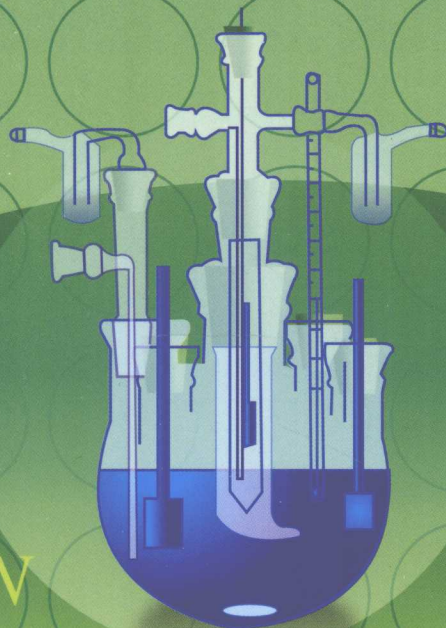


普通高等教育“十二五”规划教材

WULI HUAXUE
SHIYAN



物理化学实验



罗 鸣 石士考 张雪英 主编



化学工业出版社

普通高等教育“十二五”规划教材

物理化学实验

罗 鸣 石士考 张雪英 主 编
高贵军 王廷河 曾艳丽 副主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书在多年实验教学改革与实践基础上编写而成。内容包括绪论、误差与数据处理、基础实验、综合与设计性实验、测量技术与仪器、附录六个部分。全书共分为十四章，编入实验 54 个，其中基础实验 37 个、综合性实验 9 个、设计性实验 8 个。涉及热力学、动力学、电化学、表面与胶体化学、物质结构等实验内容，每个实验都附有实验讨论与启示、思考题、参考文献，有些实验还编入了拓展性知识和微机处理数据的实例。

本书可作为高等院校化学、化工、应用化学、材料科学、环境科学、生命科学等相关专业的物理化学实验教材，也可供高校教师及从事化学研究的技术人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

物理化学实验/罗鸣, 石士考, 张雪英主编. —北京:
化学工业出版社, 2012.2
ISBN 978-7-122-13273-4

I. 物… II. ①罗…②石…③张… III. 物理化学-
化学实验 IV. O64-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 006692 号

责任编辑: 刘俊之
责任校对: 蒋 宇

文字编辑: 颜克俭
装帧设计: 刘丽华

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 刷: 北京市振南印刷有限责任公司

装 订: 三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 20½ 字数 545 千字 2012 年 4 月北京第 1 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: 37.00 元

版权所有 违者必究

前 言

随着实验教学改革的不深入和物理化学研究方法的迅速发展,物理化学实验无论是内容和形式,还是方法和手段都得到了更新、充实和发展。本书就是在实验教学改革与实践基础上,总结多年积累的实验教学经验,结合当前实验仪器的发展现状编写而成。

在编写中,力求以先进的教学体系、内容和方法为主线,既有传统的经典实验,又有反映现代物理化学发展方向和应用前景的综合性、设计性实验,使之形成分层次、多模块的科学系统的实验教学体系,体现了基础性、综合性、设计性和应用性的编排特点。具体实验内容的编写特点如下。

一、为适应实验教学改革的需要,在内容安排上,绪论、误差与数据处理(第1~2章)概述了物理化学实验的目的和特点,详细介绍了数据处理的各种方法;基础实验部分(第3~7章)选取了物理化学各个分支的具有代表性的典型实验37个,通过基础性实验教学,使学生了解和掌握物理化学实验的原理、方法和技术;综合与设计性实验(第8~9章)结合物理化学的研究特点,根据教师最新的科研成果,编入了9个综合性实验,同时为培养学生的创新精神和实践能力选取了8个设计性实验;测量技术与仪器(第10~14章)部分,系统地介绍了物理化学实验的测试方法和技术手段,同时编入了先进的仪器设备和现代高新技术;附录中收集了大量的物理化学基本数据,便于查阅。

二、改变了传统的编写方式,在基础实验一篇中,每章都先重点介绍了物理化学基本原理和实验研究方法等内容,然后再安排相应内容的实验,这样使知识更完整、内容更充实,从而使学生对本章内容有一个系统的了解,有助于学生全面掌握实验基本理论和方法。这样编排使教材更具有相对独立性,可适应教学计划的调整与变动,课程设置和教学进度不完全依赖于理论课程,便于独立开设。

三、为体现实验仪器设备迅速发展和不断更新的特点,紧密结合物理化学实验仪器设备的使用现状及发展趋势,除介绍常用设备和技术外,增加了先进技术和新仪器等内容。书中将同类新仪器和传统仪器结合起来进行介绍,以适应不同实验、不同方法的需要,更便于学生系统掌握仪器和技术的现状与发展。与此同时,对一些新仪器、新设备的工作原理、操作步骤和注意事项作了详细的说明,不仅展示出了现代仪器设备的新技术、新手段,而且使读者容易掌握、便于使用。

四、编入了用微机处理实验数据的方法,同时选取一些实验的实例进行数据处理和分析,内容包括数据作图、线性和非线性拟合、数字微分等,以此解决数据处理中的难点问题,使学生掌握更加快捷、方便的数据处理方法。此外,在物质结构一章中,编入了计算量子化学实验,拓展了物质结构实验的内容,可使学生了解和掌握量子化学计算方法及研究手段。

