



“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材

新编大学化学实验(三)

——仪器与参数测量

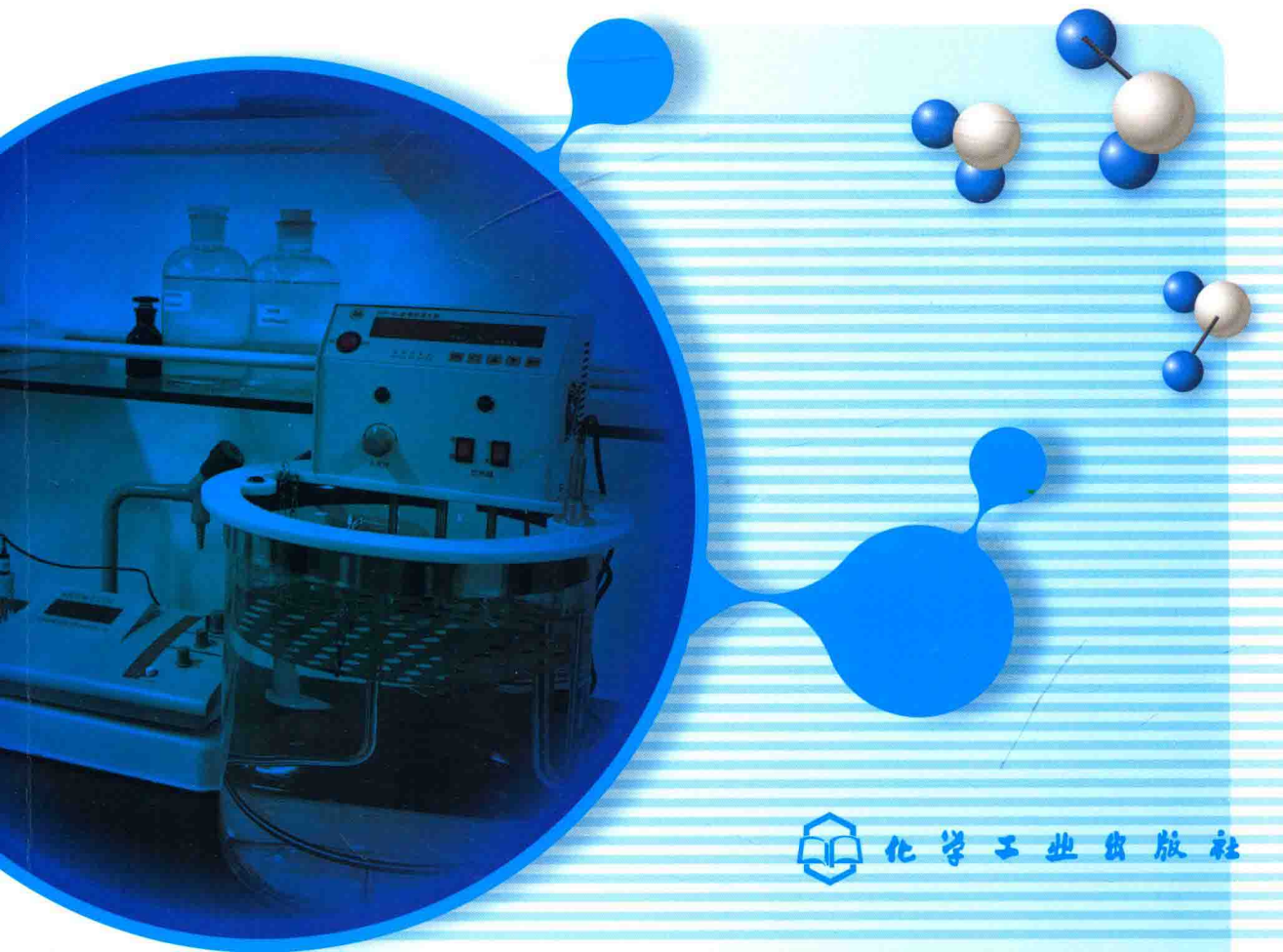
第二版

■ 扬州大学 盐城师范学院 唐山师范学院 盐城工学院
江苏科技大学 江苏理工学院 淮海工学院 泰州学院

合编

■ 刁国旺 总主编

■ 丁元华 本册主编



 化学工业出版社



“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材

新编大学化学实验(三)

——仪器与参数测量

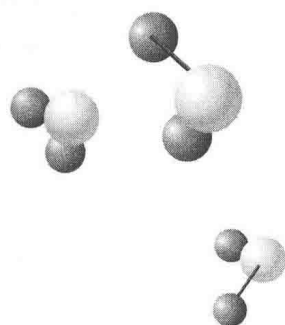
第二版

■ 扬州大学 盐城师范学院 唐山师范学院 盐城工学院
江苏科技大学 江苏理工学院 淮海工学院 泰州学院

合编

■ 刁国旺 总主编

■ 丁元华 本册主编



化学工业出版社

· 北京 ·

“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材《新编大学化学实验》共包括四个分册：基础知识与仪器、基本操作、仪器与参数测量、综合与探究。

第三分册为仪器与参数测量，共 59 个实验，分为物理化学参数测量实验、物系特性实验、物质结构实验、电化学实验、色谱及其他实验共六章。本书在强化基础训练的同时，注重与科研前言和实际应用的结合，力图做到把抽象的物理化学理论实践化、具体化，以激发学生的学习兴趣，培养其科研能力和创新能力。

《新编大学化学实验（三）——仪器与参数测量》内容广泛、实用、系统，适用于化学、化工、环境、生物、制药、材料等专业的本科生，也可供从事化学实验和科研的相关人员参考。

图书在版编目（CIP）数据

新编大学化学实验（三）——仪器与参数测量/丁元华本册主编.
2 版. —北京：化学工业出版社，2016.8

“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材/刁国旺总主编
ISBN 978-7-122-27421-2

I. ①新… II. ①丁… III. ①化学实验-高等学校-教材
IV. ①O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字（2016）第 141256 号

责任编辑：宋林青 李 琰

装帧设计：史利平

责任校对：王素芹

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：三河市延风印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张 13¼ 字数 318 千字 2016 年 9 月北京第 2 版第 1 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：25.00 元

