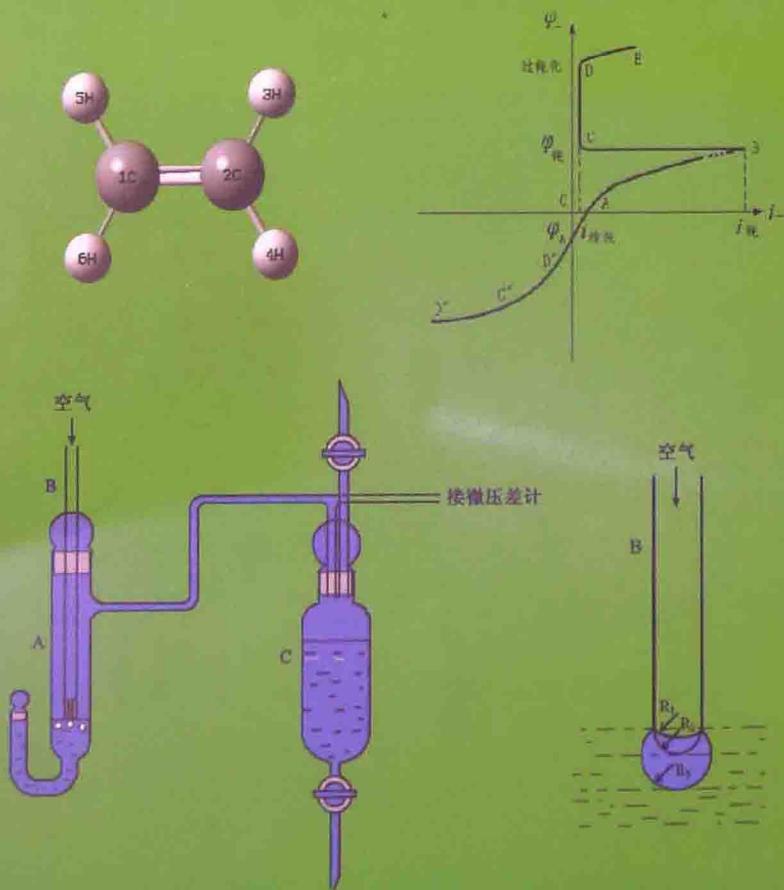


云南师范大学教材建设基金资助出版

# 物理化学实验

*Physico-chemical Experiments*

云南师范大学化学化工学院  
苏永庆 段爱红 刘频 母伟花 迟绍明 张旭锋 编



国防工业出版社

National Defense Industry Press

云南师范大学教材建设基金资助

# 物理化学实验

苏永庆 段爱红 刘 频 编  
母伟花 迟绍明 张旭峰

国防工业出版社

·北京·

## 内 容 简 介

本书是根据高等师范院校化学类专业的“物理化学实验”教学大纲的要求而编写的，共编入 23 个实验，内容涵盖了化学热力学、化学动力学、电化学、表面现象、物质结构、综合性与设计性实验，以及与实验相关联的仪器和设备的工作原理及使用方法。考虑到我国大多数高校物理化学实验的教学设备台套数不足而采用大循环实验的现状，在编写本书时，尽可能使各个实验相对独立，以便在选取实验时有一定的灵活性。

本书可作为高等院校物理化学实验的教材，也可作为化学相关专业的教师、学生和科研人员、工程技术人员的参考书。

### 图书在版编目(CIP)数据

物理化学实验 / 苏永庆等编. —北京：国防工业出版社, 2014. 8

ISBN 978 - 7 - 118 - 09702 - 3

I . ①物... II . ①苏... III . ①物理化学 - 化学实验 - 教材 IV . ①064 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 186047 号

※

国防工业出版社出版发行  
(北京市海淀区紫竹院南路 23 号 邮政编码 100048)

北京嘉恒彩色印刷有限责任公司

新华书店经售

\*

开本 710 × 1000 1/16 印张 10 1/2 字数 182 千字

2014 年 8 月第 1 版第 1 次印刷 印数 1—3500 册 定价 28.00 元

---

(本书如有印装错误，我社负责调换)

