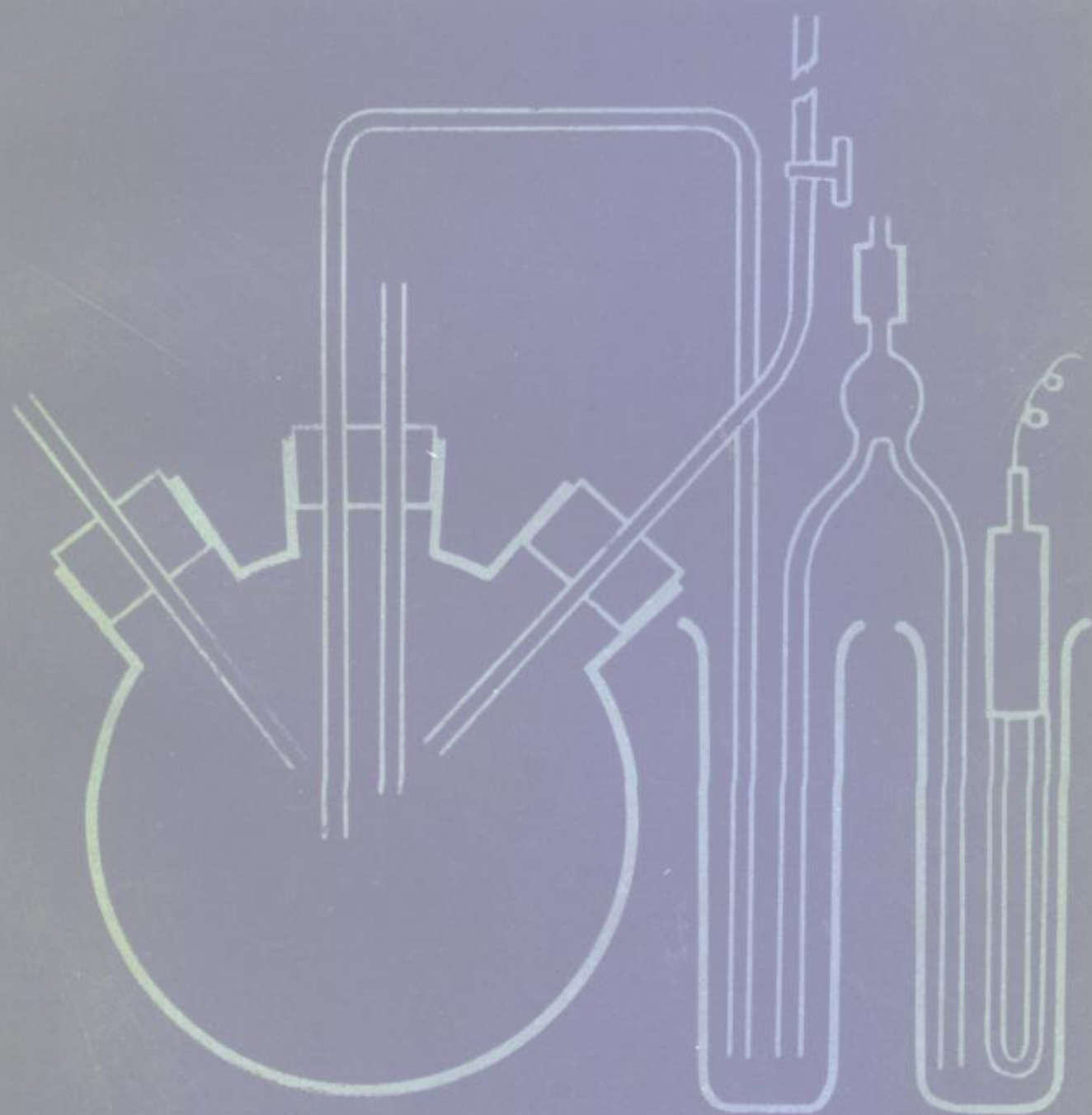


物理化学实验

南开大学化学系物理化学教研室 编



南开大学出版社

064-33

N26

355765

物理化学实验

南开大学化学系物理化学教研室 编

南开大学出版社

内 容 简 介

本书前身系南开大学化学系物理化学实验课讲义,有30年的教学实践考验。与同类教材相比,考虑到物理化学实验与物理化学课程同时进行,实验采取循环而不按统一顺序开设,本书在各类实验前重点介绍相关的理论知识,便于读者独立使用;在各个实验后列有“扩展实验”项目,可用作学生独立设计并加强基础训练。

