

国家理科基地课程建设教材

物理化学实验 与技术

◎主编 刘寿长 张建民 徐 顺

 郑州大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

物理化学实验与技术/刘寿长,张建民,徐顺主编. —郑州:郑州大学出版社,2004

ISBN 7-81048-974-7

I. 物… II. ①刘…②张…③徐… III. 物理化学-化学实验-高等学校-教材 IV. 064-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2004)第 106798 号

郑州大学出版社出版发行

郑州市大学路 40 号

出版人:邓世平

全国新华书店经销

郑州文华印务有限公司印制

开本:787 mm × 1 092 mm

印张:27.125

字数:627 千字

版次:2004 年 11 月第 1 版

邮政编码:450052

发行部电话:0371-6966070

1/16

印数:1——5100

印次:2004 年 11 月第 1 次印刷

书号:ISBN 7-81048-974-7/O · 21 定价:38.00 元

本书如有印装质量问题,由承印厂负责调换

作者名单

主 编	刘寿长	张建民	徐 顺
编 委	刘寿长	张建民	徐 顺
	石秋芝	苏运来	王志武
	刘仲毅	鲍改玲	

内容提要

本书主要内容为:实验讲座,基本实验,提高型(综合性、设计性)实验,研究创新型实验,实验技术,考试、考核试题和常用数据表。讲座部分内容涉及安全防护、数据处理、资料查阅、误差问题、实验设计、计算机应用等基础知识。基本实验部分涵盖了热力学、电化学、动力学、表面与胶体化学、结构化学等每个分支的主要内容。提高型实验部分给出了每个分支的综合性题目和实验设计的指导思想。研究创新型实验给出了实验的基本要求 and 重要的实验方法与手段。实验技术部分讲述了八大类实验技术。考试、考核试题部分体现了实验与技术的重点、难点和知识点。常用数据表部分包括我国法定计量单位和大量的物质特性数据。本书力图适应培养高素质化学专业人才的需要,力图体现教学内容与时俱进、教学方法和手段不断创新的精神。

本书可作为高等学校化学及与化学有关专业的物理化学实验教材,也可供科研人员使用和参考。

敬请使用本书前阅读前言：

前 言

2004年3月教育部化学教学指导、化学与化工专业委员会在山东大学召开了《高等学校基础课化学、应用化学专业化学实验教学基本内容》、《高等学校基础课化学、应用化学专业化学实验教学基本条件》研讨会，会议通过了上述两个指导性文件。文件规定了实验教学内容应该包括基本实验、提高型实验(综合性、设计性)、研究创新型实验三个层次和实验教学必须具备的基本条件。本教材就是根据上述精神编写的一本教学用书。

基本实验涵盖了热力学、动力学、电化学、表面与胶体化学、结构化学等物理化学五个分支的主要内容，并考虑了不同分支实验的合理分布。其中既有经典实验，又有反映学科最新发展的新实验。并且在仪器上进行了更新，在实验方法和数据处理上反映了当代科技发展的先进水平；同时特别加强了表面与胶体化学部分。

提高型(综合性、设计性)实验首先给出了每个分支的综合性题目和实验设计的指导思想。其次给出了可供学生选做的实验内容。这类实验要求学生在完成基本实验的基础上，根据物理化学实验的特点，利用现有仪器设备，自己设计实验方案，自己配制标准溶液，独立撰写实验报告。也可以把一些新的实验方法和技术移植到基本实验中。或者用先进的电子仪器对经典实验进行改造，提高测量精度。或者用计算机控制实验条件、记录和处理实验数据等。教师给定题目，学生自由选择。实验准备、设备自制、仪器安装，溶液配制、数据处理，报告撰写，均在教师指导下，由学生独立完成。

研究创新型实验不同于提高型实验，它要求利用物理化学原理、实验方法和实验技术开展初步的科学研究，进行具有创新性的工作，实验室提供必要的条件。所谓创新，不是重复别人已经进行的工作，而是针对自己感兴趣的课题，有所发现，有所发明，有所创造，有所前进。研究结果可以作为学术论文在公开刊物上发表。由于任何一项科学研究，离不开手段和方法，所以结合一些常用的物理化学研究法给出了一些这方面示范性的题目。鼓励学有余力的同学，有计划地开展这方面的工作。目的是帮助学生完成由学习到应用，由读书到研究的转变。

