

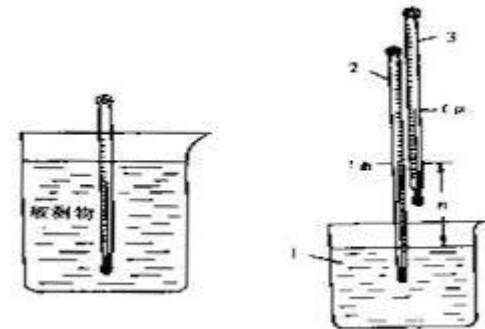
物理化学实验 基本技术训练

温度测量技术

- 温标
- 水银温度计
 - 露茎校正
- 热差计
 - 贝克曼温度计
 - 热电偶
- 控温技术
 - 恒温箱

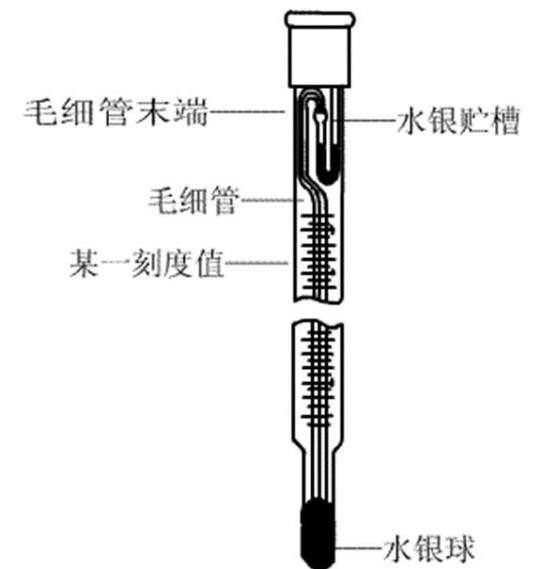
温度(1):水银温度计及露茎校正

- 使用温度计时，多数情况下不可能把温度计的水银部分全部浸没在被测体系中。由于露在被测物体外的水银温度低于被测物体的温度而带来读数的误差，这部分误差可以通过露茎校正而消除。
- 校正公式： $\Delta t = KL(t_{\text{观}} - t_{\text{环}})$
 $K=0.000157$ ，是水银对于玻璃的相对膨胀系数；
 L —为露出被测体系外的水银柱的高度。



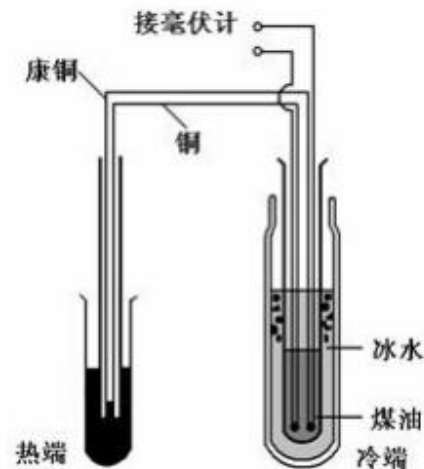
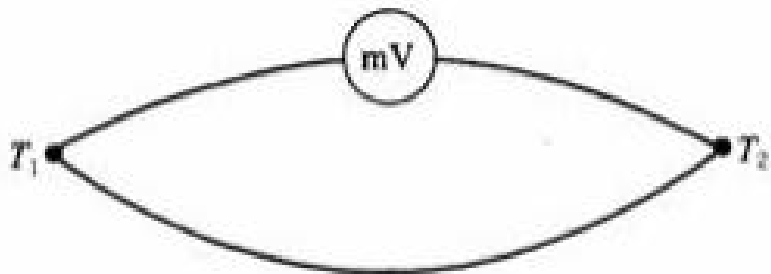
温度(2): 贝克曼温度计

- 与普通温度计不同之处：贝克曼温度计能**准确测量出温度差**，但**不能**用来测量温度的绝对值。
- 它与普通温度计的区别在于下端有一个大的水银球，球中的水银量根据不同的起始温度而定，它是借助于温度计顶端的贮汞槽来调节的。调节时只要把一定的水银移出或移入毛细管顶端的汞贮槽就可以了。



