

# 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！）

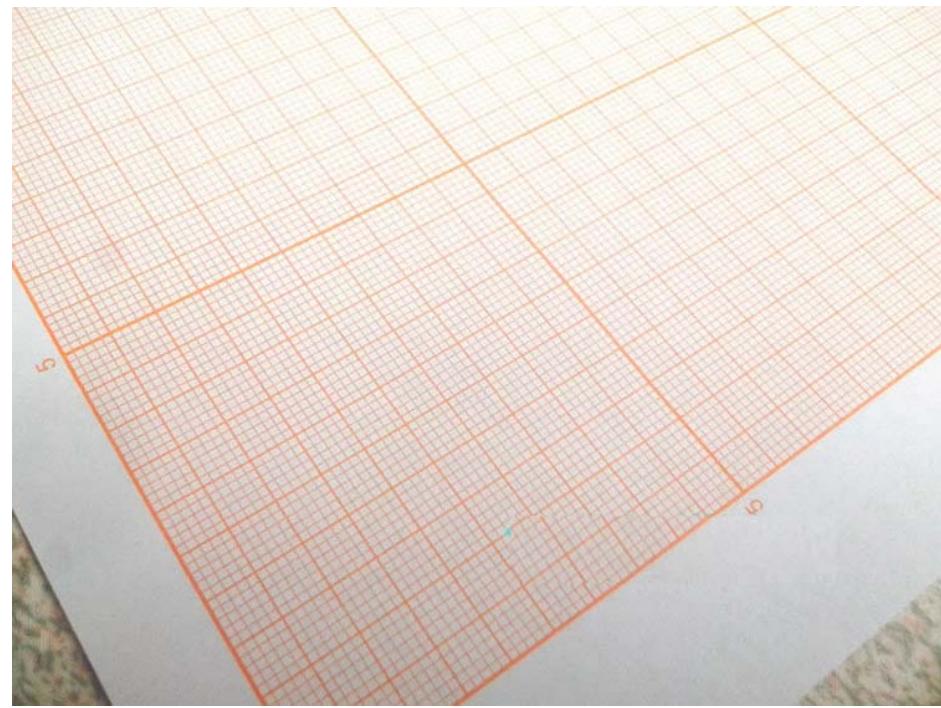
