



高等院校化学化工类专业系列教材

Physical Chemistry Experiment

物理化学实验

■ 主 编 赵雷洪 罗孟飞
副主编 王月娟 黄建花



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS

浙江大学出版社



高等院校化学化工类专业系列教材

Physical Chemistry Experiment

物理化学实验

■ 主 编 赵雷洪 罗孟飞
副主编 王月娟 黄建花



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS
浙江大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

物理化学实验 / 赵雷洪, 罗孟飞主编. —杭州:
浙江大学出版社, 2015. 1

ISBN 978-7-308-14314-1

I. ①物… II. ①赵… ②罗… III. ①物理化学—化
学实验—高等学校—教材 IV. ①064-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 004241 号

物理化学实验

赵雷洪 罗孟飞 主编

策划者 季 峥

责任编辑 季 峥 (zzstellar@126.com)

封面设计 刘依群

出版发行 浙江大学出版社

(杭州市天目山路 148 号 邮政编码 310007)

(网址: <http://www.zjupress.com>)

排 版 杭州林智广告有限公司

印 刷 浙江良渚印刷厂

开 本 787mm×1092mm 1/16

印 张 7.75

字 数 190 千

版 印 次 2015 年 1 月第 1 版 2015 年 1 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978-7-308-14314-1

定 价 20.00 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联系方式: (0571) 88925591; <http://zjdxcbbs.tmall.com>

前 言

《物理化学实验》教材被浙江省教育厅列为浙江省高校重点建设教材,经过两年时间的酝酿与写作,现在总算有了一个初步交待。这两年中,编写者就本教材的编写理念、编写思路、编写提纲、编写体例、编写内容等方面与同行进行过多次讨论,虽然现在呈现给读者的仍是有很大提升空间的一本教材,但其中融入了编写者的一些思考和实践:删除了大部分同类教材中的误差分析、常用仪器的介绍,因为编写者认为这些部分内容已不能很好地反映现在物理化学教学的实际或不是物理化学实验教学应承担的任务;增加了一些大型仪器简介,因为这些仪器在物理化学的研究中起着举足轻重的作用,编写者认为有必要作一介绍;在编写体例方面,编写者增加了实验技能、拓展内容,希望通过增加这两块内容的学习,学生在实验过程中能提高技能和扩大视野。本教材是在浙江师范大学物理化学教研组 2008 年编写的《物理化学实验》的基础上重新编写而来。磁化率的测定、二氧化碳临界状态观测及 $p-V-T$ 关系、溶液法测定极性分子的偶极矩、振荡反应等由浙江理工大学的黄建花教授编写;实验技术部分由浙江师范大学罗孟飞研究员编写;其余实验由浙江师范大学赵雷洪教授、王月娟教授、蓝尤钊博士、温一航博士、程建文博士等物理化学教研组的老师编写。华东师范大学朱传征教授、南京师范大学周益明教授、绍兴文理学院许映杰博士对书稿进行了审议,并提出了一些建设性的建议和意见,编写者对几位专家学者的辛勤劳动表示衷心的感谢!教材中如还有待改进之处,恳请各位读者指出,以便我们在下次重印时改正,不胜感谢!

目 录

第1章 绪 论	1
第2章 实验项目	9
实验一 燃烧热的测定	9
实验二 溶解热的测定	13
实验三 二氧化碳临界状态观测及 $p-V-T$ 关系	17
实验四 二组分简单共熔体系相图的绘制	22
实验五 双液系的气-液平衡相图的绘制	24
实验六 液体饱和蒸气压的测定	29
实验七 凝固点降低法测定摩尔质量	31
实验八 蔗糖水解速率常数的测定	36
实验九 乙酸乙酯皂化反应	39
实验十 振荡反应	44
实验十一 弱电解质电离常数的测定	47
实验十二 电池电动势的测定	50
实验十三 临界胶束浓度的测定	54
实验十四 表面张力的测定	57
实验十五 磁化率的测定	61
实验十六 溶液法测定极性分子的偶极矩	67
实验十七 流动法评价催化剂活性	72
实验十八 过氧化氢催化分解反应	76
实验十九 BET 容量法测定固体的比表面积	79
实验二十 X 射线粉末衍射图的测定	83
实验二十一 胶体制备和电泳	87

