

高 等 学 校 教 材

计算机 辅助物理化学实验

第二版

唐典勇 张元勤 刘 凡 等编著

JISUANJI
FUZHU WULIHUAXUE SHIYAN



化学工业出版社

高等学校教材

计算机辅助物理化学实验

第二版

唐典勇 张元勤 刘 凡 等编著



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书将现代信息技术引入物理化学实验,对物理化学课程进行整合。具体体现在:根据实验数据处理要求,选择性地介绍数据处理软件 Matlab、Origin 等的操作,并进行上机练习;选用了部分有计算机数据接口的仪器,而对于大部分常规仪器,则是引出电信号,通过 A/D 采集卡实现计算机采集数据;开发了《物理化学实验计算机全过程管理系统》,在系统中完成实验操作、数据处理、误差分析,形成实验报告,评价实验报告,有效杜绝了学生个性数据和抄袭报告的现象;对于基础性实验,淘汰了部分落后的检测手段,对部分实验内容进行整合,加入了计算化学实验;本书还安排了大量的综合性实验和设计性实验,试图培养学生的综合分析能力和创新精神。本书是物理化学实验课程信息化改革的尝试,内容新颖,覆盖面广。层次上,考虑了对不同能力学生的不同要求,合理安排了基础实验、综合性实验和设计性实验,脉络分明,相得益彰。

本书可作为广大理工科院校开设物理化学实验课程的教材,也可供相关的研究开发人员设计实验方案和处理实验数据时参考。

图书在版编目(CIP)数据

计算机辅助物理化学实验*唐典青等编著. —2版. —北京:
化学工业出版社, 2013. 12
高等学校教材
ISBN 978-7-122-18694-2



I. ①计… II. ①唐… III. ①计算机辅助教学-物理化学-
实验-高等学校-教材 IV. ①064-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2013) 第 245079 号

责任编辑: 窦 臻

文字编辑: 糜家铃

责任校对: 顾淑云

装帧设计: 关 飞

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: 大厂聚鑫印刷有限责任公司

787mm×1092mm 1/16 印张 18 字数 467 千字 2014 年 1 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: 39.00 元

版权所有 违者必究

第二版前言

本书第一版出版以后，计算机技术飞速发展，同时物理化学实验技术手段也在不断进步，相对于第一版，本次修订主要做了以下调整和更新。

1. 原《物理化学实验计算机过程管理系统》不能在新版 Windows 操作系统上使用，现对《物理化学实验计算机过程管理系统》进行重新编写和编译，可以在新版 Windows 操作系统上实验。

2. 根据物理化学实验技术的改进，对部分物理化学实验进行修正和更新。

3. 根据高等学校化学教学改革的需求，增加了一些综合与设计性实验内容以及有机和分析化学与物理化学实验交叉综合实验，以培养学生的创新实验能力。

4. 由于计算化学的快速发展，本教材中加入了关于计算化学软件 Gaussian 的介绍和计算化学实验。

本书适用于本科院校化学及相关专业的物理化学实验课的教学及参考。

本书由张元勤、刘凡和唐典勇整体策划和审定，唐典勇和胡建平编写了绪论、计算化学、结构实验和有关数表，吕申壮编写了现代信息技术在物理化学实验中的应用基础，所有物理化学部分的基础实验由唐典勇、刘凡完成。参加综合性实验和设计性实验部分编写工作的有张元勤、刘凡、唐典勇、胡建平、孙国锋。

本教材虽然在第一版基础上整理和修订，但由于编者的水平和经验有限，不妥之处在所难免，恳望同行专家和读者不吝赐教，以使本教材能够得以进一步完善和改进。

乐山师范学院化学学院的领导、同事和学生近几年来以各种方式对本教材撰写工作给予关心、支持和参与，我们借此机会，向所有关心、支持和鼓励我们完成本教材并得以正式出版的领导、同事和朋友们表示衷心的感谢。

