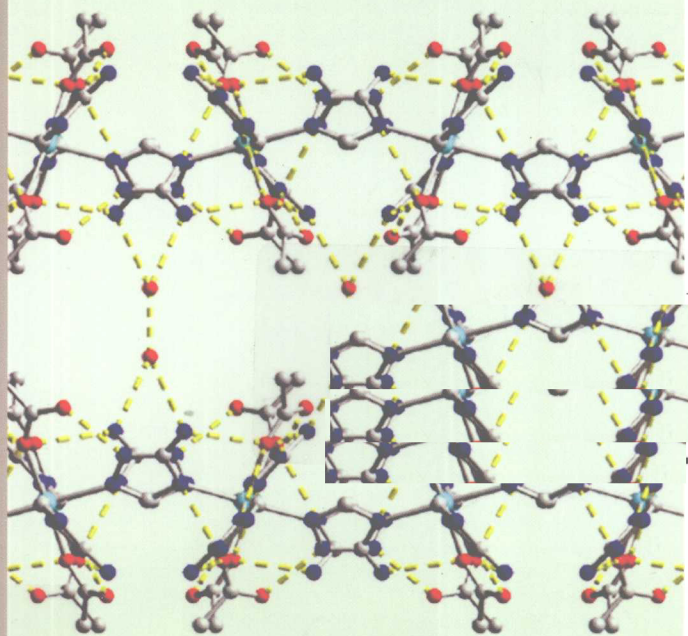


YINGYONG WULI HUAXUE SHIYAN

# 应用物理化学实验

主编 张秀成 刘冰 王玉峰  
主审 刘本才



东北林业大学出版社

# 应用物理化学实验

YINGYONG WULI HUAXUE SHIYAN

主编 张秀成 刘冰 王玉峰

主审 刘本才

东北林业大学出版社

---

图书在版编目 (CIP) 数据

应用物理化学实验/张秀成, 刘冰, 王玉峰主编. —哈尔滨: 东北林业大学出版社,  
2009. 8

ISBN 978-7-81131-416-8

I. 应… II. ①张…②刘…③王… 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 (2009) 第 154719 号

---

责任编辑: 戴 千

封面设计: 彭 宇



NEFUP

应用物理化学实验

Yingyong Wuli Huaxue Shiyan

主编 张秀成 刘 冰 王玉峰

主审 刘本才

东北林业大学出版社出版发行

(哈尔滨市和兴路 26 号)

东 北 林 业 大 学 印 刷 厂 印 装

开本 787 × 1092 1/16 印张 11.25 字数 259 千字

2009 年 8 月 第 1 版 2009 年 8 月 第 1 次 印 刷

印数 1—1 000 册

ISBN 978-7-81131-416-8

定价: 20.00 元

## 内 容 提 要

本书分为绪论、综合实验、研究性实验、常用数据四部分，共 25 个实验。包括化学热力学、化学动力学、胶体与表面化学、电化学以及结构化学等应用物理化学实验内容。其中，综合性实验以典型无机物、有机物的合成、制备实验为基础，同时综合应用了现代仪器分析技术对物质的主要性质或结构进行适当的表征。研究性实验一般源于生产实践和科学研究的新近成果，以探索新物质或新规律为宗旨，力求培养学生的创新性思维和科学实验能力。

本书以高年级学生为读者对象。可作为化学、应用化学、化工类专业及化学相关专业的本科学生和研究生的教材和教学参考书。

## 前 言

在当今科学技术迅猛发展、各学科相互交叉与渗透的时代,化学作为中心科学所涉及的领域也在不断增加。化学又是一门理论紧密结合实践的实验科学。化学基础理论与实验技术的结合对于分析和解决实际问题具有重要的作用,仅仅具有专业理论知识远远不能满足社会对人才的要求。因此,培养具有深厚理论功底和较强实验技能的学生是高等学校化学教育中富有挑战性的任务之一。特别是在物理化学的理论与实验技术与多学科的融合、应用和不断发展的背景下,物理化学实验理论与技术的应用已是化学实验教学和相关专业课程学习过程中必不可少的重要组成部分。物理化学理论原理与实验方法是解决相关学科问题的基础,亦广泛应用于生产实际,对促进科学进步和国民经济发展起着重要作用。