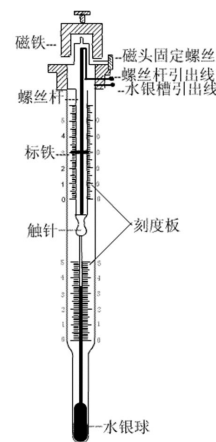
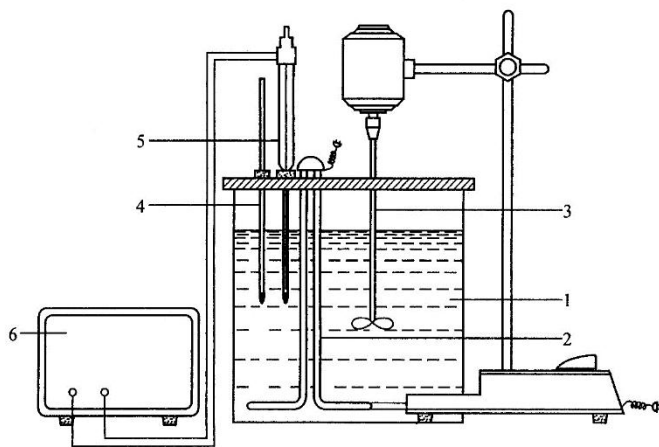
温度(3):热电偶温度计

- 如果将两种不同的金属导线A、B连结起来,组成一个闭合回路,此时必然具有两个连结点,当两个连结点的温度不同(分别为 T_1 和 T_2)时,则在两个连结点上产生的接触电势不一样,回路中就有电流通过。此时,在回路中接一电位差计,就可以测出此两导线连结时由于两连结点温度不同所产生的电势差—温差电势。
- 温差电势 E 的值与两个连结点温度差 ΔT 成一定的函数关系: $E = f(\Delta T)$
- 若将其中的一个连结点作为参考点,并维持温度恒定不变(常用冰水混合物,以维持 0°C)那么,温差电势的大小就只与另一个连结点(测温点)的温度(T)有关。此时,关系式为: $E = f(T)$



温度(4):恒温槽

- 控温装置中包括**接触温度计**和**晶体管继电器**
- 接触温度计能根据需要发出“通”“断”讯号，但不能用它来直接启动灵敏继电器工作，因为灵敏继电器的工作电流需要数毫安，这样的电流能使钨丝和水银之间产生电火花，从而造成水银表面氧化从而沾污毛细管，所以接触温度计必须与晶体管继电器联用。



压力测量技术

- 福廷式气压计
- 压力差计
 - U型压力计
 - 数字真空计

压力(1): 福廷式气压计

- 铅直调节：垂直放置(底部圆环上的三个螺旋)

