

物理化学实验讲义

无锡轻工业学院

一九八二年二月

实验一 温度控制和液体粘度的测定

I. 温度控制

一、实验目的

学会控制温度的基本方法，掌握恒温槽的使用技术。

二、实验原理

许多物理化学实验，都必须在恒温下进行。为了在测定时保持温度不变，常使用恒温槽，因为恒温槽可使所带之温度自动保持不变。恒温槽的种类很多，实验室常用的为水浴恒温槽。恒温槽能保持恒温的主要原理是靠温度控制器来控制恒温槽的热平衡。当恒温槽因对外散热而使水温降低时，温度控制器就能使恒温槽的电热丝通电而加热；待加热到所需温度时，它又使电热丝断电，停止加热，这样使水温保持恒定。恒温槽所能控制的温度上下波动范围愈小愈好，这范围主要取决于继电器，温度控制器的灵敏度，搅拌器的效率和各部件配置是否适当。普通控制温度的波动范围从 $\pm 0.10^{\circ}$ 到 0.01°C 。

三、实验设备

玻璃缸一个，电加热丝一个，水银温度控制器一个，电动搅拌器一台，温度计一个，电子管继电器一台，刻度到 0.1°C 的温度计一支。

现将各主要部分简述如下：

1. 玻璃缸：直径约为36厘米，缸内通常盛水，并保持一定的高度，可调节的温度范围较广。

2. 水银温度控制器：其作用是当恒温槽内温度低于所需控制的温度时，它能自动使电流通过电加热丝而加热，而当达到所需温度时，则能自动截断电流，停止加热。

水银温度控制器是根据体积热胀冷缩的原理制成的，其结

构如图1所示，下部有一小水银球，毛细管内有二根接触丝，一根是固定的，直接与水银球内水银连通，另一根是可以移动的，通过旋转顶部的磁铁可以使它上下升降。两根接触丝联成两根导线接到继电器中去。当温度升高时，水银膨胀，使水银面与可移动接触丝相碰，则两根接触丝在水银内构成通路；温度下降使水银收缩时，水银面与可移动接触丝脱离，则两根接触丝成为断路。所以，所需的温度是通过调节此可移动接触丝的高度来控制的。

3. 继电器

它与水银温度控制器的电加热圈、搅拌圈相接，其作用是依靠水银温度控制器的帮助自动控制电加热圈，接通或切断电源。继电器的工作原理如下图所示。

当开关按下后，电流将通过接触簧片至电加热圈，进行加热。若恒温槽内温度升高，水银温度控制器内水银膨胀，致使两根接触丝通路，则有电流通过铁芯线圈使之具有磁性，而将接触簧片吸下，通电

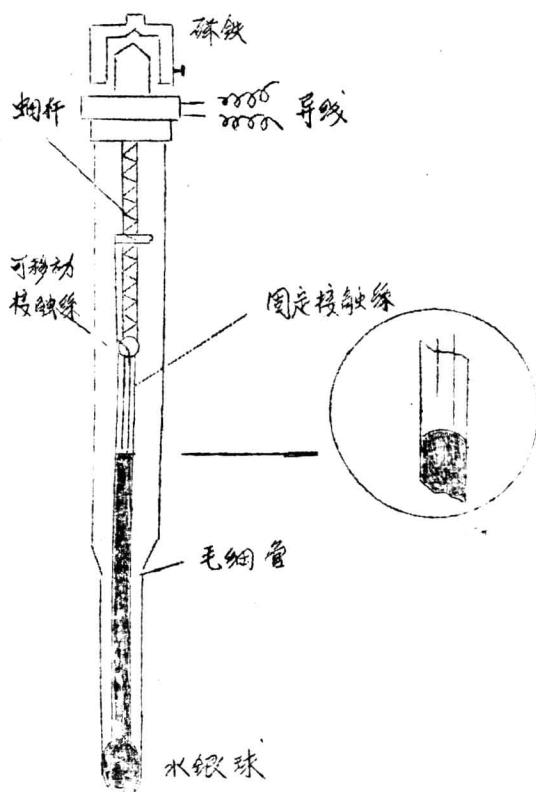


图1 水银温度控制器

加热圈的电路被切断，不再加热。温度下降时则与此相反，两根接触丝不再连通，铁芯线圈内无电流通过而失去磁性，小弹簧把接触簧片拉回，接通电加热圈的电路，重新加热。通常，继电器上装有红绿指示灯，指示电加热圈是否正在加热。