为适应我校化学和化学相关专业构建以基础化学实验、综合化学实验、研究性创新型实验组成的一体化多层次、开放式实验教学体系的需要。并使学生在完成基础化学实验的前提下,逐步掌握实验基本能力,培养从事实验工作的基本技能和综合素质,能够把物理化学的基本原理与实验技术良好的应用到专业课程学习以及今后的科学研究和实践中。有必要开展综合性、研究性、创新性实验的训练。结合专业实验课程的教学改革,根据“厚基础、宽专业、大综合”的指导思想编写了这本“应用物理化学实验”。本书中选材内容较广,尽可能的体现近年来学科的发展动态和其他学科交叉所取得的科研成果。读者不仅能学到相关的原理和方法,还能从中体会到如何将物理化学理论应用于实际,提高认识和解决实际问题的能力,培养科学创新的能力。

本书实验分为综合性实验、研究性实验两种类型。在每个实验中介绍相关的实验原理与仪器,为了便于学生阅读,原理部分介绍较为详细,力求使学生能初步理解;数据处理部分列出了记录数据的表格以作示范,对于研究性实验还给出了参考实验方法,查阅文献的基本方法,实验方案的参考格式及以论文形式提交实验报告的要求及参考格式。在实验后提出了思考题,以启发、引导学生深入思考,提高实验技能,保证实验质量。每个实验的附录部分包括常用的数据、实验中所用仪器的使用操作方法及注意事项等。实验编排以“物质制备-结构鉴定-性能测试”为依据,由简到繁、循序渐进,全书共给出了25个实验题目,覆盖了工业催化,界面化学,胶体化学,无机材料合成,晶体化学,配位化学,应用电化学,高分子物理化学,化学热力学等方面的应用内容。其中化学热力学、化学动力学、工业催化、界面化学、胶体化学、应用电化学和高分子物理化学内容本身属于物理化学学科的应用内容。而新涉及的无机材料合成、晶体化学和配位化学内容则属大物化下结构化学中对于分子、晶体性能测试和结构表征的内容。测试表征必须有物质,因而不可避免地涉及了一些无机物的制备内容,但本书重在性能测试和结构表征。注意实验内容的系统性以及实验形式的多样性,加强了物理化学原理与现代仪器方法的结合及在具体实验中的应用内容,力求满足不同专业和层次学生的教学要求。可使学生在掌握基本实验技能的基础上,了解更多的物理化学实验思想与先进实验仪器技术的结合。以基本技

能和素质培养为出发点,从实验训练的角度出发,培养学生的研究精神,要求学生在完成综合性实验后,根据教材提示,查阅相关文献,进行研究性实验。从而发挥学生的主观能动性和提高学生的动手能力。也能提高实验安排的灵活性,有利于实行开放式实验教学。

研究性实验比综合验证性的实验需要更多的思考和设计,在实验过程中能够暴露学生的理论知识和实验操作过程中的缺陷,及时让学生发现自己能力的不足,从而有机会修正和扩充自己的理论知识和提高实验动手能力与分析问题、解决问题的能力。另外,研究性实验的开设也为学生以科研论文的形式写作实验报告提供了用武之地,并逐步地习惯于研究报告和论文写作,为毕业论文及以后研究生阶段的学习打下基础。本书可作为化学、应用化学、化工、高分子材料科学与工程、材料化学等专业高年级本科生选修课和研究生专业学位课的教材。

本书编写具体分工如下:实验四、五、九、十、十一、附录4由王玉峰负责编写,实验三、六、十二、十三、十四、十五、十六、二十一、二十三、二十四、二十五、附录1、附录2、附录3由刘冰负责编写,实验七、八由方涛编写,实验一、二、十七、十八、十九、二十、二十二由张秀成编写,全书由张秀成统稿。刘文广助理工程师描绘了书中的部分插图,本书酝酿和编写的过程中得到了刘本才教授、孙墨珑教授的帮助,在教材编写出版过程中得到了学校、学院领导的支持、关心和鼓励,在此表示感谢;同时也特别感谢东北林业大学出版社的热情支持。

本教材的部分内容结合了教师教学和科研的成果,同时编写过程中还大量参考了国内外同类教材、资料,并从中吸取了一些内容。在此,编者特致谢意!特别指出的是,由于编者水平有限,编写时间仓促,存在疏漏及不当之处在所难免。书中存在的不妥和错误,恳请文献作者、各方面的专家和读者提出批评意见和建议。对于书中收录的资料若有遗漏而未在参考文献中列出或标注错误的请原作者谅解!希望各位老师和同学批评指正。

编者

2009.5

(821)	.....	朱要生 孙吉琳 孙奕 孙奕 孙奕	2
(101)	.....	孙奕 孙奕 孙奕 孙奕 孙奕	2
(104)	.....	孙奕 孙奕 孙奕 孙奕 孙奕	2

# 目 录

绪论 .....	( 1 )
一、应用物理化学实验的基本要求 .....	( 1 )
二、实验室安全 .....	( 5 )