- 调节汞槽内的汞面高度

慢慢旋转底部的汞面调节螺旋，使汞槽内的汞面升高，直到汞面恰好与象牙针尖接触

- 调节游标尺

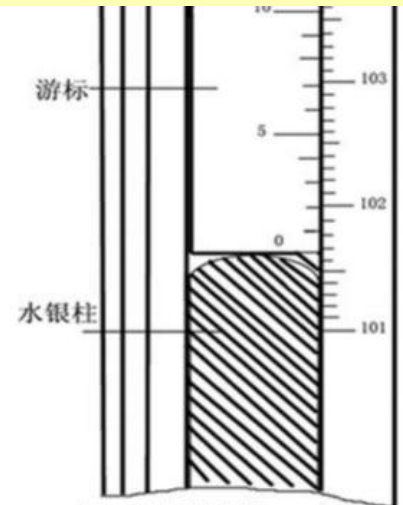
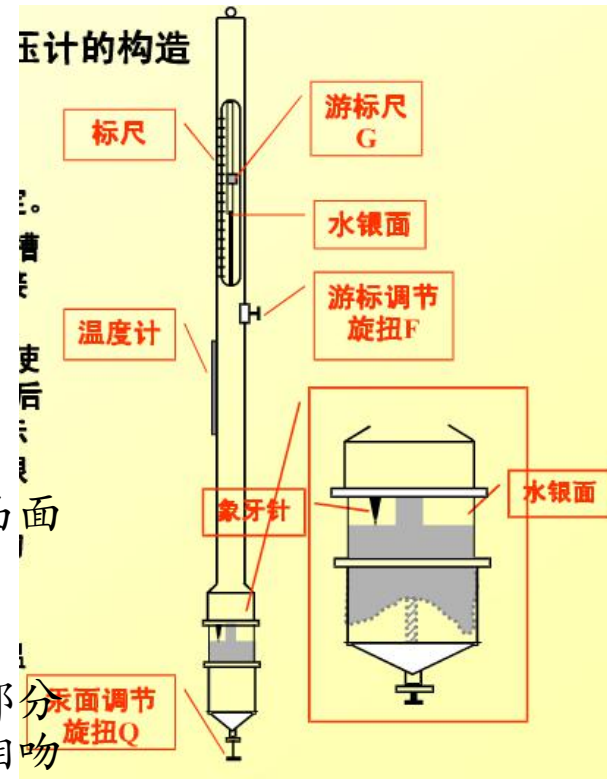
转动游标尺调节螺旋，使游标尺的下沿边与管中汞柱的凸面相切

- 读数

游标尺的零线在标尺上所指的刻度，为大气压力的整数部分(mm或kPa)，再从游标尺上找出一根卡与标尺某一刻度相吻合的刻度线，此游标刻度上的数值即为大气压力的小数部分。向下转动汞槽液面调节螺旋，使汞面离开象牙针。

- 校正

记下气压计上附属温度计的温度读数，并从所附的仪器校正卡片上读取该气压计的仪器误差。(P30)



气压计上的读数：
P=101.6+0.8=101.68kPa

$$P_{\text{温}} = \Delta P \cdot t \quad \Delta P \text{—温度变化 } 1^{\circ}\text{C} \text{ 时的气压订正值}$$

$$P' = P_{\text{测}} \mp P_{\text{T}} \quad \begin{array}{l} \text{温度 } t > 0^{\circ}\text{C, 用 } P_{\text{测}} - P_{\text{校}} \\ \text{温度 } t < 0^{\circ}\text{C, 用 } P_{\text{测}} + P_{\text{校}} \end{array}$$

压力(2): U型压力计 (P28)

U型压强计的测压原理

A面上的压强: $P_A = P_1 + (h+R) \rho g$

B面上的压强: $P_B = P_2 + h \rho g + R \rho_i g$

在静止环境及体系中: $P_1 = P_{\text{大}}$

$P_2 = P_{\text{体}}$

平衡时: $P_A = P_B$

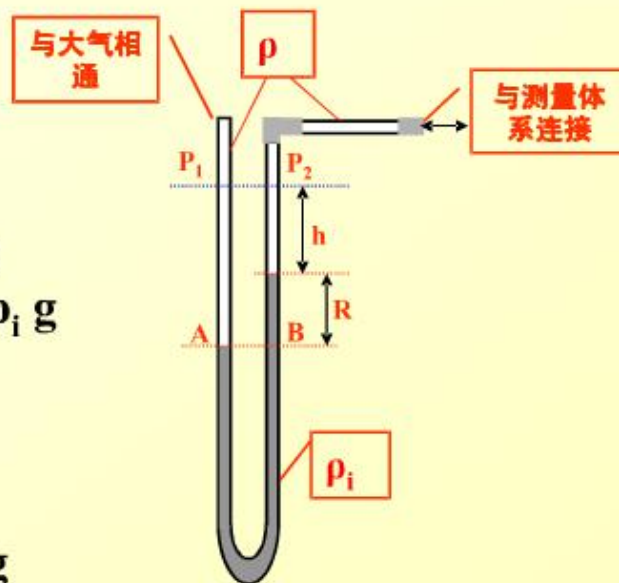
$P_{\text{大}} + (h+R) \rho g = P_{\text{体}} + h \rho g + R \rho_i g$

