

安全教育方面

化学实验室的一般要求：

- 1、进入实验室前先弄清楚实验所在位置，朝向，搞清楚疏散路线和**安全通道位置**，发生紧急情况不可使用电梯等。
- 2、实验室走廊里有紧急喷淋和洗眼装置，同学们要知道使用方法。
- 3、**规范和强调实验室着装要求**：必须穿着长袖实验服、长裤和便于行走的鞋子，不可以穿短裤（包括七分裤，九分裤等），不可穿裙子，不可穿凉鞋（简单的说不可露出皮肤，以免药品试剂洒落时受到伤害）；不可以穿高跟鞋（不便于遇到紧急情况的疏散），长头发要扎起来。等等。
- 4、实验时不可分心，**不做与实验无关的事情（玩手机，接打电话，聊天，喧哗）**。
- 5、不在实验室内吃东西、喝水等。

物化实验室特别要强调的：

- 1、物化实验室使用仪器比较多，有些仪器有高压（如电泳），一定要注意**用电安全**，实验中要注意力集中。
- 2、电源线接插要合理，不要在同一个插座上连接过多大功率电器（如恒温槽等），不要生拉硬拽电源线，不要泡在水中。
- 3、如遇到有裸露的带有较高电压的电线，一定要通知老师及时处理。
- 4、实验结束时要**首先将仪器上的旋钮调到0**（除非有其他要求），**关闭仪器上的电源开关**，最后再拔下所有电源插头。
- 5、**注意高压气体安全**，对于学生来说，主要是开钢瓶时，不要正面对着气压表，以免发生表头破裂造成伤害，**高压气体使用结束必须关闭**。（阀门从上看：逆时针开，顺时针关；**先开总阀再开分压阀；先关分压阀再关总阀，最后将表头内的余气放掉！**）
- 6、**实验室要保持通风**，尤其是使用液氮、氮气等试验的，必须开门做实验，以免造成窒息。
- 7、**书包不要乱放**，首选放在5楼通道内的存包柜中（硬币一元，用完退币），实验室内有专门的存包柜（有标注），只拿出必要的文具，**书包严禁放在试剂桌上**。
- 8、**冷凝水不要开得太大**，只要有流动的水流即可，橡皮管要可靠的通到小水槽中，防止溅到对面的仪器上，造成触电危险。

实验室卫生整洁方面

- 1、实验过程中，化学药品称量结束，**立刻清理电子天平和试剂桌**；
- 2、任何情况下都**不允许将杂物投入水槽中**（包括试剂架下的小水槽），如有杂物立刻清理，杂物和吸水纸请先放在贴有“杂物”字样的大烧杯中，实验结束后倒入垃圾桶；
- 3、**去离子水桶**：请让男同学抬到水池边上，桶口朝向水槽，取用时去离子水瓶必须在水槽内，以免水撒到地面、地面湿滑，有摔伤的隐患；
- 4、去离子水用完后，要求同学找到原来的盖子盖好，把**空桶拿到5504门背后，更换满桶**。
- 5、**实验桌要保持整洁有序**（这也是实验安全的需要）；
- 6、**实验结束后要打扫卫生**：所有使用过的玻璃仪器必须清洗一遍（先用自来水洗，最后用去离子水润洗，除非有特别要求不需用水清洗的，比如双液系实验），先关闭所有电器自身的电源开关，然后拔下插头；用过的仪器按原来的位置整洁放好，注意每个实验组成套放置，**不要乱拿乱放**。
- 7、**实验结束后**关窗、关空调、关灯、关门。