国防书店：(010)88540777

发行邮购：(010)88540776

发行传真：(010)88540755

发行业务：(010)88540717

## 前　　言

物理化学作为化学学科的一个重要分支,发展日新月异,内容不断丰富更新。根据高等师范院校物理化学实验教学大纲,在总结我教研室多年来物理化学教学经验的基础上,结合我校和大多数高校的教学设备的供应现状和实验条件,在原有的物理化学实验教材和讲义的基础上做了大量的修改和完善,并结合目前物理化学学科发展的需要,补充了一些新的实验,形成了本书。本书力求反映物理化学研究方法的概貌,实验内容包括热力学、电化学、动力学、表面现象、物质结构、综合与设计性实验,以及与实验相关联的仪器和设备的工作原理及使用方法,共编入23个实验,其中基础物理化学实验15个、物质结构实验4个、综合与设计性实验4个。实验内容的取材尽可能反映当代化学研究和化工生产的新成就,同时对于大多数高校仍在使用的传统经典实验,考虑到它们在加深物理化学基本理论和概念上的重要作用,在本书中仍然保留。

本书的主要对象是高等师范院校化学专业的学生,其他院校的学生和从事化学实验的人员也可参考选用。考虑到我国大多数高校物理化学实验的教学设备台套数不足而采用大循环实验的现状,在编写本书时,尽可能使各个实验相对独立。所选编的实验总数超过了高等师范院校物理化学实验课程大纲所规定的学时要求,以便在选取实验个数和实验次序方面有一定的灵活性。

每一实验内容的编写,分为实验目的、实验原理、仪器和试剂、实验步骤、数据记录和处理、思考题等,既对实验所需的基本理论做了简要的介绍,又对实验步骤和细节进行了详细叙述,使学生在阅读每一实验内容后,在教师的指导下能够独立地进行实验。

本书编写工作由苏永庆(实验8、9、14、17、20、21、22、23,附录1、2、4、6、8、9、10、11)、段爱红(实验3、4、10、16)、刘频(实验1、11、15,附录3、5、7)、母伟花(实验5、6)、迟绍明(实验18、19)、张旭锋(实验2、7、12、13)承担,最后由苏永庆老师统稿和编排。在编写过程中,教研室王彤文、李琮、王萍、王君等老师给予了指导和支持,提出了很多宝贵建议,在此深表感谢。由于时间紧迫,书中难免存在不足和错误,恳望读者提出宝贵意见,以便今后修改。

本书得以出版,得到了云南师范大学教材建设基金的资助和化学化工学院的支持,在此,对学校教务处、化学化工学院的领导和物理化学教研室的全体教师及前辈们表示衷心的感谢!

编 者  
二〇一四年八月

# 目 录

## 基础物理化学实验部分

实验 1 燃烧焓的测定 .....	2
实验 2 凝固点降低法测摩尔质量 .....	8
实验 3 液体饱和蒸气压的测定 .....	12
实验 4 恒沸温度和恒沸组成的测定 .....	16
实验 5 二组分合金相图的绘制 .....	19
实验 6 苯—乙醇—水三组分体系的相图 .....	23
实验 7 电导法测定弱电解质的电离常数 .....	26
实验 8 电池电动势的测定和电势差计的使用 .....	30
实验 9 极化曲线的测定 .....	34
实验 10 蔗糖水解反应速率常数的测定 .....	38
实验 11 过氧化氢的催化分解 .....	42
实验 12 二级反应——乙酸乙酯皂化 .....	47
实验 13 丙酮碘化反应速率常数的测定 .....	53
实验 14 最大附加压力——气泡法测溶液表面张力 .....	58
实验 15 活性炭对乙酸的吸附作用 .....	65

## 物质结构实验部分

实验 16 磁化率——络合物结构的测定 .....	70
实验 17 偶极矩的测定 .....	77
实验 18 $H_2^+$ 离子能量曲线与轨道分布曲线的描绘 .....	82
实验 19 分子对称点群实验 .....	88

## 综合性与设计性实验部分

实验 20 废旧干电池(锌—锰电池)的湿法综合回收处理	94
实验 21 电解氧化葡萄糖制备葡萄糖酸盐	98
实验 22 苯—乙醇—水混合液的分离提纯	104
实验 23 桔子黄色素的提取和浸提动力学	110

