

高等院校制药化工材料类专业实验系列教材

中级实验 I

(物理化学实验)

Intermediate
Experiment

浙江台州学院医药化工学院组编

主 编 钟爱国

副主编 闫 华 金燕仙 戴国梁 赵 杰 陈 浩



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS

浙江大学出版社

普通高等学校近化学化工类实验系列教材

中级实验 I
(物理化学实验)
Wulihuaxueshiyan

浙江台州学院医药化工学院组编

主编 钟爱国



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS

浙江大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

中级实验. I, 物理化学实验 / 钟爱国主编; 台州学院医药化工学院组编. —杭州: 浙江大学出版社, 2011.6

ISBN 978-7-308-09093-3

I. ①中… II. ①钟… ②台… III. ①物理化学—化学实验—高等学校—教材 IV. ①06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 184824 号

中级实验 I (物理化学实验)

钟爱国 主编

台州学院医药化工学院 组编

丛书策划 季 峥

责任编辑 季 峥

封面设计 六@联合视务

出版发行 浙江大学出版社

(杭州天目山路 148 号 邮政编码 310007)

(网址: <http://www.zjupress.com>)

排 版 浙江时代出版服务有限公司

印 刷 杭州杭新印务有限公司

开 本 787mm×1092mm 1/16

印 张 9.5

字 数 225 千

版 印 次 2011 年 6 月第 1 版 2011 年 6 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978-7-308-09093-3

定 价 19.00 元

版权所有 翻印必究 印装差错 负责调换

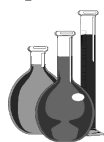
浙江大学出版社发行部邮购电话 (0571) 88925591

序

近年来,各高等院校为提高实验教学质量,以创建国家、省、市级实验教学中心为契机,通过以创新实验教学体系为突破口,努力探索构建实验教学和理论课程紧密衔接、理论运用与实践能力相互促进的实验教学体系,并取得了成效。为适应高等教育的发展,浙江台州学院于2004年将原归属于医药化工学院的化学、制药、化工、材料类各基础实验室和专业实验室进行多学科合并重组,建立了校级制药化工实验教学中心。此实验中心于2007年获得了省级实验教学示范中心立项。经过几年的探索和实践,实验中心建立了以“基础实验—专业技能实验—综合应用实验—设计研究实验”四个层次为实验主体模块的实验教学体系。

在新建立的实验教学体系中,基础实验模块含“基础实验Ⅰ(无机化学实验)”、“基础实验Ⅱ(有机化学实验)”、“基础实验Ⅲ(分析化学实验)”三门课程,主要包括“基本操作”、“物质的制备及基本性质”、“物质的分离与提纯”、“物质的分析”四部分内容,旨在通过该模块的实验教学,使各专业学生通过基础实验来理解和掌握必备的基础理论知识和基本操作技能;专业技能实验模块含“中级实验Ⅰ(物理化学实验)”、“中级实验Ⅱ(现代分析测试技术实验)”、“中级实验Ⅲ(化学工程实验)”三门课程,主要包括“物理量及参数测定”、“化工过程参数测定”及“仪器仪表的实验技术及应用”三部分有关测量技术和应用的实验内容,旨在通过该模块的实验教学,使各专业学生通过实验来理解和掌握必备的专业理论知识和实验技能,然后在此基础上提升各专业学生的专业基本技能;综合应用实验模块含“综合实验A(化学、化工、制药类专业)”、“综合实验B(材料类)”两门课程,该实验模块根据各专业的人才培养方案来设置相应的专业大实验和综合性实验,旨在通过该模块的实验教学,使各专业学生能在教师的指导和帮助下自主运用多学科知识来设计实验方案,完成实验内容,科学表征实验结果,进一步提高其专业基本技能、应用知识与技术的能力、综合应用能力;设计研究实验模块包括课程设计、毕业设计及毕业论文、学生科研等,该模块的实验属于研究设计性实验,学生将设计性实验与毕业论文、科研课题相结合,在教师的指导下进行阶段性系统研究,提高其综合应用能力和科学研究能力,着重培养创业创新意识和能力。

