶体用少量去离子水洗涤 2~3 次。

2. 制取 $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

在盛有黄色晶体 $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的烧杯中,加入 10mL $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液,加热至 40°C 左右,缓慢滴加 20mL H_2O_2 并不断搅拌,此时沉淀转化为黄褐色。将溶液加热至沸腾以除去过量的 H_2O_2 。

分两次加入 10~15mL $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$,第一次加入 10mL,然后将剩余的 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 慢慢滴入,直至沉淀溶解。搅拌几分钟后溶液呈翠绿色。加热浓缩除去过量的草

酸,冷却,即有翠绿色 $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ 晶体析出。抽滤,称量并计算产率,将产物避光保存。

3. 产物组成的测定

(1) 配制高锰酸钾标准滴定溶液。配制 500mL $0.01mol \cdot L^{-1}$ 的 $KMnO_4$ 溶液,并标定其准确浓度。

$0.01mol \cdot L^{-1}$ 的 $KMnO_4$ 标准溶液的配制:称取计算量 (0.8g) 的 $KMnO_4$ 溶于 1 000mL 去离子水中,盖上表面皿,加热至沸腾并保持 20 ~ 30min,随时加水补充蒸发损失。冷却后,在暗处放置 7 ~ 10 天,然后用玻璃棉过滤除去 MnO_2 等杂质。滤液贮于洗净的棕色瓶中,摇匀,放置暗处保存。若溶液煮沸后在水浴上保持 1h,冷却后过滤,则不必放置 7 ~ 10 天,可立即标定其浓度。

$0.01mol \cdot L^{-1}$ 的 $KMnO_4$ 标准溶液浓度的标定:准确称取 3 份计算量 (0.1g) 的 $Na_2C_2O_4$ 于 250mL 锥形瓶中,加 40mL 去离子水及 10mL $3mol \cdot L^{-1}$ 的 H_2SO_4 ,加热至 $75^\circ C \sim 85^\circ C$ (瓶口开始冒热气),趁热用待标定的 $KMnO_4$ 溶液进行滴定,滴定至溶液呈微红色,半分钟内不褪色即为终点。平行测定三次,根据 $Na_2C_2O_4$ 的质量和消耗的 $KMnO_4$ 的体积计算 $KMnO_4$ 标准溶液的准确浓度。

(2) 测定 $C_2O_4^{2-}$ 。准确称取 0.1 ~ 0.13g 左右的样品,放入锥形瓶中加入 30mL 水,加入 5mL $MnSO_4$ 溶液和 5mL H_2SO_4 溶液,加热至 $75^\circ C \sim 80^\circ C$,用 $KMnO_4$ 标准滴定溶液滴定至浅粉红色,记录消耗滴定剂体积 (V_1)。平行测定三次,计算 $C_2O_4^{2-}$ 的含量。

(3) 测定 Fe^{3+} 。将上述溶液加入过量的锌粉,待反应完全后抽滤,将滤液转移到锥形瓶中,加入 2mL $MnSO_4$ 溶液、2mL H_2SO_4 溶液,用 $KMnO_4$ 标准滴定溶液滴定至浅粉红色,记录消耗滴定剂体积 (V_2),平行测定三次,计算 Fe^{3+} 的含量。

(4) 计算络合比。根据测得的 $C_2O_4^{2-}$ 与 Fe^{3+} 的含量,按下式计算 $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ 中 $C_2O_4^{2-}$ 与 Fe^{3+} 的络合比。

$$n(C_2O_4^{2-}) : n(Fe^{3+}) = \frac{m(C_2O_4^{2-})}{88.0} : \frac{m(Fe^{3+})}{55.8}$$

