




普通高等教育“十一五”国家级规划教材



◎总主编 刁国旺
◎本册主编 薛怀国

大学化学实验

基础化学实验二

 南京大学出版社




普通高等教育“十一五”国家级规划教材

大学化学实验

第三分册

基础化学实验二

- ◎总 主 编 刁国旺
- ◎副 总 主 编 沐来龙
- ◎本 册 主 编 薛怀国
- ◎本册副主编 王佩玉

 南京大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验·基础化学实验二 / 薛怀国主编. —南京:
南京大学出版社, 2006. 8
ISBN 7-305-04806-2

I. 大… II. 薛… III. 化学实验—高等学校—教材
IV. 06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 073489 号

出版者 南京大学出版社
社 址 南京市汉口路 22 号 邮编 210093
网 址 <http://press.nju.edu.cn>
出版人 左 健

书 名 大学化学实验·基础化学实验二
总 主 编 刁国旺
本册主编 薛怀国
责任编辑 蔡文彬 编辑热线 025-83685411

照 排 南京玄武湖印刷照排中心
印 刷 南京人文印刷厂
开 本 787×1092 1/16 印张 10.75 字数 268 千
版 次 2006 年 8 月第 1 版 2006 年 8 月第 1 次印刷
ISBN 7-305-04806-2/O·382

定 价 16.00 元
发行热线 025-83592169 025-83592317
电子邮件 sales@press.nju.edu.cn(销售部)
nupress1@public1.ptts.js.cn

* 版权所有,侵权必究
* 凡购买南大版图书,如有印装质量问题,请与所购
图书销售部门联系调换

《大学化学实验》编委会

总 主 编：刁国旺

副总主编：沐来龙

编 委：(以姓氏笔画为序)

刁国旺

牛德仲

王佩玉

王赅胤

王香善

石尧成

孙 晶

朱霞石

刘永红

刘 巍

李宗伟

李 亮

李广超

沐来龙

韩 莹

景峭壁

颜朝国

薛怀国

序

21 世纪对人才的需求呈多元化,人才就是财富,企业的竞争,归根结底就是人才的竞争。可以毫不夸张地说,谁拥有了人才,谁就掌握了通向财富之门的钥匙。而在人才战略中,创新人才是必不可少的,其质量的优劣直接关系到企业的生存。因此作为担负人才培养重担的高等院校,有必要从人才培养的实际出发,在教育理念、教育形式和方法以及教学内容等方面进行深入细致的研究,进行广泛的改革,适应蓬勃发展的社会对人才的需求。为此,扬州大学化学化工学院自 2000 年起开展了面向 21 世纪化学与化工类专业教学改革工作,从理论教学到实验课的设立等进行了全方位的改革。

在实验教学方面,认真落实教育部高教司[2000]16 号文件精神,参照各兄弟院校实验教学改革的成功经验,提出在大学化学基础实验教学方面,既要注重学生基础知识、基本技能的培训,又要加强学生创新能力的培养;既要注重各专业学生的共性,统一基本要求,又要结合各专业自身的个性,强化专业技能的训练,使学生带有鲜明的专业特色。

为达到上述目的,在教学内容的安排上,设立基础实验、综合实验和探究性与设计性实验三个层次。其中基础实验又分为基础化学实验一和基础化学实验二两个模块,前者主要包括各类基础操作实验;后者主要包括各类仪器操作实验以及各种物理参量的测量等,为化学与化工类专业所必修,体现各专业的共性特征。综合实验则以有机合成、无机合成为主线,辅以常规分析及仪器测量等手段,培养学生综合解决实际问题的能力。该部分内容大多为各专业共有,也安排少量带有专业特性的实验,供不同专业选做,以适应不同专业的培养要求。探究性与设计性实验引入最新的科学研究成果,实行导师制。由导师提出要求,学生根据掌握的知识、技能,通过查阅文献,提出解决问题的方案,经指导老师审阅后,独立开展实验工作。该部分内容可以是动态的,教师随时可以增加新的实验课题,供学生选择。该层次教学充分体现各专业的教学要求,没有通用的必修内容。不同专业的学生可以根据自己专业的教学要求,结合自己的兴趣,自主选做与本专业相关的实验内容。