全书共40个实验,可满足教学大纲至少选做14至16个实验的基本要求,有灵活选做的余地。还包括实验室安全、误差与数据处理、基本测量技术、主要仪器和微机应用等内容,以及常用的重要物理化学数据表。

物理化学实验

南开大学化学系物理化学教研室 编

南开大学出版社出版

(天津八里台南开大学校内)

邮政编码300071 电话349318

新华书店天津发行所发行

河北省南宫市印刷厂印刷

1991年10月第1版

1991年10月第1次印刷

开本:850×1168 1/32 印张:21.125 插页:2

字数:564千

印数:1-5000

ISBN7-310-00386-1/O.55

定价:11.80元

前 言

南开大学化学系自开设“物理化学实验”以来，一直使用自编的讲义作为教材。三十多年来，随着教育事业的发展，在教学实践中该讲义的内容不断有所增删和变革。每一位在南开大学化学系承担过“物理化学实验”教学任务的同志，对该讲义的建设都直接或间接地作出过贡献。

本书是在参考国内外一些“物理化学实验”书籍和某些兄弟院校的教材后，根据现有的仪器设备条件，在原讲义的基础上编写而成的。其中，2, 3, 4, 10中的10.1、10.2、10.4, 11中的11.1和12由张华编写；5, 6, 10中的10.3和11中的11.2、11.3、11.5、11.6、11.7、11.8由金世雄编写；1, 7, 8, 9和11中的11.4、11.9、11.10、11.11由顾卓英编写。全书由顾卓英统稿。

与同类教材相比，除了内容上有所不同以外，本书在编写中考虑到物理化学实验课往往以循环形式进行，教学计划又常把物理化学课程及实验安排在同进行，因而，学生常常遇到在理论学习之前先作实验的情况。本书有些部分在实验前集中介绍与实验直接有关的一些理论内容，以减少学生的学习困难。此外，为了训练学生的独立工作能力，基于几年来我们在物理化学实验课程中进行扩展实验的有益经验，在本书的每个实验之后都列有“扩展实验”这一项内容。它可用作学生独立设计和进行实验的课题（所谓扩展实验意指学生在基本实验训练的基础上，要求学生自己设计和完成的实验）。

本书共有40个实验。根据教学大纲的要求，学生一般作20~24个实验。另安排有6次讲座，介绍误差及测量知识等。

由于编者水平有限，本书一定存在许多缺点乃至错误，恳请读者不吝指正。

编 者

目 录

1 绪论	(1)
1.1 物理化学实验课的目的与要求.....	(1)
1.2 实验室安全.....	(3)
2 误差及数据处理	(9)
2.1 误差分类.....	(9)
2.2 误差的表示法.....	(12)
2.3 随机误差的分布特性.....	(15)
2.4 测定结果的统计检验.....	(26)
2.5 间接测量值的误差.....	(33)
2.6 测量结果的正确记录和有效数字.....	(36)
2.7 实验数据的表示方法.....	(38)
3 热化学	(50)
实验 1 燃烧热的测定.....	(54)
实验 2 反应热的测定.....	(63)
实验 3 稀释热的测定.....	(68)
实验 4 气体热容的测定.....	(75)
4 溶液	(81)
实验 5 凝固点降低法测定物质的相对分子质量	(81)
实验 6 弱电解质和强电解质稀溶液 的凝固点降低.....	(88)
实验 7 偏摩尔体积.....	(95)
实验 8 离子强度对溶解度的影响.....	(102)
5 相平衡与化学平衡	(107)

