

“ 碘的製備及鹵素離子的檢驗 ” 實驗的研究與改進

高中組化學科第三名

臺中一中

作 者：蔡政良、蘇彰甫
指導教師：紀榮林

一、研究動機

最近學校剛做完“ 碘的製備與鹵素離子的檢驗 ”的實驗，覺得缺點不少，而且實驗手冊上對於反應方程式隻字不提，頗令人有知其然而不知其所以然的感覺，而與同學在一起做實驗時，又偶然發現硫酸銅加碘化鈉會產生碘，因此使我們想要研究並改進本實驗。

二、研究目的

分析“ 碘的製備與鹵素離子的檢驗 ”的反應方程式，並嘗試用別的反應來改進此實驗。

三、研究設備器材

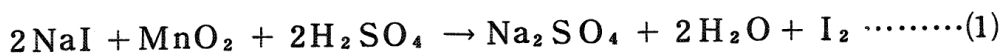
三樑天平 (310 g)	一臺
酒精燈、三角架、石綿心網	一組
量筒 (10ml)	一個
坩鍋	一個
漏斗	一個
刮勺	一支
碘化鈉 (NaI)	一罐
硫酸銅 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	一罐
重亞硫酸鈉 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$)	一罐
硫代硫酸鈉 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	一罐
二氧化錳 (MnO_2)	一罐
硫酸 (18M)	一瓶
其它藥品	

其它器材

四、研究過程

(一)反應方程式之研究：

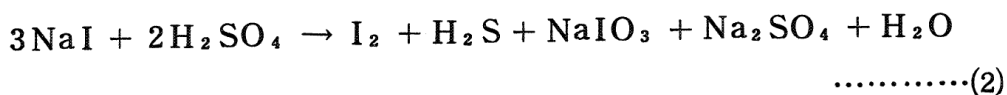
實驗手冊上碘的製備，是利用碘化鈉加二氧化錳及硫酸以產生碘。我們由參考書上僅能得到：



的反應方程式，但是我們在重覆了手冊上的實驗後，發現產物中有硫化氫 (H_2S) 產生。因此，整個反應一定不只有(1)式而已，研究過程如下：

1. 先將反應物兩兩混合，發現在碘化鈉加硫酸的實驗中，產物有大量的硫化氫與碘蒸氣。

2. 我們嘗試著平衡方程式，如下：



3. 為了證實 NaI 與 H_2SO_4 比例是否為 3 : 2，我們先秤取碘化鈉 3.00g，慢慢滴入 9 M 的 H_2SO_4 ，並加熱之，直到不再產生 H_2S 為止，紀錄下 H_2SO_4 之用量。

4. 由 3. 我們發現 H_2SO_4 用去約 1.5 ml，經計算 NaI 與 H_2SO_4 的比例約 3 : 2，所以(2)式應無誤。

5. 實驗時若用 9 M 硫酸，則大部分為①式之反應，但是在鹵素離子檢驗部分，由於加入者為 18 M 硫酸，因此(2)式之反應很顯著，會產生大量硫化氫。

(二)舊有實驗的缺點：

在“碘的製備”部分，手冊上告訴我們要用 9 M 的硫酸和碘化鈉與二氧化錳混合，但老師却告訴我們要用較濃的濃硫酸，而且火勢要盡量小。我這個不聽話的學生却沒有把火調小（手冊上只說溫度不可太高，較易得碘，並沒有禁止），實驗當然砸了，因此我們重覆做了數十次實驗，討論如下：

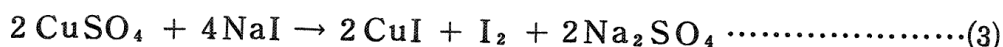
1. 在硫酸濃度方面，我們知道濃硫酸有強吸水性，但是溫度一升高，水照樣從硫酸中跑出來，我們將硫酸與水以 1 : 1 混合，並加熱之，發現它在 146°C 開始沸騰，而沸騰前約有四分之一的已經蒸發了，而(1)式中的產物又有水產生，因此實驗時溫度約升至 140°C 時溶液即開始沸騰，沸騰時溶液被濺至漏斗上，與漏斗上的碘產生 I_3^- 離子，被凝結在漏斗上的水蒸氣沖下，實驗便會失敗，因此實驗時溫度不可太高。