实践证明,采用以上教学方式,可系统地培养学生的基本操作技能和基本实验方法,并在综合解决实际问题能力上得到全方位的培训。由于学生在进行综合性实验时,往往需要用到在基础实验时学到的基本实验理论和基础实验方法,一方面可起到对前面所学知识的复习、巩固与提高作用,避免了简单的机械性重复;另一方面也使学生充分认识到所学知识的重要性和实用性,极大地调动了他们的学习积极性,提高了教学效果。

改革过程中,得到了徐州师范大学的积极响应和参与。为进一步指导实验教学,推广实验教学改革成果,2005年10月两校在扬州大学召开了《大学化学实验》系列教材编写会议。与会代表经过认真讨论,通过了扬州大学提出的《大学化学实验教材编写大纲》,建议该教材以丛书形式编写,全套共四个分册。其中,第一分册包括两部分,第一部分为大学化学实验的基础知识与基本操作;第二部分介绍大学化学实验中常用的仪器,刘巍任主编。第二、第三分册分别为基础化学实验一与基础化学实验二,分别由朱霞石、薛怀国任主编。第四分册也分两部分,第一部分为综合性实验;第二部分为探究性与设计性实验,颜朝国任主编。会议成立了编写委员会,刁国旺教授任总主编,并负责全套书的统稿工作;沐来龙教授任副总主编。希望本套书的出版,能够为我国高等院校理工科基础化学教学改革提供有力的帮助。

本教材第一分册基础知识与仪器部分内容可以结合实验要求,在开设基础化学实验一和基础化学实验二时以讲座形式教学,建议教学时数为16学时,分别在一年级上学期和二年级上学期授课,其余可供学生自学。第二分册基础化学实验一在一年级开设,共32个实验计128学时。第三分册基础化学实验二在二年级开设,共36个实验计192学时。第四分册综合化学实验部分在三年级开设,共开设30个实验,计144学时;探究性与设计性实验在四年级上学期开设,共开设1~2个实验,计48学时。以上教学时数为建议学时数,各校可根据专业特点和教学计划安排,作适当增减。为方便不同学校教学要求,每册教材编写的实验内容多于实际开出数,各校可根据自身的要求和条件,自行选择有关实验。

本教材体系的特色是按照学生的认知规律,从简单到复杂,由浅入深,循序渐进,使学生在轻松愉快的学习过程中掌握相关的知识要领。为加强对学生操作技能的培训,重要的基础操作在不同实验中反复出现,但每一次出现都是前一次的提高,不再是简单的机械重复,达到了螺旋式上升的目的。各分册内容自成体系,又相互联系。本套教材的分类方法为首创,简单明了,科学合理。

教材在每个实验中设立了“注意事项”栏目。该栏目的大部分内容来自广大教学工作者多年来教学经验的总结,可帮助学生少走弯路,提高实验的成功率,增强学生学好本门课程信心。

“e网链接”是本套教材的另一特色。该栏目的设立,可帮助学生从互联网上查找相关的参考文献。学生通过相关网站,可查阅该实验的发展过程,与该实验有关的最新动态等;也可以通过网站搜索本实验中所用试剂的生产厂家、代理公司以及购买渠道、试剂价格等;通过网站搜索实验中用到的诸多仪器的生产厂家、仪器性能、使用注意事项以及相关仪器的最新发展动向等。这一方面可以增加学生的知识视野,同时也可以增加学习的乐趣,更重要的是让学生练习查阅资料的方法,培养学生解决实际问题的能力。

该套教材的编写原则是：①打破传统的实验课依附于理论课的做法，实验单独设课，自成体系；②对实验内容进行有机的融合，使之尽可能符合实验教学的认知规律；③重视引入最新的科学研究成果；④注意收列近期的高水平参考文献；⑤注重学生创新能力与实践能力的培养；⑥充分考虑化学及近化学类不同学科间的共性与个性差异，为实施宽口径，厚基础，理工交融的办学模式提供了方便。