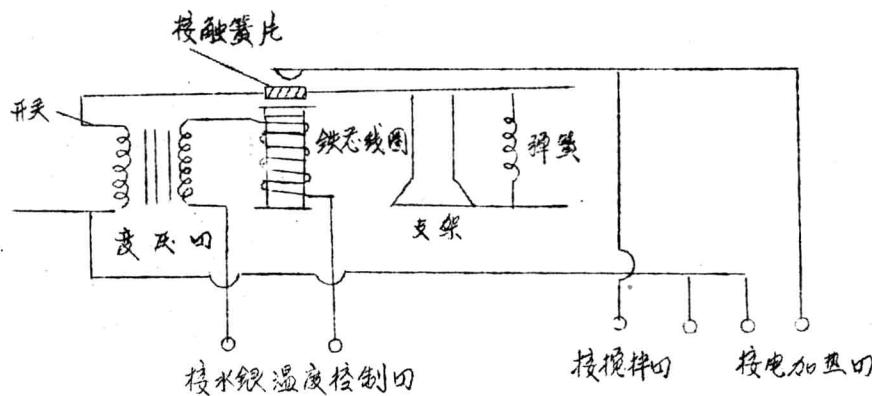


图 2 继电器的原理图

4. 搅拌田：搅拌可使恒温槽内液体的温度较快地达到均匀一致。搅拌田由电动机转动建立，电动机的转速可以用变阻田调节。

四、实验步骤

1. 恒温槽的装配：先在玻璃缸内加水至约四分之三体积处，然后按图3接好线路。

2. 恒温槽的调节

1) 以温度计8读出水的温度，若水温已超过所需温

1-玻璃缸，2-电加热田

3-水银温度控制田

4-继电器，5-搅拌田

6-电动机，7-变阻田

8-温度计，9-开关

10-电加热田杆孔

11-水银温度控制田接入

12-电动机杆孔，13-指示灯

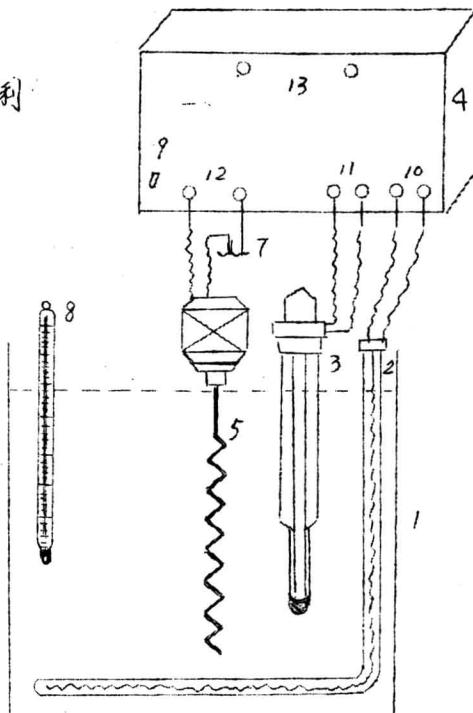


图 3 恒温槽装置图

度，首先应该设法使之冷却，若水温低于所需温度，打开继电器开关9，旋转水银温度控制口顶部的磁铁使可移动接触丝上升至两根接触丝不连通，这时电热圈通电加热，同时开动搅拌口。

(2) 当水温被加热至接近所需温度时，旋转磁铁使可移动接触丝恰好与水银温度控制口内水银面相碰，这时两根接触丝成通路，电加热圈中无电流通过，停止加热。

(3) 注意温度的变化，越细地调节可移动接触丝的位置至温度稳定于所需值，察看红绿指示灯，检查恒温控制是否灵敏，若水温在做分钟后稳定于所需值，则拧紧磁铁上的螺钉使之固定，可移动接触丝就不再能上下移动。

