



卓越 工程师教育培养计划系列教材

ZHUOYUE GONGCHENGSHI

JIAOYU PEIYANG JIHUA XILIE JIAOCAI

物理化学实验

庞素娟 张军锋 ◎ 主编

WULI HUAXUE SHIYAN



化学工业出版社

卓越 工程师教育培养计划系列教材



大学化学化工基础实验系列教材

物理化学实验

庞素娟 张军锋 主编



化学工业出版社

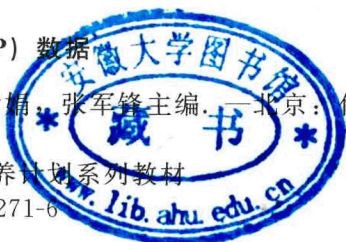
· 北京 ·

本教材根据工科课程体系的特点编写,内容包括热力学、化学动力学、电化学、表面与胶体化学、结构测定等共 25 个实验。为了培养学生发现和解决实际问题的能力,增强学生的创新意识和探索精神,本教材还编入了 8 个研究创新型实验。此外,为了提升学生科学分析和处理实验数据的能力,第 2 章详细介绍了实验误差的分析和数据的处理方法。在每一实验后分别介绍了与此实验相关的仪器设备的原理及使用方法。为方便使用,最后收录了有关物理化学的常用数据。

可作为高等院校化学化工、材料科学、生命、医学、药学、应用化学、高分子材料科学、环境科学、冶金、矿物加工、采矿安全、成型控制、生物工程等本科专业的物理化学实验教材,亦可供从事相关研究的人员参考使用,对相关专业复习考研的学生也有很好的帮助。

图书在版编目(CIP)数据

物理化学实验/庞素娟,张军锋主编. —北京:化学工业出版社, 2015. 8
卓越工程师教育培养计划系列教材
ISBN 978-7-122-24271-6



I. ①物… II. ①庞…②张… III. ①物理化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①O64-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 128544 号

责任编辑:徐雅妮 杜进祥

文字编辑:陈 雨

责任校对:宋 玮

装帧设计:关 飞

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印 刷:北京云浩印刷有限责任公司

装 订:三河市瞰发装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 11 字数 266 千字 2015 年 10 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询:010-64518888 (传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价: 24.00 元

版权所有 违者必究

大学化学化工基础实验系列教材

编 委 会

主 任 张玉苍

副 主 任 (按姓氏笔画排序)

尹学琼 朱 文 孙中亮

罗先群 罗盛旭 庞素娟

其他编委 (按姓氏笔画排序)

王 江 王 博 王 敦 王小兵 王华明

牛 成 甘长银 卢凌彬 冯建成 朱文靖

朱 莉 刘 江 刘 坚 劳邦盛 李小丽

李嘉诚 杨先会 肖开恩 肖厚贞 吴起惠

张 苹 张才灵 张永明 张军锋 张绍芬

张莉娜 张德拉 林 常 陈红军 陈尚文

陈俊华 苗树青 范春蕾 林尤全 罗明武

胡广林 胥 涛 贾春满 曹献英 梁志群

梁振益 赖桂春 黎吉辉 潘勤鹤

《物理化学实验》

编写人员

主 编 庞素娟 张军锋

副 主 编 劳邦盛 肖厚贞
卢凌彬 林尤全

序

实验教学是培养学生实践动手能力和创新能力的重要手段。重视实验教学环节、创新实验教学模式、优化实验教学内容、统筹规划和顶层设计实验课程的教学与管理,是大学强化实践育人环节、推动人才培养模式改革的重要组成部分,是现代高等教育经受社会满意度检验、大学毕业生接受技术人才市场考验的有力保障。

化学基础实验是理、工、农、医等化学化工及相关专业实验教学的重要内容。大学化学化工相关专业实验课程较多,一般院校均同时开设无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验、物理化学实验、生物化学实验及化学工程与工艺专业实验等课程,这些课程内容相互关联,知识点交叉重叠。而目前的化学化工基础实验类教材大多为单独编写,导致各实验课程教材内容重复,同一知识点多处讲授,甚至同一知识在不同课程教材里存在表述偏差等问题,容易使学生产生困扰,也使有限的学时得不到有效利用。因此,统筹编写一套组织结构合理、内容精炼、系统全面、学科针对性强、专业特色鲜明、易教易学的化学化工基础实验系列教材,将有助于化学化工及相近学科专业的人才培养。