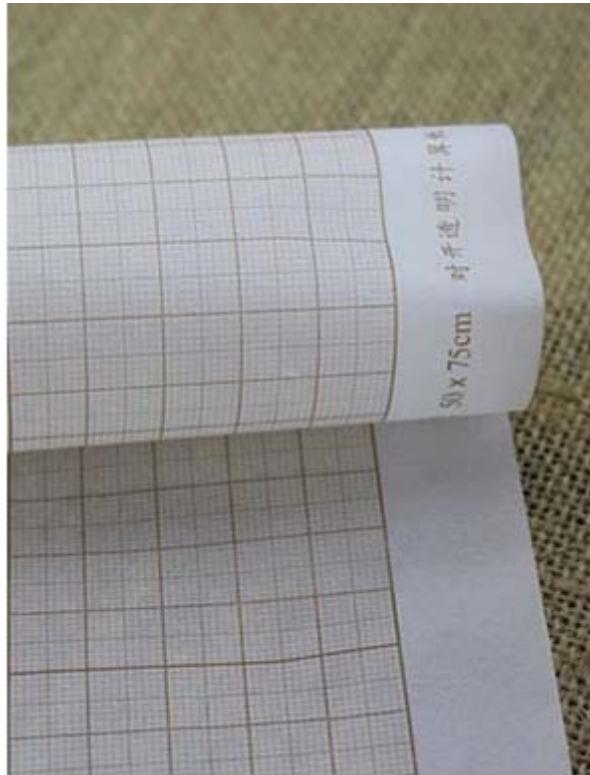
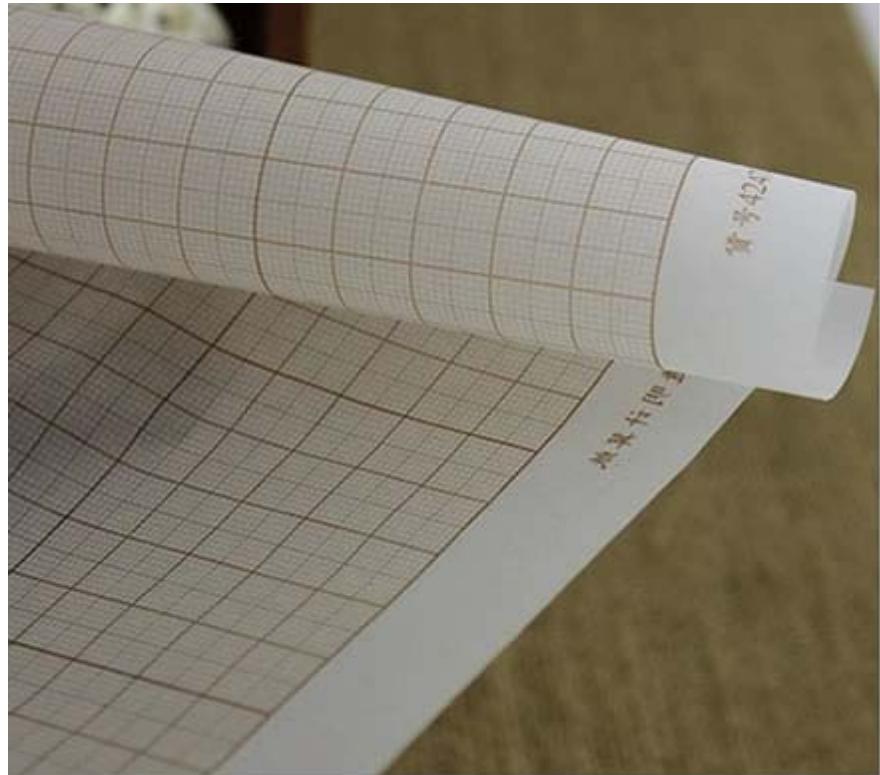
四、数据记录表格