## 第一部分 综合性实验

实验一 差热分析法研究沸石分子筛 .....	( 17 )
实验二 $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 分解的热力学参数测定 .....	( 21 )
实验三 微波法制备纳米 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 与表征 .....	( 26 )
实验四 气相色谱法测定催化剂吸附热 .....	( 31 )
实验五 $\text{TiO}_2$ 纳米催化剂制备及表征 .....	( 38 )
实验六 溶胶-凝胶法制备量子点材料氧化锌 .....	( 42 )
实验七 锂离子扣式电池制作及其电化学容量充放电曲线的测定 .....	( 45 )
实验八 塑料电镀 .....	( 51 )
实验九 滴法测定聚合物材料表面张力 .....	( 56 )
实验十 多孔材料比表面及孔径分布测定 .....	( 64 )
实验十一 激光粒度仪测定高分散体系粒径分布 .....	( 78 )
实验十二 几种无机 Fe 盐磁化率的测定 .....	( 85 )
实验十三 氧化锰纳米晶体的制备及 X 射线衍射分析 .....	( 93 )
实验十四 杂多化合物 $\text{K}_5\text{CoW}_{12}\text{O}_{40} \cdot 20\text{H}_2\text{O}$ 的合成与单晶结构表征 .....	( 99 )
实验十五 钴(Ⅲ)亚氨基二乙酸配合物的制备及其几何异构体分离与鉴别 .....	( 109 )
实验十六 四苯基卟啉钴(Ⅱ)氧合配合物的合成及氧合性能 .....	( 113 )
实验十七 表面活性剂 CMC 的测定 .....	( 117 )
实验十八 交流阻抗法测高分子薄膜的电导率 .....	( 122 )
实验十九 双乳化(W/O/W)法聚乳酸微球制备与性能表征 .....	( 126 )
实验二十 差示扫描量热法测定聚合物的结晶动力学 .....	( 130 )

## 第二部分 研究性实验

实验二十一 纳米 $\text{SiO}_2$ 气凝胶的溶胶-凝胶法合成及其表征 .....	( 137 )
实验二十二 纳米 $\text{TiO}_2$ 的光催化反应动力学研究 .....	( 140 )
实验二十三 水基 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 纳米磁流体的制备与表征 .....	( 144 )
实验二十四 溶剂热体系中层状磷酸钛单晶的合成与表征 .....	( 148 )
实验二十五 铈(Ⅲ)配位聚合物的合成、结构及性质表征 .....	( 151 )

## 第三部分 附 录

附录 1 研究性实验方案参考样本 .....	( 155 )
------------------------	---------

附录2 研究性实验报告格式要求..... (158)

附录3 查阅文献的方法..... (162)

附录4 常用实验数据..... (164)

目 录

(1) ..... 分册

(1) ..... 本册本分册实验项目顺序编排,一

(2) ..... 本册本分册实验项目顺序编排,二

附录1 实验一览表

(A1) ..... 醋酐与吡啶的共沸物组成测定..... 一 测定

(A2) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 二 测定

(A3) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 三 测定

(A4) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 四 测定

(A5) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 五 测定

(A6) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 六 测定

(A7) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 七 测定

(A8) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 八 测定

(A9) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 九 测定

(A10) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 十 测定

(A11) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 十一 测定

(A12) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 十二 测定

(A13) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 十三 测定

(A14) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 十四 测定

(A15) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 十五 测定

(A16) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 十六 测定

(A17) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 十七 测定

(A18) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 十八 测定

(A19) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 十九 测定

(A20) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 二十 测定

附录2 实验一览表

(B1) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 二十一 测定

(B2) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 二十二 测定

(B3) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 二十三 测定

(B4) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 二十四 测定

(B5) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 二十五 测定

附录3 实验一览表

(C1) ..... 邻二氯苯与吡啶的共沸物组成测定..... 二十六 测定



## 绪 论

应用物理化学实验是在学生掌握了化学实验基本原理和基本操作的基础上,在化学及相关专业学科的层面上,以物理化学原理与实验方法为基础的综合性实验项目。是既与基础实验、现代仪器实验方法相衔接,又与创新性实验、科学研究相互渗透的综合性、开放性的专业实验课程,不是基础化学与物理化学实验的简单组合。应用物理化学实验课程的教学目的是提高学生综合运用物理化学原理与实验技术相结合的能力,调动学生主动性和科学研究的兴趣,培养学生科学研究素质和创新能力。实验内容综合联系了物理化学与化学的其他二级学科及材料、环境学科等,包含新概念、新理论、新技术和新方法,涉及学科的前沿与交叉。应用物理化学实验需要在完成化学基础实验包括基础物理化学实验等训练的同时,还要学习一些重要的现代仪器实验技术和方法。应用物理化学实验更注重物理化学原理在解决实际问题中的作用。通过本课程的学习使学生掌握科学研究的基本思路与方法,为独立地从事毕业论文研究工作做前期准备。