版权所有 违者必究

“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材 《新编大学化学实验 (第二版)》编委会

总 主 编：刁国旺

副总主编：薛怀国 张根成 沈玉龙 邵 荣

袁爱华 周全发 许兴友 李存福

编 委 (以姓氏拼音为序)：

蔡照胜 (盐城工学院)	陈传祥 (江苏科技大学)
陈立庄 (江苏科技大学)	刁国旺 (扬州大学)
丁元华 (扬州大学)	高玉华 (江苏科技大学)
关明云 (江苏理工学院)	韩 莹 (扬州大学)
李存福 (泰州学院)	李宗伟 (扬州大学)
李增光 (扬州大学)	林 伟 (江苏理工学院)
刘冬莲 (唐山师范学院)	刘 巍 (扬州大学)
刘微桥 (江苏理工学院)	仇立干 (盐城师范学院)
邵 荣 (盐城工学院)	沈玉龙 (唐山师范学院)
王丽红 (唐山师范学院)	王佩玉 (扬州大学)
许兴友 (淮海工学院)	薛怀国 (扬州大学)
颜朝国 (扬州大学)	严 新 (盐城工学院)
杨锦明 (盐城师范学院)	袁爱华 (江苏科技大学)
张根成 (盐城师范学院)	朱霞石 (扬州大学)
周全发 (江苏理工学院)	

《新编大学化学实验 (三) ——仪器与参数测量 (第二版)》编写组

主 编：丁元华

副主编：严 新 刘冬莲 刘微桥 陈传祥

参 编 (以姓氏拼音为序)：

陈 铭	陈旭红	刁国旺	韩 杰	嵇正平
管盘铭	阚锦晴	刘冬莲	刘天晴	刘玉海
刘英红	沈 明	王佩玉	王 伟	王 洋
吴 俊	解 菊	薛怀国	杨 晨	杨 春
于素华	翟江丽	朱霞石		

编写说明

2010年《新编大学化学实验》第一版出版，本系列教材吸收了多所院校的实验教学改革经验，并结合教育部关于加强大学生实践能力与创新能力培养的教学改革精神，在满足教育部化学专业教学指导委员会关于化学及近化学类专业化学基础实验的基本要求的前提下，对整个大学化学实验的内容和体系进行了全方位的更新，得到同行专家的首肯。2014年该教材先被评为江苏省重点教材，后入选“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材。该系列教材出版以来，扬州大学、盐城师范学院、江苏师范大学、徐州工程学院和唐山师范学院等院校先后选择该书为本校相关本科专业基础化学实验教材，受到了广大师生的普遍好评。

经过近六年的教学实践验证，本套教材比较符合本科化学及近化学类专业基础化学实验的基本要求，因此在第二版中基本保留了原书的框架结构，只是对部分内容进行了删改或增加。修订时遵循的基本原则：一是尽量吸收近年来实验教学改革的最新成果，将现代科学发展的前沿技术融入基础化学实验教学中，为提升学生的创新能力、拓宽学生的知识视野提供了保证；二是对参编院校进行了调整，他们提供了许多优秀的实验教学方案，使本书教学内容更加丰富。编者相信，通过本次修订，本书的普适性会更强。

由于编者水平有限，书中难免会出现不足及疏漏之处，恳请广大师生及读者批评指正。

本书在修订时，得到了江苏省重点教材项目、省教改基金（重点）、扬州大学出版基金和教改项目的资助。特此感谢！

编者

2016年2月

前 言

《新编大学化学实验（三）——仪器与参数测量》主要包括各类仪器操作和各种物理参量的测量与分析等实验。第一版自2010年5月出版以来，已在多所高校使用，并收到广大师生的好评与欢迎。随着大学化学实验学科的发展，特别是对学生实验技能和创新能力培养的要求越来越高，因此本实验教材的内容需要更新完善。本次修订，在保留第一版教材基本框架结构的基础上对部分实验进行了修订，同时新增了部分实验项目。全书仍分为六章，即物理化学参数测量实验、物系特性实验、物质结构实验、电学实验、光谱学实验、色谱及其他实验等六个方面共计59个实验。每个实验均包括实验目的、基本原理、仪器与试剂、实验步骤、结果与讨论、注意事项、思考题、拓展与应用、参考文献等九部分。一些实验常用的数据资料以附录形式给出，以方便读者使用。

第二版教材的突出特点在于“基础”二字，本着巩固、完善和提高的修订原则，实验内容力求简洁，突出了实验教学的重点，便于学生预习和独立进行实验。每个实验后设置的“注意事项”和“拓展与应用”栏目便于引导学生注意实验细节，掌握实验关键，加强对实验的思考和讨论该实验的相关问题，包括该实验所用研究方法的优缺点，同类研究方法或测试手段的介绍和实际应用等。本书在注重基础性实验、强化学生基本训练的同时，注重与科研前沿和实际应用相结合，拓宽某些经典实验的内容，增加了有关学科最新进展的实验和仪器表征与分析技能的实验，进一步激发学生的兴趣，为培养学生的科研能力和创新能力打基础。

教学工作是一项不断继承和发展的集体事业，本书的编写出版是各参编院校从事实验教学工作的教师共同开展实验教学改革长期积累的成果，在编写中吸取了兄弟院校的一些有益经验。本书在编写过程中得到了扬州大学郭荣教授、胡效亚教授等的关心和支持，在此一并向他们表示衷心的感谢！

