

医用化学实验

中山医学院化学教研室, 广西医学院化学教研室



499901

医用化学实验



医学院升级常德望

1985

中山医学院化学教研室
广西医学院化学教研室

一九八〇年九月

851

499901

(16)

目 录



90103698

无机化学实验部分

化学实验须知	(1)
化学实验常用仪器介绍	(3)
实验一 食盐的精制或硫酸钠的精制	(7)
实验二 化学反应速度和化学平衡	(12)
实验三 稀溶液的依数性	(15)
实验四 几种阴、阳离子的检定	(18)
实验五 缓冲溶液和溶液 pH 的测定	(22)
实验六 分析天平	(27)
实验七 一定浓度溶液的配制	(30)
容量分析——中和法	(31)
实验八 近似 0.1N HCl 及 0.1N NaOH 的配制和酸硷溶液浓度比较	(32)
实验九 酸、硷标准溶液的标定	(35)
实验十 食醋中总酸度测定和市售硼砂含量的测定	(39)
容量分析——氨羧络合法	(41)
实验十一 EDTA 标准溶液的配制和标定	(42)
实验十二 氨羧络合量法测定水中总硬度及钙的测定	(44)
容量分析——氧化还原法	(45)
实验十三 高锰酸钾溶液的配制和标定及双氧水中过氧化氢的测定	(46)
实验十四 近似 0.02N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的标定及漂白粉中有效氯的测定	(48)
比色分析	(50)
实验十五 目视比色法测定水中氨氮含量	(51)
实验十六 光电比色法或分光光度法测定 Fe^{3+} 的含量	(53)

有机化学实验部分

一、实验室规则	(57)
二、化学实验常用仪器	(59)
三、常用有机溶剂的性质与纯化	(59)

四、某些基本操作的介绍.....	(62)
实验一 玻璃工操作和塞子的装配.....	(65)
实验二 有机化合物中几种主要元素的定性分析.....	(70)
实验三 常压蒸馏和沸点的测定.....	(74)
实验四 熔点的测定.....	(78)
实验五 水蒸汽蒸馏.....	(80)
实验六 萃 取.....	(82)
实验七 减压蒸馏(真空蒸馏).....	(85)
实验八 脂肪烃、芳香烃和卤烃的化学性质.....	(88)
实验九 醇、酚、醚、醛和酮的化学性质.....	(92)
实验十 羧酸、酸酐、胺和尿素的化学性质.....	(97)
实验十一 乙酸乙酯的制备.....	(102)
实验十二 乙酰苯胺的制备.....	(104)
实验十三 乙酰水杨酸的制备.....	(107)
实验十四 取代羧酸、糖和油脂的化学性质.....	(109)
实验十五 旋光度的测定及原子模型作业.....	(114)
实验十六 层析法(色谱法)柱层析、纸层析、薄层层析.....	(117)
实验十七 离子交换层析.....	(122)
实验十八 折光率测定法.....	(125)

化学实验须知

一、实验的目的要求：

化学实验是化学教学过程中的重要环节。通过化学实验的实践学员可以直接观察一些化学反应的过程和现象，加深理解课堂中所获得的理论知识；并通过实验，学会化学实验的基本操作技术和培养严谨的科学态度和工作作风，逐步提高正确分析问题和解决问题的能力，为今后学习医学专业课程及实际工作打下必要的基础。