本书还包括实验讲座。这是培养和提高学生实验素质的重要组成部分，是必修的最基本教学内容。目的是使学生受到全方位的训练，提高综合素质。克服只会动手，不懂安全防护，不善于分析处理实验数据，不知道什么样的图、表、实验报告才算规范，不会误差分析，不会利用计算机处理实验数据等弊端，保证实验课教学质量。

本书的特色在于用相当大的篇幅给出了物理化学实验技术和常用数据表。技术的重要性在于它可以使理论获得应用，使知识转化为生产力，目的是使学生既有坚实的化学理论，又有熟练的化工技能，克服理工分离的弊端，培养复合型人才。常用数据表可以使生一书在手，节约大量宝贵时间，为研究工作带来诸多方便。

本书的特色还在于给出了大量的实验考试、考核试题。试题以选择、填空、画图、简答、设计方案等形式给出。试题的知识点涵盖了基本实验的核心内容、注意事项,实验技术的要点、难点,以及实验讲座中的内容,实验室常识等。画龙点睛,识别正确与谬误,加深理解与记忆。试题大多选自历年研究生入学实验复试题,以及历年参加全国化学实验竞赛的培训题,具有较高的参考价值。

上述诸方面,由浅入深,循序渐进,相辅相成,有机结合,构成了本书的主要内容,形成了完整的具有特色的物理化学实验教材体系。

编者长期从事实验课教学工作。1997年以来,积极参与了河南省面向21世纪教学改革立项,承担了“物理化学实验教学内容和体系的改革与实践”项目。2001年“物理化学实验课教学的创新与实践”获河南省高等教育省级教学成果一等奖。本书是在教学实践和上述成果的基础上编写的,是实验教学小组全体教师多年来教学改革与实践的总结和提高,是实验教学内容和体系改革的一种探索。本书编写的宗旨是,努力贯彻教育部化学教学指导、化学与化工专业委员会文件精神,力求体现教学内容与时俱进的宗旨,力图适应培养高素质化学专业人才的需要。

在本书编写过程中,得到郑州大学化学系物理化学学科组全体教师大力支持,他们还贡献了一些珍贵的材料。如王向宇教授撰写了“程序升温技术研究固体表面性能”、王向宇、刘蒲教授共同撰写了研究型实验中的“绿色催化酯化反应及动力学研究”;关新新副教授撰写了基本实验中的“紫外分光光度法测定萘在硫酸铵水溶液中的活度系数”;郭益群教授、杨长春教授、唐明生教授等都对本书的编写给予了真诚的帮助和支持。另外本书还参阅了国内外一些著名的教科书和文献资料,其作者、书名、文献名都列在参考文献中,在这里编者谨向他们表示衷心的感谢!

由于编者水平所限,时间仓促,缺点与错误在所难免,衷心欢迎读者批评指正。

编者

2004.8

I 物理化学实验讲座	1
一 物理化学实验的目的、要求和安全防护	1
二 物理化学实验的数据处理和资料查阅	8
三 物理化学实验的误差问题和实验设计	15
四 物理化学实验中的计算机数据处理技术	24
 II 基本实验	 45
一 热力学部分	45
实验 1 燃烧热测定	45
实验 2 双液系的气-液平衡相图	51
实验 3 纯液体饱和蒸气压的测定	56
实验 4 凝固点降低法测定摩尔量	61
实验 5 紫外分光光度法测定萘在硫酸铵水溶液中的活度系数	66
实验 6 气-液相色谱法测定非电解质溶液的热力学函数	68
二 电化学部分	76
实验 7 电导与弱电解质电离平衡常数的测定	76
实验 8 镍在硫酸溶液中的阳极钝化行为	84
实验 9 原电池电动势和电极电势的测定	88
实验 10 离子迁移数的测定——界面移动法	96
实验 11 氢超电势的测定	99
三 动力学部分	103
实验 12 二级反应——乙酸乙酯皂化	103
实验 13 旋光法测定蔗糖转化反应的速率常数	108
实验 14 复杂反应——丙酮碘化	111
实验 15 过氧化氢催化分解	116