(4) 若绿色指示灯亮时表示加热，红色灯亮时表示不加热，读取红灯亮后所能达到的最高温度 t_{max} ，和绿灯亮后所能达到的最低温度 t_{min} ，计算：

$$t_f = \frac{t_{max} - t_{min}}{2}$$

t_f 仪表恒温槽所能控制的温度波动范围。

(5) 同上法，再调节两个各约高 5°C 的温度值，计算 t_f 。

II. 液体粘度的测定

一、实验目的

用奥氏粘度计测定液体的粘度。

二、实验原理

奥氏粘度计是毛细管粘度计的一种，适宜于测定低粘度液体之粘度，方法是将一定量液体流过一毛细管测其所需的时间。

将一定量液体置于奥氏粘度计左侧管底部，通过橡皮管吸气，将其吸入右侧管刻度A以上，测得液面自刻度A降至B所需之时间，则有：

$$\eta = \frac{\pi r^4 P t}{8 V l}$$

即使体积 V 的液体在压强差 P 下流经长度为 l ，半径为 r 的毛细管，将其所需之时间 t 代入式中，可求得粘度 η 。

用同一粘度计，测定两种液体的粘度时，因 $\frac{\pi r^4}{8Vl}$ 为一定

$$\text{值，故 } \frac{\eta_1}{\eta_2} = \frac{P_1 t_1}{P_2 t_2}$$

其中 η_1, P_1, t_1 为液体(1)的、
 η_2, P_2, t_2 为液体(2)的粘度
压强差，时间。

若两种液体均在本身重力下流经毛细管，则此压强差与液体密度 d 成正比，故有

$$\frac{\eta_1}{\eta_2} = \frac{d_1 t_1}{d_2 t_2}$$

假如液体(2)的粘度 η_2 为已知（通常用 25°C 的水），则液体(1)的粘度 η_1 与 η_2 之比即 $\frac{\eta_1}{\eta_2}$ 称为比粘度，它可由 $\frac{d_1 t_1}{d_2 t_2}$ 求得：故由此可求出 η_1 即

$$\eta_1 = \eta_2 \cdot \frac{d_1 t_1}{d_2 t_2}$$

温度对液体粘度的影响很大，温度升高使液体的粘度降低，测定某一指定温度时的粘度时，必须注意控制恒温槽的温度恒定。

本实验以 25°C 时的水为标准，测走不同温度下苯的粘度。

三、仪器、药品

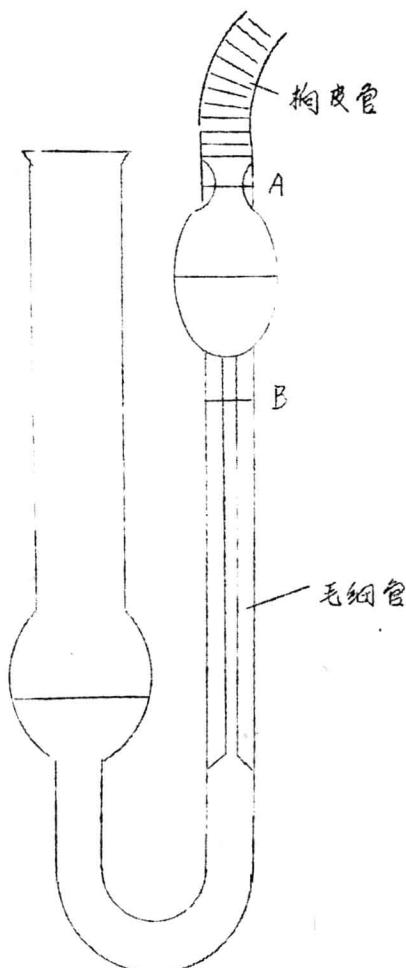


图4 奥氏粘度计

恒温槽、奥氏粘度计、10毫升吸量管及支、竹签、水、苯及淋光用的乙醇、乙醚。

四、实验步骤：

1. 将恒温槽温度调节到 20°C
2. 用吸量管吸苯10毫升注入已洗净并烘干的奥氏粘度计左侧弯颈部，立粘度计右侧管口会上钩皮管，用肉夹住左侧管，把粘度计放入恒温槽中，恒温约10分钟。
3. 将钩皮管一端缓缓地吸苯到A刻度以上，注意吸液时应避免有气泡产生，然后任其自行流下，用竹签记录液面流经刻度A、B所需的时间，重复测定三次，直至三次误差范围 ± 0.2 秒以内。
4. 调节恒温槽的温度至 25°C ，用同法测苯流经毛细管所需的时间。
5. 取出粘度计，倾出其中的苯，倒入回收瓶中，以乙醇、乙醚淋洗后，用风吹风干之。
6. 用吸量管吸10毫升蒸馏水注入已干燥的粘度计中，同上法测 25°C 时水流经毛细管所需的时间。

