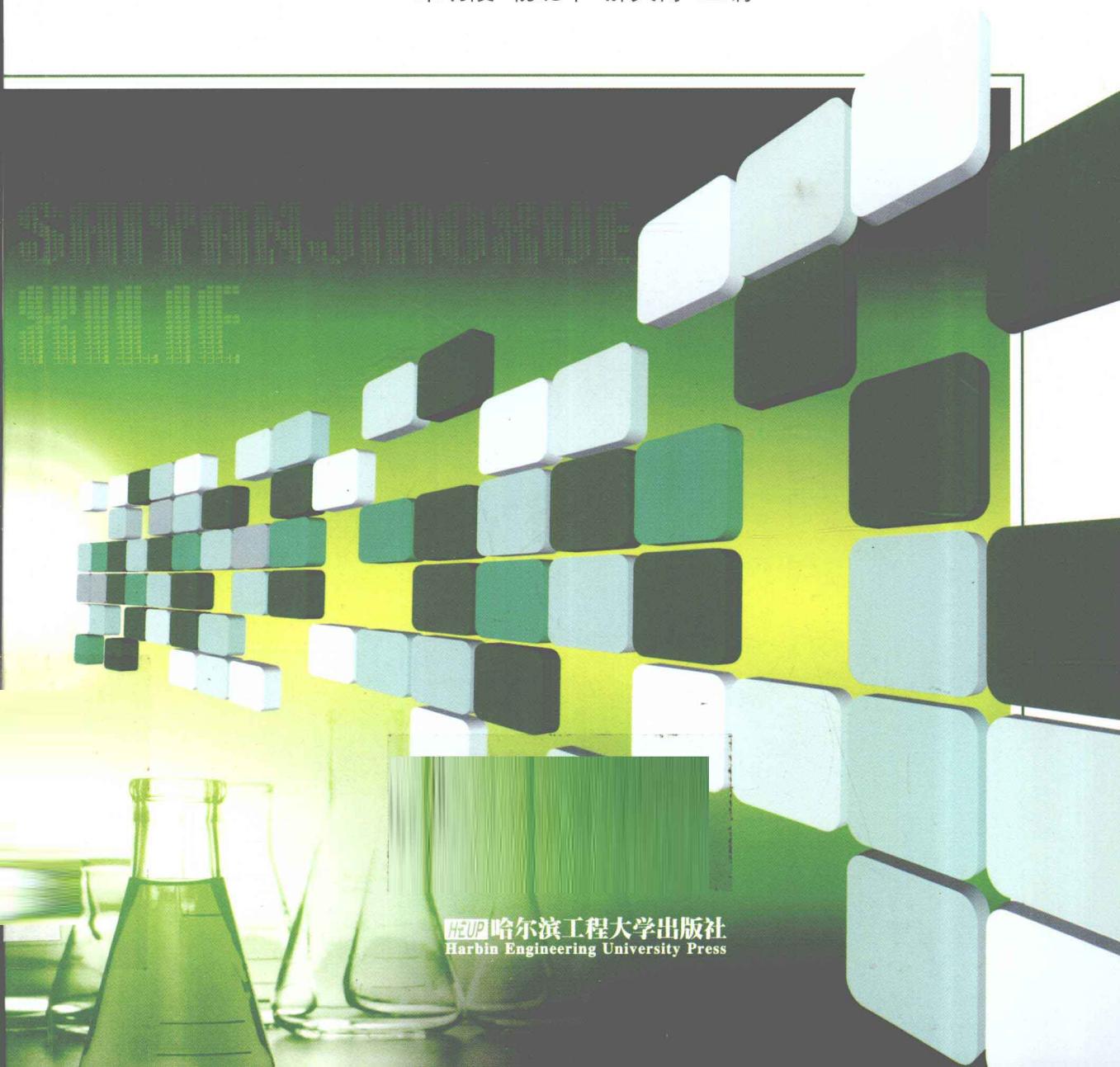




大学实验教学系列
DAXUESHIYANJIAOXUEXILIE

物理化学实验

朱明霞 杨北平 郝文博 主编



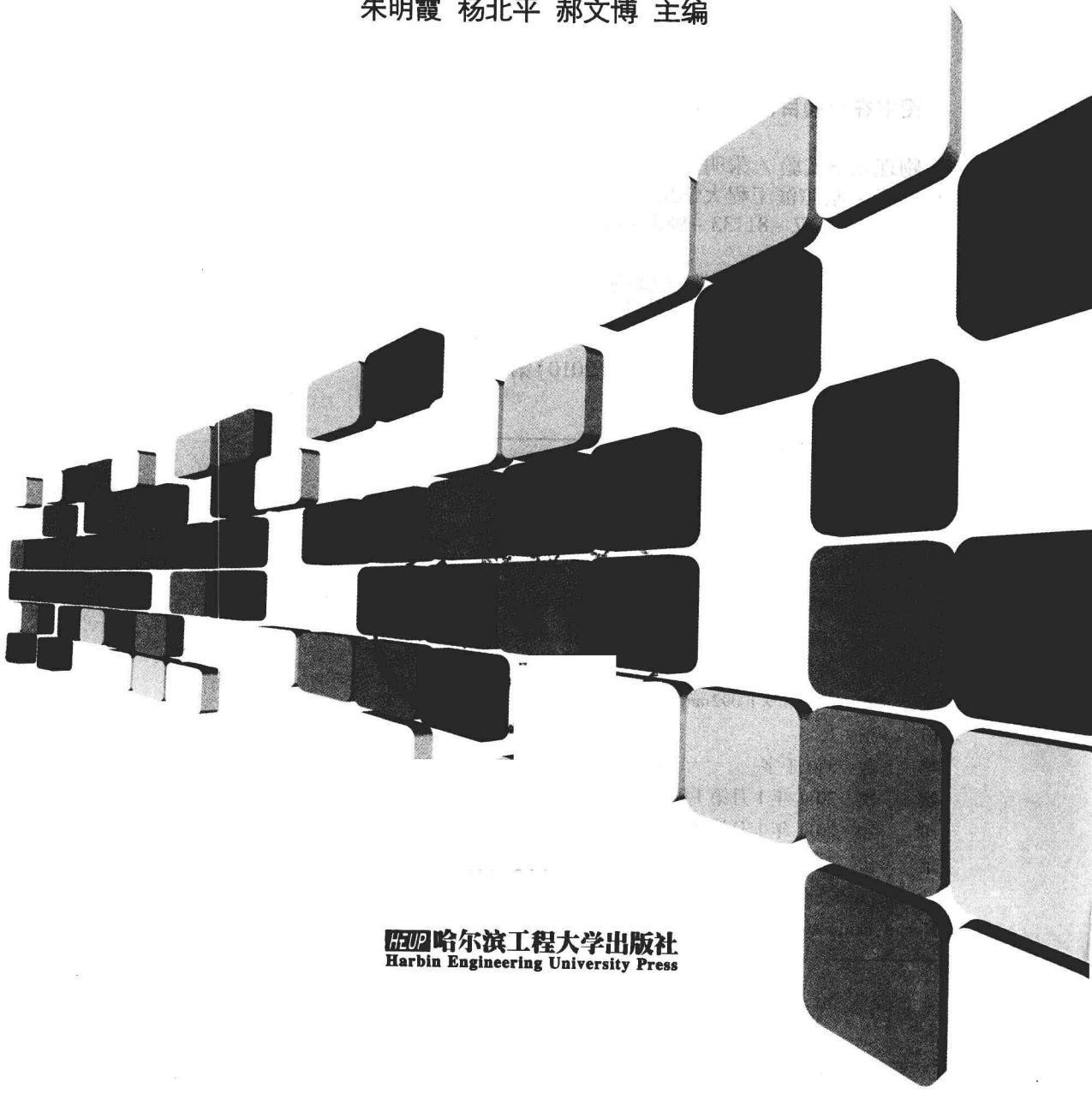
HEUP 哈尔滨工程大学出版社
Harbin Engineering University Press



大学实验教学系列
DAXUESHIYANJIAOXUEXILIE

物理化学实验

朱明霞 杨北平 郝文博 主编



HEUP 哈尔滨工程大学出版社
Harbin Engineering University Press

内容简介

本书由从事物理化学实验教学的教师根据教学实际情况编写而成,是一本适合教学实际和人才培养方案要求的物理化学实验教材。

全书分为基础编、物理化学实验编、附录三部分。基础编,介绍了实验的目的、要求、考核方法、实验室安全守则及实验技术、仪器使用原理和方法等内容;物理化学实验编则包括热化学、电化学、动力学、表面和胶体化学、结构化学共31个实验;附录部分为物理化学实验中常用数据表。

