



物理化学实验

WULI HUAXUE SHIYAN

主 编 王玉峰 孙墨珑 张秀成

主 审 刘本才



东北林业大学 出版社

物 理 化 学 实 验

主编 王玉峰 孙墨珑 张秀成
主审 刘本才

东北林业大学出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

物理化学实验/王玉峰, 孙墨珑, 张秀成主编. —哈尔滨: 东北林业大学出版社, 2006.4

ISBN 7-81076-856-5

I. 物… II. ①王… ②孙… ③张… 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 (2006) 第 037960 号

责任编辑: 张红梅

封面设计: 彭 宇



NEFUP

物理化学实验

Wuli Huaxue Shiyan

主编 王玉峰 孙墨珑 张秀成

主审 刘本才

东北林业大学出版社出版发行

(哈尔滨市和兴路 26 号)

哈尔滨工业大学印刷厂印装

开本 787 × 1092 1/16 印张 11 字数 250 千字

2006 年 4 月第 1 版 2006 年 4 月第 1 次印刷

印数 1—2 000 册

ISBN 7-81076-856-5

0·78 定价: 18.00 元

前 言

物理化学实验是高等学校化学、化工、材料、食品等类专业的一门重要课程,它与无机化学实验、分析化学实验和有机化学实验相衔接,构成完整的实验教学体系。物理化学实验在帮助学生理解、检验化学学科的基本理论,掌握、运用化学中基本的方法和技能,训练设计科学实验方法,培养科学思维和综合分析、解决问题的能力方面都起着重要的作用。

近年来我国高等教育的大发展,在教学体系、教学内容方面的改革对物理化学实验提出了更高的要求,为了更好地适应当前物理化学实验教学的需要,适应实验技术的进步及实验仪器的更新换代,我们总结了多年物理化学实验教学改革经验,在东北林业大学原物理化学实验讲义的基础上,参考了大量的物理化学实验教材和其他资料,并吸取了兄弟院校的有益经验,编写了《物理化学实验》教材。

本书在编写中注重了以下几点:

1. 适应开放实验和素质教育的要求,增加和扩展了综合设计型实验内容,供学生选做;
2. 反映物理化学实验教学研究的最新成果和采用国内先进直观的仪器;
3. 实验中尽可能不使用毒性较大的化学试剂和药品,体现绿色化学之概念;
4. 各实验内容叙述力求简明、清晰、实用,紧随每个实验后所附的仪器使用说明,更方便学生自学、自做。
5. 既保留经典的基础验证性内容,又体现当代实验技术和素质教育(增加综合设计实验内容)的特点。

本教材分物理化学实验基础知识、基础实验、综合设计实验及物理化学实验常用的数据表四部分。第一部分介绍物理化学实验的教学目的、要求、误差、有效数字、实验数据的处理表达方式和物理化学中的温度压力测量及控制技术。第二部分和第三部分共 23 个实验,其中基础物理化学实验包括化学热力学、电化学、化学动力学和胶体及表面化学等共 17 个实验,综合及设计实验有 6 个实验,这些实验都面向实际,目的是让学生能够发挥主观能动性,把所学的理论知识加以综合运用,增强独立解决实际问题的能力。第四部分是物理化学实验中常用的数据表。

本教材编写分工如下:主编为王玉峰、孙墨琬、张秀成。张秀成负责第一部分,第二部分的实验二、实验三、实验五、实验八、实验十五、实验十六和第三部分的实验十七;孙墨琬负责第四部分,第二部分的实验一、实验四、实验七、实验九、实验十一、实验十二、实验十三和第三部分的实验十八;王玉峰负责第二部分的实验六、实验十、实验十四和第三部分的实验十九、实验二十、实验二十一、实验二十二、实验二十三,并且负责全书统编定稿工作。刘本才教授担任了本书的主审工作。