五、数据记录

时间	苯		25°C
	20°C	25°C	
平均值			

六、结果处理

1. 从手册中查阅水，苯在不同温度时的密度及 25°C 时的粘度。

2. 由关系式：
$$\frac{\eta_1}{\eta_2} = \frac{d_1 t_2}{d_2 t_1}$$
，称出苯在不同温度时对水

的比粘度。

3. 根据水的粘度，标出水在不同温度时的粘度。

七、注意事项

此粘度计是由不同直径的玻璃焊接而成，若使用不当，极易破损。用前应由指导教师讲解使用时的注意事项，切不能粗枝大叶。

在 C.G.S 制中，粘度的单位是克/厘米·秒，称为泊。1 泊 = 100 垂泊。在国际单位制中，粘度的单位是千克/米·小时，1 垂泊 = 3.6 千克/米·小时。

实验二 凝固点降低法测分子量

一、实验目的

从溶液的凝固点降低法测定苯，并掌握使用贝克曼差示温度计。

二、实验原理

物质的固、液两相的蒸气压相等时的温度 T ，称为该物质的凝固点。当在溶剂中加入不挥发的溶质后，减少了溶剂分子逸出的倾向，使溶液的蒸气压低于同温度下纯溶剂的蒸气压。溶液的蒸气压曲线要在较低的温度下才与固体蒸气压曲线相交，因此溶液的凝固点，低于纯溶剂的凝固点 T 。见图1。

在稀溶液范围内，溶液的凝固点降低 ΔT 可用下式表示

$$\Delta T = T_0 - T = K_f \frac{1000g}{Mg}$$

其中： M — 溶质的分子量

g — 溶质的重量

G — 溶剂的重量

K_f — 凝固点降低常数，不同的溶剂具有不同的数值。
以水为溶剂时，水的 $K_f = 1.86$ ，以苯为溶剂， $K_f = 5.12$ ，因此，
测得已知浓度（即 g 、 G 已知）稀溶液的凝固点降低 ΔT ，就
可计算出溶质的分子量 M 。

本实验以苯为溶剂，测定苯引起的凝固点降低，从而计
算其分子量。

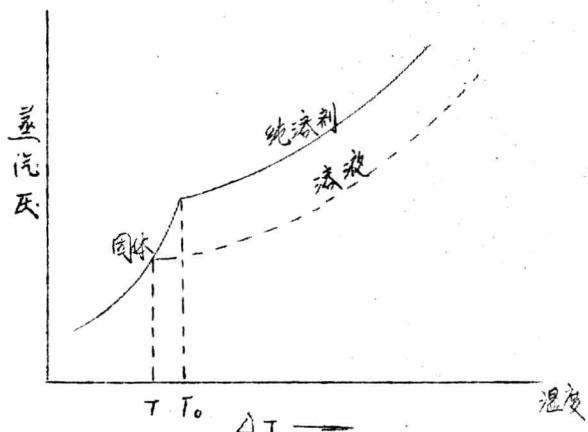


图1 蒸气压与温度的关系曲线

三、仪器、药品

仪器设备见图 2

1. 冰浴
 2. 外套管
 3. 凝固度管
 4. 支架
 5. 6. 搅拌器
 7. 贝克曼差示温度计
 8. 温度计
- 纯苯：蒸
碎冰：吸量管，表面皿

四、实验步骤

1. 事先阅读附录中关于贝克曼差示温度计的调节方法，并在教师指导下熟悉掌握之。调节贝克曼差示温度计，使立纯苯凝固点(5.5°C)时，水银柱的读数立上刻度。

2. 在冰浴中先放半杯水，再加一些碎冰，以保持水温立 2°C 左右，即比纯苯的凝固点低3-4度。

3. 用吸量管取25毫升苯放入干燥的凝固度管3内，坐上木塞，插入搅拌器6及贝克曼差示温度计7，注意使其水银球离开管底约1厘米左右，绝不能触及管底，并用心在测定过程中防止水银球与任何物体碰撞。

