

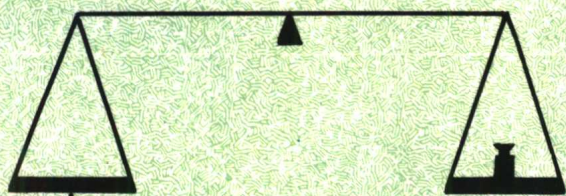
高等学校教材

# 物理化学实验

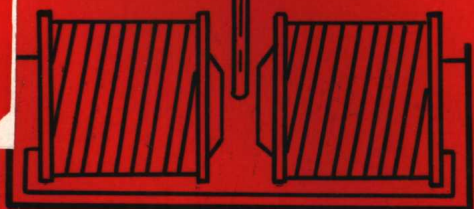
(第二版)

复旦大学等 编

蔡显鄂 项一非 刘衍光 修订



*PHYSICAL CHEMISTRY  
EXPERIMENTS & TECHNIQUES*



高等学校教材

# 物理化学实验

(第二版)

复旦大学等 编

蔡显鄂 项一非 刘衍光 修订

高等教育出版社

(京)112号

## 内 容 简 介

本书第一版集中了国内十四所大学物理化学实验教学经验和教材的精华。出版十余年来被各高等院校广为采用。根据历年来的教学实践,并适当参考国外实验教学发展动向,对该书进行了修订。

修订版考虑国内当前教学要求,选材取舍和撰写编排都着眼于学生的基本理论和基本操作的训练,致力于提高学生的思维、分析、综合能力,并将原来的上、下册合为一册出版。

全书共五个部分。实验篇包括三十八个实验,集实验教材与指导书于一体。仪器篇介绍物理化学实验室的常用仪器。技术篇共八章,作为学生和其他化学工作者涉足这些技术领域的入门。附录所收资料较广,且注明资料来源。书中除个别情况外,均采用SI单位;对分子电磁性质的单位制转换有较详细叙述;专门术语参照全国自然科学名词审定委员会公布的化学名词(科学出版社,1991)。书末附有索引。

本书可作为理科化学各专业物理化学实验课程的教材,也可供高等师范院校和工科院校的有关系科参考使用。

### 图书在版编目(CIP)数据

物理化学实验/复旦大学等编;蔡显鄂等修订. —2版  
(修订本). —北京:高等教育出版社,1993.6(2000重印)  
高等学校教材  
ISBN 7-04-004167-7

I. 物… I. ①复… ②蔡… III. 物理化学-实验-高等学校-教材 N. 064-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(96)第 00920 号

---

出版发行 高等教育出版社

社 址 北京市东城区沙滩后街55号

邮政编码 100009

电 话 010—64054588

传 真 010—64014048

网 址 <http://www.hep.edu.cn>

经 销 新华书店北京发行所

印 刷 河北省香河县印刷厂

版 次 1980年1月第1版

开 本 787×1092 1/16

1993年6月第2版

印 张 30.25

印 次 2000年1月第8次印刷

字 数 690 000

定 价 23.80元

---

凡购买高等教育出版社图书,如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请在所购图书销售部门联系调换。

**版权所有 侵权必究**

## 序

物理化学实验课程是理科化学专业教学计划中一门重要的课程。它与无机化学实验、分析化学实验和有机化学实验相互衔接,构成化学专业完整的实验教学体系。物理化学实验课程在理解、检验化学学科的基本理论,掌握、运用化学中基本的物理方法和技能,训练设计科学实验方法,培养科学思维和综合、分析解决问题的能力,引导学生自觉地学习科学世界观、方法论有着重要的作用。从一定意义上讲,物理化学实验教学充分地体现出理论与实践的辩证关系,不仅是培养化学人才中不可缺少的课程,而且对学生的成长有着深刻的启示。任何有成就的化学家,往往都浸透着物理化学和物理化学实验素养的内因。

由复旦大学等编的物理化学实验教材,第一版是在1979年出版的,共有十四所高等院校参加编写,当时承担编写任务的学校和教师,以极大的热忱、忘我的工作,迅速聚集起来合作编写,不仅将物理化学实验课程的教学内容、水平恢复到了适应教学大纲的要求,而且根据课程的特点又系统介绍了物理化学实验技术的发展。使教材具有既稳定课程的教学秩序、保证教学质量,又体现跟上学科发展的意图,师生受益匪浅,不少出国学习化学的青年人,随身携带此书出国深造。因此第一版物理化学实验教材是有特色的,在1987年国家教委首次全国优秀教材评选中,获国家教委一等奖。

第二版是在第一版的基础上,经国家教委原理科化学教材编审委员会物理化学编审组研究,责成复旦大学负责修订。提出的要求是:既要保持第一版的优点和特色,又要根据十多年来教学实践从内容到体系作必要的改革;既要注意学科发展动向,又要根据十多年来教学改革的经验,对实验内容和完成实验的个数,作必要的精炼,而着眼点放在切实训练和培养学生综合解决问题的能力上;既要加强“三基”(基本原理、基本操作和基本技能)的教学要求,又要重视物理化学实验课程内容的要求,在此基础上进一步提高教材的质量。历时三年,复旦大学化学系领导十分重视教材的修订工作,负责修订的教师付出了艰辛的劳动,他们查阅了国外十多本物理化学实验教材,做了调研、分析,结合国内的情况对删或增的内容作了反复研究和论证。对实验技术部分,不是单纯的介绍,而是力图与教学、科研训练结合起来,使学生了解技术发展概貌,给学生有登堂入室的启示。由于他们的认真努力,较好地完成了物理化学编审组的委托,这是应该肯定的。

