

大学化学实验系列教材

综合化学实验

华南师范大学化学实验教学中心 组织编写
章伟光 主编



赠
多媒体
教学软件

大学化学实验系列教材

综合化学实验

华南师范大学化学实验教学中心 组织编写

章伟光 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本教材是华南师范大学第一批教学改革特色项目成果之一。其内容主要是介绍了现代化学实验技术、化学综合实验与开放实验的各种新方法。全书紧密结合了最新化学学科发展的前沿与热点问题,整合了化学专业各类研究的新方法与新手段,所有实验方法都经过多次的验证并且是国内同类教材上前所未有的,具有很强的创新性和可操作性。本书的最大特色是把计算机应用技术引入化学实验课程的教学并可实现网络远程实验教学,达到网上模拟实验、网上预习实验以及网上课程学习的目的,促进了教与学的互动。随书赠送多媒体教学软件。

本书是服务于推动以学生自主学习为主的教学方法的好教材,也是化学、化工、材料、环境等相关专业技术人员开卷有益的自学用书。

图书在版编目(CIP)数据

综合化学实验/章伟光主编;华南师范大学化学实验教学
中心组织编写. —北京:化学工业出版社,2008.4
(大学化学实验系列教材)
ISBN 978-7-122-02448-0

I. 综… II. ①章…②华… III. 化学实验-高等学校-
教材 IV. 06.3

中国版本图书馆CIP数据核字(2008)第039450号

责任编辑:成荣霞
责任校对:凌亚男

文字编辑:余纪军
装帧设计:郑小红

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
印 装:北京云浩印刷有限责任公司
787mm×1092mm 1/16 印张11 $\frac{3}{4}$ 字数280千字 2009年1月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:29.00元

版权所有 违者必究

《大学化学实验系列教材》编委会

主 任 陈红雨

副 主 任 汤又文

委 员（按姓氏汉语拼音排序）

陈红雨 何广平 罗一帆 南俊民 钱扬义 孙艳辉

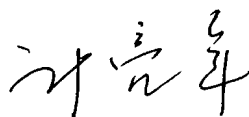
汤又文 吴建中 肖常磊 俞 英 章伟光

序

化学既是一门中心学科，又是一门实验科学，在多学科的融合、应用中不断发展，一切化学现象都是凭实验观察到的。因此，化学实验教学是化学学习过程中必不可少的组成部分，其目的除了验证化学原理、加深对基本理论的理解，以及掌握基本实验操作技能和实验方法、提高学生的动手能力外，还要激发创新意识、培养创新思维，使学生能够提出问题，并逐渐掌握分析问题和解决问题的方法、培养其创新实践能力。从一开始，学生就应该严格培养自己的实验操作训练，没有良好的操作训练，就无法得到正确的实验结果。目前高等教育培养过程中存在实践教学环节相对薄弱、学生动手能力不强的问题，推进化学实验教学改革、不断提高化学基础课实验教学水平，是保证新世纪化学和其他相关学科人才培养质量的关键环节之一。

近年来，华南师范大学化学与环境学院化学实验教学中心（广东省化学实验教学示范中心）在长期实验课程教学和改革的基础上，构建并实践了以基础化学实验（必修）、综合化学实验（必修）、中级化学实验（限制选修）和研究创新性实验（任意选修）组成的一体化、多层次、开放式实验教学体系，以便于学生掌握实验基本技能，培养从事实验的素质。一体化设计对实验课程统一规划、统一管理，并以化学一级学科为基础安排实验教学；多层次是指根据认知规律，化学实验教学内容分为基本实验，提高型实验（综合性、设计性、应用性等）和研究创新型实验3个循序渐进的层次；开放式实验为学生的自主性学习和个性化学习创造了有利条件。其中，基础化学实验必修课程包括了无机化学实验、分析化学实验、仪器分析实验、有机化学实验、物理化学实验等课程，提供了课内选做的设计性实验初步训练及小型综合性实验；中级化学实验属提高型实验，分为无机化学、有机化学、分析化学、物理化学和高分子化学与物理实验五个模块，供不同兴趣的大三学生选修，为学生的毕业论文作前期准备；研究创新型实验任意选修课程为学有余力且愿意在大二参加科学研究训练的学生提供广阔的发展空间。科学研究的最终结论要以实验事实和测定结果为依据，这是培养高知高能化学创新人才的重要环节。

