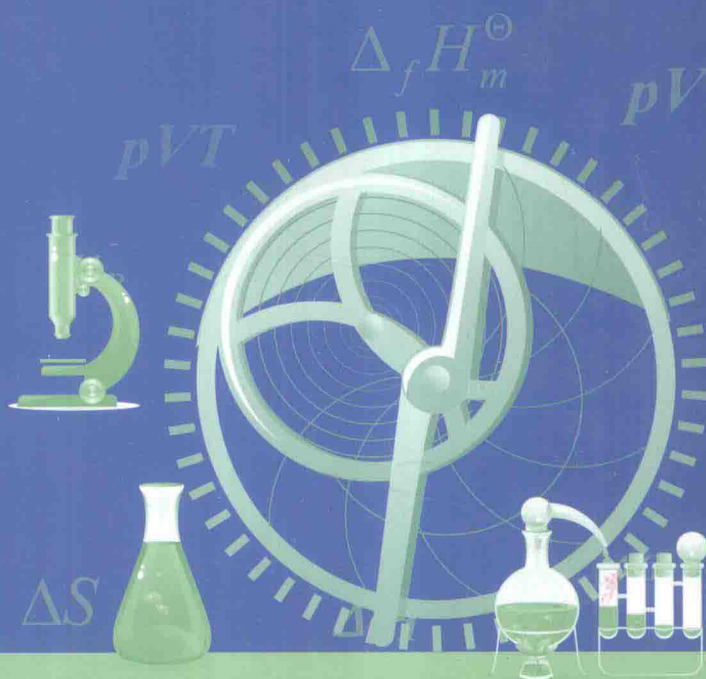
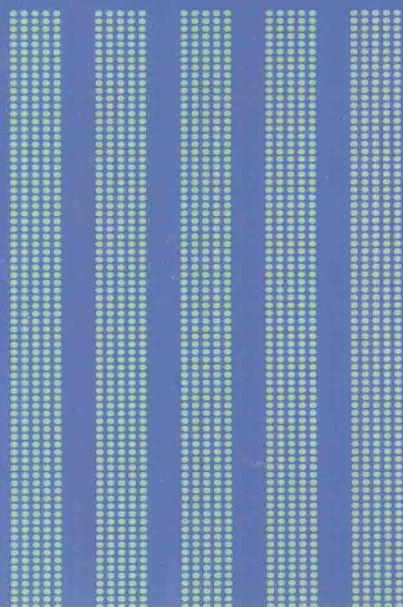


 全国高职高专**石油化工类专业**“十二五”规划教材
中国石油和化学工业优秀出版物奖（教材奖）一等奖



物理化学 实验技术



WULI HUAXUE SHIYAN JISHU

周萃文 主编

尚秀丽 副主编



化学工业出版社

全国高职高专石油化工类专业“十二五”规划教材

物理化学实验技术

周萃文 主 编

尚秀丽 副主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书由绪论、基本实验技术和基础实验三部分组成。其中绪论部分简要介绍了物理化学实验的目的和要求、测量误差及数据的表达、实验室安全与防护。基本实验技术部分内容包括：温度的测量和控制、压力测量技术、气体钢瓶与减压阀、酸度计的使用、光学测量技术、电学测量技术、流动法实验技术。基础实验部分选编了 23 个实验，涵盖了化学热力学、电化学、化学动力学、表面和胶体。

本书可供高职高专院校石油化工生产技术、炼油技术、应用化工、有机化工、煤化工、精细化工、工业分析与检测等相关专业教学使用。

图书在版编目 (CIP) 数据

物理化学实验技术/周萃文主编. —北京：化学工业出版社，2013.1 (2016.1 重印)

全国高职高专石油化工类专业“十二五”规划教材
ISBN 978-7-122-16082-9

I. ①物… II. ①周… III. ①物理化学-化学实验-高等职业教育-教材 IV. ①O64-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 304488 号

责任编辑：窦 臻 张双进 提 岩
责任校对：边 涛

文字编辑：林 媛
装帧设计：王晓宇

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 装：大厂聚鑫印刷有限责任公司
787mm×1092mm 1/16 印张 9 字数 212 千字 2016 年 1 月北京第 1 版第 3 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：20.00 元

版权所有 违者必究

全国高职高专石油化工类专业“十二五”规划教材

编审委员会

主 任 曹克广

副主任 陈炳和 潘正安 张方明 徐继春 杨永杰

秘书长 温守东

委 员 (按姓氏汉语拼音排序)

曹克广	陈炳和	丁玉兴	方绍燕	冯文成
甘黎明	康明艳	郎红旗	冷士良	李晓东
李 勇	李志贤	刘建成	刘琼琼	刘耀鹏
刘振河	卢永周	马长捷	潘正安	齐向阳
尚秀丽	沈发治	孙乃有	索陇宁	王芳宁
王 伟	王英健	温守东	徐继春	徐忠娟
杨兴锴	杨永杰	尹兆明	张方明	郑哲奎

前 言

《物理化学实验技术》是根据教育部高职高专化工技术类专业教学指导委员会、中国化工教育协会全国化工高等职业教育教学指导委员会、化学工业出版社审定的全国高职高专石油化工类专业“十二五”规划教材之一。

物理化学实验课程是一门专业基础技能实训课,是为后续专业课程及专业实训课程的学习进行技能培养。本书结合近几年高职高专对石油化工技术类专业人才培养方案改革的具体培养目标,对物理化学实验技术做较大的调整,以便更好地适应“工学结合”课程的教学安排,有利于加深学生对理论课内容的理解,激活其科学研究的思维方法,是《物理化学》的配套实验教材。