本教材适用于化学教育专业及应用化学等专业,对从事化学化工等相关专业及科研院所的技术人员也有一定的参考价值。

图书在版编目(CIP)数据

物理化学实验 / 朱明霞, 杨北平, 郝文博主编. —
哈尔滨 : 哈尔滨工程大学出版社, 2010. 12

ISBN 978 - 7 - 81133 - 985 - 7

I. ①物… II. ①朱… ②杨… ③郝… III. ①物理化
学 - 化学实验 IV. ①O64 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 243894 号

出版发行 哈尔滨工程大学出版社

社址 哈尔滨市南岗区东大直街 124 号

邮政编码 150001

发行电话 0451 - 82519328

传 真 0451 - 82519699

经 销 新华书店

印 刷 肇东粮食印刷厂印刷

开 本 787mm × 1 092mm 1/16

印 张 15.5

字 数 370 千字

版 次 2011 年 1 月第 1 版

印 次 2011 年 1 月第 1 次印刷

定 价 34.5 元

<http://press.hrbeu.edu.cn>

E-mail:heupress@hrbeu.edu.cn

前　　言

物理化学实验是理科化学类各专业教学计划中重要的课程,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、检验化学学科基本原理,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、方法论上有着重要的作用。从一定意义上来说,物理化学实验教学充分体现出理论与实践的辩证关系。

本书分为基础编、物理化学实验编、附录三部分。

基础编共分三章:第一章介绍了实验目的、要求、考核办法、实验室安全守则等;第二章介绍误差及有效数字、数据处理的表达与处理等;第三章为实验技术,包括温度测试技术、压力测试技术、电化学测试技术、光学测试技术等,主要介绍各种仪器的原理和使用方法。

物理化学实验编包括热化学、电化学、动力学、表面和胶体化学、结构化学方面共31个实验。

附录部分为物理化学实验中常用的数据表。

本书由从事物理化学实验教学的教师根据实际情况编写,是一本适合教学实际和人才培养方案要求的物理化学实验教材。其中基础编中第三章实验技术、实验八、实验十六、实验二十、实验二十二由杨北平编写,基础编中第二章误差与数据处理、实验十二、实验二十一、实验二十四、实验二十六及附录表由郝文博编写,绪论中第一章物理化学要求及其余实验内容由朱明霞编写。本书由车文实教授和郝文博进行审查和修定并最终定稿。

本书的出版凝聚着理化系全体教师长期的辛勤劳动的成果,他们长期从事着实验教学,积累了丰富的教学经验,为本书的编写提出了宝贵的意见,在编写过程中还得到校内外同行的支持和帮助,编写中学习和借鉴了一些兄弟院校在实验中值得推广的方法,在此一并致以衷心地感谢。

由于编者水平有限,书中难免有不妥和疏漏之处,恳请广大读者多提宝贵意见。

编　者

2010年7月

目 录

基础编

第一章 物理化学实验目的、要求	1
一、目的	1
二、要求	2
三、实验室制度	6
第二章 物理化学实验中的误差及数据的表达	14
一、误差的分类	14
二、测量的准确度与测量的精密度	15
三、误差的表达方法	15
四、偶然误差的统计规律和可疑值的舍弃	16
五、误差传递——间接测量结果的误差计算	17
六、有效数字	19
七、数据处理	20
八、数据处理软件在物理化学实验中的应用	24
第三章 物理化学实验技术	26
一、温度测量技术与仪器	26
二、电化学测量技术与仪器	33
三、光学测量技术与仪器	45
四、磁学测量技术与仪器	61

物理化学实验编

实验一 恒温槽的装配和性能测试	64
实验二 燃烧热的测定	68
实验三 溶解热的测定	71
实验四 双液系相图	74
一、苯 - 乙醇双液系气液相图的绘制	74
二、环己烷 - 异丙醇双液系相图	77
三、环己烷 - 乙醇双液系的气液平衡相图	80
实验五 三组分体系相图	83
一、苯 - 乙醇 - 水三组分体系相图	83
二、三组分体系液 - 液平衡相图测绘	85