国内已有许多化学实验教材，各有特色。这套教材考虑了材料科学、环境科学、环境工程、生命科学、化学师范教育等专业对化学实验的不同要求，在实验教学体系和人才培养方式方面具有创新性和探索性，反映了作者实验教学改革实践的成果，对于实现新世纪高等教育的改革发展具有积极作用，值得向各类高校介绍推广。



2007年9月

前 言

化学能够创造自然界本来没有的物质，能够改造原有的物质，20 世纪，化学在各方面全面出击，获得一个又一个令人振奋的成就。它使农业得以发展，养活迅速增长的人口；它不断推出新药物，战胜许多疾病的威胁；它不断推出新材料，逐步取代了日益短缺而且具有各种缺点的天然材料等。化学的这些不断出现的创新成果与人类的日常生活结合得越来越紧密。而化学学科内部专业之间、化学与其他学科之间的相互渗透、相互影响，其结果是一方面学科与学科之间、专业与专业之间界限愈来愈模糊；另一方面，各个研究方向更加专门化。

《综合化学实验》即是在当今化学创新成果不断涌现的背景下编写的，是面向 21 世纪新型化学专业高层次人才的实验课程教材，其内容设计遵循如下基本原则：

- ① 先进性 其内容紧密结合当前最新发展的前沿和热点问题；
- ② 原创性 实验的内容或方法是目前国内出版的化学实验教材中前所未有的，但每一项实验内容都经过多次重复验证，目前已为千余位学生开设；
- ③ 综合性 整合了化学各专业现在发展起来的各类研究方法和手段；
- ④ 开放性 让学生自己思考查阅文献，自己动手设计实验方案，自己分析整理数据；
- ⑤ 可操作性 所有设计的实验内容均是在当前经费允许的范围内，高年级学生在上完无机化学、分析化学、有机化学、物理化学四大基础课后，在教师指导下都能独立完成。

本教材最大特色是把计算机应用技术引入化学实验课程的教学并可实现网络远程实验教学。所附教学软件或相应课程网站 (<http://202.116.45.198/wjhx/>)，建立了以课程信息、课程学习、在线练习、协作交流的多元网络教学管理平台，达到网上模拟实验、预习实验以及课程学习的目的，促进了教与学的互动。本教学软件专门设计了一个预习凭证码的方式，即通过输入学号的方式进入各个模拟实验室，在电脑上模拟完成了整个实验便可获得一个对应的预习凭证码。教师可通过预习凭证码本来查验学生提交的预习凭证码是否正确，以检查督促学生在进入实验室前的相关实验预习状态，便于实施有序的教学管理。使用本教材的教师可以通过提供学生的学号，发送电子邮件到 wgzhang@scnu.edu.cn 免费索取教师用预习凭证码本。

本课程与教材系华南师范大学第一批教学改革特色项目。课程与教材的设计、建设由章伟光教授负责，范军副教授负责第 1 章以及第 4 章实验 2、实验 9 的编写；李红教授负责第 4 章实验 6、实验 11 的编写；何广平副教授负责第 4 章实验 3 的编写；汪朝阳教授负责第 4 章实验 8 的编写；吕向红副教授负责第 4 章实验 4 的编写；俞英教授负责第 4 章实验 7 的编写；成文副教授负责第 4 章实验 5 的编写；附录 2~5 由殷霞负责编写；章伟光教授负责全书统稿，并负责附录 1、第 2 章、第 3 章及第 4 章实验 1、实验 10、实验 12 的编写。本书所附多媒体教学软件是由蔡淀伟、林海生、周良田和林丹等同学参与完成。本教材也得到华南师范大学化学与环境学院其他教师的指导与帮助，在此表示感谢。