我们还由衷地感谢化学工业出版社有关的同志，他们的辛勤劳动和对我们工作的肯定是本教材得以顺利出版的重要因素之一。

编著者

2013 年 7 月

于乐山师范学院

第一版前言

现代信息技术的飞速发展给高等教育教学改革提出了新的更高的要求，加强现代信息技术在实验教学中的应用，对于培养适应新世纪社会经济发展所需要的科学严谨的高素质创新性人才具有十分重要的意义和深远的影响。在物理化学实验教学中应用现代信息技术，各校同仁虽做了不少工作，但仍然滞后于其他领域，主要表现在数据的获取和处理比较原始和落后，也少有计算机对实验教学的过程管理。我们从这一问题入手，将现代信息技术引入物理化学实验教学，对物理化学实验课程进行整合，在教学内容和形式上，考虑经典的基本技能与现代信息技术的适当组合，力图使学生在接受基本实验操作和基本技能训练的基础上，掌握现代信息技术在物理化学实验中的应用，更好地达到物理化学实验教学的目的。

相对于传统的物理化学实验教材，本教材突出了现代信息技术在物理化学实验中的应用，主要体现在以下几个方面：

一、引入 Matlab 进行实验数据处理

随着计算机技术的飞速发展，用计算机处理实验数据已是必然趋势。针对化学专业（也包含其他理科专业）有关信息技术课程的滞后、不足和脱节，为克服手工处理数据时运算量大、随意性大等弊端，在有关数据处理教学中，引入了目前广泛使用的工程计算和数据分析软件 Matlab。虽然很多现有教材都附有计算机处理数据的程序（Basic），但大多数学生理解困难，实际使用效果也不理想。相对而言，Matlab 易学、易用、简捷、直观，应该是更好的选择。

Matlab 功能强大，但系统地学习需要不少时间。我们根据实验数据处理的基本要求，有选择地介绍有关实验数据处理的操作命令。学生只要掌握不多的命令，再经过上机练习和实验后数据处理实践，可以达到逐步掌握的目标。

在有关实验中我们给出了相应的 Matlab 数据处理程序，以供使用和参考。

二、实验数据自动采集

对实验手段和内容进行改进，着重于实验信息采集自动化。我们选用了部分有计算机数据接口的仪器，而对于大部分情况，则是从常用实验仪器、设备中引出电信号，通过 A/D 采集卡在计算机中接收数据。我们设计了“无纸记录仪”，可完成多个实验的计算机联机数据采集，有效地保证了数据客观性，也为计算机处理数据提供了很好的条件。

因此，本教材中也简要介绍了计算机数据采集技术的基础知识，介绍了部分仪器信号引出的方法。

三、《物理化学实验教学计算机全过程管理系统》

为更好地达到物理化学实验教学的目的，我们开发了《物理化学实验教学计算机全过程管理系统》，在实验设备与计算机联机完成实验数据采集的基础上，通过人、机交互，使学生在系统中完成实验操作、参与数据的处理及误差分析等工作，最终形成实验报告。系统还包括了实验报告的评价，实现对实验教学的全过程管理。该系统应用于实验，有效地杜绝了学生修改数据，抄袭报告的现象，也在一定程度上解决了“用计算机做实验不利于学生的基础训练”的问题。

对于基础性实验，我们仍借鉴多数教材的内容，也淘汰了一些落后的检测手段，对部分实验内容进行了整合。为达到培养学生基本数据处理能力和运用先进信息技术能力的目标，

从数据收集和处理方面选择实验时，分为三种类型：

- (1) 完全的手工记录和处理的实验：主要考虑数据获取和处理比较简单的实验；
- (2) 手工记录或用计算机采集数据，用 Matlab 处理数据：针对处理时运算量较大、需要图形方式处理数据的实验；
- (3) 完全采用计算机全过程管理：主要对数据要求连续记录，需要较复杂处理，或需要从图形获取数据等的实验。