### 一、应用物理化学实验的基本要求

#### 1. 实验准备阶段

##### (1) 综合性实验

实验前学生应认真仔细阅读综合实验内容,了解实验目的、要求和实验原理、所用仪器的构造和使用方法等。针对所做的综合实验项目要求和实验原理查阅文献参考资料,熟悉实验原理中出现的新概念、新方法。对实验操作过程和步骤,做到心中有数,注意实验的关键点和注意事项,特别是采用新仪器技术对产品进行表征的生疏内容。在认真预习的基础上写出实验预习报告,其内容包括:实验目的和原理,主要的实验步骤,注意事项,设计一个原始数据记录表,以便记录实验时所要记录的所有数据,画出必要的实验装置图,提出预习中产生的疑难问题等。进入实验室后,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。要求学生必须达到预习要求,学生要对实验各个环节做到心中有数,经过指导教师许可后才能进行实验。实践证明,有无充分的预习对实验的成败和对仪器的损坏程度影响极大。因此,要坚持做好实验前的预习工作。

##### (2) 综合设计性实验

综合设计性实验不是基础实验和综合实验的简单综合或复制,而是作为基础实验的提高和深化。在教师的指导下,学生选择实验课题,应用物理化学原理、实验方法和现代仪器分析技术,通过查阅文献资料,独立设计实验方案;选择合理的仪器设备,组装实验装置;进行独立的实验操作,采用科学论文的形式写出实验报告。由于应用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许多相似性,因而对学生进行综合设计性实验的训练,可以较全面地提高他们的实验技能和综合素质,对于培养学习者的科学研究

能力是非常重要的。综合设计性实验的基本程序与要求如下:

**选题:**在教材提供的综合性或研究性实验项目中选择自己感兴趣的题目,也可自己确定适当的实验题目。

**查阅文献:**查阅包括实验原理、实验方法、仪器装置等方面的文献,对不同方法进行对比、综合、归纳等。

**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,并列所需的仪器、药品清单等。

**可行性论证:**在实验开始前两周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,实施实验方案。实验过程中注意随时观察实验现象,考察影响因素等。不断总结经验,完善实验方案,完成实验计划。

**数据处理:**综合处理实验数据,进行误差分析,按论文的形式写出有一定见解的实验报告,还可组织同学进行交流答辩。

**设计实验的要求:**根据专业特点、个人兴趣和爱好,在教师的指导下选择并确定设计实验的题目;所查文献要包括外文文献;学生必须自己设计实验、组合仪器并完成实验,以培养综合运用化学实验技能和所学的基础知识解决实际问题的能力。

### (3) 研究性实验

研究性实验有区别于上述的简单设计性实验,一般来说研究性实验具有设计性实验的特点,但更重视对某些重要的关联因素的探索和研究,要求得到规律性的实验结果或结论。对于研究性实验应该实施开放式实验教学,要求学生在一段连续的时间内完成一项实验课题的研究,学生需经历从文献查阅、实验方案设计到实验准备、仪器组装及调试、实验测量,以及实验数据处理、论文撰写和交流答辩等一系列过程。

学生应在阅读文献资料的基础上,根据实验室提供的仪器设备等条件,设计实验方案并交教师审阅,经共同讨论、修改和定稿后,开始实验研究。在实验过程中可能会出现各种问题,需要学生认真分析产生问题的原因,积极寻求解决方法,反复实践,力求得到预期结果。

研究性实验制定实验计划是必要的,在开始实验前,参加实验的研究小组要拟定全面可靠的实验计划。计划包括实验研究的每一个细节、实验人员应承担的责任。对于低年级学生,从安全的角度考虑,指导教师或实验室专项负责人需要对其全面细致的指导。以确保他们掌握基本的实验技能和培养其完成实验的自信心,并应让其接触到实验研究过程中涉及的特殊实验仪器。实验室技术人员与参加实验研究的全体同学要共同核对试剂和溶剂的真实性,并清楚地标明试剂的危险程度(实验研究尽可能选择使用低毒的和相对安全的试剂)。同时在研究计划中要体现实验研究的背景和细节内容,教师应给出一些与实验相关的问题让学生进行思考,以培养他们在实践中对相关理论的理解能力。实验者应细心地预习实验计划涉及的全部细节和注意事项,然后写出一份清楚的实验方案,方案应包括“即将做什么实验”和“这个实验希望实验者达到什么目的”等内容。本教材的附录1给出了研究性实验的预习方案样本可供参考。

