## 凝固点降低法测相对分子质量

#### 实验注意事项

- 1、将已调好并擦干的贝克曼温度计插入冷冻管时;再次测量之前将体系温热、搅拌而使苯结晶全部溶化时;把萘加入体系并使其溶解时;请注意:绝不能让温度计中的水银柱与贮槽中的水银相接!
  - 2、每组(三次)数据测定时过冷程度要一致。搅拌应无摩擦。
  - 3、使用贝克曼温度计时请先阅读教材 P44的注意事项,一定要小心!
  - 4、量取苯时应先读室温。

#### 思考题

- 1、 凝固点降低法测相对分子质量的公式,在什么条件下才能适用?
- 答: 非挥发性溶质的稀溶液,适用于稳定的大分子化合物,浓度不能太大也不能太小。
- 2、在冷却过程中,冷冻管内固液相之间和寒剂之间有哪些热交换?它们对凝固点的测定有何影响?答:凝固点测定管内液体与空气套管、测定管的管壁、搅拌棒以及温差测量仪的传感器等存在热交换。因此,如果搅拌棒与温度传感器摩擦会导致测定的凝固点偏高。测定管的外壁上粘有水会导致凝固点的测定偏低。
- 3、 当溶质在溶液中有离解,缔合和生成络合物的情况时,对相对分子质量测定值的影响如何? 答:溶质在溶液中有解离、缔合、溶剂化和形成配合物时,凝固点降低法测定的相对分子质量为溶质的解离、缔合、溶剂化或者形成的配合物相对分子质量,因此凝固点降低法测定出的结果反应了物质在溶剂中的实际存在形式。
  - 4、 影响凝固点精确测量的因素有哪些?
- 答:影响测定结果的主要因素有控制过冷的程度和搅拌速度、寒剂的温度等。本实验测定凝固点需要过冷出现,过冷太甚会造成凝固点测定结果偏低,因此需要控制过冷程度,只有固液两相的接触面相当大时,固液才能达到平衡。实验过程中就是采取突然搅拌的方式和改变搅拌速度来达到控制过冷程度的目的;寒剂的温度,寒剂温度过高过低都不利于实验的完成。
  - 5、.根据什么原则考虑加入溶质的量?太多或太少影响如何?
- 答:溶质的加入量应该根据它在溶剂中的溶解度来确定,因为凝固点降低是稀溶液的依数性,所以应当保证溶质的量既能使溶液的凝固点降低值不是太小,容易测定,又要保证是稀溶液这个前提。如果加入量过多,一方面会导致凝固点下降过多,不利于溶液凝固点的测定,另一方面有可能超出了稀溶液的范围而不具有依数性。过少则会使凝固点下降不明显,也不易测定并且实验误差增大。
- 6. 空气套筒的作用是什么? 本实验应注意哪些问题?
- 答: 使降温速度缓慢, 有利于相平衡
- 7. 为什么要先测近似凝固点?
- 答: 为了控制过冷深度。过冷太小,温度回升不明显,不易测量。过冷太大,测量值偏低。
- 8. 根据什么原则考虑加入溶质的量?加入太多或太少时影响如何?
- 答:溶质加入的量一使 $\Delta$ T=0.5度为宜。加入量太多,溶液较浓,不符合稀溶液的测量条件:加入量太少, $\Delta$ T降低太小,不易测量,且测量准确度较差。
- 9. 为什么会产生过冷现象?如何控制过冷程度?
- 答:如果溶液较纯净且冷却速度较快,溶液中不易产生结晶中心,会产生过冷现象。过冷至一定程度时,通过快速搅拌并摩擦管壁产生结晶中心或加入晶种,可使晶体结晶析出,达到控制过冷程度的目的。
- 10. 在过冷过程中,凝固点管内液体有哪些热交换存在?它们对凝固点的测定有何影响?