第3章 实验技术	92
3.1 BET 比表面积测定	92
3.2 X 射线粉末衍射技术	93
3.3 X 射线光电子能谱	94
3.4 红外光谱技术	96
3.5 同步热分析仪	98
3.6 核磁共振技术	99
3.7 扫描电子显微镜	101
3.8 Origin 基础知识	103
附 录	109
1 国际单位制(SI)	109
2 物理化学实验常用数据表	110
参考文献	115

第 1 章

绪 论

一、实验目的

物理化学实验是一门独立的化学基础课程,其主要目的是:

1. 学习和了解物理化学的实验原理、方法和实验技术,培养实验的设计、仪器的选择和操作能力。
2. 培养观察能力,掌握科学记录实验数据、规范列表、作图等数据处理方法。
3. 提高运用物理化学理论解决一些常见化学问题和实际问题的能力。

二、实验要求

1. 预习实验原理、相关的实验技术和仪器的使用方法,领会操作要点及求索实验思考问题,并在实验记录本上设置好原始数据记录表格。
2. 实验课准时签到并认真听取教师指导,严格控制实验条件和忠于原始记录,培养良好的记录习惯和整洁有序、安全操作、勤于思考的实验作风。
3. 认真书写实验报告。实验报告内容包括:实验目的、简要原理、装置简图及实验步骤、数据记录与处理、误差分析及实验讨论。讨论内容主要是结合实验现象,分析和解释误差的主要来源以及对于实验方法、仪器和操作方面的改进意见。
4. 实验报告必须个人独立完成。

三、实验室安全

1. 安全用电

- (1) 正确认识交流电还是直流电,单相电还是三相电,电源正、负极,电压、电流及功率大小。
- (2) 待测量大小不清楚时,先从仪表最大量程开始,安全使用仪器。
- (3) 不论对接线或安装是否有充分把握,正式实验前先使线路接通一瞬间,根据仪表指针摆动方向加以判别,以保无误。
- (4) 养成不进行测量时断开记录仪走纸开关、人走关闭电源等好习惯。

关于触电

人体的电阻因穿着而异,在 $k\Omega$ 与 $M\Omega$ 之间,皮肤出汗时,约为 $1k\Omega$,如着装、鞋袜有较大的电阻时,则可达 $M\Omega$ 。一般人体对电的感觉如表 1.1 所示。

表 1.1 人体电感应列表

电 流					电 压	
有感觉	一触缩手	肌肉强烈收缩	难脱导体, 危及生命	难以救活	安全	危险
1mA	6~9mA	10mA 以上	50mA 以上	100mA	36V	50V

2. 防毒

- (1) 注意苯、硝基苯、四氯化碳、乙醚等有机蒸气导致嗅觉减弱并引起中毒。
- (2) 操作有毒气体应在通风橱中进行。
- (3) 注意苯等有机溶剂及汞穿过皮肤进入体内。
- (4) 高汞盐、可溶性钡盐、重金属盐以及氰化物、三氧化二砷等剧毒物应当妥善保管。
- (5) 不得在实验室内喝水、抽烟、吃东西。饮用食具不得带到实验室内,以防毒物沾染。

3. 防爆

可燃性气体和空气的比例处于爆炸极限时,只要有一个适当的热源(如电火花)诱发,将引起爆炸,应尽量防止苯、乙醇、乙醚、乙酸乙酯等气体散失到室内空气中。

4. 防火

苯、乙醇等有机物易燃,室内不能有明火及隐患,注意这些废液的回收处理。切不可倒入下水道导致积聚引起火灾。高压钢瓶、可燃气体分别放置,减压阀门不能混用,重视防火防爆。万一失火,用砂子、灭火器隔绝氧的供应,应了解各种不同燃烧时的灭火常识。