我作为理科物理化学教学战线上的一名老兵,十分高兴地祝贺第二版的出版,并相信会起到良好的教学效果。物理化学实验课程的教学,不仅后继有人,而且青出于蓝,这是教育事业兴旺的重要标志。蒙编审组同人不弃,责令作序,言不尽意,请师生鉴谅。

韩德刚

1992年8月

## 第二版前言

由全国十四所高等院校共同编写,并由复旦大学主编的《物理化学实验》第一版,自1979年出版以来在高等学校广泛采用,在1987年国家教育委员会举办的全国优秀教材评选中获国家教委一等奖。该书是国内自编出版的第一本物理化学实验教材,它集各编写学校物理化学实验教学的经验,在选材和编排上自成特色,不仅解决了当时教材的有无问题,而且对交流和提高各校物理化学实验教学水平起了积极的作用。该书出版发行十多年来,物理化学实验内容及其测试方法有了很大的改进和提高。为了更好地适应当前物理化学实验教学的需要和发展,国家教委理科化学教材编审委员会物理化学编审组责成复旦大学对该书进行修订。

这次修订是以《物理化学实验》的1979年版为基础,总结了复旦大学十年来物理化学实验教学的经验和研究的成果,也借鉴了兄弟院校的经验,还参考了国外十余所大学物理化学实验教材的内容,历经数年修订而完成的。修订的指导思想是在保持原书特色的基础上,适当反映实验教学研究的新成果,更加注重基础,着眼于学生的基本训练和综合分析问题能力的提高;内容取舍上,既做“加法”又做“减法”。这次修订将1979年版的上、下两册合并成一册出版。

本书分绪论、实验、仪器、技术和附录五部分,比原版本多了仪器部分。原来有关物理化学实验的常用仪器是分插在实验和技术两部分中的,现在将常用仪器抽出单独成篇,其好处是使整个实验的叙述更突出“三基”(基本原理、基本操作和基本技能)的要求,使技术部分能更系统地阐述物理化学实验方法和技术,而不必对仪器作具体的介绍。仪器部分的撰写原则是从一类仪器的通性入手,叙述其设计原理、思路,然后以较多篇幅介绍某一型号的具体仪器,并说明其使用方法。本书仪器部分选择物理化学实验中常用的十六种仪器作了介绍,其中气压计、钢瓶减压阀、贝克曼温度计、阿贝折光仪、复合真空计、电位差计、酸度计、温度程序控制器和气相色谱仪等作了详细的介绍,它们在实验中有较广泛的应用。其它如旋光仪、小型摄谱仪、阿贝比长仪、磁天平、核磁共振仪、小电容测定仪和X射线衍射仪等在有关实验中用到,也作了简要的介绍。

原书中的技术部分是学生涉足有关技术领域的入门材料。十年的教学实践表明,学生对实验技术部分的内容是颇为欢迎的,认为从中不仅能了解到物理化学研究方法的概貌,对后继毕业论文甚至今后的科学研究,都是很有参考价值的资料。修订时注意介绍各种技术的概况,将实验中用到的技术内容贯穿起来,还要考虑反映近年来实用技术的发展,收集有代表意义的新成果。原书技术部分有十四章,这次修订后缩为八章,减少将近一半,这是因为本书新增了仪器部分,将原书中第一、第十、第十一和第十四章的有关内容放到仪器部分叙述,而原书第十三章暗室技术在“仪器分析”前继课中已有介绍,这里删去。至于原书第二章和第三章关于温度的测量和控制,这次修订作了较大的变动,恒温水浴控温扩展为一个实验,程序升温控制在仪器部分叙述,一般控温在电子技术内介绍,光学高温计因使用较少而删去,相变点恒温融合到温标、温度标定中叙

述,再新增较大篇幅系统地讨论焓的测定,热分析方法及热容的测定,将这些内容重新编写构成了“热化学测量技术”一章。试图将这一章与物理化学课中的热化学部分相呼应,重点介绍实验技术,同时又把燃烧热、相图、差热分析等几个实验串联起来,期望学生通过实验的训练和本章的学习,能得到理性的提高。原书第七、第八章的内容,经过取舍编入本书第二章“电化学测量技术”,其中电位差计和酸度计归并在仪器部分,电动机内容舍弃,而从实验方法技术角度对电化学测量作了较系统的叙述,这样就将电化学方面的六个实验通过“电化学测量技术”一章连贯起来,使学生能融汇贯通,了解其中的脉络。原书流动法技术、气相色谱技术、真空技术、电子技术和X射线衍射技术,这次修订时基本保留,但有的内容作了较大的修改,并增加技术新成果的介绍。如电子技术,这次修订时加了“物理化学实验中的”定语,因为与物理化学实验仪器紧密结合的电子技术更为实用,其核心是测量和控制、变换和放大,结合传感器、测量电路、放大电路、直流电源和PID温度调控等章节的叙述,将物理化学实验中的电子技术作了简要的介绍,这些内容对学生今后的工作是极为有用的。此外,还新增加了“胶体化学实验技术”一章,为学生提供一个从实验角度系统考察胶体的机会,了解表面与界面、溶胶的制备与性质、乳状液与凝胶等实验技术,以及这些技术在生物、化工、石油等方面的应用,反过来促使化学家重新认识胶体及表面的作用。

