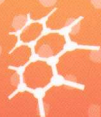


高等学校规划教材

化学化工专业实验

HUAXUE HUAGONG
ZHUANYE SHIYAN



梁亮 主编
余林 主审



化学工业出版社

高等学校规划教材

化学化工专业实验

梁 亮 主编
余 林 主审



化学工业出版社

· 北 京 ·

化学化工专业实验是化学化工类专业学生实践教学的重要环节。本书分为 2 篇, 第一篇为实验知识和实验技能, 由专业实验基本常识、专业实验技术知识和专业实验技能基础组成; 第二篇为专业实验, 由精细化学品合成实验、工艺实验、提取分离、分析技术与性能评价实验、功能化学品配方实验、高分子精细化学品合成实验、石油化工产品性能的检测组成。全书从科学和务实的角度较系统地介绍化学化工专业实验重要的基本知识、操作和技能, 精心设置了 71 个实验, 实验涉及应用化学、化学工程与工艺、精细化工、制药、石油化工等专业。实验设置注重基本操作、过程类型、部分新反应、新技术等方面。在专业实验部分, 在相关的实验操作后面, 结合编者的教学及科研实践, 提炼归纳了各种方法的关键操作和注意事项, 各种类型实验统筹安排, 以利于学生完整地、系统地掌握化学化工专业实验技术, 提高实践能力。

本书可供高等学校相关学科的本科生、大专生和研究生使用, 也可用作各类化学化工专业等多种形式的培训教材。还可供技术人员、科研单位的科研人员阅读、参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

化学化工专业实验/梁亮主编. —北京: 化学工业出版社, 2009. 3

高等学校规划教材

ISBN 978-7-122-04429-7

I. 化… II. 梁… III. ①化学实验-高等学校-教材②化学工业-化学实验-高等学校-教材 IV. 06-3 TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 206454 号

责任编辑: 何 丽

文字编辑: 孙凤英

责任校对: 蒋 宇

装帧设计: 韩 飞

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: 北京永鑫印刷有限责任公司

装 订: 三河市万龙印装厂

787mm×1092mm 1/16 印张 14 字数 366 千字 2009 年 3 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: 25.00 元

版权所有 违者必究

前 言

化学化工专业实验是利用化学合成方法将原料制备成新的精细化学品的综合实验训练过程,是一个极富创造性的学科。可以说,当今科学技术能够不断取得进步与突破,人们的生活能够不断提高和改善,化学实验在其中起了极其重要的作用。

为适应国民经济的发展对化学、化工、制药等人才培养的迫切需要,许多高校开设了精细化工专业方向、制药专业及应用化学等专业方向课程,但由于这些专业包括的类别相当广泛,使得各院校的专业方向差异较大(大都偏重于各院校自己的专业方向),缺乏适用的、统一的专业实验教材。为此,我们着手编写了综合性较强,应用范围较广,集实验知识、实验技能和实验内容于一体的化学化工专业实验教材。

全书分四章,共71个实验。涉及应用化学、化学工程与工艺、精细化工、制药、石油化工等相关专业。为了加强专业实验课的教学和系统训练,使学生掌握化学化工专业的实验操作技能,提高和增强学生解决实际问题的能力,加深对所学理论知识的理解和掌握,为学生将来从事研究、开发和生产奠定坚实的实验基础,本书特别编入了专业实验技术知识和专业实验技能基础的内容。同时,在所选用的实验内容方面,注重综合性、系统性、广泛性和通用性,供各类院校选择。

本书由梁亮教授担任主编,余林教授担任主审。参加本书编写的教师如下:第一章、第二章、第三章及第四章专业实验1、2、20、40、47、48、51、52、56~58、60、62、63由梁亮教授编写;第四章专业实验4、10、34~36、38由郝志峰教授编写;第四章专业实验3、7、8、22、23由杜志云副教授编写;第四章专业实验13、30、41、46、49、50、53、54、55由王飞镭副教授编写;第四章专业实验12、27、28、32、33、64~71由张维刚副教授编写;第四章专业实验14、29、31由潘湛昌教授编写;第四章专业实验39、42、43由赵肃清教授编写;第四章专业实验15、18、21、26、44、45由李永峰副教授编写;第四章专业实验6由李大光教授编写;第四章专业实验11由吴茂英教授编写;第四章专业实验16、17、61由郭清泉副教授编写;第四章专业实验19、59由康正副研究员编写;第四章专业实验24、25、37由郑杰博士编写;第四章专业实验5、9由杨红梅博士编写。

本书编写过程中得到了广东工业大学轻工化工学院实验教学中心、化学工业出版社的大力支持和帮助,特此一并致谢!

