

高等学校教材

物理化学实验

WULI HUAXUE SHIYAN

冯 鸣 梅来宝 郭会明 主编



化学工业出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

物理化学实验/冯鸣, 梅来宝, 郭会明主编. —北京:
化学工业出版社, 2008. 7

高等学校教材

ISBN 978-7-122-03143-3

I. 物… II. ①冯…②梅…③郭… III. 物理化学-
化学实验-高等学校-教材 IV. O64-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 091134 号

责任编辑: 宋林青
责任校对: 洪雅姝

文字编辑: 徐雪华
装帧设计: 史利平

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)
印 装: 北京市兴顺印刷厂

787mm×1092mm 1/16 印张 8 $\frac{1}{4}$ 字数 185 千字 2008 年 8 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 15.00 元

版权所有 违者必究

前言

物理化学实验是高等学校化学、应用化学、化学工程、生物工程、材料等专业的一门重要课程。它与无机与分析化学实验、有机化学实验、仪器分析实验构成完整的实验体系。物理化学实验在帮助学生理解、检验化学的基本理论,掌握、运用化学中基本的物理方法和技能,训练分析解决问题的能力,培养创新思维、综合能力等方面有重要作用。

本书是在我校多年使用的《物理化学实验讲义》的基础上,新增了10多个实验,编写整理而成的,以满足教育部化学教学指导分委员会对化学和应用化学专业化学实验教学基本内容的要求。

本书包括31个实验,涉及基本物理量的测定、热力学性质的测定、动力学性质的测定、电化学性质的测定、胶体与表面性质的测定和结构参数的测定。本书由冯鸣统稿并编写实验一、二、四、五、六、八、九、十、十二、十三、十四、二十七、二十九;梅来宝编写实验七、十一、十八、十九、二十、二十一、二十二、二十四;郭会明编写绪论、实验十六、十七、二十五、二十六、二十八;李冀蜀编写实验二十三、三十、三十一;刘建兰编写实验三、十五;张东明编写附录。本书作者皆有多年指导实验的经验,在编写过程中参考了国内外出版的一些物理化学实验教材,在此表示感谢。

限于编者水平,书中缺点恐难避免,恳请读者批评指正。

编者

2008年5月

于南京工业大学

实验十五 三氯化磷(三氯氧磷)的制备	45
实验十六 差热分析	49
实验十七 燃烧热的测定	53
实验十八 热重分析法测定 $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 热分解反应的动力学参数	56
动力学性质的测定	60
实验十九 蔗糖水解反应速率常数的测定	60
实验二十 乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定	63
实验二十一 丙酮碘化反应速率常数的测定	65
电化学性质的测定	68
实验二十二 原电池电动势的测定	68
实验二十三 希托夫法测定离子迁移数	74
实验二十四 电势-pH曲线的测定	76

目 录

第一章 绪论	1
第二章 实验部分	8
基本物理量的测定	8
实验一 液体黏度的测定	8
实验二 液体和固体密度的测定	11
实验三 黏度法测定高聚物相对分子质量	13
实验四 易挥发液体摩尔质量的测定	17
实验五 摩尔气体常数的测定	19
实验六 液体饱和蒸气压的测定	21
实验七 凝固点降低法测定溶质的摩尔质量	23
热力学性质的测定	26
实验八 偏摩尔体积的测定	26
实验九 用分光光度法测定弱电解质的电离常数	29
实验十 中和焓及醋酸电离焓的测定	33
实验十一 溶解焓的测定	35
实验十二 化学反应平衡常数的测定	38
实验十三 二组分简单共熔系统 $T-x$ 图的绘制	40
实验十四 完全互溶双液体体系 $T-x$ 图的绘制	44
实验十五 三液系(三氯甲烷-醋酸-水)相图的绘制	46
实验十六 差热分析	49
实验十七 燃烧热的测定	53
实验十八 热重分析法测定 $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 热分解反应的动力学参数	56
动力学性质的测定	60
实验十九 蔗糖水解反应速率常数的测定	60
实验二十 乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定	63
实验二十一 丙酮碘化反应速率常数的测定	65
电化学性质的测定	68
实验二十二 原电池电动势的测定	68
实验二十三 希托夫法测定离子迁移数	74
实验二十四 电势-pH 曲线的测定	76

目 录

实验二十五 电导的测定及其应用	80
胶体与表面性质的测定	82
实验二十六 溶液表面张力和吸附量的测定	82
实验二十七 溶胶的制备与 ζ 电位的测定	87
实验二十八 固体比表面的测定	90
实验二十九 临界胶束浓度的测定(电导法)	93
结构参数的测定	96
实验三十 偶极矩的测定	96
实验三十一 磁化率的测定	100
附录	105
参考文献	123