本书主要包括基本实验技术和基础实验两大篇,其中基础实验篇由化学热力学、电化学、化学动力学、表面和胶体实验构成。在保留经典的重要实验内容的基础上,吸收了同类教材优点,本书具有下述特点:

1. 涵盖了各部分理论内容,帮助学生理解物理化学各部分的难点、重点及科学的研究方法,学会通过设计实验达到求证某一规律的目的。
2. 删除了物理化学实验中理论性较强的项目,增加了部分培养学生操作能力及生产实践中常用的测定项目,能够更好地适合高职高专学生学习。
3. 选用了一些目前较先进的测定方法和仪器,同时也兼顾了多数学校现有仪器的情况,供各类学校根据本校具体情况选择使用。
4. 对于一些物理常数的测定,选用不同的方法,满足不同专业的需求。

本书由兰州石化职业技术学院周萃文任主编,并编写第一篇、第二篇中第三部分以及附录的整理;兰州石化职业技术学院尚秀丽任副主编,并编写绪论及第二篇中第一部分;甘肃有色冶金职业技术学院陈艳丽编写第二篇中第二部分;山东科技职业学院王崇妍编写第二篇中第四部分。全书由周萃文统稿,并负责拟订编写提纲及最后的修改定稿工作。

本书在编写过程中得到了化学工业出版社和笔者所在学校的大力支持。在编写过程中编者参考了一些教材,借鉴了许多专家学者的研究成果。在此,对这些专家学者表示衷心的感谢和崇高的敬意。

本教材主要作为高职高专院校石油化工生产技术和炼油技术专业的教学用书,同时也适用于有机化工、煤化工、高聚物、精细化工、工业分析与检测等相关专业教学使用。

高职教育发展速度很快,课程体系改革也在不断深化,本教材的编写我们尽了自己的最大努力,但限于水平,疏漏之处在所难免,恳请专家及使用本教材的师生提出宝贵意见。

编 者
2012年9月

目 录

绪 论

第一节 物理化学实验的目的和要求	1	一、实验室用电安全	5
一、物理化学实验的目的	1	二、实验室高压气瓶的安全使用	6
二、物理化学实验的要求	1	三、实验室防火安全	7
第二节 测量误差及数据的表达	2	四、化学烧伤及割伤的预防	7
一、误差的分类	2	五、汞中毒的预防常识	8
二、误差分析	3	六、实验室一般急救规则	8
第三节 实验室安全与防护	5		

第一篇 基本实验技术

第一节 温度的测量和控制	9	二、pHS-3D 型酸度计	30
一、温度的测量	9	第五节 光学测量技术	31
二、温度的控制	15	一、阿贝折射仪	31
第二节 压力测量技术	19	二、旋光仪	33
一、压力的简单介绍	19	三、分光光度计	37
二、气体压力的测定	20	第六节 电学测量技术	38
三、气压计	21	一、电导的测定	39
四、真空技术	22	二、电动势的测定	42
第三节 气体钢瓶与减压阀	27	三、常用电气仪表	46
一、气体钢瓶	27	第七节 流动法实验技术	49
二、减压阀	27	一、流体的加料方式	49
第四节 酸度计的使用	29	二、气体流量和压力的控制	50
一、酸度计的测量原理	29	三、气体流量的测定	51

第二篇 基础实验

第一部分 化学热力学	54	电势测定法	64
第一节 量热法	54	第三节 溶解度法和平衡蒸馏法	66
一、量热原理	54	一、溶解度法	66
二、量热系统热容量的测定	54	二、平衡蒸馏法	66
三、测量反应热的设备	55	实验五 三元液系相图的绘制——	
四、热漏的校正	55	溶解度法	66
实验一 燃烧热的测定——恒容量热法	56	实验六 二元液系沸点组成图的绘制——	
实验二 中和热的测定——恒压量热法	59	平衡蒸馏法	69
第二节 热分析法	61	第四节 系统压力的测量	71
实验三 固体物质分子量的测定——凝固点		一、静态法	72
降低法	61	二、动态法	72
实验四 Bi-Cd 二元金属相图的绘制——热		三、饱和气流法	72

实验七 液体饱和蒸气压的测定——动态法	72	一、反应时间的测量	96
实验八 乙醇饱和蒸气压的测定——静态法	74	二、反应过程浓度的测定	96
第五节 平衡常数的测定	76	第一节 化学反应动力学参数的测定	96
一、平衡常数的表示法	76	实验十六 蔗糖水解反应速率常数的测定——旋光度测定法	97
二、平衡常数的测定方法	76	实验十七 乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定——电导法	99
实验九 碘和碘离子反应平衡常数的测定——化学分析法	77	实验十八 丙酮碘化反应速率常数的测定——分光光度法	102
实验十 甲基红电离平衡常数的测定——分光光度法	79	第二节 催化剂活性的测定	105
第二部分 电化学	82	实验十九 甲醇催化分解的催化剂活性测定——流动法	105
第一节 电解质溶液电导的测量	82	第四部分 表面和胶体	108
一、电化学基本概念	82	第一节 表面性质的研究方法	108
二、电解质溶液电导的测量仪器	83	一、液体表面性质的研究方法	108
实验十一 强电解质极限摩尔电导率的测定——电导率仪测定法	83	二、固体表面性质的研究方法	108
实验十二 乙酸电离常数的测定——电导率仪测定法	84	实验二十 液体表面张力的测定——最大气泡压力法	109
第二节 电动势的测定	85	实验二十一 活性炭比表面的测定——溶液吸附法	112
实验十三 原电池电动势的测定——对消法	87	第二节 溶胶的性质与制备	115
实验十四 电解质溶液活度系数的测定——电动势法	90	一、溶胶的性质	115
第三节 电极极化的测定	92	二、溶胶的制备方法	115
一、电化学稳态的含义	92	三、溶胶的除杂方法	116
二、三电极系统简介	92	实验二十二 高聚物分子量的测定——黏度法	117
三、影响金属钝化过程的几个因素	92	实验二十三 溶胶的制备及其性质实验——凝聚法	121
实验十五 碳钢在碳酸铵溶液中的极化曲线的测定——恒电位法	93		
第三部分 化学动力学	96		
附录	124		
附录一 国际单位制 (SI)	124	附录九 液体的黏度	128
附录二 水的蒸气压	125	附录十 摩尔凝固点降低常数	128
附录三 常见物质的蒸气压	125	附录十一 某些有机化合物的燃烧热	129
附录四 水的密度	126	附录十二 不同温度下 KCl 的电导率 κ	129
附录五 某些液体的密度 (单位为 $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$)	126	附录十三 一些离子在水溶液中的摩尔电导率 (25℃)	130
附录六 液体的折射率 (25℃)	127	附录十四 强电解质的离子平均活度系数 $\gamma_{\pm}$ (25℃)	132
附录七 水的黏度	127		
附录八 水对空气的表面张力	128		
参考文献	133		