特别感谢刘文广同学帮助绘制了部分实验装置图。

该书在编写过程中还得到其他多方帮助,在此一并致谢。由于编者水平所限,对于本实验教材的不足之处或错误,敬请提出您的宝贵意见,以便改正。

编 者
2006年4月

目 录

第一部分 物理化学实验基础知识	(1)
第一章 绪论	(3)
第二章 物理化学实验中的误差与数据表达	(12)
第三章 物理化学实验技术	(26)
第二部分 基础实验	(47)
实验一 燃烧热的测定	(49)
实验二 液体饱和蒸气压测定	(55)
实验三 溶液偏摩尔体积的测定	(60)
实验四 配合物组成及稳定常数的测定	(64)
实验五 双液系气 - 液平衡相图	(69)
实验六 Cd - Bi 二组分金属相图	(78)
实验七 一级反应——蔗糖水解动力学	(83)
实验八 一级反应——过氧化氢催化分解反应	(89)
实验九 二级反应——乙酸乙酯皂化动力学	(94)
实验十 原电池电动势的测定	(99)
实验十一 电导法测定弱电解质解离常数	(104)
实验十二 固液吸附——醋酸在活性炭上的吸附	(109)
实验十三 液体粘度的测定	(114)
实验十四 最大压气泡法测定液体的表面张力	(119)
实验十五 沉降分析	(124)
实验十六 胶体制备与电泳	(132)
实验十七 电渗	(138)
第三部分 综合设计实验	(143)
实验十八 HCl 分子结构参数的测定 (综合实验)	(145)
实验十九 B - Z 振荡反应 (综合实验)	(149)
实验二十 食品热值测定 (设计实验)	(154)
实验二十一 电池电动势的测定及应用 (设计实验)	(156)
实验二十二 电导法测定难溶盐溶度积 (设计实验)	(157)
实验二十三 表面活性剂表面张力及表面超量测定 (设计实验)	(159)
第四部分 物理化学实验常用数据表	(161)

第一部分

物理化学实验基础知识

第一章 绪 论

一、物理化学实验目的、要求

物理化学实验是化学、化工及其相关专业的一门重要基础实验课程,它综合了化学领域中各个分支学科所需的基本研究工具和方法。学习物理化学实验的主要目的是使学生掌握物理化学实验的基本方法和技能,从而能够根据所学物理化学原理,通过选择和使用仪器、实验操作及设计实验等训练,锻炼学生观察实验现象、正确记录实验数据、分析实验结果和处理实验数据的能力;培养和提高学生灵活运用物理化学理论解决实际问题的能力。为培养学生创新性思维与能力和初步的科学研究能力奠定基础。

作为本科阶段的一门基础实验课程,物理化学实验在培养学生踏实求真的科学态度、严谨细致的实验作风、熟练正确的实验技能、灵活创新地分析和解决问题的能力等方面,既和无机化学、分析化学、有机化学等实验课程有相同的要求,又有自身的不同特点。物理化学实验大都涉及比较复杂的物理测量仪器,每种测量技术往往都是建立在完整的实验原理基础上的。因此,理论和实验的结合在物理化学实验教学过程中显得特别重要。

认真做好物理化学实验,对培养学生独立从事科学研究工作的能力十分重要,也是学生们学好与物理化学密切相关专业课程的前提。因此,在实验过程中,学生应以提高自己实际工作能力为目的,勤于动手、开动脑筋、钻研问题,做好每个实验。

物理化学实验课程通常由如下三个教学环节组成:

第一,对物理化学实验方法和实验技术等基础知识进行系统的讲授。讲授内容包括本实验课程的学习方法、安全防护、数据处理、报告书写、文献查阅方法和实验设计思想等必备的实验基础知识和要求,同时还要介绍物理化学的基本实验方法和实验技术,如温度的测量和控制、压力与真空技术等。这些内容既可以穿插在实验教学中进行,也可通过安排系列讲座完成。

第二,根据学生的专业特点和教学基本要求,完成一定量的实验。这些实验包含化学热力学、电化学、化学动力学、界面化学、胶体化学、物质结构等方面的基本原理、重要实验方法和技术。通过实验的具体操作,使学生在物理化学实验技能上得到全面的基础训练,加深对相应化学原理的理解。

第三,进行物理化学实验考核。这一环节可根据教学实际情况安排1~2次阶段性考核(对较少学时专业的学生可安排课程结束后进行一次考核)。考核形式可以是口试、笔试或单元操作考试。