## 附录

附录 1 压缩气体钢瓶和减压阀的使用方法	116
附录 2 贝克曼温度计的构造及使用方法	119
附录 3 恒温槽的构造及工作原理	122
附录 4 阿贝折射仪的原理和使用方法	124
附录 5 数字测控温巡检仪(SWKY - II)和可控升降温电炉(KWL - 10) 使用方法	130
附录 6 液体比重天平	134
附录 7 DDS - 12A 型电导率仪的使用方法	136
附录 8 电势差计工作原理及 UJ - 25 电势差计和 SDC 数字电位差综合 测试仪的使用方法	138
附录 9 三电极体系和恒电位仪工作原理及使用方法	144
附录 10 旋光仪的原理和使用方法	148
附录 11 可见光分光光度计的原理及使用方法	155
参考文献	162

# **基础物理化学实验部分**

# 实验 1 燃烧焓的测定

## 一、实验目的

- (1) 用氧弹量热计测定萘的燃烧焓。
- (2) 了解氧弹量热计的构造及使用方法,掌握量热的实验技术。
- (3) 学会应用雷诺图解法校正温度改变值。
- (4) 明确燃烧焓的定义,掌握恒压燃烧焓和恒容燃烧焓的差别及相互关系。

## 二、实验原理

化学变化常伴有放热或吸热现象。当系统发生了化学变化后,系统的温度回到反应前的始态温度,系统放出或吸收的热量称为该反应的热效应。对这些热效应进行精密测定,并作系统研究和讨论,成为了物理化学的一个分支,称为热化学。热化学的实验数据,具有实用和理论上的价值,例如反应热的多少,就与实际生产中的机械设备、热量交换以及经济价值等问题有关。另外,反应热数据,在计算平衡常数和其他热力学量时具有重要作用。

使物质在热量计中作绝热变化,从热量计的温度改变,可以计算出应从热量计中取出或加入多少热才能恢复到始态的温度,所得结果就是等温变化中的热效应。系统吸热为正值,放热为负值。通常,反应热若不加特别注明,都是指等压热效应。而常用热量计(如氧弹测定燃烧热)所测的是等容热效应,因此需要知道等容热效应( $Q_v$ )与等压热效应( $Q_p$ )之间的关系。

原则上,测量热效应很简单,但实际上要得到精确的数据并不容易。如何更精确地在各种条件(高温、高压、低温、微量等)下测定热效应,仍旧是物理化学工作者当今的重要任务之一。

物质 B 的标准燃烧焓  $\Delta_c H_m^\ominus$  是指在标准压力  $p^\ominus$  下,反应温度  $T$  时,1mol 物质 B 完全燃烧所放出的热量,用符号表示为

$$\Delta_c H_m^\ominus(B, \text{物态}, T)$$

下标 c 表示“燃烧”,下标 m 表示反应进度为 1mol。

若燃烧在恒容容器中进行,系统不对外做体积功,实验测定的是恒容燃烧热

$Q_v$ , 需要换算才能得到恒压燃烧热  $Q_p$ 。由热力学第一定律可知, 不做非体积功的封闭体系内的单位反应为

$$\sum \nu_B B = 0$$

$$\Delta_r U_m^\ominus = Q_v, \Delta_r H_m^\ominus = Q_p$$

且

$$\Delta_r H_m^\ominus = \Delta_r U_m^\ominus + \Delta(pV) \quad (1.1)$$

对于单位燃烧反应, 其气体可视为理想气体, 则

$$\Delta_r H_m^\ominus = \Delta_r U_m^\ominus + \sum \nu_B RT \quad (1.2)$$

即

$$Q_p = Q_v + \sum \nu_B RT \quad (1.3)$$

$\sum \nu_B$  为燃烧反应前后气体物质计量系数的改变。这样, 由实验测定的  $Q_v$  及反应计量方程式, 即可算出物质的燃烧热  $Q_p$ , 也即物质的恒压燃烧焓  $\Delta_c H_m^\ominus$ 。

本实验采用氧弹式量热计进行燃烧焓的测定, 见图 1.1。实验时, 将氧弹放置在装有一定量水的内桶中, 水桶外是空气隔热层, 再外面是温度恒定的水夹套。样品在体积固定的氧弹中燃烧放出的热、引火丝燃烧放出的热和由氧气中微量的氮气氧化成硝酸的生成热, 大部分被水桶中的水吸收。另一部分则被氧弹、水桶、搅拌器及温度计等所吸收。