本书由丁元华主编，严新、刘冬莲、刘微桥、陈传祥任副主编。其中实验1.1和实验1.2由阚锦晴编写；实验1.3、实验2.6和实验2.8由江苏科技大学环境与化学工程学院集中编写；实验1.4、实验1.6由刘天晴编写；实验1.5、实验1.12由刘冬莲编写；实验1.7、实验2.1、实验2.7和实验2.9由韩杰编写；实验1.8~1.11、实验4.1、实验6.8、实验6.10、附录由丁元华编写；实验1.13、实验6.11由薛怀国编写；实验2.2、实验2.11、实验3.1由陈铭编写；实验2.3、实验2.10由沈明编写；实验2.4、实验2.5由刁国旺编写；实验3.2由解菊编写；实验3.3、实验3.4由菅盘铭编写；实验4.2~4.4由素华编写；实验4.5、实验5.7、实验6.3、实验6.5、实验6.9由刘玉海编写；实验4.6由翟江丽编写；实验4.7由刘英红编写；实验4.8由陈旭红编写；实验5.1由王伟编写；实验5.2、实验5.9、实验5.12由杨晨编写；实验5.3~5.6由朱霞石编写；实验5.8由吴俊编写；实验5.10由王洋编写；实验5.11由嵇正平编写；实验6.1、实验6.2由王佩玉编写；实验6.4、实验6.6、实验6.7由杨春编写。全套教材由刁国旺教授和薛怀国教授主审统稿。

虽然编者在本次修订过程中力求严谨和正确，但限于编者水平有限，书中的疏漏和不足之处在所难免，敬请有关专家和广大读者批评指正，以便再版时改正。

编者

2015年12月于扬州大学

第一版序

关于化学实验的重要性和化学实验教学在培养创新人才中的作用，我国老一辈化学家从他们的创新实践中提出了非常精辟的论述。傅鹰教授提出：“化学是实验的学科，只有实验才是最高法庭。”黄子卿教授指出：“在科研工作中，实验在前，理论在后，实验是最基本的。”戴安邦教授对化学实验教学的作用给予了高度的评价：“为贯彻全面的化学教育，既要由化学教学传授化学知识和技术，更须通过实验训练科学方法和思维，还应培养科学精神和品德。而化学实验课是实施全面的化学教育的一种最有效的教学形式。”老一辈化学家的论述为近几十年来化学实验的改革指明了方向，并取得了丰硕的成果。

什么是创新人才？创新人才应具备的品质是：对科学的批判精神，能发现和提出重大科学问题；对科学实验有锲而不舍的忘我精神；对学科的浓厚兴趣。而学生对化学实验持三种不同态度：一类是实验的被动者，这类学生不适合从事化学方面的研究工作；一类是对实验及研究充满激情，他们可以放弃节假日，埋头于实验室工作，他们的才智在实验室中得以充分体现，他们是“创新人才”的苗子；一类是对实验既无热情也不排斥，只是把实验当成取得学分的手段，这类学生也许能成为合格的化学人才，但决不能成为创新人才。因此，对待实验室工作的态度是创新人才的“试金石”，有远见的化学教育工作者应创造机会让优秀学生脱颖而出。

近三十年来，各高校对实验教学的重视程度有所提高，并取得了系统性的认识和成果，但目前的实际情况尚不尽如人意，在人们的思想中，参加实验教学总是排在科学研究、理论教学工作之后，更不愿把精力放在教学实验的研究工作上。但是，以扬州大学刁国旺教授为首的教学集体以培养创新人才为己任，长期投入、潜心钻研、追求创新，研究出一批新实验，形成了富有特色的化学实验教学新体系，编写了新的实验教材，受到了同行的高度好评，成为江苏省人才培养模式创新实验示范区、大学化学实验课程被评为江苏省精品课程，刁国旺教授荣获江苏省教学名师，这种精神是难能可贵的。《新编大学化学实验》就是他们的最新研究成果，全书特色鲜明：（1）全：全书收集了教学实验 214 个，囊括了基础综合性各类实验，可能是目前国内收编教学实验最多的化学实验教科书之一，是实验教学改革成果的结晶。（2）新：收集的实验除了经典的基本实验外，相当多的实验是新编的，有的就是作者的科研成果转化而来，使实验训练接近最新的科学前沿。本教材也以全新的模式展现给读者。（3）细：从实验教学出发，教材在编写时细致周到，既为学生提供了必要的提示，也为教师在安排实验教学上提供了很大的自由度。

期望《新编大学化学实验》的出版能给我国化学实验教学带来新活力、增添新气象、开创新局面，培养出更多的创新人才。

高盘良

2010 年 5 月 16 日

第一版编写说明

众所周知，化学是一门以实验为基础的学科，许多化学理论和定律是根据大量实验进行分析、概括、综合和总结而形成的，同时实验又为理论的完善和发展提供了依据。化学实验作为化学教学中的独立课程，作用不仅是传授化学知识，更重要的是培养学生的综合能力和科学素质。化学实验课的目的：使学生掌握物质变化的感性知识，掌握重要化合物的制备、分离和表征方法，加深对基本原理和基本知识的理解掌握，培养用实验方法获取新知识的能力；掌握化学实验技能，培养独立工作和独立思考的能力，培养细致观察和记录实验现象、正确处理实验数据以及准确表达实验结果、培养分析实验结果的能力和一定的组织实验、科学研究和创新的能力；培养实事求是的科学态度，准确、细致、整洁等良好的科学学习习惯和科学的思维方法，培养敬业、一丝不苟和团队协作的工作精神和勇于开拓的创新意识。为此，教育部化学与化工学科教学指导委员会制定了化学教学的基本内容，并对化学实验教学提出了具体要求。江苏省教育厅也要求各教学实验中心应逐渐加大综合性与设计性实验的比例，加强对动手能力的培养。扬州大学化学教学实验中心作为省级化学教学实验示范中心，始终注重实验教学质量，于1999年起尝试实验教学改革，于2001年在探索和实践中心建立一套独特的实验教学体系，并编写了《大学化学实验讲义》（以下简称《讲义》），该《讲义》按照实验技能及技术的难易程度和实验教学的认知规律分类，分别设立基础实验、综合实验和探究实验。其中基础实验又分成基础实验一和基础实验二，分别在大学一、二年级开设，主要训练学生大学本科阶段必须掌握的基本实验技能技巧、物质的分离与提纯、常用仪器的性能及操作方法、常规物理量测量及数据处理等，了解化学实验的基本要求。在完成基础实验训练后，学生于三年级开设综合性实验。该类实验以有机合成、无机合成为主线，辅之以各种分析测量手段，一方面学生可学到新的合成技术，同时又可以利用在一、二年级掌握的基本实验技术，对合成的产品进行分离提纯、分析检测，并研究相关性质等。综合性实验一方面可帮助学生复习、强化前面已学过的知识，进一步规范实验操作技能和技巧；另一方面也可培养学生综合应用基础知识和提高解决实际问题的能力。在此基础上，开设探究性与设计性实验，该实验内容主要来自最新的实验教学改革成果，也有部分为最新的科研成果。按照设计要求，该类实验，教科书只给出实验目的与要求，学生必须通过查阅参考文献，撰写实验方案，经指导老师审查通过后独立开展实验，对于实验过程中发现的问题尽可能自行解决。该类实验完全摒弃了以往实验教学中常用的保姆式教育，放手让学生去设计、思考，独立自主地解决实际问题，使学生动手能力得到了显著提高。经过4年的教学实践证明，采用这一课程体系，综合性与设计性实验的课时数占总实验课时数可以达到40%左右。师生普遍反映该课程体系设计科学、合理，学生在基础知识、基础理论和实践技能培训方面得到全面、系统训练的同时，综合解决实际问题的能力得到进一步加强。《讲义》经4年的试用，不断完善，并于2006年与徐州师范大学联合编写了《大学化学实验》系列教材，由南京大学出版社正式出版发行。两校从2006年夏起，以本套丛书作为本校化学及近化学各专业基础化学实验的主要教材，至2010年，先后在化学、应用化学、化学工程与工艺、制药工程及高分子材料与工程等专业近4000名学生中使用，师生普遍反映良好，该教