4. 从手册中查出室温下纯苯的密度，计算此25毫升苯的重量G。

5. 测纯溶剂(苯)的凝固点T。

(1) 预测

不用外套管，将凝固度管直接放入冰浴中，缓慢搅拌6，但注意勿使搅拌器与温度计水银球和食壁相碰，由于冷却，可

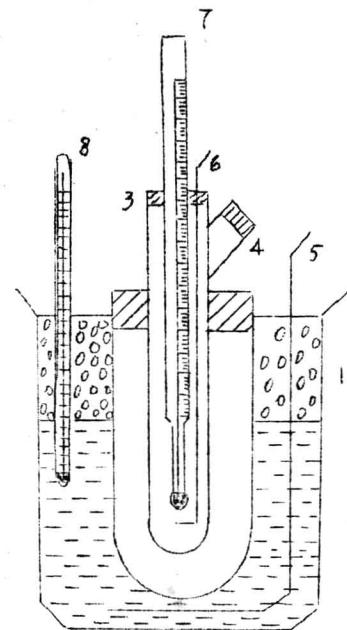


图2 测定凝固点装置图

观察到温度计水银柱下降，并且因为有过冷现象，水银柱会降低至正常凝固点以下，而当溶剂开始结晶时，温度迅速回升，读出回升的最高读数，此读数是近似凝固点。

1.2. 称测

从冰浴中取出凝固点管，用手温热，使溶剂（苯）液体全部融化，再直接投入冰浴中，慢速搅拌，使水银下降至近似凝固点以上0.5度时，即停止搅拌，立即从冰浴中取出凝固点管迅速擦去管外的水，放入外套管中，把外套管等一并放入冰浴中，使液中过冷至低于近似凝固点0.2度时，快速搅拌，过冷液体就开始结晶，水银柱迅速回升，这时又要很缓慢地搅拌，水银柱到达的最高读数即为纯溶液的凝固点。

再使晶体融化，重复以上幼称测操作，三次测得的 T_0 ，相差不超过0.01度。

6. 测溶液的凝固点 T

用瓦氏机压制茶一小块，放在表面皿上，进行称量。

将称量好的茶从支管4投入已盛有纯茶的凝固点管内，之后再将表面皿称量后，立即称出溶质（茶）的重量 g 。

用搅拌由6将溶液搅匀后，按上法测定一次近似凝固点和三次凝固点。

五、数据记录：

	凝 固 点	凝固点的平均值
纯 溶 剂	1	
	2	$T_0 =$
	3	
溶 液	1	
	2	$T =$
	3	

凝固点降低值 $\Delta T =$

纯溶剂重量 $G = V \times d =$

溶液 + 重 =

表面皿重 =

溶液重 $g =$

六、结果处理

用公式 $M = \frac{1000K_f \cdot g}{\Delta T \cdot G}$ 计算分子量

附录：贝克曼差示温度计

水银温度计是利用水银的热胀冷缩性质而引起体积变化来测量温度的。其下端是一小玻璃泡，玻璃泡中装入一定量水银，称为水银球，玻璃泡与一支玻璃毛细管相联，毛细管旁刻以分度将水银杆入被测体系内，由毛细管内水银面的高度，可读出被测体系的温度。普通水银温度计即是比较粗大的，也只能准确读到 0.1° 估计到 0.02° ，这样的精度，对于某些精确的测量，显然是不符合要求的，因此必须使用刻度更精确的温度计。由于温度计不可能做得很长，所以对一根温度计不能说要求有相当大的温度刻度范围，同时又要求刻度很细。

对于某些实验测定，同时又要求刻度很细。

对于某些实验测定，如酸碱中和滴定，凝固点降低法等，我们并不需要测量体系的真实温度，只需知道过程中体系温度的改变值 ΔT ，而且希望精确到 0.01 度，估计到 0.002 度，贝克曼差示温度计就是一种能精确测量温度差的温度计。