物化预习报告格式（准备一个作业本）

一、实验目的

二、实验原理（主要概念以及公式，不要照抄课本！）

三、实验步骤（按照您写的可以脱离教材做实验，不可太简单！）

四、数据记录表格

物化实验报告格式

一、实验目的

二、实验原理（主要概念以及公式，不要照抄课本！）

三、仪器与试剂

四、实验步骤（按实际操作过程书写，不可太简单！）

五、数据记录

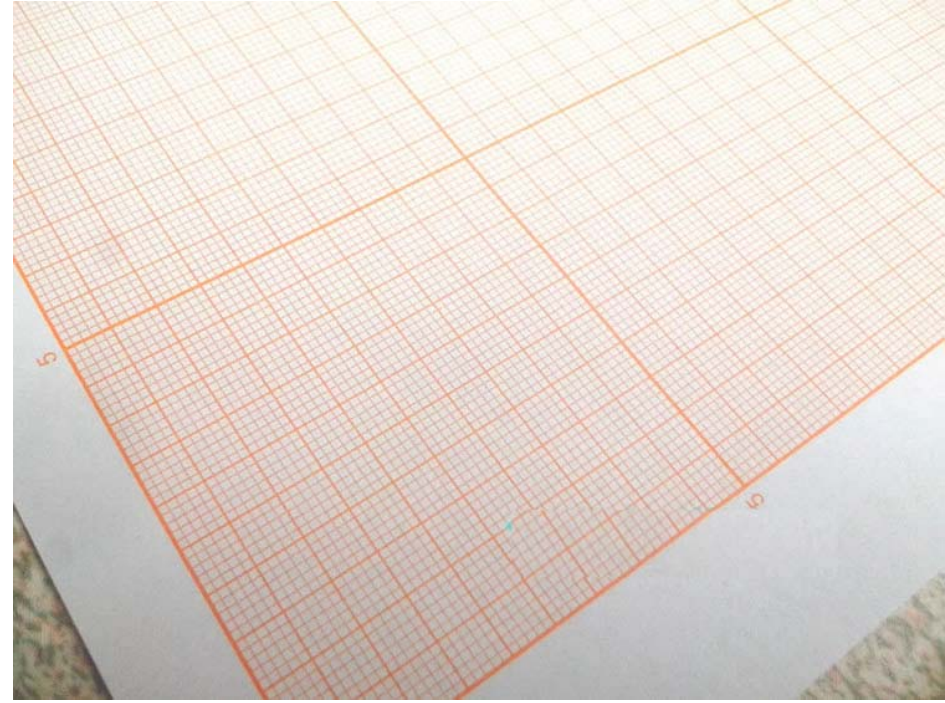
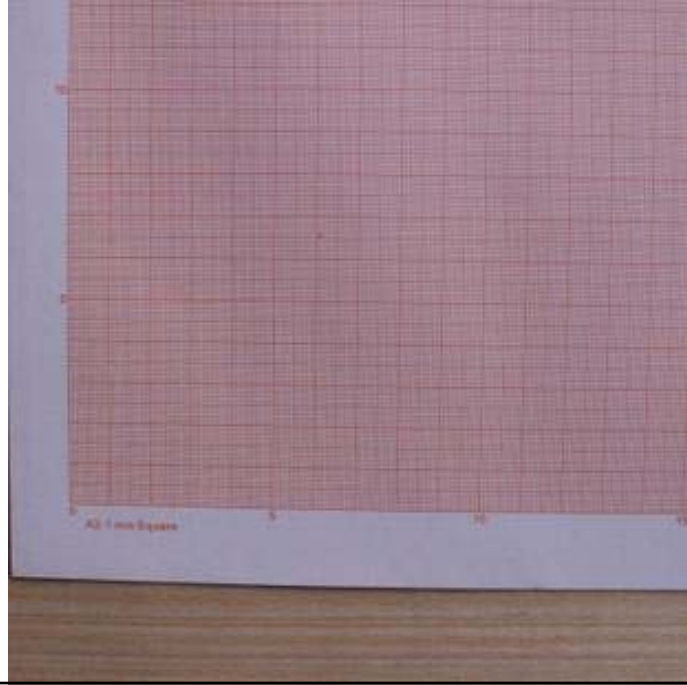
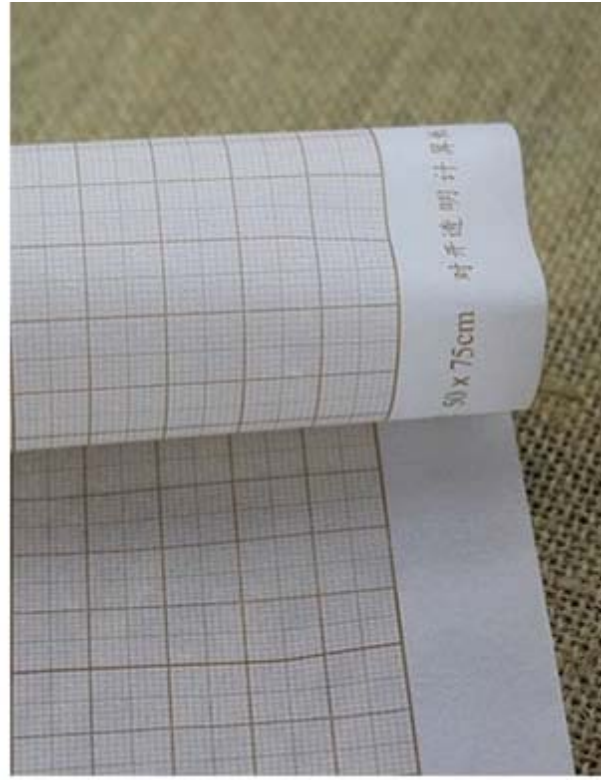
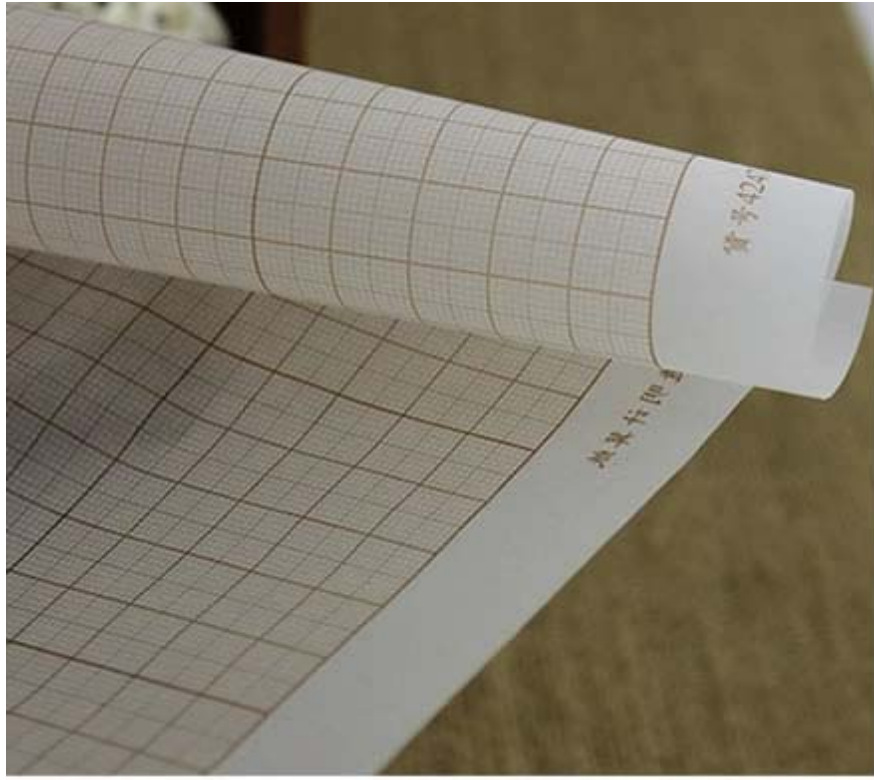
六、数据处理（详细计算过程）