5. 防水

防水淋浸仪器,停水时要检查水龙头有否关闭,实验完记得关水。

做实验时更重要的是要做好实验预习,实验时心中有数,按规则操作,而不是想当然。

四、物理化学实验的评价

物理化学实验是化学专业一门重要的课程,它综合了化学领域中所需要的基本研究工具和方法,具有综合性、研究性较强和定量化程度较高的特点。物理化学实验的主要目标是使学生掌握物理化学实验的基本方法和技能;培养学生正确记录实验数据和现象、正确处理实验数据和分析实验结果的能力;使学生掌握有关物理化学的原理,提高灵活运用物理化学原理的能力;培养学生独立从事科学研究工作的能力。

如何将这个目标转化成可操作的教学行为,并按目标客观地评价实验教学的效果及学生掌握的情况是一个很值得研究的问题。传统的实验在评价标准方面,过多强调共性和一般趋势,忽略了个体差异和个性化发展的价值。实验课程的成绩以实验报告成绩和期末考试成绩为依据,成绩合格就取得相应的学分,无形中造成了师生重成绩轻能力的现象,无法保证实验教学质量。在评价方法方面,以传统的纸笔考试为主,仍过多地倚重量化的结果,而很少采用体现新评价思想的、质性的评价手段与方法。这种评价方法不能体现物理化学实验的综合性特点,不能反映学生是否初步掌握了实验原理和具体的实验操作,学会了实

验研究的工作方法,容易使学生停留于“依葫芦画瓢”、能得到较好的实验结果和成绩就心满意足了的低层次,而忽视对实验的整体设计思想及其相关要素这一物理化学实验精髓的理解,也在很大程度上影响了他们的知识、技能向科研能力的转化,不利于创新能力的培养。有效的评价能促进学习,人们看到自己努力学习的效果就会增强学习行为。很多研究表明,有效评价(即及时反馈)是学习本身固有的成分,并能激发学习兴趣。为了全面达到物理化学实验课的教学目的,发挥学生作为学习主体的主观能动性,促进学生创新能力的逐步形成,必须从实验成绩检验方法单一、注重量化评价而忽视质性评价的误区中走出,才能提高实验教学的效果。我们建议在物理化学实验的评价中引进 PTA 量表法,即基本要素分析。

基于物理化学实验评定的多层次性和评定应注重于实验过程的特点,以下以“乙酸乙酯皂化反应”为例说明 PTA 量法在物理化学实验评定中的具体应用。

1. 实验能力要素的确定

(1) 实验态度

实验态度体现学生对实验的重视程度,它直接影响着学生的学习心理品质和学习效果。而当今大学生学习的积极性和主动性不足具有普遍性,自觉控制自己学习行为的能力较差,而且容易受环境影响。因此将学生平时的实验态度作为实验能力评价要素就显得很必要。实验态度包含以下几方面:实验出席、预习报告的书写、实验课堂的参与、实验过程和小组其他成员的合作交流等。

实验课堂参与主要可以体现在实验教学时教师对实验的讲解过程中学生和教师之间的互动,学生不仅应该认真听教师的讲解,更重要的是能积极回答教师提出的一些问题,并能通过实验预习自己提出问题,带着问题来到课堂,在课堂上大胆提出自己的问题并和老师和其他同学共同探讨。教师在讲解过程中对学生这种积极的实验态度适时做出正确的鼓励性评价,能有效地促进学生的发展和良好的实验态度的形成。

(2) 实验仪器药品

物理化学实验区别于其他实验教学的特殊性就是实验装置、仪器与实验数据定量化的特点。由于物理化学实验选题几乎全部是通过仪器的操作去获取定量的实验数据,所以在实验中要接触到大量的仪器设备,让学生了解所用仪器的基本构造、工作原理及性能是十分必要的。