$P_{\text{体}} = P_{\text{大}} + h \rho g + R \rho_i g - h \rho g - R \rho_i g$

$$P_{\text{体}} = P_{\text{大}} + (\rho - \rho_i) R \cdot g$$

$$P_{\text{大}} - P_{\text{体}} = \Delta P = (\rho_i - \rho) R \cdot g$$

真空度



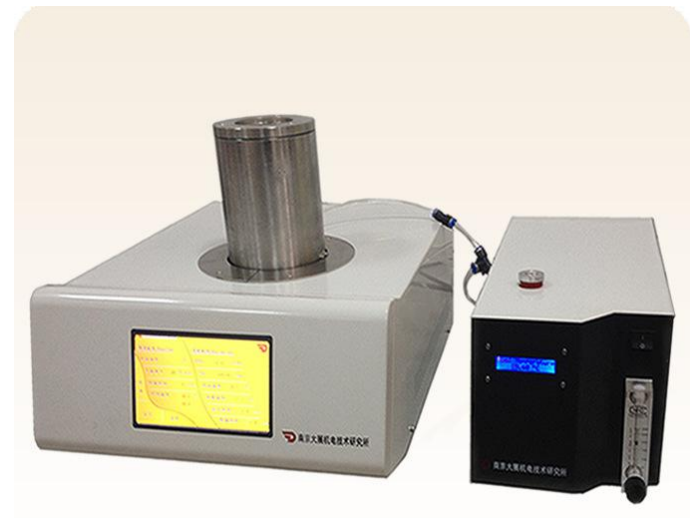
压力(3): 数字式低压真空测量仪

压力(3):数字式低压真空测量仪



热化学测量技术

- 量热技术
 - 氧弹
 - 温差校正
- 热分析技术
 - 步冷曲线
 - 热重/差热



电化学技术

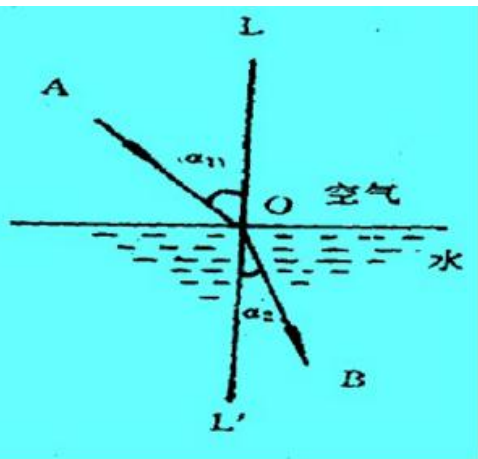
- 电导率测量
 - 电导率仪
- 原电池电动势
 - 电位差计
- 电镀、电解
 - 电极
 - 盐桥
 - 电焊接



光学测量技术

- 折光率
- 旋光度
- 吸光度

光学(1):阿贝折射仪



A——入射光

B——折射光

α_1 ——入射角

α_2 ——折射角

L-L'——法线

(2) 无论入射角怎样改变，入射角的正弦与折射角的正弦之比，恒等于光在两种介质中的传播速度之比。

$$\frac{\sin \alpha_1}{\sin \alpha_2} = \frac{v_1}{v_2}$$

相对折射率

射率大的介质光在其中传播速度小。

由于光在真空中传播的速度最大，故其它介质的折射率都大于1。

折射率：水为1.33，水晶为1.55，金刚石为2.42。

用钠黄光D线 ($\lambda = 589.3\text{nm}$) 作为光源。当光线经过棱镜和样液发生折射时，因各色光的波长不同，折射程度也不同，**折射后分解成为多种色光**，这种现象称为**色散**。光的色散会使视野明暗分界线不清，产生测定误差。为了消除色散，在阿贝折射仪观测镜筒的下端安装了**色散补偿器**来消除色散。