第一章 绪 论

一、物理化学实验的目的与要求

化学是建立在实验基础上的一门中心学科，实验对学习和研究化学的重要性是不言而喻的。物理化学实验作为化学实验课程的一个重要分支，其内容综合了化学领域各分支所需的基本实验手段和研究方法，它主要运用物理学原理与技术，通过由若干物理仪器组成的测量装置测定系统的物理化学性质变化，从而研究化学变化的本质和规律。物理化学实验课程的主要目的是通过实验训练使学生熟悉物理化学实验的基本原理与方法，掌握物理化学的基本实验技术和技能，学会常用仪器设备的操作和使用，了解近代大型仪器的性能及其在物理化学实验中的应用，学会观察实验现象、正确记录和处理数据、对实验结果进行分析和归纳并写出完整规范的实验报告，从而巩固和加深对物理化学基本理论和概念的理解，培养学生的实践动手能力、独立思考和解决问题的能力及实事求是、严肃认真的科学态度。

物理化学实验安排一般采用循环法，即在同一时间内有若干个不同的实验项目同时进行。在较大的循环中，由于部分实验常先于理论教学，加之物化实验使用仪器设备较多，因此，尽管实验前指导教师会在原理、方法或数据处理等方面作一些简要介绍，但要正确掌握并能顺利完成实验，还必须依赖于学生个人在实验前的充分准备。为此对学生提出如下要求。

1. 实验前的准备

准备预习报告一本。实验前应认真学习实验教材，明确实验目的和要求，熟悉实验原理及仪器性能和操作规程，仔细阅读实验操作步骤和实验注意事项，弄清所要测定的实验数据内容及如何处理实验数据，认真写好实验预习报告。预习报告应包括实验名称和目的、简要的实验原理和操作步骤、实验注意事项和记录测定数据的表格。正式实验前，指导教师应检查学生对实验内容的了解程度、准备工作是否充分，学生应在完成预习报告并经指导教师许可后方可开始进行实验。

2. 实验过程

在实验过程中要态度严谨、勤于动脑、善于动手，认真体会操作要领和步骤，严格控制实验条件，仔细观察和分析实验现象，客观、正确、完整地将实验原始数据记录在实验预习报告的表格里，原始数据不可任意涂改，不可随便将数据记录在纸条、书或其他地方。实验过程是训练动手操作能力、培养分析解决问题能力和科学思维能力的重要途径，要求每个学生必须认真对待。

3. 实验报告

实验报告是对整个实验工作的书面总结，撰写规范完整的实验报告对培养学生的科学素质具有十分重要的意义，通过撰写实验报告可有效训练学生分析处理数据、归纳总结问题的能力。报告内容包括实验名称和目的、实验原理和操作步骤、数据记录及处理、实验

结果及问题讨论。问题讨论是报告中重要的一项, 主要对实验时所观察到的重要现象、实验方法和仪器装置的设计以及误差来源进行讨论, 并可以对实验提出进一步改进的意见。学生应在规定时间内独立完成实验报告, 经指导教师批阅后, 如认为有必要重做者, 须在指定时间补做实验, 不经指导教师许可不能任意补做实验。

二、实验注意事项

1. 实验时应遵守操作规程和一切安全规章制度, 保证实验安全进行。
2. 核对仪器和药品试剂, 对不熟悉的仪器及设备, 应仔细阅读说明书并正确安装仪器装置, 经教师检查无误后方可开始实验。
3. 特殊仪器需向教师领取, 完成实验后要及时归还。未经老师允许不得乱动精密仪器, 使用时应爱护设备, 如发现仪器损坏, 立即报告指导教师并查明原因。
4. 实验时应按教材要求进行操作, 如有更改意见, 须与指导教师进行讨论, 经指导教师同意后方可实行。
5. 公用仪器及试剂瓶不要随意变更原有位置, 用毕要立即放回原处。
6. 实验数据应随时记录在预习报告本上, 记录数据要详细准确, 且要注意整洁清楚, 不得任意涂改。要养成良好的数据记录习惯, 尽量采用表格形式记录。
7. 实验完毕后, 应将实验数据交指导教师检查。
8. 随时注意保持室内整洁卫生, 火柴杆、纸张等废物应丢入废物缸内, 不能随地乱丢, 更不能丢入水槽以免堵塞。
9. 实验结束后应清理实验桌, 将玻璃仪器洗净并核对仪器, 将公用仪器、试剂药品整理好, 全部工作完毕后, 由同学轮流值日, 负责打扫整理实验室, 检查水、气、门窗是否关好, 电闸是否拉掉, 以保证实验室的安全。经指导教师同意后, 才能离开实验室。