综合性实验和设计性实验是新形势下对实验教学的客观要求，在本书中，我们结合自身的科研工作和其他资料，安排了部分综合性实验和设计性实验，给学生以内容或方法上的综合练习，力图培养学生的综合分析能力和创新精神。

本书适用于本科院校化学及相关专业的物理化学实验课的教学及参考。

本书由张元勤、黄允中整体策划和审阅，舒元梯和刘文明编写了绪论、结构实验和有关数表，黄允中编写了现代信息技术在物理化学实验中的应用基础，所有物理化学部分的基础实验由黄允中、刘凡完成。参加综合性实验和设计性实验部分编写工作的有张元勤、黄允中、刘凡、刘静、成英。

本书原作为补充教材在乐山师范学院化学系试用过三届，虽经整理和修订，但由于我们的水平和经验有限，错误和考虑不周之处在所难免，恳望同行专家和读者不吝赐教，以使我们的教材能够得以进一步完善和改进。

我院党委书记罗加云教授、院长谭辉旭教授、副院长杨胜宽教授和实验设备处处长崔汉容副教授多次亲临关心、鼓励和指导我们的工作，化学系的领导、同事和学生近几年来以各种方式对本教材撰写工作的关心、支持和参与。我们借此机会，向所有关心、支持和鼓励我们完成本教材并得以正式出版的领导、同事和朋友们表示衷心的感谢。

我们还由衷地感谢化学工业出版社和有关的同志，他们的辛勤劳动和对我们工作的肯定是本教材得以顺利出版的重要因素之一。

编 者

2003 年 4 月

于乐山师范学院梅庄

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 学习物理化学实验课程的目的	1
1.1.2 实验前的准备	1
1.1.3 实验注意事项	1
1.1.4 实验报告要求	1
1.1.5 实验室规则	1
1.1.6 实验预习报告与总结报告的书写规范	2
1.2 物理化学实验室安全知识	3
1.2.1 安全用电常识	4
1.2.2 使用化学药品的安全防护	4
1.2.3 汞的安全使用	6
1.2.4 高压钢瓶的使用及注意事项	6
1.2.5 气体使用操作规程	7
1.2.6 X射线的防护	7
1.3 误差分析和数据处理	8
1.3.1 有关数据处理的基本概念	8
1.3.2 误差分析	11
1.3.3 实验数据处理	14
习题	17
第2章 现代信息技术在物理化学实验中的应用基础	19
2.1 Matlab 处理实验数据	19
2.1.1 Matlab 简介	19
2.1.2 Matlab 处理实验数据基本操作	21
2.1.3 数据处理结果可视化——Matlab 的图形功能	24
2.1.4 拟合和插值	26
2.1.5 Matlab 数据的输出	28
2.1.6 用 Matlab 处理实验数据实例	29
Matlab 上机练习题	33
2.2 Origin 和 Excel 处理物理化学实验数据举例	34
2.2.1 Origin 在“二元液系的汽-液平衡相图”中的应用	34
2.2.2 Excel 在“水的饱和蒸汽压的测定”实验数据处理中的应用	36
2.3 计算机采集实验数据	38
2.3.1 将测量的物理量转换为电学量	39
2.3.2 信号放大与 A/D 转换	46
2.3.3 在计算机中读取数据	48

