

揭阳职业技术学院

Jieyang Polytechnic

教 案

系（部）： 化学工程系

讲授课程： 物理常数检测

任课教师： 余细红

专业班级： 分析检验技术 251、251（3+）

授课学期： 2025-2026 学年第一学期

揭阳职业技术学院化学工程系

分析检验技术教研室

授课日期	第3周	教案编号	01
课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、(3+) 251
教材名称	物理常数测定技术		
授课题目	绪论		
授课学时	2节(<input checked="" type="checkbox"/>)；3节()；其它()		
课 型	理论(<input checked="" type="checkbox"/>)；实验()；见习()；实训()；其它(<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学目的	理解物理常数测定技术的任务、作用及特点 培养家国情怀：通过介绍学科发展史和相关科学家的贡献，增强学生的民族自豪感和 社会责任感		
教学重点	物理常数测定技术的课程目标		
教学难点	物理常数测定技术的特点		
教学方法	讲授(<input checked="" type="checkbox"/>)；讨论(<input checked="" type="checkbox"/>)；指导()；示教()；其它()		
电子教案	有(<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint(<input checked="" type="checkbox"/>)；Author ware()；其它()	
	无()		
教学资源	多媒体(<input checked="" type="checkbox"/>)；模型()；标本()；实物(<input checked="" type="checkbox"/>)；音像(<input checked="" type="checkbox"/>)； 其它()		
思考题	见教材		
作 业	原始数据表设计、数据处理		

绪论

一、物理常数测定技术的任务、作用

1、物理常数：任何纯物质都有一定的表征其特点的物理性质，这些性质在一定的条件下通常都具有固定的数值，俗称物理常数。

2、物理常数测定技术：运用有机化学、分析化学、仪器分析的理论知识和检测手段，研究有机化合物的上述特征常数的测定方法。

3、物理常数测定技术的任务：向学生系统讲授样品的采集、制备和分解方法，各类样品中各种物理常数的测定方法，以及分析结果的计算方法和审查方法，同时进行实际样品的分析测定操作训练，使学生掌握获得正确分析数据的基本过程和基本方法，切实培养他们分析问题和解决问题的能力。

二、物理常数测定技术的特点

1、识读标准

2、设计分析过程，完成分析操作

3、准确处理数据，编写实验报告

三、物理常数测定技术的发展趋势

四、物理常数测定技术的课程目标和要求

培养学生将化学分析和仪器分析的基础知识、基本理论、基本计算技巧和实验技术综合运用用于各类化学品的物理常数检测。

培养学生严谨的科学态度、规范化的操作技能，良好的实验习惯，并在分析问题和解决问题、实验技能、实验设计、创新意识与创新能力等方面有较大的提高。

能掌握将个别孤立物质的分析方法应用于复杂多变的实际样品分析的方法技巧，从而较全面、系统地认识工业分析的本质和规律；

能熟练掌握进行工业样品分析的基本实验操作技能和方法；具有进行分析方法研究的基本知识和基本能力，为后续专业课程的学习奠定扎实的基础。具体要求如下：

1. 熟悉物质的物理性质；
2. 掌握对各类物质进行物理常数和物理性能检测的原理；
3. 掌握对物质的物理常数和物理性能检测时仪器的使用规程；
4. 熟悉对样品的采集及预处理方法；
5. 掌握分析数据的处理方法；

6. 掌握对分析结果的评价方法。

授课日期	第 4-5 周		教案编号	02
课程名称	物理常数检测		专业班级	分析检验技术 251、(3+) 251
教材名称	物理常数测定技术			
授课题目	熔点及熔融范围测定			
授课学时	2 节 () ; 3 节 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)			
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)			
教学目的	熔点及熔融范围测定方法、国标学习 熔点仪装置的使用 原始数据表设计及数据处理 树立安全意识、培养环保意识、提升专业自豪感。			
教学重点	熔点仪的使用 原始数据表设计及数据处理			
教学难点	熔点及熔融范围测定国标学习 数据处理			
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()			
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint (<input checked="" type="checkbox"/>) ; Author ware () ; 其它 ()		
	无 ()			
教学资源	多媒体 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 音像 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 ()			
思 考 题	见教材			
作 业	原始数据表设计、数据处理			
教学后记	教学内容与工作实际对接			

熔点测定

晶体化合物的固、液两态在大气压力下成平衡时的温度称为该化合物的熔点。也可简单理解为固体物质在大气压力下加热熔化的温度。纯粹的固体有机化合物一般都有固定的熔点，即在一定的压力下，固液两态之间的转化是非常敏锐的，自初熔至全熔的温度不超过 $0.5\sim 1^{\circ}\text{C}$ (熔程)。因此，测定熔点时记录的数据应该是熔程(初熔和全熔的温度)，如 $123\sim 124^{\circ}\text{C}$ ，不能记录平均值 123.5°C 。如果该物质含有杂质，则其熔点往往较纯粹者为低，且熔程较长。测定熔点可初步鉴定固体有机物和定性判断固体化合物的纯度，具有很大的价值。例如：A和B两种固体的熔点是相同的，可用混合熔点法检验A和B是否为同一种物质。若A和B混合物的熔点不变，则A和B为同一物质；若A和B混合物的熔点比各自的熔点降低很多，且熔程变长，则A和B不是同一物质。

测定熔点的方法有毛细管法和显微熔点测定法。

一、基本概念

- 1.熔点：在标准大气压下，固态与液态处于平衡状态的温度。
- 2.熔化：固态物质受热时，从固态转变成液态的过程。
- 3.熔点范围或熔距、熔程：物质从开始熔化到全部熔化的温度范围。

在有机化学领域中，熔点测定是确定物质类型和物质本性的基本手段，也是纯度测定。

纯粹的固体有机化合物一般都有固定的熔点。

纯物质的熔程一般不超过 $0.5\sim 1^{\circ}\text{C}$ 。

如果该物质含有杂质，则其熔点往往较纯粹物质低，且熔程也较宽。

二、熔点与有机物本质的关系

- ①同系物中熔点随相对分子质量的增大而增高。
- ②分子中引入能形成氢键的官能团后，熔点也会升高
- ③分子结构越对称，越有利于排成规则的晶格，有更大的晶格力，所以熔点越高。

三、熔点测定的方法

(一) 毛细管法测熔点

毛细管法测定熔点一般采用提勒(Thiele)管(b形管),如图1所示。管口装有具有侧槽的塞子固定温度计，温度计的水银球位于b形管的上下两叉管口之间。b形管中装入加热液体(浴液，一般用甘油、液体石蜡、浓硫酸、硅油等)，液面高于上叉管口 0.5cm 即可，加热部位如图2-31b所示。加热时浴液因温差产生循环，使管内浴液温度均匀。

1. 样品的填装

将毛细管的一端封口，把待测物研成细粉末，将毛细管未封口的一端插入粉末中，使粉末进入毛细管，再将其开口向上的从大玻璃管中垂直滑落，熔点管在玻璃管中反弹蹦跳，使样品使粉末进入毛细管的底部。重复以上操作，直至毛细管底部有 2~3mm 粉末并被墩紧。样品粉碎不够细或填装不结实，产生空隙导致不易传热，造成熔程变大。样品量太少不便观察，产生熔点偏低；太多会造成熔程变大，熔点偏高。

