

高等学校教材

P 物理化学实验 第三版

Physical Chemistry Experiments

复旦大学等 编

庄继华等 修订



高等教育出版社

HIGHER EDUCATION PRESS

高等学校教材

物理化学实验

(第三版)

复旦大学等 编

庄继华等 修订

高等教育出版社

内容简介

本教材是在《物理化学实验》(第二版)的基础上进行修订的,基本保留原版特色,对原有实验予以筛选、精炼、调整。全书共分五部分:绪论、实验、仪器、技术和附录,含 33 个实验、14 种仪器介绍和 8 种实验技术,编写精炼,重点突出。每个实验有“评注启示,提问思考”,可以提高学生的创新能力,书后附有各类物理化学实验参考数据。

本书可供高等学校化学专业物理化学实验课程教材,也可供相关专业参考。

图书在版编目(CIP)数据

物理化学实验/复旦大学等编,庄继华等修订. —3 版.
—北京:高等教育出版社,2004.6
ISBN 7-04-013791-7

I. 物... II. ①复,②庄... III. 物理化学—化学
实验—高等学校—教材 IV. O64-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2003)第 106890 号

出版发行 高等教育出版社
社 址 北京市西城区德外大街 4 号
邮政编码 100011
总 机 010-82028899

购书热线 010-64054588
免费咨询 800-810-0598
网 址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>

经 销 新华书店北京发行所
印 刷 高等教育出版社印刷厂

开 本 787×1092 1/16
印 张 25.75
字 数 630 000
插 页 1

版 次 1980 年 1 月第 1 版
2004 年 6 月第 3 版
印 次 2004 年 6 月第 1 次印刷
定 价 27.20 元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

序

复旦大学等编的《物理化学实验》教材(第三版)即将出版。本书第一版出版于1979年,当时正值高等教育恢复阶段,百废待兴,急需有合适教材供教学使用。由复旦大学负责,并有14所高校参加的编写人员群策群力,以只争朝夕的精神,在编辑的配合下很快完成了该教材的出版。由于该教材不仅包括了适应教学大纲要求的实验教学内容,还较系统地介绍了物理化学实验技术进展和有关仪器设备,而这些内容在当时图书资料非常缺乏的情况下是很珍贵的,因此,该教材不仅在教学过程中使师生们受益匪浅,而且还能对实际工作具有重要的参考作用。当年就有不少出国学习化学的青年人,携带此书出国深造;至今,在许多学有成就的中年化学科研人员的书架上还保存着这本《物理化学实验》教材,经常作参考之用。鉴于本书的特色和被广泛使用而产生的影响,本书于1987年获得国家教委优秀教材一等奖。

《物理化学实验》第一版使用10年后,高等教育正处于全面教学改革时期,根据10多年来教学实践和教改经验,又结合对国外实验教学的调研,经原国家教委理科化学教材编审委员会物理化学编审组研究决定,责成由复旦大学负责该教材的修订,具体要求是:既要保持第一版的优点和特色,注意学科发展动向和加强三基(基本原理、基本操作和基本技能)的教学要求,又要从实际出发调整实验内容和数量,着眼于训练和培养学生综合解决问题的能力,在此基础上进一步提高教材质量。根据以上要求,复旦大学化学系负责修订的教师付出了辛勤的劳动,历时三年,精雕细刻,在深入调研、分析的基础上结合国内实际情况对实验内容进行了必要和合理的增删;对实验技术部分也从单纯的介绍,改变成能与教学和科研实际相结合,从而使学生能对相应的技术发展和使用的概貌有比较深刻的了解。由于他们的努力,不仅圆满地完成了编审组的要求,而且使《物理化学实验》第二版教材继续得到广泛的使用。

《物理化学实验》第二版出版至今又过了10年,这10年正逢世纪交替,我国改革开放、国民经济快速发展的“黄金时期”。“科教兴国”国策的落实,10年来国家对高等教育的投入得到前所未有的加强,例如“211工程”、“985”项目的实施及世界银行贷款等使基础实验教学条件有了很大改善。近年来,复旦大学化学系在学校领导的大力支持下,在实验改革和实验内容绿色化方面做了大量工作,特别是物理化学实验教学方面,许多先进仪器的引入使得实验条件正逐步与国际著名的高等学校接轨,这就要求《物理化学实验》教材“与时俱进”,进一步进行修订。复旦大学化学系领导非常重视该教材的进一步修订工作,负责修订的教师也十分认真负责,他们结合本实验室的实际情况和近10年教学改革的经验,删除了教材中少量长期未被使用的内容和比较陈旧的仪器及技术,新增加了6项自行设计、开发的新实验和新技术,所保留的实验内容也作了全面修改,并都改用了更新后的仪器和相应的技术。经历一年多的努力,第三版《物理化学实验》教材在新世纪之初,以崭新的面貌与读者见面了。