2.3.4 使用 A/D 转换卡的无纸记录仪的应用	50
2.3.5 选作实验: 装配计算机数据采集装置	54
思考题和练习	55
2.4 《物理化学实验计算机过程管理系统》介绍	56
2.4.1 在实验教学中的作用	56
2.4.2 基本组成	56
2.4.3 使用方法举例	58
第3章 基础性实验	62
3.1 热力学实验	62
实验 1 燃烧热的测定	62
实验 2 溶解热的测定	69
实验 3 液体饱和蒸气压与温度的关系	73
实验 4 双液体系汽-液平衡相图的绘制	82
实验 5 金属相图的绘制	89
实验 6 三组分体系等温相图的绘制	91
实验 7 差热分析	94
实验 8 甲基红的酸离解平衡常数的测定	96
实验 9 液相平衡	100
实验 10 气相色谱法测定无限稀溶液的活度系数	103
3.2 动力学实验	109
实验 11 蔗糖水解反应速率常数的测定	109
实验 12 乙酸乙酯水解速率常数的测定	115
实验 13 丙酮碘化反应	119
实验 14 复相催化甲醇分解	126
3.3 电化学实验	129
实验 15 希托夫法测定离子的迁移数	129
实验 16 电导的测定及应用	131
实验 17 电极制备及电动势和化学反应的热力学函数变化值的测定	137
实验 18 电池电动势法测定氯化银的溶度积	142
实验 19 极化曲线的测定	144
3.4 表面化学实验	147
实验 20 表面张力的测定——最大气泡法	147
实验 21 高聚物分子量的测定	152
实验 22 固液吸附法测定比表面及应用	156
3.5 结构化学实验	159
实验 23 溶液法测定极性分子的偶极矩	159
实验 24 摩尔折射度的测定	163
实验 25 磁化率的测定	165
3.6 计算化学实验	170
实验 26 Gaussian 程序使用——分子结构计算的输入	170
实验 27 甲烷生成热和燃烧热的理论计算	177

实验 28	氯代环丙烷振动光谱和简振模式分析的理论研究	181
实验 29	α 和 β 构型八钨酸根的理论研究	190
实验 30	小团簇稳定结构计算	193
第 4 章 综合性实验		195
实验 31	温度滴定法测定弱酸的离解热	195
实验 32	甲酸盐氧化动力学研究	197
实验 33	温度、酸度对化学振荡反应的影响——电位法	204
实验 34	α -吡啶甲酸对硝基苯酚酯水解的热力学常数和动力学常数的测定	207
实验 35	苯分子共振能的测定	210
实验 36	取代基效应	211
实验 37	药物有效期的测定	214
实验 38	市场矿泉水中钙离子含量的测定	216
实验 39	电导法测定表面活性剂的临界胶束浓度	218
实验 40	电势-pH 曲线的测定	221
实验 41	酶催化蔗糖转化反应	225
实验 42	GC-ECD 法测定蔬菜中拟除虫菊酯类农药残留量	233
实验 43	植物叶绿体色素的提取、分离、表征及含量测定	236
实验 44	酪氨酸酶的提取及其酶促反应动力学研究	247
第 5 章 设计性实验		251
5.1	开设设计性实验的意义	251
5.2	完成设计性实验的一般步骤	251
实验 45	用热敏电阻为感温元件制作温度测量装置	252
实验 46	硫酸铜水合反应热的测定	252
实验 47	络合物组成及其不稳定常数的测定	252
实验 48	用热分析法测量并绘制 Pb-Sn 合金相图	254
实验 49	乙酸乙酯皂化反应用准一级反应的方法测定反应速率常数	254
实验 50	$[H^+]$ 对蔗糖水解反应速率影响的测定	255
实验 51	用电位跟踪法研究丙酮碘化反应动力学	256
实验 52	临界胶束浓度的测定	256
实验 53	振荡反应热谱曲线的测定	257
实验 54	表面活性剂 SDS 对结晶紫褪色反应的影响	257
实验 55	化学反应平衡常数的测定	258
实验 56	反应量热计测定中和热	258
实验 57	可见吸收光谱线性参数分析法测定十二烷基硫酸钠临界胶束浓度	259
实验 58	初始浓度不等时乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定	261
实验 59	离子气相和溶液中生成热理论模拟	262
实验 60	中性与离子 Ge_4 团簇的芳香性	263
附录 1 Matlab 常用函数		264
附表 1-1	特殊变量与常数	264