2. 反應速率快，產量大，加熱過程中有大量碘蒸氣從漏斗口冒出。

3.濃硫酸增加實驗的危險性。

(三)新反應的研究

硫酸銅加碘化鈉產生碘的方程式很單純，反應如下：



(四)利用新反應製碘：

如(3)式，將硫酸銅與碘化鈉的固體粉末混合，置入坩鍋，蓋上漏斗並加熱之即可得碘。

(五)利用新反應檢驗鹵素離子：

手冊上原本以二氧化錳加硫酸（18 M）以產生鹵素蒸氣來分辨鹵素離子，其缺點有：

- (1)附帶產生硫化氫（見(2)式）。
- (2)產生鹵素蒸氣，需在通風櫥內實驗。
- (3)濃硫酸增加實驗的危險性。

而利用新反應，我們可以快速又便捷地檢驗出鹵素離子的種類：

- 1.硫酸銅（含結晶水）加入碘化鈉，立刻產生黃褐色的碘，不須加熱，因此不會產生碘蒸氣，也降低了危險性。
- 2.硫酸銅中加入溴化鈉，立刻產生赤褐色的溴，不須加熱即可判別。
- 3.硫酸銅加入氯化鈉，再加少許水產生綠色物質，為 $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4]^{2+}$ （藍色）、 $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_3\text{Cl}]^+$ 、 $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_2\text{Cl}_2]$ （藍綠色）、 $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})\text{Cl}_3]^-$ 、 $[\text{CuCl}_4]^{2-}$ （黃色）之混合色，若加入大量的水，由於 H_2O 為較 Cl^- 強之配基，故產物以 $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4]^{2+}$ 居多，溶液呈藍色。
- 4.區別 1. 2.可加入 1 ml 左右的水，碘管呈黃褐色，溴管則呈赤褐色，（黃褐為 I_3^- 的顏色，赤褐色為 Br_2 的顏色）；若再加入大量的水，則會褪色者為溴管（ $\text{Br}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{HBr} + \text{HBrO}$ ），不褪色者為碘管。

五、討論

綜合以上的實驗結果，我們將改進後(一)“碘的製備”，(二)“鹵素離子的檢驗”，的詳細步驟列在下方：

(一)碘的製備：

- 1.取碘化鈉 3 克。
- 2.取硫酸銅 3 克（不須去結晶水）。
- 3.將兩種藥品混合置入坩鍋，罩上一乾淨漏斗，加熱數分鐘後，熄火即可。

熄火後請勿立刻拿開漏斗，以免碘蒸氣溢散到空氣中。

(二) 鹵素離子的檢驗：

1. 取氯化鈉、溴化鈉、碘化鈉各 1 克，分置在三張紙上。
2. 取硫酸銅 1 克三份，分別加入 1. 中的三堆藥品中，則立刻產生黃褐色產物者即為碘化鈉；產生赤褐色產物者即為溴化鈉。
3. 剩餘一堆藥品可加少許水，產生綠色產物者即為氯化鈉。
4. 當 2. 中的兩份藥品的顏色不易分辨時，可將其置入試管中，加水約一毫升，呈黃褐色者即為碘化鈉，赤褐色者即為溴化鈉；仍不易分辨時可加入大量水，會褪色者即為溴化鈉，不褪色者為碘化鈉。

六、結論

1. 實驗改進前後的比較：

(1) 碘的製備：

改 進 前	改 進 後
須使用濃硫酸，增加實驗危險性。	不須濃硫酸，使用硫酸銅即可。
若用 9 M 硫酸，火勢過大很容易因水蒸氣凝結及溶液噴濺的影響而失敗，而且反應中會溢出大量碘蒸氣。	不須考慮火勢的大小，溢出的碘蒸氣極少。

(2) 鹵素離子的檢驗：

改 進 前	改 進 後
須使用濃硫酸，增加實驗危險性。	不須使用濃硫酸，以硫酸銅作試劑。
鹵素蒸氣量與濃硫酸的量有關，且蒸氣易外溢造成傷害	不須加熱，利用產物或溶液顏色即可辨別。
反應麻煩，蒸氣中帶有硫化氫。	反應單純，方便迅速。

七、參考資料

1. 高中化學實驗手冊(三)，國立編譯館。
2. 高中化學課本(二)，國立編譯館。
3. 曾國輝，化學(下)，藝軒。
4. 易賢仕，定量分析，新學識。
5. 郁仁貽，新編化學，徐氏基金會。

評語

這個實驗較大的貢獻在於利用 Cu^{2+} 離子來辨別 Cl^- 與 I^- 離子，至於用此法來製備 I_2 ，則似乎較少價值（可減低 H_2S 臭味）。