回顾该书的出版和几次修订的过程,从一个侧面反映出我国化学教学,特别是化学实验教学20多年来的变革和发展。更加值得欣慰的是,参加此次修订工作的绝大多数教师是近10年来毕业的年轻博士,他们几乎都是本教材的受益者,现正从事物理化学实验教学,且都已成为教学

科研的骨干。这充分说明一本好的教材对人才培养的重要意义。

此刻,能为本书第三版写序,感到十分的荣幸。在此祝贺《物理化学实验》(第三版)的出版,相信它一定会和前两版一样被广泛应用,发挥很好的教学作用。同时也祝贺物理化学实验教学后继有人,教育事业兴旺发达。

范康年

2003年2月15日于复旦

第三版前言

由复旦大学主编、10多所高等院校共同编写的《物理化学实验》，自1979年出版以来，被各个高校广泛采用。1990年，受原国家教委理科化学教材编审委员会物理化学编审组的委托，复旦大学的蔡显鄂、项一非、刘衍光等教授对该书进行了修订，主要是对教材的总体布局进行了调整，增删了部分实验内容和相关的仪器技术。第二版教材出版至今，已经过去了10多年。这10多年是我国高等教育的快速发展时期，国家对于高等教育的投入力度大大增加。复旦大学和国内其他高校一样获得了前所未有的发展机遇，“211”工程、世界银行贷款、“985”等项目的实施，使基础教学实验的条件有了很大的改善，更新添置了许多仪器设备，有效地推动了物理化学实验教学内容的改革。与此同时，物理化学学科的发展也使得一些原本属于专门化实验或综合实验内容的高级技术和仪器成为基础物理化学实验的常规技术和设备。随着实验条件的改善，实验内容的绿色化也逐渐成为实验教学改革的重要内容。为了适应这些变化和发展，有必要对《物理化学实验》的教材进行修订。

这次修订以《物理化学实验》(第二版)为基础，保留了原教材分成绪论、实验、仪器、技术和附录五个部分的基本布局。全书包括33个实验、14种仪器介绍和8种实验技术。和第二版相比，在实验部分增加了“线性电位扫描法测定镍在硫酸溶液中的钝化行为”、“化学振荡反应”、“离子迁移数的测定”和“非牛顿型流体流变曲线的绘制”等新实验，仪器部分增加了“电化学测量分析仪”，技术部分增加了“温度的控制技术”，同时删除了“铅蓄电池及其电极充放电曲线的测定”等8个内容相对陈旧或可能产生较重环境污染的实验，删除了与这些实验相关的小型摄谱仪、阿贝比长仪等仪器介绍。将原实验“恒温水浴的组装及性能测试”中的原理部分归入“温度的控制技术”中，不再单独作为一个实验。原来属于《物理化学实验》的电子技术内容，根据复旦大学化学系实验教学改革的需要，移到了《综合化学实验》中。除了上述变动外，对保留实验的内容也全部进行了修改。修订的重点在于仪器的更新及其相应操作的改变。

此外，复旦大学化学系实验教学改革的总体思路和布局是，大学本科化学实验的教学体系以实验技术为主线进行构建，分为基础实验和综合实验两个阶段。基础实验阶段(中低年级)以各种化学实验技术和技能的分类训练为主，综合实验阶段则以化学实验和技能复合程度比较高的探究性综合实验为主要内容，着重培养学生灵活应用各类基本技术和技能解决化学问题的能力。根据上述思路，这次所修订教材的教学内容仍然主要集中在物理化学实验的基本原理和实验技术技能的训练方面，至于物理化学实验技术在化学各相关领域中的应用将在综合化学实验的教学内容中得到反映(这方面的工作正在进行中)。

由于主持第二版修订的蔡显鄂等教授均已退休，本次修订工作由庄继华负责，修订编写小组的成员有陆靖、戴维林、严曼明和王文宁。此外，张祥民教授参与了仪器十和技术第三章的修订；翁林红教授参与了实验三十二、仪器四和技术第七章的修订；朱万森副教授参与了绪论中实验测量误差的修订；孙尧俊副教授参与了实验九和实验二十二以及仪器十四的修订；乐英红博士参与了实验二十八的修订；金幼铭和傅伟康参加了部分实验论证工作。金幼铭还绘制了书中的部分

插图。复旦大学化学系领导和诸多教师对本书的修订给予了很大的关心和帮助。本书的修订得到教育部新世纪初教育改革工程项目资助。编写小组在此一并表示感谢!