实验 16	浓度突跃——松弛法研究快速反应动力学	120
实验 17	连续流动法研究催化反应动力学	124
四	表面与胶体部分	128
实验 18	最大气泡法测定溶液表面张力	128
实验 19	电泳	134
实验 20	超细粒子的粒度分析	138
实验 21	程序升温技术研究固体表面性能	154
实验 22	溶液吸附法测定比表面积	163
五	结构化学部分	167
实验 23	偶极矩的测定	167
实验 24	磁化率——配合物结构的测定	175
实验 25	休克尔分子轨道法	181
实验 26	径向分布函数、角度分布函数与电子云图形的绘制	192
实验 27	电子跃迁参数的测定	205
实验 28	红外吸收光谱与分子振动运动	209
III	提高型实验(综合性、设计性)	212
一	提高型(综合性、设计性)实验的基本要求	212
实验 29	设计实验测定苯的稳定化能	212
实验 30	设计实验测定化学反应的动力学参数(n 、 A 、 E_a)	212
实验 31	设计实验测定氧化-还原反应的热力学函数	213
实验 32	利用相图分离提纯无机盐和制备雷尼镍	213
实验 33	溶胶-凝胶法制备纳米粒子及其性质表征	213
实验 34	结构化学与计算机在物化实验中的应用	213
实验 35	二组分金属相图的绘制	215
实验 36	三组分体系等温相图	219
实验 37	乙醇-水溶液偏摩尔体积的测定	223
实验 38	差热分析	228
实验 39	计算机模拟基元反应	234
实验 40	循环伏安特性的研究	238
实验 41	黏度法测定高聚物的相对分子量	242
实验 42	利用原子发射光谱测定钠原子 $3p$ 轨道能量	247
实验 43	X 射线多晶衍射法物相分析	250
实验 44	物理化学实验数据的计算机处理	260

实验 45	BET 法测固体的比表面积	272
IV	研究创新型实验	278
一	研究创新型实验的基本要求	278
二	研究创新型实验示例	279
实验 46	电化学方法测定化学反应的动力学参数	279
实验 47	电化学方法测定化学反应的热力学函数变化值	285
实验 48	电极材料与电催化性能	288
实验 49	绿色催化酯化反应及动力学研究	293
实验 50	小型高压釜测定催化剂的活性选择性和收率	297
实验 51	纳米非晶合金材料的制备与表征	300
实验 52	TiO ₂ 光催化剂的制备、结构表征及光催化性能研究	309
V	物理化学实验技术	313
一	气体压力的测量	313
二	温度计的选择和使用	318
三	控温技术	324
四	电学测量技术	332
五	光学测量技术	342
六	真空技术	348
七	量热技术——绝热式量热计测定燃烧热	354
八	气相色谱技术	357
VI	物理化学实验考试、考核试题	366
VII	物理化学常用数据表	375
一	我国法定计量单位	375
二	物理化学实验常用数据表	384
VIII	参考文献	421



一 物理化学实验的目的、要求和安全防护

(一) 物理化学实验的目的和要求

1. 物理化学实验的主要目的

物理化学实验是借助于物理学的原理、技术和仪器,借助于数学运算工具来研究物质的物理性质、化学性质和化学反应规律的一门学科,是化学、化工等专业本科生必修的基础实验课程,是继无机、有机、分析化学之后,为高年级学生开设的一门基础实验课程。物理化学实验教学的任务,就是通过严格、定量的经典实验,理论联系实际的综合实验,带有科研性质的研究创新型实验以及实验技术和技能讲座,重演人们发现真理的过程,培养学生的动手能力和创新思想,提高学生的科研素质。

物理化学实验的特点是,它既是主要使用精密仪器进行实验的一门实践性很强的课程,又是重演“发现”化学反应规律的一门理论性很强的课程。不仅要求学生会动手组装和正确使用仪器,而且要求学生能设计实验,获取实验数据,并对实验结果作出处理和讨论,正确写出实验报告。学生在学习中必须手脑并用,理论联系实际,运用课本知识解决实际问题,并能对实验数据作出正确处理,且图表规范,表达清晰,结论正确。