对于有研究经历的高年级学生。通常要求实验者提供详细的实验计划,这包括引入

更为先进的实验技术和仪器,自由开放地实验。可设计多条实验途径和方案,实验人员要更多地考虑实验的实用性与试剂和溶剂的价格,以确保在能够充分使用更先进实验技术和仪器的条件下完成实验。同时,要充分地评估实验中可能存在的危险,包括对自己以及其他实验人员的危险。

## 2. 实验操作过程与数据记录

学生进入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。经指导教师同意方可进行实验。仪器的使用要严格按照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,看一下书或实验方案,动一动手。特别是对于综合性实验内容涉及面广,实验环节多,一定要明确“做什么”、“为什么做”、“要得到什么结果”,“下一步还要做什么”。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,或请教指导教师帮助分析处理。保持严谨求实的科学态度和团结互助的合作精神,积极主动地探求科学规律。严格控制实验条件,必须忠实记录实验数据和现象。不能用铅笔记录数据,不能只拣“好”的数据记录,不能随意涂抹数据。如发现某个数据确有问题,应该舍弃时,可用笔轻轻圈去,更改数据时,在变更处最好签上更改者的名字和理由。所有数据都应记录在编有页码和日期的实验记录本或统一格式的“预习报告与原始数据记录”上。对于由计算机控制的实验仪器获得的数据要弄清实验数据的保存格式、路径等条件。及时保存原始实验数据和图表,对可以导出的原始数据要及时导出并保存在相应的安全储存介质中。注意:一定要按照实验室的要求操作实验仪器配套的计算机。不要輕易地连接移动存储设备,或未经允许擅自与互联网连接,避免使计算机感染病毒而造成损失。一定不要轻易地未经许可删除设备计算机中的文件和程序,确保实验仪器的正常运行。

实验的结果与实验条件是紧密相关的,它提供了分析实验中所出现问题 and 误差大小等重要依据。实验条件一般包括:环境条件和仪器药品条件。前者如:室温、大气压和湿度等;后者包括: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。数据记录要求表格化,字迹整齐清楚,保持一个良好的记录习惯是从事科学研究的基本素质要求。指导教师对每一个实验,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,则该实验的相关部分必须重做。实验完成后学生必须将原始记录交指导教师检查认可签名,经指导教师同意后,方可结束实验。

对于研究性实验还需强调如下:准确地进行实验记录是化学实验中的重要环节,而每项实验记录都是基于细心的观察与准确的报告。写实验记录的基本原则是记录实验的全部细节,以便其他人员可以了解你做的内容,且在不需要预备知识的情况下可完全地重复整个实验过程。因此,除写下做过的工作外,实验记录还包括所用的特别设备、药品的体积和重量、温度、反应时间以及实验方法,如:色谱方法(如薄层色谱法和气液色谱法)、反应条件及实验结果等内容。每项实验记录都需要给出完成工作的时间。使用活页记录本进行实验记录是不合适的。对于有关的实验数据包括产率、滴定体积、熔点和沸点等,要求直接记录在记录本中,而不是随便写在其他的纸上,因为后者容易丢失。

实验记录值得推荐的一种格式是,对于每一个新的实验内容或部分实验内容都采用

干净的双面页面来记录。靠近右边的页面可用于记录实验的叙述性内容以及在这一时间所观察到的现象(需标明日期)。这些内容可以是连续的,如果有必要可以写在后一页。靠近左边的页面主要用于记录化学反应方程式、产率计算、化合物的熔点、可能的反应机理以及可能的注解等内容。把每一份完整的实验内容分隔开,以便于实验人员很容易对不同的实验内容进行一清二楚的辨别。把谱图等纸质数据报告粘在笔记本上不是良好的习惯,因为这样笔记本就会变得很厚重,装订线很容易被损坏。这些谱图记录最好选择放置在独立的文件夹中并进行标号,该标号与笔记本上的标记要相对照。

在实验中所有发生的意外事件以及不可解释的事件也需要及时记录。有时,即使是众所周知的实验过程,也可能会出现失误(如与化学文献中介绍不同,或点错小数点而导致试剂的加入量或体积变得不正确)。在这些例子中,实验工作者总是先尝试找到实验失败的原因,对过程进行改进然后再开始实验,而不是匆忙地毫无目的地、不加更改地重复毫无意义的实验过程。完整的实验细节可以帮助我们解释实验成败的原因,产生提高产率的方案,以及设计下一步实验方案等。这些决定都来源于可靠的观察。对于着手于研究计划的学生而言,详细的实验记录可能成为出版化学文献、项目报告及论文的重要的资源。