限于编者水平，教材在编写过程中的不足之处在所难免，敬请使用者批评指正。

编者
2008 年 4 月

目 录

第一篇 现代化学实验技术简介

第 1 章 化学实验基本知识	3
1.1 化学实验室安全常识	3
1.2 实验计划与实验结果的记录	6
1.3 化学实验室突发的危险	8
1.4 实验室中的危险操作	13
1.5 来自化学药品的危险	13
1.6 电器安全	20
1.7 紫外线	20
第 2 章 合成与分离技术	21
2.1 搅拌和振荡	21
2.2 气体的计量和导入	23
2.3 加热和冷却	25
2.4 干燥	28
2.5 某些特殊反应的技术及装置	29
2.6 分离方法	40
第 3 章 分析鉴定技术	48
3.1 熔点与沸点	48
3.2 密度与折射率	51
3.3 比旋光度	53
3.4 吸收光谱	54
3.5 核磁共振波谱	58
3.6 质谱	61
3.7 X 射线衍射分析	63
3.8 色谱法	65

第二篇 实验部分

第 4 章 综合实验	73
实验 1 二茂铁的绿色合成	73
实验目的	73
背景知识	73
实验原理	74

仪器与药品	74
实验内容	74
实验记录与数据处理	77
问题与讨论	78
课外阅读材料	79
实验 2 二茂铁衍生物的合成、分离提纯与表征	79
实验目的	79
背景知识	79
实验原理	79
仪器与药品	80
实验内容	81
实验记录与数据处理	83
问题与讨论	83
课外阅读材料	85
实验 3 二茂铁及其衍生物对柴油的助燃和消烟作用	85
实验目的	85
背景知识	85
实验原理	86
仪器与药品	87
实验内容	87
实验记录与数据处理	91
问题与讨论	92
课外阅读材料	93
实验 4 无机混凝剂的制备	93
实验目的	93
背景知识	93
实验原理	94
仪器与药品	95
实验内容	96
实验记录与数据处理	99
问题与讨论	99
课外阅读材料	101
实验 5 混凝剂——聚合硫酸铁对污水的处理	101
实验目的	101
背景知识	101
实验原理	102
仪器与药品	102
实验内容	102
注意事项	104
实验记录与数据处理	105
问题与讨论	106
课外阅读材料	107
实验 6 纳米二氧化钛太阳能电池的制备及其性能测试	107
实验目的	107

背景知识	107
实验原理	108
仪器与药品	109
实验内容	110
实验记录与数据处理	113
问题与讨论	114
课外阅读材料	115
实验7 核酸的分离与识别	115
实验目的	115
背景知识	115
实验原理	116
仪器与药品	116
实验内容	116
实验记录与数据处理	119
问题与讨论	119
课外阅读材料	121
实验8 液晶材料的合成及其应用	121
实验目的	121
背景知识	121
实验原理	124
仪器与药品	125
实验内容	125
实验记录与数据处理	127
问题与讨论	128
课外阅读材料	129
实验9 C ₆₀ -氨基酸衍生物的化学合成与性能测试	129
实验目的	129
背景知识	129
实验原理	130
仪器与药品	131
实验内容	131
实验记录与数据处理	133
问题与讨论	134
课外阅读材料	135
实验10 半导体纳米硫化镉材料的制备及其光电性能测试	135
实验目的	135
背景知识	135
实验原理	137
仪器与药品	138
实验内容	138
实验记录与数据处理	141
问题与讨论	141
课外阅读材料	143
实验11 电化学法处理含盐染料废水	143

实验目的	143
背景知识	143
实验原理	144
仪器与药品	145
实验内容	145
实验记录与数据处理	147
问题与讨论	147
课外阅读材料	149
实验 12 化学反应的计算机模拟	149
实验目的	149
背景知识	149
实验原理	150
仪器与设备	151
实验内容	151
实验记录与数据处理	153
问题与讨论	154
课外阅读材料	155
第 5 章 开放实验	156
5.1 文献实验	156
5.2 自选实验	157
附录 I 多媒体教学软件的使用简介	158
附录 II 警示标志	162
附录 III 相对原子质量表	164
附录 IV 常用有机溶剂的特性	165
附录 V 核磁共振相关数据	167
参考文献	175

第一篇

现代化学实验技术简介

第 1 章 化学实验基本知识

第 2 章 合成与分离技术

第 3 章 分析鉴定技术

第 1 章 化学实验基本知识

1.1 化学实验室安全常识

虽然化学实验室有很多潜在危险的物品，但只要实验工作人员在实验前采取必要的保护措施，在实验中规范操作并保持足够的敏感和警觉，化学实验室并不是异常危险的工作场所。

掌握基本安全常识对于任何实验人员都是非常重要的。每一位在实验室的工作人员都要尽可能避免进行欠考虑的、无知的行为而引起事故或给自己和别人造成可能的伤害，应该保持足够的细心以排除各种可能的危险因素。如果你对即将进行的实验工作存在安全方面的疑问，就应请教有经验人员以获得正确的指导，而不能冒然开始实验。