物理化学实验的基本目的是:

- (1) 掌握物理化学基本的研究方法、基本的实验技术和基本的实验仪器的使用。
- (2) 对学生进行实验工作的综合训练,培养严谨的、实事求是的工作作风和科学态度。
- (3) 加深理解物理化学基本理论和基本概念。

2. 物理化学实验的基本要求

(1) 完成规定的基本实验 包括热力学、动力学、电化学、表面胶体和大分子化学以及物质结构等分支的典型实验,熟悉其相应的研究方法、实验技术和实验仪器。

(2) 选做一些提高性实验 这些实验具有设计性和综合性。由学生自己提出方案,并独立完成配制与标定溶液、组装仪器以及测量和处理数据等。教师仅给以适当指导,如文献查阅、设计思想、误差分析等。学生应写出实验报告,并进行交流和总结。

(3) 选做个别研究创新型实验 这些实验带有科研性质。要求学生提出问题,解决

问题,撰写学术论文。并要求实验方案合理,数据处理正确,图表规范,结论具有创新性。

(4)学好实验讲座,掌握实验技术 讲座包括物理化学实验的一些基本知识、技能(如实验数据的表达),实验结果的误差分析,实验数据的计算机处理等。这部分内容放在实验操作训练开始之前进行,由老师讲授。物理化学实验技术,如温度的测量和控制、压力的测量和校正、真空技术、光学测量技术、电化学测量技术等,这部分内容放在基本实验之后,在实验操作训练的基础上,由学生自学。举一反三,拓宽知识。

在进行每一个实验前,要求做到以下几方面。

①预习。按规定时间进行预习,认真阅读实验内容,仔细了解目的和要求,熟悉仪器性能和操作方法。

②写出预习报告。要求有专用的、整洁的预习报告本。预习报告内容包括测量所依据的原理、实验操作计划、注意事项、数据记录表格等。经指导教师检查,没有预习报告者,不得进行实验。

③实验前要做好各种准备工作,记录实验条件,如室温、大气压等。

④实验一旦开始,要求专心致志,善于发现和解决出现的各种问题。出现异常情况时应及时与指导教师商量解决。

⑤实验结束后,首先清洗整理实验仪器和实验台,然后数据交指导教师签字,经老师同意后,方可离开实验室。

(5)考核、考试 这是保证实验课程达到预期教学目的的必要环节。考核以平时实验成绩为主,学期结束要进行实验操作考试、口试和笔试。总评分数不及格者要补考,甚至留级。

3. 实验室基本要求

为了养成良好的实验习惯,一般情况下,不要将书包、水杯、报纸、杂志等与实验无关的东西带进实验室。不要在实验室进食。不要任意扭动仪器旋钮、开关。不要大声喧哗,走路要轻,东西要轻拿轻放。完成实验后主动整理桌面、归置仪器药品,清扫地面,倒掉垃圾。损坏仪器及时报告老师,按规定赔偿。珍惜药品,爱护仪器,保护国家财产。最后离开实验室的学生要检查门、窗、水、电。良好的实验习惯,是科研素质的外在表现形式,一旦养成,终身受益;反之,不从小事做起,很难达到“训练有素,能力很强”的目的。

4. 尊重教师,尊重劳动

要尊重实验课教师、实验室工作人员和所有为实验课辛勤劳动的人员。同学间要团结协作,互相学习,共同进步,培养团队精神。物理化学实验综合性强,需用仪器种类和数量多,维修和调试工作量大。往往在学生开始实验前数周,教师和工作人员既要进行紧张的备课,又要仔细调试、修配仪器,准备实验。在实验开始以后,仪器也常需要维修。因此每个实验虽只安排了几个课时,但为了使实验顺利进行,往往需要很多人员付出辛勤的劳动。学生应当尊重劳动,共同营造良好的实验氛围。

(二) 物理化学实验的安全防护

安全防护,是一个关系到培养良好的工作作风,保证实验顺利进行,保护学生和国家

财产安全的重要问题。就像工厂工人不接受安全培训不能上岗一样,学生不接受安全教育,不允许进实验室。

在化学实验室里,常常潜藏着诸如发生爆炸、着火、中毒、灼伤、割伤、触电等事故的危险性,如何来防止这些危险的发生以及万一发生又如何采取措施,这是每一个化学工作者必须具备的最基本素质。