该套教材是扬州大学化学化工学院和徐州师范大学化学化工学院全体同仁多年来，尤其是近几年教学改革工作的经验总结，编写过程中得到扬州大学郭荣教授、胡效亚教授、阚锦晴教授、刘天晴教授、沈明副教授等的关心和支持，南京大学姚天扬教授、孙尔康教授也对我们的实验教学改革给予了很大的关心与支持，孙尔康教授欣然担任全套教材的审稿工作，在此一并表示衷心感谢！扬州大学化学教学实验中心、徐州师范大学化学教学实验中心的全体教职员积极参加实验教学改革，使我们的实验教学改革和本教材的编写工作得以顺利进行，特致谢意！

本套教材是2005年江苏省高等学校立项建设精品教材。

由于编者的水平有限，加之实验教学改革还在不断进行，时间也比较仓促，不足甚至谬误之处一定不少，恳请使用本教材的广大师生向我们提出宝贵意见和建议，以便再版时修改。

编委会
2006年2月

前 言

本书是《大学化学实验》丛书的第三分册,主要包括各类仪器操作及各种物理参量的测量等实验。本书是在扬州大学化学化工学院近年来使用的《大学化学基础实验二》讲义的基础上编写而成的,可用作综合性大学和高等师范院校化学专业、化工专业、生化专业、医学专业等学生的仪器类基础实验教材,亦可供其他大专院校从事化学实验工作的有关人员参考。

本书共分六章,即物理化学参数测量实验、物系特性实验、物质结构实验、电学实验、光谱学实验、色谱及其他实验等共计 43 个。每个实验内容均包括实验目的、基本原理、仪器及试剂、操作步骤、结果与讨论、注意事项、思考题、参考文献、e 网连接九个部分。

教学工作是一项不断继承和发展的集体事业,本书的编写出版是扬州大学化学化工学院、徐州师范大学化学化工学院从事实验教学工作的教师,共同开展实验教学改革长期积累的成果,并吸收了兄弟院校的一些有益经验。编写过程中得到了扬州大学郭荣教授、胡效亚教授、阚锦晴教授、刘天晴教授、沈明副教授等的关心和支持,在此一并向他们表示衷心的感谢!

本书由薛怀国教授主编,王佩玉副教授任副主编,参加编写的还有刁国旺教授、菅盘铭教授、李亮副教授等。其中实验 1.1、实验 1.4、实验 1.5(I)、实验 1.6~1.8、实验 2.1~2.2、实验 2.5~2.8、实验 4.1 由薛怀国教授编写;实验 1.5(II)、实验 4.2~4.6、实验 5.1~5.8、实验 6.1~6.7 由王佩玉副教授编写;实验 1.2~1.3、实验 1.12、实验 2.3~2.4 由刁国旺教授编写;实验 3.1~3.4 由菅盘铭教授编写;实验 1.9~1.11 由李亮副教授。全套教材由刁国旺教授统稿。

由于编者水平有限,加之时间仓促,书中问题和错误在所难免,敬请有关专家和广大读者批评指正,以便再版时修改。

编 者

2006 年 5 月于扬州大学

目 录

第一章 物理化学参数测量实验

实验 1.1	燃烧热的测定	1
实验 1.2	液体饱和蒸气压的测定——动态法	5
实验 1.3	氨基甲酸铵分解压的测定——静态法	8
实验 1.4	离子迁移数的测定	12
实验 1.5	乙酸电离常数的测定	15
实验 1.6	原电池电动势的测定	21
实验 1.7	电解质溶液活度系数的测定	25
实验 1.8	溶液表面吸附量的测定	28
实验 1.9	凝固点降低法测定分子量	33
实验 1.10	电导法测定难溶盐的溶解度	36
实验 1.11	溶解焓的测定	40
实验 1.12	粘度法测定高聚物分子量	43

第二章 物系特性实验

实验 2.1	恒温槽的安装与调试	49
实验 2.2	双液系气-液平衡相图的绘制	52
实验 2.3	热电偶的制作与标定	56
实验 2.4	二组分合金体系相图的绘制	61
实验 2.5	三组分液-液相图的绘制	65
实验 2.6	金属极化曲线的测定	69
实验 2.7	蔗糖的转化——一级反应	74
实验 2.8	丙酮的碘化反应	78

