

高等学校“十二五”规划教材

大学化学实验

任健敏 赵三银 主编

DAXUE HUAXUE
SHIYAN



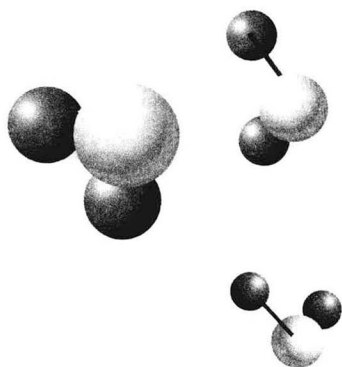
化学工业出版社

高等学校“十二五”规划教材

大学化学实验

任健敏 赵三银 主编

DAXUE HUAXUE
SHIYAN



化学工业出版社

· 北京 ·

本教材精选了 110 个实验项目,包括了基础性实验、提高性实验、综合性实验、设计性实验,实验项目由浅入深,由易至难,由简到繁,由单技能到组合技能训练,基本配合四大化学的理论课程教学,内容贴近实际,以期学生能灵活运用所学理论知识指导实验。

本书可作为理工科化学、环境、材料、食品、农业、生命以及医学类等各专业本科学生的化学实验教材,也可供其它理学、工学、农学和医学等相关专业学生参考。

图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验/任健敏,赵三银主编. —北京:化学工业出版社, 2011.7

高等学校“十二五”规划教材

ISBN 978-7-122-11470-9

I. 大… II. ①任…②赵… III. 化学实验-高等学校 教材
IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 106569 号

责任编辑:宋林青

文字编辑:孙凤英

责任校对:郑捷

装帧设计:史利平

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)

印刷:北京市振南印刷有限责任公司

装订:三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 18½ 彩插 1 字数 454 千字 2011 年 8 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: 32.00 元

版权所有 违者必究

《大学化学实验》编写组

主 编 任健敏 赵三银

副 主 编 (以姓名笔画为序)

王少玲 刘宏文 洪显兰 高 岐

徐永群 彭翠红 曾宪标

编写人员 (排名不分先后)

任健敏 赵三银 李灵芝 刘宏文

洪显兰 高 岐 徐永群 曾宪标

彭翠红 彭珊珊 周 悦 叶 芳

黄冬兰 丘秀珍 王少玲 曾懋华

前言

Preface

化学是一门实践性很强的学科，可以说没有实验就没有化学。大学化学实验课程在化学课程教学中处于极其重要的地位，是化学、环境、食品、生物、农业及医学等相关专业人才培养的一门重要的基础课程。化学实验教学的改革更加强调学生动手能力、科学思维、协作精神、创新意识以及实事求是科学精神的培养。

2006年以来，韶关学院化学与环境工程学院对原有实验课程的设立和实验教材的内容进行了重组和改革，并组织了《大学化学实验》教材的编写工作。将传统的无机化学、分析化学、仪器分析、有机化学和物理化学实验重组为一门“大学化学实验”课程，建立了基础性实验、提高性实验、综合性实验、设计性实验四个教学层次，形成了“一体化、多层次”的大学化学实验课程体系。在保证原四大化学实验基本教学要求的基础上，对实验内容进行了优化，内容贴近实际，反映教学改革成果。

编写组教师集多年无机化学、分析化学、仪器分析、有机化学和物理化学实验教学经验，在已试用多年的“大学化学实验”讲义的基础上，经过优化、整合、提高，并参考部分国内外优秀化学实验教材、相关文献和资料，编写了这本大学化学实验教材。本教材精选了110个实验项目，实验项目由浅入深，由易至难，由简到繁，由单技能到组合技能训练，基本配合四大化学的理论课程教学，使学生的学习循序渐进，能灵活地运用所学理论知识指导实验，实验基本技能训练贯穿于整个课程。考虑了学科之间相互交叉渗透的特点，同时满足大学化学实验与技术知识系统化和少学时教学的需要。

本书由韶关学院任健敏、赵三银、高岐、徐永群、洪显兰、曾宪标、刘宏文、王少玲、彭翠红、李灵芝、彭珊珊、曾懋华、周悦、叶芳、黄冬兰、丘秀珍等老师参加编写。编写过程中，得到了广东省高等教育教学改革工程项目（地方高校化学化工类实验教学新平台的研究与实践）和韶关学院高等教育教学改革研究项目（基础化学实验课程体系的改革研究）的支持；同时也得到学校和学院领导以及许多老师的大力支持，在此向所有支持者表示衷心的感谢！