绪 论

第一节 物理化学实验的目的和要求

一、物理化学实验的目的

物理化学实验是化学实验科学的重要分支，它综合了化学领域中各分支所需要的基本研究工具和方法。它与物理化学课程紧密配合，但又是一门独立的，理论性、实践性和技术性很强的课程。

(1) 通过物理化学实验，巩固并加深对物理化学相关理论和概念的理解。

(2) 掌握物理化学实验的基本方法和相关实验技术；了解常用仪器的构造原理并掌握其使用方法。

(3) 通过物理化学实验培养学生的创新思维和能力，培养科学研究的综合能力。

二、物理化学实验的要求

1. 预习

对实验内容及有关的参考资料进行仔细阅读，认真预习实验。预习要求做到明确实验目的，理解实验原理，清楚实验步骤和相关注意事项，可设计实验数据的记录表格等。

2. 实验

(1) 首先核对仪器和药品试剂，对于不熟悉的仪器及设备，应仔细阅读说明书或请教指导教师。仪器安装完毕后，需经指导教师检查方能开始实验。

(2) 公用仪器及试剂不要随意变更原有位置，用毕要放回原处。若遇有仪器损坏，应立即报告指导教师。

(3) 实验时要认真操作，仔细观察，积极思考。实验数据要及时、如实、详细地记录在报告上，不得涂改和伪造。

(4) 实验完毕后，将实验数据交与指导教师检查。

(5) 离开实验室前，应清洗核对仪器设备，做好实验室清洁卫生，指导老师检查合格后，方可离开实验室。

3. 实验报告

实验操作完成之后，需要分析实验现象，整理实验数据，把直接的感性认识提高到理性认识阶段，对所学知识举一反三，得到更多的东西，这是更为重要的工作。这些工作都需要通过书写实验报告来训练和完成。实验报告是实验结果的记录，是思维的记录，是实验的永久性的记录。因此要书写简洁，准确填写，字迹端正、清晰。

由于实验类型不同，对实验报告的要求、格式等也有所不同，但对实验报告的内容大同小异，一般包括三部分，即预习部分、记录部分和数据整理部分。

(1) 预习部分（实验前完成） 预习部分通常包括下列内容：

① 实验题目；

- ② 实验日期;
- ③ 实验目的;
- ④ 实验原理, 要求简要地用文字和化学反应式说明。
- ⑤ 仪器药品, 包括所用仪器型号、重要的仪器装置图、药品规格及溶液浓度等。
- ⑥ 简明扼要写出实验步骤。

(2) 记录 又称原始记录, 要根据实验类型自行设计记录项目或表格, 在实验中及时记录。这部分内容一般包括实验药品及用量、实验条件、实验现象、检测数据(有的实验数据直接由仪器自动记录或画成图像)等。

① 记录必须准确、简明、清楚, 要使别人也容易看懂。

② 记录本和篇页不要随便撕去, 不可用小片纸做实验记录。

③ 记录若有错误, 可在原数据上画一杠再在旁边记下正确值, 不得涂改。每次实验结束时, 应将所得数据交老师审阅, 然后进行计算, 绝对不允许私自凑数据。

④ 在记录数据时, 一切数字都应记录到第一位可疑数字为止。

(3) 数据整理及结论(实验后完成) 这部分包括结果计算、实验结论、问题讨论及现象分析等。

① 结果计算与结论 对于制备与合成类实验要求有理论产量计算, 实际产量及产率计算; 对于分析类实验要求写出计算公式和计算过程, 并计算实验误差且报告结果; 对于物理化学参数测定有必要的计算公式和计算过程, 并用列表法或图解法表达出来。

② 问题讨论 对实验中遇到的问题、异常现象进行讨论, 分析原因, 提出解决办法, 对实验结果误差进行分析, 说明原因。

③ 实验总结 对所做实验进行总结并做出结论, 对实验提出改进意见。

第二节 测量误差及数据的表达

在科学实验中, 由于科学水平的限制和认识能力的不足, 一切实验结果都具有误差。只有知道结果的误差, 才能了解结果的可靠性, 决定这个结果对科研和生产是否有价值, 进而对实验方法、实验技术以及仪器的正确选用、搭配等问题进行改进。如在实验前能清楚该测量允许的误差大小, 则可以正确地选择适当精度的仪器、实验方法和条件控制, 不致过分提高或降低实验的要求。此外, 通过数据列表、作图、建立数学关系等处理方法, 对于实验结果的获得也是必不可少和非常重要的。