实验部分仍然是全书的主要内容,这次修订时作了较大的增删。原版53个实验中,有的内容更适合于物理化学专业实验或研究生实验,有的则过于简单,已下移到一年级的普通化学实验中,修订时予以删去。新增的实验,如临界胶束浓度测定、米氏常数的测定、弛豫法测定反应速率常数、核磁共振法测定反应速率常数和平衡常数、晶体碘的标准熵和升华热、异核双原子分子的振动-转动光谱、计算机模拟基元反应和红外激光诱导SF<sub>6</sub>光解反应等,反映了基础物理化学实验的新进展。为了加强对学生的基本训练,修订版重新编入了恒温水浴的组装及其性能测试、分解反应平衡常数的测定和化学电池温度系数的测定等传统的实验。总之,修订后的实验个数虽然比原书少了约四分之一,但从本科三年级学生基础物理化学实验训练来看,反而得到了加强。

这次修订的另一个特点是集实验教材与指导书于一体。每个实验新增一节“评注启示”,其内容包括实验选择的依据、实验的理论和应用价值、教学安排、教学中的重点和难点、实验的扩展和思考等。部分实验加注“注意点”。测量结果大多附有“文献值”。非定型仪器尽可能标明参考规格型号。各个实验还介绍一些有用的工具书和原始参考文献。这样编写,可以适应不同水平学生的需要,引导学生积极思维,有利于培养学生的实验技能,提高其对实验的兴趣;此外也将有利于新任课教师或承担教学实习任务的研究生做好备课工作。

全书的绪论和附录两部分基本保持原有风格,所不同的是将实验安全防护从附录移至绪论。曾计划将复旦大学和吉林大学合编的《中级物理化学实验》附录II“物理化学实验常用程序简介”作为本书绪论一个内容,并在附录部分增加理科化学教材编审委员会审订的综合大学化学专业《物理化学实验教学大纲》,后考虑到篇幅,将其省略。另外,在附录部分增加“基础物理化学实验室设备和药品一览表”,有利于教学准备和实验室建设。由于实验教学资料的积累,此次修订时对绪论和附录的大部分内容都进行了充实或重写。书中采用术语尽可能与化学名词审定委员会编制的《化学名词》中的规定一致,物理量的符号和单位,来自国家标准局发布的《中华人民共和

国国家标准》。

复旦大学负责原书统稿和定稿的是费伦、项一非和蔡显鄂三位同志。这次修订费伦教授因另有任务未能参加具体工作,但仍对本书非常关心。本版由蔡显鄂、项一非和刘衍光负责修订编写。参加修订编写工作的还有冯安春、孔德俊、刘全、潘海水、金贤德、朱自刚、秦金妹、严曼明、陆靖、李民、陈卫和万国江。傅伟康和金幼铭参加了部分工作。书中插图由金幼铭绘制。

朱京教授、邓景发教授和江逢霖教授曾审阅了本书部分初稿,并提出了宝贵的指导性意见。高教出版社蒋栋成教授对本书的修订给予具体的指导,责任编辑为本书的出版进行了大量细致的工作。编者愿借此机会,对他们深致谢意。

参加本书初稿审稿工作的有:屈松生教授(武汉大学),傅献彩教授(南京大学),韩德刚教授(北京大学),印永嘉教授(山东大学),李树家教授(吉林大学),俞鼎琼副教授(厦门大学),刘万祺副教授(北京大学),唐寅轩副教授(杭州大学)。编者对他们提出的宝贵意见和给予的热情鼓励表示衷心的感谢。

本书修订过程中,得到了复旦大学科教仪器厂、武汉大学科教仪器厂、南通二甲化工厂的支持,在此一并致谢。

本书修订时编者虽作了很大努力,但限于水平,难免有错误和疏漏之处,敬请读者批评指正,以便再版时得以更正。

编者

1991年2月

## 第一版前言

根据 1977 年 8 月“北戴河(理科)教材会议”关于教材编写的指导思想和 1977 年 10 月“武昌(理科)化学类教材大纲会议”制定的物理化学实验教材大纲,在总结建国 29 年来物理化学实验教学经验的基础上,结合我国目前教学设备供应的现状,并注意到国外物理化学实验教材的发展趋势,编写了这本《物理化学实验》试用教材。

本教材力求反映物理化学研究方法的概貌,按绪论、实验内容、实验技术和附录四个部分编写,分上、下两册出版。

实验内容部分,包括热力学、电化学、动力学、表面现象和胶体化学、物质结构等方面,共编入 53 个实验。实验内容的取材尽可能反映近代科学研究和化工生产的新成就,对于某些传统的多数院校沿用至今的经典实验,考虑到它们在加深基本理论和概念上所起的作用,原则上仍选入本教材。

每一实验内容的编写,分为目的要求、原理、仪器和试剂、实验步骤、数据处理与结果、思考题以及参考资料等项目,既要实验所需要的基本理论作一简要的介绍,又要详细叙述实验步骤和细节,使学生在阅读每一实验内容后,在教师的指导下能独立地进行实验。

本教材增加了实验技术部分,这是新的尝试。它既包含实验内容部分所涉及的仪器原理和操作方法,又力求对重要的物理化学实验技术作一概括性的介绍,例如量热计温、流动法技术、高真空技术、电位测量、电导的测量、电子技术、磁化学测量、光谱技术和 X 射线衍射技术等,共分成十四章编写。在侧重叙述近代实验技术的同时,也兼顾到经典的基本操作。希望学生学习这一部分内容后能举一反三,开阔眼界,初步了解物理化学研究方法的全貌。