本书可作为理工科化学、环境、材料、食品、农业、生命以及医学类等各专业本科学生的化学实验教材，也可供其它理学、工学、农学和医学等相关专业学生参考。

限于编者水平，书中疏漏之处敬请读者批评指正。

编者

2011年3月

目录

Contents

1 绪论

1

1.1 大学化学实验课程简介及教学目标	1
1.1.1 大学化学实验课程简介	1
1.1.2 大学化学实验课程教学目标	1
1.2 大学化学实验课程学习方法	2
1.2.1 大学化学实验课程学习方法及要求	2
1.2.2 实验报告示例	2
1.3 实验室学生守则	6
1.4 实验室安全技术基本规程	7
1.5 实验室危险药品的分类、性质和管理	9
1.6 实验室意外事故的处理	9
1.7 实验室三废的处理	10

2 化学实验的基本知识和基本技术

12

2.1 实验室用水规格	12
2.2 常用玻璃仪器及其它制品	12
2.2.1 常用玻璃仪器	12
2.2.2 标准磨口玻璃仪器	16
2.2.3 其它制品	17
2.2.4 常用玻璃仪器的洗涤及干燥	18
2.3 化学试剂	20
2.3.1 化学试剂的分类和规格	20
2.3.2 化学试剂的使用	20
2.4 分析天平	21
2.4.1 分析天平的类型	21
2.4.2 电子分析天平的结构和使用方法	22
2.5 分离操作技术	24
2.5.1 离心分离	24
2.5.2 过滤分离	25

2.5.3	沉淀分离	27
2.5.4	结晶和重结晶分离	27
2.5.5	蒸馏、分馏分离	28
2.5.6	萃取分离	33
2.5.7	升华分离	34
2.5.8	色谱分离	35
2.6	加热与冷却	39
2.6.1	加热	39
2.6.2	冷却技术	42
2.7	滴定分析基本操作	43
2.7.1	滴定管	43
2.7.2	容量瓶	47
2.7.3	移液管和吸量管	48
2.7.4	容量器皿的校准	49
2.7.5	容量分析仪器的选用原则	50
2.8	常用分析仪器	50
2.8.1	紫外-可见分光光度计	50
2.8.2	红外光谱分析仪	53
2.8.3	分子发光分析仪	54
2.8.4	原子吸收分析仪	55
2.8.5	原子发射光谱分析仪	58
2.8.6	酸度计	59
2.8.7	离子计	63
2.8.8	自动电位滴定仪	65
2.8.9	电导率仪	66
2.8.10	CHI600B 电化学分析仪/工作站	68
2.8.11	气相色谱仪	69
2.8.12	高效液相色谱仪	70

3 基础性实验

74

实验一	天平的使用和称量练习	74
实验二	溶液的配制	75
实验三	酸碱反应与缓冲溶液	78
实验四	配合物与沉淀溶解平衡	80
实验五	氧化还原反应	82
实验六	气体常数的测定	84
实验七	化学反应速率和活化能的测定	86
实验八	弱电解质醋酸解离常数的测定	89
实验九	粗食盐的提纯及纯度检验	90
实验十	转化法制备硝酸钾	92

实验十一	主族金属（碱金属和碱土金属）	93
实验十二	主族非金属元素（氧、硫）	96
实验十三	主族非金属元素（氯、溴、碘）	97
实验十四	过渡元素	101
实验十五	常见阴离子的分离与鉴定	103
实验十六	常见阳离子的分离与鉴定	106
实验十七	升华操作——樟脑的提纯	108
实验十八	蒸馏操作和沸点的测定	109
实验十九	熔点测定及温度计校正	112
实验二十	重结晶和过滤	117
实验二十一	有机物质纸色谱与薄层色谱	120
实验二十二	从茶叶中提取咖啡因	127
实验二十三	环己烯的制备	129
实验二十四	1-溴丁烷的制备	131
实验二十五	正丁醚的制备	133
实验二十六	环己酮的制备	134
实验二十七	己二酸的制备	136
实验二十八	肉桂酸的制备	137
实验二十九	苯甲酸乙酯的制备	138
实验三十	乙酰乙酸乙酯的制备	140
实验三十一	Cannizzaro 反应——苯甲酸和苯甲醇的制备	141
实验三十二	Beckmann 反应——己内酰胺的制备	143
实验三十三	7,7-二氯双环 [4. 1. 0] 庚烷	145
实验三十四	羟醛缩合反应——苯亚甲基苯乙酮的合成	146
实验三十五	NaOH 和 HCl 溶液的配制及比较滴定	147
实验三十六	NaOH 和 HCl 标准溶液浓度的标定	149
实验三十七	食用白醋中总酸度的测定	151
实验三十八	混合碱的分析（双指示剂法）	152
实验三十九	EDTA 标准溶液的配制及标定	153
实验四十	水总硬度的测定	155
实验四十一	铅铋混合液中铅铋的连续络合滴定	157
实验四十二	铝盐中铝含量的测定	158
实验四十三	高锰酸钾标准溶液的配制和标定	159
实验四十四	高锰酸钾法测定过氧化氢的含量	161
实验四十五	SnCl_2 - TiCl_3 - $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 法测定铁矿石中铁的含量	162
实验四十六	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的配制和标定	163
实验四十七	间接碘量法测铜盐中的铜含量	164
实验四十八	钡盐中钡含量的测定（沉淀重量法）	165
实验四十九	邻二氮菲分光光度法测定试样中微量铁	167
实验五十	高碘酸钠光度法测定合金钢中锰量	169