二、实验规则：

（一）实验前的准备：

实验前要预习实验指导内容，务求：（1）明确实验的目的及原理；（2）了解操作步骤和应注意事项；（3）计划安排实验工作时间。

（二）实验报告：

每一项实验结果应准确而客观地立即用钢笔（不要用铅笔）记录在报告本上，不要随便写在别处以后再抄正。实验报告应按一定格式书写，尽可能做到条理整齐。

在实验室必须把实验结果，包括实验观察到的现象，有关实验的数据及计算结果，写在实验报告上。

实验完毕随即做好报告，并交给指导教师审阅。

（三）仪器药品的使用：

1. 仪器的保管使用：

①课时每一学员可按仪器清单向教研组借领一套仪器，经过洗涤后放在实验台橱柜的固定位置中，以便使用，并负责保管，至课程终结后清还。损坏仪器，要立即登记补领。

②实验前必须有洁净的仪器备用。每次实验完后必须负责把仪器充分洗净，置于橱内待干，以便他组学员使用。

③使用公用仪器时，用后必须立即放回原处，以免影响别人使用。

④对贵重的和不熟悉的仪器，未经老师的指导和允许，不要乱动。

2. 药品使用：

①实验时所有各种试剂用量和先后次序，须按实验指导或老师指导下进行。不得任意涂改。

②试剂及其他用品均需节省使用。应按需要量倒出试剂，已取出的试剂不得倒回原瓶中，以免弄坏瓶内试剂。

③公用试剂必须在原处使用，不要移到别处，并注意用后即盖上瓶塞或插回滴瓶的滴唧，不要把瓶塞滴唧等放错到另一试剂瓶上。

3. 清洁:

- ①每次实验完毕后, 必须把自己的仪器放回橱内一定位置, 按清单检查一次。
- ②实验完后桌面的试剂要放整齐, 桌面要保持干净。
- ③固体的废物(如用过的棉花、滤纸、火柴枝), 及强酸强碱等废液, 应放在盛废物的缸内, 不应放在桌面、地上或自来水槽中。
- ④上课后必须把实验室(包括黑板、桌面、地板)清扫后, 检查电灯水喉是否关好, 把门窗关上才能离开实验室。

4. 安全和健康:

- ①若强酸、强碱、有毒药物误入眼内或口内, 应立即用大量水冲洗, 并报告教师及时处理。
- ②切勿使用酒精、乙醚等易燃液体近火, 若发生火灾时, 必须用湿布或灭火砂掩盖不要用水冲。

三、玻璃仪器的洗涤:

为了保证做好实验, 在实验前必须将仪器洗干净。先将玻璃仪器用自来水冲洗, 再用毛刷沾上洗衣粉或肥皂轻轻刷洗仪器内壁和外表, 再用自来水冲洗干净, 最后用蒸馏水 3—5 毫升洗两次(玻璃仪器内壁如沾有水珠, 则表示尚未干净)。

在实验室中, 还常用洗液来洗涤仪器。

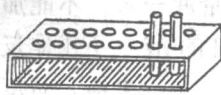
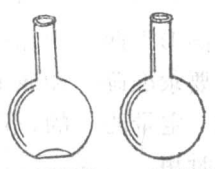
洗液的配制: 在粗天平上称取研细了的重铬酸钾 5 克置于 250 毫升烧杯内, 加水 10 毫升, 加热使之溶解, 冷却后, 在搅拌下慢慢注入浓硫酸 100 毫升即成。冷后置于带玻璃塞的试剂瓶中备用。

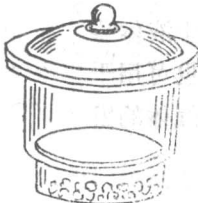
用洗液洗涤时, 先向仪器中加入洗液, 其用量约为仪器容量的 $\frac{1}{5}$ 。然后使仪器倾斜并慢慢转动之, 使仪器内壁全部为洗液润湿, 最后把洗液倒回原来瓶内, 再用水把留残在仪器壁上的洗液洗去。如用洗液把仪器浸泡一段时间或者用热的洗液洗, 则效果更佳。

使用洗液洗涤仪器时, 必须注意以下几点:

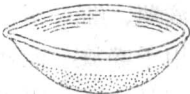
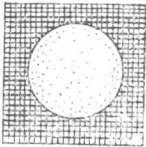
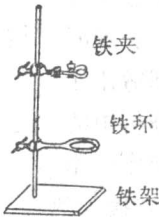
1. 使用洗液前要先用肥皂液或洗衣粉及水清洗仪器。
2. 应尽量把仪器内的水去掉, 以免洗液被稀释。
3. 洗液用后应倒回原瓶内。洗液可重复使用, 直到呈绿色方失效。
4. 洗液有很强的腐蚀性, 能灼伤皮肤或损坏衣物。如不慎将洗液洒在皮肤、衣物或实验桌上, 应立即用大量水冲洗。

无机化学实验常用仪器介绍

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 试 管	试管多数以容积(毫升)表示之。 试管分硬质试管,软质试管;普通试管,离心试管。	用作少量试剂的反应容器,便于操作和观察。 离心试管还可用于定性分析中的沉淀分离。	可直接用火加热。硬质试管可以加热至高温。 加热后不能骤冷,特别是软质试管更易破裂。
 试 管 架	试管架有木质和铝质的。	试管架放试管用。	
 试 管 夹	由木头或钢丝制成。	加热试管时夹试管用。	防止烧损或锈蚀。
 刷	以大小和用途表示。如试管刷、滴定管刷等。	洗刷玻璃仪器。	小心刷子顶端的铁丝撞破玻璃仪器。
 烧 杯	以容积(毫升)大小表示。 外形有不同。	用作反应物量较多时的反应容器。反应物易混合均匀。	加热时应放置在石棉网上,使受热均匀。
 平底烧瓶 圆底烧瓶	以容积(毫升)表示大小。	反应物多,且需长时间加热时,常用它作反应容器。	同 上
 蒸馏烧瓶	同 上	用于液体蒸馏,也可用于少量气体的发生。	同 上

仪 器	规 格	用 途	注 意 事 项
 锥形瓶	同 上	反应容器。 振荡很方便， 适用于滴定操 作。	同 上
 量筒	以所能量度 的最大容积 (毫升)表示。	用于量度一 定体积的液 体。	不能加热。 不用作反应容 器。量度体积 时以液面的弯 月形最低点为 准。
 容量瓶	以刻度以下 的容积(毫升) 大小表示。	配制一定体 积的溶液时 用。配制时液 面应恰在刻度 上。	不能加热。 瓶塞是配套 的,不要打碎, 不能互换。
 称量瓶	以外径(毫 米)×高(毫 米)表示。	分“扁形” 和“高形”两 种。要求准确 称取一定量的 固体时用。	不能直接用 火加热。盖子和 瓶子是配套 的,不能互换。
 干燥器	以外径(毫 米)大小表示。 分普通干燥 器和真空干燥 器。	内放干燥 剂,可保持样 品或产物的干 燥。	防止盖子滑 动打碎。红热 的东西待稍冷 后才能放入。

仪 器	规 格	用 途	注意事项
 药勺	由牛角、瓷或塑料制成。现多数是塑料的。	拿取固体药品用。药勺两端各有一个勺,一大一小。根据用药量大小分别选用。	取用一种药品后,必须洗净,并用滤纸屑擦干后,才能取用另一种药品。
 广口瓶 滴瓶 细口瓶	以容积(毫升)大小表示。	广口瓶用于盛放固体药品。滴瓶、细口瓶用于盛放液体药品。不带磨口塞子的广口瓶可用作集气瓶。	不能直接用火加热。瓶塞不要互换。不能盛放硷液,以免腐蚀塞子。
 表面皿	以口径(毫米)大小表示。	盖在烧杯上,防止液体迸溅或其他用途。	不能用火直接加热。
 漏斗 长颈漏斗	以口径(毫米)大小表示。	用于过滤等操作。长颈漏斗特别适用于定量分析中的过滤操作。不能用火直接加热。	不能用火直接加热。
 吸滤瓶 布氏漏斗	布氏漏斗为瓷质,以容量(毫升)或口径大小表示。吸滤瓶以容积大小表示。	两者配套使用于无机制备中晶体或沉淀的减压过滤。利用水泵或真空吸泵降低吸滤瓶中压力时将加速过滤。	滤纸要略小于漏斗的内径,才能贴紧,先开水泵,后过滤。过滤完毕后,先分开水泵与吸滤瓶的连结处,后关水泵。