一、误差的分类

在测量时, 由于所用仪器、实验方法、条件控制和实验者观察局限等因素的限制, 任何实验都不可能测得一个绝对准确的数值, 测量值和真值之间必然存在着一个差值。

一切物理量的测定, 可分为直接测量和间接测量两种。直接表示所求结果的测量称为直接测量, 若所求的结果由数个测量值以某种公式计算而得, 则这种测量称为间接测量。物理化学实验中的测量大都属于间接测量。

根据性质的不同可将误差分为三类, 即系统误差、偶然误差、过失误差。

1. 系统误差

一系列测量值的平均值与真值的偏差称为系统误差。作为比较的数值是真值, 故真值如

何求得是发现有无系统误差存在的关键。对一般测量而言,通常是以国家标准仪表作为求取真值的仪器,以高一级校正过的仪器多次测量所得的算术平均值或是文献手册上的公认值作为真值。

系统误差是一类按某一确定规律变化的误差,实验条件一经确定,系统误差就获得了一个客观上的定值,多次测量也不能减弱它的影响。通常引起系统误差的原因有:

(1) 实验方法本身的限制,如反应没有完全进行到底,指示剂选择不当,计算公式有某些假定及近似等。

(2) 使用的仪器不够精确,如滴定管的刻度不准,仪器的不稳或失灵,试剂不良等。

(3) 实验者个人习惯所致的主观误差,使测量数据有习惯性的偏高或偏低,对某颜色辨别能力较迟钝等。

系统误差在相同条件下重复实验无法消除,但可以通过测量前对仪器进行校正或更换,选择合适的实验方法,修正计算公式,用标准样品等方法来减少。只有不同实验者用不同的校正方法、不同的仪器所得数据相符合,才可认为系统误差基本消除。

2. 偶然误差

偶然误差是一系列测量数据中每一观测值对平均值的偏差。它是由于各种因素的变化而引起的不可预测但具有抵偿性的误差。如实验者视觉、听觉不灵敏,对仪器最小分度值以下的估计难以完全相同或操作技巧的不熟练;又如在测量过程中外界条件的改变,如温度、压力不恒定、机械的震动、电磁场的干涉等。偶然误差的大小和符号服从正态分布规律,见图 0-1。若观测的次数足够多时,误差的大小及正负误差出现的机会完全由概率决定。因此,偶然误差与测量次数有关,多次重复测量的算术平均值是其最佳的代表值。

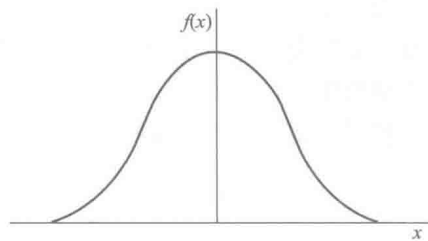


图 0-1 偶然误差的正态分布曲线

3. 过失误差

这是一种与事实不符的误差,它主要是由于实验者粗心大意,操作不正确,读错数据,记录错误等所引起。此类误差无规则可寻,只要实验者提高警惕,正确、细心操作即可避免。

二、误差分析

1. 准确度和精密度

准确度表示测量值和真值的接近程度,反映测量结果的正确性。精密度表示同一物理量多次测量结果的彼此符合程度,反映测量结果的重复性和再现性。它们是表示测量结果可靠程度的两个不同的概念。精密度高的测量结果,多次测量重复性好,但并不一定准确度高,可能与真值有较大的偏差。这是由于相同的因素引起恒定误差所致。准确度高的测量结果必须要有好的精密度来保证,否则精密度不高说明测量值本身就不可靠,当然不能说准确度高。

2. 误差的表示方法

(1) 绝对误差与相对误差 误差可以用绝对误差和相对误差来表示。它们都是测量值准确度的度量,误差绝对值越小,测量值的准确度越高。绝对误差等于测量值减真值,它具有

与测量值相同的单位。相对误差等于测量值的绝对误差在真值中所占的分数或百分数，它是无量纲量。

$$\text{绝对误差} = \text{测量值} - \text{真值}$$

$$\text{相对误差} = \text{绝对误差} / \text{真值}$$

绝对误差可以评定测量值与真值的偏差大小。例如，用分析天平称量两个样品的质量，测量值分别为 1.0001g 及 0.1001g，若真值分别为 1.0000g 及 0.1000g，则它们的绝对误差都是 0.0001，说明与真值偏离了相同的值。但它们的相对误差分别为 0.01% 及 0.1%，相差 10 倍，说明前一样品测量准确度更高。此外，相对误差可以比较不同物理量测定的准确度大小，而绝对误差则不能。

计算误差时都需要用到真值，物理化学实验中常将文献值、手册值作为真值，有时也用更精确的仪器测量真值，或用更精确的方法测量的结果作为真值。

(2) 多次测量的误差表示法 有些物理量在实验中可对同一量值进行多次等精度重复测量。由于偶然误差的存在，每个测量值一般都不相同，它们围绕着这组测量结果的算术平均值有一定的分散。这个分散程度说明了单次测量值的不可靠性，故有必要找一个数值作为这组测量值中单次测量值不可靠性的评定标准。

若对一真值为 T 的物理量作了 n 次测量。在消除系统误差后， n 次测量结果分别为 x_i

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \cdots + x_n}{n} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