海南大学是海南省唯一的一所“211工程”综合性大学,在理、工、农等学科领域具有丰富的化学化工实践教学经验。海南大学依托“海南省化学工程与技术省级重点学科”、“海南省化学化工实验教学示范中心”和“化学工程与工艺海南省特色优势专业”,凭借在化学化工领域五十余年的教学经验,组织数十名长期从事一线教学的教师,编写了本套化学化工基础实验系列教材,包括《无机化学实验》、《分析化学实验》、《有机化学实验》、《物理化学实验》、《生物化学实验》及《化学工程与工艺专业实验》。教材力求在内容选择及结构编排上呈现科学性、系统性、适用性、合理性和新颖性,兼备内容的深度与广度,循序渐进,帮助学生系统全面地掌握化学化工基础实验知识及操作技能。本系列教材适用面广,可作为普通高校各类化学化工类、生物类、农学类、海洋类、食品类、环境类专业本科生实验课教材。

本套教材由教育部高等学校化工类专业教学指导委员会委员、“海南省化学工程与技术省级重点学科”责任教授张玉苍组织编写,《无机化学实验》由尹学琼教授、《分

析化学实验》由罗盛旭教授、《有机化学实验》由朱文教授、《物理化学实验》由庞素娟教授、《生物化学实验》由罗先群副教授、《化学工程与工艺专业实验》由孙中亮副教授具体负责编写。

希望通过本套教材的出版与推广使用，能够促进化学化工实验教学环节的改革与创新，提高学生的动手能力与创新能力，为“卓越工程师教育培养计划”背景下的理工科创新型人才培养提供教学支持。

大学化学化工基础实验系列教材编委会

2015 年 5 月

前言

物理化学实验是高等院校化学化工、制药、轻工、石油工程、材料、食品科学与工程等工科类专业的一门重要实验课。为进一步贯彻教育部全面提高教学质量、培养高素质人才及加强教材建设的精 神，我们结合多年教学实践，在参考了近几年国内外出版的相关教材和科研论文的基础上，编写了这本实验教材。

本教材共分 4 章：第 1 章为物理化学实验的要求及安全防护；第 2 章为数据处理及基本技术，主要介绍了物理化学实验的测量误差和数据处理方法，阐述了多种实验技术；第 3 章为基本实验，共编入 25 个实验，涉及热力学、电化学、动力学、胶体和表面化学等内容，实验后附有“应用讨论”，可以提高学生的创新能力，同时还附有实验背景及该实验用到的重要仪器设备的构造、原理、操作等；第 4 章为研究创新型实验，共编入 8 个实验，旨在训练学生综合应用知识、独立分析和解决问题的能力；最后一部分为附录，附有各类物理化学实验参考数据。

本书的编写人员均为海南大学长期从事物理化学教学和科研工作的教师，具有较高的学术水平和丰富的教学实践经验。本书由庞素娟、张军锋担任主编，参加编写的人员还有劳邦盛、肖厚贞、卢凌彬、林尤全。参加编写的人员分工如下：庞素娟（编写第 3 章的实验 9、实验 25），张军锋（编写第 2 章，第 3 章的实验 5、实验 16、实验 17、实验 21、实验 23，第 4 章的实验 1、实验 2），肖厚贞（编写第 1 章，第 3 章的实验 1、实验 2、实验 3、实验 12、实验 13，第 4 章的实验 7、实验 8），林尤全（第 3 章的实验 4、实验 6、实验 18、实验 19、实验 24），卢凌彬（编写第 3 章的实验 7、实验 14、实验 22，第 4 章的实验 3、实验 4），劳邦盛（第 3 章的实验 8、实验 10、实验 11、实验 15、实验 20，第 4 章的实验 5、实验 6，附录）。全书有庞素娟、张军锋共同统稿。