实验五十一	分光光度法测定混合物中铬和钴的含量	171
实验五十二	有机化合物的紫外光谱及溶剂性质对吸收光谱的影响	172
实验五十三	紫外吸收光谱测定蒽醌试样中蒽醌的含量和摩尔吸收系数	173
实验五十四	红外光谱测定有机化合物的结构	175
实验五十五	分子荧光法测定奎宁的含量	176
实验五十六	火焰原子发射光谱法测定水中 K^+ 、 Na^+	177
实验五十七	电感耦合等离子体发射光谱测定废水中镉、铬含量	179
实验五十八	火焰原子吸收光谱法测定自来水中钙、镁的含量	180
实验五十九	石墨炉原子吸收光谱法测定水样中锰含量	182
实验六十	离子选择性电极测定水中氟含量	184
实验六十一	硫酸铜电解液中氯离子的自动电位滴定	186
实验六十二	循环伏安法测定电极反应参数	187
实验六十三	阳极溶出伏安法测定水样中的微量镉	189
实验六十四	混合物的气相色谱分析	191
实验六十五	酒精饮料中各成分的分离和分析	192
实验六十六	高效液相色谱法测定苯和甲苯	193
实验六十七	溶液表面张力的测定	194
实验六十八	黏度法测定高聚物相对分子质量	196
实验六十九	$Fe(OH)_3$ 溶胶的制备和电泳	200
实验七十	蔗糖水解反应速率常数的测定	202
实验七十一	燃烧热的测定	205
实验七十二	凝固点降低法测相对分子质量	208
实验七十三	中和热的测定	210
实验七十四	纯液体饱和蒸气压的测定	212
实验七十五	双液系气-液平衡相图的绘制	214
实验七十六	二组分固-液相图的绘制	217
实验七十七	碳钢阳极极化曲线的测定	219
实验七十八	电导法测定难溶盐的溶解度	221

实验七十九	四氧化三铅组成的测定	224
实验八十	一种钴(Ⅲ)配合物的制备	225
实验八十一	$CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 的制备、提纯及纯度检验	227
实验八十二	阿司匹林的制备与表征	229
实验八十三	阿司匹林药片中主成分的定量与结构分析	231
实验八十四	局部麻醉剂——苯佐卡因的合成	232
实验八十五	乙酰苯胺的制备及重结晶	235
实验八十六	磺胺药物的合成	236

实验八十七	植物生长调节剂——2,4-二氯苯氧乙酸的合成	239
实验八十八	金属有机化合物——二茂铁的合成	240
实验八十九	双酚 A 的制备	242
实验九十	安息香反应——1,2-二苯乙醇酮的合成	243
实验九十一	水泥熟料中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 、 MgO 的系统分析	246
实验九十二	萃取光度法测定合金钢中的微量铜	250
实验九十三	人发中铁、铜、锌、钙含量的测定	251
实验九十四	肉制品中亚硝酸盐和硝酸盐的测定	253
实验九十五	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 脱水过程热分析实验	256
实验九十六	胶体的制备和性质	260
实验九十七	植物中可溶性还原糖的测定	262

6 设计性实验

264

实验九十八	硫酸亚铁铵的制备及其组分分析	264
实验九十九	混合酸（或碱）中各组分的测定	265
实验一百	胃舒平药片中 Al_2O_3 和 MgO 含量的测定	266
实验一百零一	铁矿石中铁元素的形态分析	266
实验一百零二	环境水样中重金属离子的测定	267
实验一百零三	酱油的鉴别检验	268
实验一百零四	硫酸银溶度积和溶解热的测定	268
实验一百零五	利用废电池中的锌片制备硫酸锌及锌含量的测定	269
实验一百零六	钢渣的 EDTA-碱溶液浸提液中钙、镁、铁、铝含量的测定	270
实验一百零七	苯酚相转移催化合成水杨醛及香豆素	270
实验一百零八	各类有机化合物的性质	271
实验一百零九	原电池电动势的测定与应用	272
实验一百一十	从铅锌尾矿中回收铅、锌及含量的测定	272