五、注意事项

(1) 用 $KMnO_4$ 滴定 $C_2O_4^{2-}$ 时,温度不能超过 $85^\circ C$,否则草酸会发生分解。

(2) 在制取 $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ 中加热浓缩时,若冷却时不析出晶体,



则说明溶液未达饱和，可继续加热浓缩或加入 5mL 95% 的乙醇，即可析出晶体。

(3) KMnO_4 是强氧化剂， H_2O_2 既有氧化性又有还原性，使用时注意安全，避免触及皮肤或衣物。

六、问题与思考

(1) 实验室制备的 $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 应如何保存？为什么？

(2) 测定 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 时为什么要加热？温度是否越高越好？为什么？滴定速度应如何掌握为宜？

(初玉霞编 才红提供)

实验二 三氯化六氨合钴（Ⅲ） 配合物的合成及组成的测定

一、实验目的

(1) 通过合成三氯化六氨合钴（Ⅲ）并测定其组成，进一步理解配合物的形成对金属离子稳定性的影响。

(2) 学会测定配合物组成的一般方法。

二、实验原理

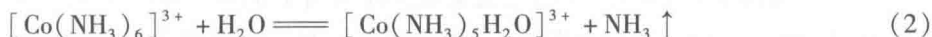
根据标准电极电势，在酸性介质中，二价钴盐比三价钴盐稳定，而在其配合物中，大多数三价钴的配合物比二价钴的配合物稳定，所以常采用空气或过氧化氢氧化钴（Ⅱ）配合物来制备钴（Ⅲ）配合物。

本实验用活性炭作催化剂，在过量氨和氯化铵存在下，用过氧化氢氧化氯化亚钴溶液来制备三氯化六氨合钴（Ⅲ）。其总反应方程式为：

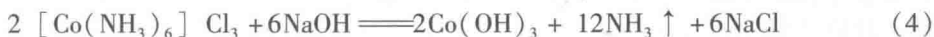


得到的固体产物中混有大量活性炭，可以将其溶解在酸性溶液中，过滤掉活性炭以后，在较高浓度的盐酸溶液中将其结晶出来。

三氯化六氨合钴为橙红的单斜晶体，20℃时在水中的溶解度为 $0.26\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。在 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$ 溶液中存在如下平衡：



从 $K_{\text{不稳}}$ 值可以看出， $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$ 离子是很稳定的，因此在强酸的条件下冷却或强酸的作用下基本不分解，只有加入强碱并在沸腾的条件下才分解，反应方程式为：





在 215°C 时 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ 转化为 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6\text{Cl}]\text{Cl}_2$, 若进一步加热, 高于 250°C 则被还原为 CoCl_2 。

三氯化六氨合钴煮沸时可被强碱所分解, 释放出氨来 [反应式 (4)]。逸出的氨用过量的标准 HCl 溶液吸收, 剩余的酸用标准 NaOH 溶液回滴, 便可测定出氨的含量。 Co^{3+} 和 Cl^- 的含量分别用间接碘量法和沉淀滴定法测定。

除三氯化六氨合钴 (III) 外, 钴 (III) 的氨合物还有许多种, 如 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{H}_2\text{O}]\text{Cl}_3$ (砖红色晶体)、 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$ (紫红色晶体) 等, 它们的制备条件各不相同。例如, 在没有活性炭存在下制得的是 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]\text{Cl}_2$, 在活性炭存在下制得的主要是 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$ 。

三、仪器、药品

仪器: 托盘天平、电子天平、锥形瓶 (250mL, 100mL)、抽滤瓶、布氏漏斗、量筒 (100mL, 10mL)、烧杯 (400mL, 100mL)、试管、酸式滴定管 (50mL)、普通漏斗、玻璃管、胶塞。

药品: $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (固体)、 NH_4Cl (固体)、 KI (固体)、活性炭、 HCl ($6\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)、标准 HCl 溶液 ($0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)、 H_2O_2 (6%)、浓氨水、 NaOH (10%)、标准 NaOH 溶液 ($0.5\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)、标准 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液 ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)、标准 AgNO_3 溶液 ($0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)、 K_2CrO_4 (5%)、冰。

