



# 浙江大学物理化学实验

## 交流电桥法测定电解质溶液电导 & BET 法 测固体比表面积

### 实 验 报 告

参加学生：叶青杨（3210100360）

指导老师：方文军杨林颜

浙江大学化学实验教学中心

2023 年 11 月 16 日

# 交流电桥法测定电解质溶液电导 & BET 法测固体比表面积

叶青杨 (3210100360), 指导教师: 方文军

## 一、原理

电导的单位为  $S$  或者  $\Omega^{-1}$ , 溶液的电导计算为:

$$G = \kappa \frac{A}{l}$$

$\kappa$  为电导率, 单位为  $S \cdot m^{-1}$ ,  $\frac{l}{A}$  为电导池常数  $K_{cell}$   
摩尔电导率为  $\Lambda_m$ , 单位为  $S \cdot m^2 \cdot mol^{-1}$

$$\Lambda_m = \kappa / c$$

对强电解质溶液的稀溶液, 遵循科尔劳施稀释定律:

$$\Lambda_m = \Lambda_m^\infty - A\sqrt{c}$$

注意实验得到的得到的

$$G_{aq} = G_{H_2O} + G_{salt}$$

交流电桥的电路略, 调节  $R_3$ , 当示波器波形趋于稳定的直线, 且通过检零器 (灵敏电流表) 的电流为 0 时, 电桥达到平衡, 此时

$$\frac{R_1}{R_2} = \frac{R_x}{R_3}$$

$R_x$  即为所求的电阻。

BET 法测固体比表面积: 采用康塔公司的比表面积和孔径分析仪, 通过液氮容量法 ( $N_2$  吸脱附法) 和 BET 方程测定和计算分子筛的比表面积

BET 方程:

$$\frac{p}{v(p_0 - p)} = \frac{1}{v_m C} + \frac{C - 1}{v_m C} \times \frac{p}{p_0}$$

$p$ :  $N_2$  的分压;  $p_0$ : 液氮温度下, 氮气的饱和蒸气压;  $v$ : 样品的实际吸附量;  
 $C$ : 与样品吸附能力有关的常数; 以  $p/v(p_0 - p)$  对  $p/p_0$  作图, 根据直线的斜率和截距, 可以求出单分子层吸附量  $v_m$  和常数  $C$

## 1 试剂与仪器

### 1.1 试剂

$0.02 \text{ mol} \cdot L^{-1} KCl$  标准溶液

## 1.2 仪器

DF1022B 信号发生器；XJ4328 型示波器；电导率仪；电导电极；恒温槽；50 mL 移液管；100 mL 容量瓶；试管

## 二、实验

### 2 实验步骤<sup>[1]</sup>

#### 1. 测试电路

将电导电极置于一个待测溶液，连接好电路，测试示波器，测到稳定的明显的正弦信号

#### 2. 测定电解池常数

恒温槽调至 25°C，以 0.02M 的 KCl 溶液测定电导率，测定不同  $R_1 : R_2$  下的  $R_3$ ，平行测定三次，得到相近数据，取平均值作为结果。

#### 3. 测定 KCl 溶液的电导

梯度稀释得到 0.02/2, 0.02/4, 0.02/8, 0.02/16 mol · L<sup>-1</sup> 的 KCl 溶液，使用交流电桥法测出电阻，每个溶液在不同  $R_1 : R_2$  下平行测量三次。

为了防止溶液相互污染，对整个实验进行一次重复测量，两次测试单独拟合计算。其中，第一组为未严格遵守从稀到浓规则的结果，第二组严格遵守从稀到浓。

#### 4. 测定去离子水的电导率

使用电导率仪测定去离子水的电导率。

结束实验，关闭电源，拆除导线，整理实验台。

BET 法：

脱气处理：真空或是流动法对样品加热处理。其目的是为了不让吸附气体不被阻挡的吸附在样品表面

样品分析：将脱气后的样品放入分析站自动进行分析操作，最终得到等温线

数据计算：将由分析站得到的等温线在软件中进行数据处理，得到比表面，孔径分布等信息

### 3 实验结果与分析

水浴温度为 25.0 摄氏度

固定  $R_1 = 420 \Omega$

实验测定的水的电导为  $4.2\mu\text{S}/\text{cm}$

表 1 第一组测定的  $R_3/\Omega$  原始数据

测量臂 $R_1 : R_2$	浓度/0.02 M				
	1	1/2	1/4	1/8	1/16
1:1	213.0	418.0	853.0	1599	2865
1:2	433.0	836.0	1680	3250	5470
2:1	109.0	210.0	424.0	810.0	1412