七、误差分析或实验注意事项与体会

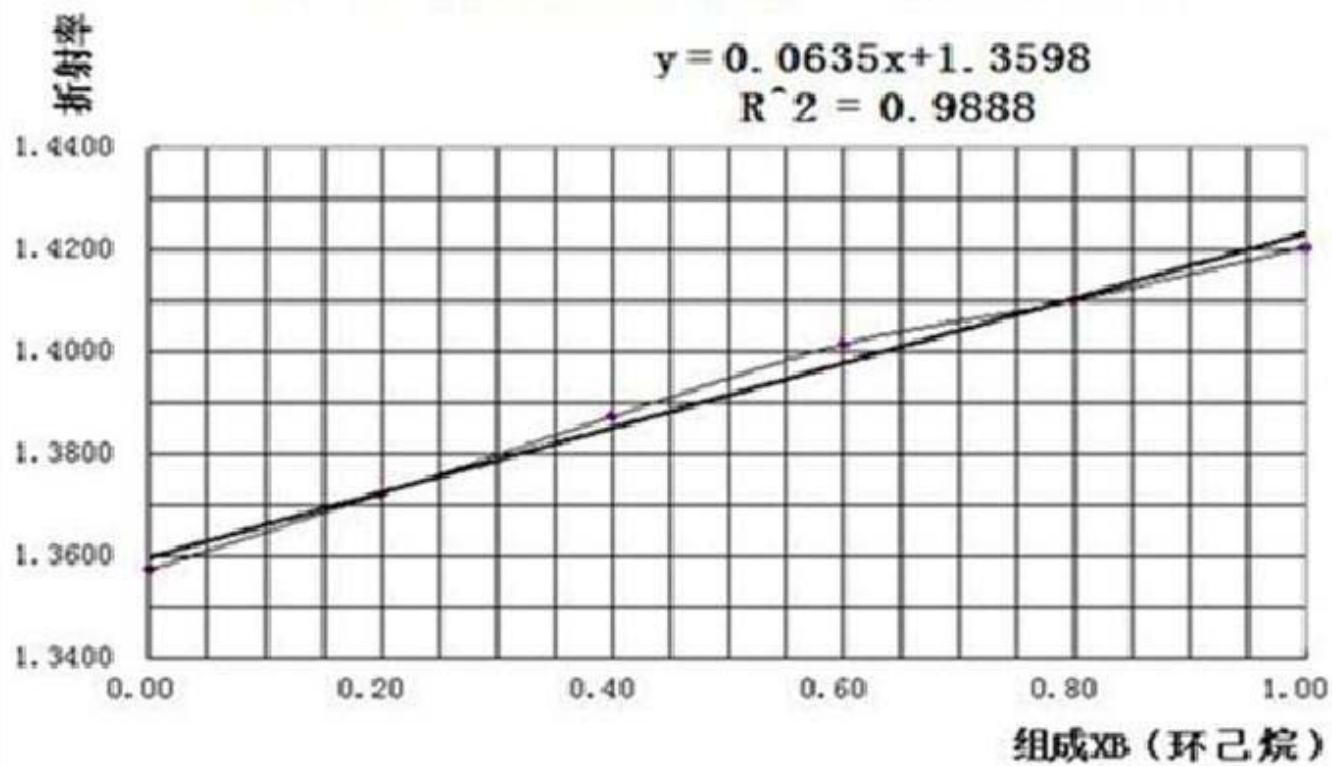
八、思考题

特别注意：

- 1、作图必须用坐标纸或电脑（origin软件）打印出来；
- 2、做实验两人一组（大组内可自由组合），即使数据是相同的，也需独立处理数据，一旦发现抄袭，退回重写！

