

高等学校教材

物理化学实验

第二版

淮阴师范学院化学系 编

上官荣昌 皮光纯 李康 赵朴素 宋洁 修订

高等教育出版社

责任编辑	应丽贞
封面设计	李卫青
责任绘图	朱 静
版式设计	王艳红
责任校对	朱惠芳
责任印制	

内容提要

本书是在第一版的基础上,结合目前各高等师范学校本、专科教学实践和实验条件改善的情况而修订的。修订中注意反映当前我国高师物理化学实验教学的最新进展和教学改革成果,并保持第一版“注重基础实验,重视对学生实验能力、基本技能的培养,简单、实用”的风格。

全书包括化学热力学、电化学、化学动力学、表面现象和胶体化学、结构化学五部分 23 个实验,以及仪器介绍与使用和有关实验用数据表。本书可作为高等师范学校化学专业本、专科教材,也可供相关专业选用。

图书在版编目(CIP)数据

物理化学实验 / 淮阴师范学院化学系编. —2 版.
北京:高等教育出版社,2003.6
ISBN 7 - 04 - 011904 - 8

物... .淮... .物理化学 - 化学实验
- 高等院校 - 教材 .064 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2002)第 110207 号

出版发行	高等教育出版社	购书热线	010 - 64054588
社 址	北京市东城区沙滩后街 55 号	免费咨询	800 - 810 - 0598
邮政编码	100009	网 址	http:// www .hep .edu cn
传 真	010 - 64014048		http:// www .hep .com cn
经 销	新华书店北京发行所		
印 刷			
开 本	850 × 1168 1/32	版 次	年 月第 版
印 张	10.25	印 次	年 月第 次印刷
字 数	250 000	定 价	13.10 元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

郑 重 声 明

高等教育出版社依法对本书享有专有出版权。任何未经许可的复制、销售行为均违反《中华人民共和国著作权法》。行为人将承担相应的民事责任和行政责任,构成犯罪的,将被依法追究刑事责任。社会各界人士如发现上述侵权行为,希望及时举报,本社将奖励举报有功人员。

现公布举报电话及通讯地址:

电 话:(010)84043279 13801081108

传 真:(010)64033424

E - mail: dd@hep .com .cn

地 址:北京市东城区沙滩后街 55 号

邮 编:100009

第二版前言

本书初版于 1986 年 5 月由高等教育出版社出版发行,因其简明实用而为许多高等师范院校长期使用,至今已重印 16 次。十余年来全国师专物理化学实验教学内容有了一定的扩充,实验条件普遍有所改善和提高,有关物理化学实验教学改革成果屡见报道,更有数量可观的师专因教学、科研水平的提高而升格为本科院校。为适应物理化学实验教学发展的需要,我们在高等教育出版社夏鲁惠、刘啸天两位老师的热情帮助下,广泛吸取了使用本书初版的学校所提出的不少宝贵修改意见和有关杂志刊载的物理化学实验教学改革的经验,对本书初版进行了修订。

修订中努力反映当前我国师范院校物理化学实验教学的最新进展和教学改革成果,保持初版“注重基础实验,重视对学生实验能力、基本技能的培养,简单、实用”的风格。

在实验选题方面,删除了初版中内容较陈旧、实验手段较初级的实验 3 个;增加了内容较新、仪器相对先进、有一定难度且与实际相联系的实验 6 个;并对保留的实验进行了较大程度的修改;总的实验数目较初版(20 个)略有增加(23 个),这些实验内容既照顾了各学校的实际情况,又为教师选做实验留有一定的余地。

鉴于目前计算机的应用已相当普及,故删去初版中关于实验数据处理的计算程序(SHARP - PC1500 计算机)。删除这些内容,并不是降低这方面的要求,而是考虑目前能够处理物理化学实验数据的优秀软件已较多。

每个实验中新增的“预习指导”,期望对学生实验前的预习能有所裨益;新增的“实验注意事项”,在一定程度上可帮助学生避免实验的失败和仪器的损坏;而新增的“讨论”,有可能拓宽学生的思