18°C时1.33317； 20°C时1.33299； 24°C时1.33262； 28°C时1.33219

一、仪器的安装

将折光仪置于靠窗的桌子或白炽灯前。但勿使仪器置于直照的日光中，以避免液体试样迅速蒸发。用橡皮管将测量棱镜和辅助棱镜上保温夹套的进水口与超级恒温槽串联起来，恒温温度以折光仪上的温度计读数为准。

二、加样

松开锁钮，开启辅助棱镜，使其磨砂的斜面处于水平位置，用滴定管加小量丙酮清洗镜面，促使难挥发的玷污物逸走，用滴定管时注意勿使管尖碰撞镜面。必要时可用擦镜纸轻轻吸干镜面，但切勿用滤纸。待镜面干燥后，滴加数滴试样于辅助棱镜的毛镜面上，闭合辅助棱镜，旋紧锁钮。若试样易挥发，则可在两棱镜接近闭合时从加液小槽中加入，然后闭合两棱镜，锁紧锁钮。

三、对光

转动手柄，使刻度盘标尺上的示值为最小，调节反射镜，使入射光进入棱镜组，同时从测量望远镜中观察，使视场最亮。调节目镜，使视场准丝最清晰。

四、粗调

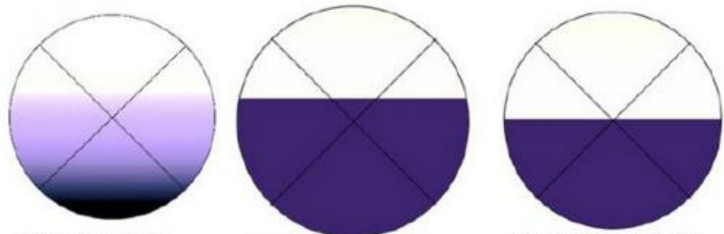
转动手柄，使刻度盘标尺上的示值逐渐增大，直至观察到视场中出现彩色光带或黑白临界线为止。

五、消色散

转动消色散手柄，使视场内呈现一个清晰的明暗临界线。

六、精调

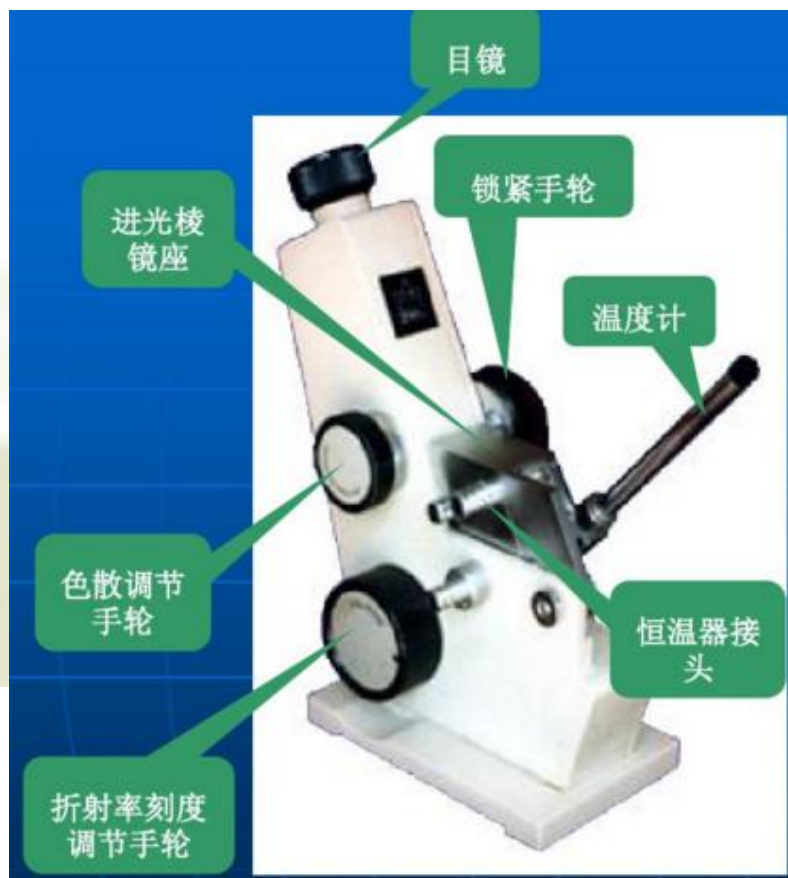
转动手柄，使临界线正好处在X形准丝交点上，若此时又呈微色散，必须重调消色散手柄，使临界线明暗清晰。（调节过程在右边目镜看到的图像颜色变化如下图）