物理化学实验室的安全防护尤为重要。这不仅是因为在物理化学实验室里,经常遇到高温高压、低温低压等实验条件,接触到许多有毒药品和可燃性气体,而且是因为许多贵重精密设备日益普遍应用。实验室一旦发生事故,后果不堪设想。因此,必须牢固确立“安全第一”的观念。实验者必须具备必要的安全防护常识,懂得为避免事故发生应采取的预防措施及事故现场的处理方法。

1. 安全用电常识

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,特别要注意安全用电。表 1.1.1 列出了人体通过 50 Hz 交流电的反应情况。

表 1.1.1 不同电流强度时的人体反应

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

为了保障人身安全,一定要遵守如下用电安全规则。

(1) 防止触电

- ①不用潮湿的手接触电器。
- ②电源裸露部分应做绝缘处理(例如电线接头处应裹上绝缘胶布)。
- ③所有电器的金属外壳都应接地。
- ④实验时,应先连接好电路后才接通电源。实验结束时,先切断电源再拆线路。
- ⑤修理或安装电器时,应先切断电源。
- ⑥不能用试电笔去试高压电。使用高压电源应有专门的防护措施。
- ⑦如有人触电,应迅速切断电源,然后进行抢救。

(2) 防止引起火灾

- ①保险丝要与额定电流相符。
- ②电线的安全通电量应大于实际用电功率。
- ③室内若有氢气、煤气等易燃易爆气体,一定要注意通风,同时避免明火与产生电火花。继电器工作和开关电闸时,易产生电火花,应在确认无易燃易爆气体积聚时才进行。电器接触点(如电插头)接触不良时,应及时修理或更换。

④如遇电线起火,立即切断电源,用沙或二氧化碳、四氯化碳灭火器灭火,禁止用水或泡沫灭火器等导电液体灭火。

(3) 防止短路

①线路中各接点应牢固,电路元件两端接头不要互相接触,以防短路。

②电线、电器不要被水淋湿或浸在导电液体中,例如实验室加热用的灯泡接口不要浸在水中。

(4) 电器仪表的安全使用

①使用前先了解电器仪表要求使用的电源是交流电还是直流电;是三相电还是单相电以及电压的大小(380 V、220 V、110 V 或 6 V)。弄清电器功率是否符合要求以及直流电器仪表的正、负极。

②仪表量程应大于待测量。若待测量大小不明时,应从最大量程开始测量。

③实验之前要检查线路连接是否正确。经教师检查同意后方可接通电源。

④在电器仪表使用过程中,如发现有不正常声响、局部温升或嗅到绝缘漆过热产生的焦味,应立即切断电源,并报告教师进行检查。

2. 化学药品的安全防护

一般在开始一项实验之前,应预先了解实验中所用药品的规格、性能以及使用时可能产生的危害,并准备好相应的防护措施。应该注意,有许多化学药品的毒性是在相当长的时间后才会显示出来。因此在使用化学药品时要注意防毒、防爆、防燃、防灼伤等。

(1) 防毒 大多数化学药品都有程度不同的毒性,原则上应防止任何化学药品以任何形式进入人体。有毒化学药品进入人体可通过三种途径:呼吸道、消化道和皮肤黏膜。有毒气体或尘埃可经呼吸道由肺部侵入。沾染毒物的手指,在进食时可能将毒物带进消化道。有外伤的皮肤,易使毒物侵入人体。因此在使用有毒气体时,要注意通风,避免有毒气体或尘埃的积聚;禁止在实验过程中饮水、进食。食品不要带进实验室,以防毒物污染,离开实验室要洗净双手。尽量防止皮肤和药物直接接触,受损伤的皮肤要及时包扎治疗。