对于研究性实验要求在实验前对所用仪器设备的基本情况做到心中有数,玻璃仪器在使用前务必仔细检查是否有细小的裂缝,当然有污染物的仪器也不能使用。用于真空体系的玻璃仪器哪怕有细小的裂纹都是非常危险的。许多非常简单的操作如截断玻璃管或玻璃棒、在橡皮塞或软木塞中插入玻璃管或温度计、取掉玻璃瓶上的密封塞等,都可能导致严重的受伤。因此,必须严格按照正确的操作规程进行操作。洗净的玻璃仪器或不用的仪器需要存放在安全位置,不能随便混乱堆放。

废物处理是实验室使用和管理方面最为重要也是很难处理的一个难题。废弃物不允许也不能长期放置在实验室中,需要进行一系列正确的处理工作。打碎的玻璃仪器需放在独立的垃圾箱中;无毒害的固体废物可直接放在垃圾箱中,而有毒固体必须先封装在塑料袋中,然后放在独立的垃圾箱中:这两种垃圾箱都必须明确地标注。有污染的溶剂也必须放在适合的容器中并予以标注,并且必须避免不加选择地将溶剂任意混合的行为,同时必须把卤系溶剂与其他溶剂分开放置。有毒、危险废物交由实验室集中妥善处理。

实验室的工作人员和学生的首要责任是保护自己及其他人员的安全。进实验室前认真学习实验操作中的安全要求,同时要关注你要完成的实验内容中的安全信息,查阅相关安全注意事项、操作规程,要非常熟悉常见危险事故的处理办法。每一个实验室都必须根据工作的性质及工作人员的数目配备紧急药箱,紧急处理图示最好挨药箱放置,使实验室成员非常熟悉操作。

研究性实验的周期较长,具有连续性,有些阶段性的实验数据和结果不一定能够用来充分判断实验的最终结果的成败。所以当实验现象与数据结果与预期有偏差时要及时请教熟悉研究内容的有经验教师帮助判断实验是否继续进行下去,非安全原因停止实验要有充分的理由。避免由于失误造成时间和药品的浪费。当所有计划的研究内容完成后,全面检查实验数据和阶段结果,确信达到预期实验目标后结束实验,适当保留无危害的中间体和最终产品。

### 3. 实验报告

课后要正确处理实验数据,写出实验报告。完成实验报告是本课程的基本训练,它将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综合性的训练和提高。实验报告的质量在很大程度上反映了学生的实际水平和能力。

综合性实验报告应包括:实验目的要求、简明原理、实验仪器、药品和实验条件、实际操作步骤、数据处理过程、结果讨论、误差分析及参考资料等。其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经过实验所获得的结论、心得体会,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,提出改进意见。一份好的应用物理化学综合实验报告应该符合实验目的明确、原理清楚、数据真实准确、作图合理、结果正确、讨论深入和报告完整等要求。实验教学在向学生进行理论和实验辩证关系教育的同时,应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,为后续课程学习奠定基础。

设计性和研究性实验报告要求以论文的形式总结出研究结果,给出适当的结论。实验项目完毕,学生须独立撰写研究性实验报告,其格式与科技论文基本相同,包括以下几部分:①中英文摘要;②实验课题的背景、研究意义和目的;③实验部分(实验原理与方法、实验装置、化学试剂、实验仪器、实验过程等);④实验结果与讨论(包括:实验数据记录结果、实验数据处理过程、数据分析的图表及分析,实验结果的讨论);⑤结论;⑥参考文献。本书附录2给出了研究性实验报告的论文参考模板。

研究性实验成绩的评定中,学生研读文献的情况、对实验课题的理解深度、实验内容及结果、对实验结果的分析与讨论以及答辩情况等是评定成绩的重点。

## 二、实验室安全

在现代化学专业实验室里,除了使用一般化学实验室的各种化学药品和仪器设备及水、电、煤气外,还经常遇到高温、低温、高气压、真空、高电压、高频和带有辐射源的实验环境和实验仪器,隐藏着发生燃烧、爆炸、中毒、灼伤、割伤、触电等事故的危险性。如何防止这类事故的发生,以及万一出现事故时能够正确的应对,是每个化学工作者应该具备的素质。

