DOI:10.19789/j.1004-9398.2018.05.012

凝固点降低法测定摩尔质量实验的优化改进

王 前
(首都师范大学化学系,北京 100048)

摘 要

在经典的凝固点降低法测定摩尔质量实验装置基础上,针对搅拌、保温以及温度监测等方面进行了改进. 利用带热电偶的磁力搅拌器调节转速,同时监测寒剂温度,并制作了半封闭的泡沫保温层,保温的同时便于观察体系变化. 改进的装置经学生实际测试,实验效果好,容易操作与维护.

关键词: 凝固点降低法,摩尔质量,优化改进.
中图分类号: O6-33

凝固点降低法测定摩尔质量实验作为一项经典的物理化学基础实验,已有百年历史. 该实验基于稀溶液的依数性,利用简单的实验装置,可以计算物质的摩尔质量. 此外,在实际的科学研究及生活中,凝固点降低法还可以用来确定活度系数[1-4]、缔合系数[4-5]、电离度[6]以及牛奶中含水量的测定[7]. 经典的凝固点降低测定实验装置存在以下问题: 寒剂温度不易控制、起晶困难等. 目前,国内外对该实验装置的改进有很多,但多数改进引入复杂或昂贵的仪器设备,比如低温恒温槽[8]、定制螺旋盘管[9]、加热套管[10-11]、搅拌传动装置[12]等. 虽然以上改进方法能解决问题,但所使用的装置较为复杂,有些设备还需定制,且增加了维护难度.

针对经典实验装置,本文在以下两个方面进行了改进:

(1) 在烧杯外部设置一半封闭的泡沫保温层,对寒剂起保温作用,同时在开口处还可以观察烧杯内部的凝固点管,

(2) 将此装置放置于有感温探头的磁力搅拌器上,使用磁力搅拌器控制凝固点管内的搅拌速度,同时利用其感温探头监测寒剂温度的变化.

装置改进后,不仅操作简单,而且实际实验结果准确性和重复性都有所提高.

收稿日期: 2017-12-19

1 实验装置的改进及说明

改进前,本校使用的实验装置如图1a[13],改进后的装置如图1b.

在原有装置的基础上,制作了半封闭的泡沫保温层,套在烧杯外部,并留出观察烧杯内凝固点管的位置. 这样,既可以利用泡沫的保温性控制寒剂温度在短时间内基本保持不变,又便于观察凝固点内液体的状态. 将此装置搭建好后,置于转速可调、带热电偶的磁力搅拌器上,替代之前老式的、不能定量控制转速、不能测温的磁力搅拌器,并以搅拌器上的感温探头替代之前的酒精温度计,监测寒剂温度变化. 本装置采用的磁力搅拌器型号为IKA RCT BASIC.

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

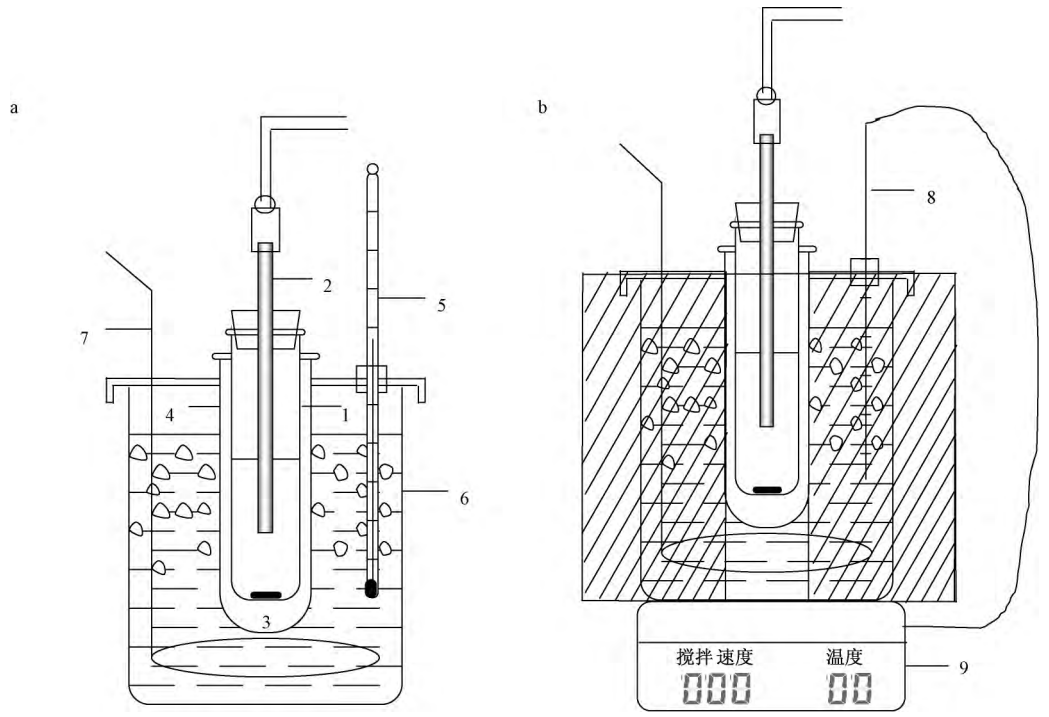
环己烷(AR)、萘(AR)、JDW-3F精密电子温差测量仪(南京大学应用物理研究所)、AR1140电子天平(美国奥豪斯仪器有限公司)、移液管、冰块、纯净水.