五、在基础实验和综合实验中分别列入“实验讨论与启示”和“前景展望”等项内容,加深了学生对实验内容的理解与认识,拓展了相关知识和研究范围,能够了解最新的实验研究动态与进展。再有,设计性实验内容的编入,为学生创造了开放式的实验教学平台,将会对学生综合运用能力的提高和科学创新意识的培养起到促进作用。

本教材是由长期从事物理化学实验教学的一线教师,在总结多年积累的实验教学经验基础上,对已使用多年的物理化学实验讲义进行系统地整理修改后编写而成。教材中深入阐述了实验基础理论和实验设计原理,全面介绍了物理化学实验的技术和方法,具有很强的针对

性和实用性。适合综合性大学、高等师范院校及理工科大学化学及相关专业的物理化学实验教学，也可供科研人员参考。

参加本书编写工作的人员有：罗鸣、石士考、张雪英、高贵军、王廷河、曾艳丽、李晓艳、于文肖、丁克强、何志民等。全书由罗鸣、张雪英统稿。罗鸣、石士考、于文肖等相关基础实验进行了深入的研究，为本书编写提供了可靠的实验数据。

在编写过程中，参考了多种物理化学实验教材与专著，以及相关文献资料，谨向有关作者致谢。本书编写得到了河北师范大学汇华学院、化学与材料科学学院的大力支持和帮助，在此深表感谢。

由于编者的时间及水平所限，书中不妥之处在所难免，恳请读者批评指正。

编 者

2011 年 12 月

目 录

第 1 章 绪论	1
1.1 物理化学实验的目的和要求	1
1.1.1 物理化学实验的目的和任务	1
1.1.2 物理化学实验的要求和注意事项	1
1.1.3 预习报告和实验报告的书写规范	3
1.2 物理化学实验室安全与防护	4
1.2.1 安全用电与防护	4
1.2.2 化学药品的安全使用与防护	5
1.2.3 X 射线的防护	6
第 2 章 物理化学实验的误差与数据处理	8

2.1 误差分析及应用	8
2.1.1 基本概念	8
2.1.2 误差的计算	10
2.2 实验数据的处理方法	14
2.2.1 列表法	14
2.2.2 图解法	15
2.2.3 数学方程式法	17
2.3 计算机软件在实验数据处理中的应用	19
2.3.1 Excel 软件的一般用法	20
2.3.2 Origin 软件的一般用法	20

第一篇 基础实验

第 3 章 化学热力学	23
3.1 热力学实验方法概述	23
3.1.1 热力学基本原理	23
3.1.2 热力学实验方法与技术	27
3.2 热力学实验	31
实验 1 恒温槽的装配及其性能测试	31
实验 2 燃烧热的测定	36
实验 3 溶解热的测定	41
实验 4 液体饱和蒸气压的测定	44
实验 5 凝固点降低法测定摩尔质量	48
实验 6 双液系的气-液平衡相图	52
实验 7 二组分固-液相图的绘制	57
实验 8 三组分体系等温相图	62
实验 9 指示剂离解平衡常数的测定	65
实验 10 配位化合物组成和稳定常数测定	68
实验 11 气相色谱法测定非电解质溶液的热力学函数	71
实验 12 差热分析法测定水合无机盐的热稳定性	76
第 4 章 化学动力学	81
4.1 动力学实验方法概述	81
4.1.1 动力学基本原理	81
4.1.2 动力学实验方法	84
4.1.3 动力学实验数据的处理	86
4.2 动力学实验	87
实验 13 过氧化氢分解反应速率系数的测定	87
实验 14 蔗糖转化反应速率系数的测定	91

实验 15 乙酸乙酯皂化反应动力学	96
实验 16 丙酮碘化反应的速率方程	101
实验 17 B-Z 化学振荡反应动力学	105
实验 18 催化剂的制备及其活性和选择性的测定	109
第 5 章 电化学	113
5.1 电化学实验方法概述	113
5.1.1 电化学基本原理	113
5.1.2 电化学实验的基本范畴	116
5.1.3 电化学实验方法	116
5.2 电化学实验	119
实验 19 溶液电导的测定及其应用	119
实验 20 离子迁移数的测定	123
实验 20.1 希托夫法测定离子迁移数	123
实验 20.2 界面移动法测定离子迁移数	125
实验 21 原电池电动势的测定及其应用	127
实验 22 电解质溶液活度因子的测定	132
实验 23 电势-pH 曲线的测定及应用	134
实验 24 镍在硫酸溶液中的钝化行为与极化曲线的测定	137
实验 25 电动势法测定化学反应的热力学函数	141
第 6 章 表面与胶体化学	145
6.1 表面与胶体化学实验方法概述	145
6.1.1 表面与胶体化学基本原理	145
6.1.2 表面与胶体化学实验的研究范畴及意义	147

6.1.3 表面与胶体化学实验方法	148	7.2 结构化学实验	174
6.2 表面与胶体化学实验	150	实验 31 极化分子偶极矩和摩尔折射率的测定	174
实验 26 最大泡压法测定溶液的表面张力	150	实验 32 配合物磁化率的测定	179
实验 27 电泳法测定胶体的电动势	155	实验 33 红外光谱法测定气态分子的结构参数	184
实验 28 黏度法测定高聚物的相对分子质量	159	7.3 计算量子化学实验	187
实验 29 溶液吸附法测定固体比表面积	164	实验 34 分子结构模型的构建及优化计算	187
实验 30 电导法测定表面活性剂的临界胶束浓度	166	实验 35 多原子分子振动光谱的理论研究	192
第 7 章 物质结构	170	实验 36 双原子分子及阳离子、阴离子共价键结构比较	194
7.1 分子结构测定及量子化学计算概述	170	实验 37 应用 Chemwindow6.0 分析分子的对称性	195
7.1.1 物质结构的主要内容及研究途径	170		
7.1.2 分子结构测定方法及原理	170		
7.1.3 量子化学计算方法简介	171		