5.1	化学位在相平衡中的应用.....	(108)
5.2	化学位在化学平衡中的应用.....	(109)
5.3	多相反应中的化学平衡.....	(110)
5.4	相律和相平衡.....	(111)
实验 9	液体饱和蒸气压的测定.....	(115)
实验 10	二组分体系的气—液平衡相图.....	(123)
实验 11	热分析.....	(133)
实验 12	部分互溶双液系相图.....	(142)
实验 13	部分互溶三液系的相图.....	(147)
实验 14	分解反应平衡常数的测定.....	(153)
实验 15	液相反应平衡常数的测定.....	(159)
实验 16	配合物组成和稳定常数的测定.....	(162)
6	电化学.....	(170)
6.1	电解质溶液.....	(173)
实验 17	电解质离子迁移数的测定.....	(190)
实验 18	电解质溶液电导的测定.....	(198)
6.2	可逆过程电化学.....	(208)
实验 19	电动势的测定.....	(220)
实验 20	溶液pH与电位滴定.....	(235)
实验 21	电解质溶液活度系数的测定.....	(243)
6.3	不可逆过程电化学.....	(247)
实验 22	氢阴极析出极化曲线的测定.....	(258)
实验 23	阳极析氧反应级数的测定.....	(268)
实验 24	分解极化曲线法研究电极反应.....	(278)
7	化学动力学.....	(285)
7.1	反应速率、反应速率方程、反应 动力学方程及反应级数.....	(285)
7.2	具有简单级数的反应.....	(287)
7.3	化学反应速率规律的测定.....	(292)

7.4	反应活化能的测定	(302)
实验 25	过氧化氢分解反应	(305)
实验 26	蔗糖酸催化转化反应	(312)
实验 27	乙酸乙酯皂化反应	(320)
实验 28	丙酮碘化反应	(326)
实验 29	溶液中的离子反应	(332)
实验 30	蔗糖酶催化转化反应	(342)
实验 31	跳浓驰豫法研究铬酸盐—重铬酸盐溶液反应的动力学性质	(348)
实验 32	流动法研究溶液中的快速反应	(359)
8	表面和胶体化学	(366)
实验 33	气体—溶液界面上的吸附	(366)
实验 34	气相色谱法测定固体比表面	(373)
实验 35	粘度法测定高聚物的相对分子质量	(383)
实验 36	电泳	(393)
9	结构化学	(398)
实验 37	偶极矩的测定	(398)
实验 38	磁化率的测定	(406)
实验 39	HCl的红外光谱	(413)
实验 40	I ₂ 的电子吸收光谱	(422)
10	基本测量技术	(432)
10.1	温度的测量及控制	(432)
10.2	真空技术	(477)
10.3	压力计及气体压力的测定	(497)
10.4	密度的测定	(504)
11	主要仪器	(516)
11.1	单盘天平	(516)
11.2	阿贝折光仪	(519)
11.3	pH计	(524)

11.4	分光光度计	(528)
11.5	自动平衡记录仪	(534)
11.6	电位差计与数字电压表	(537)
11.7	参比电极、电极制备及电源	(545)
11.8	示波器	(560)
11.9	DDS-11A 型电导率仪	(566)
11.10	旋光仪	(569)
11.11	CC-6 型小电容测定仪	(574)
12	用HK C8800微型电子计算机处理物理化学实验	
	数据	(577)
12.1	主机与显示器	(577)
12.2	键盘及删改操作	(578)
12.3	打印机及磁盘的应用	(582)
12.4	实验数据处理计算程序举例	(585)
附录	(594)
表 1	国际单位制的基本单位	(594)
表 2	国际制词冠	(594)
表 3	国际单位制的一些导出单位	(595)
表 4	部分物理化学常数及换算因子	(596)
表 5	国际元素的相对质量表	(598)
表 6	一些液体的蒸气压	(602)
表 7	气压计读数的温度校正值	(609)
表 8	KCl溶液的电导率	(611)
表 9	电解质水溶液的摩尔电导	(612)
表 10	水溶液中标准电极电位	(613)
表 11	强电解质平均离子活度系数	(616)
表 12	强电解质溶液渗透系数	(618)
表 13	正态分布表	(620)
表 14	K_s 值表	(622)

