



簡易熱變色固體的製備

(2021/03.17 修訂)

■ 洗淨烘乾(乾淨乾燥)：

- 1支試管、1支玻璃滴管、2支有蓋玻璃試管
置 100 mL 燒杯 (貼組別標籤)

■ 領取專用器材：

- 1 個保麗龍湯杯 (冰浴用)
- 2支有蓋玻璃試管 (廢液與平衡用)
- 4個黑色塑膠蓋
- 1 支溫度計

■ 準備個人器材：

- 玻棒、試管、藥杓、100 mL 燒杯
- 離心機 (放置遠離水槽側)

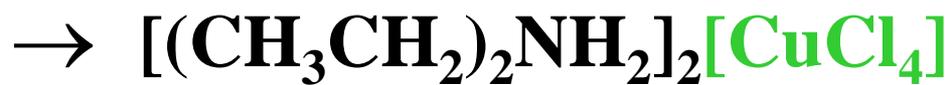




實驗目的與學習技能

實驗目的

- 以氯化二乙基銨及氯化銅製備四氯銅雙二乙基銨鹽



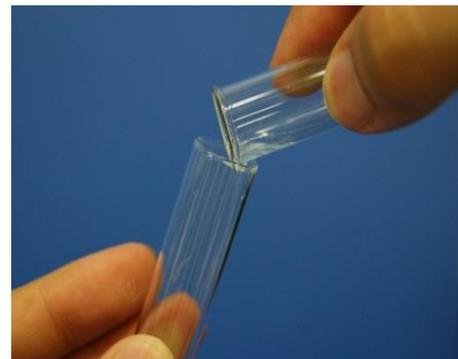
- 觀察其熱變色特性及轉變溫度

實驗技能

- 試管震盪器
- 離心、傾析
- 結晶、溫度測定



試管震盪器



傾析分離

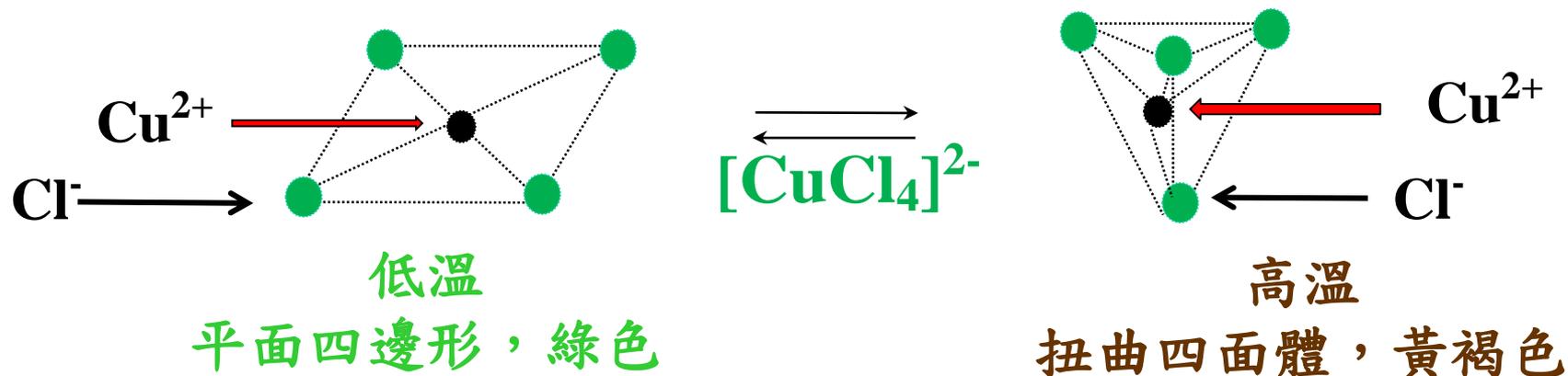


實驗原理

■ 熱變色固體 (thermochromic material)

- 當溫度改變時，顏色會隨而變化的物質
- 分為連續性熱變色和不連續性熱變色兩類

■ 四氯銅雙二乙基銨鹽 $[(\text{CH}_3\text{CH}_2)_2\text{NH}_2]_2[\text{CuCl}_4]$



錯合物變色原因可能是由於中心金屬四周的配位幾何形狀、配位數或配位子的改變，致d軌域分裂能 (Δ) 改變所造成 (參考實驗14原理晶場論)