路并有助于对实验深入理解,“讨论”中适当介绍了一些或可替代或较先进的实验仪器,作为配置仪器时参考。另全书使用我国公布的法定计量单位。

上官荣昌同志主持编写了修订大纲,并负责统稿、定稿工作。淮阴师范学院化学系物理化学教研室五位同志参加了此次的修订工作,具体分工如下:

上官荣昌(绪论;实验 1、2、5、9、10、15、19;仪器及其使用 1、2、3、10、11、13、14;附录);

皮光纯(实验 4、6、11、16、20;仪器及其使用 4、5、6、7);

李 康(实验 8、17、21、22、23;仪器及其使用 15);

赵朴素(实验 12、13、14、18;仪器及其使用 8);

宋 洁(实验 3、7;仪器及其使用 9、12)。

本书由教育部教学指导委员会委员、扬州大学郭荣教授负责审稿,编者对郭先生严谨治学的精神甚感敬佩,对提出的宝贵意见表示衷心的感谢;对给予关心并提出建设性意见的其他教师以及对本书所选用有关参考资料的原编者在此一并表示谢忱。

修订后的教材主要适用对象为全国地方性高等师范院校,特别兼顾长期使用和基本按本教材初版配置仪器现已升格为本科院校的学校的要求,其他院校亦可参考使用。

本次修订虽在多次教学实践后完成,但限于我们的水平,书中疏漏错误仍在所难免,恳请专家和读者指正。

编 者

2002 年 8 月

初 版 前 言

物理化学实验是师专化学学科的一门必修基础实验课程。它以测量数据为主要内容,研究物质的物理化学性质及其化学反应规律。它综合了化学学科各领域所需要的基本研究工具和方法。

物理化学实验可以培养学生初步掌握物理化学的实验方法,训练学生掌握基本的物理化学实验技术,并加深对物理化学中某些基本理论和概念的理解。它对培养学生观察、思维、动手等方面起着重要作用。

物理化学实验是师专化学实验教学中最后一门基础课程,对先行课程的基本实验技术的训练是一个巩固、熟练和提高。因此它特别强调实验工作方面的综合训练。这门课程对学生的科学态度、实验能力以及操作技能等方面,都相应地提出更严格的要求。这对培养合格的中学化学教师极为重要。

本书是按照一九八二年十一月教育部在四川永川会议审定的全国师范专科学校化学专业(三年制)试用的物理化学实验教学大纲编写。在编写时,我们力求符合师范专科学校的培养目标、并注意到物理化学实验教材的发展趋势,因此,既可作为师范专科学校化学专业教材,也可供其它专科学校参考使用。

本书分为三部分。第一部分为绪论,主要介绍物理化学实验目的和要求、误差和数据处理。第二部分为实验内容,共编入二十个实验。其中化学热力学部分九个、电化学部分三个、化学动力学部分三个、表面现象和胶体化学部分三个、结构化学部分两个。考虑到目前大多数师范专科学校的实验设备等条件,本书所选的实验,基本上是物理化学中的经典实验,所需的仪器设备也是较易购置的,尽量采用无毒或毒性较小的药品。每个实验的编写比较详

细(包括目的、原理、仪器和药品、实验步骤、数据记录和处理以及思考题等方面),以便学生通过预习,能够掌握原理、明确步骤,并在教师的指导下顺利地进行实验、处理数据、写出符合要求的实验报告。第三部分着重介绍有关实验的基本技术和一些重要仪器的构造原理、使用方法。书末附出了一些常用数据表。全书使用我国公布的法定计量单位。此外有十三个实验附有用 BASIC 语言编写的计算机处理程序,其中五个附在各实验之后,另外八个安排在书末的附录部分,以便具备条件学校让学生接受这方面的训练。使用本书时,各校可根据一九八二年部颁教学计划,酌情选做 6—8 个实验。如具备条件,可适当多做;如条件暂不具备,可先从中选做容易开设的实验。选做实验课题时,尽可能考虑到热力学、电化学、动力学、表面现象和胶体化学等诸方面实验,同时还应在实验方法和技术方面尽量使学生得到较全面的训练。