有关物理化学实验的学习要求、误差问题、安全防护、常用数据和资料的查阅方法等内容,分别编入本教材的绪论和第四部分附录中。

本教材的主要对象是综合性大学和高等师范院校化学系的学生,其他院校学生和从事化学实验的人员也可参考选用。考虑到我国物理化学实验教学设备的现状和大多院校物理化学实验都采取大循环制,所以在编写时注意到各个实验尽可能相对独立;又使教材所选编的实验总数超过了物理化学实验课程所规定的学时安排,以便各校在选取实验个数和安排先后次序等方面有一定的灵活性。各校在选取实验时,希望能兼顾到各方面实验内容和较重要的实验技术的训练,并在整个实验教学的过程中,建议各校阶段性地对学生进行若干次较系统的物理化学实验技术的讲授。

本教材由复旦大学、武汉大学、中国科技大学、厦门大学、四川大学、北京大学、吉林大学、南京大学、南开大学、兰州大学、中山大学、北京师范大学、上海师范大学和上海师范学院等十四所



学校共同编写<sup>①</sup>，并由复旦大学负责主编工作。1978年10月在厦门鼓浪屿召开的审稿会议对本教材进行了审核，会议责成复旦大学根据审稿会的意见，最后将本教材修改定稿。书中插图主要由复旦大学朱自刚同志绘制。

由于编写时间紧迫和编写人员水平有限，本教材必然存在不少缺点和错误，望读者提出宝贵意见，以便再版时修改。

复旦大学化学系物理化学教研室

1978年12月

---

<sup>①</sup> 各校分工编写的章节如下：武汉大学：实验二、十五、十六、十七、二十、二十一；实验技术第七、八章和实验附录一；中国科技大学：实验三十一、三十四、五十、五十三；实验技术第五章；厦门大学：实验三十三；四川大学：实验十三、十八；北京大学：实验附录二；吉林大学：实验技术第四章；南京大学：实验三十六、三十九；南开大学：实验十；兰州大学：实验七、十四；实验技术第一章；中山大学：实验九；北京师范大学：实验八、十一；上海师范大学（现华东师范大学）和上海师范学院（现上海师范大学）：实验十二；复旦大学：除上述各校分工编写的外，其余均由复旦大学编写（其中实验十九、四十八、五十二由物理二系放化教研组编写）。

# 目 录

|                          |     |                                   |     |
|--------------------------|-----|-----------------------------------|-----|
| I. 绪论                    | 1   | 应的速率常数                            | 127 |
| 一、物理化学实验的目的要求            | 1   | 实验二十一 丙酮碘化反应的速率方程                 | 132 |
| 二、物理化学实验的安全防护            | 2   | 实验二十二 流动法测定氧化锌的催化活性               | 137 |
| 三、实验测量误差                 | 7   | 实验二十三 弛豫法测定铬酸根-重铬酸根离子反应的速率常数      | 141 |
| 四、实验数据表达                 | 16  | 实验二十四 核磁共振法测定丙酮酸水合反应的速率常数         | 148 |
| II. 实验                   | 26  | 实验二十五 计算机模拟基元反应                   | 152 |
| A. 热力学                   | 26  | D. 胶体化学和表面化学                      | 161 |
| 实验一 恒温水浴的组装及其性能测试        | 26  | 实验二十六 最大泡压法测定溶液的表面张力              | 161 |
| 实验二 凝固点降低法测定摩尔质量         | 31  | 实验二十七 电渗 电泳                       | 166 |
| 实验三 纯液体饱和蒸气压的测量          | 35  | 实验二十八 沉降分析                        | 172 |
| 实验四 分解反应平衡常数的测定          | 39  | 实验二十九 粘度法测定水溶性高聚物相对分子质量           | 177 |
| 实验五 燃烧热的测定               | 43  | 实验三十 电导法测定水溶性表面活性剂的临界胶束浓度         | 183 |
| 实验六 双液系的气-液平衡相图          | 49  | 实验三十一 溶液吸附法测定固体比表面积               | 187 |
| 实验七 二组分固-液相图的测绘          | 55  | 实验三十二 BET 容量法测定固体的比表面积            | 191 |
| 实验八 差热分析                 | 62  | E. 物质结构                           | 198 |
| 实验九 气-液色谱法测定非电解质溶液的热力学函数 | 68  | 实验三十三 络合物的磁化率测定                   | 198 |
| 实验十 核磁共振法测定质子化反应的平衡常数    | 76  | 实验三十四 氢原子光谱的分析                    | 204 |
| 实验十一 晶体碘的标准焓和升华热的测定      | 80  | 实验三十五 溶液法测定极性分子的偶极矩               | 211 |
| B. 电化学                   | 86  | 实验三十六 X 射线粉末法物相分析                 | 218 |
| 实验十二 原电池电动势的测定           | 86  | 实验三十七 异核双原子分子的振动-转动光谱             | 225 |
| 实验十三 化学电池温度系数的测定         | 92  | 实验三十八 红外激光诱导 SF <sub>6</sub> 光解反应 | 230 |
| 实验十四 电势-pH 曲线的测定         | 96  | III. 仪器                           | 238 |
| 实验十五 氢超电势的测定             | 101 | 仪器一 气压计                           | 238 |
| 实验十六 铅蓄电池及其电极充放电曲线的测定    | 106 | 仪器二 气体钢瓶减压阀                       | 241 |
| 实验十七 镍在硫酸溶液中的钝化行为        | 111 | 仪器三 贝克曼温度计                        | 243 |
| C. 动力学                   | 116 |                                   |     |
| 实验十八 旋光法测定蔗糖转化反应的速率常数    | 116 |                                   |     |
| 实验十九 分光光度法测定蔗糖酶的米氏常数     | 121 |                                   |     |
| 实验二十 电导法测定乙酸乙酯皂化反        |     |                                   |     |