三、数据测量

(一) 国际单位制 (SI) 和我国的法定计量单位

任何一个物理量都是用数值和单位的组合来表示的, 即:

物理量 = 数值 $\times$ 单位

其中“数值”是将某一物理量与该物理量的标准量进行比较, 所得到的比值。测得的物理量必须注明单位, 否则就没有意义。

我国对于“单位”有明确的法定计量单位的规定, 是在国民经济、科学技术、文化教育等一切领域必须执行的强制性国家标准。我国的法定计量单位等效采用国际标准。它包括国际单位制的基本单位、辅助单位、导出单位; 由以上单位构成的组合形式单位; 由词头和以上单位所构成的十进制倍数和分数单位。

(二) 可与 SI 并用的我国法定计量单位

国际单位制是在米制基础上发展起来的国际通用单位制, 经过几届国际计量大会的修改, 已发展成为由 7 个基本单位、两个辅助单位和 19 个具有专门名称的单位制。所有的单位都有 1 个主单位, 利用十进制倍数和分数的 20 个词头, 可组成十进倍数单位和分数单位。SI 概括了各门科学技术领域的计量单位, 形成有机联系、科学性强、命名方法简单、使用方便的体系, 已被许多国家和国际性科学技术组织所采用。SI 的基本单位及其定义见表 1-1。至于 SI 的完整叙述和讨论, 可参阅有关书刊以及我国的国家标准 GB 3100—93、GB 3101—93、GB 3102.1—93、GB 3102.13—93 等文件。

表 1-1 SI 基本单位及其定义

量的单位	单位名称	单位符号	定 义
长度	米	m	光在真空中 $1/299792458$ s 时间间隔内所经路径的长度
质量	千克	kg	国际千克原器的质量
时间	秒	s	铯-133 原子基态的两个超精细能级之间跃迁所对应的辐射的 9192631770 个周期的持续时间
电流	安培	A	在真空中截面面积可以忽略的两根相距 1 m 的无限长平行圆直导线内通以等量恒定电流时,若导线间相互作用力在每米长度上为 2×10^{-7} N,则每根导线中的电流为 1 A
热力学温度	开尔文	K	水三相点热力学温度的 $1/273.16$
物质的量	摩尔	mol	0.012 kg 碳-12 中碳原子的数目, $1\text{mol} = 6.02 \times 10^{23}$ 个基本单元
发光强度	坎德拉	cd	一光源在给定方向上的发光强度,该光源发出频率为 540×10^{12} Hz 的单色辐射,且在此方向上的辐射强度为 $1/683$ W/sr

在使用 SI 时,应注意以下几点关于单位与数值的规定。

(1) 组合单位相乘时应该用圆点或空格,不用乘号。如密度单位可写成: $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ 、 $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ 或 kg/m^3 , 不可写成 $\text{kg} \times \text{m}^{-3}$ 。

(2) 组合单位中不能用一条以上的斜线。如 $\text{J}/(\text{K} \cdot \text{mol})$, 不可写成 $\text{J}/\text{K}/\text{mol}$ 。

(3) 对于分子无量纲,分母有量纲的组合单位,一般用负幂形式表示。如 K^{-1} 、 s^{-1} , 不可写成 $1/\text{K}$ 、 $1/\text{s}$ 。

(4) 任何物理量的单位符号应放在整个数值的后面。如 1.52m 不可写作 $1\text{m}52$ 。

(5) 不得使用重叠的冠词。如 nm (纳米)、 Mg (兆克), 不可写作 $\text{m}\mu\text{m}$ (毫微米)、 kkg (千千克)。

(6) 数值相乘时,为避免与小数点相混,应采用乘号不用圆点,如 2.58×6.17 不可写作 $2.58 \cdot 6.17$ 。

(7) 组合单位中,中文名称的写法与读法应与单位一致。如比热容单位是 $\text{J}/(\text{kg} \cdot \text{K})$, 即“焦耳每千克开尔文”,不应写或读为“每千克开尔文焦耳”。