实验药品是实验顺利进行的必要保证。在实验前应该明确该实验用到的药品种类及对各种药品的要求,比如药品纯度、试剂浓度的要求。

(3) 实验操作

为培养创新人才,应注重过程性评价,而实验操作是实验过程的一个重要内容,是任何实验教学强化培养的最根本能力,它是由实验教学的根本目的所决定,故在此把实验操作作为评价的一个主要要素。

实验操作评价有这样的特点:方法的开放性、内容的真实性、标准的多重性、评价的主观性、评价的即时性、结论的模糊性。

实验操作可以从实验仪器的使用、实验操作规范、实验数据的记录等几个方面考查。

(4) 实验安全及卫生

实验安全是一个不容忽视的问题,学生应该了解实验中存在的危险,在实验中按要求确保实验的安全,具备必要的安全知识,能较好地处理实验中出现的紧急事件,保障人身安全。

实验中保持实验室的卫生、实验桌面的清洁、药品的整齐。

(5) 实验报告

实验报告是实验结果的静态表现形式,不仅体现了学生分析问题和解决问题的能力,而且一定程度上反映了学生对实验的掌握水平和实际能力。它使学生在实验数据处理、作图、误差分析、问题归纳等方面得到训练和提高。

物理化学实验报告的内容大致可分为:实验目的和原理、实验装置、实验条件、实验步骤、实验原始数据、数据的处理与作图、结果和讨论等。

(6) 实验思考

实验思考不仅仅是以书面形式在实验报告中体现对实验教材上“思考题”的回答,更应该是在整个实验过程中开动脑筋,并对实验操作原理和步骤进行思考,所以应把实验思考作为一个独立的评价要素。

2. “乙酸乙酯皂化反应实验”评价 PTA 量表的制定

在确定物理化学实验评价构成要素的基础上,我们结合在实验教学中的经验及学生的实际情况,为每一个要素编制 2~5 个水平的量表,以描述每一个表现水平。同时我们依据各要素在实验评价中的作用与贡献、本科生的具体执行情况、其他教师的意见,赋予各要素不同的权重,制定出等级评定方案与各个不同水平的分数,制定了 PTA 量表(表 1.2)。

表 1.2 “乙酸乙酯皂化反应”实验评价 PTA 量表

要素	权重	评价要点	评价等级
实验态度	10 分	1. 不迟到,不早退,不旷实验课,遵守实验纪律及实验规则。 2. 实验前做了预习工作,有完整的预习报告,报告整洁规范。 3. 预习报告中的实验步骤不是“照方抓药”,而是在理解的基础上归纳总结。 4. 实验中团结互助、协作配合,能够与他人探讨和交流,能诚恳地对同学、老师提出建议。 5. 能够对自己在实验活动中的行为进行反思和评价。	水平三(10 分): 基本达到 5 个评价要点; 水平二(8 分): 未达到评价要点 5, 缺乏对实验活动中的反思和评价; 水平一(6 分): 基本达到水平二, 但预习不够充分, 预习报告不完整, 缺乏归纳实验步骤的能力。
实验仪器及实验药品	5 分	1. 对实验中用到的药品心中有数, 如知道 NaOH 溶液的浓度。 2. 能正确计算配制 100mL 与 NaOH 溶液浓度相等的乙酸乙酯溶液所需的乙酸乙酯(AR)的量。 3. 了解本实验涉及的仪器, 如电导仪的型号等。 4. 了解电导仪的构造及其使用注意事项。 5. 了解恒温槽的使用、温度的设定。	水平二(5 分): 基本达到 5 个评价要点; 水平一(3 分): 未达到评价要点 2, 不能计算出配制 100mL 与 NaOH 溶液浓度相等的乙酸乙酯溶液所需的乙酸乙酯(AR)的量。