上述以四个实验模块为主体构建的实验教学体系经过几年的教学实践已取得了初步成效。为此,在浙江大学出版社的支持下,我们组织编写了这套适用于高等本科院校化



学、化学工程与工艺、制药工程、环境工程、生物工程、材料化学、高分子材料与工程等专业使用的系列实验教材。

本系列实验教材以国家教学指导委员会提出的《普通高等学校本科化学专业规范》中的“化学专业实验教学基本内容”为依据,按照应用型本科院校对人才素质和能力的培养要求,以培养应用型、创新型人才为目标,结合各专业特点,参阅相关教材及大多数高等院校的实验条件编写。编写时注重实验教材的独立性、系统性、逻辑性,力求将实验基本理论、基础知识和基本技能进行系统的整合,以利于构建全面、系统、完整、精炼的实验课程教学体系和内容;在具体实验项目选择上除注意单元操作技术和安排部分综合实验外,更加注重实验在化工、制药、能源、材料、信息、环境及生命科学等领域上的应用,结合生产生活实际;同时注重了实验习题的编写,以体现习题的多样性、新颖性,充分发挥其在巩固知识和拓展思维方面的多种功能。

浙江台州学院医药化工学院

前 言

随着社会的进步和科技的发展,越来越多的新型仪器设备不断被引进各高等院校的化学实验室,原有教材中的仪器设备与实际应用的仪器设备不匹配,给学生学习和教师授课带来诸多不便,本教材正是为了适应我校的实际情况,结合教学大纲的要求而编写的。本教材适用化学教育、化学工程与工艺、制药工程、材料化学、高分子材料与工程、环境工程、精细化学品生产技术等专业。

本教材是“高等院校制药化工材料类专业实验系列教材”之一。它分“物理化学实验技术”、“物理化学实验”、“附录”三个部分,是以浙江台州学院化学系使用了十多年的物理化学实验讲义为基础,参考了众多国内外物理化学实验教材编写而成的。

物理化学实验技术(第1篇)包括温度测量技术、压力及真空测量技术、电化学测量技术和光学测量技术,介绍相关仪器的原理及使用方法。

物理化学实验(第2篇)包括化学热力学、电化学、化学动力学、胶体及表面化学、结构化学等5类共26个实验。

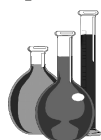
附录部分(第3篇)为物理化学实验中常用的34个数据表。

参加本教材编写工作的有陈红(第1、2章)、陈丹(第3、4章)、陈浩(实验3、4)、赵杰(实验5、6)、吴俊勇(实验7、12)、闫华(实验17、18)、金燕仙(实验13、14)、钟爱国(实验1、2、8~11、15、16、20、21、26)、李换英(实验19)、戴国梁(实验22~25)等,林彩萍老师参加了附录部分书稿的选定,全书由钟爱国统稿并担任主编。

本教材的编写是多年来从事物理化学实验教学工作的老师们共同努力的结果。由于时间仓促,水平所限,书中存在的缺点和错误在所难免,恳请读者给予批评指正。

编 者
2011年3月于临海

前
言



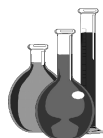
目 录

第1篇 物理化学实验技术

第1章 温度测量技术	(1)
1.1 温标	(1)
1.2 水银温度计	(1)
1.3 贝克曼温度计	(2)
1.4 热电偶温度计	(3)
第2章 压强及真空测量技术	(5)
2.1 压强计	(5)
2.2 真空及测量技术	(7)
第3章 电化学测量技术	(12)
3.1 电导的测量	(12)
3.2 电池电动势的测量	(14)
第4章 光学测量技术	(17)
4.1 折射率的测量	(17)
4.2 旋光度的测量	(19)
4.3 吸光度的测量	(21)

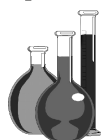
第2篇 物理化学实验

第5章 化学热力学	(27)
实验1 恒温槽的装配和性能测试	(27)
实验2 燃烧热的测定	(31)
实验3 纯物质液体饱和蒸气压的测定	(36)
实验4 凝固点降低法测定相对分子质量	(38)
实验5 二组分完全互溶系统气-液平衡相图的绘制	(42)
实验6 二组分金属相图的绘制	(47)
习题	(51)
第6章 电化学	(55)
实验7 原电池电动势的测定及其应用	(55)
实验8 铁在硫酸溶液里的极化曲线的测定	(59)
实验9 电导法测定弱电解质醋酸溶液的电离常数	(62)
实验10 氯离子选择性电极的测试和应用	(65)