($i=1, 2, \cdots, n$)。由于真值 T 常不可知，可用所有 x_i 值的算术平均值 $\bar{x}$ 代替。

为了反映 n 次测量的精密度和准确度，常用以下几个概念：

绝对偏差

$$d_i = x_i - \bar{x}$$

相对偏差

$$d_r = \frac{d_i}{x} \times 100\% = \frac{x_i - \bar{x}}{\bar{x}} \times 100\%$$

平均偏差

$$\bar{d} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}|$$

相对平均偏差

$$\bar{d}_r = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\%$$

标准偏差

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

相对标准偏差

$$S_r = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\%$$

平均偏差和标准偏差都可以表示测量结果的精密度。平均偏差或标准偏差越小，精密度越高。实验结果可以表示为

$$\bar{x} \pm \bar{d} \quad \text{或} \quad \bar{x} \pm S$$

由于偶然误差服从正态分布规律，标准偏差比平均偏差能更好地体现测量的精密度。在标准偏差计算中，单次测量偏差平方以后，更突出了较大偏差的作用。因此，标准偏差小，说明单次测量的可靠性大，测量精度高。标准偏差可以作为单次测量不可靠性的评价标准。例如，甲、乙两个学生对同一试样的分析结果如表 0-1 所示：

表 0-1 甲、乙两个学生对同一试样的分析结果

甲				乙			
i	x_i	$ x_i - \bar{x} $	$ x_i - \bar{x} ^2$	i	x_i	$ x_i - \bar{x} $	$ x_i - \bar{x} ^2$
1	257.6	2.6	6.76	1	256.1	1.01	1.21
2	257.4	2.4	5.76	2	255.0	0	0
3	253.0	2.0	4.00	3	258.9	3.9	15.21
4	253.5	1.5	2.25	4	250.2	4.8	23.04
5	253.5	1.5	2.25	5	254.8	0.2	0.04
Σ	1275.0	10.0	21.02	Σ	1275.0	10.0	39.53
	$\bar{x}=255.0$	$\bar{d}=2.0$	$S=2.3$		$\bar{x}=255.0$	$\bar{d}=2.0$	$S=3.1$

从表中数据可知, 甲的测量精密度比乙高。但两人的平均偏差都是 2.0, 而标准偏差却分别为 2.3 及 3.1。所以准确地表示测量精密度应使用标准偏差。由于标准偏差的计算比较烦琐, 常用平均偏差表示精密度, 尤其是测量次数很少时。有时也用相对平均偏差或相对标准偏差表示测量结果的精密度。

第三节 实验室安全与防护

每一类化学实验室都有其特点。这里仅就基础物理化学实验的相关内容, 介绍物理化学实验室的安全知识。

一、实验室用电安全

(1) 操作电器时, 手必须干燥, 因为手潮湿时电阻显著变小, 易于引起触电。严禁使用湿布擦拭正在通电的设备、电门、插座、电线等, 电器设备上和电线线路上严禁潮湿。

(2) 一切电源裸露部分都应配备绝缘装置, 电源开关应有绝缘盒, 电线接头必须包以绝缘胶布或套胶管。所有电器设备的金属外壳应接地线。已损坏的接头或绝缘不好的电线应及时更换, 不能直接用手触摸绝缘不好的通电电器。

(3) 每个实验室都有规定允许使用的最大用电负荷, 每路电线也有规定的限定用电负荷, 超过时会使导线发热着火。导线不慎短路也容易引起事故。控制负荷超载的简便方法是按限定用电负荷使用熔断片(保险丝)。

(4) 电线接头间要接触良好、紧固, 避免在振动时产生电火花。电火花可能会引起实验室的燃烧与爆炸。禁止高温热源靠近电线。实验室内不应有裸露的电线头; 电源开关箱内, 严禁堆放物品, 以免触电或燃烧。

(5) 电动机械设备使用前应检查开关、线路、安全地线等各部设备零件是否完整妥当, 运转情况是否良好。实验室的电器设备和电路不得私自拆卸及任意进行修理, 也不能自行接电器设备和电路, 必须由专门的技术人员进行操作。

(6) 启动或关闭电器设备时, 必须将开关扣严或拉妥, 防止似接非接状况。使用电子仪器设备时, 应先了解其性能, 按操作规程操作, 若电器设备发生过热现象或出现焦糊味时, 应立即切断电源并查明原因。

(7) 要警惕实验室内发生电火花或静电, 尤其在使用可能构成爆炸混合物的可燃性气体时, 更需注意。如遇电线走火, 切勿用水或导电的酸碱泡沫灭火器灭火, 应切断电源, 用沙子或二氧化碳灭火器灭火。

(8) 养成实验结束及时关闭仪器电源, 最后离开实验室时关闭实验总电源和照明电源的习惯。

二、实验室高压气瓶的安全使用

1. 气瓶内装气体的分类

(1) 压缩气体 临界温度低于 -10°C 的气体经加高压压缩后, 仍处于气态者称为压缩气体, 如氧、氮、氢、空气、氩、氦等气瓶的气体。这类气体钢瓶设计压力大于 12MPa , 称为高压气瓶。

(2) 液化气体 临界温度 $\geq 10^{\circ}\text{C}$ 的气体经加高压压缩, 转为液态并与其蒸气处于平衡状态者称为液化气体, 如二氧化碳、氧化亚氮、氨、氯、硫化氢等。

(3) 溶解气体 单纯加高压压缩可能会产生分解、爆炸等危险的气体, 必须在加高压的同时, 将其溶解于适当溶剂中, 并由多孔性固体填充物所吸收。在 15°C 以下压力达 0.2MPa 以上者称为溶解气体, 如乙炔。