# 物化实验报告格式

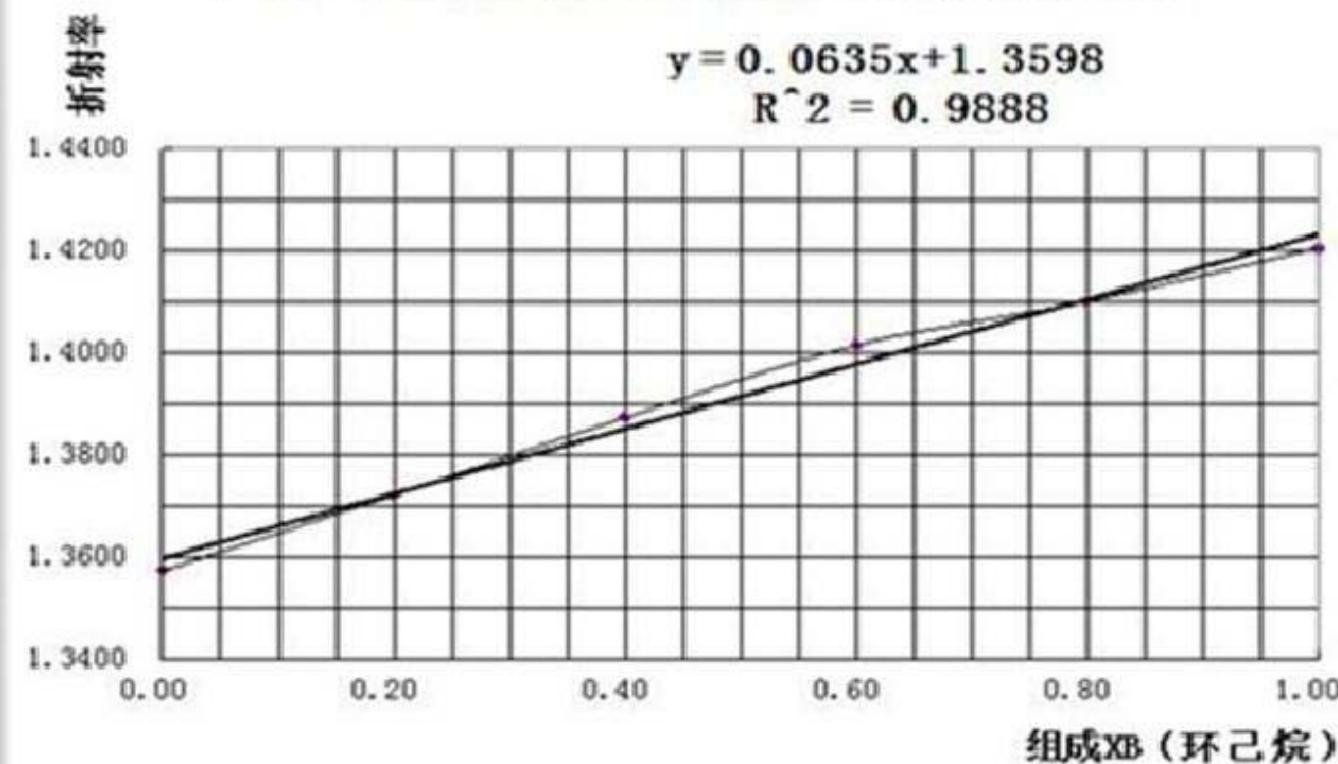
- 一、实验目的
- 二、实验原理（主要概念以及公式，不要照抄课本！）
- 三、仪器与试剂
- 四、实验步骤（按实际操作过程书写，不可太简单！）
- 五、数据记录
- 六、数据处理（详细计算过程）
- 七、误差分析或实验注意事项与体会
- 八、思考题