(三) 物理化学实验中的误差及数据的表达

在实验中,我们经常要对各种物理量进行测量。在测量时,由于所用仪器、实验方法、条件控制和实验者观察局限等的限制,实验测得的数据只能达到一定程度的准确性,测量值和真实值之间必然存在着一个差值,即“测量误差”。通过对误差的分析,才能了解结果的可靠性,以及对科学研究和生产是否有价值,进而研究如何改进实验方法、技术路线以及考虑仪器的正确选用和搭配等问题。此外,将数据列表、作图、建立数学关系等处理方法,对于实验研究也是一个重要的方面。

1. 误差的分类

在物理化学实验中,对各种物理量的测量可分为直接测量和间接测量两种。直接表示所求结果的测量称为直接测量,如用温度计测水的温度就属于这种测量。若所求的结果由数个测量值以某种公式计算而得,这种测量称为间接测量。如用电导法测定乙酸乙酯皂化反应的速率常数,是通过测定反应各时刻溶液的电导率,再由公式计算得出。物理化学实验中的测量大都属于间接测量。直接测量的误差计算较为简单,间接测量的误差计算较复杂些,是通过各个直接测量的物理量的误差计算得出的。通常间接测量的相对误差要大于

其中任意一个直接测量量的相对误差。以下着重介绍直接测量的误差计算,间接测量的误差计算请参阅有关资料。

根据误差产生性质的不同可将误差分为三类,即系统误差、过失误差、偶然误差。

(1) 系统误差

系统误差是由于实验方法本身的限制,计算公式有某些假定及近似,使用的仪器不够精确,药品不纯,实验者个人测量数据习惯等所引入的误差。

系统误差总是以同一符号出现(总是偏大或总是偏小),在相同条件下重复实验无法消除,但可以通过测量前对仪器进行校正或更换,选择合适的实验方法,修正计算公式和用标准样品校正实验者本身所引进的系统误差来减小。

(2) 过失误差

过失误差主要是由于实验者粗心大意、操作不正确等所引起。过失误差没有规律,只要正确、细心操作就可避免。

(3) 偶然误差

偶然误差是由于实验时一些难以控制的偶然因素造成的。如实验者对仪器最小分度值以下的估计难于完全相同或操作技巧的不熟练,又如在测量过程中外界条件的改变,如温度、压力不恒定等。仪器中常包含的某些活动部件如弹簧和行走机构等,在对同一物理量进行重复测量时,这些部件所达的位置难以完全相同,造成偶然误差。偶然误差的特点是数值时大时小,时正时负。绝对值小的误差比绝对值大的误差出现的个数多,误差的算术平均值随着测量次数的增加而趋近于零。因此多次重复测量的算术平均值是其最佳的代表值。

2. 偶然误差的表达

(1) 绝对误差和相对误差

在物理量的测定中,偶然误差总是存在的。所以测得值 a 和真值 $a_{\text{真}}$ 之间总有着一定的偏差 $\Delta a = a - a_{\text{真}}$,这个偏差称为绝对误差。绝对误差与真值之比 $\frac{\Delta a}{a_{\text{真}}}$ 则称为相对误差。绝对误差的大小与被测量的大小无关,而相对误差与被测量的大小及误差的值都有关,因此评定测定结果的精密程度以相对误差更为合理。

事实上,被测量的真实值常常并不知道。由误差理论可知,在消除了系统误差和过失误差的情况下,由于偶然误差分布的对称性,进行无限次测量所得值的算术平均值即为真值。然而在大多数情况下,我们只是作有限次的测量。故只能把有限次测量的算术平均值

作为可靠值 $\bar{a}_i = \frac{\sum_{i=1}^n a_i}{n}$ 。实际使用中,如果对某一物理量进行 n 次测量,那么可用平均误差

$\overline{\Delta a} = \frac{\sum_{i=1}^n |a_i - \bar{a}_i|}{n}$ 来替代上面的绝对误差,用平均相对误差 $\frac{\overline{\Delta a}}{\bar{a}_i} = \frac{\sum_{i=1}^n |a_i - \bar{a}_i|}{n \bar{a}_i} \times 100\%$ 来替代上面的相对误差。

(2) 准确度与精密度

准确度是指测量结果的正确性,即偏离真值的程度,准确的数据只有很小的系统误

差。准确度表示为 $\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |a_i - a_{\text{真}}|$ 。由于大多数物理化学实验中 $a_{\text{真}}$ 是我们要求测定的结果，一般可近似地用 a 的标准值 $a_{\text{标}}$ 来代替 $a_{\text{真}}$ 。所谓标准值是指用其他更为可靠的方法测出的值或公认值。因此测量的准确度可近似地表示为 $\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |a_i - a_{\text{标}}|$ 。