2. 压缩可燃性气体和助燃性气体的性质及安全使用

(1) 乙炔 乙炔气瓶是将颗粒活性炭、木炭、石棉或硅藻土等多孔性固体填充物填充在气瓶内, 再将丙酮掺入, 通入乙炔气使之溶解于丙酮中, 直至 15°C 时压力达 1.52MPa 。

乙炔是极易燃烧、爆炸的气体。含有 $7\%\sim 13\%$ 乙炔的乙炔-空气混合物和含有大约 30% 乙炔的乙炔-氧气混合物最易爆炸。未经净化的乙炔内可能含有少量的磷化氢, 气态磷化氢在 100°C 时就会自燃, 而液态磷化氢甚至不到 100°C 就会自燃。因此, 当乙炔中含有空气时, 有磷化氢存在就可能引起乙炔-空气混合物的起火爆炸。乙炔和铜、银、汞等金属或盐接触, 会生成乙炔铜和乙炔银等易爆炸物质, 所以凡供乙炔用的器材都不能使用银和铜的合金。乙炔和氯、次氯酸盐等化合物相遇会发生燃烧和爆炸。因此, 乙炔燃烧着火时, 绝对禁止使用四氯化碳灭火器。

乙炔气瓶应放在通风良好处, 室温要低于 35°C 。原子吸收法使用乙炔时, 管路上应装阻止回火器, 防止回火。在开启乙炔气瓶之前, 要先供给燃烧器足够的空气, 再供乙炔气; 关气门时先关乙炔气, 后关空气。当乙炔气瓶内压力降至 0.3MPa 时, 须更换。

(2) 氢气 氢气为易燃气体, 存放氢气瓶处要严禁烟火。氢气密度小, 易从微孔漏出, 而且它的扩散速度快, 易与其他气体混合。氢气和空气混合物的爆炸极限为 $4.1\%\sim 7.5\%$ (氢的体积分数)。氢气燃烧速率比烃类化合物气体快, 可采用肥皂水检查法来检查氢气导管、阀门是否漏气时, 绝对不能采用明火检查。

(3) 氧气 氧气是强烈的助燃气体, 纯氧在高温下尤其活泼。当温度不变而压力增加时, 氧气可与油类物质发生剧烈的化学反应而引起发热自燃, 产生爆炸。因此, 氧气瓶一定要严防同油脂接触, 减压阀及阀门绝对禁止使用油脂润滑。氧气瓶内绝对不能混入其他可燃性气体, 或误用其他可燃性气体气瓶来充灌氧气。氧气瓶一般是在 20°C 、 15MPa 气压条件下充气的。氧气瓶的压力会随温度的升高而增高, 因此要禁止气瓶在强烈阳光下暴晒, 以免瓶内压力过高而发生爆炸。

3. 高压气瓶的安全使用

(1) 气瓶必须存放于通风、阴凉、干燥、隔绝明火、远离热源、防暴晒的房间内, 要有

专人管理。

(2) 使用气瓶时要直立固定放置,防止倾倒。

(3) 气瓶搬运前一定要事先戴上气瓶安全帽,以防不慎摔断瓶嘴发生爆炸事故。钢瓶身上必须具有两个橡胶防震圈。乙炔瓶严禁横卧滚动。

(4) 高压气瓶首次使用前要经耐压试验,使用期间的钢瓶每隔三年至少要进行一次检验。用于装腐蚀性气体的气瓶至少检验一次。

(5) 气瓶的减压阀要专用,安装时螺扣要上紧,至少旋进 7 圈螺纹,不得漏气。开启高压气瓶时,操作者应站在气瓶口的侧面,动作要慢,以减少气流摩擦,防止产生静电。

(6) 氢气瓶等可燃性气体气瓶与明火的距离不应小于 10m。氧气瓶及其专用工具严禁与油类物质接触,操作人员也不能穿戴沾有各种油脂或油污的工作服和工作手套等。

(7) 瓶内气体不得全部用尽,一般应保持 0.2~1MPa 的余压。

三、实验室防火安全

(1) 一旦发生火情,应及时采取灭火措施,防止火势蔓延。当即切断现场电源并关闭一切易燃、易爆气体,移开可燃性物体,用湿布或石棉布覆盖火源灭火。如火势较猛,应根据具体火情使用合适的灭火器灭火,并立即联系救援。

(2) 电线或电器设备起火时,应先切断电源总开关,再用四氯化碳灭火器灭火,严禁用水或泡沫灭火器对燃烧的电线灭火。

(3) 如衣服着火,应立即用湿布、石棉布或毯子之类物品蒙盖在着火者身上灭火;如着火面积较大,可躺在地上打滚。避免气流流向着火的衣服,使火焰增大。

(4) 实验室着火不宜用水灭火。加热样品或实验过程中小范围起火时,应立即拔去电插头,关闭总电闸,用湿布或石棉布扑灭明火。液体和固体化学品着火时,应用消防砂、泡沫灭火器或干粉灭火器灭火,千万不可用水灭火。精密仪器着火,应用四氯化碳灭火器灭火。

(5) 火灾中可使用的各种灭火器

① 四氯化碳、1211 灭火剂均属卤代烷灭火剂,遇高温时可形成剧毒的光气,使用时要注意防毒。但它们有绝缘性能好、灭火后在燃烧物上不留痕迹,不损坏仪器设备等特点,适用于扑灭精密仪器、贵重图书资料和电线等的火情。