本书由李智渝、吴澄清、皮光纯、上官荣昌、周洪昌、陈宗美、詹泽民同志编写。由李智渝同志负责统稿、定稿工作。书中插图由皮光纯同志绘制。本书由理科物理化学教材编审小组副组长、南京师范大学赵善成副教授负责指导,南京师范大学化学系物理化学教研室徐达圣、曹备权、卢文庆同志也给予热情的帮助,提出许多宝贵意见。在此我们表示谢忱。

一九八四年十月,教育部在江苏省淮阴师范专科学校召开了审稿会,由理科化学教材编审委员会副主任委员傅献彩教授、物理化学编审小组副组长赵善成副教授、物理化学编审小组委员许海

本书编写具体分工如下:误差和数据处理(吴澄清、詹泽民);实验一、二、六、十三(上官荣昌);实验三、八、九、十二、十五、附录三(李智渝);实验四、十六(李智渝、詹泽民);实验五、七、十、十一、十四、十八(皮光纯);实验十七(上官荣昌、陈宗美、詹泽民);实验十九、二十(周洪昌);仪器及其使用部分:一(陈宗美、上官荣昌、李智渝),二、三(上官荣昌、李智渝),四、十、十一(吴澄清、陈宗美),五(皮光纯),六、九、十二(吴澄清、李智渝),七、八(吴澄清、皮光纯);附录一(上官荣昌、吴澄清);附录二(李智渝、上官荣昌、周洪昌)。

涵副教授、严忠副教授、物质结构编审小组委员蒋栋成副教授、曹阳副教授以及全国各地师范专科学校代表二十四人,对本书进行了认真的审查和讨论,提出了许多宝贵意见。根据审稿意见我们又进行了修改、定稿。

本书虽经过教学试用后写出,但由于我们水平有限,疏漏错误在所难免,恳请读者批评指正。

编 者

一九八五年五月

目 录

绪 论	1
一、物理化学实验的目的、要求和注意事项	1
二、物理化学实验中的安全知识	3
三、物理化学实验中的误差和数据处理	8
实验	33
化学热力学	33
实验 1 恒温槽的装配和性能测试	33
实验 2 燃烧热的测定	42
实验 3 相对分子质量的测定(凝固点降低法)	52
实验 4 液体蒸气压的测定	58
实验 5 双液系气 - 液平衡相图的绘制	66
实验 6 二组分金属相图的绘制	73
实验 7 弱电解质电离常数的测定(分光光度法)	80
实验 8 氨基甲酸铵分解压力的测定	88
实验 9 气相色谱法测定无限稀释溶液的活度系数	95
实验 10 差热分析	106
电化学	111
实验 11 离子迁移数的测定	111
实验 12 电极制备和电池电动势的测定	118
实验 13 电动势法测定化学反应的热力学函数变化值	125
实验 14 碳钢极化曲线的测定(恒电位法)	129
化学动力学	134
实验 15 一级反应——蔗糖的转化	134
实验 16 二级反应——乙酸乙酯皂化	141
实验 17 复杂反应——丙酮碘化	149
表面现象和胶体化学	156

实验 18 溶液表面张力的测定(最大气泡压力法)	156
实验 19 胶体制备和电泳	164
实验 20 高聚物相对分子质量的测定(粘度法)	171
结构化学	179
实验 21 偶极矩的测定	179
实验 22 磁化率的测定	188
实验 23 HCl 气体的红外光谱	195
仪器及其使用	202
1 温度的测量	202
1.1 温标	202
1.2 水银温度计	203
1.3 贝克曼温度计	206
1.4 热电偶温度计	209
2 气压计	212
2.1 福廷式气压计	213
2.2 固定杯式气压计	216
3 气体钢瓶和减压器	217
3.1 气体钢瓶	217
3.2 减压器	218
4 真空泵	221
4.1 旋片式机械泵	221
4.2 扩散泵	223
4.3 真空系统的安全操作	224
[附]真空的测量和真空系统的检漏	224
5 电位差计	227
5.1 测量原理	227
5.2 UJ - 25 型电位差计([附]标准电池)	228
5.3 UJ - 36 型电位差计	233
5.4 EM - 2A 型数字式电子电位差计	235
6 检流计	238
7 DDS - 307 型电导率仪	239