精密度是指测量结果的可重复性与所得数据的有效数字，精密度高指的是所得结果具有很小的偶然误差。它可以判断所做实验是否精细（注意不是准确度），在物理化学实验中以下面两种方法来表示：

$$\text{平均误差} \quad \Delta a = \frac{\sum_{i=1}^n |a_i - \bar{a}_i|}{n}$$

$$\text{标准误差} \quad \sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (a_i - \bar{a}_i)^2}{n-1}}$$

平均误差的优点是计算简单方便，但有着会将质量不高的测量掩盖的缺点。标准误差是平方和的开方，能更明显地反映误差，现在常用的电子计算器中大都专门设置了按键，在精密计算实验误差时最为常用。

为了使测量结果达到足够的精确度，实验要求选用适当规格的仪器和药品。既不能劣于实验要求的精度，也不必过分优于实验要求的精度，特别应注意对仪器进行系统校正。

3. 有效数字

根据误差理论，实验中测定的物理量有一个不确定范围。因此在具体记录数据时，没有必要将数据的位数记得超过平均误差所限定的范围。如压力的测量值为 $(1643.5 \pm 0.4) \text{ Pa}$ ，其中 1643 是完全确定的，最后位数 5 不确定，它只告诉一个范围（1~9）。通常称所有确定的数字（不包括表示小数点位置的“0”）和最后不确定的数字一起为有效数字。记录和计算时，只记有效数字，多余的数字不必记。严格地说，一个数据若未记明不确定范围，则该数据的含义是不清楚的，一般认为最后一位数字的不确定范围为 ± 3 。下面扼要介绍有效数字表示方法。

(1) 误差一般只有一位有效数字。

(2) 任何一物理量的数据，其有效数字的最后一位，在位数上应与误差的最后一位划齐，如 3.25 ± 0.01 是正确的，若写成 3.253 ± 0.01 或 3.2 ± 0.01 ，则意义不明确。

(3) 为了明确地表明有效数字，凡用“0”表明小数点的位置，通常用乘 10 的相当幂次来表示，例如 0.00512 应写作 5.12×10^{-3} ，对于像 16800 cm 这样的数，如实际测量只能取三位有效数字（第三位是由估计而得），则应写成 $1.68 \times 10^4 \text{ cm}$ ，如实际测量可量至第四位，则应写成 $1.680 \times 10^4 \text{ cm}$ 。

(4) 在舍弃不必要的数字时，应用四舍五入原则。如可舍弃的数为 5，其前一位若为奇数则进 1，若前一位为偶数就舍去，如 24.23365 取四位为 24.23，取五位为 24.234，取六位为 24.2336。在加减运算时，各数值小数点后所取的位数与其中最小者相同。在乘法运算中，各数值所取位数由有效数字位数最少的数值的相对误差

决定。

(5) 若第一次运算结果需代入其他公式进行第二次或第三次运算时, 则各中间数值可多保留一位有效数字, 以免误差叠加, 但在最后的结果中仍要用四舍五入以保持原有的有效数字的位数。

(四) 实验数据的表示法

物理化学实验数据的表示主要有如下三种方法: 列表法、图解法和数学方程式法。

(1) 列表法

用列表法表达实验数据时, 最常见的是列出自变量和应变量间的相应数值。每一表格都应有简明完备的名称。表中的每一行(或列)上都应详细写上该行(或列)所表示量的名称、数量单位和因次。在排列时, 数字最好依次递增或递减, 在每一行(或列)中, 数字的排列要整齐, 位数和小数点要对齐, 有效数字的位数要合理。

(2) 图解法

将实验和计算所得数据作图, 更容易对实验数值进行处理, 从而发现实验结果的特点和规律, 如极大点、极小点、转折点、线性关系或其他周期性等重要性质, 还可利用图形求面积、作切线、进行内插和外推等。在两个变量的情况下, 图解法主要是在直角坐标系中作出相当于变量 x 和 y 值的各点, 然后将点连成平滑曲线。根据函数的图形来找出函数中各中间值的方法, 称为图形的内插法。当曲线为线性关系时, 亦可外推求得实验数据范围以外的与 x 值相对应的 y 值。图解法还可帮助求解方程式。在画图时应注意以下几点。