第二篇 综合与设计性实验

第 8 章 综合性实验	199	第 9 章 设计性实验	227
实验 38 差热-热重分析	199	实验 47 中和热的测定	227
实验 39 氨基甲酸铵分解反应平衡常数的测定	202	实验 48 紫外分光光度法和气相色谱法测定溶液的活度因子	228
实验 40 铂电极表面的电化学反应	205	实验 49 氯氧镁材料的热力学数据测定与估算	232
实验 41 电化学方法合成有机化合物	209	实验 50 酶催化蔗糖转化反应	233
实验 42 二氧化钛的制备、表征和模拟染料废水的光催化降解	212	实验 51 甲酸氧化反应动力学方程式的建立	234
实验 43 X 射线粉末衍射法物相定性分析	215	实验 52 离子选择性电极的性能测试与应用	236
实验 44 改性层状磷酸铝的制备及其性能表征	219	实验 53 铁氰化钾和亚铁氰化钾的循环伏安行为	237
实验 45 一种蓝色发光材料的共沉淀合成及发光性能测试	221	实验 54 典型异构化反应的理论研究	239
实验 46 有机共轭烯烃的 HMO 处理	223		

第三篇 测量技术与仪器

第 10 章 温度的测量与控制	241	11.2 真空技术	254
10.1 温度的测量	241	11.2.1 真空的获得	254
10.1.1 温标的确立	241	11.2.2 真空的测量	256
10.1.2 温标	241	11.2.3 真空系统的检漏	257
10.1.3 温度计	242	11.3 气体钢瓶与减压阀	257
10.2 温度的控制	248	11.3.1 气体钢瓶	257
10.2.1 恒温介质浴	248	11.3.2 减压阀	259
10.2.2 自动控温系统	248	第 12 章 电化学测量	261
第 11 章 压力的测量与控制	251	12.1 电导的测量	261
11.1 压力与气压计	251	12.1.1 交流电桥法及测量原理	261
11.1.1 压力	251	12.1.2 电导率仪的测量原理	262
11.1.2 气压计	251	12.1.3 电导池	263

12.1.4 电导的应用	263	13.1.3 影响旋光度的因素	278
12.2 电动势测量	264	13.1.4 旋光仪	278
12.2.1 对消法的基本原理和电位 差计	264	13.2 折射率与阿贝折射仪	281
12.2.2 液接界电势与盐桥	266	13.2.1 折射现象和折射率	281
12.2.3 参比电极	267	13.2.2 阿贝折射仪	282
12.2.4 标准电池	269	13.3 溶液的吸收光谱与分光光度计	285
12.3 电极过程动力学测量及仪器	270	13.3.1 吸收光谱原理	285
12.3.1 三电极体系	270	13.3.2 分光光度计	286
12.3.2 恒电位仪工作原理	271	第 14 章 常用仪器	293
12.3.3 恒电流仪工作原理	272	仪器 1 精密数字温度温差仪	293
12.3.4 电化学工作站	272	仪器 2 数字可控硅控温仪	293
第 13 章 光学测量与仪器	275	仪器 3 电导率仪	294
13.1 光的偏振与旋光仪	275	仪器 4 数字电位差综合测试仪	299
13.1.1 偏振光和起偏器	275	仪器 5 数字酸度计	300
13.1.2 旋光仪的制作原理和结构	276	仪器 6 精密数字压力计	303
		仪器 7 液体介电常数测定仪	304

附录 物理化学实验常用数据

附表 1 物理化学基本常数	307	附表 16 25℃时一些弱酸和弱碱的电离 常数	312
附表 2 国际单位制基本单位 (SI)	307	附表 17 一些常见强电解质的活度因子 $\gamma_{\pm}$ (25℃)	313
附表 3 有专用名称和符号的国际单位制 导出单位	308	附表 18 乙醇水溶液的表面张力	313
附表 4 能量单位换算	308	附表 19 不同温度下水和乙醇的折射率	313
附表 5 压力单位换算	308	附表 20 某些溶剂的凝固点降低常数 K_f 和 沸点升高常数 K_b	314
附表 6 不同温度下水的饱和蒸气压	308	附表 21 作为吸附质分子的截面积	314
附表 7 一些物质的饱和蒸气压与温度的 关系	309	附表 22 气相中常见分子的偶极矩	314
附表 8 不同温度下水的密度	309	附表 23 不同温度下水的黏度	314
附表 9 不同温度下水的表面张力	309	附表 24 一些液体的介电常数	315
附表 10 金属混合物熔点	310	附表 25 部分无机化合物的标准溶解热	315
附表 11 25℃时标准电极电势	310	附表 26 18~25℃下难溶化合物的溶 度积	315
附表 12 常用参比电极在 25℃时的电极 电势及温度系数	311	附表 27 一些有机化合物的标准摩尔 燃烧焓	316
附表 13 不同温度下 KCl 标准溶液的电 导率	311	附表 28 醋酸标准电离平衡常数	316
附表 14 一些电解质水溶液的摩尔电 导率	312	附表 29 几种胶体的 ζ 电位	316
附表 15 不同温度下无限稀释离子摩尔 电导率	312	附表 30 高聚物溶剂体系的 $[\eta]$ - M 关 系式	317