7 附录

274

参考文献

284

1

绪 论

1.1 大学化学实验课程简介及教学目标

1.1.1 大学化学实验课程简介

大学化学实验是在原有的无机化学实验、有机化学实验、分析化学实验、物理化学实验基础上优化重组而成的，它既是一门独立的实验课程，又与相应的无机化学、有机化学、分析化学（含仪器分析）、物理化学理论课程紧密联系。因此，大学化学实验课程在教学组织上基本配合四大化学的理论课程教学，由浅入深、由简到繁、由单技能到组合技能训练，使学生的学习循序渐进，能灵活地运用所学理论知识指导实验。

《大学化学实验》以学生基本操作和技能训练为主线，建立了基础性实验、提高性实验、综合性实验、设计性实验四个教学层次，形成了“一体化、多层次”的大学化学实验课程体系。

基础性实验主要涵盖无机化学实验、有机化学实验、分析化学实验的内容，在进行实验基本操作技能训练的同时，加深学生对各理论课程的理解和记忆；提高性实验主要涵盖物理化学实验、仪器分析实验的内容，在掌握基本操作技能的基础上，进一步提高仪器设备的应用和操作能力，加强分析及解决问题的能力训练；综合性实验强调化学各学科间以及化学与材料、环境、食品等科学的交叉融合，培养学生的综合应用能力；创新与设计性实验强调学生会查阅文献资料，设计实验方案，并进行实验研究。

1.1.2 大学化学实验课程教学目标

学生通过大学化学实验课程的学习将达到以下目标：

- (1) 熟练掌握化学实验的基本操作和基本技能，能正确使用相关仪器设备，准确采集实验数据；
- (2) 具有正确记录、处理数据和表达实验结果的能力，能认真观察实验现象并进行分析判断、归纳总结，从感性认识上升到理性认识；
- (3) 具有自我获取知识、提出问题、分析问题和解决问题的独立工作能力；
- (4) 具有实事求是、精益求精的科学态度，勤俭节约的优良作风，相互协作的团队精神，勇于开拓的创新意识。

大学化学实验的教学目标，不只是培养学生的基本实验技能，更重要的是培养学生的科学创新能力和独立的思维与研究能力，培养学生的综合素质。

1.2 大学化学实验课程学习方法

1.2.1 大学化学实验课程学习方法及要求

大学化学实验课程和其它课程的学习方法不尽相同, 总结归纳如下。

(1) 实验前充分预习。预习时应做到认真阅读实验教材和理论课本中有关内容, 明确实验目的、基本原理、操作步骤及注意事项等, 弄清实验要做什么, 怎么做, 为什么要这样做, 不照样做会有什么影响。如果实验中有特殊的仪器或装置, 应了解其使用方法或装置原理以及操作注意事项。实验内容后面所附的思考题, 可查阅资料初步解决。

(2) 写好预习报告。预习报告包括实验目的、原理、简单步骤, 设计好记录数据和现象的表格, 以便实验时及时准确记录测得的数据和观察到的现象, 进入实验室做到胸有成竹。

(3) 实验中认真操作。实验时严肃认真, 善于观察, 勤于思考, 手脑并用, 统筹计划, 做到紧张有序地工作, 不能只是“照方配药”式地被动做实验。实验过程中应保持肃静, 桌面始终保持整齐、清洁, 养成良好的实验习惯。若有疑难问题, 同学之间可以互相小声讨论或询问教师, 力争自己解决。实验失败, 要查找原因, 经教师同意后可重做。

(4) 实验中认真做好原始记录。实验中的现象和数据应及时如实地记入记录本, 这部分称原始记录, 不允许记在零碎纸片上, 以防丢失或转抄时发生错误。实验的原始数据不得用铅笔填写, 更不能随意涂改拼凑和伪造数据, 如发现数据测错、读错或算错而需要改动时, 可将该数据用一横线划去, 并在其上方写上正确的数字。

(5) 实验后认真完成实验报告。实验结束后, 及时总结、分析实验现象, 整理和处理实验数据, 结合理论课程学习的知识, 分析得出实验结论, 并对实验提出自己的改进意见或建议, 独立、认真地完成实验报告, 按时交给教师。