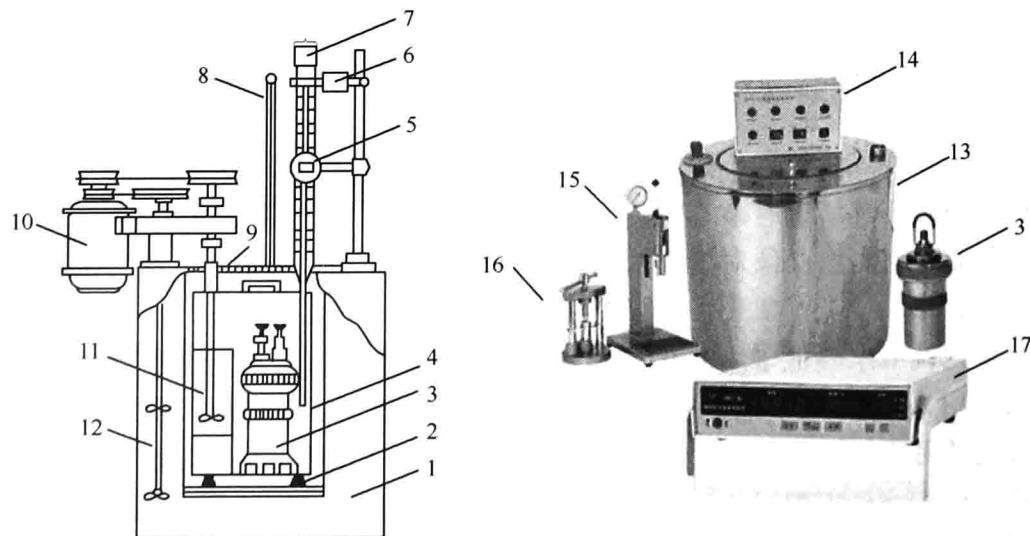


图 1.1 氧弹式量热计及其辅助设备

1—恒温夹套(外桶); 2—绝热垫片; 3—氧弹; 4—内桶; 5—读数放大镜; 6—振动器; 7—贝克曼温度计;  
8—温度计; 9—隔热盖; 10—电动机; 11、12—搅拌器; 13—氧弹量热仪; 14—控制面板;  
15—充(放)氧器; 16—压片器; 17—数字温差测定仪。

在量热计与环境没有热交换的情况下,有如下的热量平衡式:

$$-Q_{\text{放}} = Q_{\text{吸}}$$

即

$$-Q_v G - qg + 5.983V = WC_{\text{水}}\Delta T + C_{\text{总}}\Delta T \quad (1.4)$$

式中: $Q_v$ 为被测物质的恒容燃烧热( $\text{J} \cdot \text{g}^{-1}$ ); $G$ 为被测物质的质量(g); $q$ 为引火丝的燃烧热( $\text{J} \cdot \text{g}^{-1}$ ,铁丝为 $-6694 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1}$ ,镍丝为 $-3243 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1}$ ); $g$ 为烧掉的引火丝质量(g);5.983为硝酸生成热为 $-5.983 \times 10^4 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1}$ ,当用 $0.100 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的NaOH来滴定生成的硝酸时,每毫升碱相当于 $-5.983 \text{ J}$ ; $V$ 为滴定生成的硝酸时,耗用 $0.100 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH的体积; $W$ 为水桶中水的质量(g); $C_{\text{水}}$ 为水的比热容( $\text{J} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ); $C_{\text{总}}$ 为氧弹、水桶等的总热容( $\text{J} \cdot \text{K}^{-1}$ ); $\Delta T$ 为与环境无热交换时的真实温差(K)。

在实验时,如保持水桶中水量一定,则把式(1.4)右端常数合并,得

$$-Q_v G - qg + 5.983V = K\Delta T \quad (1.5)$$

式中: $K = (WC_{\text{水}} + C_{\text{总}})(\text{J} \cdot \text{K}^{-1})$ ,为量热计的水当量,相当于量热体系的热容,即量热体系温度升高1K所需要的热量。

实验时,先用一定量的已知燃烧热值的标准物质在相同条件下测水当量 $K$ , $K$ 确定后,再求算待测物质的恒容燃烧热 $Q_v$ 。本实验选用苯甲酸为标准量热物质,待测物质为萘。