## 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！

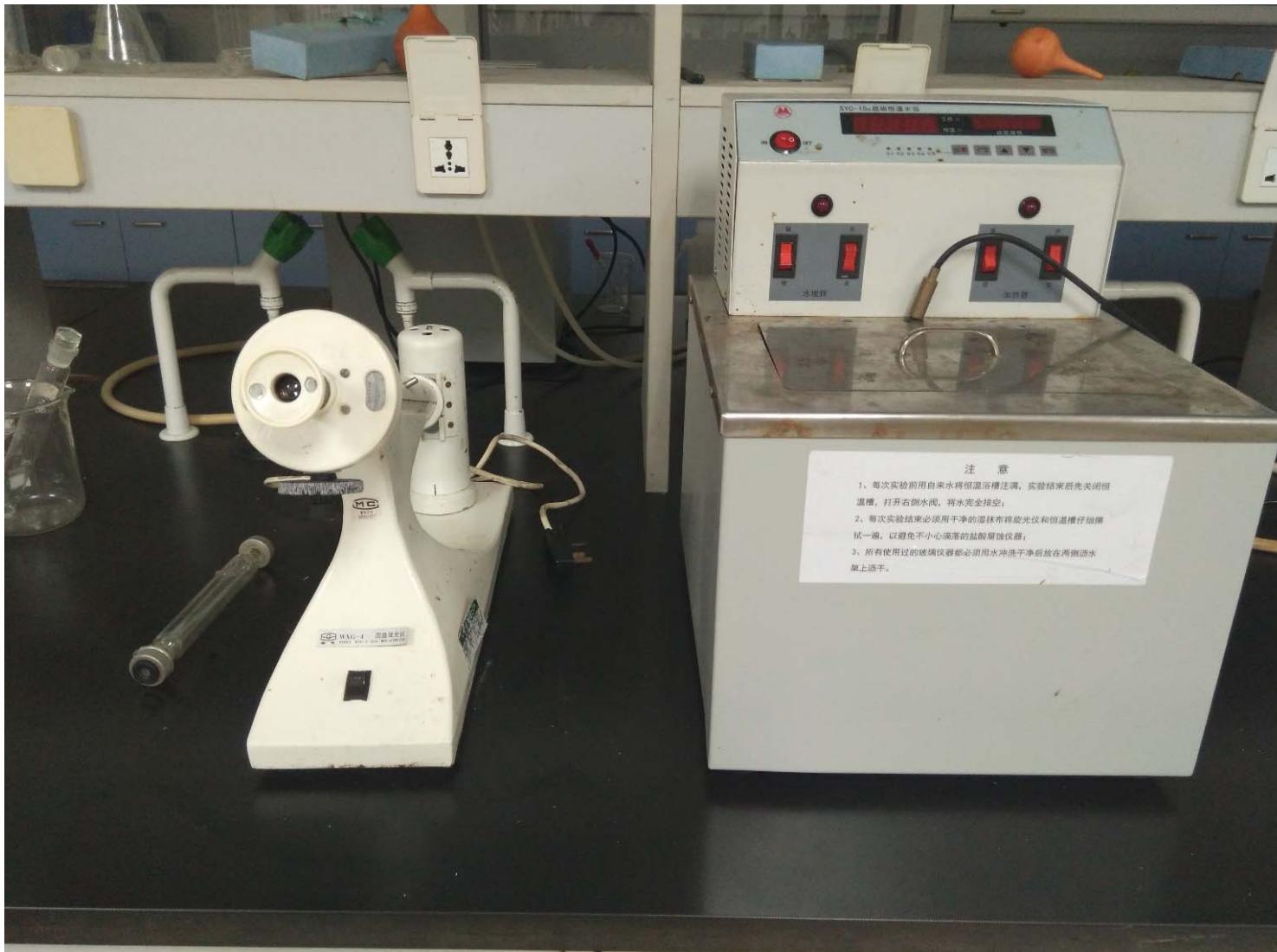


乙醇—环己烷标准溶液的折射率与组成的关系曲线



# 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。

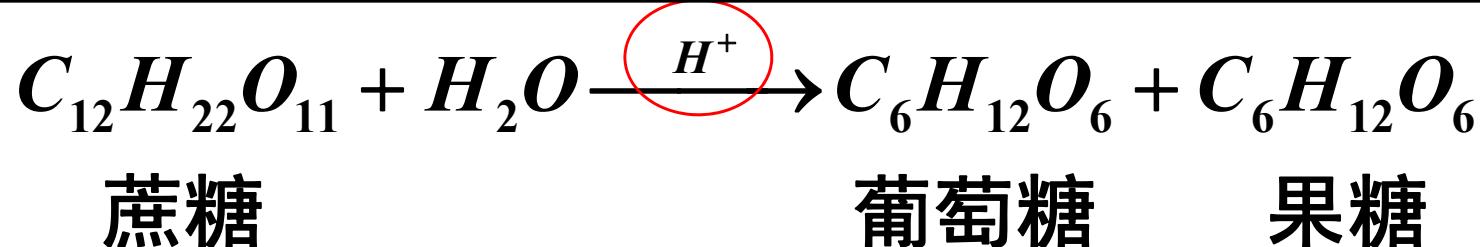
## 二、实验原理

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-(-)-果糖：

$$C_{12}H_{22}O_{11} + H_2O \xrightarrow{H^+} C_6H_{12}O_6 + C_6H_{12}O_6$$

蔗糖                    葡萄糖            果糖



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

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  $t_{\frac{1}{2}} = \frac{\ln 2}{k}$

(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°C，D是指用Na光源D线的波长（即589nm），
- $\alpha$ 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 $\alpha_\infty$ 。

- 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  $\alpha_t$ ，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 $\alpha_{\infty}$ ，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 $\alpha_{\infty}$ ，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°C水浴内温热30分钟，然后冷却至实验温度测其旋光度即 $\alpha_{\infty}$ 。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 $\alpha_{\infty}$ 的测定。