第 1 章 绪 论

1.1 物理化学实验的目的和要求

1.1.1 物理化学实验的目的和任务

物理化学实验是一门独立的基础实验课，是化学实验课程的一个重要分支。它是继无机化学、分析化学、有机化学、普通物理等实验课程之后的重要实验课，可以说它综合了化学领域中各个分支所需要的基本研究工具和方法。物理化学实验课不仅与前继实验课的基础知识和研究方法相互交叉渗透，而且还具有独立的实验理论、实验方法和技术，同时又与物理化学和结构化学理论课有着密切的联系。

物理化学实验是应用物理学的原理、技术和仪器，借助于数学运算工具，进而研究物质的物理化学性质、化学反应和相关过程规律的一门学科。它在培养学生踏实求真的科学态度、严谨细致的实验作风、熟练正确的操作技能、分析问题和解决问题及独立从事科学研究的能力等方面起着重要的作用。

物理化学实验的主要目的如下。

- (1) 使学生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。
- (2) 学会重要的物理化学性能测定，培养学生观察和记录实验现象、判断和选择实验条件、测量和处理实验数据、分析和归纳实验结果的能力。
- (3) 巩固并加深对物理化学概念和基本原理的理解，提高灵活运用物理化学理论解决实际化学问题的能力。
- (4) 通过综合与设计性实验，培养学生查阅文献资料的能力、创新性思维的能力和初步进行科学研究的能力。
- (5) 掌握物理化学实验常用仪器设备的构造、原理、性能及使用方法，了解大型仪器的功能、测试方法和手段及计算机在物理化学实验中的应用。

物理化学实验的主要任务是对物理化学各个分支如化学热力学、化学动力学、电化学、表面与胶体化学、结构化学等方面的各种物理化学量进行测量。这就需要了解和掌握基本的实验技术，它是完成和提高物理化学实验质量的必要保证。

物理化学实验具有其自身的特点，即在实验中主要使用精密仪器进行实验，大都涉及比较复杂的物理测量方法和技术，因此它不仅要求学生动手组装和正确使用实验装置和仪器，而且要求学生能设计实验并对实验结果做出正确的处理，使学生既具有扎实的实验基础，又具备初步的科研能力，实现由学习基本知识和技能到能够进行初步科学研究的能力上的转变。

1.1.2 物理化学实验的要求和注意事项

1.1.2.1 物理化学实验的要求

物理化学实验教学在重视知识、技能学习的同时，更要注重研究能力的培养，以智能开发、能力培养为指导思想。要求在教学中，首先做好规定的基础实验，熟悉每一个实验的方法、技术和仪器操作。在实验教学的后期，根据实际情况适当安排一些综合与设计性实验。

为了达到实验目的，使学生真正掌握基本的实验方法和实验技术，通过该实验获得较大

的收获,要求学生做到以下几点。

(1) 实验预习 物理化学实验有其本身的特点,要求学生在开始做每个实验前要充分预习,仔细阅读教材,查阅相关资料,明确实验目的,掌握实验原理,了解所用仪器的构造和使用方法,了解整个实验的操作过程,做到心中有数。明确该实验需进行哪些测量,记录哪些数据,了解实验中每一步如何进行以及为什么要这样做。要在预习的基础上写出预习报告。

预习报告在实验前要交教师检查,同时教师要根据学生的预习情况进行必要的提问,并解答疑难问题。学生达到预习要求并经同意后,方可进行实验,对未预习或未达到预习要求的学生,不允许进行实验。学生有无充分预习对实验效果的好坏和对仪器的损坏程度影响极大,因此必须坚持做好实验前的预习,以利于提高实验效果。

(2) 实验操作 实验操作是物理化学实验的一个重要环节。实验中应严格按操纵规程进行,不得任意改动操作步骤,如需改动应请教师批准。实验操作中,严禁“看一步,做一步”的操作方式,要仔细观察实验现象,严格控制实验条件,要积极思考,善于发现和解决实验中出现的各种问题。如遇难以解决的问题,可请指导教师予以帮助。

(3) 实验记录 养成良好的记录习惯是物理化学实验的基本要求之一。进入实验室首先应该记录当时的实验条件,因为实验结果与实验条件密切相关,它是分析实验结果和误差的重要依据。实验条件包括环境条件和仪器药品条件。而环境条件指室温、大气压和湿度等;仪器药品条件则指使用药品的名称、纯度、浓度和仪器的名称、规格、型号、实际精度以及必要的附件参数等。

要忠实记录实验数据和现象,记录原始数据必须完全、准确、整齐、清楚。对原始数据不能随意涂改、任意取舍,不得转抄他组的实验数据,不允许回忆补记,所有数据都应记录在预习报告册上。数据记录要表格化,要求实验前预先设计好数据记录表格。

(4) 实验报告 写好实验报告是物理化学实验的基本训练。它能使学生在实验数据处理、作图、误差分析、问题归纳等方面得到训练和提高。同时,可以加深对实验原理和实验设计思想的理解。因此,必须要认真、完整、详实地写出实验报告。

(5) 综合设计性实验 综合与设计性实验是培养学生科学研究能力的一个有效途径,是基础物理化学实验的进一步提高与深化。物理化学实验与科学研究之间在设计思路、测量原理和方法上有着许多相似之处,因此,对学生进行综合与设计性实验的训练,能够使学生在实践中学到实验设计的思路和方法,能够较全面地提高他们的实验技能和综合素质,对于培养学生的科学研究能力起到了不可替代的作用。