材也被评为普通高等教育“十一五”国家级规划教材和江苏省精品教材。但在实际使用过程中,也发现原教材存在诸多不足。为此,扬州大学、徐州师范大学以及盐城师范学院、盐城工学院、徐州工程学院、淮海工学院和淮阴工学院一起于2008年春在扬州召开了实验教学改革经验交流会及实验教材建设会议,在充分肯定《大学化学实验》教材取得成功经验的基础上,也提出了许多建设性的建议,并决定成立《新编大学化学实验》编写委员会,对《大学化学实验》教材进行改编。会议决定,《新编大学化学实验》仍沿用《大学化学实验》的编写体系,即全套共由四个分册组成,第一分册介绍实验基础知识、基本理论和基本操作以及常规仪器的使用方法等,刘巍任主编;第二分册为化学实验基本操作实验,朱霞石任主编;第三分册为仪器及参数测量类实验,丁元华任主编;第四分册为综合与探究实验,颜朝国任主编。全书由刁国旺任总主编,薛怀国、沐来龙、许兴友、张根成、邵荣、杜锡华和马卫兴等任副总主编,刁国旺、薛怀国负责全套教材的统稿工作。

本次改编时,在保留原教材编写体系的同时,根据实际教学需要,又作了以下几点调整:

(1) 为反映实验教学的发展历史,同时也为适应不同学校的教学需求,适当增加了部分基础实验内容,安排了部分利用自动化程度相对较低的仪器进行测量的实验,有利于加深学生对实验测量基本原理的认识。

(2) 为强化实验的可操作性,注意从科研和生产实践中选择实验内容。

(3) 考虑到现代分析技术发展迅速,在仪器介绍部分,增加了现代分析技术经常使用的较先进仪器的介绍,以适应不同教学之需要,也可供相关专业人员参考。

(4) 部分实验提供了多种实验方案,一方面可拓宽学生的知识视野,同时也便于不同院校根据自身的实验条件选择适合自己的教学方案。

(5) 吸收了近几年实验教学改革的最新研究成果。

全套教材共收编教学实验214个,涉及基础化学实验教学各个分支的教学内容,各校可根据具体教学需求,自主选择相关的教学内容。

希望本套教材的出版,能为我国高等教育化学实验教学的改革添砖加瓦。

本套教材是参编院校从事基础化学实验教学工作者多年来教学经验的总结,编写过程中得到扬州大学郭荣教授、胡效亚教授等的关心和支持;北京大学高盘良教授担任本套教材的审稿工作,提出了许多建设性的意见,并欣然为本书作序,在此一并表示谢意!

本套教材由扬州大学出版基金资助。

由于编者水平有限,加之时间仓促,不足之处在所难免,恳请广大读者提出宝贵意见和建议,以便再版时修改。

编委会
2010年5月

第一版前言

本书是《新编大学化学实验》丛书的第三分册，主要包括各类仪器操作和各种物理参数的测量与分析等实验。本书是在扬州大学和徐州师范大学多年来实验教学的基础上，结合仪器类基础实验在教学内容、教学方法以及教学仪器等方面的发展和变化，组织内容编写而成的，可用作综合性大学和高等师范院校化学、化工、材料、生物、冶金、食品、环境、医药等相关专业学生的仪器类及参数测量基础实验教材，也可供从事大学化学实验工作的人员参考。

本册共分为六章，即物理化学参数测量实验、物系特性实验、物质结构实验、电学实验、光谱学实验、色谱及其它实验六个方面共计 50 个实验。每个实验均包括实验目的、基本原理、仪器与试剂、实验步骤、结果与讨论、注意事项、思考题、拓展与应用、参考文献九个部分。一些实验常用的数据资料以附录形式给出，以方便使用。

本册实验内容力求简洁，突出实验教学重点，便于学生预习和独立进行实验。每个实验后设置的“注意事项”和“拓展与应用”栏目便于引导学生注意实验细节，掌握实验关键，以加强对实验的思考和讨论该实验的相关问题，包括该实验所用研究方法的优缺点，同类研究方法或测试手段的介绍和实际应用等。本书在注重基础性实验、强化学生基本训练的同时，注重与科研前沿和实际应用相结合，拓宽某些经典实验的内容，增加了有关学科最新进展的实验和仪器表征与分析技能的实验，进一步激发学生的兴趣，为培养学生的科研能力和创新能力打基础。