续表

要素	权重	评价要点	评价等级
实验操作	30分	1. 0.02mol · L⁻¹ NaOH 溶液的配制, 移液管的正确使用, 专管专用, 操作规范。 2. 乙酸乙酯溶液配制过程中操作步骤正确, 先在容量瓶中加少量电导水, 乙酸乙酯直接滴加到液面上。 3. 了解电导仪的校正方法及温度挡的设定方法。 4. 正确选择电导仪量程。 5. 使用 Y 形管, 两种溶液的混合均匀。 6. 使用秒表计时要及时, 确定时间间隔。 7. 使用电极前需要洗涤, 在实验时又需将电极擦干再一直正确放在溶液中测。 8. 电导仪的读数及时正确, 并做好记录。	水平五(30分): 基本达到 8 个评价要点; 水平四(26分): 未达到评价要点 4, 电导仪量程的选择不够熟练, 需要同学或老师的帮助; 水平三(22分): 未达到水平四, 且乙酸乙酯溶液配制时操作步骤错误, 没有先在容量瓶中加入少量二次水; 水平二(18分): 基本上达到水平三, 但实验中各个步骤的操作还不够熟练, 如溶液配制过程中出现操作不规范, Y 形管中两种溶液的混合不够均匀; 水平一(14分): 整个实验操作过程存在较大问题, 未能掌握基本实验操作技能。
实验安全及卫生	10分	1. 检查使用恒温槽之前检查水位是否适当。 2. 不用湿的手接触电源插座。 3. 实验台面及抽柜内仪器、药品摆放整齐, 台面清洁, 不乱倒废液。 4. 实验结束关闭电导仪开关, 切断电导仪和恒温槽电源。 5. 实验结束清洗电极, 并把电极置于装有蒸馏水的小烧杯中;	水平三(10分): 基本达到 5 个评价要点; 水平二(8分): 未能做到评价要点 5, 把电极置于装有蒸馏水的小烧杯中; 水平一(6分): 未能做到评价要点 4 和 5, 不仅没有把电极置于装有蒸馏水的小烧杯, 还忘记切断电源, 安全意识不够。
实验报告	30分	1. 报告安排有逻辑、有条理。 2. 实验目的明确, 知道此实验是测定乙酸乙酯皂化反应的级数、速率常数和活化能。 3. 理解实验原理, 能推导出 $\lg(k/[k]) = -E_a/(2.303RT) + C$。 4. 能通过自己查阅文献, 找出 $[k]$ 的值。 5. 实验条件的记录(温度的记录)。 6. 掌握实验步骤并在实验报告中简要说明。 7. 实验数据表设计合理, 数据不乱涂改, 不造假。 8. 能用 Excel 或 Origin 处理数据并作图。 9. 根据图表计算相应温度下的 k 值。 10. 计算出活化能 E_a。 11. 实验误差分析, 区分仪器误差和人为操作误差。 12. 在实验报告中总结实验过程中产生的问题并努力找出解决方案。	水平五(30分): 基本达到 12 个评价要点; 水平四(26分): 未能达到评价要点 8, 未能把计算机技术运用于实验数据的处理中; 水平三(22分): 未能达到评价要点 8 和 12, 不仅是手工处理实验数据, 而且实验未体现对实验的总结; 水平二(18分): 未到达水平三, 对实验的误差分析不全面, 没有自己查阅文献找出 $[k]$ 的值; 水平一(15分): 实验报告缺乏条理, 只能达到 12 个评价要点中的 4~6 个。

续表

要素	权重	评价要点	评价等级
实验思考	15 分	1. 知道为何要把 $0.02\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 NaOH 溶液稀释一半再测量。 2. 知道为何可以用电导法测乙酸乙酯的速率常数 k。 3. 知道在配制乙酸乙酯溶液时为何在容量瓶中事先加入适量的蒸馏水。 4. 知道为何实验中乙酸乙酯溶液和 NaOH 溶液的浓度必须足够稀。 5. 知道为何使用电极前需洗涤,在使用时又需将电极一直正确放在溶液中测。 6. 知道为何用不同的电导电极测同一浓度溶液的电导率不同。 7. 知道为何作图中起始点与速率常数直线有较大的偏离。 8. 当乙酸乙酯溶液与 NaOH 溶液浓度不同时,计算出 k 值。	水平四(15 分): 基本达到 8 个评价要点; 水平三(13 分): 8 个评价要素中有 1~2 个问题不能解决; 水平二(10 分): 8 个评价要素中有 3~4 个问题不能解决; 水平一(6 分): 只能解决 8 个评价要素中的 4 个以下的问题。