三、苯 - 醋酸 - 水三组分体系等温相图	89
四、用改良合成复体法测定三组分盐水体系的相图	91
实验六 偏摩尔体积测定	95
一、氯化钠 - 水体系偏摩尔体积的测定	95
二、乙醇 - 水溶液偏摩尔体积的测定	98
实验七 分配系数的测定	101
一、碘和碘离子反应平衡常数的测定	101
二、有机物的正辛醇 - 水分配系数	103
三、苯甲酸在三氯甲烷和水体系中分配系数的测定	105
实验八 配离子的组成和稳定常数的测定	107
一、铁离子与磺基水杨酸配合物的组成与稳定常数的测定	107
二、磺基水杨酸合铜(Ⅱ)配离子的组成和稳定常数的测定	109
三、邻菲咯啉铁配合物组成及稳定常数的测定	112
实验九 液相反应平衡常数	114
一、甲基红酸离常数测定	114
二、硫氰合铁络离子的液相反应平衡常数测定	119
实验十 电导滴定	121
实验十一 电位滴定法测定乙酸电离常数	124
实验十二 电导法测定弱电解质的电离常数和难溶电解质的溶度积	126
实验十三 希托夫法测定离子迁移数	129
实验十四 电极的制备与原电池电动势的测定	132
实验十五 电动势法测定化学反应的热力学函数变化值	136
一、反应 $\text{Ag}(\text{s}) + 1/2 \text{Hg}_2\text{Cl}_2(\text{s}) \rightleftharpoons \text{AgCl}(\text{S}) + \text{Hg}(\text{l})$ 的热力学函数测定	136
二、反应 $\text{Hg}_2\text{Cl}_2 + \text{Zn}(\text{s}) \rightarrow \text{Zn}^{2+} + 2\text{Hg}(\text{l})$ 的热力学函数测定	137
三、反应 $\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- \rightarrow \text{AgCl}$ 热力学函数的测定	138
实验十六 电动势法电解质溶液活度系数的测定	140
实验十七 强电解质极限摩尔电导率的测定(电导法)	143
实验十八 直接电位法测定饮用水中氟离子含量	146
实验十九 电势 - pH 曲线的测定	149
实验二十 一级反应速度常数的测定	152
一、蔗糖水解反应速度常数的测定	152
二、加速法测定药物有效期	155
三、药物有效期的测定	156
四、过氧化氢的催化分解	158
实验二十一 二级反应速度常数测定乙酸乙酯的皂化反应	162
实验二十二 复杂反应动力学	166
一、丙酮碘化	166
二、丙酮的溴化	169
实验二十三 弛豫法测定反应速率常数	171

实验二十四 溶液表面张力的测定	175
一、最大气泡法	177
二、扭力天平法	179
实验二十五 溶液吸附法测定比表面积	183
一、活性炭在次甲基蓝溶液对次甲基蓝的吸附	183
二、活性炭在醋酸水溶液中对醋酸的吸附	185
实验二十六 黏度的测定和应用	187
一、黏度法测定高聚物的分子量	187
二、溶液黏度的测定	191
实验二十七 电导法测定表面活性剂临界胶束浓度	193
实验二十八 乳状液的制备与性质	195
实验二十九 溶胶的制备及稳定性	198
实验三十 磁化率的测定	204
一、固体磁化率的测定	204
二、草酸根合铁(Ⅲ)酸钾的制备及磁化率测定	205
实验三十一 偶极矩的测定	208
附录 物理化学常用数据表	214
参考文献	237

基 础 编

第一章 物理化学实验目的、要求

一、目的

物理化学实验是本科化学专业的基础实验课,是继无机化学实验、分析化学实验和有机化学实验之后的又一门实验必修课。其特点是利用物理方法研究化学变化规律,通过实验手段研究物质的物理化学性质及这些性质与化学反应之间的关系,并得出相应结论。

物理化学实验教学的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能和技术;学会使用一些基本实验仪器设备;学会重要的物理化学性能测定方法;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、实验结果的分析和归纳等一套严谨的试验方法。通过实验加深学生对物理化学原理的认识和理解;培养学生理论联系实际的能力;培养学生查阅资料的能力;使学生受到初步的试验研究训练;提高实验操作技能和培养学生初步进行科学实验研究的能力。

为达到上述实验目的,本课程以提高以下几方面能力为教学任务。

1. 培养理论联系实际的能力

物理化学理论课的概念、公式和理论在本课程中得到进一步巩固和加深,同时可以应用物理化学基本理论来指导本实验课程的学习。

2. 培养解决问题的能力

通过本课程的学习,掌握物理化学的基本实验技术方法(如温度测量、热化学测量、压力测量、电学测量、光学测量、磁学测量等)和一些常用实验仪器(如贝克曼温度计、电位差计、旋光仪、分光光度计、磁天平、电容仪等)的使用方法。