未调节右边旋钮前
在右边目镜看到的图像
此时颜色是散的

调节右边旋钮直到出现
有明显的分界线为止

调节左边旋钮使分界线
经过交叉点为止并在左
边目镜中读数



打开遮光板，合上反射镜，调节目镜视度，使十字线成象清晰，



光学(2):旋光仪

当线偏振光通过某些透明物质(例如糖溶液)后,偏振光的振动面将以光的传播方向为轴线旋转一定角度,这种现象称为旋光现象。旋转的角度 φ 称为旋光度。能使其振动面旋转的物质称为旋光性物质。旋光性物质不仅限于像糖溶液、松节油等液体,还包括石英、朱砂等具有旋光性质的固体。不同的旋光性物质可使偏振光的振动面向不同方向旋转。若面对光源,使振动面顺时针旋转的物质称为右旋物质;使振动面逆时针旋转的物质称为左旋物质。

实验证明,对某一旋光溶液,当入射光的波长给定时,旋光度 φ 与偏振光通过溶液的长度 l 和溶液的浓度 c 成正比,即

$$\varphi = \alpha l \quad (15-1)$$

所用波长及测量时的温度。例如 $[\alpha]_{5893.4}^{50^\circ\text{C}} = 66.5^\circ$, 它表明在测量温度为 50°C , 所用光源的波长为 5893 \AA 时,该旋光物质的比旋光度为 66.5° 。

若已知某溶液的比旋光度,且测出溶液试管的长度 l 和旋光度 φ , 可根据式 15-1 求出待测溶液的浓度,即

$$c = \frac{\varphi}{l[\alpha]_d} \quad (15-2)$$

式中旋光度 φ 的单位为“度”,偏振光通过溶液的长度 l 的单位为 dm , 溶液浓度的单位为 $\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ 。 α 为该物质的比旋光度,它在数值上等于偏振光通过单位长度 (dm)、单位浓度 ($\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$) 的溶液后引起的振动面的旋转角度。其单位为 $\text{度} \cdot \text{ml} \cdot \text{dm}^{-1} \cdot \text{g}^{-1}$ 。由

在糖溶液浓度已知的情况下,测出溶液试管的长度 l 和旋光度 φ , 就可以计算出该溶液比旋光度,即

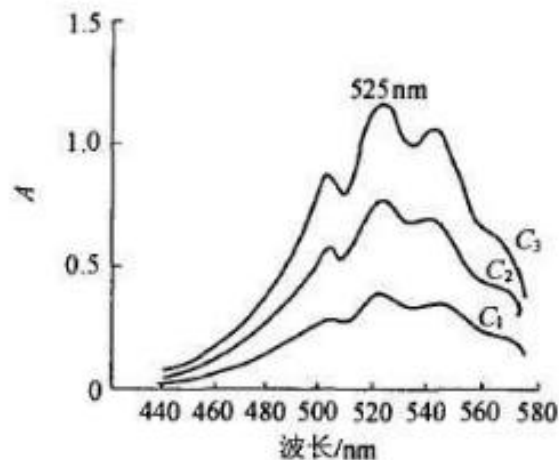
$$[\alpha]_d^t = \frac{\varphi}{cl} \times 100 \quad (15-4)$$



