

中等专业学校教材

化学实验技术基础(Ⅱ)

实验报告

班 级 _____
组 号 _____
姓 名 _____

化学工业出版社

· 北 京 ·

目 录

实验 4-1 苯甲醇密度测定	1
* 实验 4-2 三氯甲烷的密度测定	3
实验 4-3 沸点测定	5
实验 4-4 熔点测定	7
* 实验 4-5 凝固点降低法测萘的摩尔质量	9
实验 4-6 聚乙二醇相对分子质量的测定	11
实验 4-7 异丙醇饱和蒸气压的测定	13
实验 4-8 丙酮和 1,2-二氯乙烷混合物折光曲线的测定	16
实验 4-9 葡萄糖旋光性和变旋光现象	18
* 实验 4-10 表面张力的测定	20
实验 5-1 乙酰苯胺的重结晶	22
实验 5-2 非水溶剂重结晶法提纯硫化钠	24
* 实验 5-3 粗萘的提纯	26
实验 5-4 简单蒸馏	28
实验 5-5 苯乙酮的减压蒸馏	30
实验 5-6 八角茴香的水蒸气蒸馏	32
实验 5-7 丙酮和 1,2-二氯乙烷混合物的分馏	34
实验 5-8 植物色素的提取及色谱分离	36
* 实验 5-9 三组分混合物的分离	38
* 实验 5-10 从茶叶中提取咖啡因	40
实验 5-11 离子交换法制备实验室用纯水	42
* 实验 5-12 氨基酸的分离鉴定	44

06-3/16-2

实验 4-1 苯甲醇密度测定

室温_____ 大气压_____ 日期_____ 指导教师_____ 实验成绩_____

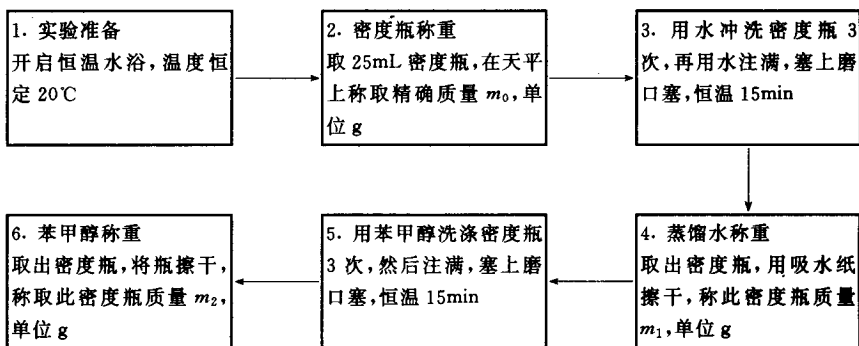
一、实验目的

二、实验原理

在_____时,分别测定充满同一密度瓶的_____及_____的质量,由_____的质量可确定密度瓶的容积,即苯甲醇的体积。根据苯甲醇的_____和_____即可计算出它的密度。

三、仪器与药品

四、实验步骤



五、实验记录

m_0/g	m_1/g	m_2/g

六、数据处理

计算苯甲醇的密度 (或相对密度):

七、讨论

思考题

1. 注满样品的密度瓶在恒温水浴中的保温时间控制 5min 是否可以，为什么？
2. 在密度瓶称重以前，需要将瓶体上的样品及水擦干，此时用手将整个密度瓶体握住来擦是否正确，为什么？
3. 密度瓶中有气泡，将会使测定结果偏低还是偏高？