实验室事故通常由于实验者过于迫切得到实验结果、操作不细心而产生的，因此实验工作者必须先对即将进行的实验工作深思熟虑，做好系统分析与设计。需要特别注意的是，集中注意力完成手头上的工作而不是毫无目的的胡思乱想。在常规的实验操作中，谚语“熟能生巧”更能说明掌握实验技巧的重要性，另外要特别警惕产生这样一种想法：“对我而言什么也不会发生”。

1.1.1 注意个人防护

实验工作者如果没有穿着全身的防护衣就不允许开始实验，防护衣最好为白色，因为白色很容易发现有药品污染。而且，所有人员包括参观者在实验室期间都必须佩戴安全眼镜或护目镜。护目镜采用了多种特殊用途的设计，可以有效地保护眼睛和脸，而且很方便从供货商处获得。在实验室事故中，护目镜可起到隔离飞溅碎片的作用，但对飞溅的有毒、有腐蚀性的液体或气体的隔离效果不明显。在有液体飞溅的事故中，首先要用大量清水冲洗眼睛。在这些情况下，全封闭的安全眼镜（更准确地说是覆盖整个脸部的头盔），对于实验室个人防护更为有效。

无论即将进行的实验危险与否，佩戴防护器具都是非常必要的。如果实验中使用有毒的试剂或溶剂，那么实验就必须在可靠的通风橱内进行，同时也需佩戴安全手套以隔离危险物。

1.1.2 规范在实验室中的行为

除紧急情况外，奔跑、任何过度匆忙的行为都不允许在实验室中出现。实验室中也不允许进食和抽烟，以免摄入有毒害的物质，同时避免引起火灾。

1.1.3 保持实验室整洁干净

保持实验室整洁是实验室安全中最为重要的因素，因此实验室务必随时保持整齐和干净。通道及紧急出口必须保持通畅，不可被杂物或其他设施堵塞。地板也必须进行定期维

护, 除水、除油及排除障碍物, 以防实验室人员滑倒或绊倒。如果有化学试剂泄漏到地板或椅子上, 必须及时打扫和清理。

对实验室的工作椅、凳也要保持干净。不需即刻使用的装置和器具应尽可能远离通风橱, 并有序放置。那些被污染的仪器装置和设备在清洗干净前应尽可能远离工作区域放置。固体污染物和使用过的滤纸不允许被丢弃在水槽中。

使用过的玻璃器皿务必小心清洗, 并晾干以备下次实验使用。涉及对湿气极度敏感化合物的反应必须使用更为严格干燥的实验仪器。必须养成在实验后及时清洗所有玻璃仪器的好习惯, 同时可以考虑参考污染物的性质采取针对性的办法洗涤玻璃仪器。此外, 如果污染物长期存在, 尤其是某些挥发性溶剂挥发后的残余物的洗涤将变得比较困难。

需要强调的是, 没有通用清洗剂可以达到清洗目的。在实验后, 化学工作者应该充分考虑污染物的性质和残余量采用可行办法进行洗涤。如果在烧瓶内的残余物为碱性, 可加入适量的稀盐酸或硫酸溶解; 同理, 可加入适量的稀氢氧化钠液溶解酸性的残余物, 在这些例子中, 产生的酸碱溶液可用大量自来水进行稀释而排入下水道中。如果残余物可溶于廉价的有机溶剂中, 也可考虑用有机溶剂洗涤, 然而这些溶剂则需专门收集放在废液中, 而不可直接排入下水道。有机溶剂亦可重复使用。需要特别注意的是, 严重污染物必须专门处理, 不可随意丢弃。

清洗仪器的最简单的办法就是用试管刷蘸含研磨剂的洗涤粉洗涤, 同时不要弄坏仪器表面。可直接在玻璃仪器中加入洗涤粉或先将试管刷润湿再蘸洗涤剂, 仪器的表面则需等清洗内部污染物后再进行洗涤。整个洗涤过程需要重复多次, 最后玻璃仪器需要用蒸馏水漂洗。在洗涤过程中如果洗涤剂不能清洗干净, 在后续的实验中就可能被有机溶剂溶解而带来污染。