北京大学的高盘良教授、杨华铨教授审阅了本书的初稿并提出了许多建设性的意见和建议。同时,高等教育出版社的岳延陆等同志对本书的修订给予了具体的指导和帮助,付出了大量的心血和劳动,编写小组对此表示深深的谢意。

限于我们的水平,尽管作了很大努力,疏漏之处依然难免。诚望兄弟院校的老师们的读者们不吝赐教。

编写小组

2004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,共编写入 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 14 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 14 所学校共同编写^①,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

^① 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)。

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

第二版前言

由全国 14 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 10 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 10 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 10 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 16 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。其他如旋光仪、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。10 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 14 章,这次修订后缩为 8 章,减少将近一半,这是因为本书新增了仪器部分,将原书中的第一、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6个实验通过“电化学测量技术”一章连贯起来,使学生能融会贯通,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SF₆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,引导学生积极思考,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),俞鼎琮副教授(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

目 录

第一部分 绪论 1

- 一 物理化学实验的目的要求 1
- 二 物理化学实验的安全防护 2
- 三 实验测量误差 7
- 四 实验数据表达 14

第二部分 实验 24

- A. 热力学 24
 - 实验一 凝固点降低法测定摩尔质量 24
 - 实验二 纯液体饱和蒸气压的测量 28
 - 实验三 分解反应平衡常数的测定 31
 - 实验四 燃烧热的测定 34
 - 实验五 双液系的气-液平衡相图 39
 - 实验六 二组分固-液相图的测绘 45
 - 实验七 差热分析 51
 - 实验八 气-液色谱法测定非电解质溶液的热力学函数 57
 - 实验九 核磁共振法测定质子化反应的平衡常数 64
- B. 电化学 68
 - 实验十 原电池电动势的测定及其应用 68
 - 实验十一 电势-pH曲线的测定 73
 - 实验十二 离子迁移数的测定 77
 - 实验十三 线性电位扫描法测定镍在硫酸溶液中的钝化行为 81
 - 实验十四 氢超电势的测定 85
- C. 动力学 90
 - 实验十五 化学振荡反应 90
 - 实验十六 旋光法测定蔗糖转化反应的速率常数 94
 - 实验十七 分光光度法测定蔗糖酶的米氏常数 98
 - 实验十八 电导法测定乙酸乙酯皂化反应的速率常数 103
 - 实验十九 丙酮碘化反应的速率方程 107
 - 实验二十 流动法测定氧化锌的催化活性 111
 - 实验二十一 弛豫法测定铬酸根-重铬酸

根离子反应的速率常数 115

实验二十二 核磁共振法测定丙酮酸水合反应的速率常数 121

实验二十三 计算机模拟基元反应 124

D. 胶体化学和表面化学 131

实验二十四 最大泡压法测定溶液的表面张力 131

实验二十五 电渗 电泳 135

实验二十六 黏度法测定水溶性高聚物相对分子质量 140

实验二十七 电导法测定水溶性表面活性剂的临界胶束浓度 145

实验二十八 BET 容量法测定固体的比表面积 148

实验二十九 非牛顿型流体流变曲线的绘制 153

E. 物质结构 159

实验三十 络合物的磁化率测定 159

实验三十一 溶液法测定极性分子的偶极矩 164

实验三十二 X射线粉末法物相分析 170

实验三十三 红外光谱法测定简单分子的结构参数 175

第三部分 仪器 183

仪器一 气压计 183

仪器二 气体钢瓶减压阀 186

仪器三 数字式精密温度温差测量仪 188

仪器四 X射线多晶衍射仪 189

仪器五 酸度计 194

仪器六 电位差计 196

仪器七 液体介电常数测定仪 200

仪器八 数字阿贝折光仪 202

仪器九 旋光仪 206

仪器十 气相色谱仪 210

仪器十一 真空计 218

仪器十二 古埃磁天平 220

仪器十三 电化学测量分析仪(电化学工 作站)	224	第八章 温度的控制技术	337
仪器十四 核磁共振仪	227	第五部分 附录	347
第四部分 技术	234	附录一 化学专业和应用化学专业化学实 验教学基本内容(节选)	347
第一章 热化学测量技术	234	附录二 基础物理化学实验主要仪器设备 一览表	348
第二章 电化学测量技术	257	附录三 物理化学常用参考资料简介	349
第三章 气相色谱技术在物理化学中的 应用	273	附录四 国际单位制(SI)	354
第四章 流动法实验技术	282	附录五 物理化学实验常用数据表	358
第五章 真空技术	295	附录六 主要符号	389
第六章 胶体化学实验技术	307	索引	391
第七章 粉末 X 射线衍射技术	324		