上述过程中,实验的操作训练是核心。讲解和考核都将围绕着实验操作展开。因此,为达到物理化学实验的教学目的,在实验过程中要求做到以下几点:

(一)实验预习

实验前学生应认真仔细阅读实验内容,了解实验目的、要求和实验原理、所用仪器的

构造及使用方法等。对实验操作过程和步骤,做到心中有数,在认真预习的基础上写出实验预习报告,其内容包括:实验目的和原理;主要的实验步骤和注意事项;设计一个原始数据记录表,以便记录实验时所记录的数据;画出必要的实验装置图;提出预习中产生的疑难问题等。进入实验室后,指导教师应检查学生的预习报告,进行必要的提问,并解答疑难问题。学生达到预习要求后才能进行实验。

实践证明,有无充分的预习对实验效果的好坏和对仪器的损坏程度影响极大。因此,一定要坚持做好实验前的预习工作,改善实验效果。为了提高预习效率,每次实验完毕之后,应到实验室熟悉下一次实验的相关仪器、设备等内容。

(二) 实验操作与数据记录

学生进入实验室后应检查测量仪器和试剂是否符合实验要求,并做好实验前的各种准备工作,记录当时的实验条件。经指导教师同意方可接通仪器电源进行实验。仪器的使用要严格按照规定的操作规程进行,不可盲动;对于实验操作步骤,通过预习应心中有数,严禁“抓中药”式地操作,看一下书,动一动手。实验过程中要仔细观察实验现象,发现异常现象应仔细查明原因,或请教指导教师帮助分析处理。保持严谨求实的科学态度和团结互助的合作精神,积极主动地探求科学规律。严格控制实验条件,必须忠实记录实验数据和现象。不能用铅笔记数据,不能只拣“好”的数据记录,不能随意涂抹数据。如发现某个数据确有问题应该舍弃时,可用笔轻轻圈去;更改数据时,在变更处最好签上更改者的名字和理由。所有数据都应记录在编有页码和日期的实验记录本或统一格式的“预习报告与原始数据记录”上。

实验的结果与实验条件是紧密相关的,它提供了分析实验中所出现问题和误差大小的重要依据。实验条件一般包括:环境条件和仪器药品条件。前者如室温、大气压和湿度等;后者包括使用药品的名称、纯度、浓度和仪器的名称、规格、型号、实际精度以及必要的附件参数等。数据记录要求表格化,字迹整齐清楚,保持一个良好的记录习惯是物理化学实验的基本要求之一。指导教师对每一个实验,应根据实验所用的仪器、试剂及具体操作条件,提出实验结果数据的要求范围,学生如达不到此要求,则该实验的相关部分必须重做。实验完成后学生必须将原始记录交指导教师检查认可签名,经指导教师同意后,方可结束实验,离开实验室。

(三) 实验报告

课后要正确处理实验数据,写出实验报告。完成实验报告是本课程的基本训练,它将使学生在实验数据处理、做图、误差分析、问题归纳等方面得到综合性的训练和提高。实验报告的质量在很大程度上反映了学生的实际水平和能力。实验报告应包括实验目的要求、简明原理、实验仪器、药品和实验条件、实际操作步骤、数据处理过程、结果讨论、误差分析及参考资料等。其中数据处理和结果的分析、讨论是实验报告的核心部分,这部分内容应反映出学生经过实验所获得的结论、心得体会,对于实验结果和实验现象的分析、归纳和解释。鼓励学生进一步深入进行该实验的设想,提出改进意见。

一份好的物理化学实验报告应该符合实验目的明确、原理清楚、数据真实准确、作图合理、结果正确、讨论深入和报告完整等要求。物理化学实验教学在向学生进行理论和实验辩证关系的教育同时,应注重学生实验过程中的技能训练和实验后的数据处理训练,使