限于作者的水平,书中存在不足之处在所难免,敬请专家和广大读者给予批评指正,以使本教材不断得到完善。

编者

2008年10月

于广东工业大学

目 录

第一篇 实验知识和技能

第一章 专业实验基本常识	1	判断反应终点	27
第一节 实验室一般规则与实验室的安全	1	二、测定反应系统中未反应原料的残留量	27
一、实验室守则	1	三、化学定量分析法	28
二、实验室的安全	1	第七节 常见化学反应的后处理方法	28
第二节 学习专业化学实验的目的	3	一、终止反应	28
第三节 学习专业化学实验的方法	4	二、粗分离反应产品	29
一、实验预习	4	三、精制提纯	29
二、细心操作实验及认真做好实验记录	4	第八节 实验室常用仪器的主要功能、用途及对样品的要求	29
三、认真书写实验报告	4	一、核磁共振波谱仪	29
第四节 实验记录	4	二、红外光谱仪	30
一、为什么要进行实验记录	4	三、有机质谱仪	30
二、实验记录的内容	5	四、气相色谱仪	30
第五节 《化学化工专业实验》报告的书写格式与要求	6	五、液相色谱仪	30
第六节 有关实验操作禁忌	8	六、离子色谱仪	31
一、溶剂处理的潜在危险	8	七、气相色谱-质谱联用仪	31
二、实验操作的潜在危险	8	八、液相色谱-质谱联用仪	31
第二章 专业实验技术知识	9	九、紫外-可见吸收光谱仪	31
第一节 实验室常用化学试剂介绍	9	十、元素分析仪	31
第二节 实验室常用有机溶剂的干燥方法	10	十一、等离子体原子发射光谱仪	32
第三节 实验室常用有机溶剂的纯化	14	十二、原子荧光光谱仪	32
第四节 常用有机溶剂的毒性	19	十三、差示扫描量热仪 (DSC)	32
一、有机溶剂对人体危害的三个途径	20	十四、热重分析仪 (TG)	33
二、有机溶剂对人体危害的生理作用	20	十五、X-射线粉末衍射仪	33
三、实验室常用有机溶剂的沸点、溶解性和毒性	20	十六、X-射单晶衍射仪	33
第五节 工业用有机溶剂	23	十七、透射电子显微镜 (TEM)	33
一、工业用有机溶剂的分类	23	十八、扫描电子显微镜	34
二、溶剂的闪点和挥发性	24	十九、电子探针	34
三、溶剂溶解高分子的能力——溶解度参数	25	第九节 微滤、超滤、纳滤与反渗透分离技术的主要功能与用途	35
四、溶剂对黏度的影响	25	一、微滤	35
五、常用工业有机溶剂介绍	26	二、超滤	35
六、溶剂与环境	26	三、纳滤	35
第六节 常见化学反应过程的控制方法	27	四、反渗透	35
一、以反应物或生成物的物理性质		第十节 化合物纯度的判断方法	36
		一、用 TLC 法判断纯度	36
		二、通过熔程判断纯度	36
		三、用 HPLC 判断纯度	36

四、用质谱方法判断纯度	36	三、气体的干燥	54
五、用核磁共振方法判断纯度	36	第七节 升华	54
第十一节 聚合物的分离与纯化	36	第八节 萃取和洗涤	55
一、聚合物的分离	37	一、液-液萃取	55
二、聚合物的纯化	37	二、液-固萃取	56
第三章 专业实验技能基础	39	三、化学萃取	56
第一节 加热和冷却	39	四、超临界流体 (SCF) 萃取	56
一、加热	39	第九节 活性炭脱色	57
二、冷却	40	第十节 溶剂脱氧	57
三、搅拌	41	一、惰性气体吹洗溶剂法	57
第二节 回流	42	二、“冰冻-抽气-解冻”法	58
第三节 分水-回流	43	第十一节 色谱分离	58
第四节 蒸馏	44	一、薄层色谱 (TLC)	58
一、简单蒸馏	44	二、快速柱色谱	61
二、减压蒸馏	45	第十二节 物质有关化学性能的测试	62
三、精馏	47	一、酸值的测定	62
四、水蒸气蒸馏	48	二、皂化值的测定	63
第五节 重结晶、培养单晶、过滤与		三、碘值的测定	64
离心	49	四、异氰酸酯 ($-NCO$) 的测定	65
一、重结晶	49	五、环氧值的测定	66
二、培养单晶	51	六、羟值的测定	67
三、过滤与离心	51	七、缩醛度的测定	68
第六节 干燥	52	八、折射率	69
一、液体的干燥	53	九、旋光度	69
二、固体的干燥	54	参考文献	69

第二篇 专业实验

第四章 专业实验	70	反应	85
第一节 精细化学品合成实验	70	实验 12 反应精馏制备乙酸乙酯	87
实验 1 茉莉香型香料乙酸苄酯相转移		实验 13 硬脂酸蔗糖单酯的合成及其乳化	
催化合成	70	实验	90
实验 2 肉桂酸的合成	71	实验 14 电解法制备活性二氧化锰及电池	
实验 3 阿司匹林的合成	72	设计	91
实验 4 磷钨杂多酸催化合成乙酸异		实验 15 溶胶凝胶法制备 SiO_2 固载化钨磷	
戊酯	74	杂多酸催化剂	92
实验 5 水热法制备纳米氧化锆粉体及其		实验 16 甲苯氧化制备苯甲酸	94
表征	75	实验 17 邻苯二甲酸二丁酯的制备	95
实验 6 室温-低热固-固相化学反应法制备		参考文献	96
金属纳米氧化物	77	第二节 工艺实验	97
实验 7 盐酸普鲁卡因的合成	78	实验 18 Keggin 结构钨磷杂多酸催化剂	
实验 8 磺胺醋酸钠的合成	80	的制备	97
实验 9 低压荧光粉 $SnO_2 : Eu$ 的制备及发光		实验 19 油田用增稠剂的合成与测试——	
性能测试	82	疏水缔合水溶性聚合物	98
实验 10 无机颜料氧化铁黄的制备与性能		实验 20 表面活性剂乳化力、去污力的	
测试	84	测定	101
实验 11 室温下铁氰化钾的固相氧化还原		实验 21 沉淀法制备金属氧化物催化剂	103