2. 仪器的安装

将提勒(Thiele)管(b 形管)固定在铁架台上，装入热浴液，使液面高度达到提勒管上侧管时即可。熔点管下端沾一点润湿后黏附于温度计下端，并用橡皮圈将毛细管紧缚在温度计上，样品部分应靠在温度计水银球的中部(如图 1c)。温度计水银球恰好在提勒管的两侧管中部为宜。要注意的是熔点管外的样品粉末要擦干净以免污染热浴液体，如果发现装好样品的毛细管浸入浴液后，样品变黄或管底渗入液体，说明为漏管，应弃去，另换一根熔点管。

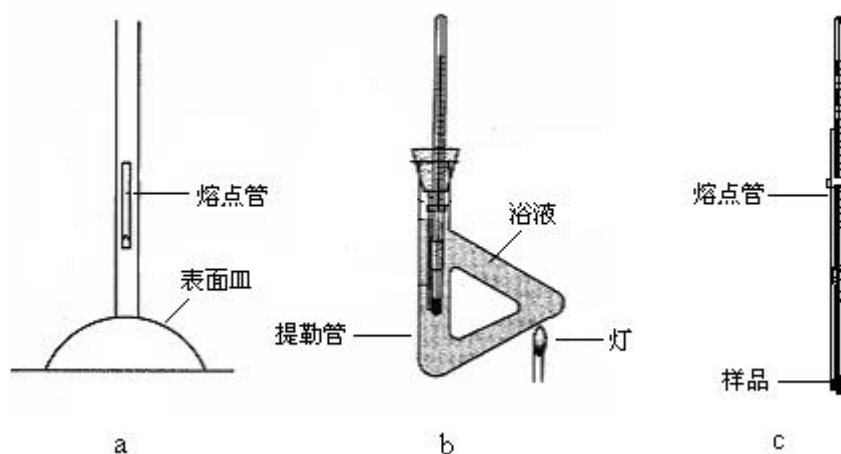


图 1 毛细管熔点测定示意图

装置中用的热浴液(加热介质)，可根据所需的具体的温度，选用硫酸、甘油、液体石蜡和硅油等。预计温度低于 140°C ，最好选用液体石蜡和甘油，好的液体石蜡可加热到 220°C 不变色；若预计温度高于 140°C ，可选用浓硫酸。选用使用硫酸作加热浴液要特别小心，不能让有机物碰到浓硫酸，否则使溶液颜色变深，有碍熔点的观察。若出现这种情况，可加入少许硝酸钾晶体共热后使之脱色。采用浓硫酸作热浴，适用于测熔点在 220°C 以下的样品。若要测熔点在 220°C 以上的样品可用其它热浴液，如硅油可加热到 250°C 而不变色，安全无腐蚀性，但价格较贵。

3. 测定熔点

首先粗测，以每分钟约 5°C 的速度升温，记录当管内样品开始塌落即有液相产生时(初熔)和样品刚好全部变成澄清液体时(全熔)的温度，此读数为该化合物的熔程。

待热浴的温度下降大约 30°C 时，换一根样品管，重复上述操作进行精确测定。

精确测定时，开始升温可稍快(每分钟上升约 10°C)，待热浴温度离粗测熔点约 15°C 时，改用小火加热(或将酒精灯稍微离开 Thiele 管一些)，使温度缓缓而均匀上升(每分钟上升 $1\sim 2^{\circ}\text{C}$)。当接近熔点时，加热速度要更慢，每分钟上升 $0.2\sim 0.3^{\circ}\text{C}$ 。要精确测定熔点，则在

接近熔点时升温的速度不能太快，必须严格控制加热速度。

记录刚有小滴液体出现和样品恰好完全熔融时的两个温度读数。这两者的温度范围即为被测样品的熔程。

每个样品测 2~3 次，初熔点和全熔点的平均值为熔点，再将各次所测熔点的平均值作为该样品的最终测定结果。重复测熔点时都必须用新的熔点管重新装样品。

实验完成后，一定要待熔点浴冷却后，方可将浓硫酸倒回瓶中。温度计冷却后，用废纸擦去硫酸，方可用水冲洗，否则温度计极易炸裂。

4.影响毛细管法测熔点的主要因素

(1) 熔点管本身要干净，若如含有灰尘，会产生 4~10℃ 的误差。管壁不能太厚，封口要均匀。千万不能让封口一端发生弯曲或使封口端壁太厚。因此在毛细管封口时，毛细管按垂直方向伸入火焰，且长度要尽量短，火焰温度不宜太高，最好用酒精灯，断断续续地加热，封口要圆滑，以不漏气为原则。

(2) 样品一定要干燥，并要研成细粉末，往毛细管内装样品时，一定要反复墩实，管外样品要用卫生纸擦干净。

(3) 用橡皮圈将毛细管缚在温度计旁，并使装样部分和温度计水银球处在同一水平位置，同时要使温度计水银球处于 b 形管两侧管中心部位。

(4) 升温速度不宜太快，特别是当温度将要接近该样品的熔点时，升温速度更不能快。升温速度过快应慢，热传导不充分，导致所测熔点偏高。

(二) 显微熔点测定仪测熔点

显微熔点测定仪有两种，透射式和反射式。透射式光源在热台的下面，热台上有个孔，光线从孔中透上来，视野便于观察，但热台中心有孔，热电偶不能测量热台中心的温度，因此有时温度测的不准。反射式光源在侧上方，使用的时开灯直接照射加热台，目前显微熔点测定仪多是这种结构，反射式有时视野不清不便观察，但温度测的准，制造也比较简单。图 2 是反射式显微熔点测定仪实物图。

测定熔点时取很少量的样品，用两个盖玻片夹住样品(盖玻片使用前，需用脱脂棉球沾丙酮或酒精擦拭干净并吹干)，轻轻研磨，让样品形成很薄的一层。放置在热台中央，盖上热台上配的玻璃片(防止挥发样品污染物镜)，调整显微镜焦距和样品位置，直到视野清楚并能观察到样品。样品最好分散为很小的颗粒，能看清颗粒形状即可，颗粒太小不利于观察，颗粒太大测量不准，更不能形成一片。若样品堆积在一起，导热不均匀，熔点测不准，熔程也会变长。

加热时，通过调节电压控制升温速度。开始升温速度可快一些，快接近预计熔点



图 2 XT-4 型显微熔点测定仪

温度时缓慢升温，与毛细管法一样。当颗粒形状变圆或出现明显液滴时记录初熔点，视野内完全变成液体时记录终熔点。有些样品在低于熔点的温度会发生晶型的转变，遇到这种情况时需要准确判断是达到初熔点，还是晶型变化。