他们养成既重视理论又重视实验的科学作风,为后续课程学习奠定基础。

(四)综合设计型实验

在经过若干个基本实验训练的基础上,物理化学实验课通常要开设适当数量的综合设计型的实验。综合设计型实验不是基础实验的重复,而是作为基础实验的提高和深化。在教师的指导下,学生选择实验课题,应用已经学过的物理化学原理、实验方法和技术,通过查阅文献资料,独立设计实验方案;选择合理的仪器设备,组装实验装置;进行独立的实验操作,采用科学论文的形式写出实验报告。由于物理化学实验与科学研究之间在设计思路、测量原理和方法上有许多相似性,因而对学生进行综合设计型实验的训练可以较全面地提高他们的实验技能和综合素质,对于培养学习者的科学研究能力是非常重要的。

综合设计型实验的基本程序与要求如下:

1. 设计实验的程序

选题:在教材提供的设计型实验题目中选择自己感兴趣的题目,也可自己确定适当的实验题目。

查阅文献:查阅包括实验原理、实验方法、仪器装置等方面的文献,对不同方法进行对比、综合、归纳。

设计方案:设计方案应包括实验装置示意图、详细的实验步骤,并列出所需的仪器、药品清单等。

可行性论证:在实验开始前2周进行实验可行性论证,请老师和学生提出存在的问题,优化实验方案,向实验室提出实验申请。

实验准备:得到实验室批准后,提前1周到实验室进行实验仪器、药品等的准备工作。

实验实施:在教师监督指导下,实施实验方案。实验过程中注意随时观察实验现象,考察影响因素等。不断总结经验,完善实验方案,反复进行实验直到成功。

数据处理:综合处理实验数据,进行误差分析,按论文的形式写出有一定见解的实验报告并进行交流答辩。

2. 设计实验的要求

根据专业特点、个人兴趣和爱好,在教师的指导下选择并确定设计实验的题目;所查文献要包括外文文献;学生必须自己设计实验、组合仪器并完成实验,以培养综合运用化学实验技能和所学的基础知识解决实际问题的能力。

二、物理化学实验室安全知识

在物理化学实验室里,安全是非常重要的,它常常潜藏着诸如发生爆炸、着火、中毒、灼伤、割伤、触电等事故的危險。如何来防止这些事故的发生,以及万一发生又如何来急救,这些知识都是每一个化学实验工作者必须具备的,在先行的化学实验课中均已反复地做了介绍。这里主要结合物理化学实验的特点,重点介绍安全用电、使用化学药品等安全防护知识。

(一)安全用电常识

物理化学实验室使用电器较多,特别要注意安全用电。违规用电可能造成损坏仪器设备、火灾,甚至人身伤亡等严重事故。为了保障人身和财产的安全,一定要遵守实验室

安全规则。表 1-1-1 列出了 50 Hz 交流电通过人体的反应情况。

表 1-1-1 不同电流强度对人体的反应

电流强度/mA	1 ~ 10	10 ~ 25	25 ~ 100	100 以上
人体反应	麻木感	肌肉强烈收缩	呼吸困难,甚至停止呼吸	心脏心室纤维性颤动,死亡

在实验过程中需注意:

1. 防止触电

- (1) 操作用电器时手必须干燥,不用潮湿的手接触电器。
- (2) 不要直接接触绝缘不好的通电器,电源裸露部分应有绝缘装置(例如电线接头处应裹上绝缘胶布)。
- (3) 所有电器的金属外壳都应保护接地。
- (4) 实验时,应先连接好电路后才接通电源。实验结束时,先切断电源再拆线路。
- (5) 修理或安装电器时,应先切断电源。
- (6) 不能用试电笔去试高压电。使用高压电源应有专门的防护措施。
- (7) 明确实验室总电源开关的位置,如有人触电,应迅速切断电源,然后进行抢救。

2. 防止引起火灾

- (1) 使用和更换的保险丝要与实验室(实验仪器设备)允许的用电量相符。必要时应事先计算电流流量。
- (2) 更换保险装置时应事先切断电源,避免带电作业。电线的安全通电量应大于用电功率。
- (3) 室内若有氢气、煤气等易燃易爆气体,应避免产生电火花。继电器工作和开关电闸时,易产生电火花,要特别小心。电器接触点(如电插头)接触不良时,应及时修理或更换。必要时在这一类环境下工作的继电器和开关电闸等要采用防爆型产品。
- (4) 如遇电线起火,立即切断电源,用沙或二氧化碳、四氯化碳灭火器灭火。禁止用水或泡沫灭火器等导电液体灭火。
- (5) 电源、电器线路中各接点应牢固,电路元件两端接头不要互相接触,以防短路。电线、电器要避免被水淋湿或浸在导电液体中。若用电器万一被水(或浸在导电液体)淋湿不能立即开启电器,应将其清洗烘干并做必要的绝缘处理经检查正常后才能使用。