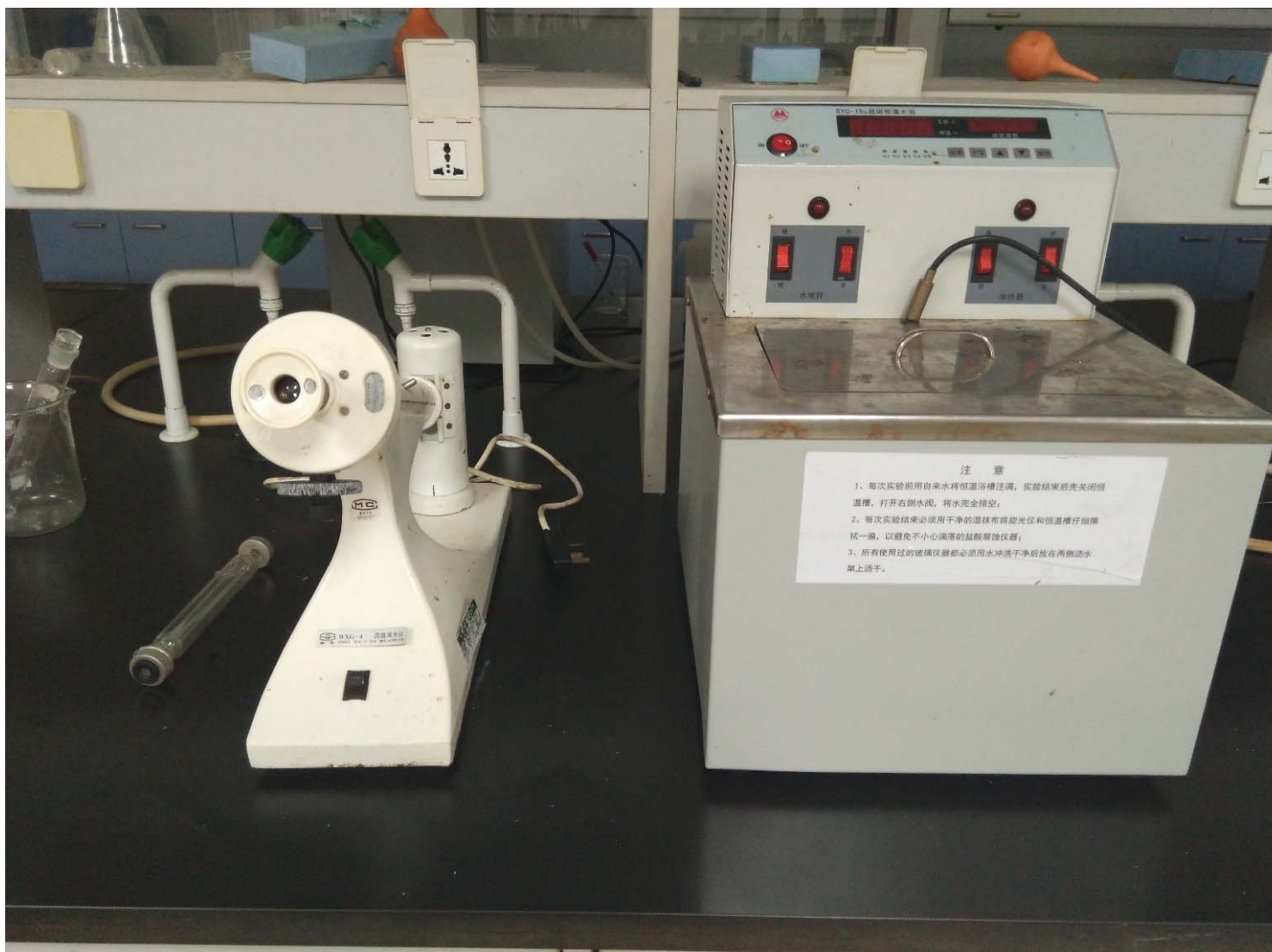


乙醇—环己烷标准溶液的折射率与组成的关系曲线



物化实验一

旋光法测定蔗糖转化反应的速率常数P90



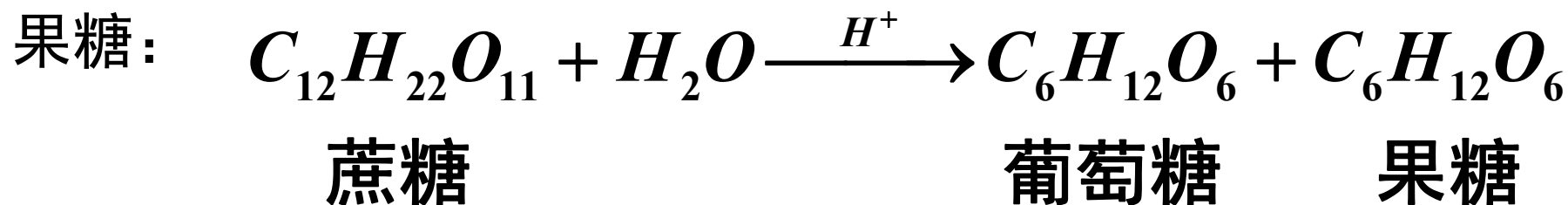
一、目的要求

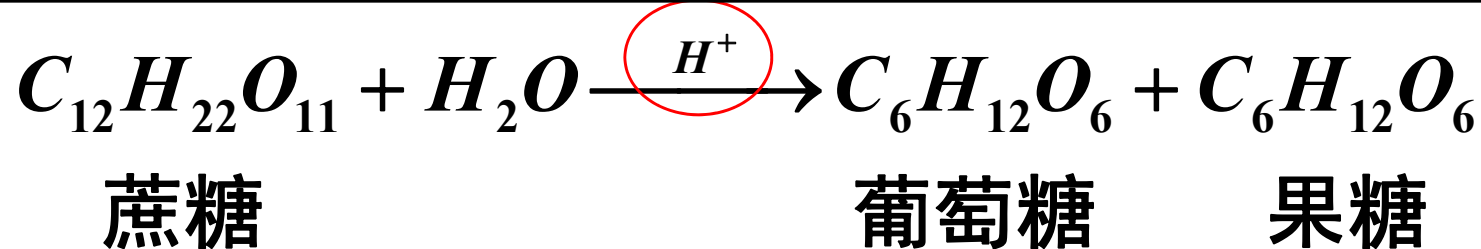
1. 测定蔗糖转化反应的速率常数和半衰期。
2. 了解该反应的反应物浓度与旋光度之间的关系。
3. 了解旋光仪的基本原理，掌握旋光仪的正确使用方法。

二、实验原理

蔗糖是从甘蔗内提取的一种纯有机化合物，也是和生活关系最密切的一种天然碳水化合物，它是由D-(-)-果糖和D-(+)-葡萄糖通过半缩酮和半缩醛的羟基相结合而生成的。

蔗糖经酸性水解后，产生一分子D-(+)-葡萄糖和一分子D-(-)-





$$r = k'[H^+][H_2O][C_{12}H_{22}O_{11}] = k[C_{12}H_{22}O_{11}] \quad \text{假一级反应}$$