### 三、雷诺图解法校正温度改变值

由于氧弹式量热计不是严格的绝热体系,加之传热速度的限制,因此在燃烧过程中体系与环境仍有微小的热交换,因而从温度计上读得的温差就不是真实的温差 $\Delta T$ 。为此,必须对读得的温差进行校正。本实验采用雷诺图解法进行校正,见图1.2。

预先调节水温低于室温 $0.5 \sim 1.0^\circ\text{C}$ ,然后将燃烧前后观察到的温度读数对时间作图,连成 $FHDG$ 曲线, $FH$ 为初期, $HD$ 为主期, $DG$ 为末期。由 $H$ 点和 $D$ 点的温度值可求出主期的温度读数变化值为 $\Delta T'$ ,对应温度区间为 $A'C'$ 。以 $A'C'$ 的中点作相当于室温的水平线 $JI$ ,与 $HD$ 曲线交于 $I$ 点,过 $I$ 点作垂线 $ab$ ,分别交 $FH$ 和 $DG$ 的延长线于 $A$ 、 $C$ ,见图1.2(a)。图中 $AA'$ 为开始燃烧到温度上升至室温这一段时间( $\Delta t_1$ )内,由环境辐射和搅拌引入的能量而造成量热计温度的升高,必须扣除。 $CC'$ 为温度由室温升到最高点 $D$ 这一段时间( $\Delta t_2$ )内,由量热计向环境辐射出的能量而造成量热计温度的降低,必须添加,对前半主期和后半主期体系与环境间的热交换进行补偿。所以,经过校正后, $AC$ 两点的温度差较客

观地代表了燃烧前后量热计温度的变化,即为校正后的温度改变值  $\Delta T$ 。

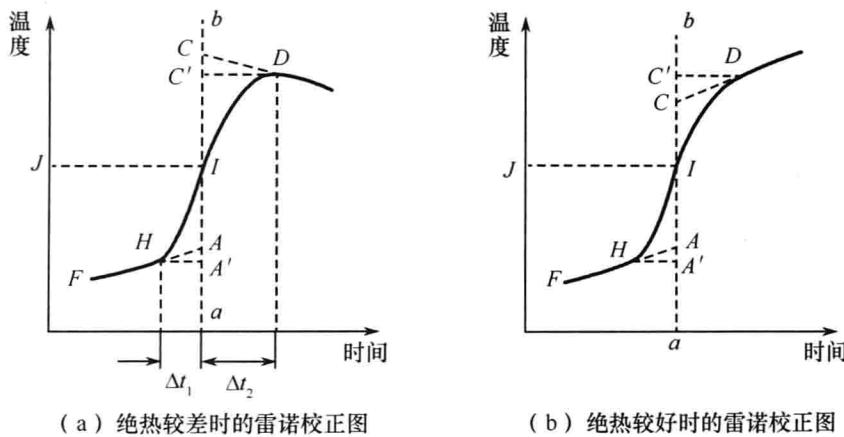


图 1.2 雷诺图解法

有时量热计的绝热情况良好,漏热少,而搅拌功率大,不断引进少量能量,使得燃烧后的最高点不明显出现,如图 1.2(b)所示。在这种情况下, $\Delta T$  仍然可以按照同法校正。求得  $\Delta T$  后,按式(1.5)计算物质的燃烧热。

#### 四、仪器和试剂

氧弹式量热计 1 套,氧气(氧气钢瓶储存),氧气减压阀 1 套(附录 1),充氧器 1 台,压片机 1 台,0~50℃温度计 1 支,数字温差测定仪 1 台(或贝克曼温度计 1 支,见附录 2),万用电表 1 只,1L、2L 容量瓶各 1 个,150mL 锥形瓶 1 个,碱式滴定管 1 支,点火丝。

苯甲酸(分析纯,燃烧热  $-26.481 \text{ kJ} \cdot \text{g}^{-1}$ ),萘(分析纯), $0.1000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  NaOH 标准溶液,酚酞指示剂。