附表 1-2	操作符与特殊字符	264
附表 1-3	基本数学函数	264
附表 1-4	基本矩阵和矩阵操作	265
附表 1-5	数值分析和傅里叶变换	265
附表 1-6	多项式与插值	266
附表 1-7	绘图函数	266
附录 2 部分物理化学常用数据表		267
附表 2-1	物理化学常数	267
附表 2-2	换算因子	267
附表 2-3	国际单位制的基本单位	267
附表 2-4	国际单位制中具有专门名称的某些导出单位	268
附表 2-5	其他单位制与国际单位制互换表	268
附表 2-6	不同温度下液体的密度 (g/cm^3)	269
附表 2-7	摩尔凝固点降低常数	269
附表 2-8	某些物质的熔点和沸点 ($^{\circ}\text{C}$)	269
附表 2-9	纯水的蒸汽压	270
附表 2-10	一些有机溶剂的蒸汽压	270
附表 2-11	汞的蒸汽压	270
附表 2-12	几种流体的黏度 ($10^{-3}\text{Pa}\cdot\text{s}$)	271
附表 2-13	几种常用液体的折射率 (n_D')	271
附表 2-14	水在不同温度下的折射率、黏度和介电常数	271
附表 2-15	某些有机溶剂的介电常数及偶极矩	272
附表 2-16	电解质水溶液的摩尔电导率 Δ_m (25°C) ($\times 10^4\text{S}\cdot\text{m}^2/\text{mol}$)	272
附表 2-17	25°C 时无限稀释时离子的摩尔电导率 ($\times 10^4\text{S}\cdot\text{m}^2/\text{mol}$)	272
附表 2-18	不同温度下 KCl 的电导率	272
附表 2-19	水和空气界面上的表面张力	272
附表 2-20	某些液体的表面张力	273
附表 2-21	不同温度下 KCl 的溶解热	273
附表 2-22	强电解质的离子平均活度系数 $\gamma_{\pm}$ (25°C)	273
附表 2-23	铂铑 ₁₀ -铂热电偶分度表	274
附表 2-24	镍铬-镍硅 (镍铬-镍铝) 热电偶分度表	275
附表 2-25	镍铬-考铜热电偶分度表	276
附表 2-26	铜-康铜热电偶分度表	276
参考文献		277

第1章

绪论

1.1 物理化学实验的目的和要求

1.1.1 学习物理化学实验课程的目的

- (1) 巩固并加深对物理化学课程中相关理论和概念的理解。
- (2) 掌握物理化学实验的基本方法、实验技术和常用仪器的构造原理及使用方法；学习现代信息技术在物理化学实验中的应用；了解近代大型仪器的性能及在物理化学中的应用。
- (3) 培养学生的动手能力、观察能力、查阅文献能力、思维能力、想象能力、表达能力和处理实验结果的能力等。
- (4) 培养学生勤奋学习、求真、求实、勤俭节约的优良品德和科学精神。

1.1.2 实验前的准备

- (1) 对实验内容及有关的参考资料进行仔细阅读，写好实验预习报告。预习报告应包括实验目的，实验原理，简单的实验操作步骤，实验时注意事项、需测定的数据（也可以列成表格）以及实验成功之关键等内容。
- (2) 核对仪器和药品试剂，对不熟悉的仪器及设备应仔细阅读说明书，请教指导老师。仪器装置完毕，需经教师检查。
- (3) 正式实验前，由指导老师进行必要的讲解，并检查学生对实验内容的了解程度，准备工作是否完成，经指导老师许可后开始进行实验。

1.1.3 实验注意事项

- (1) 特殊仪器需向教师领取，完成实验后归还。
- (2) 实验时应按教材和仪器使用说明进行操作，如有更改意见，须与指导教师进行讨论，经指导教师同意后方可进行。
- (3) 公用仪器及试剂瓶不要随意变更原有位置，用毕要立即放回原处。
- (4) 对实验中遇到的问题要独立思考、设法解决，实在困难者则请指导教师帮助解决。
- (5) 实验数据应随时记录在预习报告本上，记录数据要详细、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。
- (6) 实验完毕后，将实验数据交指导教师检查、签字。