一级反应的速率方程为：

$$-\frac{dc}{dt} = kc \quad (1)$$

式中： c 为时间 t 时的反应物浓度， k 为反应速率常数。

积分可得：

$$\ln c = -kt + \ln c_0 \quad (2)$$

式中： c_0 为反应开始时反应物浓度。

当 $c = \frac{1}{2}c_0$ 时的时间 t 可用 $t_{\frac{1}{2}}$ 表示, 即为反应半衰期

$$t_{\frac{1}{2}} = \frac{\ln 2}{k} \quad (3)$$

因为蔗糖及其转化产物都具有旋光性，而且它们的旋光能力不同，故可以利用体系在反应进程中旋光度变化来度量反应进程。本实验通过测定反应液的旋光度来求得蔗糖水解反应的速率常数 k 和半衰期 $t_{1/2}$ 。

测量物质旋光度所用的仪器称为旋光仪。溶液的旋光度与溶液中所含旋光物质的旋光能力、溶剂性质、溶液浓度、样品管长度及温度等均有关系。当其它条件均固定时，旋光度与反应物浓度呈线性关系，即

$$\alpha = b c \quad (4)$$

式中的比例常数 b 与物质旋光能力、溶剂性质、样品管长度、温度等有关。

物质的旋光能力用比旋光度来度量，比旋光度用下式表示：

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha \cdot 100}{l \cdot c_A} \quad (5)$$

- 式中 $[\alpha]_D^{20}$ 右上角的“20”表示实验时的温度为20℃，D是指用Na光源D线的波长（即589nm），
- α 为测得的旋光度（°），
- l 为样品管长度（dm），
- c_A 为浓度（g / 100ml）。

作为反应物的蔗糖是右旋性物质，其比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = 66.6^\circ$ ，产物中葡萄糖也是右旋性物质，其比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = 52.5^\circ$ ，但果糖是左旋性物质，其比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -91.9^\circ$ 。由于产物中果糖的左旋性比葡萄糖右旋性大，所以产物呈现左旋性质。因此随着反应的进行，体系的右旋角不断减小，反应至某一瞬间，体系的旋光度可恰好等于零，而后就变成左旋，直至蔗糖完全转化，这时左旋角达到最大值 α_∞ 。

- 设体系最初的旋光度为 $\alpha_0 = b_{\text{反}} c_0$ (6)

($t=0$ ，蔗糖尚未转化, $b_{\text{反}}$ 为反应物的比例常数)

- 体系最终的旋光度为 $\alpha_\infty = b_{\text{生}} c_0$ (7)

($t=\infty$ ，蔗糖已完全转化, $b_{\text{生}}$ 为生成物的比例常数)

- 当时间为 t 时，蔗糖浓度为 c ，此时旋光度为 α_t ，即

$$\alpha_t = b_{\text{反}} c + b_{\text{生}} (c_0 - c) \quad (8)$$

由式（6）、（7）和（8）联立可解得

$$c_o = \frac{\alpha_o - \alpha_\infty}{b_{\text{反}} - b_{\text{生}}} = b'(\alpha_o - \alpha_\infty) \quad (9)$$

$$c = \frac{\alpha_t - \alpha_\infty}{b_{\text{反}} - b_{\text{生}}} = b'(\alpha_t - \alpha_\infty) \quad (10)$$

• 将式（9）和（10）代入（2）式即得

$$\ln(\alpha_t - \alpha_\infty) = -kt + \ln(\alpha_o - \alpha_\infty) \quad (11)$$

显然，以 $\ln(\alpha_t - \alpha_\infty)$ 对 t 作图可得一直线，从直线斜率即可求得反应速率常数 k 。

但是，由于反应不能在一个实验周期内完成，为了测得 α_{∞} ，
一种方法是将反应液放置48小时后，再以实验温度下测定旋光度即 α_{∞} ，这样就必然增加了实验时间，不能及时结束实验和处理数据。
另一种方法是将反应液置于50—60℃水浴内温热30分钟，然后冷却至实验温度测其旋光度即 α_{∞} 。这种方法虽然缩短了实验时间，但是在强酸情况下易产生副反应，使溶液颜色变黄，而且在加热过程中难免因溶液蒸发而改变浓度以至影响 α_{∞} 的测定。

- 但是因为以 $\ln(\alpha_t - \alpha_{\infty})$ 对 t 作图时， α_{∞} 的值是一个关键数据，它的偏差直接影响每一个作图点的准确性，所以 α_{∞} 值稍有偏差，将给作图及整个数据处理的结果造成误差。
- 因此，我们采用等时间间隔法处理数据，则不必测量 α_{∞} ，从而避免了以上可能出现的问题。

其依据如下：将一级反应的速率方程积分并取初始浓度为 c_0 得

- $c = c_0 \cdot e^{-k t} \quad (12)$

- 由此得 $c_1 = c_0 \cdot e^{-k t} \quad (13) \quad c_2 = c_0 \cdot e^{-k (t + \Delta t)} \quad (14)$

- 两式相减得 $c_1 - c_2 = c_0 \cdot e^{-k t} (1 - e^{-k \Delta t}) \quad (15)$

- 两边取对数

$$\lg(c_1 - c_2) = -k t / 2.303 + \lg[c_0(1 - e^{-k \Delta t})] \quad (16)$$

- 当有关条件固定时，旋光度 α 与反应物浓度 c 呈直线关系，故可直接以旋光度 α 代替 c 。

- 设最初体系的旋光度为

$$\alpha_0 = k_{\text{反}} \cdot c_0 \quad (t=0, \text{蔗糖尚未转化}) \quad (17)$$

- 最后体系的旋光度为

$$\alpha_{\infty} = k_{\text{生}} \cdot c_0 \quad (t = \infty, \text{蔗糖已完全转化}) \quad (18)$$