根据未稀释的数据计算出的  $G_{\text{aq}} = 4.633 \times 10^{-3}\text{S}$

$$\frac{I}{A} = \frac{\kappa}{G} = \frac{\kappa}{G_{\text{aq}} - G_{\text{H}_2\text{O}}} = \frac{\kappa}{G_{\text{aq}} - \kappa_{\text{H}_2\text{O}} \frac{A}{l}}$$

$$\frac{I}{A} = \frac{0.2765 \text{ S} \cdot \text{m}^{-1}}{4.633 \times 10^{-3} \text{ S} - 4.2 \times 10^{-4} \text{ S} \cdot \text{m}^{-1} \times \frac{A}{l}}$$

$$K_{\text{cell}} = \frac{l}{A} = 59.77 \text{ m}^{-1}$$

根据公式进行换算  $G = \frac{I}{R} - \kappa_{\text{H}_2\text{O}}/K_{\text{cell}}$ ,  $\kappa = G \cdot K_{\text{cell}} = \frac{K_{\text{cell}}}{R} - \kappa_{\text{H}_2\text{O}}$

$$\Lambda_{\text{m}} = \kappa/c$$

表 2 第一组计算出的摩尔电导率/ $\text{S} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$

测量臂 $R_1 : R_2$	浓度/0.02 M				
	1	1/2	1/4	1/8	1/16
1:1	0.01401	0.01426	0.01393	0.01478	0.01635
1:2	0.01378	0.01426	0.01415	0.01454	0.01715
2:1	0.01369	0.01419	0.01401	0.01459	0.01660
平均	0.01383	0.01423	0.01403	0.01464	0.01669

表 3 第二组测定的  $R_3/\Omega$  原始数据

测量臂 $R_1 : R_2$	浓度/0.02 M				
	1	1/2	1/4	1/8	1/16
1:1	217.0	419.0	816.0	1599	2940
1:2	435.0	836.0	1640	3220	6050
2:1	108.0	208.0	409.0	801.0	1520

表 4 第二组换算出的摩尔电导率/ $\text{S} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$ 

测量臂 $R_1 : R_2$	浓度/0.02 M				
	1	1/2	1/4	1/8	1/16
1:1	0.01375	0.01422	0.01457	0.01478	0.01593
1:2	0.01372	0.01426	0.01449	0.01468	0.01547
2:1	0.01381	0.01433	0.01453	0.01476	0.01539
平均	0.01376	0.01427	0.01453	0.01474	0.01559

作为对比，如果我们不考虑水的电导的影响，我们可以同样得到一组数据。此时计算出的  $K_{\text{cell}} = 58.46 \text{ m}^{-1}$ 。

表 5 不进行水的电导修正的第一组的摩尔电导率/ $\text{S} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$ 

测量臂 $R_1 : R_2$	浓度/0.02 M				
	1	1/2	1/4	1/8	1/16
1:1	0.01372	0.01399	0.01371	0.01462	0.01632
1:2	0.01350	0.01399	0.01392	0.01439	0.01710
2:1	0.01341	0.01392	0.01379	0.01443	0.01656
平均	0.01354	0.01396	0.01380	0.01448	0.01666

表 6 不进行水的电导修正的第二组的摩尔电导率/ $\text{S} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$ 

测量臂 $R_1 : R_2$	浓度/0.02 M				
	1	1/2	1/4	1/8	1/16
1:1	0.01347	0.01395	0.01433	0.01462	0.01591
1:2	0.01344	0.01399	0.01426	0.01452	0.01546
2:1	0.01353	0.01405	0.01429	0.01460	0.01538
平均	0.01348	0.01400	0.01429	0.01458	0.01558

对各组的平均值进行拟合，得到图 1。我们不难发现，水的电导的修正对实验结果的影响有限，而更大的误差来自于组与组之间数据的差异，第一组可能存在溶液间的污染问题，导致最低浓度组的摩尔电导率严重偏高。组 2 最终得到了线性较好的实验结果，最终可以选取  $\Lambda_{\text{m}}^{\infty} = 0.01576 \text{ S} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$  作为最终结果。