表 15	t 分布表 (双边)	(623)
表 16	IPTS-68 定义圈定点	(624)
表 17	第二类参考点	(625)
表 18	1976 0.5~30K 临时温标 (EPT-76) 的参考点	(626)
表 19	铂铑 ₁₀ -铂热电偶分度表	(627)
表 20	镍铬-镍硅 (镍铬-镍铝) 热电偶分度表	(635)
表 21	镍铬-考铜热电偶分度表	(642)
表 22	铜-康铜热电偶分度表	(646)
表 23	铂热电阻分度表	(650)
表 24	铜热电阻分度表	(659)
表 25	不同温度下液体的密度	(661)
表 26	水和空气界面上的表面张力	(662)
表 27	几种液体的粘度	(663)
表 28	不同温度下水的折光率	(664)
表 29	折光仪校正用的常用标准液体的折光率及其 温度系数	(664)
表 30	用于比表面积计算的常用吸附质的表现分子 截面积	(665)

1 绪 论

1.1 物理化学实验课的目的与要求

物理化学实验是化学实验科学的重要组成部分。物理化学实验的基本方法和技能是化学工作者必须掌握的研究方法和基本功。因此，大专院校化学、化工类专业及其他与化学学科关系较密切的专业都把它列为学生必修的一门重要基础实验课程。该课程的教学目的是：

(1) 使学生掌握物理化学实验的基本方法和技能。培养和提高从事实际工作的能力。

(2) 培养学生细致观察实验现象、准确测定实验数据的能力。使学生掌握正确记录、处理分析实验数据和实验结果的方法。

(3) 加深对物理化学基本原理和概念的理解。培养理论与实际相结合的良好学风。

(4) 培养学生实事求是的科学态度和严肃认真、一丝不苟的科学作风。

上述四点相互联系、相辅相成的，不可有所偏废。

为了达到物理化学实验课程的教学目的，对学习该课程的学生提出如下要求：

(1) 实验前充分预习

作每一实验以前，学生要仔细认真地阅读教材及有关参考资料。从而明确实验目的；弄清实验原理；了解实验方法及要使用的仪器；明确要测定的数据和测定操作步骤。在此基础上，写出实验预习报告。预习报告内容包括实验名称，简要原理，操作计划，实

验注意点，记录测量数据的表格的格式等。只有做好预习，在实验过程中才能做到：思路清晰操作有条不紊；对实验现象及测量数作出正确的分析判断；顺利进行实验并取得好的学习效果。实验指导教师要检查学生的预习情况。没有达到预习要求的学生不得开始实验。学生预习可以到实验室实地观察仪器设备。

(2) 实验时认真细致

学生在实验室作实验要遵守实验室的规章制度和操作规程。动手实验前，首先按实验卡片核对实验的仪器药品，若有缺损，立即向教师申报。检查仪器药品正确无误后，可作洗涤器皿、连接线路等实验准备工作，然后按计划进行操作和测定。操作过程要严格控制好实验条件，仔细观察和分析、思考实验现象，客观、正确、认真地记录原始数据。原始数据要记录在专用本上，不得任意记在纸上或其他地方。原始数据不能任意涂改。实验过程是培养训练学生的动手能力和科学素质的最有效的途径之一。每一实验自始至终要求学生，学习态度要严谨，要勤于动手和动脑，掌握好方法要领和操作技能。实验结束后，由指导教师审查数据，验收仪器装置。破损的仪器要予以登记。

(3) 认真写好实验报告

作完实验后要独立写出实验报告。内容包括：目的、简要原理、仪器药品、实验操作要点、数据及其处理（列出原始数据、所用文献数据、计算数据、计算公式、图形、结果）、讨论（对实验现象和测定数据的分析，实验心得体会、实验结果误差分析，对实验方法和操作的改进意见等。）