实验 22	片剂的制备及影响片剂质量因素的考察	104	实验 47	显色法鉴别表面活性剂的类型	169
实验 23	冻干粉针剂、乳剂的制备实验	109	实验 48	红外光谱 (IR) 分析	171
实验 24	滴丸剂的制备实验	112	参考文献	173	
实验 25	硬胶囊剂的制备实验	114	第四节	功能化学品配方实验	173
实验 26	固定床甲醇水蒸气重整制氢催化剂的活性评价	116	实验 49	液体洗洁精的制备	173
实验 27	乙苯脱氢制苯乙烯	118	实验 50	香波的制造	174
实验 28	固定床上油脂氢化	120	实验 51	紫外线 (UV) 固化涂层的配制及固化	175
实验 29	电化学方法测定电极过程动力学参数	122	实验 52	双酚 A 型环氧树脂胶黏剂的制备	178
实验 30	烷基硫酸钠洗涤剂的合成及其泡沫实验	125	实验 53	高效水果保鲜剂的制备及其保鲜实验	180
实验 31	恒电位法测定阳极极化曲线	126	实验 54	营养护肤霜	181
实验 32	固定流化床催化裂化反应	129	实验 55	洗衣粉浆料的制备	183
附录	气相色谱测定原油的馏程分布	133	参考文献	183	
实验 33	单釜、三釜串联反应器返混性能测定实验	135	第五节	高分子精细化学品合成实验	184
参考文献	143	实验 56	有机玻璃板的制备	184	
第三节	提取分离、分析技术与性能评价实验	143	实验 57	甲基丙烯酸甲酯的悬浮聚合	186
实验 34	蔬菜中天然色素的提取、分离及含量测定	143	实验 58	双酚 A 型低分子量环氧树脂的合成	187
实验 35	橘皮中果胶和橙皮苷的提取	145	实验 59	耐盐型高吸水性树脂的制备及性能测试	189
实验 36	从烟叶中提取烟碱	147	实验 60	脲醛树脂 (UF) 黏合剂的制备及应用	191
实验 37	槐花米中芸香苷的提取、分离和鉴定	148	实验 61	丙烯酸酯乳液聚合物的制备	192
实验 38	黄连素的提取与鉴定	152	实验 62	不饱和聚酯树脂的合成	194
实验 39	大肠杆菌 L-天冬酰胺酶的提取和纯化	153	实验 63	聚乙烯醇缩丁醛 (PVB) 的制备	196
实验 40	涂料涂膜性能的检测与评价	157	参考文献	197	
实验 41	柑橘皮中柑橘油含量的测定	160	第六节	石油化工产品性能的检测	197
实验 42	天然药物的形态与分子生物学鉴别实验	161	实验 64	原油黏度的测定 (旋转黏度计法)	197
实验 43	抗生素生物效价测定	163	实验 65	石油产品馏程的测定	200
实验 44	红外光谱法测定钨磷杂多酸的 Keggin 结构	166	实验 66	石油产品闪点和燃点的测定 (开口杯法)	204
实验 45	紫外吸收光度法测定固载化钨磷杂多酸催化剂的浸出率	167	实验 67	石油产品闪点的测定 (闭口杯法)	206
实验 46	高效表面活性剂的泡沫测定	168	实验 68	石油产品运动黏度的测定	208
			实验 69	石油产品密度的测定 (比重瓶法)	211
			实验 70	石油产品凝点的测定	214
			实验 71	轻质油产品碘值和饱和烃含量的测定 (碘-乙醇法)	216
			参考文献	218	

第一篇 实验知识和技能

第一章 专业实验基本常识

第一节 实验室一般规则与实验室的安全

一、实验室守则

为确保专业实验教学的顺利进行，理论联系实际，养成良好的实验室学习和工作习惯，掌握实验室的基本操作技能，提高学生分析和解决问题的能力。为此，要求学生遵守以下实验室规则。

(1) 遵守实验室制度，维护实验室安全，不违章操作，严防爆炸、着火、中毒、触电、漏水等事故的发生。若遇发生事故，应立即报告指导教师。

(2) 实验前应做好预习，明确实验目的和内容。了解实验的基本原理和方法，并做好实验时间的安排，争取按时结束实验。

(3) 备齐实验记录本，养成及时记录的习惯。在实验过程中，凡是观察到的现象和结果及有关的重量、体积、温度或其他数据，应立即如实记录。

(4) 遵守实验课堂纪律，实验室内要保持安静，不许擅自离开岗位。实验前应先检查仪器是否完好无损、实验装置是否正确。在实验过程中要爱护仪器，按实验讲义称量试剂药品，取完药品后，要盖好瓶盖。

(5) 仪器的使用必须严格按照操作规程进行，防止仪器损坏。当仪器出现问题后，应及时报告指导教师。使用过的仪器应及时清理干净。公用仪器、药品、试剂用完要放回原处。不得将实验所用仪器、药品随意带出实验室。