1.1.4 实验报告要求

- (1) 在规定时间内独立完成实验报告，并将预习报告一并按时上交。
- (2) 报告内容包括原始数据、结果处理和问题讨论。
- (3) 问题讨论是很重要的一项，主要对实验所观察到的重要现象、实验原理、操作、实验方法的设计、仪器的使用及误差来源进行讨论，也可以对实验提出进一步改进的意见。

1.1.5 实验室规则

- (1) 保持实验室安静，不到处乱走。

(2) 遵守操作规则，遵守安全措施，保证实验安全进行。

(3) 实验时应集中注意力，认真操作，仔细观察，积极思考，实验数据要及时、详细记录在记录本上。

(4) 注意整洁和卫生，废物放入指定容器，不能丢入水槽。

(5) 节约用电、水、试剂等一切用品。

(6) 实验完毕后应清理实验桌，洗净并核对仪器，若有损坏，应自行登记。保持实验室的整洁，经指导教师同意后，才能离开实验室。

1.1.6 实验预习报告与总结报告的书写规范

(1) 实验预习报告的书写要求

为了加深学生对准备实验内容的认识，尽快地熟悉实验仪器，保证实验教学效果，特要求学生每次在做实验之前先做好实验预习，写出符合要求的实验预习报告。

实验预习报告是为实验做准备的，与总结报告有明显不同的要求，具体要求的格式如下：

① 记录的数据一定要整洁，不得修改，不能随意删除，也不能插入数据。

② 当实际使用的仪器和试剂与教材不一致时，一定要完整记录实际使用的仪器型号、具体名称，所用试剂纯度或浓度以及浓度的有效数字位数等。

(2) 实验总结报告的书写要求

实验总结报告是学生对所做实验内容的总结和再学习，通过总结，掌握分析问题和解决问题的方法，为今后书写研究报告打下一定的基础。

总结报告与预习报告的侧重点不同，总结报告强调对数据的处理和对问题的讨论，具体格式要求如下。

实验题目

平均室温：____℃ 平均气压：____ kPa 同组人：____ 日期：____

一、实验目的

1. ×××

2. ×××

二、实验原理

(实验依据的原理及公式、实验的方法、数据处理所用的具体公式等。要求对讲义内容进行必要的删减，保证该部分内容在 200 字左右，并且内容要求完整连贯。少于 100 字或多于 500 字均会影响报告成绩。)

三、仪器与试剂

1. ×××

2. ×××

(仪器型号名称及数量。要求仪器在前，试剂在后，每行写两种仪器或试剂。试剂一般不写数量，纯试剂要注明纯度，溶液要注明具体浓度。)

四、主要实验步骤

1. ×××

2. ×××

(内容要完整，书写要精炼，要求能理解实验步骤的完整过程，整个实验操作步骤一般应控制在 0.5~1.0 个空白页面。若将实验步骤写成诸如取样称重、配制溶液、测量透光率等过于简化的标题型步骤，将会影响实验总结报告的成绩。)

五、数据处理与结果讨论

该部分是实验报告的关键、核心内容,要求认真对待。依据实验内容设计好数据处理表格。在表格中应列出所有原始数据及按要求处理后的数据,原始数据不是国标单位或 SI 单位的,要求一律换算成国标单位或 SI 单位。表格下面应注明处理各列数据所使用的公式编号或具体公式。表格应有名称,不易取名时,可用“表 1”、“表 2”等作为表名。在表格之前,应有适当的文字表述,用于说明表中数据的来源。表后要绘制图形的,一定要注明作图所依据的数据来源,如某表中的某列和某几列数据等。图形也要有图名,图形命名困难,也可用诸如“图 1”、“图 2”等命名。需要使用图中数据的,一定要说明获取数据的方式,如由 $E_x=0.2583V$ 从图 2 可得 $\lg \rho_x=1.825$, 所以 $\rho_x=0.0150g/L$ ……除用表格处理数据以外,其他数据处理方式的每一步都一定要有文字说明,对计算重复不超过两次的要求给出具体的计算步骤,即要求列出计算公式、代入已知数据的过程,最后得出计算结果。所得结论应与文献值进行比较,求出相对测量误差,讨论结果的可靠性。对误差较大的,应对结果做出详尽的分析讨论,找出可能的原因。