3. 培养自学能力

通过本课程的学习培养学生阅读实验教材和实验技术与仪器使用等方面的能力;通过实验演示培养学生的观察现象及领悟问题的能力;通过网上文献资料的查询培养学生获取知识的能力,等等。

4. 培养学生的理论思维能力和创新意识

如实验方案的设计,实验条件的选择,实验方法的比较,相关信息的查询,实验现象的解释,实验结果的分析、归纳和总结,实验报告的撰写等,物理化学实验为这些能力的培养提供了良好的训练。

为了达到上述目的,本课程的具体教学任务包括以下几方面:

1. 学习一些最基本的实验技术与常用仪器,包括每项内容的原理、构造、测量及使用注意事项等;

2. 学习十几个有代表性的实验,其中每一个实验题目的学习内容均包括实验原理、仪器与药品、操作步骤和实验关键提示等;
3. 选择十个实验题目进行实验技能训练,教学内容包括实验操作、数据记录和完成相应实验报告;
4. 课程学习结束后,进行课程考核。

二、要求

(一) 作好预习

学生在进实验室之前必须仔细阅读实验书中相关的实验内容及基础知识,明确本次实验中测定什么量,最终求算什么量,用什么实验方法,使用什么仪器,控制什么实验条件,并在此基础上,将实验目的、操作步骤、记录表和实验时注意事项写在预习数据卡上。

实验原始及预习数据记录卡

课程名称_____ 实验项目_____
 专业班级_____ 姓名_____ 学号_____ 同组姓名_____

一、实验原理

二、实验步骤

三、数据记录

预习情况		操作情况		纪律/卫生		老师签名		日期
------	--	------	--	-------	--	------	--	----

进入实验室后不要急于动手做实验,首先要对照卡片查对仪器,看是否完好,如发现问题应及时向指导教师提出,然后对照仪器进一步进行实验,并接受教师的提问,听取老师的讲解,在教师指导下做好实验准备工作。

(二) 实验操作及注意事项

经指导教师同意方可接通仪器电源进行实验。仪器的使用要严格按照“测量技术”中规定的操作规程进行,不可盲动;对于实验操作步骤,通过预习应心中有数,严禁“抓中药”式的操作。实验过程中要仔细观察实验现象,发现异常现象应仔细查明原因,或请指导教师帮助分析处理。实验结果必须经教师检查,如数据不合格应及时返工重做,直至获得满意结果。实验数据应及时记录在预习笔记本上,记录数据要实事求是,详细准确,且注意整洁清楚,不得任意涂改,尽量采用表格形式,要养成良好的记录习惯。实验完毕后,经指导教师同意后,方可离开实验室。

(三) 实验报告

学生应独立完成实验报告，并在下次实验前及时送指导教师批阅。实验报告的内容包括实验目的、简明原理、实验装置简图（有时可用方框图表示）、简单操作步骤、数据处理、结果讨论和思考题等内容。数据处理应有原始数据记录表和计算结果表示表（有时二者可合二为一），需要计算的数据必须列出算式，对于多组数据，可列出其中一组数据的算式。作图时必须按本绪论中数据处理部分所要求的去做，实验报告的数据处理中不仅包括表格、作图和计算，还应有必要的文字叙述。例如：“所得数据列入××表”“由表中数据作××～××图”等，以便使写出的报告更加清晰、明了，逻辑性强，便于批阅和留作以后参考。结果讨论应包括对实验现象的分析解释，查阅文献的情况，对实验结果误差的定性分析或定量计算，对实验的改进意见和做实验的心得体会等，这是锻炼学生分析问题能力的重要一环，应予重视。

实验报告实例：

实例一 恒温槽性能测试

一、实验目的

本实验的目的是通过恒温槽的构造了解恒温槽原理，掌握恒温调节的技术，并学会贝克曼温度计的使用方法和分析恒温槽的恒温性能。

二、实验原理

恒温槽是以某种液体为介质的恒温装置，依靠恒温控制器来自动调节其热平衡。当恒温槽因对外散热而使介质温度降低时，恒温控制器就会使恒温槽内的加热器工作，待加热到设定温度时，它又使加热器停止加热，这样周而复始就可以使液体介质的温度在一定范围内保持恒定。