3. 运用 PTA 量表的意义及建议

(1) 通过上面的例子我们可以总结在实验评价中使用 PTA 量表,有以下意义:

- ① 评价更加可靠、公平,不同的实验老师可以用同一份实验量表,使实验评价标准达成一致;
- ② 评价涉及的面更广,不仅仅是实验报告,还涉及了实验态度、实验仪器和药品、实验操作、实验安全、实验思考等方面;
- ③ 评价效率提高,教师有个 PTA 量表很快能完成对实验的评价;
- ④ 能具体地诊断学生的优势和不足,以便进行更有效的教学;
- ⑤ PTA 评价量表在评价要素下列出了一系列二级指标,学生对照量表找出自己的不足之处,更好地掌握实验。

(2) 在看到此实验评价量表的可取之处的同时,应该意识到实行中存在的问题,在具体运用 PTA 量表对实验评价过程中应该做到以下几点:

- ① 应该在充分理解实验目的的基础上,根据实验目的确定评价的基本要素,并给予每个要素不同的权重;
- ② 量表上的指标应该是明确的,可以直接观察或测量的;
- ③ 定制量表时和其他教师共同探讨,并让学生参与,使得量表更具有客观性和诊断性;
- ④ 评价主体的多样化,在实验评价中采取学生自评、小组互评、教师评价三种评价方式相结合,发挥学生的主体性,调动学生积极的实验态度。

五、实验数据处理

实验数据的表达方法通常有三种：列表法、图解法和方程式法。

1. 列表法

表达原始记录数据,应尽可能采用列表表达法,并应注意:

(1) 表的序号、名称、项目。

(2) 写明项目所表示的物理量(或代号)、单位和因次(公共乘方因子)。

(3) 同列数字要排列整齐,小数点对齐,位数统一,数据应保留一位估读数字,通常采用科学计数法表示。

(4) 原始数据可与处理的结果同列于一张表格内,而将处理方法和公式注在表格的下面。

2. 图解法

图解法可以直观地显示所测量的变化规律,有利于数据的分析比较、经验方程式的推断、外推物理量的极限值等。

3. 方程式法

可以归纳实验数据的变化规律,用方程式法表达实验数据,通常包含三步:选择方程式,确定常数,检验方程对于实验数据的拟合程度。

(1) 方程选择

据实验曲线的形状判断属于何类方程,用作图或计算检验方程与实验数据相符的程度并进行修正。

(2) 确定常数

图解法在确定直线斜率和截距时,注意选择的两点必须是直线上的两点,而不是代用实验测点,两点间距尽量取得大些,同时两点横坐标之间的差值是便于计算的1,2,5等这些简单数值。

借助计算机,用最小二乘法求解一元线性回归方程的斜率和截距两个常数,使结果更接近于实验的实际。最小二乘法的原理是将二因素测量数据分成数据对数量差不多的两大组,使残差平方的代数和最小,即 $\Delta = \sum \delta_i^2$ 最小。

在最简单的情况下, $\Delta = \sum (b + mx_i - y_i)^2$ 最小。

根据函数有极值的条件,必有:

$$\begin{cases} \frac{\partial \Delta}{\partial b} = 2 \sum (b + mx_i - y_i) = 0 \\ \frac{\partial \Delta}{\partial m} = 2 \sum x_i (b + mx_i - y_i) = 0 \end{cases}$$

从而解得:

$$m = \frac{n \sum x_i y_i - \sum x_i \sum y_i}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} \quad b = \frac{\sum y_i}{n} - m \frac{\sum x_i}{n}$$