实验报告是实验工作的书面总结。通过书写实验报告，培养学生处理、分析、归纳数据和问题的能力。学生要按时交实验报告。报告由指导教师批阅。学生对教师在报告中指出错误之处要进行纠正。报告不合格，要求学生重写。

教师根据学生预习、实验操作和结果、实验报告的优劣综合评定实验成绩。某实验达不到要求，则该实验重作。物理化学实验课

程成绩不及格者，必须重修。

除实验以外，物理化学实验课程还包括误差及数据处理、温度测量、真空技术、电学测量等几项讲座。讲座的目的是在实验方法和技术的几个重要方面总结归纳实验中涉及的内容并在此基础上作一定程度的扩大和深化，使学生对几个重要的测定方法和技术有较全面的认识。

1.2 实验室安全

人身和实验仪器装备的安全是实验得以进行的基本条件。实验室环境的清静和整洁不仅有利于避免事故，并直接影响在实验室学习和工作的人员的身心健康。实验室安全工作首先要做到实验仪器及设备的布局合理、整齐，实验室经常保持整洁及通风良好，实验者用电、用水、用药品、用各种仪器均要遵守安全规则。无机化学实验、物理实验，分析化学实验、有机化学实验等先修基础实验课程中规定的有关实验的各种安全规则在物理化学实验课程中同样必须严格执行。根据物理化学实验的特点，实验者在使用电器设备、精密仪表、高压气体、易燃易爆有毒药品等方面，尤其应该高度重视安全。

(1) 安全用电

违章用电常常可能造成人身伤亡、火灾、损坏仪器设备等严重事故。物理化学实验室使用电器较多。用电安全要特别注意。表1-1列出了50周交流电通过人体时的反应情况。

表1-1 不同电流强度时的人体反应

电流强度(50周交流, mA)	人体反应
1~10	麻木感
10~25	肌肉强烈收缩
25~100	呼吸困难, 甚至停止呼吸
100以上	心脏心室纤维性颤动, 死亡

为保障人身安全，切记不要触摸电源。实验室的所有电闸及电插座都要有绝缘盒套。电线接头不得裸露，应裹上绝缘胶布。损坏的电源接头和绝缘不良的导线应及时更换。电器设备的金属外壳要接地线。操作电器时，手要保持干燥。修理或安装电器设备要切断电源，不得带电进行操作。仪器插头连线要正确，使用时要注意检查导线是否松动脱落，严防短路，不能用试电笔试高压电。

禁止超负荷用电。电闸及各种电器装备上的保险丝应按规定的安全电流范围选用，不得使用大于规定安全电流范围的保险丝，更不能用导线或其他金属丝代替保险丝。否则，超负荷用电易烧坏仪器，引起火灾，造成生命财产的损失。

使用电器、仪表要正确选择电源，接线要正确、牢固，功率匹配要恰当。仪表的量程要与测量数值范围相适应。测量对象的大小不明确时，仪表应从大量程试测，逐步减小到合适量程，以防烧坏仪表。

测量电路要在断电情况下作认真检查，无误后再接通电源。停止测量时应将电源关闭。

各种仪器仪表均要熟悉其使用方法后，方可操作使用。

实验者要熟悉实验室内电源总闸、分闸的位置。一旦产生人体触电或电器着火应立即切断电源，并及时采取救护措施。对触电者要及时进行抢救。扑灭电路火灾不能用水和泡沫灭火器，应使用干粉灭火器或CO₂灭火器。

(2) 用汞安全

高汞盐是剧毒物质。一般吞食0.1-0.3克剂量即发生急性中毒致死。应有专人专柜保管此种剧毒物。使用时严禁入口。实验后做好清洗及后处理。

更重要的是防止因吸入汞蒸气而发生慢性汞中毒。空气中汞蒸气的最大安全浓度为0.1毫克/米³，而20℃时汞的饱和蒸气压为3.776帕，相当于14.25毫克/米³的浓度，比最大安全浓度大140多倍。因此，常温下实验室内用的汞如果暴露在空气中，因自然蒸发可使空