本册由丁元华任主编，李亮、严新、冯长君任副主编。其中实验 1.1、1.2 由阚锦晴编写；实验 1.3、1.4 由单丹编写；实验 1.5、1.6 由刘天晴编写；实验 1.7、4.1 由张为超编写；实验 1.8 由李鸣建编写；实验 1.9~1.11、附录由丁元华编写；实验 1.12、2.6 由薛怀国编写；实验 2.1 由杜本妮编写；实验 2.2 由吴继法编写；实验 2.3、2.9 由沈明编写；实验 2.4、2.5 由刁国旺编写；实验 2.7、2.8 由李亮编写；实验 2.10 由庄文昌编写；实验 3.1 由冯长君编写；实验 3.2 由解菊编写；实验 3.3、3.4 由营盘铭编写；实验 4.2~4.4 由于素华编写；实验 4.5、4.6 由刘英红编写；实验 5.1 由严新编写；实验 5.2、5.10 由杨晨编写；实验 5.3、5.4 由高淑云编写；实验 5.5、5.6 由朱霞石编写；实验 5.7、6.6~6.8 由吴昊编写；实验 5.8 由王洋编写；实验 5.9 由嵇正平编写；实验 6.1、6.2 由王佩玉编写；实验 6.3~6.5 由杨春编写。全套教材由刁国旺教授和薛怀国教授主审统稿。

由于编者水平有限，书中的不足之处在所难免，敬请有关专家和广大读者批评指正，以便再版时修改。

编者

2010 年 5 月

目 录

第 1 章 物理化学参数测量实验	1
实验 1.1 燃烧热的测定	1
实验 1.2 液体饱和蒸气压的测定——动态法	5
实验 1.3 固体物质分解压的测定——静态法	7
实验 1.4 离子迁移数的测定——界面移动法	13
实验 1.5 乙酸电离常数的测定	16
实验 1.6 原电池电动势的测定	23
实验 1.7 电解质溶液活度系数的测定	26
实验 1.8 溶液表面吸附量的测定	30
实验 1.9 凝固点降低法测定分子量	35
实验 1.10 溶解焓的测定	38
实验 1.11 电导法测定难溶盐的溶解度	41
实验 1.12 可见分光光度法测定碘酸铜的溶度积常数	44
实验 1.13 黏度法测定高聚物分子量	46
第 2 章 物系特性实验	51
实验 2.1 恒温槽的安装与调试	51
实验 2.2 双液系气-液平衡相图的绘制	54
实验 2.3 三组分液-液体系相图的绘制	58
实验 2.4 热电偶的制作及其标定	62
实验 2.5 二组分金属相图的绘制	66
实验 2.6 金属极化曲线的测定	73
实验 2.7 蔗糖的转化——一级反应	80
实验 2.8 过氧化氢的催化分解	84
实验 2.9 乙酸乙酯皂化反应——二级反应	87
实验 2.10 丙酮的碘化反应	91
实验 2.11 液相中纳米粒子的制备与表征	94
第 3 章 物质结构实验	99
实验 3.1 偶极矩的测定——溶液法	99
实验 3.2 配合物结构的测定——古埃磁天平法	103
实验 3.3 汞原子激发电位与电离电位的测量	109
实验 3.4 X 射线衍射法测定晶胞常数——粉末法	116
第 4 章 电学实验	121
实验 4.1 胶体电泳	121
实验 4.2 直接电位法测定牙膏中氟离子含量	124
实验 4.3 库仑滴定法测定 As(Ⅲ) 的浓度	127
实验 4.4 电位滴定法测定工业用水中氯离子含量	129
实验 4.5 电位滴定法测定弱酸的浓度	131
实验 4.6 循环伏安法判断 $K_3Fe(CN)_6$ 电极过程的可逆性及维生素 C 的测定	133
实验 4.7 阳极溶出伏安法测定水中微量镉	135
实验 4.8 电势-pH 曲线的测定及其应用	137
第 5 章 光谱学实验	141
实验 5.1 考马斯亮蓝染色法测定蛋白质浓度	141
实验 5.2 原子荧光光谱法测定化妆品中铅含量	142
实验 5.3 火焰原子吸收分光光度法测定废水中锌、铜和镉	145
实验 5.4 石墨炉原子吸收光谱法测定血清中铬	148
实验 5.5 ICP-AES 法测定矿泉水或水源水中微量元素	152
实验 5.6 紫外吸收光谱法测定水中的总酚	154
实验 5.7 分光光度法测定铬和钴的混合物	156
实验 5.8 邻二氮菲分光光度法测定铁	157
实验 5.9 有机化合物红外光谱的测定与结构分析	159
实验 5.10 荧光光谱法测定维生素 B_2 的含量	162
实验 5.11 流动注射化学发光法测定 H_2O_2	163

实验 5.12 有机化合物 ¹ H 核磁共振谱 的测定	165	的定量分析	180
第 6 章 色谱及其他实验	169	实验 6.7 薄层色谱与柱色谱	182
实验 6.1 气相色谱填充柱的制备	169	实验 6.8 乙酰苯胺碳氢氮元素分析	184
实验 6.2 混合二甲苯气相色谱测定	172	实验 6.9 香料花椒化学成分分析	185
实验 6.3 气相色谱法分析白酒中甲醇 的含量	174	实验 6.10 热重分析法测定水合硫酸铜 的失重过程	186
实验 6.4 高效液相色谱柱参数测定及 内标法定量	176	实验 6.11 差示扫描量热法测定 PET 树 脂玻璃化转变温度	189
实验 6.5 可乐中咖啡因的高效液相色 谱分析	178	附录	192
实验 6.6 毛细管电泳法对氨基酸混合物		附录 1 色环电阻的标识	192
		附录 2 一些物理和化学常数及换算因子	192
		附录 3 部分物理化学常用数据表	193

第 1 章 物理化学参数测量实验

实验 1.1 燃烧热的测定

【实验目的】

1. 掌握物质燃烧热测定的基本原理和方法。
2. 了解 G3500 氧弹量热计的原理及构造，掌握其操作技巧。
3. 掌握雷诺校正的基本原理。
4. 了解高压钢瓶安全使用常识。
5. 了解精确测量温度的方法。