不同型号的熔点测定仪使用方法和操作步骤不同，但大同小异。使用前最好仔细阅读仪器使用说明书，小心操作，仔细观察。

（三）熔融范围的试验方法

1、方法原理

熔融范围是指烧结点 to 全熔点的温度范围。

2、仪器设备同上

样品预处理同上

测定步骤

4、装好样品,按以下步骤进行测定。

(1) 加热传热液体,使其温度缓慢升至低于预期熔化温度约 10°C 。

(2) 调整传热液体的液面与温度计的浸没线一致。插入已装填样品的毛细管,并将其固定,使毛细管中装有样品的部位紧挨温度计水银球的中部。

(3) 以约 $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速率加热传热液体,当温度升至低于预期温度约 5°C 时,降低加热速率至约 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

(4) 仔细观察样品,读出烧结点温度(经过润湿点),精确到最小刻度的十分之一,测得烧结点温度。

(5) 继续观察全熔点,经过塌陷点和半月点,读出全熔点的温度,精确到最小刻度的十分之一,得到测量值。

(6) 重复从装填样品到 6.4.5 的步骤至少三次,取平均值,得到烧结点和全熔点。从烧结点到全熔点的温度范围就是测得被测化合物的熔融范围。

四、总结：熔点测定的影响因素

1. 杂质的影响

2. 试样的填装

3. 毛细管的影响

4. 升温速度影响

5. 融化现象的观察

6. 温度计的误差及其校正

授课日期	第 5-6 周	教案编号	03
课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、(3+) 251
教材名称	物理常数测定技术		
授课题目	沸点和沸程测定		
授课学时	2 节 () ; 3 节 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学目的	沸程和沸点测定方法、国标学习 沸点测定装置的安装 原始数据表设计及数据处理 培养科学素养、强化实践能力		
教学重点	沸程仪、蒸馏装置的使用 原始数据表设计及数据处理		
教学难点	沸程测定国标学习 数据处理		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint (<input checked="" type="checkbox"/>) ; Author ware () ; 其它 ()	
	无 ()		
教学资源	多媒体 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 音像 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 ()		
思考题	见教材		
作 业	原始数据表设计、数据处理		
教学后记	教学内容与工作实际对接		

一、基本概念

1、沸点：

液体在标准大气压下的沸腾时温度称为该物质的“沸点”。

是液态物质的一项重要物理常数，是检验液态有机物纯度的一项重要指标。

纯物质有固定的沸点，但有固定的沸点的物质不一定是纯物质。

2、沸程

是液态化合物开始馏出时和最后一滴时温度计的读数，即是该馏分的沸程(沸点范围)。

沸程越小说明液体化合物越纯。

纯粹的液体有机化合物在一定的压力下具有一定的沸点(沸程 0.5-1.5℃)。但具有恒定沸点的液体不一定是纯净物，因为混合液体同样可能有恒定的沸点(共沸物)。

二、沸点与分子结构的关系 (P38)

沸点的高低在一定程度上反映了有机化合物在液态时分子间作用力的大小。分子间作用力与化合物的偶极矩、极化度、氢键等有关。

三、沸点的测定

(一) 常量法测沸点

常量法测沸点是液体有机试剂沸点测定的通用试验方法，适用于受热易分解、易氧化的液体有机试剂的沸点测定。

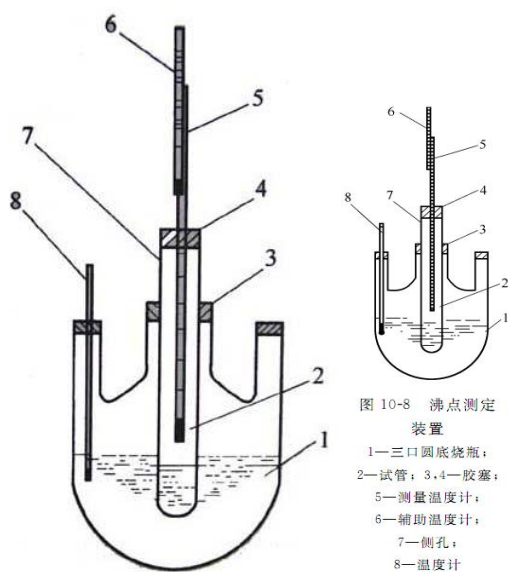


图 10-8 沸点测定装置

- 1—三口圆底烧瓶；
- 2—试管；3、4—胶塞；
- 5—测量温度计；
- 6—辅助温度计；
- 7—侧孔；
- 8—温度计

(二) 毛细管法测沸点 (微量法)

毛细管法测定沸点在沸点管中进行。

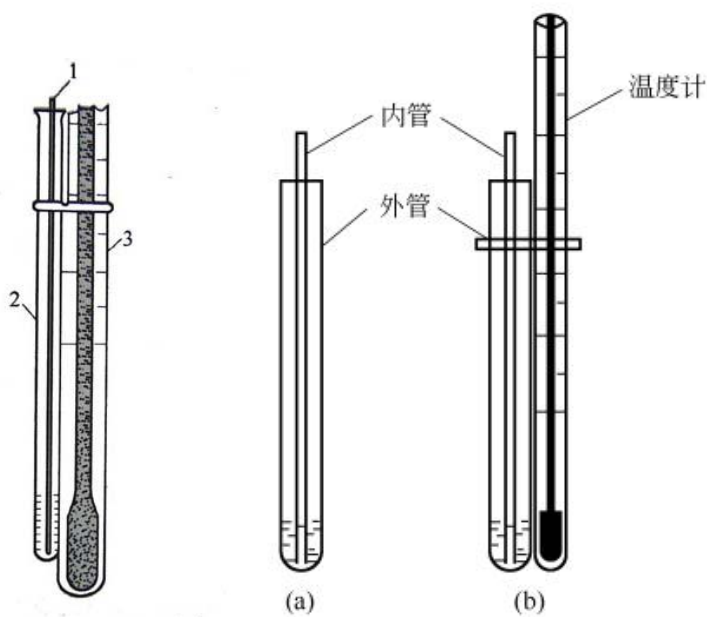


图 2-6 毛细管法测定沸点
1—一端封闭的毛细管；2—一端封闭的粗玻璃管；3—温度计

图 10-9 沸点管

四、沸程的测定

一、教学目的

1. 熟悉蒸馏及沸点测定的原理及意义；
2. 初步掌握蒸馏装置的安装、操作。

二、原理及意义

(一) 蒸馏

1. 原理：蒸馏是将液态物质加热到沸腾状态，使该液体变成蒸气，又将蒸气冷凝为液体，从而使两种沸点不同的组分得到分离。

2. 意义：可以分离沸点相差较大（一般在 30℃ 以上）的液体混合物，是分离和提

纯液体物质的最常用的方法之一。

(二) 沸点的测定

1. 沸点的定义：当温度不断升高时，液体的蒸气压也随着增大，当等于外界大气压时，即有大量的气泡从液体内部逸出，此时的温度即为液体的沸点。2. 沸程：蒸馏时冷凝管开始滴下第一滴液体时的温度为初馏温度；蒸馏接近完毕时的温度为末馏温度，两个温度之差为沸程。

3. 原理：在一定压力下，纯液态物质有固定沸点，沸程很小，仅 0.5~1.5℃，若有杂质时沸点就会有所变化，沸程增大，因此通过沸点的测定，可定性鉴定液态物质的纯度。