8 DJS - 292 型恒电位仪	246
9 酸度计	253
10 阿贝折射仪	256
11 旋光仪	261
12 721 型分光光度计	265
13 SP6800 型气相色谱仪	268
14 差热分析仪(DTA)	282
15 WTX - 型偶极矩测量仪	289
附录	295
物理化学实验常用数据表	295
附表 1 国际单位制的基本单位	295
附表 2 国际单位制中具有专门名称的导出单位	295
附表 3 用于构成十进倍数和分数单位的 SI 词头	296
附表 4 国家选定的非国际单位制单位(摘录)	297
附表 5 压力单位换算	297
附表 6 常用物理常数	297
附表 7 水的蒸气压	298
附表 8 气压计读数的温度校正	300
附表 9 几种物质的蒸气压	300
附表 10 某些有机物在水中的表面张力	301
附表 11 不同温度下水的折射率	302
附表 12 液体的折射率($t = 25$)	302
附表 13 水和空气界面上的表面张力	302
附表 14 水的密度	303
附表 15 一些有机化合物的密度	303
附表 16 水的粘度	304
附表 17 镍铬 - 考铜(分度号 EA - 2)热电偶毫伏值与温度换算表 (冷端为 0)	306
附表 18 镍铬 - 镍硅(分度号 EU - 2)热电偶毫伏值与温度换算表 (冷端为 0)	306
附表 19 电极反应的标准电位	307

附表 20 某些参比电极电位与温度关系公式 309

附表 21 KCl 溶液的电导率 310

附表 22 无限稀释时常见离子的摩尔电导率(25) 311

附表 23 某些有机溶剂的介电常数及偶极矩 312

主要参考资料 313

绪 论

一、物理化学实验的目的、要求和注意事项

(一) 实验目的

物理化学实验是继无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验之后的一门基础实验课程。它综合了化学领域中各分支所需要的基本研究工具和方法。它的主要目的是

(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、基本技能和常用仪器的构造原理及使用方法,了解近代大型仪器的性能及在物理化学中的应用。

(3) 培养和锻炼学生观察实验现象、正确记录数据和处理数据、分析实验结果的能力,使学生养成严肃认真、实事求是的科学态度和作风。

(二) 实验要求

1. 实验预习

(1) 准备实验预习报告本。

(2) 对实验教材以及有关参考资料、附录、仪器的使用说明书等进行仔细地阅读,然后写出实验预习报告。预习报告应包括:实验目的、简要操作步骤、实验注意事项、需测量的数据(列出空表格),并于实验前一天交实验指导老师批阅。学生达到预习要求后,才能进行实验。