【基本原理】

燃烧热是指在一定条件下 1mol 物质完全燃烧所放出的热。许多物质的燃烧热数据文献中已有报道。物质的燃烧热通常用氧弹式量热计测量（见图 1.1-1，其基本原理和使用方法详见本丛书第一分册）。利用氧弹式量热计测定物质的燃烧热可为生物化学、药物制造、环境监测、食品、燃料、建筑材料的热值提供基础研究手段，有着十分广泛的应用。

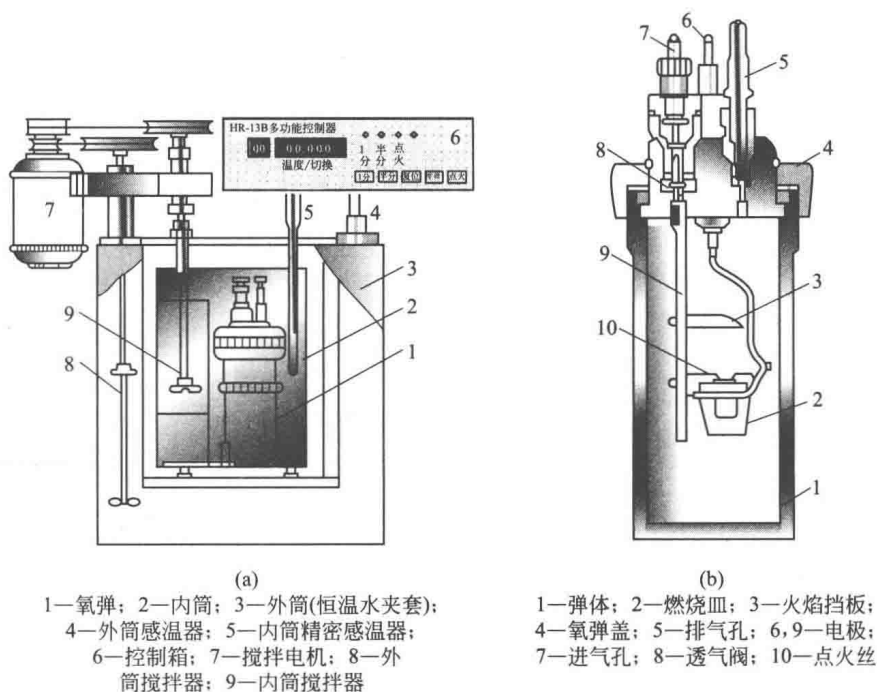


图 1.1-1 数显型氧弹式量热计 (a) 和氧弹构造简图 (b)

物质在恒容条件下燃烧时体系不对外做体积功。根据热力学第一定律可知，物质的恒容燃烧热等于体系内能的变化，即：

$$Q_V = \Delta U \quad (1.1-1)$$

式中, Q_V 为恒容燃烧热; ΔU 为体系内能的变化值。

设有 n mol 被测物质置于充氧的氧弹式量热计中使其完全燃烧, 燃烧时放出的热量使体系温度升高 ΔT , 可由式(1.1-2) 计算体系实际放出的恒容热 Q_V :

$$Q_V = C_V \Delta T \quad (1.1-2)$$

式中, C_V 为体系的恒容热容, 可用已知燃烧热的标准物质进行测定。则被测物质的摩尔恒容燃烧热 $Q_{V,m}$ 可用下式计算:

$$Q_{V,m} = Q_V / n \quad (1.1-3)$$

由实验中测得的恒容燃烧热 Q_V 可求得恒压燃烧热 Q_p :

$$Q_p = \Delta H = \Delta U + \Delta(pV) = Q_V + p \Delta V \quad (1.1-4)$$

式中, ΔH 为反应的焓变; p 为反应压力; ΔV 为反应前后体积的变化。由于相同物质质量的凝聚态物质与气态物质相比, 凝聚态物质的体积可忽略不计, 则 ΔV 可近似为反应前后气体物质的体积变化。设反应前后气态物质物质的量的变化为 Δn , 并设气态物质为理想气体, 则:

$$p \Delta V = \Delta n RT \quad (1.1-5)$$

$$Q_p = Q_V + \Delta n RT \quad (1.1-6)$$

反应热效应的数值与温度有关, 燃烧热也如此。其与温度的关系为:

$$\left[\frac{\partial(\Delta H)}{\partial T} \right]_p = \Delta C_p \quad (1.1-7)$$

式中, ΔC_p 为燃烧反应产物与反应物的恒压热容差, 是温度的函数。通常, 温度对热效应影响不大。在较小的温度范围内, 可将反应的热效应看成与温度无关的常数。

从上面的讨论可知: 测量物质的燃烧热, 关键是准确测量物质燃烧时引起体系的温度升高值 ΔT 。然而, 测量 ΔT 的准确度除了与测量温度计有关外, 还与其他许多因素有关(如

热传导、蒸发、对流和辐射等引起的热交换, 搅拌器搅拌时所产生的机械热)。它们对 ΔT 的影响非常复杂, 很难逐一加以校正并获得统一的校正公式。为此, 雷诺(Renolds) 最先提出量热体系与环境间热交换对温度测量值影响的燃烧曲线(又称雷诺图), 具体校正方法如图 1.1-2 所示。

图 1.1-2 是量热实验中测得的典型的温度-时间曲线, 其中 T 为相对值(即贝克曼温度计读数)。在燃烧热测定中, 只需测量温度变化值 ΔT , 因而无需知道系统的绝对温度是多少。分析该图曲线可知, 此温度-时间曲线可以分为三个部分来讨论, 一是 AB 段, 此段常称为前期。在前期, 物质并没有被点火燃烧, 温度随时间的变化是由于搅拌热和其他热交换所引起的, 温度变化比较平缓。二是至 B 点时, 物质被点火, 系统温度上升比较显著, 直至 C 点, BC 段称为主期。三是主期以后的 CD 段称为后期。主期之所以不能很快过渡到后期, 也是由热滞后性等许多其它因素引起的。校正方法是分别作出曲线的前期和后期的切线并用虚线延长。在主期内作一垂线 FH 使其分别与前后期切线的延长线交于 G 、 F 点。作垂线时应注意使垂线、主期温升曲线分别与前后期切线的延长线所围成的面积 S_{BGE} 和 S_{CFE} 相等, 则 F 、 G 两点的温差即为系统内部由于燃烧反应放出热量致使系统温度升高的数值 ΔT 。