1.2.2 实验报告示例

实验报告是根据实验原理、现象、数据和问题等, 对实验进行概括和分析总结的书面报告。一般应包括: 实验题目, 实验日期, 实验目的, 实验原理, 仪器与试剂, 实验步骤, 实验数据和现象, 实验结果或结论, 问题讨论等项。

实验数据处理应写出计算公式, 并注明公式所用的已知常数的数值, 注意各数值所用的单位。作图必须使用坐标纸, 图要端正地粘贴在报告上。有条件的话, 最好使用计算机来处理实验数据。实验报告应力求数据齐全、图表清晰、文字简练、表达准确、书写整洁、结论明确。

1.2.2.1 化合物性质与化学平衡类实验报告示例

实验四 配合物与沉淀溶解平衡

班级_____ 姓名_____ 学号_____ 实验日期_____ 指导老师_____

一、实验目的

1. 加深对配合物与沉淀溶解平衡原理的认识。
2. 学习配合物与沉淀溶解平衡原理在混合阳离子分离中的应用。
3. 学会离心机的使用和固-液分离操作。

二、实验原理 (略)

三、实验仪器与试剂 (略)

四、实验简单步骤、实验现象、有关反应方程式、解释和结论列于下表

实验编号	加入主要试剂	实验现象	解释或方程式
1. 配合物的形成与颜色变化	(1) FeCl_3 中加入 KSCN 再加 NaF	血红色 血红色褪去	$\text{Fe}^{3+} + n\text{NCS}^- \rightleftharpoons [\text{Fe}(\text{NCS})_n]^{3-n}$ $[\text{Fe}(\text{NCS})_n]^{3-n} + 6\text{F}^- \rightleftharpoons [\text{FeF}_6]^{3-} + n\text{NCS}^-$
	(2) $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 加 KSCN $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 加 KSCN	颜色不变 血红色	$\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 中 Fe^{3+} 很少 $\text{Fe}^{3+} + n\text{NCS}^- \rightleftharpoons [\text{Fe}(\text{NCS})_n]^{3-n}$
	(3) CuSO_4 加 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 过量后 分两份分别加 NaOH BaCl_2	开始有蓝色沉淀产生, 后沉淀逐渐溶解, 溶液蓝色加深 无沉淀 白色沉淀	$2\text{Cu}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} + 2\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{SO}_4 \downarrow + 2\text{NH}_4^+$ $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{SO}_4 + 2\text{NH}_4^+ + 6\text{NH}_3 \rightleftharpoons 2[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+} + \text{SO}_4^{2-} + 2\text{H}_2\text{O}$ Cu^{2+} 形成了 $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ $\text{Ba}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \rightleftharpoons \text{BaSO}_4$
2. 略	(1) 略	略	略

五、思考题与问题讨论

可以根据思考题回答问题, 也可以对实验结果或实验过程中发现的问题, 加以分析讨论。

1.2.2.2 物质提纯与制备类实验报告示例

实验九 粗食盐的提纯

班级_____ 姓名_____ 学号_____ 实验日期_____ 指导老师_____

一、实验目的

- 学会用化学方法提纯粗食盐的过程及原理。
- 练习台秤的使用, 常压过滤、减压过滤、蒸发浓缩、干燥等基本操作。
- 学习食盐中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 SO_4^{2-} 的定性检验方法。

二、实验原理 (略)

三、实验仪器与试剂 (略)

四、实验简单步骤及结论见下表

1. 粗食盐的提纯步骤及结果	称粗食盐质量/g	溶解	SO_4^{2-} 的除去	Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Ba^{2+} 的除去	调节 pH 浓缩	结晶、减压过滤、干燥	提纯食盐外观及质量/g	产率
2. 产品纯度检验	检验项目			检验方法		实验现象		结论
	SO_4^{2-}			加 BaCl_2 溶液				
	Ca^{2+}			加 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 饱和溶液				
	Mg^{2+}			加 NaOH 溶液、镁试剂				

五、思考题及问题讨论 (略)