贝克曼差示温度计如图 1，图又所示，下部是一大水银球，顶端有一可贮存多余水银的贮槽，水银球内水银的量可多可少，能够随意调节，如果水银球内的水银量太少时，可

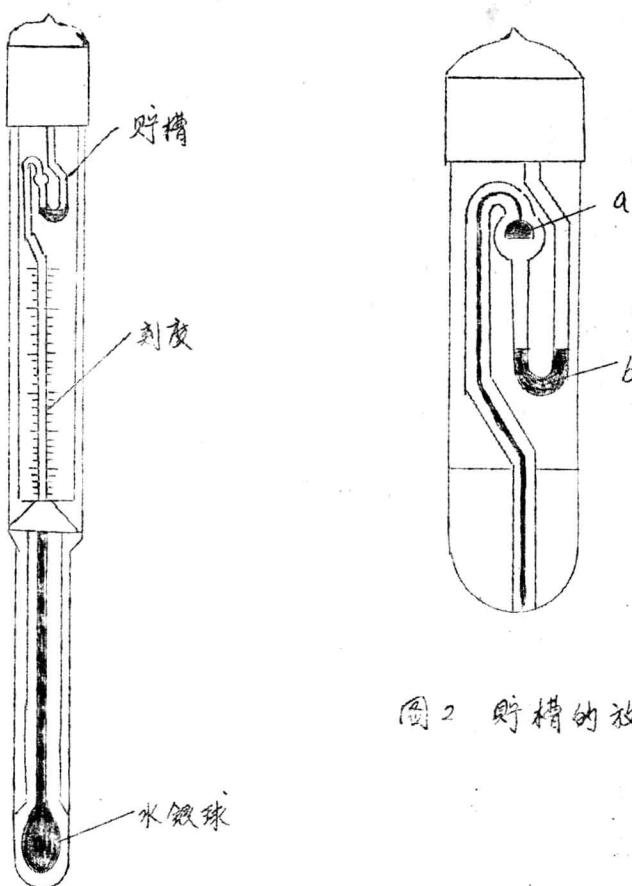


圖2 貯槽的放大圖

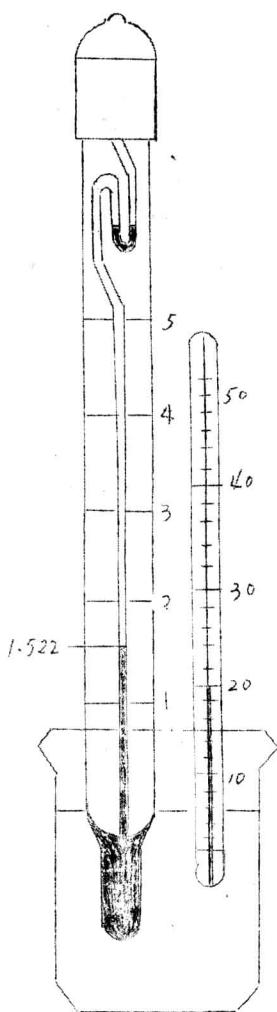
圖1 貝克曼差示溫度計

将贮槽中的水银适当地引些下来，反之，如果水银球内的水银过多时，多余的水银可排到贮槽中去。

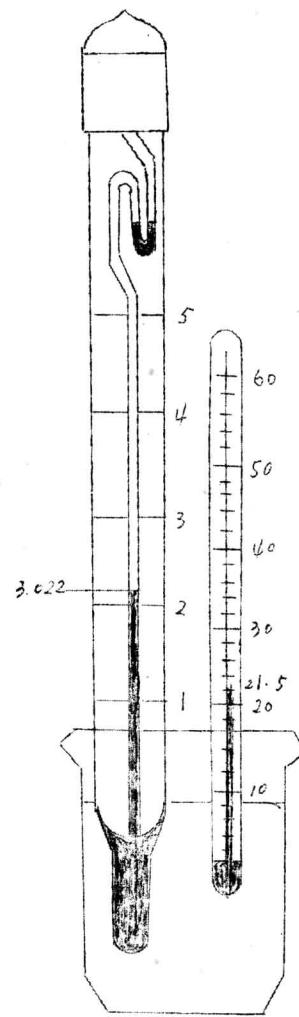
它的上刻度与下刻度之间只有五度范围，每度又分为100等分。因此，可以精确地读到0.01度，估计到0.002度。