由于编者水平有限，书中难免存在不足和不妥之处，敬请读者批评指正。

编 者

2015 年 4 月于海南大学

目 录

第 1 章 绪论	1
1.1 物理化学实验的目的和要求	1
1.2 物理化学实验的安全与防护	2
第 2 章 数据处理和基本技术	6
2.1 测量误差	6
2.2 数据表达	12
2.3 热化学测量技术	20
2.4 电化学测量技术	29
2.5 温度控制技术	34
2.6 压力的测量与控制技术	36
第 3 章 基本实验	45
实验 1 溶解热的测定	45
实验 2 燃烧热的测定	50
实验 3 液体饱和蒸气压的测定	57
实验 4 二元气液相图	62
实验 5 二元固液金属相图的绘制	66
实验 6 热重及差热分析	69
实验 7 凝固点降低法测定摩尔质量	74
实验 8 甲基红的酸解离平衡常数的测定	78
实验 9 液体密度和黏度的测定	82
实验 10 化学平衡常数和分配系数的测定	84
实验 11 氨基甲酸铵分解平衡	87
实验 12 原电池电动势的测定及其应用	91
实验 13 碳钢在碳酸氢铵溶液中极化曲线的测定	97

实验 14	电化学法测定氯化银的溶度积常数	103
实验 15	电解质溶液活度系数测定	106
实验 16	旋光法测定蔗糖水解反应速率常数	109
实验 17	乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定	114
实验 18	丙酮碘化反应	117
实验 19	碘钟反应	120
实验 20	催化剂制备及其在过氧化氢分解反应中的应用	123
实验 21	黏度法测高分子化合物的相对分子质量	127
实验 22	$\text{Fe}(\text{OH})_3$ 溶胶的制备及其电泳实验	130
实验 23	最大气泡压法测定溶液表面张力	134
实验 24	光化学反应	137
实验 25	磁化率的测定	141
第 4 章	研究创新型实验	146
实验 1	核磁共振波谱法测量过渡金属离子的磁矩	146
实验 2	超临界流体色谱分析番茄红素	147
实验 3	纤维素气凝胶的制备及表征	148
实验 4	椰壳活性炭对水中喹啉的吸附性能及动力学研究	149
实验 5	表面活性剂临界胶束浓度的测定	150
实验 6	脯氨酸催化的不对称 Aldol 反应的动力学研究	152
实验 7	超临界技术萃取分离西芹化感物质的研究	153
实验 8	不同食用油热值的测定	155
附录		156
附录 1	国际单位制的基本单位	156
附录 2	国际单位制中具有专用名称的导出单位	156
附录 3	常用物理化学常数	157
附录 4	压力单位换算	157
附录 5	能量单位换算	157
附录 6	不同温度下水的饱和蒸汽压	158
附录 7	不同温度下水的表面张力	158
附录 8	不同温度下水和乙醇的折射率	158
附录 9	不同温度下液体的密度	159
附录 10	常用液体的蒸气压	160
附录 11	某些溶剂的凝固点降低常数	160
附录 12	标准电极电势 (25℃)	161
附录 13	一些电解质水溶液的摩尔电导率 Λ_m	162

附录 14 不同温度下 KCl 溶液的电导率 κ 162

附录 15 水溶液中离子的极限摩尔电导率 Λ_m^∞ 162

附录 16 强电解质的离子平均活度系数 $\gamma_\pm$ (25℃) 163

参考文献 164

第1章

绪论

1.1 物理化学实验的目的和要求

物理化学实验是综合运用化学和物理学领域的原理、技术方法、仪器及数学运算工具来研究物质的性质、化学反应及相关过程规律的一门独立的化学实验课。物理化学实验具有以下特点。第一，在实验中主要使用一种仪器或几种仪器组合成一套实验体系来进行实验，进而研究化学问题，因此要求学生掌握仪器的组装和其使用方法。第二，实验所测得的数据量大且一般不能直接反映物质的物理化学性质和化学反应规律，需要利用数学的方法做出正确的处理，才能得到所需的结果。

物理化学实验的主要目的是使学生掌握物理化学实验方法和基本技术，巩固并加理解物理化学概念和基本原理，培养灵活运用物理化学理论联系实际的能力；通过实验，学会使用常用的仪器设备，了解大中型仪器在物理化学实验中的应用；培养学生仔细观察实验现象并正确记录和处理实验数据的能力；通过设计型实验，培养学生查阅文献资料，学会判断和选择实验条件的能力，进一步培养学生的创新意识，为今后的科学研究奠定基础。