式中, $k_{\text{反}}$ 和 $k_{\text{生}}$ 分别为反应物和生成物之比例常数,

c_0 为反应物的最初浓度亦即生成物的最后浓度。

- $t = t$ 时, 蔗糖浓度为 c , 旋光度为 α_t 。

- 由此得 $\alpha_t = k_{\text{反}} \cdot c + k_{\text{生}} (c_0 - c) \quad (19)$

- $\alpha_1 = k_{\text{反}} \cdot c_1 + k_{\text{生}} (c_0 - c_1) \quad (20)$

- $\alpha_2 = k_{\text{反}} \cdot c_2 + k_{\text{生}} (c_0 - c_2) \quad (21)$

- 相减得 $\alpha_1 - \alpha_2 = (c_1 - c_2)(k_{\text{反}} - k_{\text{生}}) \quad (22)$

- 取对数并代入 (16) 式得

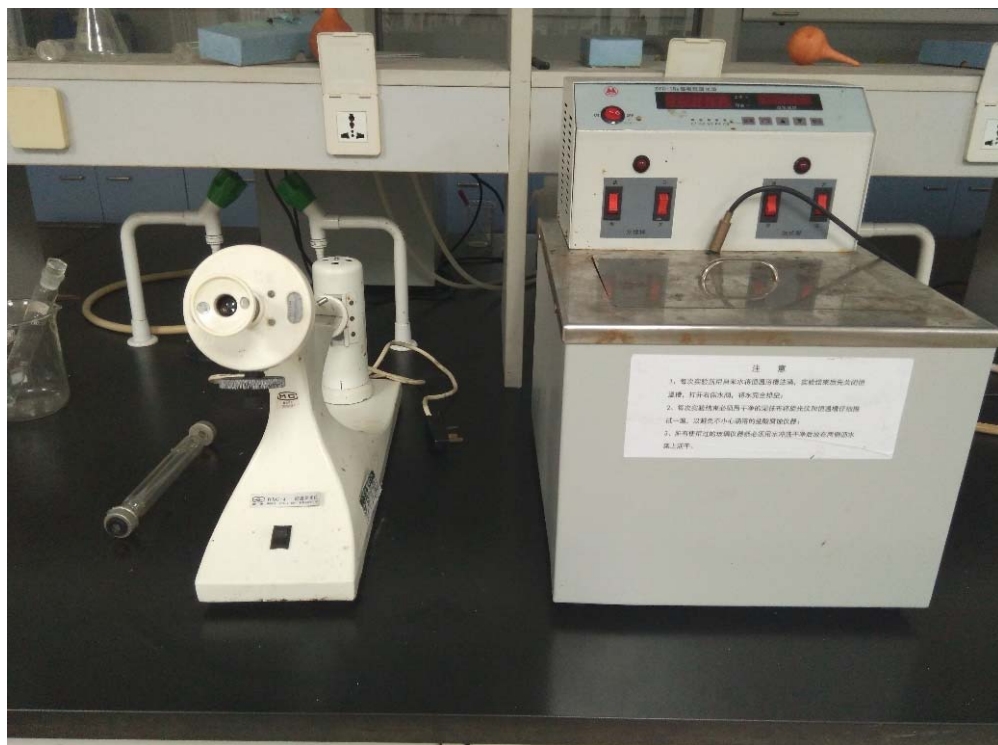
- $\lg (\alpha_1 - \alpha_2) = -k t / 2.303 + \lg [k_{\text{反}} - k_{\text{生}}] c_0 (1 - e^{-k \Delta t}) \quad (23)$

$$\lg(\alpha_1 - \alpha_2) = -k t / 2.303 + \lg[k_{\text{反}} - k_{\text{生}}]c_0(1 - e^{-k\Delta t}) \quad (23)$$

首先以 α_t 对 t 作图得一条光滑的曲线，由 $\alpha_t \sim t$ 图上读出相等时间间隔（例如5分钟）时的 α_t 值，将这些数据列为两组：在第一组对应于一个 t 有一个 α_1 ，在第二组对应于一个 $(t + \Delta t)$ ，有一个 α_2 ， Δt 是固定的时间间隔， Δt 取30分钟，最好取实验反应进行时间的一半，如果 Δt 过小，将使 $(\alpha_1 - \alpha_2)$ 误差过大。然后以 $\lg(\alpha_1 - \alpha_2)$ 对 t 作图，得一条直线，可知为一级反应，由直线斜率 $-k / 2.303$ 求得反应速率常数 k 。

三、仪器与试剂（根据实际使用的书写）

- 旋光仪（型号？）
 - 蔗糖（分析纯）
 - 锥形瓶（150m1）
- 恒温槽
大试管（50m1带刻度 2只）
HCl溶液（ $4.00 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ ）