1.2.2.3 有机合成类实验报告示例

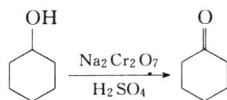
实验二十六 环己酮的制备

班级_____ 姓名_____ 学号_____ 实验日期_____ 指导老师_____

一、实验目的

- 了解由环己醇氧化制备环己酮的原理和方法。
- 进一步掌握分液漏斗的使用。

二、实验原理及主要反应式



三、主要试剂及其物理化学常数

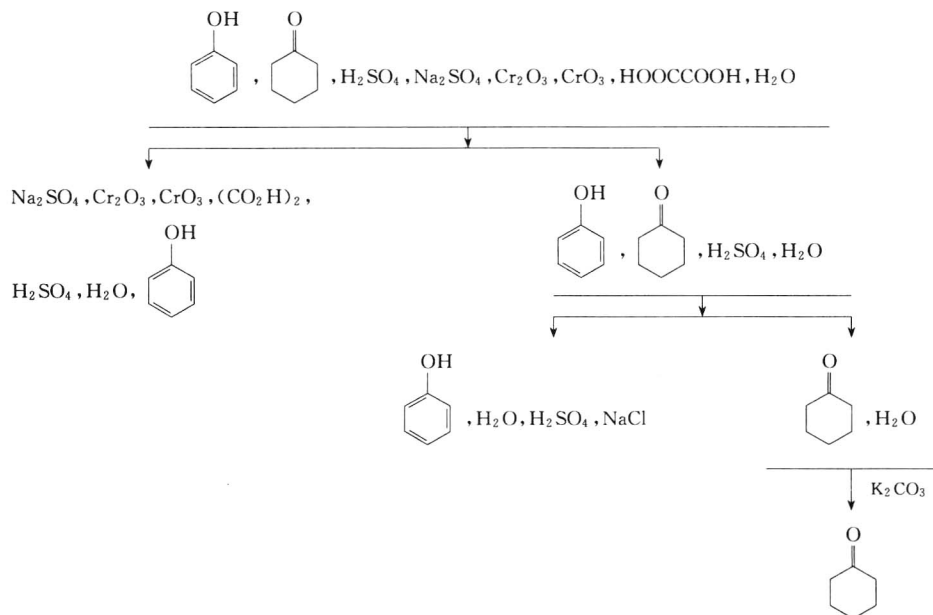
名称	相对分子质量	性状	折射率 n_D^{20}	相对密度 d_4^{20}	熔点/ $^{\circ}\text{C}$	沸点/ $^{\circ}\text{C}$	溶解度/ $\text{g}\cdot 100\text{mL}^{-1}$
环己醇	100.16	无色液体	1.4648	0.9493	22~25	161.5	5.67
环己酮	98.14	无色液体	1.4507	0.9478	—	155.65	2.4

四、实验内容(步骤)及现象记录

步 骤	现象及数据记录
将 10.4g $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 完全溶于 6mL 水中,备用	成红棕色溶液
在圆底烧瓶中加入 60mL 冰水,慢慢加入 10mL 浓 H_2SO_4 ,混匀	
加入 10.5mL 环己醇,混合均匀,溶液中插入温度计,冷却到 $<30^{\circ}\text{C}$	开始时分层,摇动后慢慢成溶液
将约 1mL 备用的重铬酸钠溶液加入圆底烧瓶中,摇动,观察现象	混合液升温,冷却后为 50°C ,溶液由红棕色变为草绿色
反应液由橙红色变为墨绿色后,将剩余的重铬酸钠溶液分多次加入到圆底烧瓶中,不断振荡烧瓶,控制滴加速度,保持烧瓶内反应液温度在 $55\sim 60^{\circ}\text{C}$ 。超过此温度时,立即在冰水浴中冷却	最后红棕色不全消失,温度降为 30°C
加 0.5g 草酸于圆底烧瓶中,振荡	混合液变成墨绿色
加 50mL 水于圆底烧瓶中,加沸石,装成蒸馏装置,蒸馏,直至馏出液不再浑浊后再多收集约 10mL 馏液	95°C 时开始有馏分,馏分浑浊 收集馏液体积为 45mL
转移约 45mL 馏出液到分液漏斗中,加 8g 食盐,振荡、静置分层、分液	上层为有机层,下层为水层
称取无水 K_2CO_3 干燥有机层	无水 K_2CO_3 5g 开始浑浊,后为澄清透明溶液
过滤,蒸馏精制	150°C 前馏分极少,接收 $155\sim 156^{\circ}\text{C}$ 馏分
观察产品外观	无色透明液体
称重(或量体积)	瓶重 20.40g,共重 26.25g(体积:6.1mL)

五、仪器装置图(略)