① 在两个变量中选定主变量与应变量, 以横坐标为主变量, 纵坐标为应变量, 并确定标绘在 x 、 y 轴上的最大值和最小值。

② 制图时选择比例尺是极为重要的, 因为比例尺的改变, 将会引起曲线外形的变化, 特别对于曲线的一些特殊性质如极大点、极小点、转折点等, 比例尺选择不当会使图形显示不清楚。为准确起见, 比例尺的选择应该使得由图解法测出诸量的准确度与实际测量的准确度相适应。为此, 通常每小格应能表示测量值的最末一位可靠数字或可疑数字, 以使图上各点坐标能表示全部有效数字并将测量误差较小的量取较大的比例尺。同时在方格纸上每格所代表的数值最好等于 1、2、5 个单位的变量或这些数的 10 的整数倍, 以便于查看和内插。要尽可能地利用方格纸的全部, 坐标不一定从零开始, 如果是直线, 则其斜率尽可能与横坐标的交角接近 45° 。

③ 作曲线时, 先在图上将各实验点用铅笔以 $\times$ 、 $\square$ 、 $\circ$ 、 $\triangle$ 等符号标出 ($\times$ 、 $\square$ 、 $\circ$ 、 $\triangle$ 的大小表示误差的范围), 借助于曲线尺或直尺把各点相连成线 (不必通过每一点)。在曲线不能完全通过所有实验点时, 实验点应该平均地分布在曲线的两边, 或使所有的实验点离开曲线距离的平方和为最小, 此即“最小二乘法原理”。通常, 曲线不应当有不能解释的间隙、自身交叉或其他不正常特性。

在对物理化学的实验数据进行处理时, 通常是先列成表格然后绘成图, 再求曲线方程式, 进而加以分析并作出一定的推论。

(3) 数学方程式法

该法是将实验中各变量间关系用函数的形式表达出来, 常用于各变量间具有简单函数关系(如直线)的情形。对于比较简单的 $y=f(x)$ 来说, 寻找数学方程式中的各常数项

最方便的方法是将其直线化,即将函数 $y=f(x)$ 转换成线性函数,求出直线方程 $y=a+bx$ 中的两个常数。求两个常数通常可用作图法、平均值法和最小二乘法。其中最小二乘法处理过程较繁杂但结果最为可靠,故实际工作中经常使用,最小二乘法的计算方法很多书上都有介绍,在此不再赘述。随着计算机的普及,现在物理化学实验中也大量使用计算机来处理实验结果。实验室提供很多作图和最小二乘法的计算程序,用计算机来作图和拟合曲线非常方便快捷,用计算机代替手工处理数据已成为潮流。

三、仪器与试剂

恒温装置一套(包括玻璃恒温槽、加热器、J-1 精密增力电动搅拌器、温度计、SWQ 智能数字恒温控制箱),奥氏粘度计 1 支,粘度管套 1 个,洗耳球 1 只,停表 1 只,橡皮管 1 根,10mL 移液管 1 支。

无水乙醇(A.R.)

主要本基的测定其原理,取用奥氏粘度计及恒温槽,将液体装入粘度计中,在一定温度下,用洗耳球将液体吸入粘度计中,使液体在重力作用下,通过粘度计中的毛细管,记录液体通过毛细管的时间,即为该液体的粘度。奥氏粘度计由玻璃管、橡皮管、洗耳球、停表等组成。使用前应检查粘度计是否完好,有无漏气、堵塞等现象。实验时,将液体装入粘度计中,用洗耳球将液体吸入粘度计中,使液体在重力作用下,通过粘度计中的毛细管,记录液体通过毛细管的时间,即为该液体的粘度。奥氏粘度计的测定原理,是根据泊肃叶定律,即液体在重力作用下,通过毛细管的时间与液体的粘度成正比。因此,通过测定液体通过毛细管的时间,即可求得液体的粘度。

四、实验步骤

1. 调节玻璃恒温槽的温度为 $25 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 。
2. 取一支干燥、洁净的粘度计(在实验前用洗液及蒸馏水洗净粘度计,然后烘干),用橡皮管将粘度计与恒温槽连接,用洗耳球将液体吸入粘度计中,使液体在重力作用下,通过粘度计中的毛细管,记录液体通过毛细管的时间,即为该液体的粘度。
3. 依次调节恒温槽的温度为 20°C 、 25°C ,如上述方法进行测定。

注意事项:

1. 粘度计必须洗净、烘干,实验时要保持粘度计垂直,不要震动。
2. 实验前,应先检查恒温槽的温度是否恒定。
3. 粘度计很容易折断,在实验过程中应正确姿势握持。