(6) 实验用废弃的固体和液体等应丢入指定地点。绝不能随意乱扔，比如丢入水槽、下水道和窗外，以免影响环境卫生、堵塞通道造成意外。

(7) 自始至终保持桌面、地面、水池清洁。书包、衣物及与实验无关物品应放在指定地点。

(8) 实验完毕后，应及时地认真总结，写好报告。应将提取纯化所得实验“产物”包好，贴上标签（注明日期、样品名称、纯度、mp、bp、TLC、重量等信息），交给指导老师签字。

(9) 实验完毕、值日生要做好清洁卫生工作，检查实验室安全，关好门、窗和水、电、煤气。

二、实验室的安全

在化学化工专业实验中，经常会使用到各种化学药品和仪器设备，以及水、电、煤气，还会经常遇到高温、低温、高压、真空的实验条件和仪器。因此，必须树立必要的安全防护

知识和意识,否则,将会造成生命和财产的巨大损失。

实验室安全无小事!一定要按照规则做实验,不能图省事。对于有危险的操作,一定要做到心中有数并保护好自己。

1. 实验室基本设施使用注意事项

(1) 实验台面 目前,常用的实验台面是基于玻璃纤维布增强的酚醛树脂,其实际耐热大概在 140°C 左右。因此,必须禁止将电炉等较高温度物体直接置于实验台面,以免造成台面难以修复的损坏。

(2) 排水系统 目前主要采用硬质聚氯乙烯管件,其耐温工作温度只有 80°C 左右,且长期接触极性溶剂后会产生开裂破坏。因此,实验室的液体排放必须做到:温度低于 80°C ,有机溶剂必须集中回收处理。千万不要将溶剂或反应物倒入下水道。当不清楚如何处理某种物质时,请先咨询指导教师。如果必须并且可以直接排到下水道时,则一定要在排前、期间和排后用大量清水对下水道进行冲洗,而且应该用通风橱中的下水道。

(3) 安全用电 通常,人体通过 1mA 的交流电流便有发麻或针刺的感觉, 10mA 以上人体肌肉会强烈收缩, 25mA 以上则呼吸困难,就有生命危险。而实验室常用电为频率 50Hz 、 220V 的交流电。因此,为防止触电,应做到:使用电器时,手要干燥。

修理或安装电器时,应先切断电源。电器外壳应接地线,不应用双手同时触及电器,防止触电时电流通过心脏。不能用试电笔去试高压电。若是直流电器设备,应注意电源的正、负极,不要接错。若电源为三相,则三相电源的中性点要接地,这样万一触电时可降低接触电压。另外,接三相电动机时要注意正转方向是否符合,否则,要切断电源,对调相线。一旦有人触电,应首先切断电源,然后抢救。

2. 化学药品的正确使用和安全防护

(1) 防毒 对可燃或毒性液体的随意处理是实验室的安全大忌。有毒化学药品可通过呼吸、消化道和皮肤进入人体而发生中毒现象。在实验室防毒通常要注意的事项有以下几项。

① 在实验前了解所用药品的毒性和防护措施。例如,对于苯、四氯化碳、乙醚、硝基苯等蒸气经常吸入会使人的嗅觉减弱,必须高度警惕。同时,不能将此类溶剂置于敞口烧杯,放在通风橱外;有机溶剂能穿过皮肤进入人体,应避免直接与皮肤接触。

② 有毒气体(如 Cl_2 、 Br_2 、 HCl)应在通风橱中操作。

③ 溢出的水银是非常危险的,应及时向指导教师报告,以便及时进行清除。

(2) 防火 由化学药品或电引起的火灾只能用 CO_2 和干粉灭火器进行灭火。但是,在火患或其他意外事件发生的情况下,不要采取任何可能危害到自己或他人的冒险行动。最重要的是,尽快让指导教师知道所发生的紧急情况。

① 乙醚、酒精、丙酮、二硫化碳、苯等有机溶剂易燃,实验室不得存放过多,或倒入下水道,以免集聚引起火灾。

② 金属钠、钾、铝粉、电石、黄磷以及金属氢化物要注意其使用和存放,尤其不宜与水直接接触。

③ 熟悉安全设备的放置位置和使用方法。万一着火,应冷静判断情况,采取适当措施灭火。可根据不同情况,选用水、沙、泡沫、 CO_2 灭火器灭火。

(3) 防爆 氢、乙烯、乙炔、一氧化碳、水煤气等可燃性气体与空气混合至爆炸极限,一旦有热源诱发,极易发生爆炸,应防止以上气体散失在室内空气中。当大量使用可燃性气体时,应严禁使用明火和可能产生电火花的电器;过氧化物、高氯酸盐、叠氮铅、乙炔铜、三硝基甲苯等易爆物质受震或受热也可能发生爆炸;强氧化剂和强还原剂必须分开存放,使

用时轻拿轻放，远离热源。

(4) 防灼伤 除了高温以外，液氮、强酸、强碱、强氧化剂、溴、磷、醋酸等物质都会灼伤皮肤。应注意不要让皮肤与之接触，尤其防止溅入眼中。水槽处的水龙头可以用来冲洗与腐蚀药品接触的皮肤。