* 实验 4-2 三氯甲烷的密度测定

室温_____ 大气压_____ 日期_____ 指导教师_____ 实验成绩_____

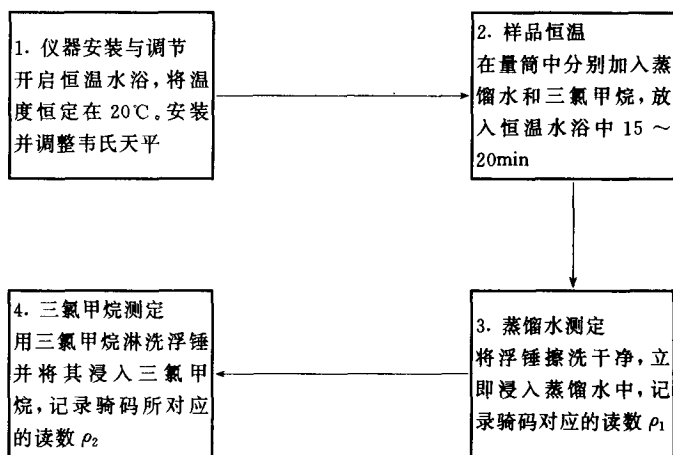
一、实验目的

二、实验原理

在 20℃ 时, 分别测量_____在水及样品中的_____。由于浮锤所排开的水的体积与所排开的样品的体积相同, 所以根据_____即可计算出样品的密度。

三、仪器与药品

四、实验步骤



五、实验记录

ρ_1	ρ_2

六、数据处理

计算 20℃ 时三氯甲烷的密度:

七、讨论

实验 4-3 沸点测定

室温_____ 大气压_____ 日期_____ 指导教师_____ 实验成绩_____

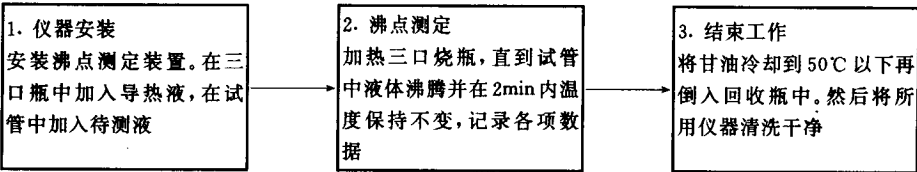
一、实验目的

二、实验原理

以_____的方式使试管中的样品从室温逐渐升温至沸腾。通过观察液体的_____温度确定液体的沸点。

三、仪器与药品

四、实验步骤



五、实验记录

样品	测量温度计读数 t_1	辅助温度计读数 t_4	气压计读数 p_t	室温 $^{\circ}\text{C}$	露颈 h
环己烷					
未知样					

六、数据处理

按第二节三中所述方法进行沸点校正，最后结果填入下表

样 品	实测沸点/ $^{\circ}\text{C}$	校正沸点/ $^{\circ}\text{C}$	文献值沸点/ $^{\circ}\text{C}$
环己烷			
未知样			

七、讨论

思考题

1. 实验中所用的试管为什么一定要有侧孔，没有侧孔可以吗？
2. 三口瓶上所用的胶塞有一个要开出气槽，为什么？
3. 测量温度计应安装在什么位置？将其插入液体中是否合适，为什么？
4. 什么叫沸点？具有恒定沸点的液体一定是纯物质吗？