答: (1) 与寒剂间存在热交换,若寒剂温度偏低,会使测量值偏低; (2) 与内管搅拌棒. 温度计间存在热交换。搅拌及摩擦产生的热量和温度计传入的热量会使测量值偏高。因此,实验时,当温度回升后,应缓慢搅拌; 应使用热容值较小的温度计测温,使用水银温度计时需进行露茎校正。

## 液相平衡

#### 实验注意事项

- 1、反应体系中各组分的浓度必须准确,移液管不能乱用,操作规范。
- 2、测量时动作应迅速准确以保温度恒定(读数后用温度计直接测量比色皿中溶液的温度,与恒温槽温度 一起求平均值)。
  - 3、比色皿放入比色槽之前一定要用擦镜纸擦干净。

#### 思考题

- 1、如  $Fe^{3*}$ , SCN 离子浓度较大时,则不能按公式:  $Kc = [FeSCN^{2*}] / [Fe^{3*}][SCN]$ 来计算 Kc 值,为什么?
- 答: 若浓度过高,反应不止进行那一步,伴随着副反应的进行,生成多配体化合物。
  - 2、为什么可用[FeSCN²¹]<sub>平</sub>=光密度比×[SCN]<sub>新</sub>来计算[FeSCN²¹]<sub>平</sub>呢?
    答:本人不知道,欢迎大家献上答案
  - 3、测定溶液光密度时,为什么需要空白溶液,如何选择空白也?
- 答:新配溶液中可能含有一些具有旋光性的杂质,需要空白溶液校准。一般选用标准溶液或蒸馏水作为空白。
  - 4、如何测定或求摩尔消光系数?本实验为什么不测定摩尔消光系数?
- 答:由  $A=\epsilon$ 1C可知,配制一系列溶液,分别测定吸光度,用吸光度对浓度作图,得到的直线斜率即为摩尔消光系数。本实验中用的是比值  $A_1/A_2=\epsilon$ 1C $_2=C1/C2$ 
  - 5、如何确定测试波长?
  - 6、测定溶液的光密度时应注意些什么?
- 答:光密度即吸光度,用分光光度计测即可。
- 7、对液相反应为什么要控制离子强度?如何控制? 液相反应属于离子反应,离子强度对反应有很大的影响,实验时,应加以 KNO<sub>3</sub>作为辅助介质,降低离子强度。
  - 8、讨论本实验的误差来源。
- 答:影响温度测定:温度计的插入深度、沸腾的程度等;影响组成测定的:移动沸点仪时气相冷凝液倒流回液相中、测定的速度慢,计时快慢等。

## 液体饱和蒸气压的测定

#### 实验注意事项

- 1、放入空气必须小心,防止过多使空气倒灌,否则重新抽气排气。
- 2、放入空气少许过量时作如下处理: (1) 若温度尚未平衡, 过一会自动纠正。
- (2) 若温度已平衡, 合适旋动活塞使大瓶和小瓶短时间接通。(3) 稍微把温度升高一点。
- 3、实验结束后旋三通活塞使系统与大气相通,缓缓放入空气至 U 型水银压力计两边汞柱水平
- 4、注意抽气时先开启真空泵后打开体系与缓冲瓶间的活塞;停止抽气时先 关体系并使大气与真空泵 相
  - 通,再关真空泵。

5、清理实验台, 关掉冷凝水, 拔掉电源插头。

#### 四、思考题

- 1、在试验过程中,为什么要防止空气倒灌?
- 答: 内压-大气压=所测压力=饱和蒸汽压+空气压力
- 而一定温度下饱和蒸汽压一定。则所测内压增大。计算出来的饱和蒸汽压就比真实的大。
  - 2、如果在等压计 I 与 III 管之间有空气对测定沸点有何影响?
- 答: 测得的压强就不是异丙醇的饱和蒸汽压了
  - 3、怎样判断空气以被赶净?能否在加热情况下检查是否漏气?
- 答:不能。加热过程中温度不能恒定,气一液两相不能达到平衡,压力也不恒定。漏气会导致在整个实验过程中体系内部压力的不稳定,气一液两相无法达到平衡,从而造成所测结果不准确。
  - 4、体系的平衡蒸气压是由什么决定的?与液体的量和容器的大小是否有关?
- 答: 体系的平衡蒸汽压由温度和物质的本性决定,与液体的量和容器的大小无关
  - 5、等压管上配置的冷凝管其作用是什么?
  - 答:降低空气对实验结果的影响
  - 6、如何区分体系与环境?
  - 7、恒温槽中的温度计应放在何处为宜?
  - 答: 温度计应悬在恒温槽中靠近测定体系的地方。
  - 8、测定液体饱和蒸汽压的方法有哪些?说明误差来源。