- 但是因为以 $\ln(\alpha_t - \alpha_{\infty})$ 对  $t$  作图时， $\alpha_{\infty}$ 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 $\alpha_{\infty}$ 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 $\alpha_{\infty}$ ，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

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

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

- 两式相减得  $c_1 - c_2 = c_0 \cdot e^{-k t} (1 - e^{-k \Delta t})$  (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 $\alpha$  与反应物浓度  $c$  呈直线关系，故可直接以旋光度 $\alpha$  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  $\alpha_t$ 。

- 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

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

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

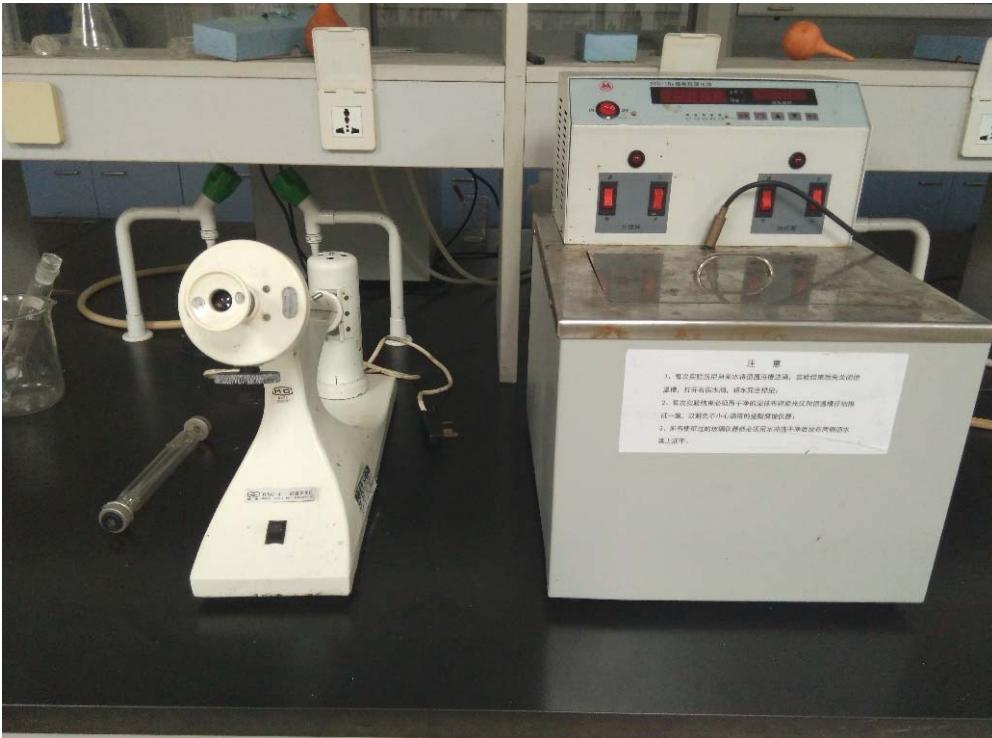
首先以 $\alpha_t$ 对 $t$ 作图得一条光滑的曲线，由 $\alpha_t \sim t$ 图上读出相等时间间隔（例如5分钟）时的 $\alpha_t$ 值，将这些数据列为两组：在第一组对应于一个 $t$ 有一个 $\alpha_1$ ，在第二组对应于一个 $(t + \Delta t)$ ，有一个 $\alpha_2$ ， $\Delta t$ 是固定的时间间隔， $\Delta t$ 取30分钟，最好取实验反应进行时间的一半，如果 $\Delta t$ 过小，将使 $(\alpha_1 - \alpha_2)$ 误差过大。然后以 $\lg(\alpha_1 - \alpha_2)$ 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 (150ml)

恒温槽

大试管 (50ml带刻度 2只)  
HCl溶液 ( $4.00 \text{ mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ )

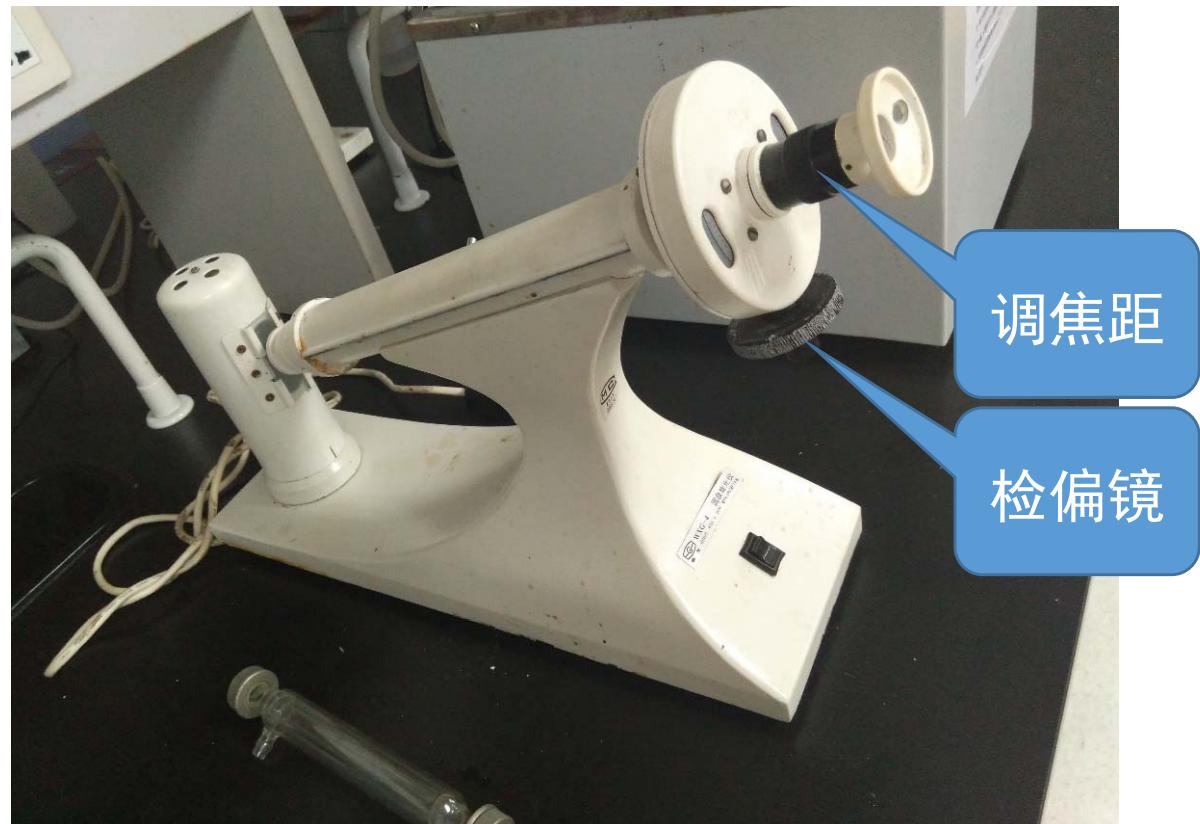


## 四、实验步骤

### 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 $15^{\circ}\text{C}$ ,  $25^{\circ}\text{C}$ ,  $30^{\circ}\text{C}$ 或 $35^{\circ}\text{C}$ ），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 $\alpha$ ，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  $\alpha$  和时间  $t$  列表如下并作 $\alpha \sim t$ 图

$t/\text{分}$	2	3	4	5	6	7
$\alpha$						
$t/\text{分}$	8	9	10	11	12	13
$\alpha$						
$t/\text{分}$	14	15	20	25	30	35
$\alpha$						
$t/\text{分}$	40	45	50	55	60	65
$\alpha$						

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

$t/\text{分}$	$\alpha_1$	$(t + \Delta t)/\text{分}$	$\alpha_2$	$\alpha_1 - \alpha_2$	$\lg(\alpha_1 - \alpha_2)$
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 <sup>-1</sup>	$k \times 10^3/\text{min}^{-1}$	$k \times 10^3/\text{min}^{-1}$	$k \times 10^3/\text{min}^{-1}$
	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)