第一部分 绪 论

一、物理化学实验的目的要求

实验在化学教育中有举足轻重的地位。化学教育不仅要传授学生以化学基本原理,而且需要培养学生掌握基本化学实验技能,学会通过实验现象的观察和测量,实验数据的综合和分析,透过化学现象,深入理解化学反应的本质和规律。“科学靠两条腿走路,一是理论,一是实验。有时一条腿走在前面,有时另一条腿走在前面。但只有使用两条腿,才能前进。在实验过程中寻找新的关系,上升为理论,然后再在实践中加以检验。”(Millikan R A)。实验和理论的这种辩证关系,不断推动着化学科学的发展。

与无机化学实验(或普通化学实验)、分析化学实验、有机化学实验一样,物理化学实验也是综合性大学化学专业的一门独立基础实验课程,其主要目的是使学生初步了解物理化学的实验研究思路,掌握物理化学的基本实验技术和技能,学会一些重要物理化学性能的测定方法,体验物理化学实验的完整过程——现象的观察和记录、条件的判断和选择、数据的测量和处理、结果的分析和归纳等,加深对物理化学基本理论的理解,增强应用物理化学实验技能解决实际问题的能力。

作为本科阶段的一门基础实验课程,物理化学实验在培养学生踏实求真的科学态度、严谨细致的实验作风、熟练正确的实验技能、灵活创新的分析和解决问题的能力等方面,既和无机化学、分析化学、有机化学等实验课程具有相同的要求,又有自身的不同特点。物理化学实验大都涉及比较复杂的物理测量仪器,每种测量技术往往都是建立在一套完整的化学原理或理论的基础上。因此,理论和实验的结合在物理化学实验教学过程中显得特别突出。如何更好地利用和发挥这一特点,使学生获得更大的收益,是我们一直在探索的问题。

物理化学实验课程由下列三个教学环节组成:

1. 完成 16~18 个实验。这些实验分别包含了热力学、电化学、动力学、表面与胶体、物质结构等方面的基本原理、重要实验方法和技术。通过实验的具体操作,使学生在物理化学实验技能上得到全面的基础训练,并巩固对相应化学原理的认识。
2. 对物理化学实验方法和实验技术进行较系统的讲授。讲授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,同时较系统地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。这些内容既可以穿插在实验教学中进行,也可通过安排系列讲座完成。
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。

上述三个环节中,实验的操作训练是核心。讲解和考核都将围绕着实验操作展开。因此,在

进行每一个具体实验时,要求做到下列几点:

(1) 实验前学生应事先认真仔细阅读实验内容,了解实验的目的要求,并写出预习报告,包括实验的扼要原理和实验技术,实验操作的次序和注意点,数据记录的格式,以及预习中产生的疑难问题等。指导教师应检查学生的预习报告,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。

(2) 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,并作好实验的各种准备工作,记录当时的实验条件。实验过程中,要求学生仔细观察实验现象,详细记录原始数据,严格控制实验条件。整个实验过程中保持严谨求实的科学态度、团结互助的合作精神,积极主动地探求科学规律。

(3) 实验完成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,教员应引导学生通过这一部分反映出学生通过实验所获得的心得体会,以及对于实验结果和实验现象的分析、归纳和解释,鼓励学生进一步深入进行该实验的设想。

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。

物理化学实验教学应向学生进行理论和实验辩证关系的教育,注重学生实验过程中的技能训练和实验后的数据处理训练,使他们养成既重视理论又重视实验的科学作风,为下一阶段进入综合化学实验课程学习奠定基础。

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,确保实验者和国家财产安全的重要问题。物理化学实验室里经常遇到高温、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、 γ 射线等)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和实验室用电等安全防护事宜,反复作了介绍,在此主要结合物理化学实验的特点,着重介绍使用受压容器和辐射源的安全防护,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、供气流稳压用的玻璃容器,以及盛放液氮的保温瓶等。

1. 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	试验压力/ $\text{kg}\cdot\text{cm}^{-2}$	
		$\text{kg}\cdot\text{cm}^{-2}$	水压试验	气压试验
150	氢、氧、氮、氩、氨、甲烷、压缩空气	150	225	150
125	二氧化碳及纯净水煤气等	125	190	125
30	氨、氯、光气等	30	60	30
6	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(参见表 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。

为了安全使用,各类气瓶应定期送检验单位进行技术检查,一般气瓶至少三年检验一次,充装腐蚀性气体的储气瓶至少每两年检验一次。不合格者应降级使用或予以报废。

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	
氟气瓶	草绿	氟	白	白
乙炔瓶	白	乙炔	红	

使用储气瓶必须按正确的操作规程进行,以下简述有关注意事项。

气瓶放置要求:气瓶应存放在阴凉、干燥、远离热源(如夏日应避免日晒,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。安装减压器前应确定其连接尺寸规格是否与气瓶接头相符,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。有些气瓶需使用专用减压器(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。