## 异丙醇-环己烷双液系相图

### 实验注意事项

- 1. 由于整个体系并非绝对恒温,气、液两相的温度会有少许差别,因此沸点仪中,温度计水银球的位置应一半浸在溶液中,一半露在蒸气中。
  - 2. 折光仪用后打开自然挥发或用滤纸吸干下片,扇风挥发(不可擦)上片。
  - 3. 停止加热后要适当冷却(约25℃或30℃)再取样,测折光率动作要快,防止挥发改变成分。
  - 4. 吸液管轮换使用,保持清洁干燥,不能带入残液。
  - 5. 实验后将加热器取出,并将沸点仪倒夹在实验台上。
  - 6. 作图: 图纸取10-12cm, 以1cm 或2cm 代表1℃, 曲线连接平滑。

#### 四、思考题

- 1、操作步骤中,加入不同数量的各组分时,如发生了微小偏差,对相图的绘制有无影响?为什么?答:对相图的绘制无影响,因为测验前工作组成未知,实验目的测定气液两相组成仍可以完成。
- 2、测试溶液的气、液相的折射率与测试标准溶液的折射率不在同一温度下测试行不行?为什么?答:不行,温度对折射率的影响很大。
- 3、影响实验精度的因素之一是回流的好坏,如何使回流进行好?它的标志是什么? 答:要使回流进行好,必须使气液多次接触,所以玻璃套管不可缺,这样沸腾时才能不断撞击水银球使气液两相平衡。它的标志是温度示数恒定。
  - 4、过热现象对实验产生什么影响?如何在实验中尽可能避免?

- 答:根据相图测定原理,过热时将导致液相线向高温处移动,就是向上移动。 分馏作用会导致出来的气相组分含有的易挥发成份偏多,该气相点回向易挥发组分那边偏
- 5、平衡时,气液两相温度应不应该一样?实际是否一样?怎样防止温度的差异?答:应该一样,实际有一定误差,在测定处加保温棉。
  - 6、在测定沸点时,溶液过热或出现分馏现象,将使绘出的相图图形发生什么变化?
  - 答: 当溶液出现过热或出现分馏现象,会使测沸点偏高,所以绘出的相图图形向上偏移。
  - 7、为什么工业上常产生95%酒精?只用精馏含水酒精的方法是否可能获的无水酒精?

答:因为种种原因在此条件下,蒸馏所得产物只能得95%的酒精。不可能只用精馏含水酒精的方法获得无水酒精,95%酒精还含有5%的水,它是一个沸点为的共沸物,在沸点时蒸出的仍是同样比例的组分,所以利用分馏法不能除去5%的水。试剂无水已醇是用分子筛吸附的方法生产的。

- 8、讨论本实验的主要误差来源。
- 答:本实验的主要来源是在于,给双液体系加热而产生的液相的组成并不固定,而是视加热的时间 长短而定 因此而使测定的折光率产生误差。
- 9、蒸馏时,因仪器保温条件欠佳,在蒸气达到小球1前,沸点较高的组分会发生部分冷凝,这将使 T-x 图发生怎样的变化?
  - 答:气偏低,液偏高。
  - 10、估计那些因素是本实验主要的误差原因?
  - 答:温度,回流好坏,测时要迅速计时,防止反应液挥发。