|               |                             |     |  |  |     |
|---------------|-----------------------------|-----|--|--|-----|
| 仪器四           | 程序控温仪                       | 245 |  |  |     |
| 仪器五           | 酸度计                         | 248 |  |  |     |
| 仪器六           | 电位差计                        | 253 |  |  |     |
| 仪器七           | 液体介电常数测定仪                   | 258 |  |  |     |
| 仪器八           | 阿贝折光仪                       | 262 |  |  |     |
| 仪器九           | 旋光仪                         | 266 |  |  |     |
| 仪器十           | 气相色谱仪                       | 271 |  |  |     |
| 仪器十一          | 真空计                         | 279 |  |  |     |
| 仪器十二          | 小型摄谱仪                       | 282 |  |  |     |
| 仪器十三          | 阿贝比长仪                       | 285 |  |  |     |
| 仪器十四          | 古埃磁天平                       | 287 |  |  |     |
| 仪器十五          | 核磁共振仪                       | 291 |  |  |     |
| 仪器十六          | 德拜-谢乐粉末 X 射线衍射<br>晶体分析仪     | 297 |  |  |     |
| <b>IV. 技术</b> |                             |     |  |  |     |
| 第一章           | 热化学测量技术                     | 302 |  |  |     |
| 第二章           | 电化学测量技术                     | 324 |  |  |     |
| 第三章           | 气相色谱技术在物理化学中<br>的应用         | 347 |  |  |     |
| 第四章           | 流动法实验技术                     | 355 |  |  |     |
| 第五章           | 真空技术                        | 368 |  |  |     |
| 第六章           | 胶体化学实验技术                    | 381 |  |  |     |
| 第七章           | 物理化学实验中的电子技术                | 400 |  |  |     |
| 第八章           | 粉末 X 射线衍射技术                 | 417 |  |  |     |
| <b>V. 附录</b>  |                             |     |  |  |     |
| 附录一           | 综合大学化学专业《物理化<br>学实验教学大纲》(略) | 428 |  |  |     |
| 附录二           | 基础物理化学实验主要仪器<br>设备一览表       | 428 |  |  |     |
| 附录三           | 物理化学实验常用参考资料<br>简介          | 429 |  |  |     |
| 附录四           | 国际单位制(SI)                   | 433 |  |  |     |
| 附录五           | 物理化学实验常用数据表                 | 437 |  |  |     |
| 附录六           | 主要符号                        | 463 |  |  |     |
| <b>索引</b>     |                             |     |  |  | 465 |

# I. 绪 论

## 一、物理化学实验的目的要求

化学是一门实验科学，它通过实验现象的观察和测量，实验数据的综合和分析，深入化学现象的本质，从而揭示化学反应的规律。整部化学科学发展的历史，就是在实验的基础上发展化学理论，又在理论的指导下进行新的实验探索的过程。实验是化学研究的基本手段。实验和理论的这种辩证关系，不断推动化学科学日益发展。

物理化学实验是继无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验之后的一门独立的基础实验课程，其主要目的是使学生初步了解物理化学的研究方法，掌握物理化学的基本实验技术和技能，学会重要的物理化学性能测定，熟悉物理化学实验现象的观察和记录，实验条件的判断和选择，实验数据的测量和处理，实验结果的分析 and 归纳等一套严谨的实验方法，从而加深对物理化学基本理论的理解，增强解决实际化学问题的能力。

物理化学实验课既然是学生在大学本科毕业前的最后一门基础实验课程，因而它在培养学生实事求是的科学态度，严密细致的实验作风，熟练正确的实验技能，分析问题和解决问题的能力等方面，应有更严格的要求。教师在物理化学实验的教学中，不仅可以了解无机、分析、有机等前继实验课的教学效果，而且应根据学生的不同情况，有针对性地加强良好的实验素质的训练。

物理化学实验课程由下列三个教学环节组成：

1. 完成 16~18 个物理化学实验的实际操作训练。这些实验应包括热力学、电化学、动力学、表面与胶体、物质结构等方面有代表性的实验，同时又要将物理化学的重要实验方法和技术分散到各个实验中去，力求使学生能得到全面的基础训练。

2. 对物理化学实验方法和实验技术进行较系统的讲授，可安排 12~14 次讲座，每次两学时，讲座内容既包括本实验课程的学习方法、安全防护、数据处理、文献查阅、报告书写和实验设计思想等实验基本要求，同时还应较系统介绍物理化学的基本实验方法和实验技术，如温度的测量和控制、真空技术、流动法技术、……等等。

3. 进行两次物理化学实验阶段性考核，第一学期末考核采用笔试形式，第二学期修完本课程后再安排一次考核，考核形式可以是口试、笔试或单元操作考试。

16~18 个实验的操作训练，是本课程的中心环节，通过它可以熟悉各种物理化学现象，初步掌握许多重要的物理化学测量和实验方法，学会基本的实验技能，并对实验结果进行分析和归纳，得到正确的结论。因此，在进行每一个具体实验时，要求做到：

第一、实验前的预习 学生应事先认真仔细阅读实验内容，了解实验的目的要求，并写出预习提纲，包括实验测量所依据的扼要原理和实验技术，实验操作的计划，做好实验的注意点，数据

记录的格式,以及预习中产生的疑难问题等。教员应检查学生的预习情况,进行必要的提问,并解答疑难问题。学生达到预习要求后才能进行实验。

**第二、实验操作** 学生进实验室后应检查测量仪器和试剂是否符合实验要求,并做好实验的各种准备工作,记录实验的条件。具体实验操作时,要求仔细观察实验现象,详细记录原始数据,严格控制实验条件。整个实验过程要有严谨的科学态度,做到清洁整齐,有条有理,一丝不苟;还要积极思维,善于发现和解决实验中出现的各种问题。