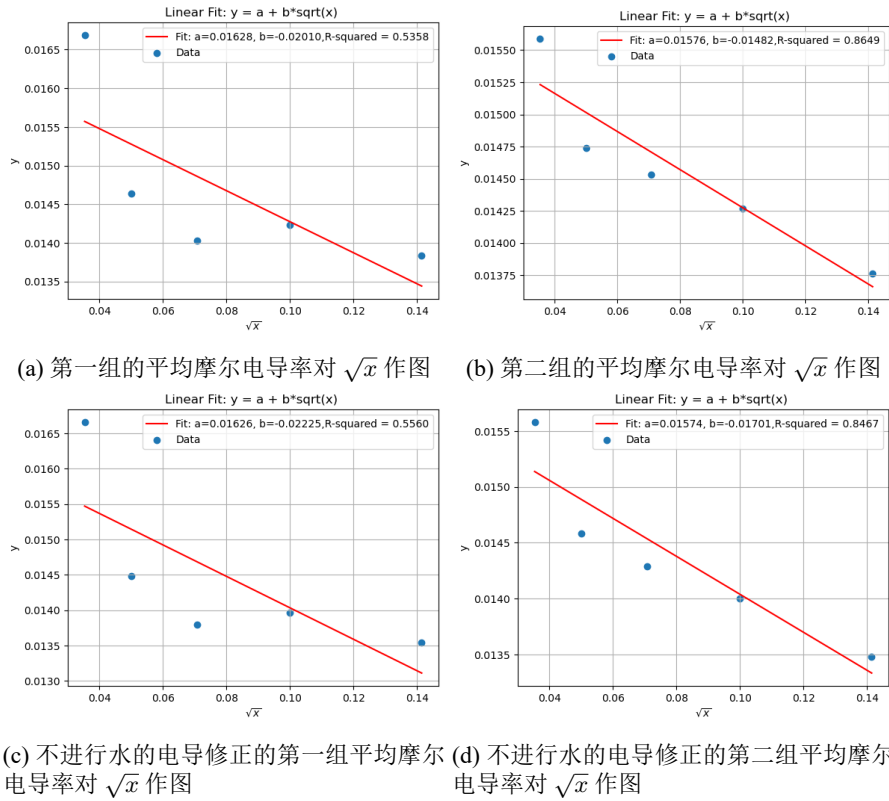


图 1 根据四份实验数据拟合科尔劳施定律结果

在上一份实验报告中，我们错误的使用了十倍大小的水的电导率进行修正，得到了不理想的实验结果，也因此说明，如果我们使用更稀的溶液进行实验，水的电导的重要性会进一步上升，对水的电导的修正会变得更加重要。

BET 法测定分子筛比表面积



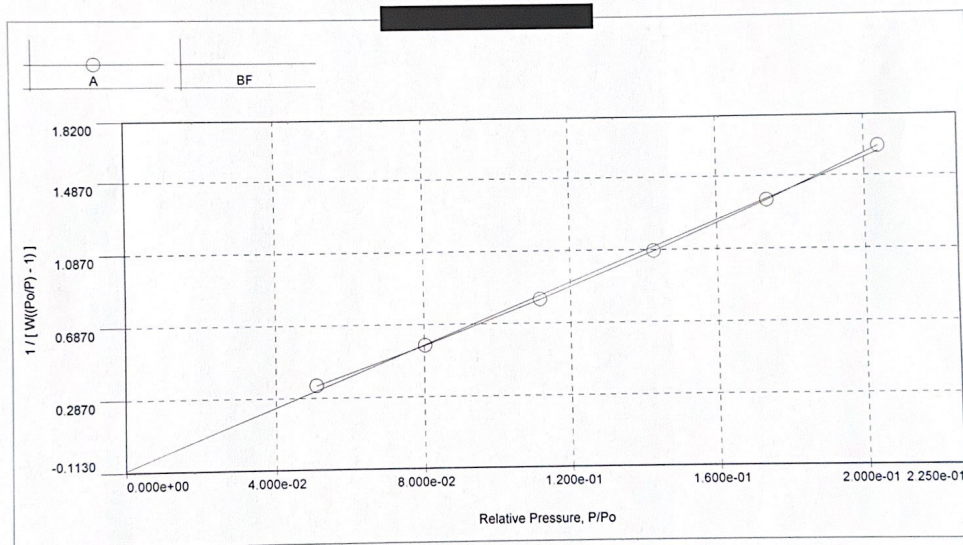
<b>Analysis</b>		<b>Report</b>	
Operator: quantachrome	Date: 2023/11/17	Operator: quantachrome	Date: 2023/11/17
Sample ID: D	Filename: 20231116-04.qps		
Sample Desc: 13X-04	Comment:		
Sample weight: 0.107 g	Sample Volume: 1 cc		
Outgas Time: 2.0 hrs	Outgas Temp: 300.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 273.0 K		
Press. Tolerance: 0.100/0.050 (ads/des)	Equil time: 90/120 sec (ads/des)	Equil timeout: 180/240 sec (ads/des)	
Analysis Time: 161.2 min	End of run: 2023/11/17 20:14:08	Instrument: Nova Station D	
Cell ID: 0			

**Data Reduction Parameters**

<b>Adsorbate</b>	Nitrogen	Temperature	77.350K	<b>Liquid Density:</b>	0.808 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013	Cross Section:	16.200 Å <sup>2</sup>		

**MBET summary**

Slope = 8.436  
 Intercept = -1.019e-01  
 Correlation coefficient, r = 0.998838  
 C constant = -81.811  
 Surface Area = 417.872 m<sup>2</sup>/g



Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
5.08490e-02	120.9159	3.5450e-01	1.42843e-01	123.5347	1.0793e+00
8.02590e-02	122.2200	5.7126e-01	1.73544e-01	123.9868	1.3551e+00
1.11708e-01	122.9592	8.1831e-01	2.03960e-01	124.3806	1.6482e+00

图 2 BET 法测定分子筛比表面积的结果

与预期（PPT 上的说明）不太一致的是，C constant 均为负值，且相关系数未达到 0.9999（对所有组均符合），实验测得的表面积为 417.872 m<sup>2</sup>/g，与预期较为一致。

#### 四、参考文献

- [1] 王国平, 张培敏, 王永尧. 中级化学实验 [M]. 北京: 科学出版社, 2017.