## 金属相图

### 实验注意事项:

- 1、 内一外控转换开关不允许带电操作,转换时应切断电炉和控温仪电源,以免烧坏仪器。
- 2、 避免温度过高而使样品发生氧化变质, 否则体系的组成发生变化。
- 3、 不能在一个步冷曲线的测试中不断改变冷却速度(即环境的温度), 否则达不到均匀冷却而直接 影

响实验结果。

- 4、 降温速度不能太快,一般控制在5--7℃/分。
- 5、 合金有两个转折点,必须待第二个转折点测完后方可停止实验,否则须重新测定。
- 6、 实验结束时应将"加热量调节"旋钮和"冷风量调节"旋钮按逆时针旋到底位,然后切断电炉和 控温仪电源。

#### 思考题:

1、何谓热分析法? 用热分析法绘制相图时应注意些什么?

热分析法是相图绘制工作中的一种常用的实验方法,按一定比例配制均匀的液相体系,让他们缓慢 冷却,以体系温度对时间作图,则为步冷曲线。曲线的转折点表征了某一温度下发生的相变的信 息。

- 2、为什么要控制冷却速度,不能使其迅速冷却?
- 答: 使温度变化均匀,接近平衡态,必须缓慢降低温度,一般每分钟降低5度。
- 3、如何防止样品发生氧化变质?
- 答: 温度不可过高, 空气不能过多和样品接触。
- 4、用相律分析在各条步冷曲线上出现平台的原因。
- 答:因为金属熔融系统冷却时,由于金属凝固放热对体系散热发生一个补偿,因而造成冷却曲线上的斜率发生改变,出现折点。当温度达到了两种金属的最低共熔点,会出现平台。
- 5、为什么在不同组成融熔液的步冷曲线上,最低共熔点的水平线段长度不同?
- 答:不同组成,各组成的熔点差值不同,凝固放热对体系散热的补偿时间也不同。
- 6. 样品融熔后为什么要保温一段时间再冷却?
- 答: 使混合液充分混融,减小测定误差。

# 燃烧热的测定

#### 注意事项

- 1. 压片松紧适当。
- 2. 点火丝与电极接触良好并与药片尽量接触, 但必须防止短路现象。
- 3. 冲氧前后, 必须检查电极通路是否良好并注意减压阀的开启顺序。
- 4. 应先放氧弹入桶, 后倒入水。
- 5. 点火成功后应将电流减小为零,并将点火开关放在桭荡位置上。
- 6. 若点火后一两分钟内体系温度不变(或变化很小), 即点火失败, 应立即取出氧弹检查, 装第二个准备好的氧 弹重新开始。
  - 7. 作图:纵轴以10cm代表1℃,横轴适当,可将两条曲线适当错开画在一张图上。
- 8. 求 $\triangle$ H= $\triangle$ Q<sub>v</sub>+ $\triangle$ nRT, 注意 $\triangle$ Q<sub>v</sub>取负值,H<sub>2</sub>0 是液体,T 为室温(萘的燃烧热文献值 $\triangle$ H<sub>n</sub> =- 5154kJmol<sup>-1</sup>,

实验相对误差在5%以下为合格)。

9. 实验结束后将压片机,氧弹,卡计,盛水桶擦干净,贝克曼温度计的水银接上并装入盒内,秒表,万用表等归还

老师。

#### 四. 思考题:

- 1. 说明恒容热效应(Q<sub>e</sub>)和恒压热效应(Q<sub>e</sub>)的差别和相互关系。
- 答:恒容燃烧热在数值上等于燃烧过程中系统内能的变化值,恒压燃烧热在数值上等于燃烧过程中系统地焓变, $Qp=Qv+\Delta nRT2$ .
- 2. 固体样品为什么要压成片状? 萘和苯甲酸的用量是如何确定的?