4. 意义：根据被测物质的沸点和沸程的大小，定性鉴定液态物质的纯度。

三、操作步骤

(一) 测定沸点

1. 安装蒸馏装置

(1) 由气化、冷凝、接收三大部分组成。

装置有：蒸馏烧瓶、温度计、冷凝管、接液管和接受瓶。

(2) 安装顺序：由下到上、由左到右。（拆卸时相反）

要求：平稳，各装置处于同一平面，蒸馏烧瓶的支管与冷凝管应在同一直线上。

(3) 注意温度计的安装位置

2. 投料

加入 25ml 酒精和 25ml 水到蒸馏烧瓶中再加入几粒沸石，立即塞上带温度计的塞子。

注意：加入 2~3 粒沸石，如忘加沸石，应先停止加热，冷却后再补加。

沸石为多孔性物质，加热时由孔中排出的气泡成为沸腾中心，防止爆沸。

3. 检查气密性

检查一次仪器的装配是否稳妥与严密，接通冷却水。

4、开始蒸馏

用电热套加热，当蒸馏瓶中液体沸腾，蒸气到达水银球部位时，温度计读数急剧上升。蒸馏开始，记录第一滴液滴时的温度 t_1 察温度变化，控制蒸馏速度为 1~2 滴 / 秒，接近完毕时的温度 t_2 温度恒定一段时间后，温度计急剧上升时的温度），则酒精的沸点为 $(t_2 - t_1)$ ：_____。

现象：温度升至 78℃ 时，瓶内酒精沸腾，产生蒸气，蒸气液化，从蒸馏烧瓶支管流出。

四、注意事项

1. 安装的整套装置要处于同一平面；注意烧瓶不可抵住电热套，以免烧瓶受热膨胀引起爆裂，
2. 冷凝管与蒸馏烧瓶的支管相连接时，应小心，用力适度，否则会将支管折断。蒸馏烧瓶的支管伸出塞子不能过长或过短。
3. 沸石必须在加热前加入，如忘记加沸石，应先停止加热，待液体冷却后，再补加沸石。
4. 实验完毕，先停火后停水，稍冷后拆仪器，其顺序恰好与安装顺序相反。

授课日期	第 7-8 周	教案编号	04
课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、(3+) 251
教材名称	物理常数测定技术		
授课题目	密度测定		
授课学时	2 节 () ; 3 节 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学目的	密度测定方法、国标学习 密度瓶、密度计的使用 原始数据表设计及数据处理 培养诚信和严谨的态度、激发探索精神。		
教学重点	密度计的使用 原始数据表设计及数据处理		
教学难点	密度测定国标学习 数据处理		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint (<input checked="" type="checkbox"/>) ; Author ware () ; 其它 ()	
	无 ()		

教学资源	多媒体 (√)；模型 ()；标本 ()；实物 (√)；音像 (√)；其它 ()
思考题	见教材
作业	原始数据表设计、数据处理
教学后记	教学内容与工作实际对接

一、基本概念

1、密度

密度是指物质在一定温度下单位体积的质量，以符号 ρ 表示，其单位为 g/cm^3 。

因为物质都具有热胀冷缩的性质（水在 4°C 以下是正常的），所以，密度值随温度的改变而改变，故密度应标出测定时的温度，如 ρ_t 。

2、相对密度

相对密度（旧称比重）是指物质的质量与同体积水的质量之比，以 $d_{t_2}^{t_1}$ 表示。

其中 t_1 表示被测物质的温度， t_2 表示水的温度。标准要求水在 4°C ，被测物体为 20°C 。

即：
$$d_4^{20} = \frac{20^\circ\text{C 物质的质量}}{4^\circ\text{C 同体积水的质量}}$$

二、溶液浓度与相对密度的关系

各种溶液都有一定的相对密度，当其组成成分或浓度改变时，其相对密度也随着改变，故测定溶液的相对密度可以检验其纯度或浓度。

当某溶液的水分被蒸发干燥至恒重时，所得到的物质称干物质或真固形物。溶液的相对密度与其固形物含量具有一定的数学关系，故测定溶液相对密度即可求出其固形物含量。各种液态食品都有其一定的相对密度，当其组成成分及其浓度或固形物含量发生改变时，其相对密度也发生改变。

因此，相对密度是生物工业生产中常用的工艺控制指标和质量控制指标。

测定密度的意义：

- (1) 测定液态物质的相对密度可以检验物质的纯度和浓度。
- (2) 测定出液态食品的相对密度以后，通过查表可求出其固形物的含量。

三、相对密度的测定方法

- 1、密度瓶法
- 2、韦氏天平法
- 3、密度计法

一、测量液体密度

一、常规法

1. 主要器材：天平、量筒

2. 测量步骤：

- (1) 在烧杯中装适量的未知液体放在调节好的天平上称出其质量 m_1 ；
- (2) 将烧杯中的未知液体倒一些在量筒中测出其体积 V ；
- (3) 将盛有剩下未知液体的烧杯放在天平上，测出它们的质量 m_2

3. 计算结果：根据 $\rho = \frac{m}{V}$ 得 $\rho_{\text{液}} = \frac{m_2 - m_1}{V}$

二、密度瓶法

1. 主要器材：天平、未知液体、玻璃瓶、水

2. 测量步骤：

- (1) 用调节好的天平测出空瓶的质量 m_0
- (2) 在空瓶中装满水，测出它们的总质量 m_1
- (3) 把水倒出，再将空瓶中装满未知液体，测出它们的质量 m_2

3. 计算结果：

液体的质量: $m_{\text{液}} = m_2 - m_0$

液体的体积: $V_{\text{液}} = V_{\text{水}} = \frac{m_1 - m_0}{\rho_{\text{水}}}$

液体的密度: $\rho_{\text{液}} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \rho_{\text{水}}$

三、密度计法

1. 主要器材: 自制密度计、未知液体、量筒

2. 测量步骤:

(1) 把铁丝缠在细木棍下端制成简易的密度计;

(2) 在量筒中放适量的水, 让密度计漂浮在水中, 测出它在水中的体积 $V_{\text{水}}$

(3) 在量筒中放适量的未知液体, 让密度计漂浮在液体中, 测出它在液体中的体积 $V_{\text{液}}$

液

3. 计算结果: $\rho_{\text{液}} = \frac{V_{\text{水}}}{V_{\text{液}}} \rho_{\text{水}}$

四、浮力法

1. 主要器材: 弹簧测力计、水、金属块、未知液体

2. 测量步骤:

(1) 用弹簧测力计测出金属块在空气中受到的重力 G_0 ;

(2) 用弹簧测力计测出金属块浸没在水中受到的重力 G_1 ;