气中汞蒸气的浓度超过安全标准。长期吸入汞蒸气会造成慢性汞中毒。

实验室内要尽量减少用汞。必不可少的用汞，要严格按照用汞规则进行。核心是防止汞的蒸发，尽量减少空气中的含汞量。要避免汞的撒落。因为汞一旦撒落，常呈小珠状滚落在各处，使汞与空气的接触面增大而加速汞的蒸发。使用汞时要注意：

(a) 储汞容器最好用结实的厚壁玻璃或瓷器皿。用烧杯等薄壁玻璃容器只能存放少量汞。否则，由于汞本身较重，会压坏容器而造成撒汞。

(b) 汞的转移要在盛水的浅搪瓷盘上进行。转移要缓慢，不使汞撒到器皿外。一旦有汞撒到浅搪瓷盘水中，要小心倾掉盘内的水，把汞珠收集到器皿中。装汞的仪器装置下面亦要衬托浅搪瓷盘。

(c) 仪器中安装汞或操作时汞可能进入的容器及管道（玻璃管、胶皮管、塑料管等）要完好，连接要牢固，易脱落的连接处要用金属线缚牢，以防止仪器破裂而撒汞。尤其是老化了的胶皮管一定要更换，否则进入的汞容易把它胀裂而撒到各处。

(d) 汞面不能直接露露于空气中。汞面可用水或液体石蜡等覆盖。

(e) 使用水银温度计要小心，防止折断或摔破。水银温度计一旦破裂，其中的水银会撒落，破碎的温度计中存有的水银亦会暴露于空气中。

(f) 一旦因水银温度计破碎，盛汞装置破裂等发生撒汞事件。撒落在地面、桌面、水槽等各处的汞珠，应尽可能仔细收集起来，再用Zn、Cu等金属片摩擦汞落撒的地方，最后在撒汞处覆盖硫磺粉。破坏的仪器上常可能沾有汞，应妥善收拾、处理。

(g) 擦过汞或汞齐的滤纸、吸过汞的玻璃滴管等必须放在盛水的器皿中。不得乱放乱掷。

(h) 装汞的器皿、仪器要远离热源，更不能在烘箱中烘烤。

(i) 用汞最好集中在专门的实验室内。用汞多的实验室应安装低位排风装置。

(j) 手上有伤口者不能触及汞。

(k) 接触汞较多的实验者要定期检查体内含汞量。发现问题及时医治。

(3) 安全使用高压气体

物理化学实验室常常需要使用有一定压力的 N_2 、 H_2 、 O_2 等气体。市售的各种高压钢瓶气体，可由减压器调节气体的压力和流量，能方便地满足对气体的各种不同需要。高压钢瓶气体压力较高，有些是易燃易爆的气体，使用时必须严格遵守安全规则。高压气体钢瓶的分类和规格如表1-2所示。

表1-2 高压气瓶规格

气瓶类型	用途	工作压力/Pa	试验压力/Pa	
			水压	气压
甲	装 O_2 、 H_2 、 N_2 、 CH_4 ，压缩空气及惰性气体等	1.47×10^7	2.21×10^7	1.47×10^7
乙	装纯净水蒸气及 CO_2 等	1.18×10^7	1.86×10^7	1.18×10^7
丙	装 NH_3 、 Cl_2 、光气和异丁烷等	2.94×10^6	5.88×10^6	2.94×10^6
丁	装 SO_2 等	5.88×10^5	1.18×10^6	5.88×10^5

使用高压钢瓶气体应特别注意如下各点：

(a) 盛装不同气体的钢瓶不能调换混用。每种气体的钢瓶都有特定的瓶体颜色及特定颜色的标字（见表1-3）。

(b) 钢瓶上端是总阀门。总阀门侧面是气体输出口，它是连接减压器的螺口。总阀门和此螺口用螺旋口防护瓶帽保护。在搬运钢瓶时一定要旋上防护瓶帽。搬运要平稳、不能强烈振动，更不能撞击坚硬物件。严禁摔抛钢瓶。