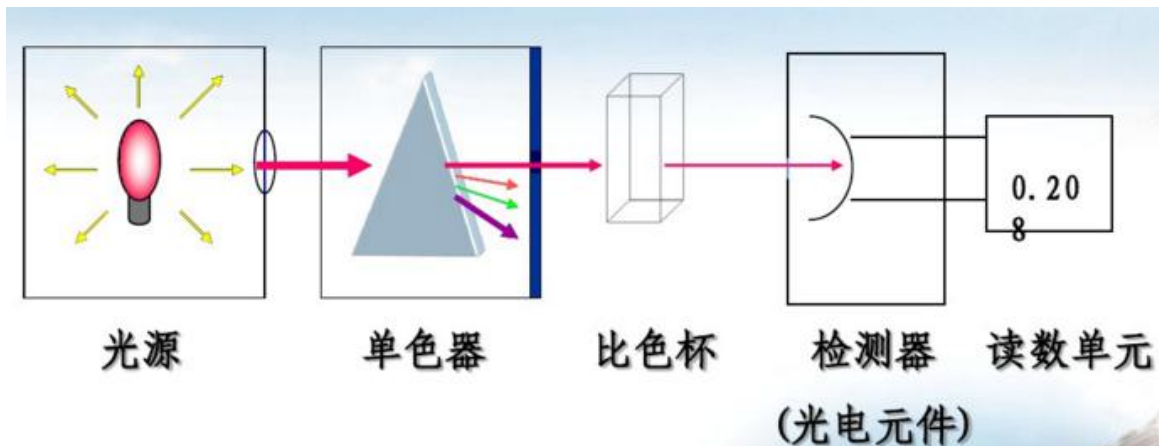
光学(3):分光光度计

朗伯—比尔定律（同时考虑溶液浓度和液层厚度的影响）一束**平行单色光**通过溶液，当 λ 和 T 一定时，其吸光度与溶液的浓度和液层厚度成正比。

$$A = \lg \frac{I_o}{I_t} = Kbc$$

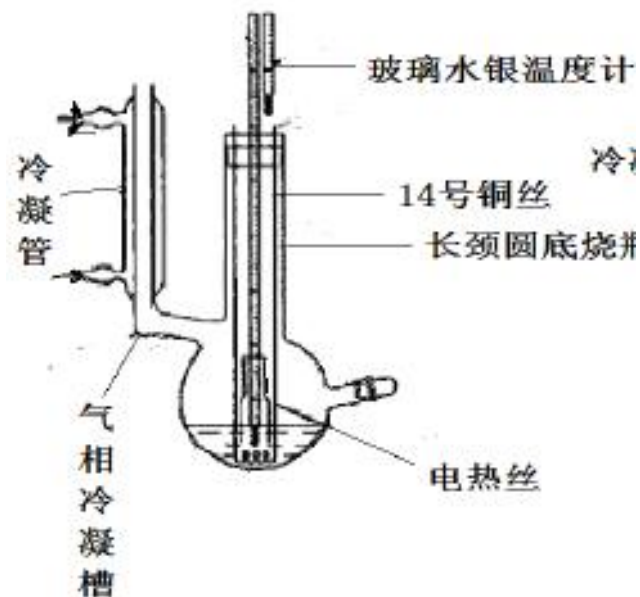


不同浓度 KMnO_4 溶液的吸收光谱



其它测量技术

- 黏度计 (P129)
- 沸点仪 (P77)



其它(1): 黏度计



2. 溶液流经时间 t 的测定

✓ 移液管取右旋糖酐溶液 10mL (记 C_1)，A口加入。

✓ 将B管夹紧，在C管打气 (洗耳球)，混合均匀，恒温。

✓ 将C管夹紧，在B管将溶液抽至G球1/2处 (洗耳球)；

✓ 松B管C管，使B管液体下落，当液面流到a刻度，开始记时，降至b刻度，停止计时，测得a、b刻度之间的液体流经毛细管所需时间 t ；

✓ 3次 (相差 $0.2-0.3\text{s}$)，平均值。

由A管加入 1mL 、 1mL 、 2mL 、 2mL 水，稀释溶液，溶液浓度分别记为 C_2 、 C_3 、 C_4 ，测每份溶液流经时间 t_2 、 t_3 、 t_4 。

注意：

B管夹紧C管打气 (混合)

C管夹紧，B管抽液，重复2次后测 (润洗)