2.2 实验步骤

2.2.1 仪器安装及预热

按图将凝固点测定仪安装好,并将感温探头通过胶塞插入凝固点管. 凝固点管、感温探头均须清洁和干燥. 打开"精密电子温差测量仪"的电源开关,预热5 min.

(C)1994-2020 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net



1. 凝固点管 2. 感温探头 3. 搅拌磁子 4. 空气套管 5. 酒精温度计 6. 寒剂 7. 搅拌器 8. 感温探头(连接搅拌器) 9. 磁力搅拌器

图 1　凝固点测定仪示意图(a 改进前, b 改进后)

2.2.2　调节寒剂的温度

调节冰水的量控制寒剂的温度低于凝固点 2 ℃左右. 间断地补充少量碎冰,使寒剂温度基本保持不变.

2.2.3　纯溶剂凝固点的测定

(1) 将准备好的凝固点测定仪整套装置放在磁力搅拌器上. 用移液管准确吸取 25 mL 环己烷,加入凝固点管内,并向管内放置一小磁子,将盛有环己烷的凝固点管直接插入寒剂中,开动搅拌.

(2) 待凝固点管内溶液稍冷后,将凝固点管自寒剂中取出,将管外冰水擦干,放入空气套管内. 待凝固点管内有固体析出时,按下"精密电子温差测定仪"上的"置零"按钮,使仪器温差数值显示为零.

(3) 由计算机桌面上"凝固点降低法测摩尔质量"图标进入凝固点测量程序,点击"参数设定"进行测量参数设置. 横轴设定 6 min. 纵轴设定范围在近似凝固点上下 0.3 ℃. 数据采集周期为 3 s. 确定设定参数,关闭"参数设定",进入"开始实验"界面.

(4) 取出粗测后的凝固点管,用手温热,使管中的固体完全熔化. 再将凝固点管直接插入寒剂中,开动搅拌器,使溶剂冷却. 稍后取出擦干放入空气套管内,使环己烷温度均匀的逐渐降低. 当温度降至接近所设纵坐标范围时,点击"开始实验",按屏幕提示操作,开始实验记录、保存数据.

(5) 观察绘出的测量曲线,待有过冷现象出现,注意保持寒剂温度,待凝固点测量曲线出现一段较稳定温度平台后,停止实验.

(6) 重复以上步骤,判断 3 次,要求测定的溶剂凝固点绝对平均误差小于 ±0.003 ℃.

2.2.4　溶液凝固点的测定

取出凝固点管,使管中的环己烷熔化,加入精确称量的 0.2 ~ 0.3 g 萘. 待萘全部溶解后,按溶剂测量方法,先测量近似凝固点,修改图形坐标参数,再精确测定溶液凝固点. 注意待溶液过冷后,测定较长时间的溶液液相 - 溶剂固相平衡温度下降曲线,以便外推溶液的凝固点. 重复 3 次,要求其绝对平均误差小于 ±0.003 ℃.

3　结果与讨论

由于该装置在寒剂保温方面和转速方面进行了改进,因此,我们对这两方面的改进进行了实验论证,结果如下.

3.1　保温层保温效果测定

实验对比了改进前后装置的保温效果,实验中所使用的精密温差测量仪可以用来测定温度随时间变化. 将寒剂温度调至 4 ℃左右,打开磁力搅拌器,使寒剂搅拌均匀. 在寒剂中插入感温探头,打开数据采集软件,由于温差测量仪显示数值并非当前温度,

(C)1994-2020 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

为方便记录,将初始温度附近置为零点,监测温度变化. 结果如图 2 所示,经过数据线性拟合,得到改进前装置温度 - 时间曲线的斜率为 0.002 05 ℃/s,而改进后装置的温度 - 时间曲线斜率为 0.000 71 ℃/s. 斜率相差 2.9 倍,也就是说实验采集数据的 6 min 内,改进前装置的寒剂升温 0.74 ℃,改进后装置寒剂升温 0.26 ℃. 改进后的实验装置保温效果更好,寒剂的温度基本保持不变. 对比使用低温恒温槽的情况,打开机器使温度降至设定温度并维持稳定需要 15 min 左右,而且装置搭建较为复杂. 本实验装置只在原有设备的基础上稍加改进,提高了保温效果. 初调水温也很容易,通常的学生实验中,将寒剂温度从室温调至 4 ℃只需 10 min 左右. 所以,该装置非常适合用于学生实验.