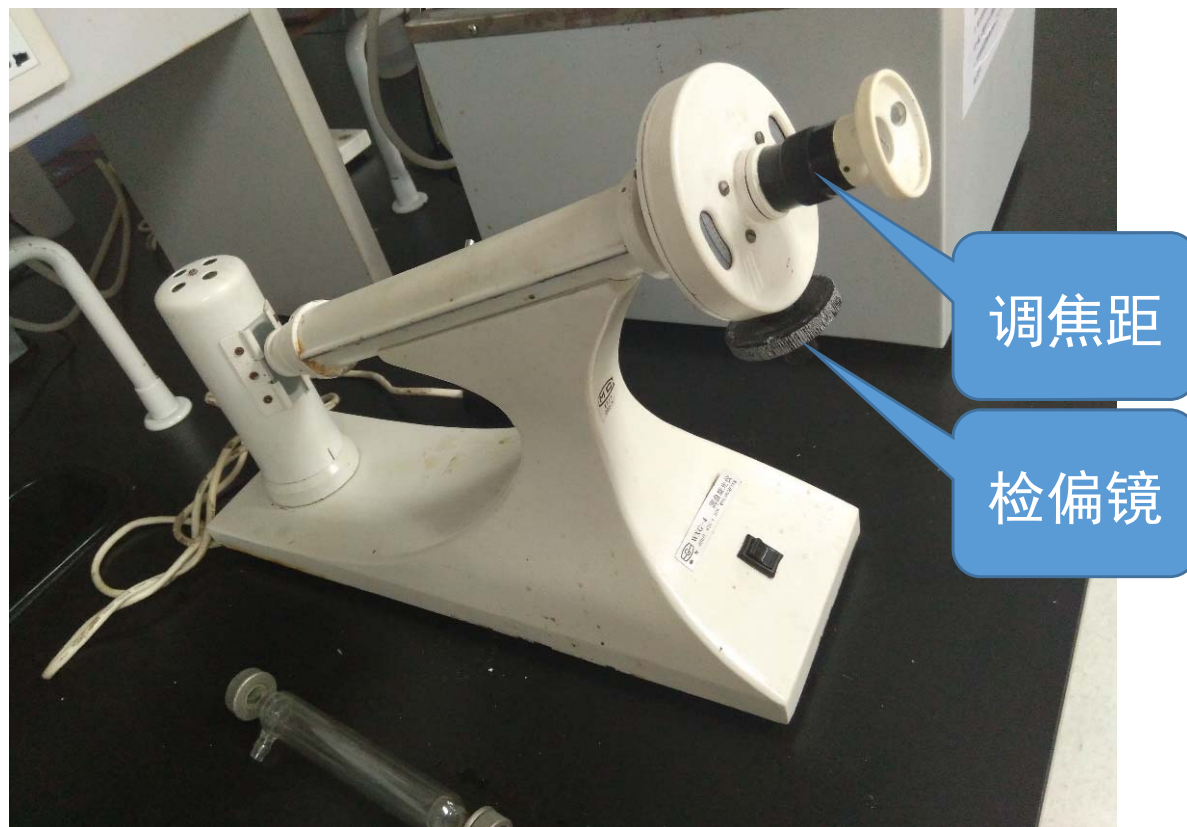


四、实验步骤

1、仪器装置

请仔细阅读《物理化学实验》（第二版）中第十章光学技术 § 10.3 “旋光仪” P206，了解旋光仪的构造、原理，掌握使用方法。

进入实验室先将恒温水槽注满自来水，然后设定到需要的温度（如 15°C ， 25°C ， 30°C 或 35°C ），打开加热、搅拌；并打开旋光仪电源进行预热。



2、旋光仪的零点校正

蒸馏水为非旋光物质，可以用来校正旋光仪的零点（即 $\alpha=0$ 时仪器对应的刻度）。校正时，先洗净样品管，将管的一端加上盖子，并由另一端向管内灌满蒸馏水，在上面形成一微凸面，然后盖上玻璃片和金属盖，玻璃片紧贴于旋光管，此时管内不应有气泡存在。但必须注意金属盖时，不能用力过猛，以免玻璃片压碎。然后用卷纸将管外的水擦干，再用将样品管两端的玻璃片擦净，放入旋光仪的光路中。

打开光源，调节目镜聚焦，使视野清晰，再旋转检偏镜至能观察到三分视野暗度相等为止。记下检偏镜的旋光度 α ，重复测量数次，取其平均值。此平均值即为零点，用来校正仪器系统误差。

3、反应过程的旋光度测定

- (1) 在锥形瓶内，称取20克蔗糖，加入100ml蒸馏水，使蔗糖完全溶解，若溶液浑浊，则需要过滤。
- (2) 将蔗糖溶液注入预先清洁干燥的50ml试管内的25ml刻度处并加盖；同法，将25ml $4.00\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ 的HCl溶液注入另一支50ml试管内的25ml刻度处并加盖。
- (3) 将两支试管放于一个大烧杯中一起置于恒温水浴内恒温10min.
- (4) 将两试管取出，擦干管外壁的水珠，将盛有HCl溶液的那支试管倒入蔗糖溶液中，同时记下反应开始的时间，迅速进行混合，使之均匀后，立即用少量反应液荡洗旋光管两次，然后将反应液装满旋光管，盖上玻璃片并旋上金属盖，接上恒温水浴，放置于旋光仪内，测量各时间的旋光度。第一个数据，要求在离反应起始时间1~2分钟之内进行测定。

在反应开始15min内，每分钟测量一次，以后由于反应物浓度降低，使反应速度变慢，可以将每次测量的时间间隔适当放宽，一直测量到旋光度为负值为止（一般每5分钟读数一次）。

- 4、同上，测量其它温度下不同反应时间所对应的旋光度。
- 5、实验结束，一定要将旋光管用大量水冲洗干净；50mL试管清洗干净后倒扣在水槽上方的试管架上；旋光仪用卷纸擦干，以防残留的盐酸腐蚀仪器！特此提醒！

五、数据记录与处理

反应温度_____；盐酸 4.0M

1、将反应过程中测量的旋光度 α 和时间 t 列表如下并作 $\alpha \sim t$ 图

t/分	2	3	4	5	6	7
α						
t/分	8	9	10	11	12	13
α						
t/分	14	15	20	25	30	35
α						
t/分	40	45	50	55	60	65
α						

2、由 $\alpha \sim t$ 图上读出每隔5分钟时的 α 值，取 Δt 为30分钟，将有关数据列表如下并作 $\lg(\alpha_1 - \alpha_2) \sim t$ 图。

$t/\text{分}$	α_1	$(t+\Delta t)/\text{分}$	α_2	$\alpha_1 - \alpha_2$	$\lg(\alpha_1 - \alpha_2)$
5		35			
10		40			
15		45			
20		50			
25		55			
30		60			