实验 11 希托夫法测定离子迁移数	(68)
习题	(71)
第 7 章 化学动力学	(72)
实验 12 蔗糖转化反应速率常数的测定	(72)
实验 13 乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定	(75)
实验 14 复杂反应——丙酮碘化	(78)
实验 15 B-Z 化学振荡反应	(82)
实验 16 复相催化甲醇分解	(84)
习题	(88)
第 8 章 表面与胶体化学	(90)
实验 17 最大气泡压力法测定溶液表面张力	(90)
实验 18 胶体的制备与电泳	(93)
实验 19 黏度法测定高聚物相对分子质量	(96)
实验 20 次甲基蓝在活性炭上的吸附比表面积的测定	(101)
实验 21 固体物质粒度分布的测定	(103)
习题	(106)
第 9 章 结构化学	(107)
实验 22 分子的立体构型和分子的性质	(107)
实验 23 络合物磁化率的测定	(110)
实验 24 等径圆球的密堆积	(115)
实验 25 离子晶体的结构	(118)
实验 26 偶极矩的测定	(120)
习题	(124)
附录 物理化学常用数据表	
附录 1 国际单位制(SI)	(127)
附录 2 一些物理和化学的基本常数	(128)
附录 3 常用的单位换算	(129)
附录 4 不同温度下水的蒸气压	(129)
附录 5 有机化合物的蒸气压	(131)
附录 6 有机化合物的密度	(131)
附录 7 水的密度	(132)
附录 8 乙醇水溶液的混合体积与浓度的关系	(132)
附录 9 25℃下某些液体的折射率	(133)
附录 10 水在不同温度下的折射率、黏度和介电常数	(133)
附录 11 不同温度下水的表面张力	(134)
附录 12 几种溶剂的冰点下降常数	(134)
附录 13 金属混合物的熔点	(134)
附录 14 无机化合物的脱水温度	(135)

附录 15	常压下共沸物的沸点和组成	(135)
附录 16	无机化合物的标准溶解热	(135)
附录 17	不同温度下 KCl 在水中的溶解热	(136)
附录 18	18~25℃下难溶化合物的溶度积	(136)
附录 19	有机化合物的标准摩尔燃烧焓	(136)
附录 20	18℃下水溶液中阴离子的迁移数	(137)
附录 21	不同温度下 HCl 水溶液中阳离子的迁移数	(137)
附录 22	均相热反应的反应速率常数	(137)
附录 23	25℃下醋酸在水溶液中的电离度和离解常数	(138)
附录 24	不同浓度不同温度下 KCl 水溶液的电导率	(138)
附录 25	高分子化合物特性黏度与相对分子质量关系式中的参数	(139)
附录 26	无限稀释离子的摩尔电导率和温度系数	(139)
附录 27	几种胶体的 ζ 电位	(139)
附录 28	25℃下标准电极电势及温度系数	(140)
附录 29	25℃下一些不同质量摩尔浓度的强电解质的活度系数	(140)
附录 30	25℃下 HCl 水溶液的摩尔电导和电导率与浓度的关系	(140)
附录 31	几种化合物的磁化率	(141)
附录 32	液体的分子偶极矩、介电常数与极化度	(141)
附录 33	铂铑-铂(分度号 LB-3)热电偶毫伏值与温度换算	(142)
附录 34	镍铬-镍硅(分度号 EU-2)热电偶毫伏值与温度换算	(142)



第1章 温度测量技术

热是能量交换的一种形式,是在一定时间内以热流形式进行的能量交换量。热量的测量一般是通过温度的测量来实现的。温度表征了物体的冷热程度,是表述宏观物质系统状态的一个基本物理量。温度的高低反映了物质内部大量分子或原子平均动能的大小。在物理化学实验中,许多热力学参数的测量、实验系统动力学或相变化行为的表征都涉及温度的测量问题。