操作有毒气体(如 H_2S 、 Cl_2 、 Br_2 、 NO_2 、浓 HCl 和 HF 等)应在通风橱内进行。

苯、四氯化碳、乙醚、硝基苯等的蒸气会引起中毒。它们虽有特殊气味,但久嗅会使人嗅觉减弱,所以应在通风良好的情况下使用。

有些药品(如苯、有机溶剂、汞等)能透过皮肤进入人体,应避免与皮肤接触。

氰化物、高汞盐(HgCl_2 、 $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 等)、可溶性钡盐(BaCl_2)、重金属盐(如镉、铅盐)、三氧化二砷等剧毒药品,应妥善保管,使用时要特别小心。

特别要预防汞中毒和苯中毒。水银温度计如果被损坏,汞泼溅到桌面或地面上,一定要报告老师,及时采取措施,认真进行处理。否则实验者每天吸入少量汞蒸气或尘埃,日久就会中毒。苯、环己烷等一些有机物易挥发,在使用这些药品时要注意通风;同时将沾有这些有机物的废纸(如擦镜纸等)及时处理掉,否则,它们很快挥发到空气里,影响实验者的健康。

(2) 防爆 防爆是实验防护的最重要内容之一,也是对实验者和实验室危害最大的实验事故之一,必须给予充分注意。化学药品和可燃性气体因保管和使用不当引起爆炸,按机理可分为支链爆炸和热爆炸。支链爆炸多见于可燃性气体和易挥发有机物质在不被觉察的情况下逸散到空气里,含量达到某一程度,遇明火而引起。支链爆炸的条件是,链

的支化速率超过了链的消除速率。支链爆炸存在明显的界限现象。如氢气,按氢气与空气体积比高限为 74.2%,低限为 4%。当氢气在混合物中含量位于高限和低限之间,只要有一火花诱发,就会瞬间爆炸。为了防止支链爆炸,最根本的方法是避免可燃性气体逸散到空气中去。在使用可燃性气体的地方,要保持实验环境的通风,不使气体积聚,同时严禁使用明火或穿带钉子的鞋。除一些可燃性气体外,有机物液体(如乙醇等)在受热(如蒸馏等)后挥发到空气里,在遇明火的情况下同样会引起爆炸。热爆炸是由于化学反应产生的热来不及逸散,导致反应温度剧烈升高,瞬间产生大量气体而引起。易爆炸的物品主要有过氧化物、氯酸盐、过氯酸盐、重氮化合物、三硝基甲苯和乙炔化合物等。它们在单独存放时,受震受热也可能发生爆炸。乙醚久藏也会生成极易爆炸的过氧化物。预防热爆炸的要点是不让强氧化剂与强还原剂放在一起;同时在进行可能发生爆炸的实验时,必须采取预防措施,戴好防护面罩,并尽量减少所用药品的量。

一些气体的爆炸极限见表 1.1.2。

表 1.1.2 与空气相混合的某些气体的爆炸极限(20 °C, 10 325 Pa 下)

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	煤气	32	5.3
乙醚	36.5	1.9	氨	27.0	15.5
丙酮	12.8	2.6			

(3) 防火

①许多有机溶剂如乙醚、丙酮、乙醇、苯等非常容易燃烧,大量使用时室内不能有明火、电火花或静电放电。实验室内不可存放过多这类药品,用后还要及时回收处理,不可倒入下水道,以免聚集引起火灾。

②有些物质如磷、金属钠、钾、电石及金属氢化物等,在空气中易氧化自燃。还有一些金属如铁、锌、铝等粉末,比表面大也易在空气中氧化自燃。这些物质要隔绝空气保存,使用时要特别小心。

如果实验室着火不要惊慌,应根据情况进行灭火,常用的灭火器材有:水、沙、二氧化碳灭火器、四氯化碳灭火器、泡沫灭火器和干粉灭火器等,可根据起火的原因选择使用。以下几种情况不能用水灭火。

(a) 金属钠、钾、镁、铝粉、电石、过氧化钠着火,应用干沙灭火。

(b) 比水轻的易燃液体,如汽油、苯、丙酮等着火,可用泡沫灭火器。

(c) 有灼烧的金属或熔融物的地方着火时,应用干沙或干粉灭火器。

(d) 电器设备或带电系统着火,可用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器。

(4) 防灼伤 强酸、强碱、强氧化剂、溴、磷、钠、钾、苯酚、冰醋酸等都会腐蚀皮肤,特别要防止溅入眼内。液氧、液氮等低温也会严重灼伤皮肤,使用时要小心。万一灼伤应及时治疗。