实验 4-4 熔点测定

室温_____ 大气压_____ 日期_____ 指导教师_____ 实验成绩_____

一、实验目的

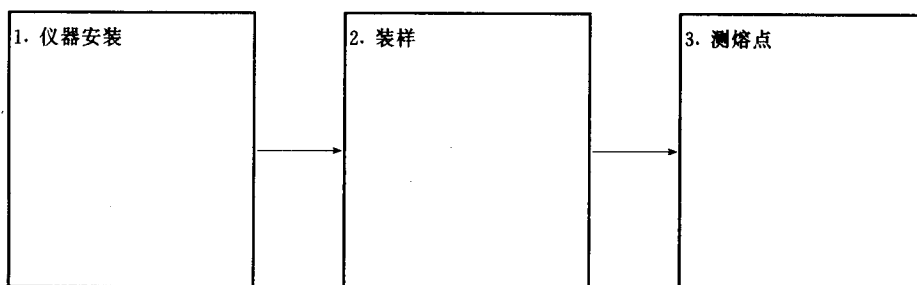
二、实验原理

以加热的方式，使熔点管中的样品从_____的温度逐渐升温至_____的温度，通过目视观察_____温度，以确定样品的熔点范围。

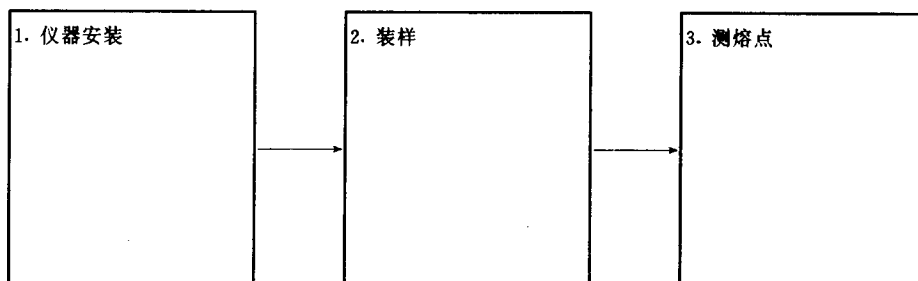
三、仪器与药品

四、实验步骤

方法（一）



* 方法（二）



五、实验记录

样 品	测量温度计读数		平均值 t_1	辅助温度计读数	平均值 t_2	露茎 h
苯甲酸	第一次					
	第二次					
尿 素	第一次					
	第二次					
未知样	第一次					
	第二次					

六、数据处理

按第三节中所述方法进行熔点校正，将结果填入下表中

样 品	实测熔点（平均）	校正熔点	文献值
苯甲酸			
尿 素			
未知样			

七、讨论

思考题

- 熔点测定有哪些方面的应用？
- 用已测定过熔点的毛细管冷却后再次测定，可以节约时间和材料，这样做可以吗？
- 如果实验测定的熔点与文献值不符，可能有哪些原因？
- 用毛细管测熔点时，下述情况将会导致什么结果？
 - 升温太快；
 - 样品未干燥或含有不熔杂质；
 - 熔点管不洁净或太粗；
 - 熔点管底部未完全封闭；
 - 样品碾得不细或装得不紧。

* 实验 4-5 凝固点降低法测萘的摩尔质量

室温_____ 大气压_____ 日期_____ 指导教师_____ 实验成绩_____

一、实验目的

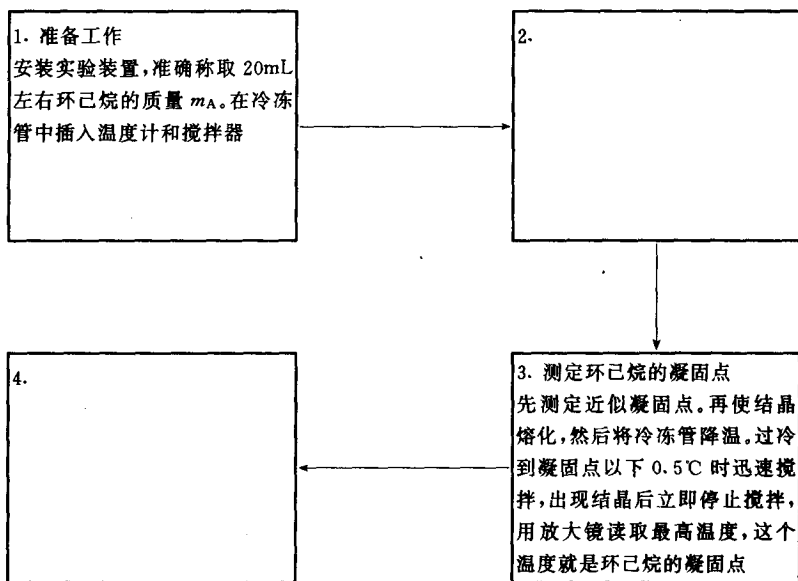
二、实验原理

含非挥发性溶质的二组分稀溶液(当溶剂与溶质不生成固溶体时)的凝固点将_____纯溶剂的凝固点。当指定了溶剂的种类和数量后,凝固点的降低值仅取决于_____,这是稀溶液的依数性质之一。由此原理可推导得到溶质分子量与凝固点降低值之间的关系式为:

本实验通过精确测定_____,进而计算得到溶质的摩尔质量 M_B 。

三、仪器与药品

四、实验步骤



五、实验记录

样 品	质量/g	凝 固 点/℃			
		第一次	第二次	第三次	平均值
环己烷	$m_A =$				$T_A =$
萘	$m_B =$				$T_B =$

六、数据处理

$$\Delta T_f = T_A - T_B$$

$$K_f = 20 \text{K} \cdot \text{kg} \cdot \text{mol}^{-1}$$

计算萘的摩尔质量 ($\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$)

七、讨论

思考题

1. 实验装置中为什么要使用外套管?

2. 为什么测定纯溶剂的凝固点时, 过冷程度大一些对测定结果影响不大, 而测定溶液凝固点时, 却必须尽量减小过冷程度?