1.1 温标

温度量值的表示方法叫温标。目前,物理化学中常用的温标有两种:热力学温标和摄氏温标。

热力学温标也称开尔文温标,是一种理想的绝对的温标,单位为K,用热力学温标确定的温度称为热力学温度,用 T 表示。定义:在610.62Pa时纯水的三相点的热力学温度为273.16K。

摄氏温标使用较早,应用方便,符号为 t ,单位为 $^{\circ}\text{C}$ 。定义:101.325kPa下,水的冰点为 0°C 。

热力学温标与摄氏温标间的关系如下:

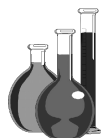
$$T/\text{K}=273.15+t/^{\circ}\text{C}$$

1.2 水银温度计

水银温度计是常用的测量工具。其优点是结构简单,价格便宜,精确度高,使用方便等。缺点是易损坏且无法修理,且其读数易受许多因素的影响而引起误差。一般应根据实验目的的不同,选用合适的温度计。

1. 水银温度计的种类和使用范围

- ①常用 $-5\sim 150^{\circ}\text{C}$ 、 $150\sim 250^{\circ}\text{C}$ 、 $250\sim 360^{\circ}\text{C}$ 等等,最小分度为 1°C 或 0.5°C 。
- ②量热用 $0\sim 15^{\circ}\text{C}$ 、 $12\sim 18^{\circ}\text{C}$ 、 $15\sim 21^{\circ}\text{C}$ 、 $18\sim 24^{\circ}\text{C}$ 、 $20\sim 30^{\circ}\text{C}$,最小分度为 0.01°C 或 0.002°C 。
- ③测温差用贝克曼温度计。其为移液式的内标温度计,温差量程 $0\sim 5^{\circ}\text{C}$,最小分度值为 0.01°C 。
- ④石英温度计:用石英做管壁,其中充以氮气或氢气,最高可测温 800°C 。



2. 水银温度计的校正

大部分水银温度计是“全浸式”的,使用时应将其完全置于被测体系中,使两者完全达到热平衡。但实际使用时往往做不到这一点,因此在较精密的测量中需做校正。

(1) 露茎校正

全浸式水银温度计如有部分露在被测体系之外,则读数准确性将受两方面的影响:第一是露出部分的水银和玻璃的温度与浸入部分不同,且受环境温度的影响;第二是露出部分长短不同,受到的影响也不同。为了保证示值的准确,必须对露出部分引起的误差进行校正。其方法如图 1-1 所示,用一支辅助温度计靠近测量温度计,其水银球置于测量温度计露茎高度的中部,校正公式如下:

$$\Delta t_{\text{露茎}} = kh(t_{\text{观}} - t_{\text{环}})$$

式中: $k=0.00016$; h 为露茎长度; $t_{\text{观}}$ 为测量温度计读数; $t_{\text{环}}$ 为辅助温度计读数。

测量系统的正确温度为

$$t = t_{\text{观}} + \Delta t_{\text{露茎}}$$

(2) 零点校正

玻璃具有热力学不稳定性,水银温度计下部玻璃受热后再冷却收缩到原来的体积,常常需要几天或更长时间,因此,水银温度计的读数将与真实值不符,必须做校正零点,校正方法是把测量温度计与标准温度计进行比较,也可用纯物质的相变点标定校正。

$$t = t_{\text{观}} + \Delta t_{\text{标}}$$

式中: $t_{\text{观}}$ 为测量温度计读数; $\Delta t_{\text{标}}$ 为示值校正值。

1.3 贝克曼温度计

物理化学实验中常用贝克曼温度计精密测量温差,其构造如图 1-2 所示。它与普通水银温度计的区别在于测温端水银球内的水银量可以借助毛细管上端的 U 型水银贮槽来调节。贝克曼温度计上的刻度通常只到 5°C 或 6°C ,每 1°C 刻度间隔 5cm,中间分为 100 等分,可直接读到 0.01°C ,用放大镜可估读到 0.002°C ,测量精密度高。主要用于量热技术中,如凝固点降低、沸点升高及燃烧热的测定等精密测量温差的工作中。

贝克曼温度计在使用前需要根据待测系统的温度及误差的大小、正负来调节水银球中的水银量,把温度计的毛细管中水银端面调整在标尺的合适范围内。使用时,首先应将它插入一个与所测系统的初始温度相同的系统内,待平衡后,如果贝克曼温度计的读数在所要求刻度的合适位置,则不必调节,否则,按下列步骤进行调节:

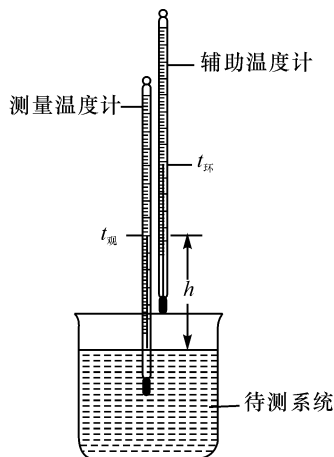


图 1-1 温度计露茎校正

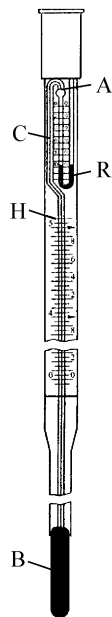


图 1-2 贝克曼温度计

用右手握住温度计中部,慢慢将其倒置,用手轻敲水银贮槽,此时,贮槽内的水银会与毛细管内的水银相连,将温度计小心正置,防止贮槽内的水银断开。调节烧杯中水温至所需的测量温度。设要求欲测温度为 t 时,使水银面位于刻度“1”附近,则使烧杯中水温 $t' = t + 4 + R$ (R 为 H 点到 A 点这一段毛细管所对应的温度,一般约为 2°C ,见图 1-2)。将贝克曼温度计插入温度为 t' 的盛水烧杯中,待平衡后取出(离实验台稍远些),右手握住贝克曼温度计的中部,左手沿温度计的轴向轻轻敲击右手手腕部位,振动温度计,使水银在 A 点处断开,这样就使温度计置于温度 t' 的系统中时,毛细管中的水银面位于 A 点处,而当系统温度为 t 时,水银面将位于 3°C 附近。

贝克曼温度计较贵重,下端水银球尺寸较大,玻璃壁很薄,极易损坏,使用时不要与任何物体相碰,不能骤冷骤热,避免重击,不要随意放置,用完后,必须立即放回盒内。

1.4 热电偶温度计

1. 原理

热电偶温度计是以热电效应为基础的测量仪。如果两种不同成分的均质导体形成回路,直接测温端叫测量端(热端),接线端叫参比端(冷端),当两端存在温差时,就会在回路中产生电流,那么两端之间就会存在 Seebeck 热电动势,即塞贝克效应,如图 1-3 所示。热电势的大小只与热电偶导体材质以及两端温差有关,与热电偶导体的长度、直径和导线本身的温度分布无关。因此,可以通过测量热电动势的大小来测量温度。这样一对导线的组合称为热电偶温度计,简称热电偶。对同一热电偶,如果参比端的温度保持不变,热电动势就只与测量端的温度有关,故测得热电动势后,即可求测量端的温度。

热电偶具有构造简单、适用温度范围广、使用方便、承受热与机械冲击的能力强以及响应速度快等特点,常用于高温区域、振动冲击大等恶劣环境以及微小结构测温场合的测量。

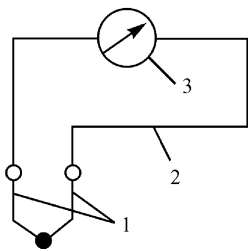
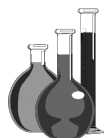


图 1-3 热电偶原理图

1—热电偶;2—连接导线;3—显示仪表



2. 几种类型的热电偶

常见的几种热电偶见表 1-1。

表 1-1 常见类型热电偶

热电偶名称	分度号	温度范围 /℃
铂铑 ₃₀ - 铂铑 ₆	B	0~1600
铂铑 ₁₀ - 铂	S	0~1300
铂铑 ₁₃ - 铂	R	0~1300
镍铬 - 镍硅	K	0~1200
镍铬 - 康铜	E	0~750
铁 - 康铜	J	0~750
铜 - 康铜	T	-200~350

(陈红编)