第三章 物质结构实验

实验 3.1	偶极矩的测定——溶液法	82
实验 3.2	配合物结构的测定——古埃磁天平法	87
实验 3.3	汞原子激发电位与电离电位的测量	94
实验 3.4	X射线衍射法测定晶胞常数——粉末法	100

第四章 电学实验

实验 4.1	胶体电泳	106
实验 4.2	直接电位法测定饮用水中氟离子含量	109
实验 4.3	库仑滴定法测定 As(Ⅲ) 的浓度	112
实验 4.4	方波极谱法测定水中的镉	114
实验 4.5	循环伏安法判断 $K_3Fe(CN)_6$ 电极过程的可逆性	117
实验 4.6	阳极溶出伏安法测定水中微量镉	119

第五章 光谱学实验

实验 5.1	发射光谱定性分析和定量分析	122
实验 5.2	火焰原子吸收分光光度法测定水中的镁	126
实验 5.3	石墨炉原子吸收光谱法测定血清中的铬	128
实验 5.4	矿泉水中微量元素的 ICP-AES 法测定	130
实验 5.5	紫外吸收光谱法测定水中的总酚	132
实验 5.6	有机化合物红外光谱及结构分析	134
实验 5.7	荧光法测定维生素 B ₂	136
实验 5.8	流动注射分光光度法测定水中的 NO_2^-	138

第六章 色谱及其他实验

实验 6.1	气相色谱填充柱的制备	141
实验 6.2	混二甲苯气相色谱测定	143
实验 6.3	高效液相色谱柱参数测定及内标法定量	146
实验 6.4	高效毛细管电泳法测定牛乳铁蛋白的含量	148
实验 6.5	乙酰苯胺碳氢氮元素分析	151
实验 6.6	热重法测定 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 的失水率	152
实验 6.7	差热分析法测定 $CaC_2O_4 \cdot H_2O$ 脱水反应活化能	156

第一章 物理化学参数测量实验

实验 1.1 燃烧热的测定

【实验目的】

1. 了解氧弹量热计的原理及构造,掌握其操作技巧。
2. 了解雷诺校正的基本原理,掌握物质燃烧热测定的基本方法。
3. 了解高压钢瓶安全使用常识。
4. 了解精确测量温度的方法。

【基本原理】

物质的燃烧热是指一摩尔物质完全燃烧时的热效应,广泛地用在各种热化学计算中,文献中已经报道了许多物质的燃烧热和反应热。物质的燃烧热通常用氧弹量热计来测量。氧弹量热计是一种重要的热化学仪器(其基本原理和使用方法详见本丛书第一分册仪器部分),在热化学、生物化学以及某些工业部门广泛使用。

根据热力学第一定律,物质在定体积燃烧时,体系不对外作体积功,则燃烧热等于体系内能的变化,即:

$$Q_v = \Delta U. \quad (1.1-1)$$

式中: Q_v 为恒容燃烧热; ΔU 为体系内能的变化值。

设体系的恒容热容为 C_v , 则若将 n mol 被测物质置于充氧的氧弹中使其完全燃烧。燃烧时放出的热量使体系温度升高 ΔT , 即可根据下式计算实际放出的热量:

$$Q_v = C_v \Delta T. \quad (1.1-2)$$

恒容摩尔燃烧热 $Q_{v,m}$ 可用下式计算:

$$Q_{v,m} = Q_v/n. \quad (1.1-3)$$

将实验中测得的恒容燃烧热代入热力学基本关系式,可求得恒压燃烧热 Q_p :

$$Q_p = \Delta H = \Delta U + \Delta(pV) = Q_v + p\Delta V. \quad (1.1-4)$$

式中: ΔH 为反应的焓变; p 为反应压力; ΔV 为反应前后体积的变化。由于凝聚相与

气相相比,其体积可忽略不计,则 ΔV 可近似为反应前后气体物质的体积变化。设反应前后气态的摩尔数变化为 Δn ,并设气体为理想气体,则

$$p\Delta V = \Delta nRT. \quad (1.1-5)$$

从而可得:

$$Q_p = Q_v + \Delta nRT. \quad (1.1-6)$$

反应热效应的数值与温度有关,燃烧热也如此。其与温度的关系为:

$$\left[\frac{\partial(\Delta H)}{\partial T} \right]_p = \Delta C_p. \quad (1.1-7)$$