在综合与设计性实验开设过程中,综合性实验由教师给定题目,设计性实验可由学生自己选定题目。在教师的指导下,要求学生自己查阅文献,提出实验方案,选择实验条件,配制和标定溶液,组合仪器设备,并独立完成全部实验内容。实验结束后,要求学生采用科学论文的形式写出实验报告,以此提高学生综合运用化学实验技能和基础知识解决实际问题的能力。

综合与设计性实验的基本程序如下。

研究选题。在教材提供的实验题目中选择自己感兴趣的题目,认真研究题目的内容和要求,包括题目的所属范畴、研究重点、影响因素及所需测量的物理化学量等。

查阅文献。查阅包括实验原理、实验方法、仪器装置在内的文献资料,对前人采用过的不同实验方法进行分析、对比、综合与归纳。

设计方案。对实验的整体方案进行初步的设想和规划,并写出设计方案。设计方案应包括实验装置示意图、详细的实验步骤,并列出所需的仪器、药品清单等。

方案论证。在实验开始前两周将设计方案交任课教师,进行实验可行性论证,请老师和同学提出存在的问题,优化实验方案,向实验室提出实验申请。

实验准备。得到实验室批准后,提前一周到实验室进行实验仪器、药品等的准备工作。

实验实施。在教师监督指导下,按实验方案进行实验。实验过程中,注意随时观察实验现象及影响因素等。不断总结经验,完善实验方案,反复进行实验直到成功。

数据处理。综合处理实验数据,进行误差分析,按科研论文的形式写出有一定见解的实验报告并进行交流。

1.1.2.2 物理化学实验的注意事项

(1) 学生进入实验室后,应首先按仪器配套卡认真清点仪器,检查仪器是否完好,有无缺损,如有损坏及时报告,以便补充修理。核对所用试剂、药品是否符合要求,并做好实验前的各项准备工作。

(2) 仪器使用时要严格按操作规程进行。要爱惜仪器,不了解仪器使用方法前不要乱试,应请教师指导,以免损坏仪器。对于复杂的仪器装置和电路,应装好后请教师检查,确认无误后方可接通电源。

实验中,仪器出现故障时,不得擅自拆卸、调整,需经指导教师允许方可更换。如遇到仪器损坏,应及时报告,检查原因,登记损坏情况,教师根据损坏情况和原因及本人态度,作出适当处理。

(3) 特殊仪器需向实验教师领取,实验完毕后及时归还。

(4) 不要乱拿它处仪器、药品,公用仪器及试剂不要随意变更摆放位置,用完后应立即放回原处。

(5) 实验完毕后,先将原始数据交指导教师审查,并由教师签名。如指导教师认为有必要重做者,应在指定时间补做。实验数据合格者,方可整理拆卸仪器装置。

(6) 实验结束,要彻底清洗玻璃仪器,复原仪器摆放位置。整理实验台面,核对所用实验物品后,请教师清点检查,并在仪器使用情况登记表上签名,经教师同意方能离开实验室。未经清点签字者应对以后损失情况负责。

1.1.2.3 特殊、贵重仪器的使用规则

物理化学实验使用特殊和贵重仪器较多,在实验中必须谨慎操作。首先检查仪器的电路、电源及配套仪器、仪表有无短路、错接之处,确认无误方可接通电源、气源。注意仪表的量程,若待测数值不清楚时,必须先从仪器的最大量程开始。仪器上的各种开关、旋钮等可调动部件,应熟悉其调动方向后,再仔细操作,不能强扭硬搬。保持仪器的清洁、干燥,不得淋溅酸、碱及水等液体。标准仪器应倍加爱护,放置在固定地方保存,不要任意挪动。

1.1.2.4 物理化学实验室规则

(1) 实验时学生应遵守操作规程,遵守安全守则,保证实验顺利进行。

(2) 遵守纪律,不迟到,不早退,实验过程保持室内安静,不要大声喧哗。

(3) 不做与实验无关的事情。不要看其他的书、报、杂志或小说,不要在做实验过程中写实验报告。

(4) 使用水、电、气、药品试剂等应本着节约的原则。

(5) 保持实验室内卫生,做到整洁、干净,不要乱扔废纸、废物,更不要丢入水槽,以免堵塞。实验完毕,将废液倒入指定的回收瓶中。

(6) 实验结束后,学生轮流值日,负责打扫整理实验室,检查水、电、门、窗,以保证实验室的安全。

1.1.3 预习报告和实验报告的书写规范

1.1.3.1 预习报告的书写

为加深学生对实验内容的了解,提高实验效率和实验效果,实验前必须要进行预习,并

在预习的基础上写出预习报告。预习报告的主要内容如下。

简明扼要地写出实验目的、实验原理（其中包括所用到的公式）、关键操作步骤和注意事项，并将实验所要记录的数据科学地设计一个原始数据记录表。此外，必要时可绘出实验装置简图；参阅教材中关于该实验所用仪器设备的构造原理和使用方法，必要时可另写出仪器的关键操作和使用方法；记录并提出预习中产生的疑难问题等。

1.1.3.2 实验报告的书写

实验报告是学生对所做实验内容的总结，它与预习报告的侧重点不同。在实验报告的书写过程中，首先要标明实验条件：日期、室温、气压，同时写清班级、学号、实验者和同组者的姓名。实验报告的书写内容和具体要求如下。