所以只要将一一对应的 x_i, y_i 测量值输入程序, 计算器就可完成最佳常数的求解。

在曲线的拟合中, 方程式中常数的确定方法有三种:

① 曲线方程直线化。往往采用对数法处理, 例如化指数曲线 $y = ax^n$ 为直线方程, 成为 $\ln y_i = n \ln x_i + \ln a$, 以 $\ln y_i$ 对 $\ln x_i$ 作图, 求得斜率 n 和截距 $\ln a$ 。

② 不能直线化的曲线方程, 可以借助最小二乘法求极值的原理, 整理方程组, 求得常数。

③ 将曲线展开成回归多项式求解常数。

有关后两种方法的更详细的内容, 可参阅相关书籍。

第2章

实验项目

实验一 燃烧热的测定

一、实验知识点

1. 了解氧弹式量热计的构造与使用方法,掌握量热法的原理。
2. 学会用雷诺图校正温度改变值。
3. 明确燃烧热的定义,了解恒压燃烧热与恒容燃烧热的差别及相互关系。

二、实验技能

1. 能够独立完成用量热式氧弹计测定苯甲酸的燃烧热全部实验过程。
2. 学会分析和处理实验中遇到的问题。

三、实验原理

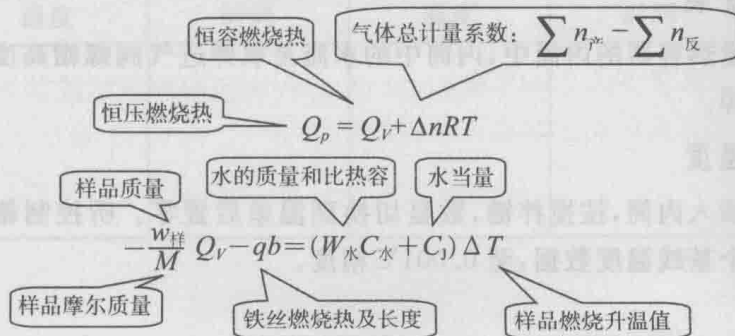
在适当的条件下,许多有机物都能够迅速而完全地进行氧化反应,这就为准确测定它们的燃烧热创造了条件。本实验的基本原理是将一定量待测物质样品在氧弹中完全燃烧,燃烧时放出的热量使量热计本身及氧弹周围介质的温度升高,所以通过测定燃烧前后量热计(包括氧弹周围介质)温度的变化,就可以计算该样品的燃烧热。

燃烧焓的定义:在指定的温度和压力下,1mol 物质完全燃烧生成指定产物的焓变,称该物质在此温度下的摩尔燃烧焓,记作 $\Delta_c H_m$ 。

$$\Delta_c H_m = \Delta_c U_m + \Delta n RT$$

式中: Δn 是燃烧反应方程式中反应前后气体物质的化学计量数之差,产物取正值,反应物取负值。

燃烧热可在恒容或恒压条件下测定,由热力学第一定律可知,在不作非膨胀功时, $\Delta_c U_m = Q_v$, $\Delta_c H_m = Q_p$ 。在氧弹式量热计中测定的燃烧热是:



量热计的水当量表示量热计(包括介质)每升高 1°C 所需要吸收的热量,可以通过已知燃烧热的标准物来标定。已知量热计的水当量后,就可以利用上式通过实验测定其他物质的燃烧热。

第一次燃烧以苯甲酸作为基准物求水当量 C_J (量热计热容),单位为 $\text{J} \cdot \text{K}^{-1}$ 。第二次燃烧测被测物质萘的恒容燃烧热 Q_V ,再求算 Q_p 。两次升温值都利用雷诺校正图求 ΔT 值。

四、仪器和试剂

1. 仪器:氧弹量热计 1 套,氧气钢瓶和氧气减压阀各 1 只,压片机 2 台,容量瓶(1000mL) 1 个,万用表 1 个,电子天平 1 台,专用燃烧丝 20~25cm,直尺和剪刀各 1 把,多功能控制箱 1 台。