如果上面的方法不能有效除去玻璃仪器上的污染物, 还可以尝试采用下面的方法:

① 使用温热的含少量浮石的 15% 磷酸钠溶液, 不过此溶液不适于除去焦油状残渣;

② 在实验室玻璃仪器的洗涤中, 使用高效的表面活性剂 (如 Decon 90), 这些表面活性剂具有容易清洗、不含磷酸盐、容易被生物降解而且无毒等特点, 特别适用于硅树脂、油脂、聚合物残渣以及焦油等物质的去除;

③ 使用铬酸洗液。它可看作是 CrO_3 和浓硫酸的混合溶液, 具有极强的氧化性和溶解性。可通过以下的方法配制: 在 250mL 烧杯中用 5mL 水溶解 5g 重铬酸钾固体, 然后在持续搅拌下缓慢加入 100mL 浓硫酸, 此时溶液温度将迅速上升到 $70\sim 80^\circ\text{C}$; 等溶液冷却到 40°C 以下转移到贴有标签的干燥的玻璃瓶中备用。在用铬酸洗液洗涤仪器前, 待洗仪器最好先用水清洗尽可能除去可溶于水、尤其是还原性的有机物。在除去玻璃容器内的水后, 加入适量的铬酸洗液浸泡使玻璃容器的内表面全部被铬酸洗液湿润, 多余的洗液放回洗液的储液瓶中。期间转动玻璃容器浸泡一段时间后, 反复多次用自来水与蒸馏水冲洗玻璃容器。

对于处理玻璃容器上的固体残余物, 上面描述的这些方法是非常安全有效的, 同时要避免使用爆炸性的危险物用于仪器的清洗。最终, 痕量的残余物可用超声波进行有效洗涤。实验室可使用 2.7~85L 容量的容器, 其中放有一定量的 Decon 90 作为洗涤剂。有大量残余物的容器不应用此方法进行洗涤, 因它可能导致洗涤剂被污染后很快失效。

在清洗和用蒸馏水润洗后, 小型的玻璃仪器可放置在 $100\sim 120^\circ\text{C}$ 下的电热烘箱内烘 1~2h; 然而, 很多有机反应的仪器相对于烘箱而言体积较大不能放入烘箱内, 同时又需要尽

快烘干,此时可以采用其他手段。首先,尽可能倒出仪器中的水;然后加入少量的工业酒精或丙酮等易挥发性溶剂进行润洗,考虑到经济节省的原因,这些溶剂应被收集、重蒸馏并反复使用。对于玻璃仪器而言,在用低沸点有机溶剂润洗后,借助于吹风机产生的热风就很容易吹干。这种方法也适用于细口瓶及细颈瓶。

1.1.4 意外事件处理

每一个在实验室工作的人员必须清楚地了解所在位置的紧急出口和消防设施的位置,包括灭火器、消防毯及淋浴器,并掌握使用方法。这些器材在一定的年限内使用,并需要定期进行检查。实验人员还要熟悉紧急救援器具的位置、最近的电话位置、医疗机构及消防队的电话号码。

除了上面这些基本要求外,工厂、研究人员和机构等根据自己的实际情况出台事故处理规范,所有人员都必须熟悉这些规范。

1.1.5 非工作时间的实验安排

实验人员一般不能单独在实验室工作。需过夜反应的实验装置必须安装在特别建造的过夜反应室中。但是,如果没办法实现的话,最好采取一些措施,在装置上贴上标签表明正在进行的反应的性质和可能存在的危险。清楚详细的实验介绍可使其他人员在紧急状态下终止实验,“请留着”的提示会告诉其他人员不必关闭水电而让实验可以继续。需要特别注意的是,对于研究机构出台的有关工作时间外的和需过夜的反应的规范必须严格遵守。