恒温槽的构造包括浴槽、加热器、搅拌器、温度计、感温元件和恒温控制器。

恒温操作是通过调节感温元件（接触温度计）的“通”“断”来实现继电器对加热器的控制。

恒温槽控制的温度有一个波动范围，而不是控制在某一固定不变的温度下，灵敏度是衡量恒温槽恒温性能的标志。灵敏度 t_E 为

$$t_E = (t_1 - t_2)/2$$

其中 t_1, t_2 分别为贝克曼温度计的读数最高值与最低值。灵敏度曲线是以温度为纵坐标，以时间为横坐标绘制的温度-时间曲线。

三、实验操作

1. 将蒸馏水注入浴槽至容积的 $2/3$ 处，将接触温度计、搅拌器、电热器、温度计和继电器等安装好。

2. 将恒温槽温度依次调节为 $20^{\circ}\text{C}, 25^{\circ}\text{C}, 30^{\circ}\text{C}$ 。注意：每次旋转接触温度计的调节帽时应少许旋转，在调节过程中绝对不能以接触温度计的刻度为依据，必须以 $1/10^{\circ}\text{C}$ 温度计为准，接触温度计的读数只能给我们一个粗略的估计。

3. 在 30°C 时将贝克曼温度计调到刻度的 2.5 左右，并安放到恒温槽中。

4. 测定恒温槽的灵敏度。在 30 ℃ 的恒温槽中, 每隔 2 min 记录一次贝克曼温度计的读数, 测定 60 min。

四、数据记录和处理

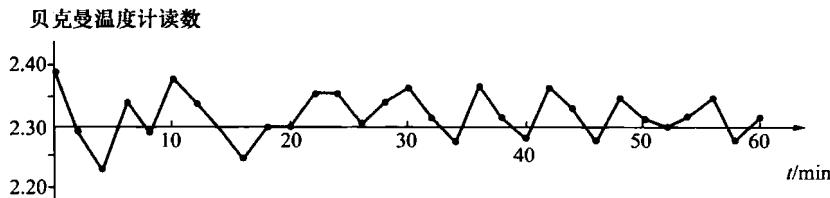
1. 将实验测定的数据记录于表中:(室温:18.2 ℃ 压力:98.5 kPa)

时间	0	2	4	6	8	10	12	14
读数	2.382	2.294	2.276	2.348	2.292	2.380	2.340	2.292
时间	16	18	20	22	24	26	28	30
读数	2.254	2.302	2.306	2.356	2.362	2.310	2.348	2.372
时间	32	34	36	38	40	42	44	46
读数	2.318	2.282	2.370	2.374	2.284	2.370	2.334	2.280
时间	48	50	52	54	56	58	60	
读数	2.354	2.318	2.302	2.324	2.348	2.284	2.316	

2. 恒温槽的灵敏度

$$t_E = (2.382 - 2.254)/2 = 0.064 \text{ } ^\circ\text{C}$$

以上表中的时间为横坐标, 贝克曼温度计读数为纵坐标, 绘制恒温槽的灵敏度曲线如下图所示。



五、实验结果与讨论

从上面的灵敏度曲线可以看出, 恒温槽的温度是在设定温度(30 ℃)上下波动, 最大波动幅度小于 0.1 ℃, 说明此恒温槽的恒温效果良好, 感温元件灵敏, 恒温槽的热容量与加热功率搭配合理, 搅拌器、接触温度计与加热器之间的距离合适。

应当指出的是, 本实验所绘制的灵敏度曲线只是粗略地反映了恒温槽温度的波动情况, 因为在 2 min 的测量间隔内, 可能会发生接触温度计的“通”“断”情况, 这时贝克曼温度计读数将会发生变化。若测量间隔很短, 且其他条件(搅拌速率、环境温度等)不变, 则灵敏度曲线是很规则的、周期性变化的曲线。

本实验是以水作为恒温介质, 控制温度范围为 0 ℃ ~ 90 ℃。对于其他的控制温度范围, 应选用别的介质。经查阅文献可知, 控温范围为 -60 ℃ ~ 30 ℃, 使用乙醇或乙醇水溶液; 80 ℃ ~ 160 ℃, 使用甘油; 70 ℃ ~ 120 ℃, 使用液体石蜡或硅油。通过本实验我们了解到, 恒温控制原理在现实生活中的应用比比皆是, 如电冰箱、空调、洗浴热水器和电饭煲等。所不同的是, 它们所用的感温元件不同。