压成片状有利于样品充分燃烧; 萘和苯甲酸的用量太少测定误差较大,量太多不能充分燃烧,可根据 氧弹的体积和内部氧的压力确定来样品的最大用量。

- 3. 试分析样品燃不着、燃不尽的原因有哪些?
- 答:压片太紧、燃烧丝陷入药片内会造成燃不着;压片太松、氧气不足会造成燃不尽。

- 4. 试分析测量中影响实验结果的主要因素有哪些? 本实验成功的关键因素是什么?
- 答:能否保证样品充分燃烧、系统和环境间的热交换是影响本实验结果的主要因素。本实验成功的关键:药品的量合适,压片松紧合适,雷诺温度校正。
- 5. 在本实验装置中哪些是体系?哪些是环境?体系和环境通过哪些途径进行热交换?这些热交换对结果影响怎样?如何进行校正?
- 答:盛水桶内部物质及空间为系统,除盛水桶内部物质及空间的热量计其余部分为环境,系统和环境 之间有热交换,热交换的存在会影响燃烧热测定的准确值,可通过雷诺校正曲线校正来减小其影响。

## 最大气泡法测定乙醇溶液的表面张力

#### 实验注意事项:

1. 分液漏斗中, 水的流速每次均应保持一致, 以每分钟25——30滴为好, 尽可能使气泡分开逸出, 其速度约为每

分钟20个左右。

- 2. 用滴管调节液量, 使毛细管口与液面相切, (从液面上下两个方向均看不到管口)。
- 3. 测量表面张力和折射率值的温度必须一致。
- 4. 阿贝折射仪不要被日光直接照射或靠近热的光源太近, 以免影响测定温度, 并且要对折射仪进行校正。
- 5. 不能将滴管或其它硬物碰到折射仪镜面, 腐蚀性液体不得使用折射仪, 并且每次滴加样品前, 均应洗净镜面

干燥之,擦洗时只能用柔软的镜头纸吸干液体,而不能用力擦,防止将毛玻璃面擦光。

- 6以表面张力对 W%作图,图纸15×20cm,从 W%=0开始连成高标准平滑曲线,然后均匀取8——10个组成点作切线(不一定是原实验浓度)计算表面吸附量。
- 7. 以表面吸附量对 W%作图, 图纸10×10cm。

#### 思考题:

- 1. 表面张力测定为什么必须恒温? 温度变化时对表面张力有何影响? 为什么?
- 答: 需要恒温, 因为表面张力的大小受温度的影响。温度越高, 液体表面张力越小。
- 2. 本实验为什么选用酒精压力计, 而不用水银压力计?
- 答:本实验所测压差较小,若以水银压差计,误差很大。
- 3. 实验时为什么毛细管口应处于刚好接触溶液表面的位置?如插入一定深度对实验将带来什么影响?答:毛细管尖端若不与液面相切插入一定深度,水柱的压力会算入附加压力,会引起表面张力测定值小。
  - 4. 毛细管太大或太小对实验有何影响?
- 答:由 A P=2 y/r 可知,曲率半径越小,压差越大,实验越精确。
- 6. 为什么要求从毛细管中逸出的气泡必须均匀而间断?如何控制出泡速度?若出泡速度太快对表面张力测定值有何影响?
- 答:气泡逸出速率会影响气泡的大小,近而影响压力差值的大小,适当调节抽气瓶活塞改变抽气速度来控制出泡速度,若出泡速度太快,气泡还未形成就已破裂,压力还没上去,所读压差必然偏小。

#### 7表面张力与哪些因素有关?

答:液体表面张力的大小与溶于溶剂中的溶质的性质、溶液的浓度及溶液的温度等有关。

# 偶极矩的测定

#### 注意事项

- 1. 测量时必须使屏蔽线插头, 插座, 电容池和电容池座之间连接可靠。
- 2. 每台仪器配有二根屏蔽线。
- 3. 电容池及池座应水平放置。
- 4. 操作时注意防止溶质, 溶剂的挥发和吸收水蒸汽。
- 5. 每测一种介质的电容后必须将介质弃去, 并用电风吹吹干, 并待电容池恢复原状后, 再测下一种介质的电

容。

- 6. 将介质放入电容池测量该介质的电容时,每种介质应取相同的体积。
- 7. 读室温, 并在实验结束后将容量瓶洗净, 并将电容池吹干, 处理弃液清洁桌面等.