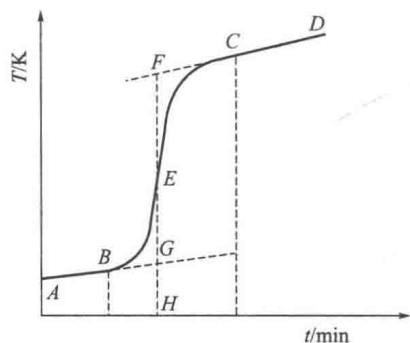


图 1.1-2 燃烧曲线(雷诺图)

【仪器与试剂】

仪器：G3500 氧弹式量热计及其控制箱，压片机，固定扳手，镊子， $\phi 0.12\text{mm}$ 的铜-镍丝，铁钩，铜棒，万用表，不锈钢筒，电子天平。

试剂：氧气，苯甲酸（A. R.），硬脂酸（ $\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COOH}$ ，A. R.）。

【实验步骤】

1. 系统恒容热容的标定

根据式(1.1-2)，测定燃烧热时，必须知道仪器的恒容热容 C_V ，由于每套系统的热容不一定相同，实验时必须事先标定。其步骤如下。

(1) 制样 取约 $0.8\sim 1.0\text{g}$ 苯甲酸，置于洁净的压片机中压片，取出并准确称其质量 m_1 。用万用表判别氧弹两点火电极是否短路。若短路，应查明故障，排除之。

(2) 安装点火丝 取一根长约 15cm 的点火丝，准确称重。先将点火丝两端分别固定在两点火电极上，然后将点火丝中间绕成 $5\sim 8$ 圈螺旋，并使点火丝螺旋部分尽量放低至燃烧皿底部。将已准确称重的苯甲酸片置于燃烧皿中，用镊子将点火丝螺旋部分轻轻提起后紧压在苯甲酸片上。注意：点火丝不能碰触到燃烧皿，以防短路。用万用表检查两点火电极间的导通情况（ 10Ω 左右，如果不通，则说明点火丝未接好；如果两电极间的电阻太小，说明电极短路，无论哪种情况均应设法排除）。旋紧氧弹盖，准备充气。充气前最好再次检查两点火电极间的导通情况。

(3) 充氧气 先关闭氧弹排气孔，将氧气表出气口与氧弹进气孔相连，再将氧气钢瓶总阀打开（高压钢瓶的使用见本丛书第一分册），表头高压表读数应大于 3MPa 。缓慢调节减压阀螺杆使低压表读数在 $1.5\sim 2.0\text{MPa}$ （氧弹设计承受压力为 20.3MPa ），接通氧弹前的充气阀，缓慢打开氧弹排气孔，用氧气驱赶氧弹中的空气（ $30\sim 60\text{s}$ ），再关闭氧弹上的排气孔，继续充气约 30s ，待低压表读数稳定后即可关闭氧弹前的充气阀，取下导气管，充气完毕。灌气后，再用万用表检查两点火电极间的电阻值，如果电阻太大或太小，说明电极间可能接触不良或短路，应缓慢打开氧弹排气孔排掉氧气，旋开氧弹盖，重新检查故障原因并排除，重复上述操作。

(4) 点火并记录 在氧弹式量热计内筒中加入准确称重的约 3000g 自来水（原则上也应在氧弹式量热计的恒温夹套中加入水，本实验直接用空气隔热），用小铁钩将已准备好的氧弹置于内筒中，将点火器输出端分别与两点火电极相连，检查点火器各控制键是否处于正确位置。接通控制箱电源，开启搅拌器，约 5min 后温度变化较平稳时，开始记录温度的变化值（每 30s 读数一次，读取 10 组左右的温度-时间值）。按下点火开关点火，若点火成功，稍后可以看见温度迅速上升，等温度值趋于平稳后（一般为 $3\sim 5\text{min}$ 左右），继续读取 10 组左右的温度-时间值，然后关掉搅拌器和控制箱电源。如点火失败，应停止实验，排除故障后，重新实验。

(5) 洁净和处理 从量热计中取出氧弹，擦干氧弹外壁。缓缓打开氧弹排气孔，待氧气排完后，旋开氧弹盖，观察是否燃烧完全（如有黑色粉末附着在氧弹内壁，则燃烧不完全）。如燃烧不完全，须重新测量。如果已燃烧完全，取出未燃烧的点火丝，准确测出其质量，燃烧掉的点火丝质量 m_0 为燃烧前后质量之差。实验后将氧弹内外和燃烧皿等处理干净待用。

2. 硬脂酸燃烧热的测定

取约 $0.8\sim 1.0\text{g}$ 硬脂酸，用上述同样的方法测定硬脂酸燃烧时的温度-时间的变化关系。

【结果与讨论】

1. 分别绘制苯甲酸及硬脂酸燃烧过程的温度-时间曲线，通过雷诺校正图求出它们在燃

烧前后引起的实际温升值 ΔT_1 和 ΔT_2 。

2. 仪器热容 C_V 的计算

已知苯甲酸在 25°C 时的恒压比燃烧热 $Q'_p = -26465\text{kJ}\cdot\text{kg}^{-1}$ ，据式(1.1-6) 可以求得其恒容比燃烧热 Q'_V 。又已知点火丝的恒容燃烧热值为 $-3136\text{kJ}\cdot\text{kg}^{-1}$ ，则仪器的恒容热容 C_V 可用下式计算：

$$C_V = (-Q'_V m_1 + 3136 m_0) / \Delta T_1 \quad (1.1-8)$$

式中， m_1 和 m_0 分别为燃烧掉的苯甲酸和点火丝的质量。

3. 硬脂酸燃烧热的计算

硬脂酸燃烧时放出的热量 Q_V 可通过下式计算：

$$Q_V = -C_V \Delta T_2 + 3136 m_0 \quad (1.1-9)$$

将 Q_V 代入式(1.1-3) 计算硬脂酸的摩尔恒容燃烧热 $Q_{V,m}$ ，再据式(1.1-6) 计算硬脂酸的摩尔恒压燃烧热 $Q_{p,m}$ ，并与文献值比较（硬脂酸的摩尔质量为 $284\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$ ，恒压摩尔燃烧热的文献值为 $11275\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ ）。