四、实验步骤

1. 三氯化六氨合钴 (III) 的合成

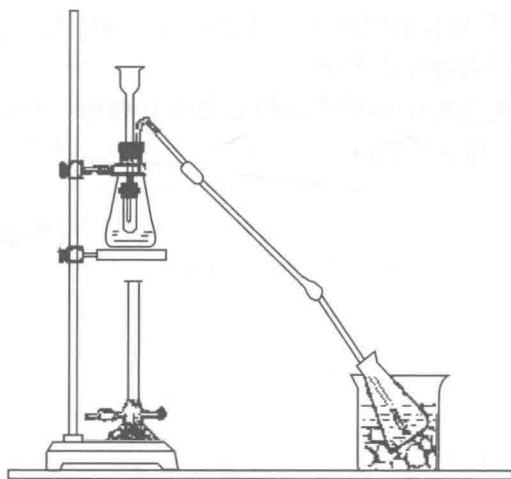
在 100mL 锥形瓶内加入 6g 研细的氯化亚钴 ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)、4g 氯化铵和 7mL 水, 加热溶解后加入 0.3g 活性炭, 冷却, 加 14mL 浓氨水, 进一步冷却至 10°C 以下, 缓慢加入 14mL 6% 的过氧化氢。在水浴上加热至 60°C 左右, 并维持此温度约 20min (适当摇动锥形瓶), 用自来水冷却后, 再用冷水冷却至大量晶体析出。转移至布氏漏斗中抽滤, 用滤液冲洗锥形瓶, 将瓶中沉淀全部转移至布氏漏斗中, 抽干得粗产品。将粗产品溶于含有 2mL 浓盐酸的 50mL 沸水中, 趁热过滤。慢慢加入 7mL 浓盐酸于滤液中, 以冰水冷却, 即有晶体析出。抽滤, 用少量乙醇洗涤, 抽干, 将固体置于真空干燥器中干燥或在 105°C 条件下烘干, 称重, 计算产率。



2. 三氯化六氨合钴的组成测定

(1) 氨的测定。

准确称取 0.2g 三氯化六氨合钴(Ⅲ)晶体,放入 250mL 锥形瓶中,加 80mL 水溶解。然后加入 10mL 10% 的 NaOH 溶液。在另一锥形瓶中准确加入 30 ~ 50mL 0.5mol · L⁻¹ 标准 HCl 溶液,锥形瓶浸在冰水浴中冷却。按图安装仪器,安全漏斗下端固定于一小试管中,试管内注入 3 ~ 5mL 10% 的 NaOH 溶液,使漏斗柄插入小试管内液面下约 2 ~ 3cm。整个操作过程中漏斗下端的出口不能露出液面之上。小试管口的胶塞要切去一个缺口,使试管内与锥形瓶相通。加热样品溶液,开始时大火加热,溶液开始沸腾时改用小火,始终保持微沸状态。蒸出的氨通过导管被标准 HCl 溶液所吸收。约 1h 后可将氨全部蒸出,取出并拔掉插入 HCl 溶液中的导管,用少量蒸馏水将导管内外可能沾附的溶液冲入锥形瓶内。以甲基红(1%)为指示剂,用 0.5mol · L⁻¹ 标准 NaOH 溶液滴定剩余的盐酸,计算被蒸出的氨的量,从而计算出样品中氨的百分含量。



实验二装置图

(2) 钴的测定。

待上面蒸出氨后的样品溶液冷却后,取下漏斗(连胶塞)及小试管,用少量蒸馏水将试管外沾附的溶液冲洗回锥形瓶内,加入 1g 固体 KI,摇荡使其溶解,再加入 12mL 6mol · L⁻¹ 的 HCl 酸化,于暗处放置 10min,此时便发生如下反应:



加入 60 ~ 70 mL 蒸馏水, 用 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的标准 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定析出 I_2 , 从反应式 (5) 的物质的量关系便可计算钴 (Ⅲ) 的量以及它在样品中的百分含量。

(3) 氯的测定。

准确称取样品 0.2 g 于锥形瓶内, 用适量水溶解, 以 5% K_2CrO_4 为指示剂, 用标准 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 AgNO_3 滴定其中的 Cl^{-} 含量, 从而计算出样品中氯的百分含量。

根据上述分析结果, 求出产品的实验式。

五、思考题

(1) 三氯化六氨合钴 (Ⅲ) 配合物制备过程中在水浴上加热 20 min 的目的是什么? 可否加热至沸腾?