**第三、实验报告** 实验后学生必须将原始记录交教员签名,然后正确处理数据,写出实验报告。实验报告应包括:实验的目的要求,简明原理,实验仪器和实验条件,具体操作方法,数据处理,结果讨论及参考资料等。其中结果讨论是实验报告的重要部分,主要指实验时的心得体会,做好实验的关键,实验结果的可靠程度,实验现象的分析和解释,并对该实验提出进一步的工作和改进意见。

教员对每一个实验,应根据实验所用的仪器、试剂及具体操作条件,提出实验结果数据的要求范围,学生如达不到此要求,则该实验必须重做。

物理化学实验讲座是本实验课程的必要环节。它包括物理化学实验的基本要求和物理化学实验方法及技术两部分内容。物理化学实验的学习方法、安全防护、数据处理、文献查阅、报告书撰写以及实验设计思想等基本要求,可分成若干次讲座对学生进行介绍,让他们结合每个实验,反复练习,严格要求,将有利于培养严谨的科学态度和良好的实验素质。较系统讲授物理化学实验方法及技术,可以使学生在具体实验训练的基础上,加深对物理化学研究方法有较全面的概括性的了解。通常,学生在进行单个实验时,由于受到实践-认识规律的限制,往往不能很好理解这个实验的整体设计思想,以及为什么要选择这样的实验条件和实验技术,因此在某种程度上影响了学生的积极思维和独立工作能力的训练。然而如果能在实验操作训练的同时,辅以较系统的讲座,就能使学生在为数有限的实验操作训练基础上,起举一反三、开阔眼界的效果。而且,物理化学实验方法及技术有其自身的特点,即它总是将物理学中新方法、新技术较快地用来丰富自己的实验手段,所以较系统地介绍这些内容,将有助于推动学生学习近代物理测试中的新成就,并了解如何运用,去解决化学方面的实际问题。

物理化学实验考核是本课程不可缺少的环节,它包括平时每个实验的考核和两次阶段性考核。平时的实验考核侧重实验基本技能的训练和实验素质的培养,阶段性考核则注重实验综合能力的考查。

总之,物理化学实验教学应向学生进行理论和实验辩证关系的教育,使他们养成既重视理论又重视实验的科学作风,充分认识实验教学对人材培养的重要作用。只有这样,才能为国家四化建设造就合格的化学专门人材。

## 二、物理化学实验的安全防护

物理化学实验的安全防护,是一个关系到培养良好的实验素质,保证实验顺利进行,保证实验者和国家财产安全的重要问题。近代的物理化学实验室,经常遇到高温、低温的实验条件,使

用高压(各种高压气瓶)、低气压(各种真空系统)、高电压、高频和带有辐射线(X射线、激光、 $\gamma$ 射线)的仪器,而且许多精密的自动化设备日益普遍使用,因此需要实验者具备必要的安全防护知识,懂得应采取的预防措施,以及一旦事故发生后应及时采取的处理方法。

化学是一门实验科学,在先行的化学实验课中,已就化学药品使用的安全防护和实验室用电的安全防护,反复作了介绍,所以本书主要结合物理化学实验的特点,着重介绍使用受压容器的安全防护和使用辐射源的安全防护,同时对实验者的人身安全防护作必要的补充。

## I. 使用受压容器的安全防护

物理化学实验室中受压容器主要指高压储气瓶、真空系统、供气稳压用的玻璃容器,以及盛放液氮的保温瓶等。

### (一) 高压储气瓶的安全防护

高压储气瓶是由无缝碳素钢或合金钢制成,按其所存储的气体及工作压力分类如表 I-2-1 所示。

表 I-2-1 标准储气瓶型号分类表

| 气瓶型号 | 用途                  | 工作压力<br>kg·cm <sup>-2</sup> | 试验压力: kg·cm <sup>-2</sup> |      |
|------|---------------------|-----------------------------|---------------------------|------|
|      |                     |                             | 水压试验                      | 气压试验 |
| 150  | 装氢、氧、氮、氩、氨、甲烷、压缩空气等 | 150                         | 225                       | 150  |
| 125  | 装二氧化碳及纯净水煤气等        | 125                         | 190                       | 125  |
| 30   | 装氨、氯、光气等            | 30                          | 60                        | 30   |
| 6    | 装二氧化硫               | 6                           | 12                        | 6    |

我国劳动部 1966 年颁布了气瓶安全监察规程,规定了各类气瓶的色标(见表 I-2-2),每个气瓶必须在其肩部刻上制造厂和检验单位的钢印标记。

表 I-2-2 常用储气瓶的色标

| 气瓶名称   | 外表面颜色 | 字样   | 字样颜色 | 横条颜色 |
|--------|-------|------|------|------|
| 氧气瓶    | 天蓝    | 氧    | 黑    |      |
| 氢气瓶    | 深绿    | 氢    | 红    | 红    |
| 氮气瓶    | 黑     | 氮    | 黄    | 棕    |
| 纯氩气瓶   | 灰     | 纯氩   | 绿    |      |
| 氨气瓶    | 棕     | 氨    | 白    |      |
| 压缩空气瓶  | 黑     | 压缩空气 | 白    |      |
| 氯气瓶    | 黄     | 氯    | 蓝    |      |
| 二氧化碳气瓶 | 黑     | 二氧化碳 | 黄    |      |
| 氯气瓶    | 草绿    | 氯    | 白    | 白    |
| 乙炔瓶    | 白     | 乙炔   | 红    |      |

为了安全使用,各类气瓶应定期送检验单位进行技术检查,一般气瓶至少每三年检验一次,充装腐蚀性气体的气瓶至少每两年检验一次。检验中若发现气瓶的质量损失率或容积增加率超过一定的标准,应降级使用或予以报废。