仪 器	规 格	用 途	注意事项
 分液漏斗	以容积大小和形状(球形, 梨形)表示。	用于互不相溶的液—液分离。也可用于少量气体发生装置中加液。	不能用火直接加热。漏斗塞子不能互换。活塞处不能漏液。
 蒸发皿	以口径或容积大小表示。有用瓷、石英、铂来制作的。	蒸发液体用。随液体性质之不同可选用不同质的蒸发皿。	能耐高温, 但不宜骤冷。蒸发溶液时, 一般放在石棉网上加热。
 石棉网	由铁丝编成, 中间涂有石棉。有大, 小之分。	石棉是一种不良导体, 它能使受热物体均匀受热, 不致造成局部高温。	不能与水接触, 以免石棉脱落或铁丝锈蚀。
 铁夹 铁环 铁架		用于固体或放置反应容器。铁环还可以代替漏斗板使用。	
 三脚架	铁制品, 有大小、高低之分, 比较牢固。	放置较大或较重的加热容器。	

仪 器	规 格	用 途	注意事项
 研钵	以口径大小表示。 有用瓷、玻璃、玛瑙或铁来制作的。	用于研磨固体物质。按固体的性质和硬度选用不同的研钵。	不能用火直接加热。
 水浴锅	铜或铝制品。	用于间接加热，也可用于控温实验。	

实验一 食盐的精制或硫酸钠的精制

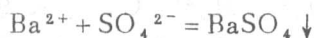
(一) 食盐的精制

一、目的要求

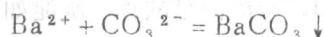
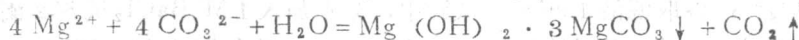
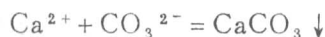
1. 学习提纯NaCl的原理和方法及有关的离子鉴定；
2. 掌握溶解、过滤、沉淀的洗涤、溶液的蒸发浓缩、结晶及干燥等基本操作；
3. 学会台秤的使用。

二、原理

化学试剂或医药用的NaCl都是用粗食盐为原料提纯的。粗食盐中含有钙、镁、钾离子和硫酸根离子等可溶性杂质，以及泥砂等不溶性杂质。选择适当的试剂可使 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 SO_4^{2-} 等离子生成难溶化合物的沉淀而被除去。首先可在食盐溶液中加入 BaCl_2 溶液，除去 SO_4^{2-}



再在溶液中加入 Na_2CO_3 溶液，除去 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和过量的 Ba^{2+}



过量的碳酸钠溶液用盐酸中和。

粗盐中的 K^+ 和这些沉淀剂不起作用，仍留在溶液中。由于KCl的溶解度大于NaCl

的溶解度，而且在粗盐中的含量较少，所以在蒸发和浓缩食盐溶液时，NaCl先结晶出来，而KCl则留溶液中。利用上面的这些方法和步骤，达到提纯食盐的目的。

三、仪器和试剂

仪器：250ml烧杯，蒸发皿、坩埚钳、铁三角架，布氏漏斗、漏斗架、玻棒、台平，酒精灯、滤纸、抽滤瓶。

试剂：6 M HCl、3 M H_2SO_4 、6 M HOAc、6 M NaOH、1 M BaCl_2 、饱和 Na_2CO_3 、饱和 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 、 $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ 、镁试剂、pH试纸。