(2) 加入 H_2O_2 和浓盐酸时都要求慢慢加入, 为什么? 它们在制备三氯化六氨合钴 (Ⅲ) 过程中各起什么作用?

(3) 在测定氨的装置中小试管口的胶塞没有切掉一个缺口, 或漏斗口没有插入试管内碱液中, 各有何影响?

(李振泉编 郝桂霞提供)

实验三 三氯化铁氧化法制备二苯基乙二酮

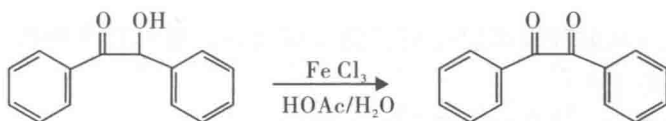
一、实验目的

通过学习本实验并掌握采用三氯化铁氧化安息香制备二苯基乙二酮的方法，进一步巩固回流加热反应、抽滤、重结晶等基本操作，熟悉熔点测定仪的使用操作。

二、实验原理

二苯基乙二酮，也称联苯甲酰、苯偶酰、联苯酰、二苯酰，可用作有机合成中间体；紫外光照射下，二苯基乙二酮裂解为自由基，引发聚合物链间交联，因此可用作光引发剂（光敏剂）使聚合物固化；另有研究表明，二苯基乙二酮是羧酸酯酶的选择性抑制剂，可用作杀虫剂。

二苯基乙二酮可先由苯甲醛通过安息香缩合制得安息香，再经氧化剂硝酸、硫酸铜、三氯化铁等氧化制得。本实验直接以安息香为原料，在冰醋酸水溶液中采用三氯化铁作氧化剂，粗产物通过酒精重结晶提纯后得到最后产品。反应式如下：



三、试剂及仪器

试剂：安息香（自制）、 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、乙醇（95%）、冰乙酸。

仪器：三口圆底烧瓶（100mL）、回流冷凝管、电热套（带搅拌装置）、温度计、布氏漏斗、抽滤瓶、熔点测定仪、烧杯等。



四、实验步骤

在 100mL 三口圆底烧瓶上装上回流冷凝管和温度计，加入 10mL 冰乙酸、5mL 水及 9.00g (约 33mmol) $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ，搅拌加热至沸腾。停止加热，稍冷后，加入 2.12g (10mmol) 安息香，继续加热回流 1h。在有条件的情况下，可采用硅胶板薄层层析监测反应过程，用适当溶剂（如正己烷/乙酸乙酯）展开，用紫外灯或者高锰酸钾溶液显色后，观察原料点和产物点的变化，当原料基本消失时，表示可以结束反应。

反应完成后，加入 50mL 水，重新煮沸后，将反应液冷却至室温，有黄色固体析出。抽滤，并用冷水洗涤固体 3 次。粗产品约 2.00 克，产率约 95%。

粗产品用 95% 的乙醇重结晶，产品充分干燥后，称重，用熔点测定仪测定产物熔点。产物一般为淡黄色晶体，产量约 1.7g，产率约 80%，熔点文献值 $94^\circ\text{C} \sim 95^\circ\text{C}$ 。

五、注意事项

(1) 溶解 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 于醋酸水溶液时，由于溶质较多，最好采用电动搅拌，也可以一边慢慢加热一边加入固体。

(2) 在冷却析出粗产品时，可以适当搅拌，防止析出的产物结块，包裹杂质。

六、思考题

(1) 如果采用硅胶板薄层层析监测反应过程，原料和产物的比移值 (R_f) 哪个会大些？为什么？

(2) 如何确定重结晶时溶剂乙醇的用量？

(3) 反应时加入水与冰醋酸形成混合溶剂，以及反应结束后加入水的目的是什么？

(邱永革提供)