为了达到物理化学实验的目的，使学生做好每一个实验，要求学生在物理化学实验过程中，做好以下三个环节。

1. 实验前预习

对于基础实验，实验前学生需预习，明确实验目的和原理，了解所用仪器的构造和使用方法，了解实验操作步骤，明确实验中所需测定的实验数据，列出原始数据记录表格，并按以上内容编写实验预习报告。

2. 实验操作

学生进入实验室后，严格遵守实验室的规章制度，先检查实验所需仪器和试剂是否齐全，指导老师讲解后，若有不清楚之处，应提出问题，解决问题并熟悉实验步骤、仪器的安装和使用方法后方可进行实验。

实验过程中，严格按实验步骤和仪器的使用方法进行操作，认真观察实验现象，发现问题后应查明原因或请指导老师帮助及时做出处理。将实验数据尽量以表格的形式准确记录在原始数据记录纸上。实验前后都应记录实验条件如大气压力、室温等。

实验结束后把实验数据交给指导老师检查，并签字，不合格者需重做。合格者，清洗玻

璃仪器，切断仪器电源，把仪器设备和试剂摆放整齐并填写有关仪器使用登记本后方可离开实验室。值日生负责整个实验室的卫生清洁，协助指导老师检查各实验台面的器材状况，水电开关是否关闭。

3. 撰写实验报告

撰写实验报告可以培养学生正确分析、归纳和表达实验结果的能力，进一步加深对实验原理和设计思路的理解，也是评价实验工作好坏的重要依据，学生应在规定时间内按要求独立完成实验报告交老师批阅。

实验报告一般包括：实验名称、实验目的、实验原理、实验器材和试剂、实验步骤、实验数据原始记录、数据处理、结果讨论、问题解答等内容。数据处理应列出简要的数据处理步骤，而不是只写出处理结果。结果讨论可以锻炼实验者分析问题的能力，是实验报告中很重要的一项内容，在结果讨论中可以对实验重要现象进行解释，对实验结果进行误差分析，参照参考文献对结果进行评价，实验者还可提出实验方法的进一步改进或实验的心得体会等。

设计性实验是在老师的指导下，学生自主选择实验项目，通过查阅文献资料，综合学过的理论和实验知识，独立设计实验方案并进行实验操作，得出实验结论，然后撰写实验报告的实验形式。设计性实验是基础实验的提高和深化，可以提高学生的实验技能和综合素养。

1.2 物理化学实验的安全与防护

物理化学实验室经常使用各种仪器设备、化学试剂以及电、高压气等，为保证实验顺利进行，保护实验者的人身安全和国家的财产安全，实验者需有安全意识，具备必要的安全防护知识，懂得如何预防和处理事故。

1.2.1 安全意识

实验者进入实验室避免和解决安全问题的首要条件是有意识的注意安全问题并能够对意外事件进行妥善处理。比如弄清楚实验室水电总阀、消防器材的存放位置，熟悉实验室的安全守则，对实验中可能出现的问题有应急处理方法等。

1.2.2 安全用电常识

物理化学实验需要使用各种各样的电器设备，违规用电可能造成仪器损坏、发生火灾，甚至人身伤亡等严重事故，需特别注意安全用电。

1. 防止触电

实验室所用的电源主要是频率为 50Hz 的交流电，分为两种：单相 220V 和三相 380V，多用单相交流电。1mA 的交流电使人体有麻木感，6~9mA 的交流电人一触就会缩手，10mA 以上会使肌肉收缩，25mA 以上人会感觉呼吸困难甚至停止呼吸，100mA 以上使心脏室纤维性颤动导致死亡。因此，使用电器必须注意防止触电。例如：操作电器时，手要干燥；安装电器时要切断电源；检查电器是否有电需用试电笔，但不能试高压电；电源裸露