(c) 钢瓶应放置在阴凉、干燥的地方，并远离暖气、炉火等

表1-3 高压气瓶颜色标志

气体类别	瓶身颜色	标字颜色	气体类别	瓶身颜色	标字颜色
氮	黑	黄	氨	黄	黑
氧	天蓝	黑	氯	黄绿	黄
氢	深绿	红	其它可燃气体	红	白
二氧化碳	黑	黄	其它不可燃气体	黑	黄
空气	黑	白			

热源。不要使钢瓶在太阳下暴晒，以免钢瓶内的气体因受热而增高压力超出钢瓶的承受程度而引起爆炸。钢瓶放置要稳定牢固（平卧或直立安放），可用帆布安全带或粗金属丝缚绑固定钢瓶。

(d) 钢瓶气体使用时一定要安装减压器。一般多种气体的减压器不能互相混用（可燃性气体的钢瓶连接减压器的螺口是反扣，不可燃气体钢瓶的是正扣）。所用减压器的性能要良好，减压器要上紧在钢瓶上。

(e) 钢瓶气体在不使用时要关好总阀门，排空减压器中的气体（减压器的总压、分压表指针都回到零点），关好减压器的出气阀门。

(f) 开启气瓶时先要检查出气口（即分压表阀门）是否关好。面对总阀门和减压器处不得有人。先用手或扳子拧开总阀门，此时减压器总压表指示钢瓶气体压力，再慢慢打开减压器分压表阀门，调节该阀门至分压表指示的压力为所需压力，最后打开减压器气量调节阀至所需流量。与气瓶连接的实验装置的耐压程度应与钢瓶输出气体的压力相适应，否则装置会因通入气体压力过大而炸裂。发生漏气和冲气现象及其他事故时，应先关闭钢瓶总阀门，再处理其他事项。

(g) 气门、减压器若有漏气现象，应检查修复。严禁用麻、棉或油等有机物涂敷、堵漏。否则可能发生燃烧、爆炸。

(h) 气体钢瓶不能把气用尽。一般使用至瓶内总压为20大气压时即停止使用。瓶内气压过低，再充气时可能混入其他气体而发

生事故。

(i) 氢气、乙炔等易燃易爆气体钢瓶最好放置在专门的屋子内，用导管引入实验室使用，并安装防止回火装置。要尽量防止易燃易爆气体的泄漏。空气中含有该类气体易发生燃烧爆炸。通有易燃易爆有毒的气体的装置的尾气要用导管引至室外。在空气中某些气体的爆炸极限列于表1-4中。

表1-4 气体在空气中的爆炸极限 (20℃, 常压)

气 体	爆炸高限 (体积%)	爆炸低限 (体积%)	气 体	爆炸高限 (体积%)	爆炸低限 (体积%)
氢	74.2	4.0	醋 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	氨 气	27.0	15.5
乙醚	36.5	1.9	煤 气	32	5.3
丙酮	12.8	2.6			

(j) 禁止把可燃气体钢瓶与氧气钢瓶同放在一个实验室内。

(k) 气瓶至少每隔三年要进行一次检验。装腐蚀性气体的钢气瓶至少二年就要检验。不合格的不得使用。减压器也要经常检修，使其处于良好的合格的状态。

(1) 高压气瓶的操作者一定要熟悉钢瓶阀门及减压器的正确使用方法。禁止不熟悉者随意动手，否则易造成安全事故。

高压钢瓶气体由于其压力高和有些气体易燃易爆，一旦出事，危险性极大。因此使用时一定要认真细致，注意安全。

实验室安全不仅直接关系到实验者的生命与国家财产安全，还和他人的安全息息相关。所以人人应该遵守安全规则，制止违反安全规则的一切行为，防止发生事故。