使用储气瓶必须按正确的操作规程进行,现简述有关注意事项:

气瓶放置要求:气瓶应存放在阴凉、干燥、远离热源(如夏日避免日晒,冬天与暖气片隔开,平时不要靠近炉火等)的地方,并用固定环将气瓶固定在稳固的支架、实验桌或墙壁上,防止受外来撞击和意外跌倒。易燃气体气瓶(如氢气瓶等)的放置房间,原则上不应有明火或电火花产生,确实难以做到时应该采取必要的防护措施。

使用时安装减压器(阀):气瓶使用时要通过减压器使气体压力降至实验所需范围( $\text{CO}_2$ 、 $\text{NH}_3$ 气瓶可不装减压阀)。安装减压器前应确定其连接尺寸规格是否与气瓶接头相一致,接头处需用专用垫圈。一般可燃性气体气瓶接头的螺纹是反向的左牙纹,不燃性或助燃性气体气瓶接头的螺纹是正向的右牙纹。有些气瓶需使用专门减压器(如氨气瓶),各种减压器一般不得混用。减压器都装有安全阀,它是保护减压器安全使用的装置,也是减压器出现故障的信号装置。减压器的安全阀应调节到接受气体的系统或容器的最大工作压力。

气瓶操作要点:气瓶需要搬运或移动时,应拆除减压器,旋上瓶帽,并使用专门的搬移车。启开或关闭气瓶时,实验者应站在减压阀接管的侧面,不许将头或身体对准阀门出口。气瓶启开使用时,应首先检查接头连接处、管道是否漏气,直至确认无漏气现象方可继续使用。使用可燃性气瓶时,更要防止漏气或将用过的气体排放在室内,并保持实验室通风良好。使用氧气瓶时,严禁气瓶接触油脂,实验者的手上、衣服上或工具上也不得沾有油脂,因为高压氧气与油脂相遇会引起燃烧。氧气瓶使用时发现漏气,不得用麻、棉等物去堵漏,以防发生燃烧事故。使用氢气瓶,导管处应加防止回火装置。气瓶内气体不应全部用尽,应留有不少于  $1 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$  的压力气体,并在气瓶标上用完的记号。

## (二) 受压玻璃仪器的安全防护

物理化学实验室的受压玻璃仪器包括供高压或真空试验用的玻璃仪器,装载水银的容器、压力计,以及各种保温容器等。使用这类仪器时必须注意:

(1) 受压玻璃仪器的器壁应足够坚固,不能用薄壁材料或平底烧瓶之类的器皿。

(2) 供气流稳压用的玻璃稳压瓶,其外壳应裹以布套或细网套。

(3) 物理化学实验中常用液氮作为获得低温的手段,在将液氮注入真空容器时要注意真空容器可能发生破裂,不要把脸靠近容器的正上方。

(4) 装载水银的 U 形压力计或容器,要注意使用时玻璃容器破裂,造成水银散溅到桌上或地上,因此装载水银的玻璃容器下部应放置搪瓷盘或适当的容器。使用 U 形水银压力计时,应防止系统压力变动过于剧烈而使压力计中的水银散溅到系统内外。

(5) 使用真空玻璃系统时,要注意任何一个活塞的开、闭均会影响系统的其它部分,因此操作时应特别小心,防止在系统内形成高温爆鸣气混合物或让爆鸣气混合物进入高温区。在启开或关闭活塞时,应两手操作,一手握活塞套,一手缓缓旋转内塞,务使玻璃系统各部分不产生力矩,以免扭裂。在用真空系统进行低温吸附实验时,当吸附剂吸附大量吸附质气体后,不能先将装有液氮的保温瓶从盛放吸附剂的样品管处移去,而应先启动机械泵对系统进行抽空,然后移去保温瓶。因为一旦先移去低温的保温瓶,又不及时对系统抽空,则被吸附的吸附质气体,由于吸附

剂温度的升高,会大量脱附出来,导致系统压力过大,使U形压力计中的水银冲出或引起封闭玻璃系统爆裂。

## II. 使用辐射源的安全防护

物理化学实验室的辐射源,主要指产生X射线、 $\gamma$ 射线、中子流、带电粒子束的电离辐射和产生频率为 $10\sim 100000$ 兆赫的电磁波辐射。电离辐射和电磁波辐射作用于人体,都会造成人体组织的损伤,引起一系列复杂的组织机能的变化,因此必须重视使用辐射源的安全防护。

### (一) 电离辐射的安全防护

电离辐射的最大容许剂量,我国目前规定从事放射性工作的专业人员,每日不得超过 $0.05\text{ R}$ (伦琴),非放射性工作人员每日不得超过 $0.005\text{ R}$ 。

同位素源放射的 $\gamma$ 射线较X射线波长短、能量大,但 $\gamma$ 射线和X射线对机体的作用是相似的,所以防护措施也是一致的,主要采用屏蔽防护、缩短使用时间和远离辐射源等措施。前者是在辐射源与人体之间添加适当的物质作为屏蔽,以减弱射线的强度。作为屏蔽物质,主要有铅、铅玻璃等。后者是根据受照射的时间愈短,人体所接受的剂量愈少,以及射线的强度随机体与辐射源的距离平方而衰减的原理,尽量缩短工作时间和加大机体与辐射源的距离,从而达到安全防护的目的。在实验时由于X射线和 $\gamma$ 射线有一定的出射方向,因此实验者应注意不要正对出射方向站立,而应站在侧边进行操作。对于暂时不用或多余的同位素放射源,应及时采取有限的屏蔽措施,储存在适当的地方。