#### 四. 思考题

- 1. 准确测定溶质摩尔极化率和摩尔折射率时,为什么要外推至无限稀释?
- 答:溶质得摩尔极化率和摩尔折射率公式都是假定分子间无相互作用而推导出来得,它只适合于强度不太低的气相体系。然而,测定气相介电常数和密度在实验中困难较大,于是提出了溶液法,即把欲测偶极矩的分子于非极性溶剂中进行。但在溶液中测定总要受溶质分子间、溶剂与溶质分子间以及溶质分子间相互作用的影响。若以测定不同浓度溶液中溶质的摩尔极化率和摩尔折射率并外推至无限稀释,这时溶质所处的状态就和气相时相近,可消除分子间相互作用。
  - 2. 试分析实验中引起误差的原因,如何改进?
- 答: 1、测定偶极矩采用溶液法进行,但溶质中测量总是受到溶质、溶剂分子间相互作用的影响,故可测定不同浓度中溶质的摩尔极化率和折射率并外推至无限稀释可消除分子间相互作用的影响。
- 2、测量电容时,可能引起水气或溶液的挥发,影响测量值,故测量时要迅速。 3、测密度时,由于每次所加溶液体积未达到严格相同,引起一定的误差,故可用移液管精确量取样品。

# 磁化率的测定

### 注意事项

- 1、装样均匀,防止混入铁磁性物质。
- 2、样品管的底端应放入磁场的中端部位,并且不能与探针接触。
- 3、磁天平的总机架必须水平放置。
- 4、在电位器至零的状态下,开启电源开关,然后调电压逐渐上升至需要的电流。
- 5、电流开关关闭前先将电位器逐渐调节至零,然后关闭电源开关以防止反电动势将击穿。
- 6、严禁在负载时突然切断电源。
- 7、励磁电流的升降要平稳缓慢。
- 8、霍尔探头两边的有机玻璃螺丝可使其调节最佳位置。

#### 四. 思考题

- 1. 简述用古埃法测定物质磁化率的原理?
- 答: 在外磁场作用下,物质会被磁化产生附加磁感应强度,则物质内部磁感应强度等于外磁场的磁感应强度。

- 2. 不同励磁电流下测得的样品摩尔磁化率是否相同?
- 答:不同励磁电流下测得的样品摩尔磁化率是相同的。因为摩尔磁化率是物质本身的性质,只与物质本身的结构特征有关,而与外界励磁电流的变化无关,所以励磁电流的变化对它没有影响。
  - 3. 用古埃天平测定磁化率的精密度与哪些因素有关?
- ①样品管的悬挂位置:正处于两磁极之间,底部与磁极中心线齐平,悬挂样品管的悬线勿与任何物体相接触。
  - ②摩尔探头是否正常:钢管是否松动,若松动,需坚固。
  - ③温度光照:温度不宜高于60℃,不宜强光照射,不宜在腐蚀性气体场合下使用。
  - ④摩尔探头平面与磁场方向要垂直
  - ⑤空样品管需干燥洁净,每次装样高度,均匀度需一样,测量结果的精密才高。
  - 4. 样品在玻璃管中的填充密度对测量有何影响?
- 答: 当填充密度不足,即压不紧使,可能出现所测物质的密度  $\rho$  减少,根据  $\times$  M=M  $\times$  m= (M  $\times$  )  $/\rho$  , 会使得  $\times$  M 值偏大。
  - 5. 用本实验方法判别共价配键还是电价配键有何局限性?
- 答:用测定磁矩的方法是判别共价配键还是电价配键的主要方法,但有时以共价配键或电价配键相结合的络离子含有同数的未成对电子,就不能适用,如 Zn(未成对电子数为零),它的共价络离子,如 Zn(CN)42-, Zn(NH3)42+等,和电价络离子,如 Zn(H2O)42+等,其磁矩均为零,所以对于 Zn2+来说就无法用测定磁矩的方法来判别其配键的性质。