应该注意：由于其水银球内的水银量可随意调节，从贝克曼差示温度计而读得的读数，并不表示被测体系的真实温度。这一类可以用下面的例子来说明：

试把一支普通温度计和一支贝克曼差示温度计同时放入 20°C 的水中，在普通温度计中水银柱高度应指示在 20° 处。设由贝克曼差示温度计上读到水银柱离 20° 处 1.522° 。把水加热到 21.5°



20°C 的水



加热到 21.5°C 的水

图 3

则在普通温度计上应读到 21.5°C，而贝克曼差示温度计上水银柱高至 3.022° 处，则可知前后的温度差为：

$$\Delta T = 3.022^\circ - 1.522^\circ = 1.500^\circ$$

所以普通温度计，由于其水银球中的水银量是固定的，可用来测量体系的温度，而贝克曼差示温度计是专门用来测量温度差的，单靠它不能读出被测体系的真实温度。

上例中，当水的温度为 20°C 时，贝克曼差示温度计中水银柱的高度在 1.522° 处，如果把水冷却到 16°C ，则在贝克曼差示温度计中水银柱将降至下刻度以下，以致无法读取读数，同样，当水温为 24°C 时，贝克曼差示温度计中水银柱的高度就会超过上刻度，也读不到读数。因此在使用贝克曼差示温度计时，必须先调节水银球中的水银量使在测不同温度范围的温度差时，水银柱的高度都在上下刻度之间。

在做凝固点降低法测定物质分子量的实验中，我们的目的是测量温度下降值，因此在测 C_6H_6 的凝固点时，水银柱的高度应在上刻度附近，以便当温度下降后，仍可读到读数，如果在纯溶剂（苯）的凝固点时，我们使用的一支未经调节的贝克曼差示温度计中水银柱高度在下刻度附近，则当再测 C_6H_6 的凝固点时，其高度可能降至刻度范围以下，这种情况表示水银球中的水银量太少，必须从贮槽内转移一些水银下来，其调节方法是将水银球杆入热水浴中，使其水银柱上升至图2的a处，然后将贝克曼差示温度计倒转，使a、b两处的水银相接，再将它杆入冷水浴中使之适当冷却，这时因体积收缩就有一段水银转移下来，至适当时候，再把它从水浴中取出，左手紧握其中部，右手轻敲应臂（不能直接敲温度计），使水银柱在毛细管顶端a处断开，多余的水银就落到底槽中，在具贝克曼差示温度计杆入与纯溶剂（苯）凝固点温度相同的浴中，看看水银柱的高度是否合适，不适当再进行调节。

如果水银球中水银量太多，其调节方法应如何进行？

实验三 液体饱和蒸气压的测定

一、实验目的

用等压计测定不同温度时液体的饱和蒸气压，绘制蒸气压与温度的关系曲线，并计算液体的摩尔蒸发热。

二、原理部分

一定温度下，纯液体与其蒸气呈平衡时蒸气所具有的压力称为该温度下液体的饱和蒸气压。温度升高，则液体的饱和蒸气压也增高，饱和蒸气压与温度的关系可用克劳修斯—克莱普顿方程表示：