部分应有绝缘措施,损坏的插座插头要及时更换;严禁用湿布擦拭正在通电的设备、插座或电线等;如有人触电,首先要快速切断电源,再进行抢救。

2. 防短路和火灾

实验室所用电器不得超载,保险丝应与实验室允许的电量相符合。为避免短路,防止酸、碱等溶液浸湿导线和电器,电线中的各接点应牢固,电路元件两端接头不得相互接触。工作时经常会因为接触不良等原因产生火花,如室内有易燃易爆气体则要特别小心。如仪器工作时有不正常的声响、局部温度升高或有焦味,应立即切断电源。如遇电线或电器起火,应立即切断电源,再用沙、四氯化碳、二氧化碳灭火器灭火,禁止用水或泡沫灭火器灭火。

1.2.3 化学药品的安全防护

实验前应了解所有药品的毒性、性能和防护措施,特别是在使用有毒、易爆、易挥发和腐蚀性药品时,要注意防毒、防燃、防爆、防灼伤等。

1. 防毒

大部分化学药品具有不同程度的毒性,可通过呼吸系统、消化系统和皮肤等进入人体。首先不得在实验室内饮水、吃东西,离开实验室要洗净双手。其次取用或操作有毒药品或试剂应在通风橱中进行,操作要规范,剧毒物需按规定妥善保管。

在此特别强调汞的正确操作,汞在常温下可逸出蒸气,吸入人体会引起中毒,所以使用汞时必须按照以下规定进行操作:使用汞的实验室需有良好的通风设施;手上有伤口者,切勿接触汞;所有转移汞的操作,需在盛有水的浅瓷盘中进行;盛汞的仪器下面一律放置浅瓷盘,防止汞滴落在地面或桌面上;存放汞的容器需用厚壁玻璃或瓷器,并在汞上面加水覆盖,存放地点远离热源;一旦有汞洒落在外,首先用吸汞管将汞收集,再用金属片(锌、铜)在汞滴落处多次刮扫使其与汞形成汞齐,最后在汞洒落的地方撒硫黄粉,并摩擦使汞生成 HgS ,也可用高锰酸钾溶液使汞氧化;擦过汞或汞齐的滤纸或布片必须放在有水的容器中。

2. 防燃

许多有机溶剂(如乙醚、丙酮、乙醇、苯、二硫化碳等)易引起燃烧,实验室内不可存放过多此类药品,使用时室内不能有明火、电火花和静电放电等,使用后要及时回收处理,禁止倒入下水道,防止聚集后引起火灾。

有些药品如黄磷、钠、钾、电石等易氧化燃烧,另外,一些比表面大的金属粉末(如锌、铁、铝等)能剧烈氧化而自燃,使用时都要特别小心,存放时要隔绝空气。

一旦发生火情,应根据情况选择不同的灭火器灭火,常用来灭火的有水、沙、四氯化碳灭火器、二氧化碳灭火器、泡沫灭火器、干粉灭火器等。水是常用的灭火物质,但以下情况不能用水灭火:有电石、过氧化钠、钠、钾、镁、铝粉等时,应用干沙灭火;易燃液体(如丙酮、苯、汽油等)引起的火灾采用泡沫灭火器。

3. 防爆

可燃气体与空气的混合物在比例处于爆炸极限时,遇到明火或电火花将会引起爆炸,一些气体的爆炸极限见表 1-1。

表 1-1 常见气体与空气混合的爆炸极限

气 体	爆炸高限 体积分数/%	爆炸低限 体积分数/%	气 体	爆炸高限 体积分数/%	爆炸低限 体积分数/%
氢	74.2	4.0	乙酸	—	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	7.0
乙醇	19.0	3.3	煤气	32	5.3
乙醚	36.5	1.9	氨	27.0	15.5
丙酮	12.8	2.6			

因此使用这些气体时应尽量防止其散失到室内空气中，同时保持室内通风良好。操作大量可燃性气体时，严禁使用明火和可能产生电火花的器材。有些受到震动或受热易引起爆炸的化学药品如高氯酸钾、过氧化物等，使用时要特别小心。不要将强氧化剂与强还原剂存放在一起。保存时间过长的乙醚使用前需除去其中可能产生的过氧化物。操作易发生爆炸的实验，要具备防爆措施。