第二章 实验部分

基本物理量的测定

实验一 液体黏度的测定

一、实验目的

1. 了解恒温槽的构造及恒温原理，掌握其调试的基本要求。
2. 掌握用奥氏（Ostwald）黏度计测定液体乙醇黏度的原理和方法。

二、实验原理

液体是处于气体和固体之间的中间状态，在液体中，分子之间的距离较小，分子之间存在着较大的作用力，这种较强的分子间力决定了液体的基本性质。黏度是液体的一项重要性质之一。黏度是指两块平行的水平板（一块移动，另一块相对静止）之间的流体层的切变阻力。若这两块板被 1cm 厚的流体层分隔开，使 1cm² 的移动板以每秒 1cm 的速度移动所需施加的推动力就是该液体的绝对黏度。液体黏度的大小一般用黏度系数（ η ）来表示。若液体在本身重力作用下在毛细管中流动，则可通过泊塞勒（Poiseuille）公式计算黏度系数（简称黏度）：

$$\eta = \frac{\pi p r^4 t}{8 l V} = \frac{\pi \rho g h r^4 t}{8 l V} \quad (1)$$

式中， η 为液体的黏度， $\text{kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ ； p 为当液体流动时在毛细管两端间的压力差，它是液体密度 ρ 、重力加速度 g 和流经毛细管液体的平均液柱高度 h 三者的乘积， $\text{kg} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{s}^{-2}$ ； r 为毛细管的半径，m； t 为 V 体积液体的流出时间，s； l 为毛细管的长度，m； V 为流经毛细管的液体体积，m³。

由于在实际中毛细管的管径不易精确测定，其内径也很难均匀一致，因此按上式由实验来测定液体的绝对黏度是很困难的，但测定液体对标准液体的相对黏度则是简单和适用的。

设标准液体（已知黏度为 η_1 ）和待测液体（未知黏度 η_2 ）在自身重力作用下分别流经同一毛细管，且流出的体积相等，测得所需时间分别为 t_1 和 t_2 ，根据式(1)则有：

$$\eta_1 = \frac{\pi \rho_1 g h r^4 t_1}{8 l V} \quad \eta_2 = \frac{\pi \rho_2 g h r^4 t_2}{8 l V}$$

从而

$$\frac{\eta_2}{\eta_1} = \frac{\rho_2 t_2}{\rho_1 t_1} \quad (2)$$

式中, ρ_1 和 ρ_2 分别为标准液体和待测液体在测定温度下的密度。

因此两种液体的黏度之比等于密度与流出时间乘积之比。如果用已知黏度 η_1 的液体作为标准液体, 通过测定一定体积的标准液体流经一定长度和半径的毛细管所需时间 t_1 , 再测定相同体积的待测液体在相同条件下流经同一毛细管所需时间 t_2 , 则待测液体的黏度 η_2 可通过式(2)算得。 η_2/η_1 称为待测液体对标准液体的相对黏度, 一般常取水作为标准液体, 所以只需测定待测液体对水的相对黏度, 再乘以水的黏度即可得到待测液体的黏度。

三、仪器与试剂

恒温装置一套(包括玻璃缸、加热器、JJ-1 精密增力电动搅拌机、温度计、SWQ 智能数字恒温控制器), 奥氏黏度计(图1)1支, 黏度管夹1个, 洗耳球1只, 停表1只, 橡皮管1根, 10mL 移液管2支。

无水乙醇(A.R.)。

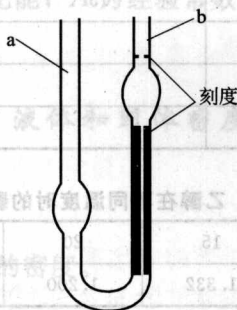


图1 奥氏黏度计

四、实验步骤

1. 调节玻璃恒温槽的温度为 15°C 。

2. 取一支干燥、洁净的黏度计(在实验前顺次用洗液及蒸馏水洗净黏度计, 然后烘干), 用移液管向黏度计的 a 支管注入 10.00mL 无水乙醇, 用管夹夹持后垂直地浸入恒温水浴中, b 支管的上刻度线应略低于水面, 待其温度达到平衡后(一般需要 15min 以上), 用橡皮管连接黏度计的 b 支管, 用洗耳球缓缓将液体吸起, 并使其超过上刻度线, 然后放开洗耳球, 让液体自行流下, 用停表准确记录液面自上刻度线降至下刻度线所经历的时间。再吸起液体, 重复测定至少三次, 每次相差不超过 0.3s, 取其平均值(为了便于黏度计的干燥, 先用乙醇进行试验)。