目的要求：简明扼要分条目写清楚。

实验原理：用自己的语言简述实验所依据的原理、实验的设计思想，并写出相关公式，绘出必要的实验装置图。

仪器与试剂：写出仪器名称、型号及精度，也可实验前对照实物填写；写出药品的名称及纯度，试剂要注明具体浓度。

实验步骤：明确写出实验的关键操作步骤和注意事项，一般步骤可简写。

数据处理：该部分是实验的关键部分，将原始数据按要求整理后列出实验数据表；需要绘图的实验按要求作图；写清计算公式及计算过程，并得出计算结果。最后，将所得结果与文献值进行比较，求出相对测量误差，讨论结果的可靠性。

思考与讨论：可参考教材中本实验的思考题进行回答；可自己对实验中的问题加以分析；也可提出一些建议性的改进意见和方法。

在实验报告中，数据处理和结果的分析讨论是实验报告的核心部分，这部分内容应反映出学生对于实验结果和实验现象的分析、归纳和解释，以及实验后的心得体会。

一份好的实验报告应该达到实验目的明确、原理清楚、数据准确、作图合理、结果正确、讨论深入、字迹清楚和报告完整等。

实验报告要独立完成，要有自己的风格，杜绝照抄书本或他人报告，用简练的语言完整地表达所要说明的问题。实验报告既要有一定的格式和规范，又要避免一般化和雷同。

1.2 物理化学实验室安全与防护

物化实验室的安全防护非常重要，因经常使用各种仪器设备和化学药品以及水、电、高压气等，为保证实验的顺利进行，必须要树立安全实验意识，了解和掌握必要的安全防护知识，是每一个化学实验工作者必须具备的素质。

各类化学实验室都有其不同的特点，本节主要介绍物理化学实验室的安全防护知识。

1.2.1 安全用电与防护

物理化学实验需要使用各种各样的电器，要特别注意安全用电，熟悉用电常识，遵守用电规则，违规用电可能造成损坏仪器设备、火灾，甚至人身伤亡等严重事故。

实验室所用电源主要是频率为 50 Hz 的交流电，分为单相 220V 和三相 380V 两种，除少数仪器设备外，实验室多用单相交流电。该电压远高于人体的安全电压（36V、50Hz），使用时要格外注意、多加小心。

人体通过 50 Hz 的交流电 1 mA 就有感觉，10 mA 以上会使肌肉收缩，25 mA 以上则感觉呼吸困难，甚至停止呼吸，100 mA 以上则使心脏的心室产生颤动，以致无法救活，因此使用电器设备时，必须注意防止触电的危险。实验室安全用电注意事项如下。

(1) 操作电器时,手必须干燥,一切电源裸露部分应有绝缘装置,所有电器设备的外壳都应妥善接地。

(2) 通常每个实验室都有规定允许使用的最大用电负荷,每路电线也有规定的限定用电负荷,物理化学实验室插座的最大允许电流一般为16A。使用电器时不得超载,超过时会使得导线发热着火,控制负荷超载的简便方法是按限定用电负荷使用熔断片(保险丝)。严防正负端子、火线、零线接反,插头插错等。

(3) 导线不慎短路也容易引起事故。为防止短路,尽量防止酸、碱及水溶液等浸湿导线和电器。严禁使用湿布擦拭正在通电的设备、插座和电线等,电器设备上和电线线路上严禁潮湿。

(4) 使用电器时,要注意仪器设备所要求的电源是交流电还是直流电,三相电还是单相电,以及电压的大小、功率的要求是否相符。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。

(5) 电器线路安装完毕应仔细检查无误后,方可进行试探性通电,据仪表指示情况判断有无错接、反接、短路、断路、超载以及漏电现象,以免烧毁仪器。若使用过程中发现仪器温度过高或嗅到绝缘漆的焦味,应立即断电检查。

(6) 要禁止高温热源靠近电线。电线接头间要接触牢固,继电器工作时、电器触点接触不良时易产生电火花,要格外注意。防止因电火花而引起实验室的燃烧与爆炸。

(7) 了解电源总闸的位置,遇有人触电,其他人员不要直接用手施救,要立即用不导电的物体(木棒、竹竿等)将带电体与触电者身体分开,立即切断电源,并对触电者进行急救,情况严重者应迅速就医。

(8) 实验室的电器设备和电路不得私自拆卸和任意进行修理,也不能自行加接电器设备和电路,必须由专门的技术人员进行操作。

(9) 实验结束应及时关闭仪器开关,最后离开实验室时关闭电源总闸和照明开关。

1.2.2 化学药品的安全使用与防护

1.2.2.1 化学药品的安全使用

大多数化学药品和试剂都具有不同程度的毒性,应尽量防止化学药品以任何方式进入人体。因为物理化学实验主要目的是测定物质或系统的性能和特性,所以可采用低毒试剂代替高毒试剂,无毒试剂代替有毒试剂,同时应尽量减少使用毒性大、致癌可能性大的药品。

在使用有毒、易爆、易挥发和腐蚀性药品时,要注意防毒、防爆、防燃、防灼伤等。

(1) 防毒 实验前应了解所用药品的毒性及防护措施。取用或操作有毒化学药品和腐蚀性气体应在通风橱内进行,要避免与皮肤接触;剧毒药品应妥善保管并小心使用;饮食用具不要带进实验室,以防毒物污染;禁止在实验室内喝水、吃东西;离开实验室时要洗净双手。