(3) 用弹簧测力计测出金属块浸没在未知液体中受到的重力 G_2 。

3. 计算结果: $\rho_{\text{液}} = \frac{G_0 - G_2}{G_0 - G_1} \rho_{\text{水}}$

五、浮体法

1. 主要器材：刻度尺、未知液体、水、正方体木块

2. 测量步骤：

(1) 将木块平放在水中漂浮，测出木块浸在水中的深度 h_1

(2) 将木块平放在液体中漂浮，测出木块浸在液体中的深度 h_2

3. 计算结果：
$$\rho_{\text{物}} = \frac{h_1}{h_2} \rho_{\text{水}}$$

固体密度的测定

一、测定原理

把试样放进已知体积的密度瓶中，加入测定介质，试样的体积可由密度瓶体积减去测定介质的体积求得，则试样密度为试样质量与其体积之比。

假设密度瓶的质量为 m_1 ，将瓶内装满待测的小石子后的质量为 m_2 ，则待测小石子的质量： $m = m_2 - m_1$ 。

然后将装有小石子的密度瓶加满水，再称其总质量 m_3 ，为了得到小石子排开水的体积，还需要将密度瓶里的小石子倒出，再加满水称得其质量为 m_4 。

这样可得小石子排开水的质量为： $m_4 - (m_3 - (m_2 - m_1)) = m_4 - m_3 + m_2 - m_1$

碎小固体的总体积为： $V = \frac{m_4 - m_3 + m_2 - m_1}{\rho_{\text{水}}}$ ，

碎小固体的密度为： $\rho = \frac{m_2 - m_1}{m_4 - m_3 + m_2 - m_1} \rho_{\text{水}}$ 。 (4)

二、测定步骤

(1) 先用物理天平称量空密度瓶的质量 m_1 。

(2) 将碎小石子细心地装入密度瓶中（大约占据密度瓶容积一半的空间），称出“瓶+小石子”的总质量 m_2 。

(3) 再将装有小石子的密度瓶内装满清水，盖上瓶塞，让多余的水从塞子中间的细管流出，用布擦干瓶子，称出“瓶+水+小石子”的总质量 m_3 。

(4) 将密度瓶内的小石子和清水倒掉，再装满水，盖上瓶塞，让多余的水从塞子中间的细管流出，用布擦干瓶子，称出“瓶+水”的总质量 m_4 。

(5) 计算小石子的密度，不要求计算不确定度。

授课日期	第 9 周		教案编号	05
课程名称	物理常数检测		专业班级	分析检验技术 251、(3+) 251
教材名称	物理常数测定技术			
授课题目	旋光度测定			
授课学时	2 节 ()；3 节 ()；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)			
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>)；实验 ()；见习 ()；实训 (<input checked="" type="checkbox"/>)；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)			
教学目的	旋光度测定方法、国标学习 旋光仪的使用 原始数据表设计及数据处理 培养严谨细致的科学态度，加强学术诚信意识			
教学重点	旋光度仪的使用 原始数据表设计及数据处理			
教学难点	旋光度测定国标学习 数据处理			
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>)；讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>)；指导 ()；示教 ()；其它 ()			
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint (<input checked="" type="checkbox"/>)；Author ware ()；其它 ()		
	无 ()			

教学资源	多媒体 (√)；模型 ()；标本 ()；实物 (√)；音像 (√)；其它 ()
思考题	见教材
作业	原始数据表设计、数据处理
教学后记	教学内容与工作实际对接

旋光度的测定

一、教学目的

1. 了解旋光仪的构造。
2. 掌握使用旋光仪测定物质的旋光度。
3. 学习比旋光度的计算。

二、基本原理

从钠光源发出的光，通过一个固定的 Nicol 棱镜——起偏镜变成平面偏振光。平面偏振光通过装有旋光物质的盛液管时，偏振光的振动平面会向左或向右旋转一定的角度。只有将检偏棱镜向左或向右旋转同样的角度才能使偏振光通过到达目镜。向左或向右旋转的角度可以从旋光仪刻度盘上读出，即为该物质的旋光度。

三、计算公式

比旋光度是物质特性常数之一，测定旋光度，可以检验旋光性物质的纯度和含量。

$$\text{纯液体的比旋光度}=[\alpha]_{\lambda}^t = \frac{\alpha}{l \cdot \rho}$$

$$\text{溶液的比旋光度}=[\alpha]_{\lambda}^t = \frac{\alpha}{l \cdot \rho_{\text{样品}}} \times 100$$

四、操作步骤

1. 旋光仪零点的校正：在测定样品前，需要先校正旋光仪的零点。
①将放样管洗好，左手拿住管子把它竖立，装上蒸馏水，使液面凸出管口。

②将玻璃盖沿管口边缘轻轻平推盖好，不能带入气泡，旋上螺丝帽盖，漏水，不要过紧。

③将样品管擦干，放入旋光仪内罩上盖子，开启钠光灯，将标天盘调至零点左右，旋转粗动、微动手轮，使视场内 I 和 II 部分的亮度均一，记下读数。

④重复操作至少 5 次，取平均值，若零点相差太大时，应把仪器重新校正。

2.旋光度的测定：准确称取 2.5g 样品（如葡萄糖）放在 10mL 容量瓶中配成溶液，依上法测定其旋光度，这时所得的读数与零点之间的差值即为该物质的旋光度。

注：[1]样品管的长度有所不同，计算浓度时请核对。

[2]样品管中，光路通过的部分不能有气泡。

授课日期	第 10-11 周	教案编号	06
课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、(3+) 251
教材名称	物理常数测定技术		
授课题目	折光率测定		
授课学时	2 节 ()；3 节 ()；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>)；实验 ()；见习 ()；实训 (<input checked="" type="checkbox"/>)；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学目的	折光率测定方法、国标学习 折光率仪的使用 原始数据表设计及数据处理 培养学生的科学思维和物理观念		
教学重点	折光率仪的使用 原始数据表设计及数据处理		
教学难点	折光率测定国标学习 数据处理		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>)；讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>)；指导 ()；示教 ()；其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint (<input checked="" type="checkbox"/>)；Author ware ()；其它 ()	

	无 ()
教学资源	多媒体 (√)；模型 ()；标本 ()；实物 (√)；音像 (√)；其它 ()
思考题	见教材
作业	原始数据表设计、数据处理
教学后记	教学内容与工作实际对接

折光率的测定

一、基本原理

光在各种介质中的传播速度各不相同，当光线通过两种不同介质的界面时会改变方向。光改变方向（即折射）是因为它的速度在改变。当光线从一种介质进入另一种介质时，由于在两介质中光速的不同，在分界面上发生折射现象，而折射角与介质密度、分子结构、温度以及光的波长等有关。将空气作为标准介质，在相同条件下测定折射角，经过换算后即为该物质的折光率。

用斯内尔（snell）定律表示为： $n = \sin\alpha / \sin\beta$ ， α 是入射光（空气中）与界面垂线之间的夹角， β 是折射光（在液体中）与界面垂线之间的夹角。入射角正弦与折射角正弦之比等于介质 B 对介质 A 的相对折光率，见图 1。用单色光要比白光测得的折光率更为精确，所以测定折光率时要用钠光（ $\lambda = 589 \text{ nm}$ ）。