实例二 双液系气液平衡相图

姓名: _____ 学号: _____ 地点: _____

实验日期: _____ 室温: _____ 气压: _____

一、实验目的

二、实验原理

三、实验操作

1. 写出实验所用的仪器和药品。
2. 写出实验操作步骤,包括工作曲线和加入物质的量等。

四、实验数据记录与处理

1. 将实验原始数据记录于下表中。

表 1 溶液组成与折光率的关系

摩尔分数	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
1.0 折光率						

表 2 溶液的沸点、折光率及组成

溶液沸点		
气相	折光率	
	组成	
液相	折光率	
	组成	

2. 绘制工作曲线(折光率 - 组成图)。
3. 绘制出温度 - 组成图(相图),确定恒沸组成和恒沸温度。

五、结果与讨论

写出对实验结果和实验现象的分析、归纳和解释,以及通过实验所获得的心得体会等。
鼓励学生通过查阅文献,提出对实验进一步研究与改进的建议等。

(四) 实验考核办法

1. 平时成绩(70%)

(1) 优秀

如达到以下考核要求,则评级为 A 级。

① 实验预习

- a. 自学有关实验理论内容,结合课本和讲义初步掌握实验目的、原理、步骤及注意事项,写好实验预习报告;

- b. 能在脱离课本和讲义的情况下复述实验操作步骤。

② 实验过程

- a. 按时上实验课,实验过程中不随意离开,操作准确无误,在规定时间内完成实验;
- b. 每个小组有独立的实验记录本,按要求记录实验原始数据;
- c. 实验过程中保持桌面整洁,实验结束后认真清理实验桌面及认真打扫实验室卫生。

③ 实验报告

- a. 书写整洁,报告的栏头书写正确;
- b. 实验注意事项、必需的原始数据及实验数据记录详细;
- c. 实验数据的列表格式正确、整洁;
- d. 实验数据的作图格式正确、整洁,有较高的作图技术;
- e. 有数据处理的简明计算过程,并且过程正确;
- f. 能具体针对自己本次实验结果展开误差分析;
- g. 实验结果比较准确,相对误差小于等于 5%;
- h. 思考题解答正确。

(2) 良好

在 A 级的要求中,如果存在以下问题之一,则评分等级为 B。

- ① 没有完成实验预习,其他要求均达到;
- ② 除比较特殊的实验外,实验误差在 5% ~ 10%,其他要求均达到;
- ③ 表格或图形形式不完整或出现错误,其他要求均达到;
- ④ 计算过程出现错误,其他要求均达到。

(3) 及格

在 A 级的要求中,如果存在以下问题之一,则评分等级为 C。

- ① 没有完成实验预习,操作出现错误不能独立完成实验,其他要求均达到;
- ② 除比较特殊的实验外,实验误差在 10% ~ 20%,其他要求均达到。

(4) 不及格

实验评级达不到 C,且不能按时完成实验。

2. 考试(30%)

- (1) 在平时成绩合格的情况下,才能参加实验考试。
- (2) 平时成绩不合格或实验考试不合格者,实验成绩记为不合格。
- (3) 考试内容包括本学期部分实验的基本原理、全部实验操作、相关注意事项及思考题的相关内容。

(5) 考试方式:实验操作、笔试。

三、实验室制度

(一) 实验室规则

- 1. 实验时应遵守操作规则,遵守一切安全措施,保证实验安全进行。
- 2. 遵守纪律,不迟到,不早退,保持室内安静,不大声谈笑,不到处乱走,不在实验室内嬉闹及搞恶作剧。
- 3. 使用水、电、煤气、药品试剂等都应本着节约原则。

4. 未经指导老师允许不得乱动精密仪器, 使用时要爱护仪器, 如发现仪器损坏, 应立即报告指导教师并追查原因。

5. 随时注意室内整洁卫生, 火柴杆、纸张等废物只能丢入废物缸内, 不能随地乱丢, 更不能丢入水槽, 以免堵塞。实验完毕将玻璃仪器洗净, 把实验桌打扫干净, 公用仪器、试剂药品等应摆放整齐。

6. 实验时要集中注意力, 认真操作, 仔细观察, 积极思考, 实验数据要及时、如实、详细地记在预习报告本上, 不得涂改和伪造, 如有记错可在原数据上画一杠, 再在旁边记下正确值。