第 2 章 压强及真空测量技术

压强是描述系统状态的重要参数,许多物理化学性质,如蒸气压、沸点、熔点等都与压强有关,因此,正确掌握压强的测量方法和技术是十分必要的。

2.1 压力计

1. 福廷式气压计

测量大气压强的仪器称为气压计。实验室最常用的气压计是福廷式气压计,其构造见图 2-1。福廷式气压计的外部为一黄铜管 6,内部是一顶端封闭的装有汞的玻璃管 1,玻璃管插在下部汞槽 8 内,玻璃管上部为真空。在黄铜管的顶端开有长方形窗口,并附有刻度主标尺 3,在窗口内放一游标尺 2,转动螺丝 4 可使游标上下移动,这样可使读数的精确度达到 0.1mm 或 0.05mm。黄铜管的中部附有温度计 5,汞槽的底部为一柔性皮袋,下部由调节螺丝 11 支持,转动 11 可调节汞槽内汞液面的高低,汞槽上部有一个倒置固定的象牙针 7,其针尖即为主标尺的零点。

福廷式气压计的使用步骤如下:垂直放置气压计,旋转底部调节螺旋,仔细调节水银槽内汞液面,使之恰好与象牙针尖接触(利用槽后面的白瓷板的反光,仔细观察),然后通过转动游标尺调节螺丝来调节游标尺,直至游标尺两边的边缘与汞液面的凸面相切,切点两侧露出三角形的小空隙,这时,游标尺的零刻度线对应的主标尺上的刻度值,即为大气压的整数部分,从游标尺上找出一个恰与主标尺上某一刻度线相吻合的刻度,此游标尺上的刻度值即为大气压的小数部分。记下读数后,转动螺丝 11,使汞液面与象牙针脱离,同时记录气压计上的温度和气压计本身的仪器误差,以便进行读数校正。

2. U 型压力计

U 型压力计是物理化学实验中用得最多的压力计。其优点是构造简单,使用方便,能测量微小压差;缺点是测量范围较小,示值与工作液的密度有关,也就是与工作液的种类、纯度、温度及重力加速度有关,且结构不牢固,耐压程度较差。U 型压力计由两端开口的垂直 U 型玻璃管及垂直放置的刻度标尺构成,管内盛有适量

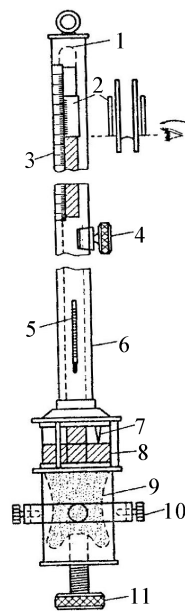
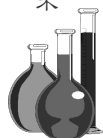


图 2-1 福廷式气压计
1—封闭的玻璃管;2—游标尺;3—主标尺;4—游标尺调节螺丝;5—温度计;6—黄铜管;7—零点象牙针;8—汞槽;9—柔性皮袋;10—铅直调节固定螺丝;11—汞槽液面调节螺丝



工作液作为指示液,构造如图 2-2 所示。图中,U 型管的两支管分别连接于两个测压口,因为气体的密度远小于工作液的密度,因此,由液面差 Δh 及工作液的密度 ρ 可得下列式子:

$$p^1 - p^2 = \rho g \Delta h$$

这样,压差 $p^1 - p^2$ 的大小即可用液面差 Δh 来度量。若 U 型管的一端是与大气相通的,则可测得系统的压力与大气压力的差值。

3. 数字式电子压力计

实验室经常用 U 型压力计测量从真空到外界大气压这一区间的压力。虽然这种方法原理简单,形象直观,但由于其工作液——水银的毒性大以及不便于远距离观察和自动记录,因此这种压力计逐渐被数字式电子压力计所取代。数字式电子压力计具有体积小、精确度高、操作简单、便于远距离观测和能够实现自动记录等优点,目前已得到广泛的应用。用于测量负压(0~100kPa)的 DP-A 精密数字压力计即属于这种压力计。

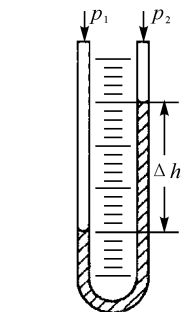


图 2-2 U 型压力计

(1) 工作原理

数字式电子压力计由压力传感器、测量电路和电性指示器三部分组成。其中,压力传感器主要由波纹管、应变梁和半导体应变片组成。如图 2-3 所示,弹性应变梁的一端固定,另一端与连接系统的波纹管相连,称为自由端。当系统压力通过波纹管的底部作用自由端时,应变梁便发生扭曲,使其两侧及前后的四块半导体应变片因机械变形而引起电阻值变化。