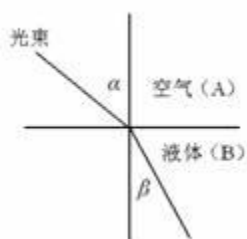


图 1 光线的折射

折光率是液体有机化合物重要的特性常数之一，折光率的测定，常用的是阿贝（Abbe）折

光仪。阿贝折光仪操作简便、容易掌握，是有机化学实验室的常用仪器，主要用途为：测定所合成的已知化合物折光率与文献值对照，可作为鉴定有机化合物纯度的一个标准；合成未知化合物，经过结构及化学分析确证后，测得的折光率可作为一个物理常数记载；将折光率作为检测原料、溶剂、中间体及最终产品纯度的依据之一，一般多用于液体有机化合物。化合物的折光率与它的结构及入射光线的波长、温度、压力等因素有关。通常大气压的变化影响不明显，只是在精密的测定工作中，才考虑压力因素。所以，在测定折光率时必须注明所用的光线和温度，常用 n_t^D 表示。D 是以钠光灯的 D 线（589 nm）作光源，常用的折光仪虽然是用白光为光源，但用棱镜系统加以补偿，实际测得的仍为钠光 D 线的折射率。t 是测定折射率时的温度。例如 $n_{20}^D=1.3320$ 表示 20℃ 时，该介质对钠光灯的 D 线折光率为 1.3320。

一般地讲，当温度增高 1℃ 时液体有机化合物的折光率就减少 $3.5 \times 10^{-4} \sim 5.5 \times 10^{-4}$ ，某些有机物，特别是测定折光率时的温度与其沸点相近时，其温度系数可达 7×10^{-4} 。为了便于计算，一般采用 4×10^{-4} 为其温度变化系数。这个粗略计算，当然会带来误差，为了精确起见，一般折光仪应配有恒温装置。表 1 是不同温度下纯水和乙醇的折光率。

表 1 不同温度下纯水和乙醇的折光率

温度/℃	水的折光率	乙醇的折光率
18	1.33317	1.36129
20	1.33299	1.36048
24	1.33262	1.35885
28	1.33219	1.35721
32	1.33164	1.35557

二、操作方法

提供测定折光率的样品，应以分析样品的标准来要求，被测液体的沸点范围要窄，若其沸点范围过宽，测出的折光率意义不大。例如折光率较小的 A，其中混有折光率较大的液体 B，则测得折光率偏高。其具体操作如下所述。

(1) 将折光仪与恒温水浴连接，调节所需要的温度，同时检查保温套的温度计是否精确。一切就绪后，打开直角棱镜，用擦镜纸沾少量乙醇或丙酮轻轻擦洗上下镜面，不可来回擦，

只能单向擦，晾干后使用。

(2) 阿贝折光仪的量程为 1.3000~1.7000，精密度为 ± 0.0001 ，温度应控制在 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 的范围内。恒温达到所需要的温度后，将 2~3 滴待测样品的液体均匀地置于磨砂面棱镜上，关闭棱镜，调好反光镜使光线射入。滴加样品时应注意切勿使滴管尖端直接接触镜面，以防造成划痕。滴加液体要适量，分布要均匀，对于易挥发液体，应快速测定折光率。

(3) 先轻轻转动左面刻度盘，并在右面镜筒内找到明暗外界线。若出现彩色带，则调节消色散镜，使明暗界线清晰。再转动左面刻度盘，使分界线对准交叉线中心，记录读数与温度，重复 1~2 次。

授课日期	第 12-13 周	教案编号	07
课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、(3+) 251
教材名称	物理常数测定技术		
授课题目	粘度测定		
授课学时	2 节 () ; 3 节 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学目的	粘度测定方法、国标学习 粘度计的使用 原始数据表设计及数据处理 系统的学科思维、团结协作的职业素养		
教学重点	粘度计的使用 原始数据表设计及数据处理		
教学难点	粘度测定国标学习 数据处理		

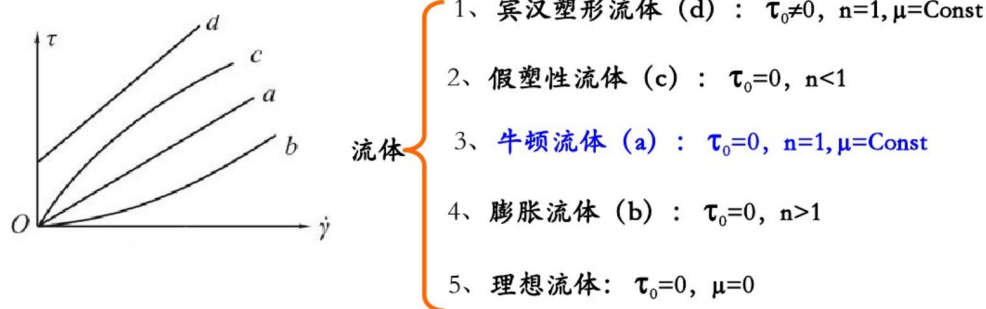
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 (<input type="checkbox"/>) ; 示教 (<input type="checkbox"/>) ; 其它 (<input type="checkbox"/>)	
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint (<input checked="" type="checkbox"/>) ; Author ware (<input type="checkbox"/>) ; 其它 (<input type="checkbox"/>)
	无 (<input type="checkbox"/>)	
教学资源	多媒体 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 模型 (<input type="checkbox"/>) ; 标本 (<input type="checkbox"/>) ; 实物 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 音像 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 (<input type="checkbox"/>)	
思考题	见教材	
作业	原始数据表设计、数据处理	
教学后记	教学内容与工作实际对接	

粘度测定

一、基本概念

1、流体：能够流动的物质（液体和气体）

2、流体的分类



3、黏度

黏度是指液体在外力作用下发生移动时，在液体分子间和液体与管道间所呈现的内部摩擦力的大小。

是描述液体内摩擦力性质的一个重要物理量。

它表征液体反抗形变的能力，只有在液体内存在相对运动时才表现出来。

二、黏度测定的意义

(一) 油品黏度的检测意义

- 1.黏度对生产的意义
- 2.黏度对润滑油的意义
- 3、划分润滑油牌号
- 4、黏度是柴油的重要质量指标
- 5、黏度是润滑油、燃料油贮运输送的重要参数

(二) 食品粘度的检测意义

(三) 化妆品粘度的检测意义

三、黏度测定的方法

粘度测定有：动力粘度、运动粘度和条件粘度三种测定方法。

(1)动力粘度： η_t 是二液体层相距 1 厘米，其面积各为 1(平方厘米)相对移动速度为 1 厘米/秒时所产生的阻力，单位为克/厘米·秒。1 克/厘米·秒=1 泊一般：工业上动力粘度单位用泊来表示。

(2)运动粘度：在温度 $t^{\circ}\text{C}$ 时，运动粘度用符号 γ 表示，在国际单位制中，运动粘度单位为斯，即每秒平方米(m^2/s)，实际测定中常用厘斯，(cst)表示厘斯的单位为每秒平方毫米(即 $1\text{cst}=1\text{mm}^2/\text{s}$)。运动粘度广泛用于测定喷气燃料油、柴油、润滑油等液体石油产品深色石油产品、使用后的润滑油、原油等的粘度，运动粘度的测定采用逆流法。