#### 五、实验步骤

##### (一) 量热计水当量的测定

(1) 用台秤称取 0.8g 已烘干的苯甲酸,用压片机压片,再用电子天平精确称量至 0.0002g,放入燃烧皿(金属坩埚)中,燃烧皿固定于氧弹中燃烧皿架上。

(2) 取 11.5cm 点火丝称重精确到 0.0002g,将引火丝中段在直径 1.5~2mm 铁丝上绕成螺旋状 5~7 圈,两端固定在氧弹的两个电极上,点火丝螺旋部分必须充分接触样品。用万用电表检查电路是否接通。

注意:点火丝切勿与燃烧皿接触,否则会使电路短路,点火丝会在接触处烧断,不能点燃样品。

(3) 在氧弹筒内加 10mL 蒸馏水，并将接好点火丝的燃烧皿放入氧弹筒内，拧紧。通过与高压氧气瓶连接的充氧器进行充氧，直到高压氧气瓶上气体减压阀的低压表显示弹内压力达  $10 \sim 12 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$  为止。高压氧气瓶和减压阀的使用方法见附录 1。氧弹不应漏气，用万用电表再次检查电极电路是否接通。若不通，用排气阀排尽氧气，打开弹盖进行检查。

(4) 用容量瓶(或量筒)量 3000 mL 自来水倒入干净的氧弹量热器内桶中，内桶水温应根据室温和恒温外套(外桶)的水温来调节。测量前外桶水温与室温相差不超过  $0.5^\circ\text{C}$ ，内桶水温应低于外桶水温  $0.5^\circ\text{C}$  左右。将充有氧气的氧弹放入内桶中，水位刚好至氧弹的电极孔不被淹没。接上两电极导线，观察搅拌器，检查桨叶不要与器壁或氧弹相碰，盖上仪器盖，插入测温探头。插上量热计电源，依次开启电源、搅拌开关，“三灯”全亮再次说明线路通。搅拌器使容器内水温均匀，实验过程中始终开启。插上测温仪电源并开机，计时调节至每次测量所需时间(单位秒)，仪器会自动倒计时。如使用贝克曼温度计测温差，调节贝克曼温度计，使它在外桶水中，其水银刻度在  $2^\circ\text{C}$  左右，调节方法见附录 2。

(5) 待温度变化基本稳定后，开始读点火前初期的温度。每 1min 读一次，连续读 5min。然后将计时调为 30s 倒计时。开启点火开关，指示灯由亮至灭，再亮再灭，且温度迅速上升，说明点火成功。读取温度，半分钟一次，直到温度不再上升。

注意：①点燃后燃烧放出大量的热，短时内温度上升很快，读取温度要迅速。②点火后，若指示灯亮后不灭，说明点火丝没有烧断；或指示灯亮了也熄灭，但温度不迅速上升，则要检查测温探头和搅拌器。

(6) 在读取不再上升的第一个温度后，改为 1min 读一次，连续读 5min 后，停止实验。

(7) 停止实验后，依次关闭仪器电源，小心取出测温探头，打开仪器盖取出氧弹。用放气阀放尽弹内气体，拧开弹盖检查样品燃烧的结果，若氧弹内没有棉状炭黑，则说明样品燃烧完全，否则实验失败，需重做。若燃烧完全，则将电极上和燃烧皿里剩下的点火丝及残渣在电子天平上精称，记录数据，并用蒸馏水(每次 10mL)洗涤氧弹内壁 3 次，收集在 150mL 锥形瓶中，煮沸片刻，用酚酞作指示剂，以  $0.1000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的 NaOH 滴定，记录用量。

## (二) 萘的燃烧热测定

称取约 0.6g 萘进行压片，准确称重至 0.0002g，重复(一)的步骤进行实验。

**六、数据记录和处理(室温: \_\_\_\_\_ °C; 大气压 : \_\_\_\_\_ kPa)**

- (1) 列表记录温度随时间变化的数据。
- (2) 作  $T-t$  曲线, 用雷诺图解法求算两次测定中的温度改变值  $\Delta T$ 。作图坐标纸大小为  $10\text{cm} \times 10\text{cm}$ 。
- (3) 由式(1.5)计算水当量。
- (4) 由式(1.5)、式(1.3)计算萘的恒容燃烧热及恒压燃烧热, 并与文献值比较。

**思 考 题**

1. 使用氧气钢瓶及减压阀应注意哪些事项?
2. 为什么要测定真实温差? 如何测定真实温差?
3. 由文献查出的是 298K 时的标准摩尔燃烧热, 而本实验偏离标准态, 如何估算由此引入的误差?