3. 电器仪表的安全使用

- (1) 在使用电器设备前,应了解电器仪表要求使用的电源是交流电还是直流电、是三相电还是单相电,以及电压的大小(380 V、220 V、110 V 或 6 V),弄清电器功率是否符合要求及直流电器仪表的正、负极性。
- (2) 仪器的仪表量程应大于待测量。若待测量大小不明时,应从最大量程开始测量。
- (3) 实验前要检查线路连接是否正确。经指导教师检查同意后方可接通仪器电源进行实验。
- (4) 在电器仪表使用过程中,如发现有不正常声响、温升或嗅到绝缘漆过热产生的焦味等可疑情况应立即切断电源,并报告实验室教师进行检查处理。

(二)安全使用化学试剂

1. 防毒

(1)实验前,应了解所用药品的毒性及防护措施。

(2)操作有毒、腐蚀性气体(如 H_2S 、 Cl_2 、 Br_2 、 NO_2 、 HCl 和 HF 等)应在通风橱内进行。

(3)苯、四氯化碳、乙醚、硝基苯等的蒸气会引起中毒。它们虽有特殊气味,但久嗅会使人嗅觉减弱,所以应在通风良好的情况下使用。

(4)避免化学药品与皮肤接触。一些化学药品具有强腐蚀性,还有一些药品(如苯、一些有机溶剂、汞等)能透过皮肤进入人体。

(5)氰化物、高汞盐[HgCl_2 、 $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 等]、可溶性钡盐 BaCl_2 、重金属盐(如镉、铅盐)、三氧化二砷等剧毒药品,应妥善保管,使用时要特别小心。在不影响实验的前提下,尽可能使用无毒或低毒的实验药品来代替有毒药品。

(6)饮食用具不要带进实验室,以防毒物污染,离开实验室及饭前要洗净双手。绝对禁止在实验室喝水、吃东西。

(7)出现危险或可疑情况要及时向实验教师报告。

2. 防爆

可燃气体与空气混合,当两者比例达到爆炸极限时,受到热源(如电火花)等诱发,就会引起爆炸。

使用可燃气体应注意:使用可燃性气体时,要防止气体逸出,室内通风要良好。操作大量可燃性气体时,严禁同时使用明火,还要防止发生电火花及其他撞击火花。有些药品如叠氮铝、乙炔银、乙炔铜、高氯酸盐、过氧化物等受震和受热都易引起爆炸,使用要特别小心。严禁将强氧化剂和强还原剂放在一起。久藏的乙醚使用前应除去其中可能产生的过氧化物。进行容易引起爆炸的实验,应有防爆措施。一些常见气体的爆炸极限见表 1-1-2。

表 1-1-2 与空气相混合的某些气体的爆炸极限(20 °C, 101.325 kPa)

气体	爆炸高限(体积/%)	爆炸低限(体积/%)	气体	爆炸高限(体积/%)	爆炸低限(体积/%)
氢	74.2	4.0	醋酸	—	4.1
乙烯	28.6	2.8	乙酸乙酯	11.4	2.2
乙炔	80.0	2.5	一氧化碳	74.2	12.5
苯	6.8	1.4	水煤气	72.0	7.0
乙醇	19.0	4.3	煤气	32.0	5.3
乙醚	36.5	1.9	氨	27.0	15.5
丙酮	12.8	2.6			

3. 防火

物质燃烧须具备三个条件:①可燃物质;②氧气或氧化剂;③一定的温度。因此实验室装备要优先考虑其阻燃性能与防火要求。在实验过程中要注意如下几点:

(1)许多有机溶剂(如乙醚、丙酮、乙醇、苯等)非常容易燃烧,大量使用时室内不能有

明火、电火花或静电放电。实验室内不可存放过多这类药品,用后还要及时回收处理,不可倒入下水道,以免聚集引起火灾。

(2)有些物质(如磷、金属钠、钾、电石及金属氢化物等)在空气中易氧化自燃。还有一些金属(如铁、锌、铝等)粉末比表面大也易在空气中氧化自燃。这些物质要隔绝空气保存,使用时要特别小心。

(3)实验室如果着火不要惊慌,应根据情况进行灭火,常用的灭火器有水、沙、二氧化碳灭火器、四氯化碳灭火器,泡沫灭火器和干粉灭火器等。可根据起火的原因选择使用,以下几种情况不能用水灭火:金属钠、钾、镁、铝粉、电石、过氧化钠着火,应用干沙灭火;比水轻的易燃液体,如汽油、苯、丙酮等着火,可用泡沫灭火器;有灼烧的金属或熔融物的地方着火时,应用干沙或干粉灭火器;电器设备或带电系统着火,可用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器。

4. 防灼伤

强酸、强碱、强氧化剂、溴、磷、钠、钾、苯酚、冰醋酸等都会腐蚀皮肤,特别要防止溅入眼内。液氮、干冰等物质的低温也会严重灼伤皮肤,使用时要小心。万一灼伤应妥善处理并及时送医院治疗。

化学烧伤应急处理:强酸(特别是氧化性酸)和强碱会严重烧伤皮肤。如果皮肤接触到强酸或强碱,应该用大量水冲洗。对于强酸,用很稀的弱碱(氨)来冲洗是有效的;对于强碱,则可用很稀的弱酸(醋酸)来冲洗。应特别注意保护眼睛(使用安全眼镜、护目镜或面罩),并提醒万一化学药剂进入眼睛应采取迅速和有效的措施。如氢氧化钠这样的强碱可以在几秒钟内烧坏眼睛的角膜。最重要的是要迅速用洗眼喷水器或者其他大量流水(但在低射流压力下)的工具来彻底洗净受伤者的眼球。应当将眼睑皮翻离眼球以便于有效的冲洗。除水外什么也不要再用,并迅速请求医生帮助。

5. 防水

实验室避免因故停水而未关水门的情况发生。实验时发生漏水时则会发生事故,如淋湿甚至浸泡仪器设备,发生漏电、燃烧或爆炸事故(有些金属钠、钾、金属氢化物、电石等遇水会发生燃烧、爆炸等)。因此,离开实验室前应检查水、电、高压气体瓶、燃气开关是否关好。

6. 汞的安全使用

物理化学实验室经常用到汞(俗称水银),操作者使用不当时会引起汞中毒。汞中毒分急性和慢性两种。急性中毒多为高汞盐(如 HgCl_2)入口所致,0.1~0.3 g 即可致死。吸入汞蒸气会引起慢性中毒,症状为食欲不振、恶心、便秘、贫血、骨骼和关节疼痛、神经衰弱等。汞蒸气的最大安全浓度为 $0.1 \text{ mg} \cdot \text{m}^{-3}$,而 20 °C 时汞的饱和蒸气压约为 0.16 Pa,超过安全浓度 100 多倍。所以使用汞必须严格遵守下列操作规定:

(1) 储汞的容器要用厚壁玻璃器皿或瓷器,在汞面上加盖一层水,避免直接暴露于空气中,同时应放置在远离热源的地方。

(2) 一切转移汞的操作,应在装有水的浅瓷盘内进行。

(3) 装汞的仪器下面一律放置浅瓷盘,防止汞滴散落到桌面或地面上。

(4) 万一有汞掉落,要先用吸汞管尽可能将汞珠收集起来,然后把硫磺粉撒在汞溅落

的地方,并摩擦使之生成 HgS ,也可用 KMnO_4 溶液使其氧化。擦过汞的滤纸等必须放在有水的瓷缸内。

(5) 使用汞的实验室应有良好的通风设备;手上若有伤口,切勿接触汞。

(6) 在满足实验要求的前提下,尽量使用无汞仪器装置替代使用汞的仪器,如使用电子精密温度计代替水银贝克曼温度计、电子精密压差仪代替汞压力计。减少实验室的汞污染。

(三) 气体钢瓶使用及注意事项

化学实验室经常遇到使用高压气体的情况,常用气体如氧气、氮气、压缩空气等。储存气体的钢瓶也叫高压储气瓶,是由无缝碳素钢或合金钢制成,按其所储存的气体及工作压力分类,如表 1-1-3 所示。