(3)条件粘度：指采用不同的特定粘度计所测得的以条件单位表示的粘度，各国通常用的条件粘度有以下三种：

①恩氏粘度又叫恩格勒(Engler)粘度。是一定量的试样，在规定温度(如： 50°C 、 80°C 、 100°C)下，从恩氏粘度计流出 200 毫升试样所需的时间与蒸馏水在 20°C 流出相同体积所需要的时间(秒)之比。温度 t° 时，恩氏粘度用符号 E_t 表示，恩氏粘度的单位为条件度。

②赛氏粘度，即赛波特(sagbolt)粘度。是一定量的试样，在规定温度(如 100°F 、 210°F 或 122°F 等)下从赛氏粘度计流出 200 毫升所需的秒数，以“秒”单位。赛氏粘度又分为赛氏通用粘度和赛氏重油粘度(或赛氏弗罗(Furol)粘度)两种。

③雷氏粘度即雷德乌德(Redwood)粘度。是一定量的试样，在规定温度下，从雷氏度计流出 50 毫升所需的秒数，以“秒”为单位。雷氏粘度又分为雷氏 1 号(R_t 表示)和雷氏 2 号(用 RA_t 表示)两种。

上述三种条件粘度测定法，在欧美各国常用，我国除采用恩氏粘度计测定深色润滑油及残渣油外，其余两种粘度计很少使用。三种条件粘度表示方法和单位各不相同，但它们之间的关系可通过图表进行换算。同时恩氏粘度与运动粘度也可换算，这样就方便灵活得多了。

粘度的测定有许多方法，如转桶法、落球法、阻尼振动法、杯式粘度计法、毛细管法等等。对于粘度较小的流体，如水、乙醇、四氯化碳等，常用毛细管粘度计测量；而对粘度较大流体，如蓖麻油、变压器油、机油、甘油等透明(或半透明)液体，常用落球法测定；对于粘度为 $0.1\sim 100\text{Pa}\cdot\text{s}$ 范围的液体，也可用转筒法进行测定。

授课日期	第 14 周	教案编号	08
课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、(3+) 251
教材名称	物理常数测定技术		
授课题目	闪点测定		
授课学时	2 节 ()；3 节 ()；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>)；实验 ()；见习 ()；实训 (<input checked="" type="checkbox"/>)；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学目的	闪点测定方法、国标学习 闭杯闪点装置的使用 原始数据表设计及数据处理 安全意识教育和职业道德教育		
教学重点	闭杯闪点仪的使用 原始数据表设计及数据处理		
教学难点	闪点测定国标学习 数据处理		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>)；讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>)；指导 ()；示教 ()；其它 ()		

电子教案	有 (√)	Microsoft PowerPoint (√) ; Author ware () ; 其它 ()
	无 ()	
教学资源	多媒体 (√) ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 (√) ; 音像 (√) ; 其它 ()	
思考题	见教材	
作业	原始数据表设计、数据处理	
教学后记	教学内容与工作实际对接	

开口闪点和闭口闪点的测定

一、基本概念

1、闪点

使用专门的仪器在规定的条件下,将可燃性液体(如石油产品及烃类)加热,其蒸气与空气形成的混合气与火焰接触,发生瞬间闪火的最低温度,称为闪点。

闪点是评价石油产品蒸发倾向和安全性的指标。

2、燃点

在规定条件下可燃混合气能被外部火焰点引燃,并连续燃烧不少于 5s 时的最低温度,称为燃点。

3、自燃点

将油品加热到很高的温度后,再使之与空气接触,无需引燃,油品即可因剧烈氧化而产生火焰自行燃烧,这就是油品的自燃现象,能发生自燃的最低油温,称为自燃点。

二、测定意义

1、判断油品馏分组成的轻重,指导油品生产

2、鉴定油品发生火灾的危险性

闪点是表征易燃可燃液体火灾危险性的一项重要参数,在消防工作中有着重要意义:闪

点是可燃液体生产、储存场所火灾危险性分类的重要依据,是甲、乙、丙类危险液体分类的依据。可燃液体生产、储存厂房和库房的耐火等级、层数、占地面积、安全疏散、防火间距、防爆设施等的确定和选择要根据闪点来确定;液体储罐、堆场的布置、防火间距,可燃和易燃气体储罐的布置、防火间距,液化石油气储罐的布置、防火间距等也要以闪点为依据。此外闪点还是选择灭火剂和确定灭火强度的依据。

3、评定润滑油质量

三、测定方法

按照所用闪点测定器的型式,闪点可分为闭口闪点和开口闪点两种。每种油品是测闭口闪点还是测开口闪点要按产品质量指标规定进行。一般地,挥发性较大的石油产品多测闭口闪点,因为测定开口闪点时,油品受热后所形成的蒸气不断向周围空气扩散,使测得的闪点偏高。对多数润滑油及重质油,由于挥发性小,则多测开口闪点。

原理:

闭口闪点的测定原理是把试样装入油杯中到环状标记处,把试样在连续搅拌下用很慢的、恒定的速度加热,在规定的温度间隔,同时中断搅拌的情况下,将一小火焰引入杯中,试验火焰引起试样上的蒸气闪火时的最低温度作为闭口闪点。

开口闪点测定原理是把试样装入试验杯中到规定的刻线。首先升高试样的温度,然后缓慢升温,当接近闪点时,恒速升温。在规定的温度间隔,以一个小的试验火焰横着通过试杯,用试验火焰使液体表面上的蒸气发生点火的最低温度作为开口闪点的测定结果。

测试方法: 取一定量试样,倒入夫利克兰杯中,使液面与夫利克兰杯内刻度线平齐,将温度,调整温度传感器位置,使刻度盘上显示温度与温度计位再按键设定一个预测闪点温度,再按确定键,按仪器开始自动加热键,当温度达到设定,仪器开始点火,每升高 2 度重复一次点火试验。当在液面上方观察到一闪即熄的火焰时,“捕捉”键捕捉闪点,按键温度被保存,按键结束测,提高温度计和温度传感器,取下夫利克兰杯,断电断气,进

结果分析: 测定闪点的影响因素(仪器的型式;油量多少;点火用火焰大小、);

四、影响测定的因素

1. 试样含水量
2. 加热速度
3. 点火的控制
4. 试样的装入量
5. 大气压力

6.与加热器的类型有关

授课日期	第 15 周	教案编号	09
课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、(3+) 251
教材名称	物理常数测定技术		
授课题目	水分测定		
授课学时	2 节 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 3 节 () ; 其它 ()		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学目的	水分测定方法、国标学习 原始数据表设计及数据处理 科学方法训练和创新能力培养		
教学重点	水分测定器的使用 原始数据表设计及数据处理		
教学难点	水分测定国标学习 数据处理		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		

电子教案	有 (√)	Microsoft PowerPoint (√) ; Author ware () ; 其它 ()
	无 ()	
教学资源	多媒体 (√) ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 (√) ; 音像 (√) ; 其它 ()	
思考题	见实验报告	
作业	原始数据表设计、数据处理	
教学后记	教学内容与工作实际对接	