4. 防灼伤

强碱、强酸、强氧化剂、钠、钾、磷、溴、苯酚、冰醋酸等都会腐蚀皮肤，特别注意不能溅入眼内。液氨、液氮、液氧等低温物质也会灼伤皮肤，用时需佩戴防护工具，小心使用。

1.2.4 高压气瓶的安全防护

各种气瓶需定期送检验单位进行技术检查，一般气瓶每三年检查一次，储存腐蚀性气体的气瓶每两年检查一次，使用或检查中发现气瓶有严重腐蚀或不符合标准的，应降级使用或报废。

高压气瓶必须分类保管，室内存放气瓶不得超过 5 瓶，存放时直立固定，避免暴晒和剧烈震动，远离热源，如氧气瓶，可燃性气体瓶与明火或电火花的距离不小于 10m，如难以达到，必须采取防护措施。高压气瓶上须安装专用的减压阀，螺丝要拧紧，发现有漏气必须立即修好。

使用高压气瓶时，操作人员严禁敲打气瓶，开启时，须站在减压阀接管的侧面，严禁将头或身体对准阀门出气口。使用氧气瓶时，严禁气瓶与油脂类物质接触，包括操作人员手上、衣服上、工具上都不得沾有油脂，防止燃烧。氧气瓶有漏气时，不可用麻、棉等物去堵漏以免发生燃烧事故。高压气瓶内气体不应用完，须留有至少 0.1MPa 的压力气体，以免其他气体窜入，并在气瓶上做上用完的记号。

1.2.5 X 射线的防护

防止 X 射线对人体造成伤害的基本措施就是防止 X 射线的照射，特别是直接照射，并保持室内通风良好，减少由于 X 射线电离作用和高电压产生的有害气体。因此 X 射线管窗口附近要用厚度为 1mm 以上的铅板挡好，进行操作时，应戴上防护用具（如铅玻璃眼镜），不工作时，把窗口关好，人尽量离开 X 射线实验室。

1.2.6 事故处理

实验中如出现割伤、烫伤、强酸碱烧伤等意外事故需先采用紧急处理措施，严重者要及时送医院医治。割伤应立即消毒，伤口有玻璃碎片，应小心挑出，涂上红药水或紫药水，然后搽消炎药并包扎；烫伤者可用苦味酸或高锰酸钾溶液擦洗伤处，再涂上烫伤药膏或凡士林；强酸造成的烧伤先用大量水冲洗，然后用很稀的弱碱冲洗或涂抹碳酸氢钠油膏，若是强碱造成的，用水冲洗后再用很稀的弱酸如乙酸来冲洗。

第2章

数据处理和基本技术

2.1 测量误差

在实验中,任何一种测量结果总是不可避免地会有一定的误差(或者说是偏差)。为了得到合理的结果,要求实验工作者运用误差的概念,将所得的数据进行不确定度计算,正确表达测量结果的可靠程度。另一方面,根据分析去选择最合适的仪器,或进而对实验方法进行改进。下面介绍有关误差及不确定度的一些基本概念。

2.1.1 物理量的测定

测定各种量的方法虽然很多,但从测量方式上来讲,一般可分为以下两类。

1. 直接测量

将被测量的量直接与同一类量进行比较的方法称为直接测量。若被测的量直接由测量仪器的读数决定,仪器的刻度就是被测量的尺度,这种方法称为直接读数法。如用米尺量长度,停表记时间,温度计测温度,压力表测气压等。当被测的量由直接与该量的度量比较而决定时,则此方法叫比较法。如用对消法测量电动势,利用电桥法测量电阻,用天平称质量等。

2. 间接测量

许多被测的量不能直接与标准的单位尺度进行比较,而要根据其他量的测量结果,通过一些公式计算出来,这种测量就是间接测量。例如用黏度法测高聚物的相对分子质量,就是用毛细管黏度计测出纯溶剂和聚合物溶液的流出时间,然后利用公式和作图求得相对分子质量。

在上述两类测量方法中,直接读数法一般较为简单。实际工作中,大多数测量问题是通过间接手段加以解决的。

2.1.2 测量中的误差

任何一类测量,都存在一定误差(即测量值与真实值之间存在一定的差值)。根据误差的性质和来源,可以把误差分为系统误差、随机误差两大类。