实验 4-6 聚乙二醇相对分子质量的测定

室温_____ 大气压_____ 日期_____ 指导教师_____ 实验成绩_____

一、实验目的

二、实验原理

粘度法测定高聚物相对分子质量的原理是基于半经验的麦克 (H. Mark) 公式

对于确定的高聚物—溶剂体系，在一定的_____下， K 和 α 可视为常数，因此只要知道溶液的_____粘度 $[\eta]$ ，就可以求出高聚物的粘均相对分子质量 M 。

高聚物溶液在适当的浓度范围内，增比粘度 η_{sp} 和相对粘度 η_r 与溶液浓度 c 之间符合下列经验关系：

$$\eta_{sp}/c = [\eta] + K [\eta]^2 c$$

$$\ln \eta_r / c = [\eta] + \beta [\eta]^2 c$$

这是两直线方程，通过_____对 c 作图，外推 $c=0$ 时，两直线交纵轴于一点 $[\eta]$ 。因此，通过在同一温度下对 4~5 个不同浓度高聚物溶液粘度的测定，即可用图解法求得 $[\eta]$ ，进而求出 M 。

三、仪器与药品

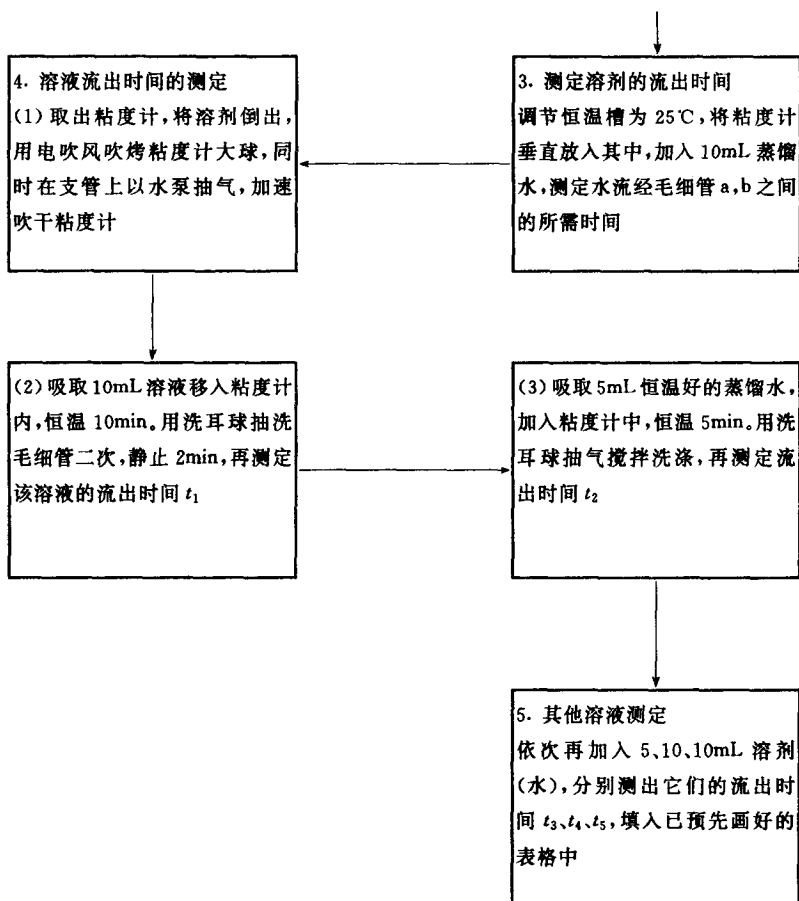
四、实验步骤

1. 溶液的配制

准确称取约 2g 样品，用蒸馏水加热溶解，将其移入容量瓶中稀释至刻度。同时在磨口锥形瓶中加入 80mL 左右蒸馏水，两瓶同时恒温

2. 洗涤粘度计

先用洗液灌入粘度计内浸洗，然后倾去洗液，顺次用自来水、蒸馏水冲洗干净



五、实验记录及数据处理

溶液浓度 c _____, 实验温度 _____。

试样		流出时间/s				η_r	$\ln \eta_r$	η_{SP}	η_{SP}/c	$\ln \eta_r/c$
		①	②	③	平均值					
溶剂	c_0									
溶液	$c_1=1$									
	$c_2=\frac{2}{3}$									
	$c_3=\frac{1}{2}$									
	$c_4=\frac{1}{3}$									
	$c_5=\frac{1}{4}$									

