

# 预习报告

张锦程 材 84 2018012082

## 双液系:

### 实验目的

1. 用沸点仪测定在常压下环己烷—乙醇的气液平衡相图（要求测定组成和沸点）
2. 掌握阿贝折射仪的使用方法（重点要求测折射率，由此可知两相组成）

### 基本原理

两种挥发性液体组成的混合物，若该二组分的蒸气压不同，则溶液组成与其平衡气相的组成不同。此外，沸点和组成的关系有下列三种：

- (a) 理想液体混合物或接近理想液体混合物的双液系，其液体混合物的沸点介于两纯物质沸点之间
- (b) 各组分蒸气压对拉乌尔定律产生很大的负偏差，其溶液有最高恒沸点
- (c) 正偏差较大的，其溶液有最低恒沸点

第(b)、(c)两类溶液在最高或最低恒沸点时的气液两相组成相同，加热蒸发的结果只使气相总量增加，气液相组成及溶液沸点保持不变，这时的温度称恒沸点。三种情况下的相图可表示如下：

本实验要求测定具有最低恒沸点的环己烷—乙醇双液系的 T-x 相图。方法是：用沸点仪直接测定一系列不同组成溶液的气液平衡温度；收集少量馏出液(气相冷凝液)及吸取少量溶液(即液相)，分别用阿贝折射仪测定其折射率，和事先已测定的已知组成的溶液折射率（折射率对组成的工作曲线）进行对比，得到成分

### 实验用品

沸点仪、调压器、阿贝折射仪、恒温槽、1/10℃温度计、酒精温度计、滴管、放大镜

环己烷、无水乙醇(分析纯)、各种浓度的环己烷—乙醇混合溶液

### 操作简介

#### 1. 测定溶液的折射率：

用阿贝折射仪测定环己烷、无水乙醇以及由环己烷—乙醇组成的标准溶液的折射率，作折射率对组成的工作曲线

#### 2. 检查待测样品的浓度：

在加热之前，检查待测样品的浓度是否合适。若浓度不符合要求，则加环己烷或乙醇调节

#### 3. 测定液相和气相组成：

测质量百分数为 10%、30%、70%、92%、96%、100% 的环己烷—乙醇溶液在沸点下的液、气冷凝物质的折射率

## 核心操作—沸点仪

接电源，通冷却水，按要求调节调压器，加热溶液至沸腾。待其温度计上所指示的温度保持恒定后，读下该温度值，同时停止加热，并立即在小泡中取气相冷凝液，迅速测定其折射率，冷却液相，然后用滴管将溶液搅匀后取少量液相测定其折射率。若认为数据不可靠，重复上述操作。注意：每次测量折射率后，要将折射仪的棱镜打开用希尔球吹干，以备下次测定用

保证镜面清洁干燥

## 阿贝折射仪的使用方法

保证镜面清洁干燥，用滴管滴加数滴试样于辅助棱镜的毛镜面上，迅速合上辅助棱镜。转动镜筒使之垂直，调节反射镜使入射光进入棱镜，同时调节目镜的焦距，使目镜中十字线清晰明亮。调节消色散补偿器使目镜中彩色光带消失。再调节读数螺旋，使明暗的界面恰好同十字线交叉处重合。从读数望远镜中读出刻度盘上的折射率数值

## 数据处理

### 1. 原始数据：

环己烷—乙醇标准溶液每种组成对应的折射率；气液两相平衡时的沸点 ( $t$ )、器外度数 ( $n$ )、辅助温度计读数 ( $t_s$ )；

### 2. 实验中处理：

由标准溶液组成与对应的折射率做组成-折射率工作曲线

由所测折射率得到实验中气相和液相的组成

由实验数据(温度可先不校正)绘制沸点-组成草图，根据图形决定补测若干点的数据

### 3. 实验后处理：

由  $t$ ,  $n$ ,  $t_s$  得到校正后的沸点 ( $t'$ )；

作环己烷—乙醇体系的沸点-组成图(得到相图)，并求出最低恒沸点及相应的恒沸混合物的组成

## 思考题

### 1. 使用阿贝折射仪时要注意些什么问题？如何正确使用才能测准数据？

使用时要注意保护棱镜，清洗时只能用擦镜纸；加试样时不可加得太多，防止样液触及镜面，阿贝折射仪不能测腐蚀性液体

### 2. 收集气相冷凝液的小泡 D 的体积太大，对测量有何影响？

体积太大导致在开始加热时所收集到的液体无法得到有效的置换，使得收集到的液体不完全为沸点时的气态组分，从而使得测量产生误差

### 3. 平衡时，气液两相温度应该不应该一样？实际是否一样？怎样防止温度的差异？

理论上液相体系应当为平衡体系，测得的为平衡相图，所以温度应当一样；但是实际过程为非平衡过程，存在加热，当升温速率高时，会导致液相的温度较高，为了防止这样的差异应在接近沸腾时控制升温速度，要等温度恒定一段时间后再进行测量

### 4. 沸腾之后，如何控制条件使温度稳定？

使温度稳定应通过调节电压来实现，保持适当的点压。电压不能过高，以免发生爆炸；但也不能过低，不然可能会导致喷嘴流速过低，使温度计水银球处的温度出现波动，不够稳定，影响结果