### 1. 化学实验室安全常识

虽然化学实验室有很多潜在危险的物品,但只要实验工作人员在实验前采取必要的保护措施,在实验中规范操作并保持足够的敏感和警觉,化学实验室并不是异常危险的工作场所。

掌握基本安全常识对于任何实验人员都是非常重要的。每一位在实验室的工作人员都要尽可能避免进行欠考虑的、无知的行为而引起事故或给自己和别人造成可能的伤害,应该保持足够的细心以排除各种可能的危险因素。如果对即将进行的实验工作存在安全方面的疑问,应请教有经验人员以获得正确的指导,而不能贸然开始实验。

实验室事故通常是由于实验者过于迫切得到实验结果、操作不细心而产生的,因此实

验工作者必须先对即将进行的实验工作深思熟虑,做好系统分析与设计。需要特别注意的是应集中注意力完成手头上的工作而不是毫无目的胡思乱想。

(1) 注意个人防护

实验工作者如果没有穿着全身的防护衣就不允许开始实验,防护衣最好为白色,因为白色很容易发现有药品污染。而且,所有人员包括参观者在实验室期间都必须佩戴安全眼镜或护目镜。护目镜采用了多种特殊用途的设计,可以有效地保护眼睛和脸,而且很方便从供货商处获得。在实验室事故中,护目镜可起到隔离飞溅碎片的作用,但对飞溅的有毒、有腐蚀性的液体或气体的隔离效果不明显。在有液体飞溅的事故中,首先要用大量清水冲洗眼睛。在这些情况下,全封闭的安全眼镜(更准确地说是覆盖整个脸部的头盔),对于实验室个人防护更为有效。

无论即将进行的实验危险与否,佩戴防护器具都是非常必要的。如果实验中使用有毒的试剂或溶剂,那么实验就必须在可靠的通风橱内进行,同时也需佩戴安全手套以隔离危险物。

(2) 规范在实验室中的行为

除紧急情况外,奔跑、任何过度匆忙的行为都不允许在实验室中出现。实验室中也不允许进食和抽烟,以免摄入有毒害的物质,同时避免引起火灾。

(3) 保持实验室整洁干净

保持实验室整洁是实验室安全中最为重要的因素,因此实验室务必随时保持整齐和干净。通道及紧急出口必须保持通畅,不可被杂物或其他设施堵塞。地面也必须进行定期维护,除水、除油及排除障碍物,以防实验室人员滑倒或绊倒。如果有化学试剂泄漏到地板或椅子上,必须及时清理干净。

对实验室的工作椅、凳也要保持干净。不需即刻使用的装置和器具尽可能远离通风橱,并有序放置。那些被污染的仪器装置和设备在清洗干净前应尽可能远离工作区域放置。固体污染物和使用过的滤纸不允许被丢弃在水槽中。

使用过的玻璃器皿务必小心清洗。并晾干以备下次实验使用。涉及对湿气极度敏感化合物的反应必须使用更为严格干燥的实验仪器。必须养成在实验后及时清洗所有玻璃仪器的好习惯,同时可以考虑参考污染物的性质采取针对性的办法洗涤玻璃仪器。此外,如果污染物长期存在,尤其是某些挥发性溶剂挥发后的残余物的洗涤将变得比较困难。需要强调的是,没有通用清洗剂可以达到清洗目的。在实验后,化学工作者应该充分考虑污染物的性质和残余量采取针对性的办法进行洗涤。如果在烧瓶内的残余物为碱性,可加入适量的稀盐酸或硫酸溶解;同理若显酸性,可加入适量的稀氢氧化钠液溶解酸性的残余物。在这些例子中,产生的酸碱溶液可用大量自来水进行稀释而排入下水道中。如果残余物可溶于廉价的有机溶剂中,也可考虑用有机溶剂洗涤,然而这些溶剂则需专门收集放在废液瓶中,不可直接排入下水道。有机溶剂可重复使用。需要特别注意的是,严重污染物必须专门处理,不可随意丢弃。

(4) 意外事件处理

每一个在实验室工作的人员必须清楚地了解所在位置的紧急出口和消防设施的位置,包括灭火器、消防毯及淋浴器,并掌握使用方法。这些器材在一定的年限内使用,并需要定期进行检查。实验人员还要熟悉紧急救援器具的位置、最近的电话位置、医疗机构及

消防队的电话号码。

除了上面这些基本要求外,实验室、研究人员和相关机构等根据自己的实际情况出台事故处理规范,所有人员都必须熟悉这些规范。

### (5) 化学药品的存放

化学药品绝对不允许堆放在通风橱内或放在工作椅下面,在使用完后应该放回原有的柜橱中。性质相反的化学药品应当分开放置。为安全起见,储存危险药品的试剂在使用完毕后就要放回原有的位置。在某些特殊的实验室里,存储溶剂量的多少务必遵守规定;而且,对于那些易燃的、有毒害的溶剂也要专门保存。如果需要把有一定体积溶剂的反应瓶(不管是有毒还是低毒溶剂)移动一段距离,就需要托着瓶底,扶着瓶颈小心移动,而不能只拿其中的某一个点。较长距离的搬运就更需要特别小心。