四、实验内容

1. 粗食盐的溶解：

称取20克粗食盐放于250ml烧杯中，加80ml水，置于石棉网上加热并搅拌，使食盐溶解（不溶性杂质沉于杯底）。

2. 除去 SO_4^{2-} ：

加热溶液至近沸，一边搅拌，一边逐滴加入1 M BaCl_2 溶液3 - 5 ml，继续加热5分钟，使沉淀颗粒长大易于沉降。

3. 检查 SO_4^{2-} 是否除尽：

将烧杯取下，待沉淀沉降后，取出少量上层清液，放于一试管中，加几滴6 M HCl，再加几滴1 M BaCl_2 溶液，如果出现混浊，表示 SO_4^{2-} 尚未除尽，需要再加 BaCl_2 溶液，直到没有 SO_4^{2-} 为止。如果不混浊，表示 SO_4^{2-} 已除尽。过滤。弃去沉淀（不溶性杂质亦随之除掉）。

4. 除去 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Ba^{2+} 等阳离子：

续将滤液加热近沸。边搅拌，边滴加饱和的 Na_2CO_3 溶液，直至不生成沉淀为止，再多加0.5ml Na_2CO_3 溶液，静置。

5. 检查 Ba^{2+} 是否除尽：

取上层清液少许，滴加几滴3 M H_2SO_4 ，如果出现浑浊，表示 Ba^{2+} 未除尽，需继续加 Na_2CO_3 溶液，直至除尽为止，过滤，弃去沉淀。

6. 用HCl调节酸度，除去剩余的 CO_3^{2-} ：

往溶液中滴加6 M HCl，加热搅拌，中和到溶液呈微酸性（用pH试纸检查）。

7. 把溶液转入蒸发皿中，蒸发浓缩到有大量NaCl结晶出现时（约原来体积的1/4），冷却，用减压过滤，然后用少量蒸馏水洗涤晶体，抽干。

把氯化钠晶体放在蒸发皿内，烘干，冷却后称重，计算产率（%）

8. 定性比较原料和产品中 SO_4^{2-} 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 K^+ 等杂质的含量情况。

取原料和产品各5克，分别溶于15ml蒸馏水中，过滤。两份滤液用来进行杂质含量的定性比较。

(1) SO_4^{2-} ：各取滤液1 ml放于试管中，分别加入1 M BaCl_2 试剂2滴，若有白色 BaSO_4 沉淀生成，加入6 M HCl，至溶液呈酸性，沉淀如不溶解，证明有 SO_4^{2-} 存在。比较两份溶液。

(2) K^+ ：分别取滤液1ml，加6M HOAc酸化，各加钴亚硝酸钠($\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$)

试剂数滴，放置片刻，有黄色 $K_2Na[Co(NO_2)_6]$ 沉淀析出，证明有 K^+ 存在。比较两份滤液。

(3) Mg^{2+} ：各取滤液 1 ml，加 6 M NaOH 5 滴和镁试剂① 2 滴，若有天兰色沉淀生成，表示有 Mg^{2+} 存在。比较两份滤液。

(4) Ca^{2+} ：各取滤液 1 ml，加 6 M HOAC 使成酸性，再分别加入饱和 $(NH_4)_2C_2O_4$ 试液数滴，有白色 CaC_2O_4 沉淀生成，表示有 Ca^{2+} 存在②。比较两份滤液。

附：①对-硝基苯偶氮间-苯二酚 ($O_2N-C_6H_4-N=N-C_6H_3(OH)_2$)

俗称镁试剂，在硷性环境下呈红色或红紫色，被 $Mg(OH)_2$ 吸附后呈天兰色。

② Mg^{2+} 对此反应有干扰，也产生草酸盐沉淀，但草酸镁 (MgC_2O_4) 溶于醋酸， CaC_2O_4 不溶于醋酸，加 HOAC 可排除 Mg^{2+} 的干扰。