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

其中： ΔH_v 为温度 T 时液体的摩尔蒸发热（焦耳/摩尔）

R 为气体常数（8.315 焦耳/度·摩尔）

若在一定温度范围内，把 ΔH_v 当作常数，将上式作不定积分得：

$$\ln P = -\frac{\Delta H_v}{R T} + C$$

或

$$\lg P = \frac{A}{T} + C$$

式中：

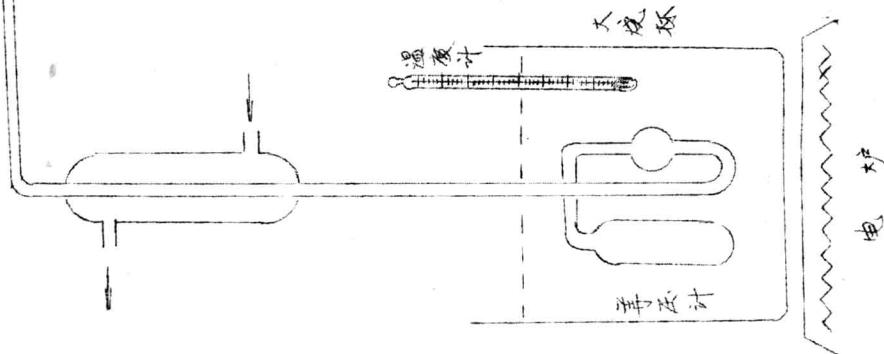
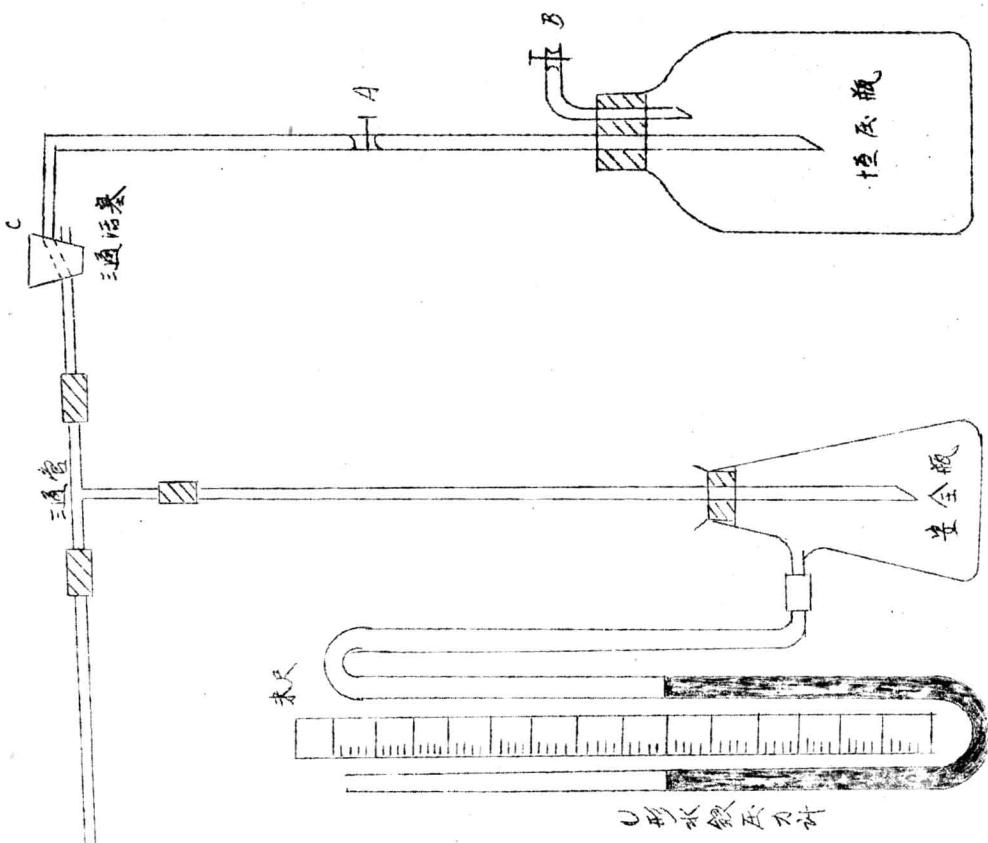
$$A = -\frac{\Delta H_v}{2.303R}$$

C 为积分常数

由实验测得一系列温度及饱和蒸气压数据，作 $\lg P$ ~ 1/T 图可得一直线，其斜率为 A，由此可求得 ΔH_v

三、仪器和药品

等压计（连冷凝管），大烧杯，U 形水银压差计，真空泵，温度计，搅拌棒，电炉，铁架，安全瓶，恒温瓶等。



總數：

四、实验步骤

实验数据如上图

1. 将毒计中先放入欲测的液体（本实验用苯），毒液的方