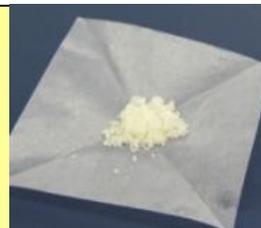


步驟1~2. 合成產物

注意：藥品**易潮解**，用後瓶蓋關緊

離心管（洗烘冷卻） +

*所有器皿需乾燥無水



+



氯化二乙基銨

無水氯化銅

核對取量

0.002 mol (0.22 g) **0.001 mol (0.13 g)**

↓
1.0 mL 異丙醇（定量液體分注器）

↓
玻棒攪拌至完全溶解

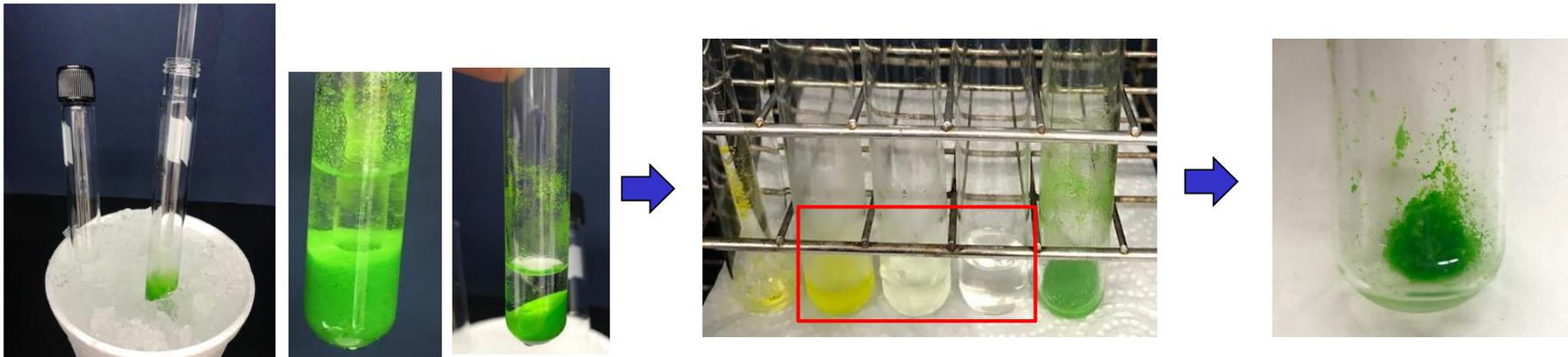
↓
冰水浴中持續攪拌長晶

- ◆ 觀察**顏色變化**
- ◆ 用烘乾試管裝5 mL 乙醚（排煙櫃，分注器）塞血清瓶塞**並冰浴**⁴





步驟 3~7. 清洗及收集結晶



◆ 清洗

- ◆ 冰浴中讓結晶完全
- ◆ 離心分離去除上層有機液
- ◆ 加約1 mL冰冷乙醚於產物
- ◆ 以玻棒/試管振盪器混合，充分清洗後再度冰浴，離心分離

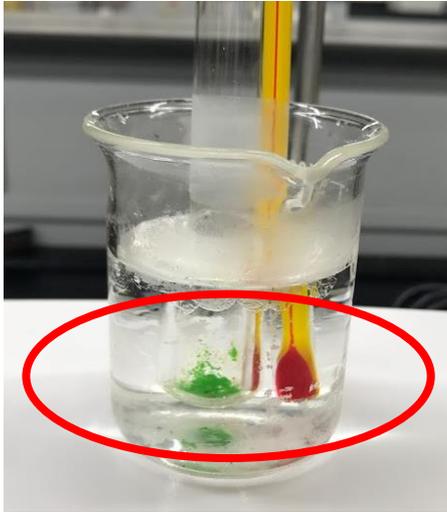
- ◆ 重複清洗數次至上層液呈無色
- ◆ 有機廢液集中於同一試管並蓋緊

◆ 乾燥

- ◆ 取部分產物於乾試管
- ◆ 於排煙櫃中以吹風機冷風吹乾產物至粉末狀



步驟 8~9. 測量熱變色溫度範圍



溫度計置水浴中央
勿碰觸杯底或器壁

變色溫度範圍？
可逆？

- ◆ 含樣品之試管以膠帶（橡皮筋）**固定**於溫度計上
- ◆ 試樣與溫度計的測溫球同高度
- ◆ 放入100 mL燒杯之冷水浴中
- ◆ 加熱觀察記錄**熱變色溫度**（勿加熱過快）。
- ◆ 再轉置於冰水浴中，觀察熱變色是否可逆



實驗注意事項（精簡報告）

- ◆ 反應物**易潮解**，稱取後蓋好瓶蓋
- ◆ 排煙櫃中乙醚瓶可放在冰浴盆中，以降低揮發性
- ◆ 每次離心前均先將裝產物的有蓋試管置於**冰水浴中降溫**
- ◆ 離心時，有蓋玻璃試管放鬆蓋子等重並對角線平衡放置
- ◆ 加熱試管時**勿加蓋**，以免溶劑揮發時試管破裂
- ◆ 實驗廢棄物須回收
 - ◆ 有機廢液→先集中於試管→**有機廢液**回收桶
 - ◆ 固體產物加**少量**水溶解→**重金屬**廢液回收桶