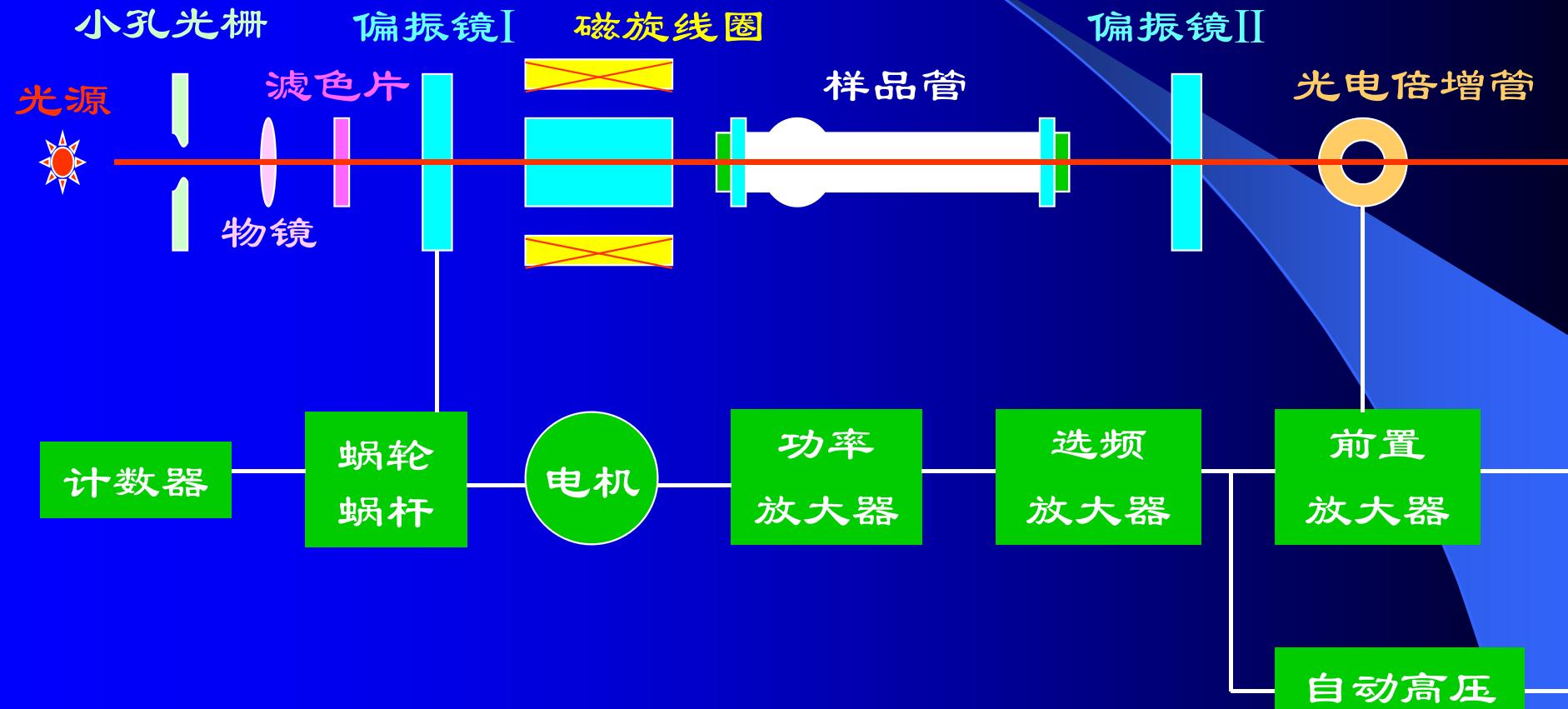
## 六、实验结果与讨论

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 $\alpha_{\infty}$ 时，蔗糖水解反应液恒温的温度不能超过60℃。为什么？