2. 试剂:苯甲酸(AR) 0.8~1.0g,萘(AR) 0.6~0.8g,均压成片状。

五、实验步骤

1. 仪器预热

将量热计及全部附件清洗整理,将有关仪器通电预热,在外套装满水,通过搅拌让外筒水温变得均匀。

2. 样品制作

用台秤粗称苯甲酸 0.8~1.0g 和萘 0.6~0.8g,分别在干净的压片机中压成片状,将压片分别在干净的玻璃上轻轻敲两三下,分别进行准确称量。剪取长约 10cm 的点火丝,将其分别绕在苯甲酸和萘的压片上。

3. 调式多功能控制箱

用容量瓶准确量取 3000mL 水加入内筒,将多功能控制箱切换温度挡测水温、外夹套水温和室温。

4. 氧弹装样

将氧弹的弹头置于弹头架上,把点燃丝的两端分别缚在弹头上的两极上,缚的点燃丝不碰杯,保证通路,用万用表测电阻(一般情况下电阻不会大于 20Ω)。

5. 氧弹充氧

在氧弹内预注入 10mL 水,把弹头放入弹杯并拧紧,装上充氧器,缓旋减压阀慢慢充入氧气至 2MPa,取下充氧器后再用万用电表检验氧弹是否是通路,若不是通路,则放出氧气打开氧弹检查。再将氧弹放水中并不冒气泡,若漏气,则需查明原因。

6. 量热计安装

将氧弹放入量热容器的内筒中,内筒中的水淹至氧弹进气阀螺帽高度的 $2/3$ 处,并且搅拌棒不能碰到氧弹。

7. 初期记温度

将测温探头插入内筒,按搅拌键,数显切换到温差后置零。听控制箱报时,每隔 30s 读数一次,记录 10 个基线温度数据,至 0.001°C 精度。

8. 主期点火

将氧弹接上 2 个点火电极。触摸点火开关,每隔 30s 记录温度的升高值,直到温度达最高折点,主期结束。

9. 末期记温度

这一阶段温度记录的目的与初期记温度相同,每隔 1min 记录一次温度,连续读 8 个数据,以明确温度回落基线作雷诺校正图的走势。(注意:测第二个样品时需换内筒水,重测环境和水温。)

10. 准确测定基准试样

热容量准确测定完毕,取出氧弹,用放气帽缓缓放气约 1min,量出未燃尽的引火线长度,计算实际消耗量。

六、数据处理

将燃烧前、后实验测得的温度和时间记录于表 2.1.1 和表 2.1.2,用雷诺图解法(图 2.1.1)求出苯甲酸和萘燃烧前后的温度差 ΔT 。

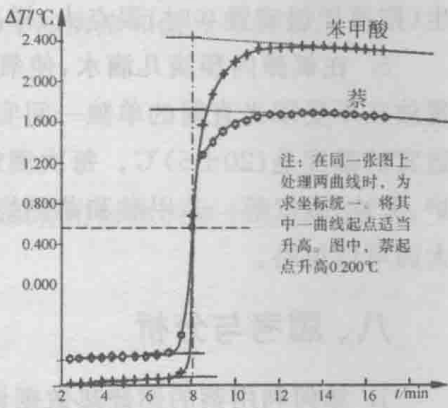


图 2.1.1 雷诺校正图

表 2.1.1 数据记录表 1

苯甲酸的质量:		点火丝的初始长度:		点火丝的最终长度:	
苯甲酸					
初期记温度(1 次/30s)		主期记温度(1 次/30s)		末期记温度(1 次/1min)	
时间	温度	时间	温度	时间	温度

表 2.1.2 数据记录表 2

萘的质量:		点火丝的初始长度:		点火丝的最终长度:	
萘					
初期记温度(1 次/30s)		主期记温度(1 次/30s)		末期记温度(1 次/1min)	
时间	温度	时间	温度	时间	温度