式中: ΔC_p 为燃烧反应产物与反应物的恒压热容差,是温度的函数。通常,温度对热效应影响不大。在较小的温度范围内,可将反应的热效应看作与温度无关的常数。

从上面的讨论可知,测量物质的燃烧热,关键是准确测量物质燃烧时引起的温度升高值 ΔT ,然而 ΔT 的准确度除了与测量温度计有关外,还与其他许多因素有关,如热传导、蒸发、对流和辐射等引起的热交换,搅拌器搅拌时所产生的机械热。它们对 ΔT 的影响规律相当复杂,很难逐一加以校正并获得统一的校正公式。为此,常采用雷诺图解法对 ΔT 进行校正,具体校正方法如下:

图 1.1-1 是量热实验中测得的典型的温度-时间曲线,其中 T 为相对值(即贝克曼温度计读数)。在燃烧热测定中,只需测量温度变化值 ΔT ,因而无需知道系统的绝对温度是多少。分析该图曲线可知,此温度-时间曲线可以分成三个部分来讨论,一是 AB 段,此段常称为前期。在前期,物质并没有被点火燃烧,温度随时间的变化是由于搅拌热和其他热交换所引起的,温度变化比较平缓。至 B 点时,物质被点火,系统温度上升比较显著,直至 C 点。 BC 段称为主期。主期以后的 CD 段称为后期。主期之所以不能很快过渡到后期,

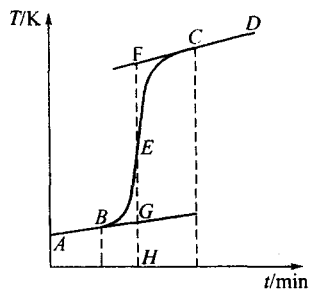


图 1.1-1 雷诺校正图

也是由热滞后性等许多其他因素引起的。校正方法是分别作出曲线的前期和后期的切线并用虚线延长之。在主期内作一垂线 FH 使其分别与前后期切线的延长线交于 G 、 F 点。作垂线时应注意使垂线、主期温升曲线分别与前后期切线的延长线所围成的面积 S_{BCE} 和 S_{CFE} 相等,则 F 、 G 两点的温差即为系统内部由于燃烧反应放出热量致使系统温度升高的数值 ΔT 。

【仪器与试剂】

1. 仪器

氧弹式量热计,压片机,固定扳手,镊子,铜-镍丝,铁钩,铜棒,万用表,小塑料袋,不锈钢桶,电子天平,塑封机,点火器,无纸记录仪,计算机。

2. 试剂

氧气,苯甲酸,无水乙醇。

【操作步骤】

1. 系统恒容热容的标定

根据式(1.1-2),测定燃烧热时,必须知道仪器的恒容热容 C_V ,由于每套系统的热容不一定相同,则实验时必须事先标定。其步骤如下:

(1) 制样

取约 0.8~1.0 g 苯甲酸,置于洁净的压片机中压片,取出并准确称其重量 W_1 。用万用表判别氧弹两点火电极是否短路。若短路,应查明故障,排除之。

(2) 安装点火丝

取一根长约 18 cm 的点火丝,准确称重,记录重量,将其中间绕成 3~4 圈螺旋,并使两端分别紧系于两点火电极上,点火丝螺旋部分应尽量放低直至燃烧皿底部。将已准确称重的苯甲酸压片置于燃烧皿中,用镊子小心将点火丝螺旋部分轻轻提起紧压在苯甲酸压片上;同时点火丝不能碰触到燃烧皿,以防止短路。用万用表检查两点火电极间的导通情况(10 Ω 左右)。如果不通,则说明点火丝系得不实;如果两电极间的电阻太小,说明电极短路,无论哪种情况均应设法排除之。盖好氧弹盖,旋紧螺帽。打开排气口,准备充气。充气前最好再次检查两点火电极间的导通情况。