注意:

(1) 总结报告的字迹要清晰,书写格式要规范,数据要完整,不得抄袭他人的报告。

(2) 所有物理化学实验均用计算机处理数据和绘制图形(可以使用计算机打印的图纸,但原始实验数据和计算所得数据仍需手工抄录在报告中,不得打印)。

(3) 实验报告中所有需要手工绘制图形的,必须使用最小刻度为 1mm 的普通坐标纸绘制,所绘图形曲线要光滑,线要细,实验节点标注一定要清晰。图纸大小一般以 $(10\sim 15)cm\times(10\sim 15)cm$ 为宜,若用水平矩形框来框取图中的所有实验数据点,该矩形所占面积应不小于坐标纸总面积的 70%。总的原则是无论 X 轴还是 Y 轴,所绘图形的最小刻度(每厘米所表示的数字)应与所用仪器的最小刻度一致或更小。

(4) 每次实验的总分为 5 分,包括实验中的表现、数据的可靠程度、预习和总结报告的整洁规范性和实验误差等方面,表现为实验总结报告的成绩。总结报告的起评分为 4 分。实验认真,数据基本可靠,报告书写规范、整洁,误差在 5% 左右,即可获得 4 分。实验认真仔细、操作熟练、善于思考、数据可靠、报告整洁、格式规范,误差在 5% 以下的,可得 4.5~5.0 分;实验误差无论有多大,只要对实验数据及结果分析讨论认真详细、解释合理的可得 3 分;实验不认真、数据混乱、报告杂乱潦草、误差在 100% 以上且不进行仔细讨论分析的,视为实验失败,得 2~2.5 分。抄袭报告的,无论谁抄谁的,一经发现一律只计 1 分。抄袭报告达 3 次的,物理化学实验期末总评成绩计为 0 分。

1.2 物理化学实验室安全知识

在化学实验室中,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,这些都是每一个化学实验工作者必须具备的素质。这些内容在先行的化学实验课中均已反复地做了介绍。本节主要结合物理化学实验的特点介绍安全用电、使用化学药品的安全防护等知识。

1.2.1 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 列出了 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/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，一定要遵守实验室安全规则。

(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持接地。
- 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 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用电功率。
- ③ 若室内有氢气、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。
- 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 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（380V、220V、110V 或 6V）。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。

1.2.2 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，但久闻会使人嗅觉减弱，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 [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。

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表 (20℃, 1atm)

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=101.325kPa。

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，还要防止发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。

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。

(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。

1.2.3 汞的安全使用

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 $0.1\text{mg}/\text{m}^3$ ，而 20°C 时汞的饱和蒸气压为 0.0012mmHg ($1\text{mmHg}=133.322\text{Pa}$)，超过安全浓度 100 倍。所以使用汞时必须严格遵守安全用汞操作规定。

- (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，然后用硫黄盖在汞溅落的地方，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。

1.2.4 高压钢瓶的使用及注意事项

在物理化学实验中，经常要使用一些气体。例如燃烧热的测定实验中要用氧气，色谱法测定氧氮吸附热实验中，除氧气外，还要用到氮气和氢气。为了便于运输、储存和使用，通常将气体压缩为压缩气体 I（如氢、氮、氧等）或液化气体（如液氮等），灌入耐压钢瓶内。当钢瓶受到撞击或遇热时会有发生爆炸的危险，另外，有些气体有毒，一旦漏出，会损坏身体或腐蚀仪器。因此，正确和安全地使用各种钢瓶很重要，下面介绍气体钢瓶及其使用注意事项。