7. 实验结束后, 由同学轮流值日, 负责打扫、整理实验室, 检查水、煤气、门窗是否关好, 电闸是否拉掉, 以保证实验室的安全。

实验室规则是人们长期从事化学实验工作的总结, 是保持良好环境和工作秩序, 防止意外事故, 做好实验的重要前提, 也是培养学生优良素质的重要措施。

(二) 物理化学实验室安全知识

在化学实验室里, 安全是非常重要的, 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。如何防止这些事故的发生以及万一发生如何急救, 是每一个化学实验工作者必须具备的素质。这些内容在先前的化学实验课中均已反复地作了介绍, 本节主要结合物理化学实验的特点介绍安全用电及使用化学药品的安全防护等知识。

1. 安全用电常识

违章用电可能造成人身伤亡、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 列出了 50 Hz 交流电通过人体的反应情况。

表 1-1 不同电流强度时的人体反应

电流强度	1~10 Hz	10~25 Hz	25~100 Hz	100 Hz 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,一定要遵守实验室安全用电规则。

(1) 防止触电

- ①不用潮湿的手接触电器。
- ②电源裸露部分应有绝缘装置(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保护接地。
- 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。

(2) 防止引起火灾

- ①使用的保险丝要与实验室允许的用电量相符。
- ②电线的安全通电量应大于实验室总用电功率。
- ③室内若有氢气、煤气等易燃易爆气体,应避免产生电火花。继电器工作和开关电闸时,易产生电火花,要特别小心。电器接触点(如电插头)接触不良时应及时修理或更换。

(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 在使用前, 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, 6 V)。须弄清电器功率是否符合要求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. 使用化学药品的安全防护

(1) 防毒

- ① 实验前, 应了解所用药品的毒性及防护措施。
- ② 操作有毒气体(如 H₂S, Cl₂, Br₂, NO₂, 浓 HCl 和 HF 等)应在通风橱内进行。
- ③ 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。
- ④ 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。
- ⑤ 氰化物、高汞盐(HgCl₂, Hg(NO₃)₂ 等)、可溶性钡盐(BaCl₂)、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。
- ⑥ 禁止在实验室内喝水、吃东西。饮食用具不要带进实验室, 以防毒物污染, 离开实验室及饭前要洗净双手。

(2) 防爆

可燃气体与空气混合, 当两者比例达到爆炸极限时, 受到热源(如电火花)的诱发, 就会引起爆炸, 一些气体的爆炸极限见表 1-2。

表 1-2 与空气相混合的某些气体的爆炸极限(20 ℃, 1 个大气压下)

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			

- ① 使用可燃性气体时,要防止气体逸出,室内通风要良好。
- ② 操作大量可燃性气体时,严禁同时使用明火,还要防止产生电火花及其他撞击火花。
- ③ 有些药品如叠氮铝、乙炔银、乙炔铜、高氯酸盐、过氧化物等受震和受热都易引起爆炸,使用时要特别小心。
- ④ 严禁将强氧化剂和强还原剂放在一起。
- ⑤ 久藏的乙醚使用前应除去其中可能产生的过氧化物。
- ⑥ 进行容易引起爆炸的实验,应有防爆措施。

(3) 防火

①许多有机溶剂如乙醚、丙酮、乙醇、苯等都非常容易燃烧,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。

实验室如果着火不要惊慌,应根据情况进行灭火,常用的灭火剂有水、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,可用泡沫灭火器灭火;
- (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灭火;
- (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灭火。

(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,特别要防止溅入眼中,液氧、液氮等低温下也会严重灼伤皮肤,使用时要小心。万一灼伤应及时治疗。

3. 汞的安全使用和汞的纯化

汞中毒分急性和慢性两种。急性中毒多为高汞盐(如 $HgCl_2$)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,症状有食欲不振、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 0.0012 mmHg ,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 装汞的仪器下面一律放置浅瓷盘,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

汞中的两类杂质:一类是外部沾污,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% HNO₃ 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 H₂SO₄ 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 HgSO₄ 析出。这时降低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。

4. 高压钢瓶的使用及注意事项

(1) 气体钢瓶的颜色标记

我国气体钢瓶常用的标记见表 1-3。

表 1-3 我国气体钢瓶常用标记

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
氦	棕	白	氦
液氮	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