(3) 充氧气

先将氧气表出气口与氧弹进气口相连,再将氧气钢瓶总阀打开(高压钢瓶的使用见本丛书第一分册仪器部分),表头高压表读数应大于 3 MPa。缓慢打开调节螺杆使低压表读数在 2.0 MPa~2.5 MPa 之间(氧弹设计承受压力为 20.3 MPa),打开氧弹排气口,微微开启氧气表头上的针形阀,用氧气驱赶氧弹中的空气(约需 1 min),再关闭氧弹上的排气口,完全打开针形阀,待低压表读数稳定后即可关闭针形阀,取下导气管,充气完毕。充气后,再用万用表检查两点火电极是否导通,如果不通应排掉氧气,打开氧弹,重新检查故障原因并排除之,重复上述操作。

(4) 点火并记录

在不锈钢桶中加入准确称重的 3 000 g 自来水,用小铁钩将已准备好的氧弹置于桶中,检查点火器各开关是否处于正确位置(特别是点火开关不能处于点火状态)。将点火器输出端分别与两点火电极相连,接通点火箱电源,打开搅拌器,约 5 min 后温度变化较平稳时,打开无纸记录仪自动记录温差数值(按“RUN”键)。当无纸记录仪显示前期曲线比较平坦时,拨动点火开关点火,可见到点火指示灯闪烁一下,说明已经点火成功。如果点火指示灯长亮或不亮,则立刻关闭点火开关并检查原因。

点火成功后,稍后可以看见记录仪上显示的温差迅速上升,等温差值趋于平稳后(一般为 10 min 左右),停止记录(按“STOP”键),用计算机采集数据。如点火后未见温度明显上升,说明点火失败,应停止实验,排除故障后,重新实验。

(5) 洁净和处理

打开量热计,取出氧弹。缓缓打开氧弹排气口,待氧气排完后,打开氧弹,观察是否燃烧完全(如有黑色痕迹,则为未完全燃烧)。如燃烧不完全,须重新测量。如果已完全燃烧,可取剩下的点火丝,准确测出其重量,燃烧掉的点火丝重量 W_0 。为燃烧前后重量之差。

实验后将氧弹内外和燃烧皿处理干净待用。

2. 乙醇燃烧热的测定

将 0.6~0.8 g 的乙醇置于一已准确称重的小塑料袋中,用塑封机将袋口封好后准确称重,同样的方法测定乙醇燃烧时的温度升高值。

【结果与讨论】

1. 温升值的计算

分别作苯甲酸及待测物乙醇的温度-时间曲线,通过雷诺校正图求出它们在燃烧前后引起的实际温升值 ΔT_1 和 ΔT_2 。

2. 仪器热容 C_V 的计算

已知苯甲酸在 25 °C 时的恒压比燃烧热 $Q'_p = -26\,465 \text{ kJ} \cdot \text{kg}^{-1}$, 据式(1.1-6)可以求得其恒容比燃烧热 Q'_v 。又已知点火丝的恒容比燃烧热值为 $-3\,136 \text{ kJ} \cdot \text{kg}^{-1}$, 聚乙烯塑料的恒容比燃烧热 $Q'_{v,pl} = -40\,841 \text{ kJ} \cdot \text{kg}^{-1}$, 则仪器的热容 C_V 可用下式计算:

$$C_V = (-Q'_v \cdot W_1 + 3\,136W_0) / \Delta T_1. \quad (1.1-8)$$

式中: W_1 和 W_0 分别为燃烧掉的苯甲酸和点火丝的质量。

3. 乙醇燃烧热的计算

乙醇燃烧时 Q_V 可通过下式计算:

$$Q_V = -C_V \Delta T_2 + 3\,136W_0 + 40\,841W_{pl}. \quad (1.1-9)$$

式中: W_{pl} 为燃烧掉的聚乙烯塑料的质量。

将 Q_V 代入式(1.1-3)计算乙醇的恒容摩尔燃烧热 $Q_{v,m}$, 再据式(1.1-6)计算乙醇的恒压摩尔燃烧热 $Q_{p,m}$ 。

【注意事项】

1. 本实验中用的氧气表头是市售的氧气表头经改装而成的。先将氧气表头原出气口旋下,换上带有针形阀的出气口。为安全起见,一定要将针形阀旋紧。用这种改装后的表头,可显著减少每次实验中氧气表头的开关次数,从而大大延长其使用寿命。