2. 实验数据处理和实验报告写法

(1) 搞清数据处理的原理、方法、步骤及单位制,仔细进行计

算。正确表达实验结果。处理实验数据应个人独立完成,不得马虎潦草,不得相互抄袭。

(2) 认真写好实验报告,其内容包括:实验目的、基本原理、实验仪器和实验条件、实验步骤、实验数据表格、结果处理、作图、思考题与讨论等。

(3) 采用表格形式表示实验数据,用坐标纸作图,注意实验结果的有效数字,分析实验误差的来源和实验结果的精密度与准确性,并能对实验提出改进意见。

(4) 按老师规定的时间及时上交实验报告,批阅后的报告要妥善保存,以备考核时复习。

(三) 实验注意事项

(1) 按实验编排表的顺序依次完成每一个实验,不经老师允许不得随意和同学交换实验顺序。

(2) 认真核对实验所用的仪器设备以及实验中所用的玻璃器皿、标准溶液等。对不熟悉的仪器设备必须在认真阅读使用说明书后再动手组装实验装置。

(3) 装置完成后,须经老师检查同意后方可动手做实验。

(4) 实验中要严格控制实验条件,严格按照实验操作规程进行实验,特别是电器和高压气瓶的操作,防止意外事故发生。

(5) 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。

(6) 实验中遇到问题要独立思考,认真观察实验现象,及时解决实验中出现的的问题,如自己处理不了应及时报告老师帮助解决。

(7) 认真做好实验原始数据的记录,实事求是地填写在预习报告本上,不允许用单张零纸记录。尽量采用表格形式,养成认真记录的习惯。

(8) 实验完毕,应将实验数据交指导老师审查,教师签注合格意见后,再拆除实验装置,如不合格,需补做或重做。

(9) 整理实验台面,洗净并核对仪器,若有损坏请自行登记并

按规定赔偿。

(10) 关闭水、电、气,经指导老师同意才能离开实验室。

(四) 物理化学实验的考核和成绩评定

物理化学实验的成绩以平时成绩为主。每个实验的成绩由预习、操作及实验报告三部分结合给出,期末以各个实验成绩的平均分作为平时成绩,占实验总成绩的 70%,期末对实验内容、原理、装置、使用的仪器、实验结果的处理、思考题、注意事项、误差的来源及分析等各项进行全面的考核,采用笔试或笔试与操作相结合的考核方法,该考核占实验总成绩的 30%。

二、物理化学实验中的安全知识

化学是一门实验科学,实验室的安全非常重要,化学实验室常常潜藏着发生诸如爆炸、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又如何处理,这是每一位化学工作者必须具备的素质;同时关系到培养良好的工作作风、保证实验顺利进行、保护实验者和国家财产安全的重要问题。因此,了解实验中的安全防护知识,对每一个实验者都是非常重要的。这里主要结合物理化学实验的特点就使用化学药品及电器仪表的安全知识,简要分述如下:

(一) 使用化学药品的安全防护

化学药品在使用不当时,会引起中毒、爆炸、燃烧和灼伤等各种事故。因此,一般在实验开始前,要预先了解实验中所用的化学药品的规格、性能以及使用时可能产生的危害,并做好防范措施。

1. 防毒

大多数化学药品都具有不同程度的毒性,毒物可以通过呼吸道、消化道和皮肤进入人体内。因此,防毒的关键是要尽量地杜绝和减少毒物进入人体,通常应做到:

(1) 有毒气体(如 H_2S 、 Cl_2 、 Br_2 、 NO_2 、浓盐酸、氢氟酸等)的操

作应在通风橱中进行。防止苯、四氯化碳、乙醚等的蒸气大量吸入人体内引起中毒。虽然它们都有特殊气味,但经久吸入后,会使人嗅觉减弱,必须提高警觉。

(2) 有些药品(如苯、有机溶剂、汞)能透过皮肤进入体内,所以在使用时应避免与皮肤接触。

(3) 高汞盐(HgCl_2 、 $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 等)、可溶性钡盐($\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 、 BaCl_2 等)、重金属盐(镉盐、铅盐等)以及氰化物、三氧化二砷等剧毒物应妥善保管,小心使用,所弃废液不能乱倒。氰化物、汞盐、镉盐、铅盐等须回收。

(4) 用移液管移取液体时,应用洗耳球吸取,严禁用嘴吸取。

(5) 不在实验室内喝水、抽烟、吃东西,饮食用具不带到实验室内,以防毒物沾染。离开实验室时要洗净双手。

2 . 防爆

许多可燃性气体和空气的混合物,当两者的比例处于爆炸极限时,只要有一个适当的热源(如电火花)诱发,将引起爆炸。一些气体和空气混合物的爆炸极限见绪表 1。

绪表 1 与空气相混合的一些气体的爆炸极限表(20 ,101 325 Pa)

气体(B)	爆炸高限(体积分数 φ_B)	爆炸低限(体积分数 φ_B)
氢气	0 .742	0 .040
苯	0 .068	0 .014
乙醇	0 .190	0 .033
乙醚	0 .365	0 .019
丙酮	0 .128	0 .026
醋酸	—	0 .041
乙酸乙酯	0 .114	0 .022
氨	0 .270	0 .155

因此,应尽量防止可燃性气体或蒸气散发到室内空气中。同时,要保持室内通风良好,不使它们形成爆鸣混合气。在操作大量