3. 使用高压容器的安全防护

实验常用到高压储气钢瓶和一般受压的玻璃仪器，若使用不当，会导致爆炸。因此，有必要掌握有关高压容器的操作规程和必要的安全防护常识。

(1) 气体钢瓶的识别（颜色相同的要看气体名称，见表 1-1）。

表 1-1 高压气瓶颜色标识

气体类别	瓶身颜色	字 样	表字颜色
氮气	黑	氮	黄
氧气	天蓝	氧	黑
氢气	深绿	氢	红
液氨	黄	氨	黑
二氧化碳	黑	二氧化碳	黄
氯气	草绿	氯	白
乙炔	白	乙炔	红

(2) 气瓶应存放在阴凉、干燥、远离热源的地方，易燃气体气瓶与明火距离不小于 5m；氢气瓶最好隔离。

(3) 气瓶搬运要轻要稳，放置要牢靠。

(4) 各种气压表不得混用。

(5) 氧气瓶严禁油污，注意手、扳手或衣服上的油污。

(6) 气瓶内气体不可用尽，以防倒灌。

(7) 开启气门时应站在气压表的一侧，不要将头或身体对准气瓶总阀，以防万一阀门或气压表冲出伤人。

第二节 学习专业化学实验的目的

专业化学实验是学习、掌握和巩固专业化学知识的一个重要教学环节，掌握好专业化学实验的一些基础技能和知识有利于学生顺利、平稳地从学校走向社会。因此，学习专业化学实验的目的是：

(1) 通过实验，巩固和扩大课堂中所获得的知识，为理论联系实际提供了具体的条件和方法；

(2) 通过实验，培养学生正确地掌握专业实验操作的基本技术，正确地使用常用仪器，获得准确的实验数据和结果；通过实验，培养学生独立工作、思考和解决问题的能力；

(3) 通过实验，还可以培养学生实事求是的科学态度，准确、细致、整洁等良好的工作习惯，培养学生逐步地掌握科学研究的方法。

第三节 学习专业化学实验的方法

要达到专业化学实验的教学目的，必须有正确的学习方法和良好的学习态度。养成良好的学习方法，我们认为大致要做下列三点。

一、实验预习

为了使实验能够获得良好的效果，实验前必须进行预习。预习应达到下列要求：

- (1) 明确实验要达到的目的及检验达到实验目的的方法；
- (2) 阅读实验教材、教科书及相关文献的有关内容；
- (3) 了解实验的内容、步骤、操作过程和实验时应当注意的地方；
- (4) 思考实验前应准备的问题。

总之，实验课前要将实验名称、目的和要求、实验内容与原理、操作方法和步骤等简单扼要地写在记录本中，做到心中有数。

二、细心操作实验及认真做好实验记录

根据实验教材上所规定的方法、步骤和试剂用量来进行操作，并做到下列三点。

(1) 认真操作，细心观察，并把观察到的现象如实地详细记录在实验报告中。实验记录和实验报告不是一回事。实验记录是将实验条件下观察到的现象和实验过程仔细地记录下来。实验中观察到的每个结果和数据都应及时如实地直接用钢笔记在记录本上，并做到原始记录准确、简练、详尽、清楚。

(2) 如果发现实验现象和理论不符合，应认真检查其原因，并细心地重做实验。

(3) 实验中遇到疑难问题而自己难以解释时，可提请指导教师解答。

实验条件下观察到的现象应仔细地记录下来，实验中观测的每个结果和数据都应及时如实地直接记在记录本上，记录时必须使用钢笔，并做到原始记录准确、简练、详尽、清楚。如称量试材样品的重量、滴定管的读数、分光光度计的读数等，都应设计一定的表格准确记下正确的读数，并根据仪器的精确度准确记录有效数字。例如，光密度值为0.050，不应写成0.05。每一个结果至少要重复观测两次以上，当符合实验要求并确知仪器工作正常后再写在记录本上。另外，实验中使用仪器的类型、编号以及试剂的规格、化学式、分子量、准确的浓度等，都应记录清楚，以便总结实验完成报告时进行核对和作为查找成败原因的参考依据。如果发现记录的结果有怀疑、遗漏、丢失等，都必须重做实验。

三、认真书写实验报告

做完实验后，应解释实验现象，并作出结论，或根据实验数据进行计算，完成实验报告，交指导教师审阅。实验报告应该写得简明扼要、整齐洁净。

第四节 实验记录

一、为什么要进行实验记录

进行实验记录的主要原因有以下三个。

(1) 取得原始科学数据。当你完成一个实验时，一个好的实验记录可以使你准确地述说实验过程。特别是对做已失败的新反应时，它有利于检查或查找实验究竟是如何失败的，然

后设计进行一个更成功的实验。注意，实验数据一定要如实记录。

(2) 它能帮助你发现实验数据、理论数据及波谱数据。这些数据可为你写实验报告、发表论文时，提供主要的第一手资料。

(3) 实验记录的目的是为其他的科研人员，而不是做实验本人用的。因此，使用一种容易被他人理解的实验记录形式，为第三者能够继续你的实验研究工作也是非常需要的。他人应能凭之重复实验，观测到同样现象，得到同样结果。

因此，准备实验记录本对实验室中的工作进行记录，实验记录是一本按照时间先后顺序记录实验过程的日记。

二、实验记录的内容

在实验中，准确记录反应的实验过程及获得具体的产物数据是十分重要的。否则，不管应用何种高标准的实验技术，最终都是毫无用处的。下面我们将介绍记录实验数据的样式去记录实验工作、实验过程以及数据中的一些本质特征。