2. 绝热式氧弹量热计既可测量固态可燃物的燃烧热,也可测量液态可燃物的燃烧热。高沸点液态油类,可直接置于燃烧皿中,用棉线等引燃测定。对于低沸点可燃物,应先将其密封,以免挥发。本实验用聚乙烯塑料袋封装,也可用小玻璃泡封装,再将小玻璃泡置于引燃物上,将其烧裂引燃测定。

3. 每次燃烧结束后,一定要擦干氧弹内部的水,否则会影响实验结果。整个实验做完后,不仅要擦干氧弹内部的水,氧弹外部也要擦干,以防生锈。

4. 本实验的关键是点火丝的安装是否成功,在点火前务必要检查氧弹的两电极间的导通情况。

5. 若系统的绝热性能不好时,在雷诺校正图上可能会出现 CD 段斜率为负,这主要是由于系统内热量的散失所导致。

【思考题】

1. 什么是雷诺校正? 为什么要进行雷诺校正?
2. 搅拌速度对准确测量是否有影响, 为什么?
3. 试述本实验中可能引入的系统误差。
4. 燃烧热测定实验中, 为什么要将氧弹中的空气赶净? 如果没有赶净氧弹中的空气, 对实验结果有何影响, 如何校正?

【参考文献】

1. 复旦大学等校编. 物理化学实验. 北京: 人民教育出版社, 1979
2. 刁国旺, 阚锦晴, 汤美玉. 量热计计时振动控制的改进. 实验室研究与探索, 1990(4): 93~94
3. 阚锦晴, 刁国旺. 物理化学实验中的两则改进措施. 实验室研究与探索, 1991(4): 98~99
4. 朱京, 陈卫, 金贤德等. 液体燃烧热和苯共振能的测定. 化学通报, 1984(3): 50~54
5. 刁国旺, 阚锦晴, 刘天晴编著. 物理化学实验. 北京: 兵器工业出版社, 1993

【e网连接】

1. <http://www.scuec.edu.cn/jwc/jp/wulihuaxue/pp/menu.htm>
2. http://www.chem.whu.edu.cn/files/syzy/f/10486_2_f_3/jcwhsy/
3. <http://sce.scnu.edu.cn/Course/PhyChem/Experiment/>
4. <http://202.192.168.54/wulihuaxue/wuhuashiyang/index.htm>

实验 1.2 液体饱和蒸气压的测定——动态法

【实验目的】

1. 了解用动态法测定液体饱和蒸气压的方法和原理。
2. 了解真空装置的构造及其操作注意事项。
3. 了解压力、真空度的测量及其校正方法。
4. 掌握饱和蒸气压法测定液体气化热的基本原理和方法。

【基本原理】

液体的饱和蒸气压 p 与温度 T 有关, 通常 T 越高, p 越大。其定量关系可用克劳修斯-克拉贝龙方程式表示:

$$\frac{d \ln p}{dT} = \frac{\Delta H_v}{RT^2}$$

式中: R 为气体常数; ΔH_v 为液体的气化热,通常随温度变化而变化。但温度变化范围不大时, ΔH_v 可视为与温度无关的常数,则上式可写成积分形式:

$$\log p = -\frac{\Delta H_v}{2.303RT} + I.$$

式中: I 为积分常数。

以 $\log p$ 对 $1/T$ 作图得一直线,从直线的斜率可求得 ΔH_v 。 T 为当液体饱和蒸气压 p 与其受到的外压 p_0 相等时的温度值,即沸腾温度。若以不同压力下测得的液体的沸腾温度对压力作图,得 $T\sim p$ 曲线,由 $T\sim p$ 曲线采用内插法可求得压力为101 325 Pa时对应的沸腾温度值 T_b , T_b 即为该液体的正常沸点。

【仪器与试剂】

1. 仪器

WHK-1真空系统(自制),500 W电热套,1 kW调压器,500 mL三颈烧瓶,带旋塞的尖嘴毛细管,精密温度计(50~100℃,精度为1/10℃),普通温度计(0~100℃,精度为1℃)。