【注意事项】

1. 每次燃烧结束后，一定要擦干氧弹内部的水，否则会影响实验结果。每次整个实验做完后，不仅要擦干氧弹内部的水，氧弹外部也要擦干，以防生锈。

2. 本实验的关键之一是点火丝的安装成功与否，在点火前务必要检查氧弹两电极间的导通情况。

3. 若系统的绝热性能不好时，在雷诺校正图上可能会出现 CD 段斜率为负，这主要是由于系统内热量的散失所致。

【思考题】

1. 什么是雷诺校正？为什么要进行雷诺校正？
2. 搅拌速度对准确测量是否有影响，为什么？
3. 试述本实验中可能引入的系统误差。
4. 燃烧热测定实验中，为什么要将氧弹中的空气赶净？如果没有赶净氧弹中的空气，对实验结果有何影响，如何校正？

【拓展与应用】

1. 在燃烧热测定实验中，除采用本实验的电子贝克曼温度计测量燃烧过程中温度变化外，早期主要采用玻璃贝克曼温度计测量燃烧过程中的温度变化（见本丛书第一分册仪器部分）。对初学者，玻璃贝克曼温度计难以调节、易损坏，已逐渐被前者所代替。

2. 氧弹式量热计既可测量固态可燃物的燃烧热，也可测量液态可燃物的燃烧热。高沸点液态油类，可直接置于燃烧皿中，用棉线等引燃测定（计算时须扣除其燃烧热值）。对于低沸点可燃物，应先将其密封，以免挥发。可燃物的密封可用聚乙烯塑料袋封装（计算时亦须扣除其燃烧热值），或用小玻璃泡封装，再将引燃物置于被封装的可燃物上，将其烧裂引燃测定。

3. 氧弹式量热计测量物质燃烧热的体系已不限于有机物，已扩展到液体燃烧热、苯共振能和固体分解焓的测定等。

【参考文献】

1. 复旦大学等编. 物理化学实验. 北京：人民教育出版社，1979.
2. 阚锦晴，刁国旺. 物理化学实验中的两则改进措施. 实验室研究与探索，1991，(4)：98.

3. 朱京, 陈卫, 金贤德等. 液体燃烧热和苯共振能的测定. 化学通报, 1984, (3): 50.
4. 刁国旺, 阚锦晴, 刘天晴编著. 物理化学实验. 北京: 兵器工业出版社, 1993.
5. 粟智. 氧弹燃烧法测定固体的分解焓. 化学通报, 2006, (4): 313.

实验 1.2 液体饱和蒸气压的测定——动态法

【实验目的】

1. 了解用动态法测定液体饱和蒸气压的方法和原理。
2. 了解真空装置的构造及其操作注意事项。
3. 了解压力、真空度的测量及其校正方法。
4. 掌握饱和蒸气压法测定液体气化热的基本原理和方法。

【基本原理】

在一定的温度下, 液体与其蒸气达到平衡时的蒸气压力, 称为这种液体在该温度下的饱和蒸气压 (简称蒸气压)。

液体的饱和蒸气压 p 与温度 T 间的关系可用克劳修斯-克拉贝龙方程式表示:

$$\frac{d\ln p}{dT} = \frac{\Delta_v H_m}{RT^2} \quad (1.2-1)$$

式中, R 为气体常数; $\Delta_v H_m$ 为液体的摩尔气化热, 通常随温度变化而变化。但若温度变化范围不大, $\Delta_v H_m$ 可视为与温度无关的常数, 则式(1.2-1)可写成积分形式:

$$\lg p = -\frac{\Delta_v H_m}{2.303RT} + C \quad (1.2-2)$$

式中, C 为积分常数。以 $\lg p$ 对 $1/T$ 作图得一直线, 从直线的斜率可求得 $\Delta_v H_m$ 。 T 为当液体饱和蒸气压 p 与其受到的外压 p_0 相等时的温度值, 即沸腾温度。本实验采用动态法测定液体的饱和蒸气压 p 与温度 T 的关系曲线, 并用内插法求得压力为 101325Pa 时对应的沸腾温度值 T_b , 即被测液体的正常沸点。

【仪器与试剂】

仪器: WHK-1 真空系统 (自制), 500W 电热套, 1kW 调压器, 500mL 三颈烧瓶, 带旋塞的尖嘴毛细管, 精密温度计 (50~100℃, 精度为 0.1℃), 普通温度计 (0~100℃, 精度为 1℃)。

试剂: 蒸馏水, 真空脂。

【实验步骤】

1. 准确读取实验时的大气压值 (操作步骤见本丛书第一分册, 为防止大气压的变化影响测量结果, 实验过程中至少应读取三次大气压值)。

2. 按图 1.2-1 连接好仪器。将洁净干燥的三颈烧瓶 2 与冷凝管 7 相连, 打开二通旋塞 8 和 11, 关闭进气毛细管旋塞 6 和 9 以及抽气旋塞 10。使真空泵与大气相通, 开启真空泵电源, 待其运转正常后, 使真空泵与真空系统相接并打开抽气旋塞 10 给测量系统减压直至真空表读数为 0.05MPa。关闭抽气旋塞 10, 5min 内压力读数无变化, 说明系统不漏气。若压力读数不断下降, 说明系统漏气, 必须设法排除。检查完毕后, 关闭旋塞 10, 开启旋塞 9,