实验过程最好用到实验记录本和实验数据单。实验记录本主要用来记录所进行的实验及详细记录实验进行的经过，实验数据单主要用来记录物理数据或者是合成单个化合物的实验步骤。数据单格式可以根据个人喜好有所不同，但是至少应该包含以下内容：

- (1) 化合物的结构和分子式；
- (2) 合成化合物的步骤；
- (3) 合适的波谱以及附有色谱数据以便能够充分描述化合物的特征；
- (4) 给出光谱图和文献资料。

表 1-2 列出了一个“单个化合物实验数据单”的参考表格。

表 1-2 单个化合物实验数据单

分子式和化学名	
化合物的结构	
合成化合物的步骤	
参考文献	
熔点/沸点	
$[\alpha]_{25}^D$	
色谱数据	
光谱数据(^1H 核磁共振谱、 ^{13}C 核磁共振谱)	
m/z	
最大波数	
最大波长	

做实验记录最重要的一点就是真实、详细地记录实验的工作过程。切忌先做粗略记录，实验过后再添加细节。因为这样做可能会引起很多问题。例如，可能导致原始记录丢失。因为，事后添加细节，事实真相常常会被扭曲，一些看起来不重要的问题也会被你在事后删除。

请记住，实验记录需要的是，你准确记录实验所进行的方式和方法，而不是漂亮的书法。当然，实验记录应当是清晰而易懂的。光谱及色谱技术可以用来检测有机化合物的结构和纯度，因此，收集这些数据是非常有用的。对于每一种化合物，你需要有对这种化合物特征的准确描述。比如熔点数据等都不应当被忽视。表 1-3 为你提供了一个记录“实验记录的内容”参考表格。

表 1-3 实验记录的内容

项 目	说 明
日期	日期必须标明,这是今后查阅的一个非常重要的依据
反应方案	反应方案通常放在每一页的顶部,以便能够快速找到单个实验。注意,在反应方案中,要配平反应方程式,注明试剂的用量(质量或体积,如体积标出密度)、物质的量、来源、纯度和物性参数如熔沸点等。如果反应没有获得预期的产物,应说明;如果其他副产品也获得了,也应该说明 列出反应中的每一种物质的量(包括分子量),一眼就能获得这些信息在下面的实验中是很有用的。如进行质谱分析的时候如果手边有分子量的数据,将会节省很多的时间
文献或参考书	列出所依文献或已做实验
步骤	应当包含所进行实验步骤中的准确说明。包括一些溢出及其他事故。特殊条件下,还要标出如玻璃干燥细节、无氧无水或无光操作等。记录所有相关操作细节(时间、温度、加料方式等);记录所有现象(如颜色、溶解性状态、沉淀、气等)、记录实验后处理工序(萃取、洗涤所用容器、干燥剂、蒸馏时间、压力、温度等)
反应检测	薄层色谱法在反应检测中是应用最为广泛的方法。将薄层色谱图画在记录本上会更加方便。在一些情况下,高效液相色谱、气体色谱法或其他技术也将被用于检测反应的进行
产品提纯的细节	对于色谱分析,包含有吸附剂的量和类型以及所用的溶剂系统。如果用结晶来提纯,则记下所用溶剂和熔点数据。如果是用蒸馏,则需描述蒸馏装置并记录下沸点和压力。记录分离出的每一种化合物的产率。详尽记录纯化步骤(例如,重结晶:溶剂、体积、温度、是否活性炭处理;蒸馏:玻璃仪器、真空度、蒸馏头温度、内温、浴温、每个馏分质量;走柱:溶剂、硅胶量、每级分量和 R_f 值)
附图谱	例如,附上 NMR、IR、MASS 图谱及结构式,谱上注化合物名。当然也包括色谱图,对水性化合物还包括消旋样分离色谱、旋光物分离色谱等
结论、实验体会、改进建议	结语,实验结果,解释,可能改进建议 做总结、写实验心得,特别是写实验心得是很重要的一个环节。比如当我们在实验中看到某个特殊现象,当时的思考会很深入,而且想法会很清晰,但时间一长想法就很容易淡忘。因此,每次实验后,在数据记录后附上心得很重要。如果失败了,是怎么失败的? 问题最可能出在哪里? 成功了,成功经验在哪里?

第五节 《化学化工专业实验》报告的书写格式与要求

实验报告是实验结束后对实验结果的整理和总结。实验结束后,应及时整理和总结实验结果,写出实验报告。按理说,按照实验内容,实验报告可分为定性和定量两大类。

在定性实验报告中,应包括实验名称、实验目的。要求是针对该次实验课的全部内容而必须达到的目的和要求。在完成实验报告时,可以按照实验内容分别写实验原理、实验操作方法、结果与讨论等。原理部分应简述基本原理。操作方法(或步骤)可以用流程简图的方式或自行设计的表格来表示。结果与讨论包括实验结果及观察现象的小结、对实验中遇到的问题和思考题进行探讨,以及对实验的改进意见等。

而定量实验报告中,对目的和要求、原理以及操作方法部分应简单扼要地叙述,但是对于实验条件(试剂配制及仪器)和操作的关键环节必须写清楚。对于实验结果部分,应根据实验课的要求将一定实验条件下获得的实验结果和数据进行整理、归纳、分析和对比,并尽量总结成各种图表,如原始数据及其处理的表格、标准曲线图以及比较实验组与对照组实验结果的图表等。另外,还应针对实验结果进行必要的说明和分析。在讨论部分可以包括的内容有:关于实验方法(或操作技术)和有关实验的一些问题,如实验的正常结果和异常现象以及思考题进行探讨,对于实验设计的认识、体会和建议,对实验课的改进意见等。