表 1-1-3 标准钢瓶型号分类

气瓶型号	用途	工作压力/MPa	实验压力/MPa	
			水压实验	气压实验
甲	O_2 、 H_2 、 N_2 、 CH_4 、压缩空气和惰性气体	15.0	22.5	15.0
乙	纯净水煤气及 CO_2 等	12.5	19.0	12.5
丙	NH_3 、氯、光气等	3.0	6.0	3.0
丁	SO_2 等	0.6	1.2	0.6

我国很早就颁布了气瓶安全检查规程,每个气瓶必须在其肩部刻上制造厂和检验单位的钢印标记。使用储气钢瓶必须按正确的操作规程和注意事项进行,以避免意外事故的发生。在国家标准气瓶颜色标志(GB 7144—1999)中还规定了作为充装气体识别标志的气瓶外表面涂色和字样。常见各类气瓶的色标见表 1-1-4。

表 1-1-4 我国气体钢瓶常用标记

气体类别	瓶身颜色	标字颜色	字样
氮气	黑	黄	氮
氧气	天蓝	黑	氧
氢气	深绿	红	氢
压缩空气	黑	白	压缩空气
二氧化碳	黑	黄	二氧化碳
氨	棕	白	氨
液氨	黄	黑	氨
氯	黄绿	白	氯
乙炔	白	红	乙炔
氟氯烷	铝白	黑	氟氯烷
石油气体	灰	红	石油气
粗氩气体	黑	白	粗氩
纯氩气体	灰	绿	纯氩

1. 气体钢瓶的使用方法

- (1) 搬运气瓶前要把气瓶帽旋上,动作要轻稳。放置使用时必须牢靠、固定好。
- (2) 在钢瓶上装上配套的减压阀。检查减压阀是否关紧,方法是逆时针旋转调压手柄至螺杆松动为止。
- (3) 打开钢瓶总阀门,此时高压表显示出瓶内贮气总压力。
- (4) 慢慢地顺时针转动调压手柄,至低压表显示出实验所需压力为止。
- (5) 停止使用时,先关闭钢瓶总阀门,待减压阀中余气逸尽后,再关闭减压阀。

2. 气体钢瓶的使用注意事项

- (1) 钢瓶应存放在阴凉、干燥、远离热源的地方。可燃性气瓶应与氧气瓶分开存放。
- (2) 使用时应装减压阀和压力表。可燃性气瓶(如 H_2 、 C_2H_2)气门螺丝为反丝;不燃性或助燃性气瓶(如 N_2 、 O_2)为正丝。各种压力表一般不可混用。
- (3) 不要让油或易燃有机物沾染气瓶(特别是气瓶出口和压力表上)。
- (4) 开启总阀门时,不要将头或身体正对总阀门,防止万一阀门或压力表冲出伤人。
- (5) 不可把气瓶内气体用光,以防重新充气时发生危险。
- (6) 使用中的气瓶每 3 年应检验 1 次,装腐蚀性气体的钢瓶每 2 年检验 1 次,不合格的气瓶不可继续使用。

(7) 氢气瓶应放在远离实验室的专用小屋内,用紫铜管引入实验室,并安装防止回火的装置。

(8) 使用氧气瓶时,严禁气瓶接触油脂,实验者的手、衣服和工具上也不得沾有油脂,因为高压氧气与油脂相遇会引起燃烧。氧气瓶使用时发现漏气,不得用麻、棉等物去堵漏,以防发生燃烧事故。

(四) 受压玻璃容器的使用安全

物理化学实验室的受压玻璃仪器包括供高压或真空实验用的玻璃仪器,装载水银的容器、压力计,以及各种保温容器等。使用这类仪器时必须注意:

- (1) 受压玻璃仪器的器壁应足够坚固,不能用薄壁材料或平底烧瓶之类的器皿替代。
- (2) 供气流稳压用的玻璃稳压瓶,其外壳应裹有布套或细网套。
- (3) 物理化学实验中常用液氮作为获得低温的手段,在将液氮注入真空容器时,要注意真空容器可能发生破裂,不要把脸靠近容器的正上方。
- (4) 要防止装载水银的 U 形压力计或容器在使用时玻璃容器破裂,造成水银散溅到桌上或地上,因此装载水银的玻璃容器下部应放置搪瓷盘或适当的容器。使用 U 形水银压力计时,应防止系统压力变动过于剧烈而使压力计的水银散溅到系统内外。
- (5) 使用真空玻璃系统时,要注意任何一个活塞的开、闭均会影响系统的其他部分,因此操作时应特别小心,防止在系统内形成高温爆鸣气混合物或让爆鸣气混合物进入高温区。在开启或关闭活塞时,应两手操作,一只手握活塞套,另一只手缓缓旋转内塞,务使玻璃系统各部分不产生力矩,以免扭裂。

(五) 使用辐射源的安全防护

物理化学实验室的辐射源,主要指产生 X 射线、 γ 射线、中子流、带电粒子束的电离辐射和电磁波辐射。电离辐射和电磁波辐射作用于人体时,都有可能造成人体组织的损

伤,引起一系列复杂的组织机能的变化,因此必须重视使用辐射源的安全防护。

1. 电离辐射的安全防护

我国目前规定从事放射性工作的专业人员,电离辐射的最大容许剂量,每日不得超过 0.05 R(伦琴)。非放射性工作人员每日不得超过 0.005 R。同位素源放射的 γ 射线较 X 射线波长短、能量大,但 γ 射线和 X 射线对机体的作用是相似的,所以防护措施也是一致的,主要采用屏蔽防护、缩短使用时间和远离辐射源等措施。作为屏蔽物质,主要有铅、铅玻璃等。根据受照射的时间愈短、人体所接受的剂量愈少以及射线的强度随机体与辐射源的距离平方而衰减的原理,尽量缩短工作时间和加大机体与辐射源的距离,从而达到安全防护的目的。

防止放射性物质进入人体是电离辐射安全防护的重要前提,一旦放射性物质进入人体,则上述的屏蔽防护和缩时加距措施就失去意义。放射性物质要尽量在密闭容器内操作,操作时必须戴防护手套和口罩,严防放射性物质飞溅而污染空气,加强室内通风换气,操作结束后须全身淋浴,切实地防止放射性物质从呼吸道或食道进入体内。

2. 电磁波辐射的安全防护

高频电磁波辐射源作为特殊情况下的加热热源,目前已在光谱用光源和高真空技术中得到愈来愈多的应用,微波技术被用于化学合成反应。电磁波辐射能对金属、非金属介质以感应方式加热,因此也会对人体组织,如皮肤、肌肉、眼睛的晶状体以及血液循环、内分泌、神经系统等造成损害。防护电磁波辐射的最根本的有效措施,是减少辐射源的泄漏,使辐射局限在限定的范围内。当设备本身不能有效地防止高频辐射的泄漏时,可利用能反射或吸收电磁波的材料,如金属、多孔性生胶和炭黑等做罩、网以屏蔽辐射源。操作电磁波辐射源的实验者应穿特制防护服和戴防护眼镜,镜片上涂有一层导电的二氧化锡、金属铬的透明或半透明的膜。同样,应加大工作处与辐射源之间的距离,减少受辐射时间。考虑到某些工作中不可避免地要经受一定强度的电磁波辐射,应按辐射时间长短不同,制定辐射强度的分级安全标准:每天辐射时间小于 15 min 时,辐射强度小于 $1 \text{ mW} \cdot \text{cm}^{-2}$;小于 2 h 的情况下,辐射强度小于 $0.1 \text{ mW} \cdot \text{cm}^{-2}$;在整个工作日内经常受辐射的,辐射强度小于 $10 \mu\text{W} \cdot \text{cm}^{-2}$ 。

除上述电离辐射和电磁波辐射外,在物理化学实验中还应注意紫外线、红外线和激光对人体,特别是对眼睛的损害。