## 电极制备及电池电动势的测定

- 1、 在测定电动势的过程中, 应经常校核工作电流。
- 2. 若检流计受到的电流冲击较大时,应迅速按下"短路"按钮。
- 3、 调节工作电流,应从"粗"到"细",最后再调"微调"。按下按键的时间要短。
- 4. 标准电池不能倒置。
- 5、稀硫酸溶液、稀硝酸溶液和镀铜溶液用后要回收。
- 6、测量回路中不能有断路和正、负极接反等现象发生。

#### 思考题

- 1、为什么不能用伏特计测量电池电动势?
- 2、对消法测量电池电动势的主要原理是什么? 其误差来源有哪些?
- 3、应用 UJ-25型电势差计测量电动势过程中, 若检流计光点总往一个方向偏转这可能是什么原因?
- 4、用 UJ-25型电势差计测量电动势过程中,能否按"粗"、"细"键不放来进行调节,使检流计示
- 零,为什么?能否直接用"细"键调节,使检流计示零?
  - 5、在处理铜电极时,为什么电镀铜的电流密度要25mA·cm<sup>-2</sup>左右?
  - 6、在测定电池电动势的过程中, 盐桥的作用是什么?
  - 7、为什么在测定的过程中要经常校正工作电流?

# 蔗糖水解反应速度常数的测定

### 实验注意事项

- 1、旋光管中不能有气泡,旋光管应擦净。
- 2、旋光仪应预热十分钟后才能使用。
- 3、调节旋光仪视野场时,应使三分视场消失且均为黑色。

#### 四、 思考题

- 1、怎样减小温度对测量结果带来的误差?
- 2、为什么可用α确定体系的浓度?
- 3、在旋光度的测量中为什么要对零点进行校正?它对旋光度的精确测量有什么影响?在本实验中若不进行校正,对结果是否有影响?
  - 4、蔗糖为什么可用台秤称量来配制蔗糖溶液?
  - 答:实验通过斜率得水解常数,与初始浓度无关。故可以用台秤称量。
  - 5、在室温下如何加快反应速率?
- 答: 提高催化剂的浓度。
  - 6、可否将混合液置于60℃以上的水浴中恒温一定时间测α ω.
- 答:不可以,若温度高于60℃,有黄色的副产物生成。
- 7. 配制蔗糖溶液时称量不够准确,对测量结果 k 有无影响? 取用盐酸的体积不准呢?
- 答: 蔗糖的浓度不影响 lnc=-kt+B 的斜率,因而蔗糖浓度不准对 k 的测量无影响。ll+在该反应体系中作催化剂,它的浓度会影响 k 的大小。
- 8. 在混合蔗糖溶液和盐酸溶液时,我们将盐酸溶液加到蔗糖溶液里去,可否将蔗糖溶液加到盐酸溶液中?为什么?
- 答:不能。本反应中氢离子为催化剂,如果将蔗糖溶液加到盐酸溶液中,在瞬间体系中氢离子浓度较高,导致反应速率过快,不利于测定。
- 9. 测定最终旋光度时,为了加快蔗糖水解进程,采用 60℃左右的恒温使反应进行到底,为什么不能采用 更高的温度进行恒温?
- 答: 温度过高将会产生副反应,颜色变黄。
- 10. 在旋光度的测量中,为什么要对零点进行校正? 在本实验中若不进行校正,对结果是否有影响?
- 答:因为除了被测物有旋光性外,溶液中可能还有其他物质有旋光性,因此一般要用试剂空白对零点进行校正。本实验不需要校正,因为在数据处理中用的是两个旋光度的差值。
- 11. 记录反应开始的时间晚了一些,是否会影响到 k 值的测定?为什么?
- 答:不影响。不同时间所作的直线的位置不同而已,但 k (所作直线的斜率)相同。
- **12**、实验中用蒸馏水来校正旋光仪的零点,试问在蔗糖转化反应过程中所测的旋光度  $\alpha$  t 是否必须要进行零点校正?
- 答: 蔗糖溶液以蒸馏水作溶剂,故用纯蒸馏水作零点校正。蔗糖转化反应过程中,无须再作零点校正,因都以蒸馏水作校正,只需校正一次。