因此,根据上述,建议专业实验报告的内容至少应包括表 1-4 中的内容。

表 1-4 实验报告

实验序号 _____		
实验名称 _____		
专 业 _____	实验日期 _____	报告日期 _____
班 级 _____	学生姓名 _____	学 号 _____
实验地点 _____		
指导教师 _____		实验成绩 _____

一、实验目的和要求

二、内容与原理

三、主要仪器及试剂配制

四、操作方法、实验步骤、实验现象

五、结果分析与数据处理

六、结果与讨论

七、思考题

八、你对完成该实验的体会、建议

说明：

1. 报告应条理清楚、文字简练、结论明确、书写整洁。尽量用简图、表格、化学式、符号等表示。

2. 在交实验报告时，应将所合成的产品标明重量、物性等同时上交，并将计算结果与理论值比较，分析产生误差的原因。

第六节 有关实验操作禁忌

实验室规则不是教条，而是真正为了实验安全设计的一些条文，因此只有很好地遵守，才不会留下遗憾。实验安全是实验中永远的主题！

一、溶剂处理的潜在危险

(1) 溶剂无水处理前，一定要预处理。对于低沸点的溶剂，如乙醚、正戊烷等一定要先用干燥剂预先干燥，然后再加入钠丝进行回流，并且加热不能过快、过高。因为，一旦溶剂里面的含水量过大，生成氢气会很剧烈，溶剂极易冲出体系，然后遇见明火或正在加热的电阻丝，发生爆炸。

对于醚类溶剂，一般要避免震动（以防过氧化物存在时引起爆炸），同时要加入还原剂，除掉生成的过氧化物。

用钠处理的溶剂和卤代烷溶剂（例如二氯甲烷）处理装置不能公用一个与大气相连的装置。这样做很有可能出现密度较大的卤代烷，会顺着相同的管道，进入用钠丝干燥的溶剂体系。一旦出现这样的事情，会有爆炸。

(2) 废溶剂的处理。绝对不要将酸性液体和碱性液体或氧化性液体和还原性液体混装，这样非常危险！千万不要将溶剂或反应物倒入下水道，包括酸、碱以及所有的有毒废液，比如砷试剂都严禁倒入下水道。对可燃或毒性液体的随意处理是实验室的安全大忌。事故往往产生于麻痹大意和不按照安全规则操作。所有有机的废液都要放入废液缸。

二、实验操作的潜在危险

(1) 反应前，一定要检查仪器有无裂痕。特别是对于反应体系气压有变化大的反应。对于加热、生成气体的反应，一定要小心不要成了封闭体系。

(2) 对于容易爆炸的反应物，如过氧化物、叠氮化合物、重氮化合物，在使用的时候一定要小心，小心加热，小心量取及小心处理。要避免由于震动而引起爆炸。这中间也包括空气对易爆炸物的冲击。例如有人用旋转蒸发仪浓缩含有过氧化物的溶液，完毕后，由于他不是小心地把空气放入，而是一下子就通气，结果由于空气的撞击引发爆炸。

(3) 所用样品一定要贴上标签，即使记忆力再好也要贴。

(4) 加热试管一定不能集中加热，试管口不得对准人，严防液体过热而冲料。

(5) 氯仿、四氯化碳、甲醇以及苯等高危溶剂，或者盐酸等强刺激性气体使用时要注意排气通风。

(6) 减压蒸馏是有危险存在的操作。减压蒸馏时，必须戴上防护用具如护目镜，以防玻璃器皿爆裂而击伤到人。

(7) 在进行任何的溶剂回流操作时都不要忘记加入沸石，反应中如果忘记加入沸石，在液体很热的时候也禁止补充加入沸石！否则此时加入沸石会激发液体的本身过热能量，造成液体冲料，造成不堪设想的后果。

(8) 酸式滴定管禁止使用碱性物质，以免腐蚀磨砂玻璃；碱式滴定管严禁使用强氧化试剂比如高锰酸钾、重铬酸钾；如果是中性物质，尽量用碱式滴定管。

(9) 硫酸、硝酸等氧化性酸，使用时要注意安全，如果不小心滴在身上，要使用水清洗，然后再用碳酸氢钠液洗涤。不要因为酸的浓度很低而忽视清洗，因为随着水分的蒸发，硫酸的浓度增高，而会使得原来的稀硫酸同样变成浓硫酸。

(10) 严禁所有的有机溶剂在烧瓶内直火加热，这是最危险的，如果有溶剂外露或者瓶底破裂，易造成操作人员非常危险。

第二章 专业实验技术知识

第一节 实验室常用化学试剂介绍

1. 试纸

试纸是浸过指示剂或试剂溶液的小干纸片，用以检验溶液中某种化合物、元素或离子的存在，也有用于医疗诊断。

2. 指示剂

指示剂是由某些物质存在的影响而改变自己颜色的物质。主要用于容量分析中指示滴定的终点。一般可分为酸碱指示剂、氧化还原指示剂、吸附指示剂等。指示剂除用于分析外，也可用来检验气体或溶液中某些有害、有毒物质的存在。