(2) 防爆 可燃气体与空气混合,当两者比例达到爆炸极限时,受到热源等诱发,就会引起爆炸。一些常见气体的爆炸极限见表1-1。

在使用可燃性气体时,要防止气体逸出,室内通风要良好;操作大量可燃性气体时,严禁同时使用明火,要防止发生电火花及其他撞击火花;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;严禁将强氧化剂和强还原剂放在一起。对容易引起爆炸的实验,操作时应备有防爆措施。

(3) 防火 许多有机溶剂(如乙醚、丙酮、乙醇、苯等)非常容易燃烧,使用时室内不能有明火、电火花等,实验室内不可存放过多此类药品,使用后要及时回收处理,不可倒入下水道,以免聚集引起火灾。另外,有些物质如磷、金属钠、钾及比表面很大的金属粉末(如铁、铝等)易氧化自燃,要隔绝空气保存,使用时要特别小心。

表 1-1 与空气相混合的某些气体的爆炸极限 (20℃, 101.325kPa)

单位:% (体积)

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			

注: 1atm=101325Pa; 后同。

实验室一旦着火不要惊慌, 应根据情况选择不同的灭火剂进行灭火。水是最常用的灭火物质, 但以下几种情况不能用水灭火: 有金属钠、钾、镁、铝粉、电石、过氧化钠等时, 应用干沙等灭火; 比水轻的易燃液体 (如汽油、苯、丙酮等) 着火, 采用泡沫灭火器; 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; 电器设备或带电系统着火, 用二氧化碳或水基型水雾灭火器。水基型水雾灭火器是 2008 年以来我国推广的一种新型灭火器, 它具有绿色环保、高效阻燃、抗复燃性强、灭火速度快、渗透性强、灭火后药剂可 100% 生物降解、对周围环境和设备无污染等多个特点, 其性能大大优于其他类型的灭火器。

(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。液氮、干冰等物质的低温也会严重灼伤皮肤, 使用时要小心。万一灼伤应妥善处理并及时送医院治疗。

化学烧伤应急处理方法: 强酸、强碱如果与皮肤接触会造成严重烧伤, 应该及时用大量水冲洗。对于强酸造成的烧伤可用很稀的弱碱 (氨) 来冲洗, 强碱则可用很稀的弱酸 (醋酸) 来冲洗。应特别注意保护眼睛 (使用安全眼镜、护目镜或面罩), 万一化学药剂进入眼睛, 应迅速用洗眼器或其他大量流水的工具来彻底洗净受伤者的眼球, 冲洗时应将眼睑皮翻离眼球以便于有效地冲洗。

1.2.2.2 汞的安全使用

物理化学实验室经常用到汞, 操作者使用不当时会引起汞中毒。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, 0.1~0.3g 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、骨骼和关节疼痛、神经衰弱等。汞蒸气的最大安全浓度为 $0.1\text{mg}/\text{m}^3$, 而 20℃ 时汞的饱和蒸气压约为 0.16Pa, 超过安全浓度 130 倍, 所以使用汞必须严格遵守下列操作规定。

(1) 储汞的容器要用厚壁玻璃器皿或瓷器, 在汞面上加盖一层水, 避免直接暴露于空气中, 同时应放置在远离热源的地方。

(2) 一切转移汞的操作, 应在装有水的浅瓷盘内进行。装汞的仪器下面一律放置浅瓷盘, 防止汞滴散落到桌面或地面上。

(3) 万一有汞滴掉落, 要先用吸汞管尽可能将汞珠收集起来, 再用能形成汞齐的金属片 (Zn、Cu) 在汞溅落处进行多次刮扫, 最后把硫黄粉撒在汞溅落的地方, 覆盖并摩擦使之生成 HgS , 也可用 KMnO_4 溶液使其氧化。

(4) 使用汞的实验室应有良好的通风设备。擦过汞或汞齐的滤纸或布必须放在有水的容器内, 手上若有伤口, 切勿接触汞。

1.2.3 X 射线的防护

X 射线被人体组织吸收后, 对健康是有害的。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。轻者造成局部组织灼伤,重者可造成白血球下降,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位(特别是头部)受到 X 射线照射,尤其是直接照射,因此 X 射线管窗口附近要用铅皮(厚度在 1mm 以上)挡好,使 X 射线尽量限制在一个局部小范围内。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),暂时不工作时,应关好窗口,必要时,人员应尽量离开 X 射线实验室。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。

第2章 物理化学实验的误差与数据处理

2.1 误差分析及应用

在实验的过程中,任何一种测量结果都不可避免地会存在一定的误差(或称偏差),所以进行误差分析是非常必要的。当我们拟定了实验方案、选择一定精度的仪器、用适当的方法进行测量后,更重要的是将所测得的数据加以整理、归纳,科学地分析、研究变量间的规律,目的是为了得到合理的结果。但是,由于外界条件的影响、仪器的优劣以及实验者感觉器官的限制,实验测得的数据只能达到一定的准确度。因此,在实验前了解测量所能达到的准确程度,实验后科学地分析和处理数据的误差,掌握其变化规律,才能正确表达测量结果的可靠程度,提高实验的质量和水平,对实验起到一定的指导作用。这就需要了解误差的种类、起因、特点和性质,帮助我们抓住提高准确度的关键。通过对实验过程的误差分析,选出实验的最佳条件。所以说,误差分析是正确表达实验结果、鉴定实验质量的重要依据。物理化学实验中必须要熟练掌握误差的概念和表达方法。