六、产物的提纯过程及原理



七、注意事项

1. 配制氧化剂溶液时要注意加料顺序, 难全溶时可适当加热溶解, 溶完后放置冷却。

2. 本实验是一个放热反应, 必须严格控制反应温度以避免反应过于剧烈。必要时立即在冰水浴中冷却。

3. 水的馏出量也不宜过多, 否则会造成少量环己酮溶于水而损失掉。

八、实验数据处理及产率的计算

$m_{\text{环己醇}}/\text{g}$	$m_{\text{环己酮}}$		产率/%
	实际产量/g	理论产量/g	
10.5×0.9493	5.75	9.77	58.9

$$\text{有关公式: } m_{\text{环己酮}}(\text{理论}) = \frac{m_{\text{环己醇}} M_{\text{环己酮}}}{M_{\text{环己醇}}}, \text{ 产率} = \frac{m_{\text{环己酮}}(\text{实际})}{m_{\text{环己酮}}(\text{理论})} \times 100\%$$

九、实验总结或问题讨论 (略)

1.2.2.4 测定类实验报告示例

实验三十五 NaOH 和 HCl 溶液的配制及比较滴定

班级 _____ 姓名 _____ 学号 _____ 实验日期 _____ 指导老师 _____

一、实验目的

1. 掌握酸、碱式滴定管的使用操作技术。
2. 掌握酸、碱标准溶液的配制方法。
3. 掌握利用指示剂变色确定滴定终点的判断方法。

二、实验原理 (略)

三、实验仪器与试剂 (略)

四、实验简单步骤

1. $0.10\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaOH 溶液的配制

称取约 1gNaOH 固体 → 烧杯 → 加 250mL 水溶解搅匀。

2. $0.10\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl 溶液的配制

量取浓 HCl 约 2.1mL → 烧杯 → 加 250mL 水搅匀。

3. 酸碱溶液的相互滴定 (以甲基橙为指示剂)

简单步骤: 准备酸式和碱式滴定管 → 调节溶液的液面在“0”刻度附近并记录初读数 V → 放出 NaOH 溶液 25mL 左右于锥形瓶中 + 甲基橙 1~2 滴 → 用 HCl 溶液滴定至溶液由黄色变成橙色 (如滴定过量, 溶液颜色为红色, 此时可在锥形瓶中滴入少量 NaOH 溶液, 溶液由红色变成黄色, 再滴加少量 HCl 溶液, 使溶液由黄色变成橙色) → 记录终读数 V → 如此反复练习滴定操作。平行滴定 2~3 次。

改用以酚酞为指示剂练习。

五、实验结果及数据处理

$0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl 滴定 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaOH (甲基橙指示剂) 数据记录及测定结果见下表

序 号	1	2	3
V_{HCl} 终读数/mL	21.15	21.14	21.16
V_{HCl} 初读数/mL	0.00	0.00	0.00
V_{HCl} /mL	21.15	21.14	21.16
V_{NaOH} 终读数/mL	21.08	21.10	21.10
V_{NaOH} 初读数/mL	0.00	0.00	0.00
V_{NaOH} /mL	21.08	21.10	21.10
$V_{\text{HCl}}/V_{\text{NaOH}}$			
$V_{\text{HCl}}/V_{\text{NaOH}}$ 平均值			
偏差 d_i			
平均偏差 $\bar{d}$			
相对平均偏差 $\bar{d}_r/\%$			

有关计算公式：

$$\bar{d}_r = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{(x_1 - \bar{x}) + (x_2 - \bar{x}) + (x_3 - \bar{x})}{3\bar{x}} \times 100\%$$

六、思考题或问题讨论（略）

1.3 实验室学生守则

（1）实验前必须认真预习，明确实验目的和要求，了解实验的基本原理和方法，了解实验安全措施及注意事项。若发现学生预习不够充分时，教师有权令其暂停实验重新预习，符合要求后方可继续实验。

（2）实验时遵守实验纪律，不得迟到、早退，保持室内安静。实验室内禁止吸烟及饮食，不准用实验器皿作茶杯或餐具。实验室内的一切物品（仪器、药品和产物等）不得带离实验室。

（3）进实验室后，先清点仪器，再将所需用的仪器洗净、摆齐在桌面上。如发现有缺少或破损，应向指导教师报告，按规定办理手续进行补领。如果在实验过程中，损坏了仪器，应按价赔偿，领取新仪器。

（4）实验时，必须在指定的位置上进行实验，未经教师同意不得擅自更换位置，更不允许实验时擅自离开岗位。

（5）实验时，听从教师指导，遵守操作规则，认真操作，仔细观察，如实认真记录各种实验现象和测量数据，独立完成规定的实验内容。

（6）实验时，注意节约用水、电和化学药品，保持桌面和实验室的整洁。实验中的残渣、废液应倒入指定的废物桶内，不得随意倒入水槽中。

（7）实验时，要小心使用仪器和设备，注意操作安全。使用精密仪器时，必须严格按照操作规程操作，若发现异常情况或出现故障，应立即停止使用，报告教师，找出原因，排除故障。