防止放射性物质进入人体是电离辐射安全防护的重要前提,一旦放射性物质进入人体,则上述的屏蔽防护和缩时加距措施就失去意义。放射性物质要尽量在密闭容器内操作,操作时应须戴防护手套和口罩,严防放射性物质飞溅而污染空气,加强室内通风换气,操作结束后应全身淋浴,切实地防止放射性物质从呼吸道或食道进入体内。

### (二) 电磁波辐射的安全防护

高频电磁波辐射源作为特殊情况下的加热热源,目前已在光谱用光源和高真空技术中得到愈来愈多的应用。电磁波辐射能对金属、非金属介质以感应方式加热,因此也会对人体组织,如皮肤、肌肉、眼睛的晶状体以及血液循环、内分泌、神经系统造成损害。

防护电磁波辐射的最根本的有效措施,是减少辐射源的泄漏,使辐射局限在限定的范围内。当设备本身不能有效地防止高频辐射的泄漏时,可利用能反射或吸收电磁波的材料,如金属、多孔性生胶和炭黑等做罩、网以屏蔽辐射源。操作电磁波辐射源的实验者应穿特制防护服和戴防护眼镜,镜片上涂有一层导电的二氧化锡、金属铬的透明或半透明的膜。同样,应加大工作处与辐射源之间的距离。

考虑到某些工作中不可避免地要经受一定强度的电磁波辐射,应按辐射时间长短不同,制订辐射强度的分级安全标准:每天辐射时间小于 $15\text{ min}$ 时,辐射强度小于 $1\text{ mW}\cdot\text{cm}^{-2}$ ;小于 $2\text{ h}$ 的情况下,辐射强度小于 $0.1\text{ mW}\cdot\text{cm}^{-2}$ ;在整个工作日内经常受辐射的,辐射强度小于 $10\text{ }\mu\text{W}\cdot\text{cm}^{-2}$ 。



除上述电离辐射和电磁波辐射外,在物理化学实验中还应注意紫外线、红外线和激光对人体,特别是眼睛的损害。紫外线的短波部分 (300~200 nm) 能引起角膜炎和结膜炎。红外线的短波部分 (1600~760 nm) 可透过眼球到达视网膜,引起视网膜灼伤症。激光对皮肤的烧伤情况与一般高温辐射性皮肤烧伤相似,不过它局限在较小的范围内。激光对眼睛的损伤是严重的,会引起角膜、虹膜和视网膜的烧伤,影响视力,甚至因晶体混浊发展为白内障。防护紫外、红外线以及激光的有效办法是戴防护眼镜,但应注意不同光源、不同光强度时须选用不同的防护镜片,而且要切记不应使眼睛直接对准光束进行观察。对于大功率的二氧化碳气体激光,尽量避免照射中枢神经系统引起伤害,实验者还需戴上防护头盔。

### III. 实验者人身安全防护要点

(一) 实验者到实验室进行实验前,应首先熟悉仪器设备和各项急救设备的使用方法,了解实验楼的楼梯和出口,实验室内的电气总开关、灭火器具和急救药品在什么地方,以便一旦发生事故能及时采取相应的防护措施。

(二) 大多数化学药品都有不同程度的毒性,原则上应防止任何化学药品以任何方式进入人体。必须注意,有许多化学药品的毒性,是在相隔很长时间以后才会显示出来的;不要将使用小量、常量化学药品的经验,任意移用于大量化学药品的情况;更不应将常温、常压下试验的经验,在进行高温、高压、低温、低压的试验时套用;当进行有危险性或在严酷条件下的反应时,应使用防护装置,戴防护面罩和眼镜。

(三) 美国职业安全与健康事务管理局(OSHA)颁布了有致癌变性能的化学物质 [见 Chemistry and Engineering News, p. 20, July 31, (1978)]。因此实验时应尽量少与这些物质接触,实在需要使用时应带好防护手套,并尽可能在通风橱中操作。这些物质中特别要注意的是苯、四氯化碳、氯仿、1,4-二噁烷等常见溶剂,所以实验时通常用甲苯代替苯,用二氯甲烷代替四氯化碳和氯仿,用四氢呋喃代替1,4-二噁烷。

(四) 许多气体和空气的混合物有爆炸组分界限,当混合物的组分介于爆炸高限与爆炸低限之间时,只要有一适当的灼热源(如一个火花,一根高热金属丝)诱发,全部气体混合物便会瞬间爆炸。某些气体与空气混合的爆炸高限和低限,以其体积分数表示,列表如下:

表 I-2-3 与空气混合的某些气体的爆炸极限 (20°C, p°)

| 气体   | 爆炸高限<br>(体积百分数) | 爆炸低限<br>(体积百分数) | 气体 | 爆炸高限<br>(体积百分数) | 爆炸低限<br>(体积百分数) |
|------|-----------------|-----------------|----|-----------------|-----------------|
| 氢    | 74.2            | 4.0             | 乙醇 | 19.0            | 3.2             |
| 一氧化碳 | 74.2            | 12.5            | 丙酮 | 12.8            | 2.6             |
| 煤气   | 74.0            | 35.0            | 乙醚 | 36.5            | 1.9             |
| 氨    | 27.0            | 15.5            | 乙烯 | 28.6            | 2.8             |
| 硫化氢  | 45.5            | 4.3             | 乙炔 | 80.0            | 2.5             |
| 甲醇   | 36.5            | 6.7             | 苯  | 6.8             | 1.4             |

因此实验时应尽量避免能与空气形成爆鸣混合气的气体散失到室内空气中,同时实验室工