1.1.6 化学药品的存放

化学药品绝对不允许堆放在通风橱内或工作椅下面,在使用完后应该放回原有的地方。性质相反的化学药品应当分开放置。为安全起见,储存危险药品的试剂在使用完毕后就要放回原有的位置。在某些特殊的实验室里,存储溶剂量的多少务必遵守规定;而且,对于那些易燃的、有毒害的溶剂也要专门保存。如果需要把有一定体积溶剂的反应瓶(不管是有毒还是低毒溶剂)移动一段距离,就需要托着瓶底,扶着瓶颈小心移动,而不能只拿其中的某一点。较长距离的搬运就更需要特别小心。

通风橱内不允许存放剩余的化学药品和不用的仪器。如果要在通风橱内使用某些可能有毒有害的化学药品,就必须放在规定的位置,并有适当的遮挡物。那些允许使用的可能致癌的化学药品务必保存在封闭的橱内,并且只有得到许可的人员才可以使用。

所有用来盛装化学药品的容器(包括玻璃瓶、安瓿及小瓶等)都务必清楚地标注药品的性质和危险级别(指出与药品相关可能的危险程度)。附录Ⅱ给出欧洲经济共同体(EEC, European Economic Community)通用的试剂危险程度符号表,这些符号以及内涵必须在实验室的显著位置予以标示。当把化学药品从旧容器转入新容器时,危险符号也应同时标注到新容器上。对于那些丢失标签的试剂瓶而言,其内容物必须经过正确的辨别,然后在瓶上重新贴上标签;不管存在任何疑问,都应事先搞清楚,并进行安全处理。由于涂胶标签很容易从试剂瓶上脱落,因此最好用透明胶带把标签贴在试剂瓶上。另外,某些化学试剂会随着保存时间延长而变质,最好在试剂到达之日即在瓶上标志日期。

1.1.7 玻璃仪器

玻璃仪器在使用前务必仔细检查是否有细小的裂缝,当然有污染物的仪器也不能使用。用于真空体系的玻璃仪器哪怕有细小的裂纹都是非常危险的。

许多非常简单的操作如截断玻璃管或玻璃棒、在橡皮塞或软木塞中插入玻璃管或温度计、取掉玻璃瓶上的密封塞等,都可能导致严重的受伤。因此,必须严格按照正确的操作流程进行操作。

洗净的玻璃仪器或不用的仪器需要存放在安全位置,不能堆放在实验椅下。

1.1.8 废物处理

废物处理是实验室使用和管理方面最为重要也是很难处理的一个难题。废弃物不允许也不能长期放置在实验室中,需要进行一系列正确的处理工作。打碎的玻璃仪器需放在独立的垃圾箱中;可燃的物品如纸或者衣物可以用来抹去可燃性的液体。无毒害的固体废物可直接放在垃圾箱中,而有毒固体必须先封装在塑料袋中,然后放在独立的垃圾箱中;这两种垃圾箱都必须明确地标注。有污染的溶剂也必须放在适合的容器中并予以标注,并且必须避免不加选择地将溶剂任意混合的行为,同时必须把卤系溶剂与其他溶剂分开放置。

1.2 实验计划与实验结果的记录

1.2.1 设定实验计划的必要性

在开始实验前,非常有必要拟定全面可靠的实验计划。这些计划的细节以及实验人员应承担的责任依赖于他此前掌握专门技术的熟练程度。尽管一项实验工作是被作为一个连续过程来看待的,但按照实验人员的技术工作经历长短划分,仍可划分为如下三个阶段。

第一阶段:初级技术人员和低年级的大学生。从他们自身及其他人员安全的角度考虑,需要全面细致的指导。在指导教师的指引下,依次选择实验进行练习,以确保他们掌握基本的实验技能和培养其完成实验的自信心,并应让其接触到某些特殊的实验仪器。技术人员要先核对试剂和溶剂的真实性,并清楚地标明试剂的危险程度(这一阶段尽可能使用低毒的试剂)。同时在教材中应详细地、清清楚楚地给出实验背景和细节内容,并给出一些与实验相关的问题让学生进行思考,以培养他们在实践中和理论上的理解能力。实验者应细心地预习实验计划涉及的全部细节和提醒,然后写出一份清楚的报告,报告应包括“即将做什么实验”和“这个实验希望实验者达到什么目的”等内容。