3. 依次调节恒温槽的温度为 20°C 、 25°C , 如上述方法进行测定。

4. 从恒温槽中取出黏度计, 将其中的乙醇倒入回收瓶中, 待黏度计干燥后, 用另一支移液管取 10.00mL 的水自 a 支管注入黏度计中, 如同步骤 2, 测定 25°C 时液面自上刻度线降至下刻度线所需要的时间。

注意事项:

1. 黏度计必须洗净、烘干, 实验时要保持黏度计垂直, 不要震动。
2. 实验前, 应先检查恒温槽的温度是否恒定。
3. 黏度计很容易折断, 在实验过程中, 应以正确姿势握捏。

五、实验记录和数据处理

1. 按下表记录实验数据。

	液体流经毛细管所需时间/s			
	15℃ 乙醇	20℃ 乙醇	25℃ 乙醇	25℃ 水
1				
2				
3				
平均值				

2. 计算乙醇在不同温度时对 25℃ 水的相对黏度及黏度 (与表 1 中数据相比较)。

液体名称	水	乙 醇		
温度/℃	25	15	20	25
密度/g · mL ⁻¹	0.9970			
相对黏度	—			
黏度/10 ⁻³ kg · m ⁻¹ · s ⁻¹	0.8937			

表 1 乙醇在不同温度时的黏度

温度/℃	10	15	20	25	30	35
黏度/10 ⁻³ kg · m ⁻¹ · s ⁻¹	1.466	1.332	1.200	1.096	1.003	0.914

六、思考题

1. 为什么测定黏度时要保持温度恒定?
2. 使用奥氏黏度计时, 为什么注入黏度计中的标准液与待测液的体积必须相同?
3. 测定过程中, 黏度计为什么要垂直的放置?
4. 恒温槽由哪几个部分构成, 恒温原理是什么?

七、讨论

1. 实验室中还常用另一种毛细管黏度计, 称为乌氏 (Ubbelode) 黏度计, 结构如图 2. 它的特点为:

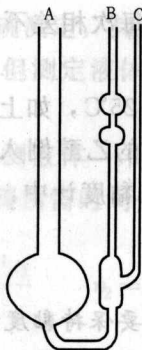


图 2 乌氏黏度计

(1) 由于第三支管(C管)的作用,使毛细管出口通大气。这样,毛细管内的液体形成一个悬空液柱,液体流出毛细管下端时即沿着管壁流下,避免出口处产生涡流。

(2) 液柱高 h 与 A 管内液面高度无关,因此每次加入试样的体积不必恒定。

(3) 对于 A 管体积较大的稀释型乌氏黏度计,可在实验过程中直接加入一定量的溶剂而配制成不同浓度的溶液。故乌氏黏度计较多地应用于高分子溶液性质方面的研究。

2. 测定较黏稠的液体的黏度,可用落球法。即利用金属圆球在液体中下落的速度不同来表征黏度;或用转动法,即液体在同轴圆柱体间转动时,利用作用于液体的内切力形成的摩擦力矩的大小来表征其浓度。

3. 温度对液体黏度的影响十分敏感,因为随着温度升高,分子间距逐渐增大,相互作用力相应减小,黏度就下降。这种变化的定量关系可用下列方程描述:

$$\eta = A \cdot \exp \frac{E}{RT} \quad (3)$$

式中, E 为液体流动的表现活化能; A 为经验常数。分别可由 $\ln \eta - \frac{1}{T}$ 直线的截距和斜率求得。

实验二 液体和固体密度的测定

一、实验目的

1. 掌握密度测定的原理。
2. 用比重瓶法测定液体和固体的密度。

二、实验原理

密度(ρ)是物质单位体积(V)的质量(m),是物质的基本特性常数。密度不仅是体积与质量换算的参数,也是关联、推算物质的许多性质不可缺少的数据。据定义:

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (1)$$

密度的单位是 $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$,显然密度的测定包括质量与体积。质量可以由电子天平称得,而体积则由比重瓶测得。体积是温度的函数,所以体积的测定必须在恒温槽内进行。

常用的比重瓶是玻璃吹制的带有毛细管孔塞子的容器,见图1。为防止瓶中液体挥发,容器口还加以盖帽。为求液体的体积,应用已知密度的液体(如水)充满比重瓶,恒

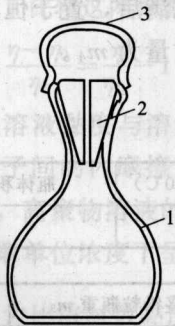


图1 比重瓶

1—瓶身; 2—瓶塞; 3—盖帽