3. 高压钢瓶的安全防护

在物理化学实验中,经常用到高压钢瓶,如燃烧热测定等。当钢瓶受到撞击或高热时就会有发生爆炸的危险。另外,有一些压缩气体或液化气体则具有剧毒,一旦泄漏,将造成严重后果。因而正确和安全地使用各种压缩气体或液化气体钢瓶是十分重要的。钢瓶安全使用的注意事项很多,主要有以下几方面。

(1) 不要误用钢瓶 使用前要按照钢瓶外表油漆颜色、字样等正确识别气体种类,切勿误用。根据我国有关部门规定,各种钢瓶必须按照下述规定进行漆色、标注气体名称和涂刷横条。气体钢瓶的颜色标记如表 1.1.3 所示。

表 1.1.3 气体钢瓶常用的标记

气体类别	瓶身颜色	标字颜色	字样
氮气	黑	黄	氮
氧气	天蓝	黑	氧
氢气	深蓝	红	氢
压缩空气	黑	白	压缩空气
二氧化碳	黑	黄	二氧化碳
氨	棕	白	氨
液氨	黄	黑	氨
氯	草绿	白	氯
乙炔	白	红	乙炔
氟氯烷	铝白	黑	氟氯烷
石油气体	灰	红	石油气
粗氩气体	黑	白	粗氩
纯氩气体	灰	绿	纯氩

(2) 高压钢瓶的使用及注意事项

① 在钢瓶上装上配套的减压阀。可燃性气体的减压阀与一般气体的减压阀不能互用。氧气与氮气减压阀通用。减压阀有两个表头,离钢瓶近的指示钢瓶压力,另一个指示容器压力。在打开钢瓶阀门前,必须首先检查减压阀是否关紧,方法是逆时针旋转调压手

柄至螺杆松动为止。减压阀是松(逆时针)为关,紧(顺时针)为开。

②打开钢瓶总阀门,此时高压表显示出瓶内储气总压力。钢瓶上的总阀是顺时针为关,逆时针为开。

③慢慢地顺时针转动减压阀上调压手柄,至低压表显示出实验所需压力为止。

④停止使用时,先关闭总阀门,待减压阀中余气逸尽后,再关闭减压阀。

(3) 注意事项

①钢瓶应存放在阴凉、干燥、远离热源的地方,避免在烈日下暴晒。可燃性气瓶应与氧气瓶分开存放。

②搬运钢瓶要小心轻放,避免剧烈撞击,钢瓶帽要旋上。

③使用时必须装减压阀和压力表。可燃性气瓶(如 H_2 、 C_2H_2) 气门螺丝为反丝;不燃性或助燃性气瓶(如 N_2 、 O_2) 为正丝。各种压力表一般不可混用。要特别注意,一般不要将高压氧气直接通入有机液体。

④不要让油或易燃有机物沾染到气瓶上(特别是气瓶出口和压力表上)。

⑤开启总阀门时,不要将头或身体正对总阀门及减压阀表头,以防万一。

⑥不可把气瓶内气体用光,保存 1 MPa 左右,以防重新充气时发生危险。

⑦使用中的气瓶每三年应检查一次,装腐蚀性气体的钢瓶每两年检查一次,不合格的气瓶不可继续使用。

⑧氢气瓶应放在远离实验室的专用小屋内,用紫铜管引入实验室,并安装防止回火的置。

4. 汞的安全使用和汞的纯化

汞中毒分急性和慢性两种。急性中毒多为汞盐(如 Hg_2Cl_2 入口所致,0.1~0.3 g 即可致死。吸入汞蒸气会引起慢性中毒,症状为食欲不振、恶心、便秘、贫血、骨骼和关节疼、精神衰弱等。汞蒸气的最大安全浓度为 $0.1 \text{ mg} \cdot \text{m}^{-3}$,而 20 °C 时汞的饱和蒸气压为 0.16 Pa,超过安全浓度 100 倍。所以使用汞必须严格遵守安全用汞操作规定。