② 7150 灭火剂的主要成分三甲氧基硼氧六环受热分解,吸收大量热,并在可燃物表面形成氧化硼保护膜,隔绝空气,使火熄灭。

四、化学烧伤及割伤的预防

(1) 如强酸、强碱、浓氨水、氯化氧磷、浓过氧化氢、氢氟酸、冰醋酸和溴水等腐蚀性刺激药品,取用时尽可能戴上橡胶手套和防护眼镜等。

(2) 严禁采用背、扛的方法搬运装酸或其他腐蚀性液体的大瓶,要用手推车搬运。要用特制的虹吸管移出危险性液体,并佩戴防护眼镜、橡胶手套。

(3) 稀释浓硫酸时,必须在耐热容器内进行,并且在不断搅拌下,慢慢地将浓硫酸加入水中。在溶解氢氧化钠、氢氧化钾等发热物质时,也必须在耐热容器中进行。

(4) 取下正在沸腾的水或溶液时,须用烧杯夹夹住摇动后取下,以防突然剧烈沸腾溅出溶液伤人。

(5) 往玻璃管上套橡胶管或将玻璃管插进橡胶塞孔内时,必须正确选择合适的匹配直径,先将玻璃管端面烧圆滑,冷却后用水或甘油湿润管壁及塞孔,并用布裹住手,以防玻璃

管破碎时割伤手。把玻璃管插入塞孔内时，必须握住塞子的侧面，不能把它撑在手掌上。

(6) 装配或拆卸玻璃仪器装置以及仪器设备时，要小心地进行，最好佩戴纱手套，防备玻璃仪器破损割手或锋利硬质物件伤手。

五、汞中毒的预防常识

物理化学实验室还会接触带汞的仪器，有时也会做带汞的实验。汞是在温度 -39°C 以上唯一能保持液态的金属，它易挥发，其蒸气极毒。室温下，在空气中汞的饱和蒸气的含量达 $1.5\times 10^{-2}\text{mg/L}$ 。汞能聚积于体内，如每日吸入 $0.05\sim 0.1\text{mg}$ 汞蒸气，数月之后就有可能发生汞中毒。所以必须严格遵守下列安全用汞的操作规定：

(1) 汞不能直接露于空气中。在装汞的容器中，应在汞面上加水或用其他液体覆盖。

(2) 一切倒汞操作，无论量多少，一律在浅磁盘上进行（盘中装水），在倾去汞上的水时，应先在磁盘上把水倒入烧杯，而后再把水由烧杯倒入水槽。装汞的仪器下面一律放置浅磁盘，使得在操作过程中偶然洒出的汞滴不致撒落桌上或地面。

(3) 储存汞的容器必须是结实的厚壁玻璃或瓷器。以免由于汞本身的重量而使容器破裂。如果用烧杯盛汞，不得超过 30mL 。

(4) 万一有汞掉在地上、桌上或水槽等地方，应尽可能地用吸汞管将汞珠收集起来，再用能成汞齐的金属片（如 Zn 、 Cu ）在汞溅落处扫过，最后用硫黄粉覆盖在有汞溅落的地方，并摩擦之，使汞变成 HgS ；亦可用 KMnO_4 溶液使汞氧化。

(5) 擦过汞的滤纸或布块必须放在有水的瓷缸内。手上有伤口，切勿触及汞。

(6) 用汞的实验室应有良好的通风设备，并最好与其他实验室分开，经常通风排气。装有汞的仪器应避免受热。汞应放在远离热源之处，严禁将有汞的器具放入烘箱。

六、实验室一般急救规则

(1) 普通轻度烧伤，可用清凉剂擦于创伤处，并包扎好；略重的烧伤可视烧伤情况立即送医院处理；遇有休克的伤员应立即通知医院前来抢救、处理。

(2) 化学烧伤时，应迅速解脱衣服，首先清除残存在皮肤上的化学药品，然后用水多次冲洗，同时视烧伤情况立即送医院救治或通知医院前来救治。眼睛受到任何伤害时，应在医生到来前即抓紧时间，立即用蒸馏水冲洗眼睛，冲洗时必须用细水流，而且不能直射眼球。

(3) 小的创伤可用消毒镊子或消毒纱布把伤口清洗干净，并用医用碘酒涂在伤口周围并包扎好。出血较多时，可用压迫法止血，同时处理好伤口，扑上止血消炎粉等，较紧地包扎好即可。较大的创伤或者动、静脉出血，甚至骨折时，应立即用急救绷带在伤口出血部上方扎紧止血，用消毒纱布盖住伤口，立即送医院救治。止血时间长时，应每隔 $1\sim 2\text{h}$ 放松一次，以免肢体缺血坏死。

(4) 对于中毒者，在送往医院之前，应尽快将患者从中毒物质区域中移出，并尽量弄清致毒物质，以便协助医生排除中毒者体内毒物。如遇中毒者呼吸停止、心脏停搏时，应立即施行人工呼吸、心脏按摩。

(5) 有人触电时应立即切断电源或设法使触电人脱离电源；患者呼吸停止或心脏停止跳动时应立即施行人工呼吸或心脏按摩。特别注意出现假死现象时，千万不能放弃抢救，要尽快送往医院救治。

第一篇 基本实验技术

第一节 温度的测量和控制

温度是表征物体冷热程度的一个物理量，从微观角度说，温度是表征分子无规则运动强度大小（即分子平均动能大小）的物理量。当两个不同温度的物体相接触时，必然有能量以热量形式由高温物体传递至低温物体，当两物体处于热平衡时，温度就相同，这就是温度测定的基础。温度的测定值与温标的选定有关。

一、温度的测量

实际工作中，可利用某些物质对温度的敏感，其物理性质又能高度重现的特性制成温度计进行测量。测定温度的仪表称为温度计，按照它们的测量方式可分为接触式测温与非接触式测温两类。