通风橱内不允许存放剩余的化学药品和不用的仪器。如果要在通风橱内使用某些可能有毒有害的化学药品,就必须放在规定的位置,并有适当的遮挡物。所有用来盛装化学药品的容器(包括玻璃瓶、安瓿及小瓶等)都务必清楚地标注药品的性质和危险级别(指出与药品相关可能的危险程度)。由于涂胶标签很容易从试剂瓶上脱落,因此最好用透明胶带把标签贴在试剂瓶上。另外,某些化学试剂会随着保存时间延长而变质,最好在试剂到达之日即在瓶上标志日期。

## 2. 物理化学实验室安全知识

在物理化学实验室里,安全是非常重要的,它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。如何来防止这些事故的发生,以及万一发生又如何来急救,这些知识都是每一个化学实验工作者必须具备的,在先行的化学实验课中均已反复地作了介绍。这里主要结合物理化学实验的特点,重点介绍安全用电、使用化学药品等安全防护知识。

### (1) 安全用电常识

物理化学实验室使用电器较多,特别要注意安全用电。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。为了保障人身和财产的安全,一定要遵守实验室安全规则。表 1-1 列出 50Hz 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/mA	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

在实验过程中需注意:

#### a. 防止触电

- ① 操作用电器时手必须干燥,不用潮湿的手接触电器。
- ② 不要直接接触绝缘不好的通电电器,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。

⑦明确实验室总电源开关的位置,如有人触电,应迅速切断电源,然后进行抢救。

#### b. 防止引起火灾

①使用和更换的保险丝要与实验室(实验仪器设备)允许的用电量相符。必要时应事先计算电流量。

②更换保险装置时应事先切断电源,避免带电作业。电线的安全通电量应大于用电功率。

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。必要时在这一类环境下工作的继电器和开关电闸等要采用防爆型产品。

④如遇电线起火,立即切断电源,用干沙或二氧化碳、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。

⑤电源、电器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。电线、电器要避免被水淋湿或浸在导电液体中。若用电器万一被水(或浸在导电液体)淋湿不能立即开启电器,应将其清洗烘干并作必要的绝缘处理并检查正常后才能使用。

#### c. 电器仪表的安全使用

①在使用电器设备前,应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及直流电器仪表的正、负极性。

②仪器的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实验前要检查线路连接是否正确。经指导教师检查同意后方可接通仪器电源进行实验。

④在电器仪表使用过程中,如发现有不正常声响,温升或嗅到绝缘漆过热产生的焦味等可疑情况应立即切断电源,并报告实验室教师进行检查。

### (2) 安全使用化学试剂

#### a. 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、腐蚀性气体(如  $\text{H}_2\text{S}$ 、 $\text{Cl}_2$ 、 $\text{Br}_2$ 、 $\text{NO}_2$ 、 $\text{HCl}$  和  $\text{HF}$  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避免化学药品与皮肤接触。一些化学药品具有强腐蚀性,还有一些药品(如苯、一些有机溶剂、汞等)能透过皮肤进入人体。

⑤氰化物、高汞盐( $\text{HgCl}_2$ 、 $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 等)、可溶性钡盐  $\text{BaCl}_2$ 、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。在不影响实验的前提下,尽可能使用无毒或低毒的实验药品来代替有毒药品。

⑥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。绝对禁止在实验室喝水、吃东西。

⑦出现危险或可疑情况要及时向实验教师报告。



## b. 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)等诱发,就会引起爆炸。

使用可燃气体应注意: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,还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,使用要特别小心。严禁将强氧化剂和强还原剂放在一起。久藏的乙醚使用前应除去其中可能产生的过氧化物。进行容易引起爆炸的实验,应有防爆措施。一些常见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℃,101.325 kPa)

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	72.0	7.0
乙醇	19.0	3.3	煤气	32.0	5.3
乙醚	36.5	1.9	氨	27.0	15.5
丙酮	12.8	2.6			

## c. 防火

物质燃烧须具备三个条件:可燃物质、氧气或氧化剂以及一定的温度。实验室装备要优先考虑其阻燃性能与防火要求。在实验过程中要注意如下几点:

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。

③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;(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。

## d. 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:强酸(特别是氧化性酸)和强碱会严重烧伤皮肤。如果皮肤接触