2.1.1 基本概念

2.1.1.1 误差

误差是测量学上的一个概念,它表示测量值与被测量真值的偏离程度,即测量值与真值之差。以 ΔX 表示误差,则:

$$\Delta X = X - X_{\text{真}} \quad (2-1)$$

式中, X 为测量值; $X_{\text{真}}$ 为被测量的真值。

ΔX 越小,测量的准确度越高,说明测量越接近真值。假如 ΔX 为零,则表示测量值完全反映了被测量的大小,即为被测量的真值。

获得真值是一切测量过程所希望的,但实践证明一切实验测量的结果都具有误差,并且贯穿于测量过程的始终。再精确的测量也只能在一定的数量级范围内达到或接近真值,完全等于真值是无法达到的,人们只能随着科学的发展、测量仪器和手段的改进,使测量误差越来越小。在科学测量中只有设想的真值,一般是用消除系统误差后,多次测量所得的算术平均值或文献手册的公认值来代替。

2.1.1.2 误差的分类

根据误差的种类、性质和产生的原因可分为系统误差、偶然误差和过失误差三种。

(1) 系统误差 在相同条件下,多次测量同一物理量时,测量误差的绝对值和符号保持恒定;当条件改变时,又按某一确定规律变化的误差称为系统误差。系统误差也称为恒定误差。

系统误差的特点是:相同条件下,各次测量的误差大小相同,正负一致,绝对值和符号总保持恒定。并且产生系统误差的诸因素是可以被发现并加以克服的。

系统误差在测量过程中绝不能忽视,因为有时它比偶然误差要大出一个或几个数量级,因此在任何实验中,都要深入地分析产生系统误差的各种因素并尽力加以排除。引起系统误差的主要原因如下。

① 仪器误差 这是由于仪器结构上的缺点所引起的。如仪器的零位不准;温度计、滴

定管的刻度不准；气压计真空度不高等，这是仪器系统本身的精确度所致。

② 方法误差 这主要是测量方法本身的限制。如采用近似的测量方法和近似公式；测量方法所依据的理论不完善等。

③ 个人误差 这是由于观测者的个人习惯和特点所引起的。如记录某一信号的时间总是滞后；对颜色的感觉不灵敏，读数总是偏高或偏低等。

④ 环境误差 这是由于实验环境不同所引起的。如温度、湿度、气压等，发生定向变化所引起的误差。

⑤ 试剂误差 所使用的化学试剂纯度不符合要求。如试剂中存在杂质或形成沉淀、絮状物等。

系统误差决定着测量结果的准确度。它是恒差，恒偏于一个方向。系统误差靠单纯的增加测量次数是无法消除的，只能通过改变实验方法和实验条件，通过选用不同的仪器设备，更换观测者，提高化学试剂的纯度，采用不同的实验技术等手段，综合考虑影响因素，达到消除或减小系统误差的目的，以提高准确度。

(2) 偶然误差 在相同条件下，多次重复测量同一物理量，每次测量结果都在某一数值附近随机波动，这种测量误差称为偶然误差。偶然误差也称为不确定误差或随机误差。

偶然误差的特点是：同一条件下，各次测量的误差大小不同，正负不一，具有任意性。其绝对值和符号都以不可预料的方式变化，具有随机性。

偶然误差来源于实验时某些无法发觉、无法确认和无法控制的变化因素对测量的影响，它在实验过程中总是存在的。引起偶然误差的主要原因如下。

① 操作者感官分辨能力的限制。如实验者对仪器的最小分度值以下的估读、颜色变化的判断，每次很难完全一致。

② 测量仪器的某些活动部件所指示的测量结果，在反复测量时很难每次完全一致。如电流和电压的波动。

③ 暂时无法控制的某些实验环境条件的变化，也会使测量结果无规则变化。如大气压、温度波动等。

偶然误差决定着测量结果的精密度。偶然误差是很难消除的，但可以通过多次测量来提高精密度和重现性，以减小偶然误差的影响。

(3) 过失误差 在测量过程中，由于实验者的错误以及不正确操作或测量条件突变造成的误差，称为过失误差。如标度看错、记录写错、计算错误等。

过失误差无规律可循，在实验过程中应尽量避免。只要多方警惕，细心操作，加强责任心，此类误差是完全可以避免的。如果发现有此种误差产生，所得数据应谨慎予以剔除。

上述的三种误差都会影响测量结果，但是，过失误差在实验中是不允许发生的，系统误差也是可以避免的，而偶然误差则是不可避免的。那么，当避免了过失，校正了系统误差，则偶然误差就是测量误差。也就是说，最好的实验结果应只含有偶然误差。

(4) 偶然误差的统计规律 偶然误差是无法完全避免的，而且是可变的，有时大，有时小；有时正，有时负，但是在相同条件下，对同一物理量，当测量次数非常多时，便可发现数据的分布符合一般统计规律，这种规律可用图 2-1 中的典型曲线表示，此曲线称为偶然误差的正态分布曲线。

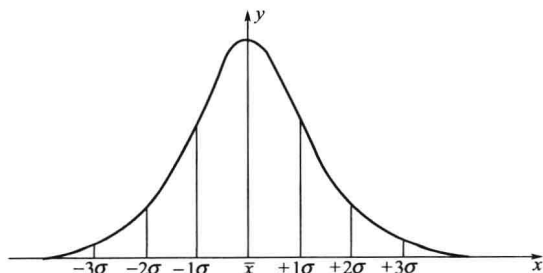


图 2-1 偶然误差的正态分布曲线