**13**、在混合蔗糖溶液和盐酸溶液时,我们将盐酸溶液加到蔗糖溶液里去,可否将蔗糖溶液加到盐酸溶液中?为什么?

答:由于反应中水是大量的,消耗的水可忽略不计,所以该反应可看作是一级反应。反应速率只与蔗糖的浓度有关。盐酸只作催化剂。如果将蔗糖加入盐酸中,蔗糖的起始浓度就是一个变化的值,而且先加入的蔗糖会先水解,影响起始浓度和反应速率。 只有将盐酸加入到蔗糖溶液中,所有实验才是在相同条件下进行的。

## 乙酸乙酯皂化反应速度常数的测定

### 实验注意事项

- 1、溶液浓度配置要准确。
- 2、两种反应溶液混合时,推动针筒的速度要均匀、迅速,保证两种溶液充分混合。
- 3. 注意电导率仪的电源接口的方向性。
- 4. 每测完一次电导后, 电导率仪的校正/测量挡应板向"校正"档。

#### 四、思考题

- 1、配置乙酸乙酯溶液时,为什么在容量瓶中要事先加入适量的重蒸馏水? 答:本人不知道,欢迎大家献上答案。
- 2、为什么要用稀的乙酸乙酯与 NaOH 溶液作本实验?
- 答: 若反应溶液过浓,可能导致局部反应过快,导致反应程度不均匀,影响实验真实结果。
  - 3、若乙酸乙酯与 NaOH 的起始浓度不等时,应如何计算值? (应该以浓度较低的计算)
- 4、当反应物初始浓度相同时,只要测量不同时刻的溶液电导  $G_t$ ,无需测量  $G_0$ 也可求得 k,为什么?答:
  - 5、当乙酸乙酯与 NaOH 混合后不马上测量 G,值,而要等到6分钟后测 G,,为什么?
  - 6、实验测得的 G 值是否是溶液电导的真实值?为什么?这种测定对实验结果是否有影响?
  - 7、在做本实验时,某同学的结果随实验的进行电导率增大,请说明其原因。
  - 8、直接对 $G_0$ 、 $G_t$ 、 $G_\infty$ 产生误差的原因及影响线性关系的因素有哪些

## 丙酮碘化反应

#### 实验注意事项

- 1、反应体系中各物质的浓度要准确。
- 2、反应溶液加入比色皿后,应迅速将其擦干净,并马上置于分光光度计中进行测量。
- 3、测定过程中要反复用装有蒸馏水的比色皿校正透光率的"0"点和"100"点。

#### 四、思考题

- 1. 在本实验中,将丙酮溶液加入含有碘、盐酸的容量瓶时并不立即开始计时,而注入比色皿时才开始计时,这样做是否可以? 为什么?
  - 答:不可以,因为反应速率是不均匀的,开始速率比较快,必须算入反应时间。
  - 2. 影响本实验结果精确度的主要因素是什么?

- 答:溶液的浓度准确,计时及时,读数是否延迟都影响实验结果精确度。
- 3. 为什么要选择碘的最大吸收波长为测试波长?
- 答: 反应物中只有碘有颜色, 故选择碘的最大吸收波长。
  - 4. 使用分光光度计要注意那些问题?
- 答:反应溶液加入比色皿后,应迅速将其擦干净,并马上置于分光光度计中进行测量。在没有读数的时候应将分光光度计的盖子打开。测定过程中要反复用装有蒸馏水的比色皿校正透光率的"0"点和"100"点。
  - 5. 配制反应体系时,为什么要最后加丙酮或碘?
- 答: 丙酮容易挥发, 碘是唯一的有色物质, 在最后加入, 避免在读数前反应太多。
  - 6. 在实验的过程中,漏测或少测一个数据对实验是否有影响?
- 答: 无影响,实验要测一组数据分析斜率求速率系数,与某一个数据无关。