(1) 气体钢瓶的颜色标记

气体钢瓶容积一般为 40~60L，最高工作压力为 15MPa，最低的也在 0.6MPa 以上。在钢瓶的肩部用钢印打出下述标记：

制造厂	制造日期	气体容积	工作压力
气瓶型号、编号	气瓶重量	水压试验压力	水压试验日期及下次送验日期

为了避免各种钢瓶使用时发生混淆，常将钢瓶漆上不同颜色，写明瓶内气体名称，如表 1-3 所示。

表 1-3 气体钢瓶常用标记

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

(2) 气体钢瓶的使用

① 在钢瓶上装上配套的减压阀。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。

② 打开钢瓶总阀门, 此时高压表显示出瓶内储气总压力。

③ 慢慢地顺时针转动调压手柄, 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。可燃性气瓶应与氧气瓶分开存放。

② 搬运钢瓶要小心轻放, 钢瓶帽要旋上。

③ 使用时应装减压阀和压力表。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。

④ 不要让油或易燃有机物沾染气瓶上 (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, 防止万一阀门或压力表冲出伤人。

⑥ 不可把气瓶内气体用光, 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, 并安装防止回火的装置。

⑨ 钢瓶内气体不能全部用尽, 要留下一些气体, 以防止外界空气进入气体钢瓶, 一般应保持 0.5MPa (表压) 以上的残留压力。

⑩ 钢瓶须定期送交检验, 合格钢瓶才能充气使用。

1.2.5 气体使用操作规程

由电解水或液化空气能得到纯氧气, 压缩后, 储于钢瓶中备用。从气体厂刚充满氧的钢瓶压力可达 15MPa, 使用氧气需用氧气压力表, 阀门及表的构造如图 1-1 所示。

使用氧气时, 必须遵守下面规则:

(1) 搬运钢瓶时, 防止剧烈振动, 严禁连氧气表一起装车运输。

(2) 严禁与氢气同在一个实验室里面使用。

(3) 尽可能远离热源。

(4) 在使用时特别注意在手上、工具上、钢瓶和周围不能沾有油污, 扳手上的油可用酒精洗去, 待干后使用, 以防燃烧和爆炸。

(5) 氧气瓶应与氧气表一起使用, 氧气表需仔细保护, 不能随便用在其他钢瓶上。

(6) 开阀门及调压时, 人不要站在钢瓶出气口处, 头不要在瓶头之上, 而应在瓶之侧面, 以保人身安全。

(7) 开气瓶总阀 1 之前, 必须首先检查氧气表调压阀门 4 是否处于关闭 (手把松开是关闭) 状态。不要在调压阀 4 开放 (手把顶紧是开放) 状态, 突然打开气瓶总阀, 否则会将氧气表打坏或出其他事故。

(8) 防止漏气, 若漏气应将螺旋旋紧或换皮垫。

(9) 钢瓶内压力在 0.5MPa 以下时, 不能再用, 应该去灌气。

1.2.6 X 射线的防护

X 射线被人体组织吸收后, 对人体健康是有害的。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)

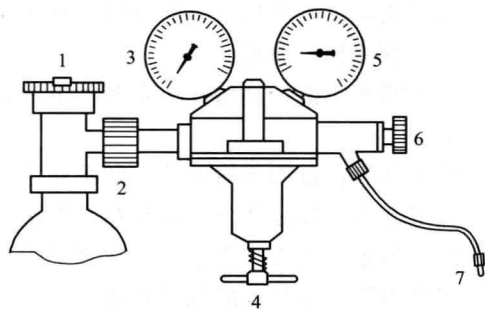


图 1-1 钢瓶阀门和压力表

1—高压总阀; 2—减压器接口; 3—高压表; 4—调节阀; 5—低压表; 6—放气阀; 7—高压气管