3. 分析试剂

分析试剂是化学分析中供元素的测定、分离、富集用的沉淀剂、萃取剂、螯合剂以及指示剂等专用的化学品，其纯度比工业品高，杂质少。

4. 基准试剂

基准试剂是纯度高、杂质少、稳定性好、化学组分恒定的化合物。在基准试剂中有容量分析、pH 测定、热值测定等分类。每一分类中均有第一基准和工作基准之分。凡第一基准都必须由国家计量科学院检定，生产单位则利用第一基准作为工作基准产品的测定标准。目前，商业经营的基准试剂主要是指容量分析类中的容量分析工作基准。一般用于标定滴定液。基准试剂可用于直接配制标准溶液或用于标定溶液浓度。

5. 标准物质

标准物质 (reference material, RM) 的定义表述为：已确定其一种或几种特性，用于校准测量器具、评价测量方法或确定材料特性量值的物质。目前，我国的化学试剂中只有滴定分析基准试剂和 pH 基准试剂属于标准物质。标准物质是用于化学分析、仪器分析中作对比的化学物品，或是用于校准仪器的化学品。其化学组分、含量、理化性质及所含杂质必须已知，并符合规定或得公认。

6. 标准溶液

标准溶液是已确定其主体物质浓度或其他特性量值的溶液。

化学实验中常用的标准溶液有滴定分析用标准溶液、仪器分析用标准溶液和 pH 测量用标准缓冲溶液。其配制方法如下。

(1) 由基准试剂或标准物质直接配制 用分析天平准确称取一定量的基准试剂和标准物质，溶于适量的水中，再定量转移到容量瓶中，用水稀释至刻度。根据称取的质量和容量瓶的体积，计算它的准确浓度。

(2) 标定法 很多试剂不宜用直接法配制标准溶液，而要用间接的方法，即标定法。先配制出近似所需浓度的溶液，再用基准试剂或已知浓度的标准溶液标定其准确浓度。

(3) 缓冲溶液 缓冲溶液就是一种抵御少量强酸、强碱和水的稀释而保持体系 pH 基本不变的溶液。

7. 微量分析试剂

微量分析试剂适用于被测定物质的许可量, 仅为常量百分之一 (质量约为 1~15mg, 体积约为 0.01~2mL) 的微量分析用的试剂。

8. 有机分析标准品

有机分析标准品是测定有机化合物组分和结构时用作对比的化学试剂。其组分必须精确已知。也可用于微量分析。

9. 农药分析标准品

农药分析标准品适用于气相色谱法分析农药或测定农药残留量时作对比物品。其含量要求精确。有由微量单一农药配制的溶液, 也有多种农药配制的混合溶液。

10. 原子吸收光谱标准品

原子吸收光谱标准品是在利用原子吸收光谱法进行试样分析时作为标准用的试剂。

11. 色谱用试剂

色谱用试剂是指用于气相色谱、液相色谱、气液色谱、薄层色谱、柱色谱等分析法中的试剂和材料, 有固定相、流动相, 如气体、溶剂等。

12. 核磁共振测定溶剂

核磁共振测定溶剂主要是氘代溶剂, 是在有机溶剂结构中的氢被氘 (重氢) 所取代了的溶剂。在核磁共振分析中, 氘代溶剂可以不显峰, 对样品作氢谱分析不产生干扰。

13. 光谱纯

光谱纯试剂通常是指经发射光谱法分析过的、纯度较高的试剂。

14. 分光纯

分光纯试剂是指使用分光光度分析法时所用的溶液, 有一定的波长透过率, 用于定性分析和定量分析。

15. 生化试剂

生化试剂是指有关生命科学研究的生物材料或有机化合物, 以及临床诊断、医学研究用的试剂。

第二节 实验室常用有机溶剂的干燥方法

由于多种原因, 一般的溶剂总会含有杂质 (除非注明是高纯溶剂)。通常, 这些溶剂中的杂质如果对溶剂的使用目的没有什么影响的话, 我们可以直接使用。然而, 情况往往是: 我们在使用溶剂前很难预计这些溶剂中的杂质可能会对使用的目的带来什么影响, 特别是在进行一些化学反应时。因此, 在进行化学实验和进行一些特殊的化学反应前, 必须将溶剂中的杂质除去。对溶剂除去杂质的操作称为溶剂的干燥及提纯。严格干燥过的溶剂必须保存在惰性气体下。

溶剂精制的第一步是要对溶剂进行脱水, 然后再除去溶剂中的其他杂质。

使用合适的纯溶剂对于反应的成功是极其重要的。记住, 所需要溶剂的纯度和干燥的程度, 完全取决于我们需要的应用场合。例如, 实验室最常用的溶剂级别是化学纯级别的, 其纯度通常是 97%~99%。这种级别的溶剂通常带有少量的水和其他具有挥发性的化合物, 这种纯度级别对于萃取和一些化学反应的处理已经足够了。然而, 在有些应用中, 则要求使用高纯度的溶剂。例如, 有机金属化合物参与的反应如, 格氏试剂、有机锂、金属氢化物要求使用不含水的溶剂; 光谱用溶剂, 尤其是用于核磁共振谱和紫外光谱的溶剂应当具有高纯度。“光谱等级”的溶剂尤其适合于紫外光谱, 因为吸收紫外线的不纯物被驱除了; 应用于