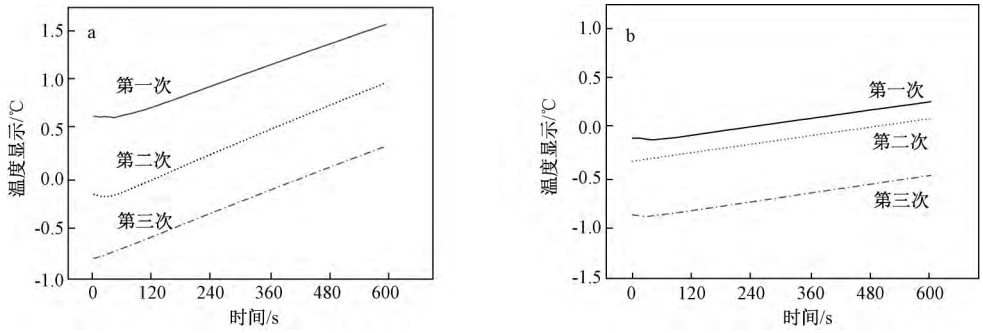


图 2 室温(25 ℃)下,改进前后实验装置的保温效果(a 改进前,b 改进后)

3.2 转速对实验结果的影响

搅拌主要影响三个方面. 一方面,当环己烷开始凝固时,首先会在容易成核的地方先结晶出晶体,如果此时搅拌不够及时,会导致体系内部温度不均匀;另一方面,环己烷凝固的同时会放出热量,搅拌力度不够的话,也会导致体系温度不均匀. 搅拌速度的控制应当使体系内部温度均匀,同时剧烈的搅拌不会影响体系的稳定;最后一方面,调节凝固点管内磁子转速还能起到减少过冷状态的作用. 具体操作方式就是:当体系温度低于近似凝固点 0.2 ~ 0.3 ℃时急速搅拌,以结束过冷[14]. 本工作对搅拌速度的调节进行了探究,进一步量化明确了具体的搅拌速度.

基于改进的实验装置,本文探讨了凝固点管内搅拌速度的最优条件. 在纯溶剂冰浴温度为 4 ℃下,按照 2.2 的实验方法测定环己烷的凝固点,析晶前搅拌速度分别为 400、500、600、700、800 r/min,析晶后速度提高 50 r/min,分别为 450、550、650、750、850 r/min. 重复测定 3 次以上,从它们的步冷曲线读取各搅拌速度下溶液的凝固点,分别计算出在不同搅拌速度下萘的摩尔质量. 数据见表 1.

从表 1 中的数据和实验操作过程中所观察到的现象进行分析,当初始搅拌速度为 500 r/min、过冷后调到 550 r/min 时,测定溶液的凝固点是最佳的.

3.3 实际实验效果对比

将改进后的装置与改进前的装置进行实际实验效果对比,结果如表 2 和表 3 所示.

表 1 不同搅拌速度下萘的摩尔质量测量值

溶液搅拌速度/过冷时搅拌速度/($r \cdot min^{-1}$)	萘的摩尔质量测量值/($g \cdot mol^{-1}$)	相对误差/%
400/450	120.43	6.05
500/550	128.02	0.13
600/650	125.98	1.71
700/750	126.71	1.15
800/850	120.92	5.67

表 2 改进前装置学生实验结果

环己烷(体积/mL)	萘(质量/g)	凝固点降低值/℃	萘摩尔质量计算结果/($g \cdot mol^{-1}$)	误差/%
25	0.211 2	1.843	120.02	6.37
25	0.204 0	1.726	122.60	4.35
25	0.248 8	2.045	126.18	1.56
25	0.236 2	2.003	122.20	4.66
25	0.292 0	2.555	118.04	7.91
25	0.270 7	2.272	122.20	4.66
25	0.244 2	2.084	121.46	5.24
25	0.258 2	2.137	122.49	4.44
25	0.241 2	2.160	109.70	14.40
25	0.248 0	2.113	121.80	4.98

表 3 改进后装置学生实验结果

环己烷(体积/mL)	萘(质量/g)	凝固点降低值/℃	萘摩尔质量计算结果/($g \cdot mol^{-1}$)	误差/%
25	0.216 7	1.864	123.59	3.58
25	0.244 2	2.026	126.61	1.22
25	0.255 6	2.065	127.47	0.56
25	0.258 7	2.050	125.56	2.05
25	0.262 3	2.698	126.71	1.15
25	0.213 7	2.176	126.06	1.65
25	0.213 3	1.859	128.02	0.13

(C)1994-2020 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

从以上实验效果对比发现,改进后实验装置得到的结果误差更小,调节寒剂温度方面更容易,教学效果更好.