计算公式:

$$\eta = \frac{t}{t_0} \eta_0 \quad \eta_r = \frac{\eta}{\eta_0} = \frac{t}{t_0} \quad \eta_{SP} = \eta_r - 1$$

六、作图

作 $\frac{\eta_{SP}}{c} \sim c$ 图和 $\frac{\ln \eta_r}{c} \sim c$ 图, 并外推至 $c=0$, 求出 $[\eta]$ 的值。

实验 4-7 异丙醇饱和蒸气压的测定

室温_____ 大气压_____ 日期_____ 指导教师_____ 实验成绩_____

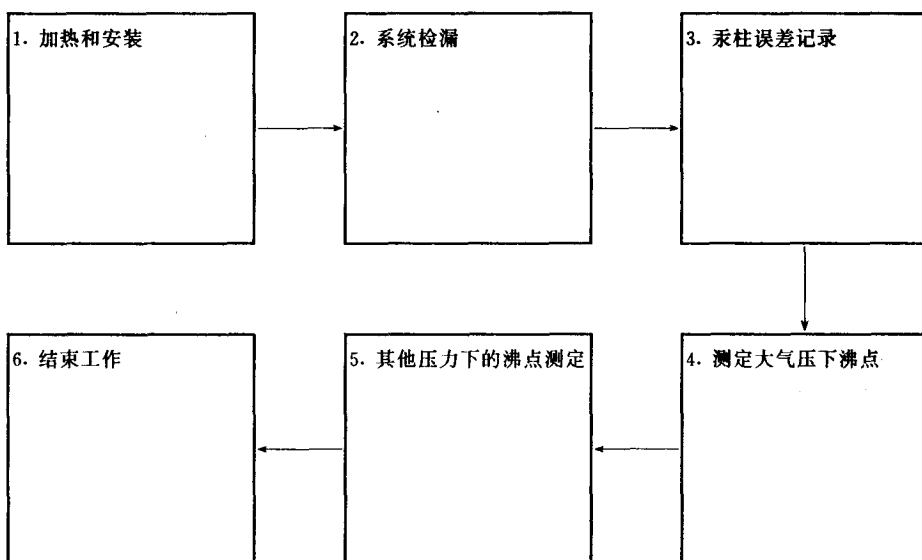
一、实验目的

二、实验原理

在一个真空密闭的容器中，液体很快地和它的蒸气建立动态平衡，即蒸气分子
_____的速度相等，此时液面上的蒸气压就是液体
在此温度时的_____。液体的蒸气压与温度有一定的关系，温度升高，分子运
动加剧，因而在单位时间内从液相进入气相的分子数增加，蒸气压就增大。静态法测蒸气压
的方法是利用调节外压（利用真空泵调节）与调节温度（本实验靠自然冷却降温）以平衡液
体蒸气压，并利用等位计进行测定。

三、仪器与药品

四、实验步骤



五、实验记录

气压计读数_____ 大气压力校正值_____ 汞柱误差 ($\Delta h''$) _____

精密温度计示值/℃	U 型压力计示值/mmHg		压差 $\Delta h'$ mmHg
	左 侧	右 侧	

六、数据处理

$t/^\circ\text{C}$	T/K	$\frac{1}{T} \times 10^3$	$\Delta h = \Delta h' \pm \Delta h''$ mmHg	$\Delta h/\text{Pa}$	饱和蒸气压 p/Pa	
					$p = p_{\text{大气}} - \Delta h$	$\lg p$

七、作图

以 $\lg p$ 对 $\frac{1}{T} \times 10^3$ 作图。

八、计算

- (1) 求直线的斜率、异丙醇的平均摩尔汽化热。
- (2) 用克拉贝龙定积分式求异丙醇的正常沸点。

(3) 异丙醇正常沸点的文献值为 82.4°C (101.325kPa)，将此数值与实验计算所得的正常沸点进行比较，求实验误差。

九、讨论

思考题

1. 为什么在测定前必须把等位计储管内的空气赶净？
2. 如何检查系统是否漏气？能否在升温加热的过程中检查漏气？
3. 实验过程中大气压力的变化对实验结果会有影响吗？