(二) 粗硫酸钠的精制

一、目的：

通过粗硫酸钠的精制初步掌握台平的称量和溶解、过滤、蒸发、结晶等基本操作。

二、原理：

将粗硫酸钠溶解，用过滤的方法除去其中不溶于水的杂质。再把滤液蒸发浓缩至一定体积，放冷，由于温度下降，硫酸钠的溶解度随之减少而成为过饱和溶液。静置或加入一小粒 Na_2SO_4 作晶种 (已精制的 Na_2SO_4)，使硫酸钠成为 $Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$ 结晶析出。经过滤使结晶与母液 (结晶析出后所余液体) 分离，可溶性杂质，绝大部分留在母液中，这样就得到较纯的硫酸钠晶体。

三、仪器：

(同上)。

四、药品：

粗硫酸钠

五、操作：

(1) 粗硫酸钠的称量与溶解：

在已知重量的烧杯中称粗制硫酸钠 10 克，用量筒量取蒸馏水 25 毫升，倒入烧杯中，用玻棒搅拌至全部固体溶解为止，必要时可加热促使固体溶解。

(2) 过滤：

把粗硫酸钠溶液过滤 (过滤法与食盐精制操作同，滤液用蒸发皿接收) 以除去不溶解的杂质。

(3) 蒸发：

把盛有硫酸钠溶液的蒸发皿放在铁三脚架上的石棉网上，用酒精灯加热 (操作同前)，待水分蒸发至溶液体积变为原体积约 1/3 时，移去酒精灯，停止加热。

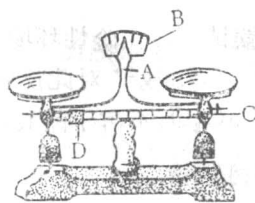
(4) 结晶:

把已浓缩的硫酸钠溶液放冷至室温后加入已精制的硫酸钠晶体一粒, (必要时将蒸发皿放入冰盐水中, 待内部溶液冷却至较低温度后加入硫酸钠晶体一粒) 观察有无 $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 结晶析出。也可放置过夜后, 观察结晶析出。

附固体物质的称量、溶液的过滤及蒸发的方法与操作

(1) 称量:

粗略的称量常用普通台平(又叫粗天平)。台平为一种质量较粗, 灵敏度较低的天平。它的构造如右图, 台平的横梁中央用一个刀口架于台平座上, 其两端可以上下摆动, 左右各有一个托盘, 中间连接一个指针A, 两端上下摆动时, 指针即左右摆动。根据指针在刻度盘B前面摆动时的情况可以看出台平的平衡状态。在台平前面有一游码尺C, 游码尺上有一游码D, 可以左右移动, 当作5克以下的砝码使用。台平称量可准确到0.1克。

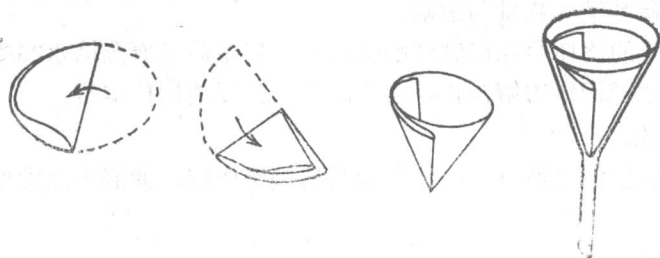


台平

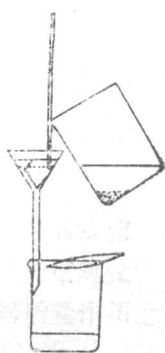
称量前, 首先将台平放平, 并将游码移到零位, 再调节小螺旋, 使台平左右平衡, 也就是使指针左右摆动的幅度接近相等。称量时, 在两盘上各放一张重量大致相等的纸片, 再在左盘纸上放置被称物品, 右盘纸上加置砝码, 使两边达平衡为止, 平衡时, 砝码的总重量就是被称物品的重量。

(2) 过滤:

常用的过滤法是用滤纸与漏斗来进行。其方法是取一张大小适合的圆形滤纸, 折成半圆, 再对折成一直角, 这时滤纸折成四层互相重叠, 将其中一层与其它三层分开, 即成一个圆锥体。在第二次对折时。应使圆锥体的顶角与漏斗的角度相吻合。将滤纸锥体的三层处的外面两层撕去一小角。然后把滤纸放入漏斗。滤纸应比漏斗边缘低5~10毫米, 用蒸馏水润湿滤纸使紧贴于漏斗壁上, 这样过滤时, 漏斗管内就能充满滤液, 使过滤速度加快。

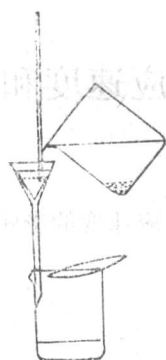


滤纸折迭法



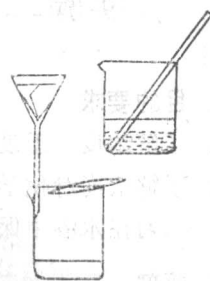
(a)

玻棒垂直紧靠烧杯嘴，
下端对着滤纸三层的一边，
但不能碰到滤纸



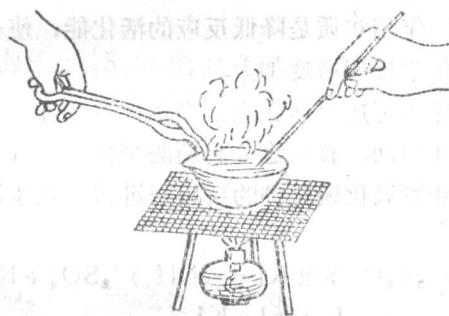
(b)

慢慢扶正烧杯，但杯
嘴仍与玻璃棒贴紧，接
住最后一滴溶液



(c)

玻棒远离烧杯嘴搁放



蒸 发

把放好滤纸的漏斗置于漏斗架上，漏斗下放一大小适合的烧杯或蒸发皿，漏斗管的尖端应与烧杯或蒸发皿内壁相接触，以使滤液沿内壁流下，而不致产生飞溅现象。把粗盐溶液沿玻棒流入漏斗中，液面要低于滤纸边缘，进行过滤。

(3) 蒸发：

把滤出的澄清溶液倒入蒸发皿中，滤液不要超过蒸发皿容积的 $\frac{2}{3}$ ，以免溶液沸腾时向外飞溅出，将蒸发皿放在铁三脚架的石棉网上，用酒精灯加热，以玻棒搅拌溶液，如图。当蒸发皿底部或壁上出现结晶时，须加速搅拌，避免溶液产生飞溅而损失。

实验二 化学反应速度和化学平衡

一、目的要求

1. 了解浓度、温度和催化剂对反应速度的影响;
2. 了解浓度对化学平衡的影响;
3. 练习在水浴中保持恒温的操作。

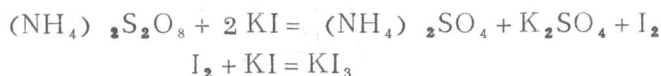
二、原理

化学反应速度除与反应物的本性有关外,还受物质的浓度、系统的温度及催化剂等条件的影响。

所有的化学反应,只有当反应物分子中的活化分子互相碰撞时才能发生。在一定温度下,反应物浓度加大时,其中活化分子的数目也必随着增大,它们碰撞的机会增多;而当温度升高时,活化分子百分率就急剧增加,因此增大反应物的浓度、升高温度,反应速度必然增大。催化剂的作用实质是降低反应的活化能,使一部分原来不是活化分子的变为活化分子,因而使化学反应速度加大。

可逆反应,在一定条件下可达平衡状态。当条件(浓度、温度等)改变时,旧的平衡即被破坏,整个体系必将移动,直至建立起新的平衡。

本实验是利用过二硫酸铵氧化碘化钾的反应来进行。在水溶液中过二硫酸铵与碘化钾发生如下反应:



总反应式为: $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8 + 3\text{KI} = (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{KI}_3$

反应的离子方程式为:



为了能够测出反应进行时反应物浓度改变所经历的时间(Δt),在混合 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 和KI溶液时,同时加入一定体积的已知其浓度的并含有淀粉(指示剂)的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液。这样在反应(1)进行的同时,也发生着如下的反应:



反应(2)进行得非常之快,几乎瞬间即完成。而反应(1)却慢得多。由反应(1)生成的碘立刻与 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 作用,生成了无色的 $\text{S}_4\text{O}_6^{2-}$ 和 I^- 。因此,在开始一段时间内,看不到碘与淀粉作用而显示出来的特有蓝色。但是,一旦 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 耗尽,由反应(1)继续生成的微量碘就很快与淀粉作用,使溶液显出蓝色。这样,就可以记录下从溶液开始混合到蓝色刚刚出现所经历的时间。所经时间短的,反应速度大;所经时间长的,反应速度小。

三、仪器

50或100ml量筒(6个)、250ml烧杯、秒表。50ml小烧杯、玻棒、白瓷杯、酒精

灯、铁三角架、温度计。

四、药品

0.2M(NH₄)₂S₂O₈、0.2M KI、0.01M Na₂S₂O₃、0.2%淀粉、0.2M (NH₄)₂SO₄、0.02M Cu(NO₃)₂、0.5N FeCl₃、0.5M NH₄CNS、0.5M FeCl₃、饱和 NH₄Cl。

五、实验步骤

1. 浓度对化学反应速度的影响

根据质量作用定律，化学反应的速度与各反应物的克分子浓度的乘积成正比。在(NH₄)₂S₂O₈与KI的反应中，为了简化起见，将KI溶液的浓度固定，只测定反应速度与(NH₄)₂S₂O₈浓度之间的关系。

在室温下，用量筒（每个试剂所用的量筒都要贴上标签，以免混乱）准确量取0.2M KI 20ml，0.2%淀粉溶液 2 ml，与 0.01M Na₂S₂O₃ 溶液 8 ml，置 250ml 烧杯中混合，然后再用量筒准确量取0.2M(NH₄)₂S₂O₈溶液20ml迅速加到烧杯中，立即按动秒表，用玻棒不断搅拌。在溶液刚出现蓝色时，即迅速停止计时，将反应所经时间填入下表实验编号 1 栏中。

(NH₄)₂S₂O₈的浓度对反应速度的影响

实验编号	1	2	3
0.2M (NH ₄) ₂ S ₂ O ₈ ml数	20	10	5
0.2MKI ml数	20	20	20
0.01MNa ₂ S ₂ O ₃ ml数	8	8	8
0.2%淀粉 ml数	2	2	2
0.2M(NH ₄) ₂ SO ₄ ml数	0	10	15
混合后(NH ₄) ₂ S ₂ O ₈ 的浓度			
混合后KI的浓度			
反应经历的时间t (秒)			

用上述方法参照表中所列、重复进行实验编号 2 与 3。为了使试液的离子强度和总体积保持不变，所减少的 (NH₄)₂S₂O₈的量用0.2M(NH₄)₂SO₄来补充。

2. 温度对反应速度的影响

在 250ml 烧杯中加入 20mlKI 溶液、2 ml 淀粉溶液、8 ml Na₂S₂O₃ 溶液和 15ml (NH₄)₂SO₄ 溶液，充分混匀；在另一试管中加入 5 ml0.2M(NH₄)₂S₂O₈ 溶液，将盛有试液的烧杯和试管同时放入水浴中，加热到比室温高 10℃，并保持该温 2 分钟，旋即将 (NH₄)₂S₂O₈溶液倒入烧杯中，搅拌，记时，记温。

按照同样手续进行一次比室温高20℃的实验。