接触式测温：两个物体接触后，在足够长的时间内达到热平衡，两个互为热平衡的物体温度相等。如果将其中一个选为标准，当作温度计使用，它就可以对另一个物体实现温度测定，这种测温方式称为接触式测温。

非接触式测温：选为标准并当作温度计使用的物体与被测物体相互不接触，利用被测物体的热辐射（或其他特性），通过对辐射量或亮度的检测实现温度测定，这种测温方式称为非接触式测温。

1. 温标

（1）摄氏温标和气体温标 温度的数值表示方法叫温标。给温度以数值表示，就是用某一测温变量来量度温度，这个变量必须是温度的单值函数。

摄氏温标以标准压力下水的冰点（0℃）和沸点（100℃）为两个固定点，固定点间分为100等份，每1等份为1℃。假如用不同的液体制成温度计，由于不同液体的膨胀系数随温度变化不同，所定的温标除固定点相同外，在其他温度往往有差别，这样所规定的温标就会有大的差别，所以这样确定的温标有明显的缺陷。

为了避免这些差异，提高温度测定的精确度，选用理想气体温标（简称气体温标）作为标准，其他温度计必须用它校正才能得到可靠的温度。

气体温度计有两种，一是定压气体温度计，二是定容气体温度计。定压气体温度计的压力保持不变，而用气体体积的改变作为温度标志，这样所定的温标用符号 t_p 表示，得到 t_p 与气体体积的关系为：

$$t_p = \frac{V - V_0}{V_1 - V_0} \times 100$$

式中， V 为气体在温度 t_p 时的体积； V_0 为冰点时的体积； V_1 为沸点时的体积。

定容气体温度计的体积保持不变，而用气体压力作为温度标志，这样所定的温标用符号 t_v 表示。得到 t_v 与气体压力的关系为

$$t_V = \frac{p - p_0}{p_1 - p_0} \times 100$$

式中, p 为气体在温度 t_V 时的压力; p_0 为冰点时的压力; p_1 为沸点时的压力。

实验证明, 用不同的定容或定压气体温度计所测得的温度值都是一样的。在压力趋于零的极限情形下, t_p 和 t_V 都趋于一个共同的极限温标 t , 这个极限温标叫做气体温标。

(2) 热力学温标 热力学温标是以热力学第二定律为基础来定义的。根据卡诺定理推论, 工作于两个一定温度之间的可逆热机, 其效率只与两个温度有关, 而与工作物质的性质和所吸收热量及做功的多少无关。因此效率应当是两个温度的普适函数, 这个函数对一切可逆热机都适用, 与工作物质的性质及热量的大小无关。

$$\eta = 1 - \frac{Q_2}{Q_1}$$

$$\frac{Q_2}{Q_1} = F(\theta_2, \theta_1)$$

还可以进一步证明这个函数具有下列的形式:

$$F(\theta_2, \theta_1) = \frac{f(\theta_2)}{f(\theta_1)}$$

这个函数形式与温标 θ 的选择有关, 但与工作物质的性质及热量大小无关。因而可以引进一种新的温标 T , 令 $T \propto f(\theta)$, 称为热力学温标。1954 年确定以水的三相点温度 273.16K 作为热力学温标的基本固定点。

从理论上可以证实, 热力学温标、理想气体温标是完全一致的。

(3) 国际实用温标 长期以来各国科学家都在探索一种实用性温标, 要求它既易于使用, 有高精度的复现性, 又非常接近热力学温标。最早建立的国际温标是 1927 年第 7 届国际计量大会提出并采用的 (简称 ITS-27)。经历了几次重大修改, 国际计量委员会在 1989 年的会议上通过了 1990 年国际温标 (ITS-90)。

ITS-90 规定: 热力学温度 (T) 是基本物理量, 它的单位为开尔文 (K), 定义为水的三相点的热力学温度的 $1/273.16$ 。由于以前的温标定义中, 使用了与 273.15K (冰点) 的差值来表示温度, 因此现在仍保留这种方法。根据定义, 摄氏度的大小等于开尔文, 温差亦可以用摄氏度或开尔文来表示。同时定义了国际开尔文温度 (T_{90}) 和国际摄氏温度 (t_{90})。

2. 温度计

(1) 水银温度计 水银温度计是液体温度计中最主要的一类。测量物质是水银, 温度的变化表现为水银体积的变化, 毛细管中的水银柱将随之上升或下降。由于玻璃的膨胀系数很小, 而毛细管又是均匀的, 故水银的体积变化可用长度变化来表示, 在毛细管上可直接标出温度值来。

水银温度计的优点是构造简单, 读数方便, 在相当大的温度范围内水银体积随温度的变化接近于线性关系。但因读数受多种因素的影响, 在精确测量中应加以校正。

① 水银温度计的种类和使用范围 按刻度方法和量程不同, 水银温度计可分为以下几种。

a. 一般使用。常用的刻度以 1°C 为间隔, 量程范围有 $0\sim 100^\circ\text{C}$ 、 $0\sim 250^\circ\text{C}$ 、 $0\sim 360^\circ\text{C}$ 等, 或以 0.2°C 及 0.1°C 为间隔, 量程范围为 $0\sim 50^\circ\text{C}$ 或 $0\sim 100^\circ\text{C}$ 。

b. 贝克曼温度计。是一种移液式的内标温度计, 贝克曼温度计的刻度为 0.01°C , 量程范围仅为 $5\sim 6^\circ\text{C}$, 但其测量上限或下限可根据测量要求随意调节。