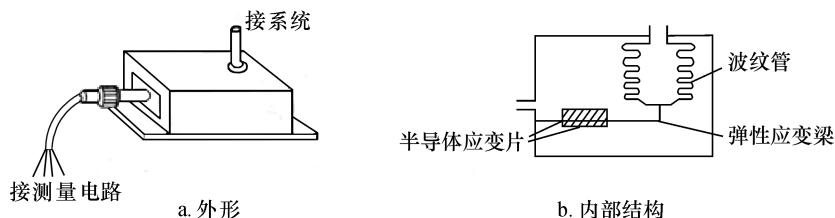


图 2-3 压力传感器外形与内部结构

这四块半导体应变片组成如图 2-4 所示的电桥线路。当压力计接通电源后,在电桥线路 AB 端输入适当电压后,首先调节零点电位器 R_x 使电桥平衡,这时传感器内压力与外压相等,压差为零。当连通系统后,负压经波纹管产生一个应力,使应变梁发生形变,半导体应变片的电阻值发生变化,电桥失去平衡,从 CD 端输出一个与压差相关的电压信号,可用数字电压表或电位差计测得。如果对传感器进行标定,可以得到输出信号与压差之间的比例关系为 $\Delta p = KU$ 。此压差通过电性指示器记录或显示。

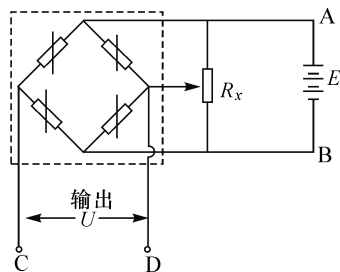


图 2-4 压力传感器电桥线路

(2) 使用方法

①接通电源,按下电源开关,预热 5min 后即可正常工作。

②“单位”键:当接通电源,压强指示灯亮,显示以 kPa 为计量单位的零压强值;按一下“单位”键,mmHg 指示灯亮,则显示 mmHg 为计量单位的零压力值。通常情况下选择“kPa”为单位。

③当系统与外界处于等压状态时,按一下“采零”键,使仪表自动扣除传感器零压力值(零点漂移),显示为“00.00”,此数值表示此时系统和外界的压差为零。当系统内压强降低时,则显示负压数值,将外界压强加上该负压数值即为系统内的实际压强。

④该仪器采用 CPU 进行非线性补偿,但电网干扰脉冲可能会出现程序错误造成死机,此时应按下“复位”键,程序从头开始。

注意:一般情况下,不会出现此错误,故平时不需按此键。

⑤当实验结束后,将被测系统泄压为“00.00”,将电源开关置于关闭位置。

2.2 真空及测量技术

真空是指低于标准压力的气态空间。真空状态下气体的稀薄程度常以压强值表示,习惯上称作真空度。现行的国际单位制(SI)中,真空度的单位和压强的单位一样,均统一为“帕”,符号为“Pa”。

在物理化学实验中通常按真空的获得和测量方法的不同,将真空划分为以下几个区域:

粗真空	$10^5 \sim 10^3 \text{ Pa}$;
低真空	$10^3 \sim 10^{-1} \text{ Pa}$;
高真空	$10^{-1} \sim 10^{-6} \text{ Pa}$;
超高真空	$10^{-6} \sim 10^{-10} \text{ Pa}$;
极高真空	$< 10^{-10} \text{ Pa}$ 。

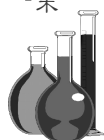
在近代的物理化学实验中,凡是涉及气体的物理化学性质、气相反应动力学、气固吸附以及表面化学的研究,为了排除空气和其他气体的干扰,通常都需要在一个密闭的容器内进行,首先必须将干扰气体抽去,创造一个具有某种真空度的实验环境,然后将被研究的气体通入,才能进行有关研究。因此,真空的获得和测量是物理化学实验技术的一个重要方面,学会真空体系的设计、安装和操作是一项重要的基本技能。