3、 $\lg(\alpha_1 - \alpha_2) \sim t$ 图为一一直线，可知为一级反应。直线斜率为 $-k / 2.303$ ，再求反应速率常数 k 以及 $t_{1/2}$ 。

文献值：

HCl/mol·L ⁻¹	$k \times 10^3/\text{min}^{-1}$	$k \times 10^3/\text{min}^{-1}$	$k \times 10^3/\text{min}^{-1}$
	25 °C (298. 15K)	30 °C (308. 15K)	35 °C (318. 15K)
0.0502	0.4169	1.738	6.213
0.2512	2.255	9.355	35.86
0.4137	4.043	17.00	60.62
0.9000	11.16	46.76	148.8
1.214	17.455	75.97	

注：蔗糖溶液的浓度均为10%；

活化能 $E_a=108\text{kJ/mol}$ (同一套仪器的两组同学的数据合在一起计算活化能)

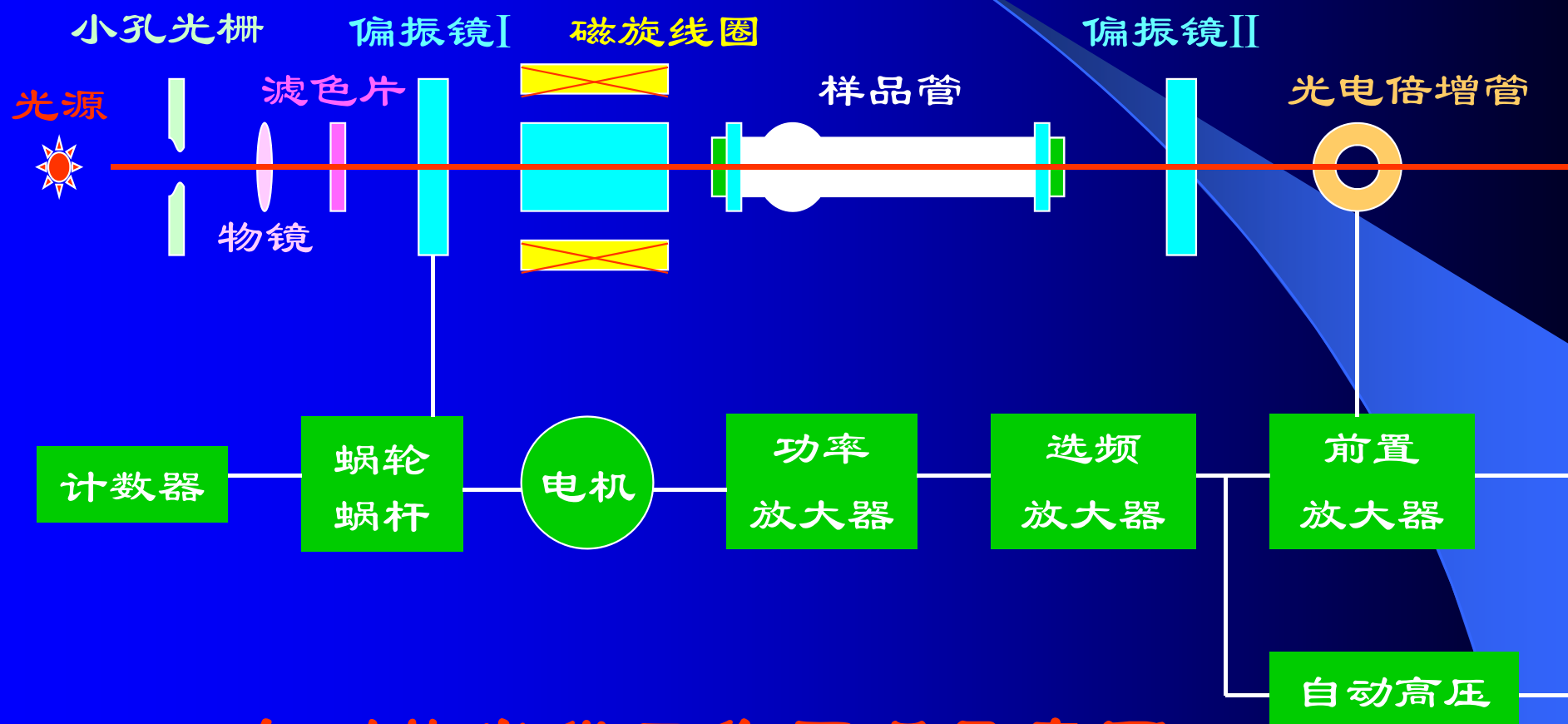
六、实验结果与讨论

1. 结果：实测值为 $k =$
2. 计算实验偏差：
3. 分析产生偏差的原因：
4. 有何建议与想法？

七、注意事项：

- 1. 装上溶液后的样品管内最好不要有气泡产生，样品管要密封好，**不要发生漏液现象**；
- 2. 样品管洗涤及装液时要**保管好玻璃片和橡皮垫圈**，防止摔碎或丢失；
- 3. 配制蔗糖溶液时要注意使蔗糖固体**全部溶解**，并充分混匀溶液；
- 4. 必须对旋光仪调零校正，若调不到零，需要进行数据校正。

WZZ-1自动指示旋光仪 (实物图片)



自动旋光仪工作原理示意图

八、思考题（做在实验报告上）

1. 在混合蔗糖溶液和盐酸溶液时，是将盐酸溶液加到蔗糖溶液中，可否将蔗糖溶液加到盐酸溶液中？为什么？
2. 若不用蒸馏水校正旋光仪的零点，是否会影响实验结果的准确度？
3. 如何从实验结果，分析说明蔗糖水解反应为一级反应？影响反应速率常数的因素有哪些？
4. 测定 α_{∞} 时，蔗糖水解反应液恒温的温度不能超过60°C。为什么？