第二阶段:中级技术人员、高年级的大学生和低年级的研究生。这一阶段的人员已经接受实验计划编制的思想,而此时在前言或参考资料中还会提供有详细内容介绍。这就要求实验人员在第一阶段获得的技术能力在第二阶段常规的操作中得到体现。此外,安装实验装置、确定初始原料正确与否〔可借助于波谱或色谱手段或物理方法(如熔点、 $[\alpha]_D^{25}$ 等)〕、评估试剂危险程度、反应残余物的安全处理、使用哪些技术手段判断产物纯度以及最终操作实验的控制(包括需不需要选择过夜反应),所有的这些工作都要求实验者自己进行。一般说来,在实验开始前,高级工作者应与中级工作者进行充分的讨论,给出有针对性的建议,改进拟定的实验方案。学生应把初始原料正确与否的判断作为一项有价值的工作来做(在无

法预知的错误来到前，这些预先的工作和精力都不会被浪费），这就要求实验者对波谱数据、色谱数据及其他的参考数据非常熟悉，应建立个人的数据库。

第三阶段（此阶段并非最终阶段）：高级技术人员、高年级的研究生。通常要求实验者提供详细的实验计划，这包括引入更为先进的实验技术和仪器，自由开放地实验。相对于前两阶段而言，这一阶段可能有多条实验途径和方案，实验人员要更多地考虑实验的实用性与试剂和溶剂的价格，以确保在能够充分使用更先进实验技术和仪器的条件下完成实验。同时，要充分地评估实验中可能存在的危险，包括对自己以及其他实验人员的危险。

1.2.2 实验结果的记录

准确地进行实验记录是化学实验中的重要环节，而每项实验记录都是基于细心的观察与准确的报告。写实验记录的基本原则是记录实验的全部细节，以便其他人员可以了解你做的内容，且在不需要预备知识的情况下可完全地重复整个实验过程。因此，除写下做过的工作外，实验记录还包括所用的特别设备、药品的体积和重量、温度、反应时间以及色谱方法（如薄层色谱法和气液色谱法）、反应条件及实验结果等内容。每项实验记录都需要给出完成工作的时间。使用活页记录本进行实验记录是不合适的。对于有关的实验数据包括产率、滴定体积、熔点和沸点等，要求直接记录在记录本中，而不是随便写在其他的纸上，因为后者容易丢失。

实验记录值得推荐的一种格式是，对于每一个新的实验内容或部分实验内容都采用干净的双面页面来记录。靠近右边的页面可用于记录实验的叙述性内容以及在这一时间所观察到的现象（需标明日期）。这些内容可以是连续的，如果有必要可以写在后一页。靠近左边的页面主要用于记录化学反应方程式、产率计算、化合物的熔点、可能的反应机理以及可能的注解等内容。把每一份完整的实验内容分隔开，以至于实验人员很容易对不同的实验内容进行一清二楚的辨别。把谱图和气液色谱图等粘在笔记本上不是良好的习惯，因为这样笔记本就会变得很厚重，装订线很容易被损坏。这些谱图最好选择放置在独立的文件夹中并进行标号，该标号可与笔记本上的标记相对照。

在实验中所有发生的意外事件以及不可解释的事件也需要及时记录。有时，即使是众所周知的实验过程，也可能会出现失误（如与化学文献中介绍不同，或点错小数点而导致试剂的加入量或体积变得不正确）。在这些例子中，实验工作者总是先尝试找到实验失败的原因，对过程进行改进然后再开始实验，而不是匆忙地毫无目的地、不加更改地重复毫无意义的实验过程。完整的实验细节可以帮助我们解释实验成败的原因，产生提高产率的方案，以及设计下一步实验方案等，这些决定都来源于可靠的观察。

对于着手于研究计划的学生而言，详细的实验记录可能成为出版化学文献、项目报告及论文的重要的资源。

1.2.3 产率的计算及反应进程的监测

化学反应中的理论产量是指根据化学反应方程式，在反应物完全反应的条件下所能得到的最多产物的质量；实际产量是指在反应结束后实际分离得到的产物质量；以公式来表达，则

$$\text{产率} = \frac{\text{实际产量}}{\text{理论产量}} \times 100\%$$

本书中列出的所有反应以及在文献中的大多数化学反应，不仅需要给出反应物和试剂的量[质量(g或mg)、体积、密度]，而且要给出摩尔比[摩尔数(mol, mmol)]，如果在