1. 真空的获得

为了获得真空,就必须设法将气体分子从容器中抽出。凡是能从容器中抽出气体,使气体压力降低的装置,都可称为真空泵。一般实验室用得最多的真空泵是水泵、机械泵和扩散泵。

(1) 水泵

水泵也叫水流泵、水冲泵,构造见图 2-5。水经过收缩的喷口以高速喷出,使喷口处形成低压,产生抽吸作用,由体系进入的空气分子不断被高速喷出的水流带走。水泵能达



到的真空度受水本身的蒸气压的限制, 20°C 时极限真空度约为 10^3 Pa 。

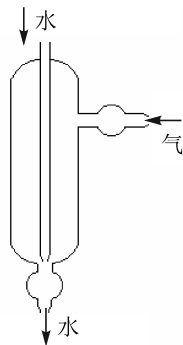


图 2-5 水泵

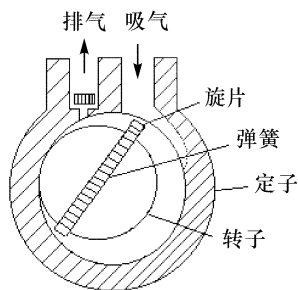


图 2-6 旋片式油泵

(2) 机械泵

常用的机械泵为旋片式油泵(图 2-6)。气体从真空体系吸入泵的入口, 随偏心轮旋转的旋片使气体压缩, 而从出口排出, 转子的不断旋转使这一过程不断重复, 因而达到抽气的目的。这种泵的效率主要取决于旋片与定子之间的严密程度。整个单元都浸在油中, 以油作封闭液和润滑剂。实际使用的油泵是旋片与定子这两个单元串联而成的, 这样效率更高, 使泵能达到较大的真空度(约 10^{-1} Pa)。

使用机械泵必须注意, 油泵不能用来直接抽可凝性的蒸气, 如水蒸气、挥发性液体或腐蚀性气体, 应在体系和泵的进气管之间串接吸收塔或冷阱。例如, 用氯化钙或五氧化二磷吸收水汽; 用液状石蜡或吸收油吸收烃蒸气; 用活性炭或硅胶吸收其他蒸气。泵的进气管前要接一个三通活塞, 在机械泵停止运行前, 应先通过三通活塞使泵的进气口与大气相通, 以防止因泵油倒吸而污染实验体系。

(3) 扩散泵

扩散泵的原理是利用一种工作物质高速从喷口处喷出, 在喷口处形成低压, 对周围气体产生抽吸作用而将气体带走。这种工作物质在常温时应是液体, 并具有极低的蒸气压, 用小功率的电炉加热就能使液体沸腾气化, 沸点不能过高, 通过水冷却便能使其气化的蒸气冷凝下来, 过去用汞, 现在通常采用硅油。扩散泵的工作原理可见图 2-7, 硅油被电炉加热沸腾气化后, 通过中心导管从顶部的二级喷口处喷出, 在喷口处形成低压, 将周围气体带走, 而硅油蒸气随即被冷凝成液体回流到底部, 循环使用。被夹带在硅油蒸气中的气体在底部聚集, 立即被机械泵抽走。在上述过程中, 硅油蒸气起着一种抽运作用, 其抽运气体的能力取决于以下三个因素: 硅油本身的相对分子质量要大, 喷射速度要高, 喷口级数要多。用相对分子质量大于 3000 的硅油作工作物质的四级扩散泵, 其极限真空度可达到 10^{-7} Pa ; 三级扩散泵可达 10^{-4} Pa 。

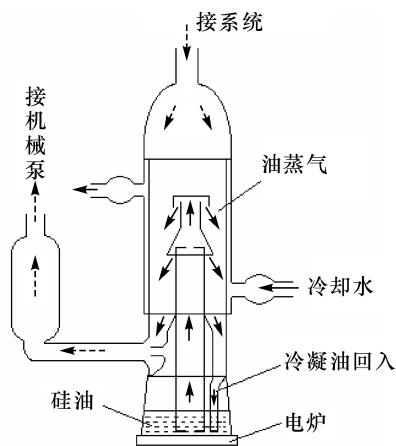


图 2-7 扩散泵工作原理图