2. 试剂

蒸馏水,真空脂。

【操作步骤】

1. 准确读取实验时的大气压值(操作步骤见本丛书第一分册仪器部分,为防止大气压的变化影响测量结果,实验过程中至少应读取三次大气压值)。

2. 按图1.2-1连接好仪器。将洁净干燥的三颈烧瓶2与冷凝管7相连,打开二通旋塞8、11,关闭进气毛细管旋塞6、9以及抽气旋塞10。使真空泵与大气相通,开启真空

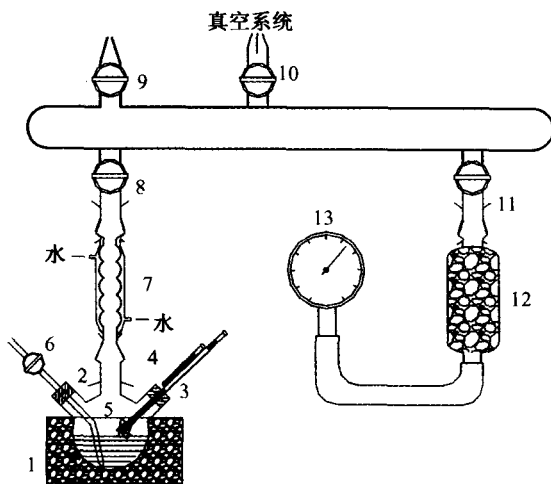


图 1.2-1 动态法液体饱和蒸气压测定装置

1. 电热套 2. 三颈烧瓶 3. 1/10 精密温度计 4. 0~100℃普通温度计 5. 纱布
6,9. 进气毛细管旋塞 7. 冷凝管 8,10,11. 真空旋塞 12. 干燥管 13. 精密真空表

泵电源,待其运转正常后,使真空泵与真空系统相接并打开抽气旋塞 10 给测量系统减压直至真空表读数为 0.05 MPa。关闭抽气旋塞 10,5 min 内压力读数无变化,说明系统不漏气。若压力读数不断下降,说明系统漏气,必须设法排除之。检查完毕后,关闭旋塞 10,开启旋塞 9,使测量系统恢复常压。

3. 不同外压下水沸腾温度的测定。向三口烧瓶中注入约占其体积 1/2 的蒸馏水,使水面距测量温度计水银球约 1~2 cm,插入带旋塞的毛细管,打开冷却水。缓慢开启旋塞 10,将测量系统减压至表压为 0.08 MPa 左右,关闭抽气旋塞 10,将调压器调至 150~180 V 左右,加热升高水温直至沸腾,适当改变调压器输出电压使水保持微沸。待压力表读数稳定后,记下标准温度计 3 的读数 $t_{\text{观}}$ 和压力值 p ,以及用于露茎校正的环境温度计 4 的读数 $t_{\text{环}}$ 。

打开旋塞 6,使系统缓慢增压直至表压为 0.07 MPa,关闭旋塞 6,同法测定该压力下的沸腾温度及压力值。同理可分别测定表压在 0.06 MPa、0.04 MPa、0.03 MPa、0.02 MPa、0.01 MPa、0 MPa 时的沸腾温度值。但在测量表压为 0 MPa 时的沸腾温度时,必须打开旋塞 9。

为确保实验测量的准确性,所有数据均需重复测量至少一次,如果两次测量结果偏差较大,应查明原因,并再次测量,直至达到要求。

4. 测量结束后,待蒸馏水冷却后关闭冷却水,取下三颈烧瓶,洗净、烘干、备用。

5. 关闭旋塞 11,以免干燥管中的干燥剂受潮。关闭旋塞 8 和 9,使系统与大气隔开。

【结果与讨论】

1. 按要求分别对温度和压力值进行校正,并将所得数据列入表 1.2-1(温度、压力校正见本丛书第一分册)。

表 1.2-1 水的饱和蒸气压与温度的关系

大气压 /mmHg	$t_{\text{观}}/^{\circ}\text{C}$	$t_{\text{环}}/^{\circ}\text{C}$	表压/MPa	T/K	p/MPa	$\log p$	$1/T$

2. 求作 $T \sim p$ 曲线,并用内插法计算水的正常沸点 T_b 。

3. 以 $\log p$ 对 $1/T$ 作图,再从直线的斜率计算水的平均摩尔气化热 ΔH_v ,并与文献值比较,计算测量相对误差。