（8）实验完毕后，必须将仪器洗涤干净，放回原处，整理并擦净实验台面，如有破损仪器，按手续登记补领。最后将实验的原始记录交给指导教师审阅后方可离开实验室。

（9）实验完毕后，值日的同学应整理好试剂，把桌面、地面和水槽打扫干净，将废

液桶中废液倒入指定的地方，关好水龙头、电闸和门窗，经指导教师同意方可离开实验室。

1.4 实验室安全技术基本规程

在进行化学实验时，经常接触到水、电、仪器和许多化学试剂，特别在化学试剂中有不少是易燃、易爆、有腐蚀性和毒性的。因此在化学实验时，首先必须在思想上十分重视安全问题，决不能麻痹大意；其次，在实验前应充分了解安全注意事项，在实验过程中要集中注意力，严格按照操作规程进行实验，以免发生意外。

(1) 加热试管中反应液时，不要将试管指向自己或对着别人。不要俯视正在加热的液体，以免液体溅出受到伤害。取下正在加热至近沸的水或溶液时，应先用烧杯夹将其轻轻摇动后才能取下，防止其爆沸，飞溅伤人。使用酒精灯，应随用随点，不用时盖上灯罩。切忌用已点燃的酒精灯去点燃别的酒精灯，以免酒精流出而失火。

(2) 嗅闻气体时，鼻子不能直接对着瓶口或试管口，只能用手轻拂气体，扇向自己后再嗅。开启易挥发的试剂瓶（如：乙醚、丙酮、浓盐酸、浓氨水等）时，尤其在夏季或室温较高的情况下，应先经流水冷却后盖上湿布再打开，且不可将瓶口对着自己或他人，以防气液冲出引起事故。对于易燃试剂（乙醚、丙酮、甲苯、二甲苯、甲醇、乙醇、异丙醇、环氧丙烷、环氧乙烷等），在使用时应尽可能使其远离火焰，使用大量低沸点易燃物时，室内禁忌明火。

(3) 检查煤气管是否漏气应用肥皂水，而切不可用火试验。实验室停止供煤气、供电、供水时应立即将气源、电源及水源开关全部关上，以防恢复供气、供电、供水时由于开关未关而发生事故。离开实验室时应检查门、窗、水、电、煤气及各种压缩气管道是否安全。

(4) 浓酸、浓碱、溴、洗液具有很强的腐蚀性，使用时要小心，切勿洒在桌面、地面、皮肤和衣服上，特别注意不要溅入眼睛内。浓硫酸与水混合时必须边搅动边将浓硫酸徐徐注入存有冷水的耐热玻璃器皿中，不得将水倒入浓硫酸中，否则将引起液体沸腾飞溅。凡在稀释时能放出大量热的酸、碱，稀释时都应按此规定操作。

(5) 制备或反应中能产生有害的气体（如 H_2S 、 HCN 、 NO_2 、 CO 、 CO_2 、 SO_2 、 Cl_2 、 Br_2 、 F_2 、 NH_3 等）、烟雾或粉尘的操作，必须在良好的通风厨内进行。

(6) 进行蒸馏易燃物时，一次量不得超过 500mL，冷凝器中必须先通入冷却水，蒸馏低沸点易燃试剂时，不得用电炉直接加热，应用水浴或砂浴间接加热，蒸馏瓶中加入少许玻璃球以防过沸，并随时注意蒸馏是否正常，人离开时要撤去热源。

(7) 高温物体（如刚由高温炉中取出的坩埚等）要放在耐火石棉板上或磁盘中，附近不得有易燃物。需称量的坩埚待稍冷后方可移至干燥器中冷却。

(8) 实验室内每瓶试剂必须贴有明显的与内容相符的标签，标明试剂名称及浓度。不允许任意混合化学药品，如乙醇与浓 HNO_3 、 KMnO_4 与甘油（或硫等）、氧化剂与有机物，某些强氧化剂（如 KClO_3 、 KNO_3 、 KMnO_4 等）或其混合物不能研磨，以免引起爆炸。银氨溶液不能留存，因其久放后会变成 Ag_3N 而容易发生爆炸。

(9) 实验室任何药品，特别是有毒试剂（如重铬酸钾、钡盐、铅盐、铊盐、砷化合物、汞化合物、无机氰化物）不得误入口内或接触伤口。也不能将有毒试剂随便倒入下水道，时刻保持环保意识。