(1) 安全用汞操作规定

①不要让汞直接暴露于空气中,盛汞的容器应在汞面上加盖一层水。

②装汞的仪器下面一定放置浅瓷盘,防止汞滴散落到桌面上和地面上。

③一切转移汞的操作,也应在浅瓷盘内进行(盘内装水)。

④实验前要检查装汞的仪器是否放置稳固;橡皮管或塑料管连接处要缚牢。

⑤储汞的容器要用厚壁玻璃器皿或瓷器。用烧杯暂时盛汞,不可多装以防破裂。

⑥若有汞掉落在桌上或地面上,先用吸汞管尽可能将汞珠收集起来,然后用硫磺盖在汞溅落的地方,并摩擦使之生成 HgS 。也可用 $KMnO_4$ 溶液使其氧化。

⑦擦过汞或汞齐的滤纸或布必须放在有水的瓷缸内。

⑧盛汞器皿和有汞的仪器应远离热源,严禁把有汞仪器放进烘箱。

⑨使用汞的实验室应有良好的通风设备,纯化汞应有专用的实验室。

⑩手上若有伤口,切勿接触汞。

(2) 汞的纯化 汞中一般有两类杂质:一类是外部玷污,如盐类或悬浮脏物。可用多次水洗及用滤纸刺一小孔过滤除去。另一类是汞与其他金属形成的合金,例如极谱实验

中,金属离子在汞阴极上还原成金属并与汞形成合金。这种杂质可选用下面几种方法纯化。

①易氧化的金属(如 Na、Zn 等)可用硝酸溶液氧化除去。把汞倒入装有毛细管或包有多层绸布的漏斗,汞分散成细小汞滴洒落在 10% HNO_3 中,自上而下与溶液充分接触,金属被氧化成离子溶于溶液中,而纯化的汞聚集在底部。一次酸洗如不够纯净,可酸洗数次。

②蒸馏。汞中溶有重金属(如 Cu、Pb 等),可用蒸汞器蒸馏提纯。蒸馏应在严密的通风橱内进行。

③电解提纯。汞在稀 H_2SO_4 溶液中阳极电解可有效地除去轻金属。电解电压 5 ~ 6 V,电流 0.2 A 左右,此时轻金属溶解在溶液中,当轻金属快溶解完时,汞才开始溶解,此时溶液变混浊,汞面有白色 HgSO_4 析出。这时减少电流继续电解片刻即可结束。将电解液分离掉,汞在洗汞器中用蒸馏水多次冲洗。

5. X 射线的防护

X 射线被人体组织吸收后,对人体健康有害。一般晶体 X 射线衍射分析用的软 X 射线(波长较长、穿透能力较低)比医院透视用的硬 X 射线(波长较短、穿透能力较强)对人体组织伤害更大。轻的造成局部组织灼伤;如果长时期接触,重的可造成白血球下降,毛发脱落,发生严重的射线病。但若采取适当的防护措施,上述危害是可以防止的。最基本的一条是防止身体各部(特别是头部)受到 X 射线照射,尤其是受到 X 射线的直接照射。因此要注意 X 光管窗口附近用铅皮(厚度在 1 mm 以上)挡好,使 X 射线尽量限制在一个局部小范围内,不让它散射到整个房间,在进行操作(尤其是对光)时,应戴上防护用具(特别是铅玻璃眼镜)。操作人员站的位置应避免直接照射。操作完毕,用铅屏把人与 X 光机隔开;暂时不工作时,应关好窗口。必要时,人员应尽量离开 X 光实验室。室内应保持良好通风,以减少由于高电压和 X 射线电离作用产生的有害气体对人体的影响。

二 物理化学实验的数据处理和资料查阅

(一) 物理化学实验的数据表达

1. 物理化学实验报告

(1)具体要求 实验报告既是学生实验的总结,又是学生宝贵的资料。认真书写实验报告在培养学生能力方面起着重要作用。“认真”二字,首先要体现在数据处理忠实于原始记录。任何拼凑、伪造或抄袭别人数据的行为都是不允许的。在连接代表点时也要实事求是,不能为得到理想的曲线而修改或增删代表点。

物理化学实验报告是反映学生实验水平的书面材料,是评定学生实验成绩的重要参