# 实验 2 凝固点降低法测摩尔质量

## 一、实验目的

- (1) 用凝固点降低法测萘的摩尔质量。
- (2) 通过实验进一步理解稀溶液理论。

## 二、实验原理

含非挥发性溶质的二组分稀溶液(当溶剂与溶质不生成固溶体时)的凝固点将低于纯溶剂的凝固点,这是稀溶液的依数性之一。当指定了溶剂的种类和数量后,凝固点降低值取决于所含溶质的质点数,而与溶质的本性无关,溶液的凝固点降低值与溶液的质量摩尔浓度成正比,即

$$\Delta T_f = T_f^* - T_f = K_f m_B \quad (2.1)$$

式中: $T_f^*$  为纯溶剂的凝固点; $T_f$  为溶液的凝固点; $K_f$  为凝固点降低常数; $m_B$  为溶液的质量摩尔浓度。

根据质量摩尔浓度的定义, $m_B$  可表示为

$$m_B = \frac{W_B \div M_B}{W_A} \quad (2.2)$$

代入式(2.1)可得

$$M_B = K_f \frac{W_B}{\Delta T_f \times W_A} \quad (2.3)$$

式中: $M_B$  为溶质的摩尔质量( $\text{kg} \cdot \text{mol}^{-1}$ ); $W_A$ , $W_B$  分别为溶剂和溶质的质量。如已知溶剂的  $K_f$  值,则可通过实验求出  $\Delta T_f$  值,利用式(2.3)求出溶质的摩尔质量。反之,如已知  $W_A$ 、 $W_B$ 、 $M_B$ ,则可通过测定溶液的凝固点降低值  $\Delta T_f$  来确定溶剂的  $K_f$  值。常见溶剂的  $K_f$  值在相关物理化学手册中可查到。

显而易见,全部实验操作归结于凝固点的精确测量。凝固点是指在一定压力下,固液两相平衡共存的温度。理论上,在恒压下单组分体系只要两相平衡共存就可以达到这个温度。但实际上,只有固相充分分散到液相中,也就是固液两相的接触相当大时,平衡才能达到。例如,将冷冻管放到冰浴后温度不断降低,

达到凝固点后,由于固相是逐渐析出的,当凝固热放出速度小于冷却速度时,温度还可能不断下降,因而使凝固点的确定较为困难。为此,可先将液体过冷,然后突然搅拌,这样,固相骤然析出就形成大量微小结晶,保证了两相的充分接触。同时,液体的温度也因凝固热的放出开始回升,一直达到凝固点,保持短时间的恒定温度,然后又开始下降,如图 2.1(a)所示,从而使凝固点的测定变得容易进行。纯溶剂的凝固点相当于冷却曲线中的水平部分所指的温度。溶液的冷却曲线与纯溶剂的冷却曲线不同,见图 2.1(b),即当析出固相,温度回升到平衡温度后,不能保持一恒定值,因为部分溶剂凝固后,剩余溶液的浓度逐渐增大,平衡温度也要逐渐下降。如果溶液的过冷程度不大,可以将温度回升的最高值作为溶液的凝固点。若过冷太大,凝固的溶剂太多,溶液的浓度变化过大,所得凝固点偏低,必将影响测定结果,见图 2.1(c),因此,实验操作中必须注意掌握体系的过冷程度。

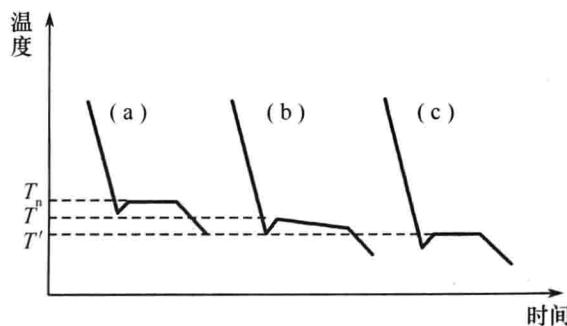


图 2.1 物质在凝固点附近时的温度变化

### 三、仪器和试剂

凝固点测定仪 1 台,温度计 1 支,压片机 1 台,精密温度差计 1 台(或贝克曼温度计 1 支,见附录 2)。

苯(分析纯,  $K_f = 5.12$ ) ; 萘(分析纯)。

### 四、实验步骤

(1) 实验采用苯作溶剂,萘作溶质。

(2) 按图 2.2 将仪器安装好,取自来水注入冰浴槽中,水量以注满冰浴槽体积约 2/3 为好。然后加入冰屑调节水温保持在 3℃ 左右(如使用贝克曼温度计测温差,调节贝克曼温度计,使它在 5℃ 水浴中,其水银刻度在 3℃ 左右,调节方法见附录 2)。