4　结　论

本文对凝固点降低法测定萘的摩尔质量实验装置进行了改进,在原有装置的基础上,制作了半封闭的泡沫保温层,套在烧杯外部,并留出观察烧杯内凝固点管的位置. 这样,既可以利用泡沫的保温性控制寒剂温度在短时间内基本保持不变,又便于观察凝固点内液体的状态. 将此装置搭建好后,置于转速可调、带热电偶的磁力搅拌器上,替代之前老式的、不能定量控制转速、不能测温的磁力搅拌器,并以搅拌器上的感温探头替代之前的酒精温度计,监测寒剂温度变化. 本文测试了该装置的实验效果,并对实验条件进行了优化. 通过实际的教学实验效果对比,改进后的装置能更好地完成实验教学效果,且方便推广使用.

参　考　文　献

[1] 张耀鹏,邵惠丽,陈小立,等. 凝固点降低法研究 NMMO 与水分子的相互作用[J]. 东华大学学报: 自然科学版,2003(1): 4-7.

[2] 白实,陈铭之,陈武锋,等. 凝固点降低法研究某些脂肪胺的自缔合作用[J]. 物理化学学报,1990(1): 64-72.

[3] 徐瑛,吴鼎泉,屈松生. 凝固点降低法研究吖啉苯磺酸锂盐的平均活度系数[J]. 化学研究与应用,1996(2): 314-316.

[4] 裘利言,姚惟馨,郑国康,等. 醇类在芳烃中的平均缔合度[J]. 南京化工大学学报: 自然科学版,1995(3): 50-55.

[5] 李培勋,郑国康,周效贤,等. 酚类在芳烃溶剂中的缔合溶液热力学[J]. 物理化学学报, 1993(5): 48-52.

[6] 王建军,李华. 凝固点降低法测定强电解质表观电离度的探讨[J]. 八一农学院学报,1988(3): 85-87.

[7] 林芳栋,蒋珍菊,曹蕊. 物质依数性在掺水原料乳质量检测中的应用研究[J]. 安徽农业科学,2011(10): 262-263.

[8] 李明芳,王晓岗,吴梅芬,等. “凝固点降低法测定分子摩尔质量”的实验改革[J]. 实验室科学,2012(6): 84-86.

[9] 裴渊超,张虎成,赵扬,等. 凝固点降低法测定摩尔质量实验装置的改进[J]. 实验室科学,2011,14(4): 174-176.

[10] 白云山,王敬杰,陶伟桐,等. 凝固点降低法测定摩尔质量影响因素[J]. 实验室研究与探索,2010(4): 35-37.

[11] 白云山,李世荣,安洁,等. 凝固点降低测定物质摩尔质量实验装置的改进[J]. 大学化学,2010(4): 62-64.

[12] 李森兰,杜巧云,李冠峰. 凝固点降低法测摩尔质量实验研究[J]. 洛阳师专学报,2000(2): 68-69.

[13] 首都师范大学化学系物理化学实验教学研究组. 物理化学实验[M]. 北京: 首都师范大学出版社,2008.

[14] 复旦大学等编. 物理化学实验[M]. 3 版. 北京: 高等教育出版社,2004.

(C)1994-2020 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

Optimization and Improvement of the Determination of Molar Mass by Cryoscopy

Wang Qian

(Department of Chemistry, Capital Normal University, Beijing 100048)

Abstract

On the basis of the classical experimental device for determining the molar mass by cryoscopy method, improvements were made in aspects of agitation, insulation and temperature monitoring. A magnetic stirrer with a thermocouple is used to adjust the speed, and the temperature of the cold agent is monitored at the same time. A semi closed foam insulation layer is made for insulation, which is convenient to observe the change of the system. The improved device is tested by students, the experimental results are good and it is easy to operate and maintain.

Key words: cryoscopy, molar mass, improvement

作者简介 **王前**(1985 -),**实验师,博士,主要研究物理化学实验教学,教育信息化**. E-mail: wangq@ iccas. ac. cn

(C)1994-2020 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net