# 溶解焓:

## 实验目的

1. 测量硝酸钾在不同浓度水溶液的溶解热，求硝酸钾在水中溶解过程的各种热效应。
2. 掌握量热装置的基本组合及电热补偿法测定热效应的基本原理。
3. 复习掌握常用的测温技术。

## 基本原理

物质溶于溶剂中，一般伴随有热效应的发生。盐类的溶解通常包含着几个同时进行的过程：晶格的破坏、离子或分子的溶剂化、分子电离（对电解质而言）等。热效应的大小和符号决定于溶剂及溶质的性质和它们的相对量。

1. 溶解热：在恒温恒压下，溶质 B 溶于溶剂 A（或溶于某浓度溶液）中产生的热效应
2. 摩尔积分溶解热：
3. 摩尔微分溶解热：
4. 稀释热：在恒温恒压下，一定量的溶剂 A 加到某浓度的溶液中使之稀释，所产生的热效应
5. 摩尔积分稀释热
6. 摩尔微分稀释热

在恒温恒压下，对于指定的溶剂 A 和溶质 B，溶解热的大小取决于 A 和 B 的物质的量，即：

可推导得：

令  $n_0 = n_A/n_B$ , 改写为：

式中的  $Q$  可由实验测定， $n_0$  由实验中所用的溶质和溶剂的物质的量计算得到。作出曲线。切线的斜率为该浓度下的摩尔微分稀释热，切线与纵坐标的截距，为该浓度下的摩尔微分溶解热

因本实验测定  $KNO_3$  在水中的溶解热是一个吸热过程，热量的标定可用电热补偿法，即先测定体系的起始温度，溶解过程中体系温度随吸热反应进行而降低，再用电加热法使体系升温至起始温度，根据所消耗电能求出热效应  $Q$ 。再由下式可求出溶解热：

## 实验用品

保温瓶（750ml），加样管，磁力搅拌器，热敏电阻测温装置，加热器，直流稳压稳流电源，精密毫安表，秒表，容量瓶（500ml），烧杯（1000ml），温度计，研钵，称量瓶，分析天平（公用），高精度万用表（公用）  
 $KNO_3$ （AR）

## 操作简介

1. 组装仪器，要求仪器装置绝热良好，体系和环境间的热交换尽量稳定并降至最小。仪器装置如图 2-3-2 所示，采用保温瓶并加盖，以减少辐射、传导、对流、蒸发等热交换途径。
2. 测量室温，取不少于 500ml 的去离子水，根据室温调节水的温度，使之尽量接近室温，量取 500ml 注入保温瓶内。按图将装置安装好，记录仪量程 20mv，走纸速度 4mm/min。

3. 在天平上准确称量 5g 左右的  $\text{KNO}_3$  粉末待用。

4. 开动搅拌器，调节测温电桥平衡调节旋钮，使记录仪的记录笔处于记录纸的中间位置，待温度基本稳定后，记录约 4min（约记录纸的 1 格半）。直流稳压稳流电源调至稳流，打开电源开始加热，同时将电流值调至 950mA 左右（此后不要再调节电流），温度升高，记录笔升至约 70 格左右（记录纸上的刻度），关闭电源停止加热。待记录仪记录约 8min 左右，加入称量好的  $\text{KNO}_3$ 。此时由于  $\text{KNO}_3$  溶解吸热，温度降低，记录笔降低，待温度稳定后再记录约 8min 左右。

5. 打开加热电源加热，同时打开秒表计时，待记录笔升至 80 格左右（加热使温度升高的格数，以下次加入  $\text{KNO}_3$  的量决定），关闭电源停止加热，同时停止计时，记下加热时间。再记录约 8min 左右。

6. 按上述步骤依次加入约 6、7、8、8、7 和 6g 的  $\text{KNO}_3$ 。

7. 测量实验所用加热器的阻值  $R$ 。

## 数据处理

1. 采用雷诺图解法（如上图所示），校正各步加热、溶解过程的峰高。

2. 分别计算出各次加入样品后的热效应，计算出摩尔积分溶解热，并分别计算出对应的

3. 将与  $n_0$  列表并作图。从图中分别求出  $n_0$  为 80、100、200、300、400 处的摩尔积分溶解热、微分溶解热、微分稀释热。再从图中求出为 80 → 100、100 → 200、200 → 300、300 → 400 过程的摩尔稀释热。

## 思考题

1. 如何用本装置测定液体的比热？

在保温瓶中定量加入 500 mL 液体，使用电热加热，记录电流、加热时间以及升温情况，其他操作相同，通过公式  $C_m = Q = I^2 R t$  来计算出液体的比热  $C$ 。

2. 如果反应是放热的如何进行实验？

每次测量反应热效应，测量过后使用冷却管将体系降至原来的温度，然后使用电热标定，在保持振幅一定时，电功便是溶解热，电热标定后再次使用冷却管冷却。

3. 温度和浓度对溶解热有无影响？如何从实验温度下的溶解热计算其它温度下的溶解热？

有影响，因为溶解度- $n_0$  曲线并非直线，而且由于热容随温度存在一定变化（基尔霍夫公式），温度对于溶解热也有影响；但是当温度改变不大时，热容的改变有限，所以可以认为溶液在一定浓度下的热容不随温度变化，从而计算出其他温度下的溶解热。