(3) 纯溶剂苯凝固点的测定。首先取 20mL 苯注入冷冻管并浸在冰浴中不断搅拌苯液,使之逐渐冷却。当有固体苯析出时停止搅拌,擦去冷冻管外的水,移到作为空气浴的外套中,缓慢搅拌苯液(注意切勿使搅拌器与温度计或管壁接触),同时注意观察温度计的显示。当温度稳定后,此即为苯的近似凝固点。取出冷冻管用手温热,使苯的结晶全部融化。再次将冷冻管插到冰浴中,缓慢搅拌,使之冷却,并观察温度计,当苯液的温度降至高于近似凝固点 0.5℃ 时,取出冷冻管,擦去冷冻管外的水,移至外套管中,停止搅拌。待温度达到低于近似凝固点 0.3℃ 左右时,急速搅拌。当大量结晶出现,温度开始回升时,改为缓慢搅拌。直到温度达到最高点,轻敲温度计,使温度计不致滞阻,记下温度计的读数(精确到 0.002℃),此即为纯溶剂的精确凝固点,重复测定三次,取其平均值。

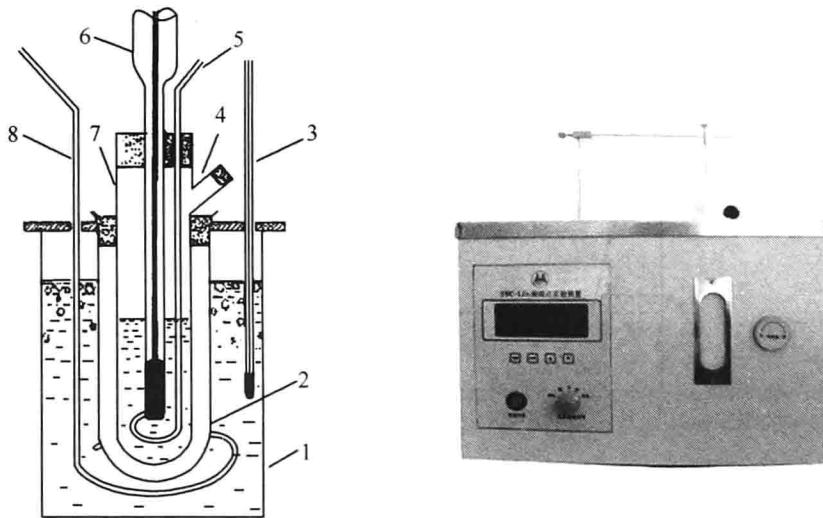


图 2.2 凝固点测定仪

1—冰浴槽; 2—外套管; 3—温度计; 4—加样口; 5、8—搅拌器; 6—精密温度差计; 7—冷冻管。

(4) 溶液凝固点的测定。取出冷冻管,用手温热之,使苯结晶融化。用压片机制成每片重约 0.1g 的萘片两片,精确称量至 0.001g。取一片由加样口投入冷冻管内的苯液中,防止黏着于管壁、温度计或搅拌器上。待溶质全部溶解后,依实验步骤(3)的方法测定溶液的近似凝固点及精确凝固点,重复三次,取其平均值。再加第二片,按同样的方法,测另一浓度的凝固点。

## 五、数据记录和处理(室温:\_\_\_\_\_℃; 大气压:\_\_\_\_\_ kPa)

用公式  $d_t = d_0 - 1.0636 \times 10^{-3}t$  计算所用苯的质量,式中: $d_t$  为温度是  $t$ ℃ 时苯的密度; $d_0$  为 0℃ 时苯的密度( $0.9001\text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ),由密度计算出溶剂的质量。