水分的测定

一、水分测定的意义

- 1、水分含量是一项重要的质量指标
- 2、水分含量是一项重要的经济指标
- 3、水分含量是一项重要的技术指标

二、水分存在的状态

三、测定方法

(一) 干燥法

1、常压干燥法

(1) 原理：样品中的水分受热以后，产生的蒸汽压高于空气在电热干燥箱中的分压，使食品中的水分蒸发出来。同时，由于不断的加热和排走水蒸气，而达到完全干燥的目的。食品干燥的速度取决于这个压差的大小。

(2) 样品的制备、测定及结果计算

(3) 注意事项

- ①水果、蔬菜样品，先洗去泥沙，再用蒸馏水冲洗，然后吸干表面的水分。
- ②测定过程中，盛有试样的称量器皿从烘箱中取出后，应迅速放入干燥器中进行冷却，否则不易达到恒重。
- ③干燥器内一般用硅胶作为干燥剂，当硅胶蓝色减退或变红时，应及时更换，再生后使用。

硅胶吸附油脂等后，去湿力会大大降低。

④加热过程中，一些物质发生的化学反应，会使测定结果产生误差。

⑤恒重一般指2次称量之差不大于2mg，根据食品的类型和测定要求来确定。

⑥对于含挥发性组分较多的食品可采用蒸馏法测定。

⑦固态样品的细度要均匀一致，达到标准的要求。

⑧测定水分后的样品，可供测定脂肪、灰分含量用。

2、真空干燥法

(1)原理：当降低大气中空气分压时水的沸点降低，将某些不宜于在高温下干燥的食品置于一个低压的环境中，使食品中的水分在较低的温度下蒸发，根据样品干燥前后的质量差计算水分含量。

(2)操作步骤：

a、准确称取2~5g样品于已烘至恒量的称量皿中，置于真空烘箱内，

b、加热至所需温度(50℃~60℃)，同时按图5-1所示连接好后，打开真空泵抽出烘箱内空气至所需压力40~53.3kPa(300~400mmHg)，使烘箱内保持一定的温度和压力。

c、经一定时间后，关闭真空泵停止抽气，打开通大气的活塞，使空气经干燥瓶缓缓进入烘箱内。待压力恢复正常后，再打开烘箱取出称量皿，放入干燥器中冷却0.5h后称量，并恢复以上操作至恒重。

(二)蒸馏法

基于两种互不相溶的液体二元体系的沸点低于各组分的沸点这一事实，将食品中的水分与甲苯或二甲苯或苯共沸蒸出，冷凝并收集馏出液，由于密度不同，馏出液在接受管中分层，根据馏出液中水的体积，即可计算出样品中水分含量。

(三)仪器法

1、卡尔·费休水分测定法

2、红外线干燥法——快速测定水分的方法

3、微波水分测定仪法——(AOAC法)

4、气相色谱法

授课日期	第 16 周	教案编号	10
课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、(3+) 251
教材名称	物理常数测定技术		
授课题目	浊度测定		
授课学时	2 节 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 3 节 () ; 其它 ()		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学目的	浊度测定方法、国标学习 浊度计的使用 原始数据表设计及数据处理 环保意识和质量意识培养		
教学重点	浊度计的使用 原始数据表设计及数据处理		
教学难点	浊度测定国标学习 数据处理		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		

电子教案	有 (√)	Microsoft PowerPoint (√) ; Author ware () ; 其它 ()
	无 ()	
教学资源	多媒体 (√) ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 (√) ; 音像 (√) ; 其它 ()	
思考题	见教材	
作业	原始数据表设计、数据处理	
教学后记	教学内容与工作实际对接	

水质浊度测定

一、分光光度法

1. 测定值范围：本法适用于测定浊度值不低于 3 度的水样。

2. 方法原理

在适当温度下，硫酸肼和六次甲基四胺聚合，形成白色高分子聚合物，以此作为浊度标准液，在一定条件下与水样浊度相比较。

3. 干扰及消除

水样应无碎屑及易沉降的颗粒。器皿不清洁及水中溶解的空气泡会影响测定结果。如在 680nm 波长下测定，天然水中存在的淡黄色、淡绿色无干扰。

4. 仪器

50ml 比色管；

分光光度计。

5. 试剂

(1) 无浊度水

将蒸馏水通过 0.2 μ m 滤膜过滤，收集于用滤过水荡洗两次的烧瓶中。

(2) 浊度贮备液

硫酸肼溶液：称取 1.000g 硫酸肼 ((NH₂)₂SO₄ · H₂SO₄) 溶于水中，定容至 100ml。

六次甲基四胺溶液：称取 10.00g 六次甲基四胺 ((CH₂)₆N₄) 溶于水中，定容至 100ml。

浊度标准溶液：吸取 5.00ml 硫酸肼溶液与 5.00ml 六次甲基四胺溶液于 100ml 容量瓶中，混匀。于 25℃±3℃ 下静置反应 24h。冷却后用水稀释至标线，混匀。此溶液浊度为 400 度。可保存一个月。

6. 步骤

(1) 标准曲线的绘制

吸取浊度标准溶液 0、0.50、1.25、2.50、5.00、10.00 和 12.50ml，置于 50ml 比色管中，加无浊度水至标线。摇匀后即得浊度为 0、4、10、20、40、80、100 的标准系列。于 680nm 波长，用 3cm 比色皿，测定吸光度，绘制校准曲线。

(2) 水样的测定

吸取 50.0ml 摇匀水样（无气泡，如浊度超过 100 度可酌情少取，用无浊度水稀释至 50.0ml），于 50ml 比色管中，按绘制校准曲线步骤测定吸光度，由校准曲线上查得水样浊度。

7. 计算

$$\text{浊度} = \frac{A(B+C)}{C}$$

式中：A——稀释后水样的浊度（度）；

B——稀释水体积（ml）；

C——原水样体积（ml）。

不同浊度范围测试结果的精度要求如下：

浊度范围（度）	精度（度）
1—10	1
10—100	5
100—400	10
400—1000	50
大于 1000	100

8. 注意事项

硫酸肼毒性较强，属致癌物质，取用时注意。

二、浊度仪法

1. 测定值范围：参阅仪器说明书。

2. 方法原理

利用一束红外线穿过含有待测样品的样品池，光源为具有 890nm 波长的高发射强度的红外发光二极管，以确保使样品颜色引起的干扰达到最小。传感器处在与发射光线垂直的位置上，它测量由样品中悬浮颗粒散射的光量，微电脑处理器再将该数值转化为浊度值（透射浊度值和散射浊度值在数值上是一致的）。

3. 干扰及消除

- (1) 当出现漂浮物和沉淀物时，读数将不准确。
- (2) 气泡和震动将会破坏样品的表面，得出错误的结论。
- (3) 有划痕或沾污的比色皿都会影响测定结果。

4. 仪器：多参数水质现场快速分析仪。

5. 步骤

- (1) 按开关键将仪器打开，仪器先进行全功能的自检，自检完毕后，仪器进入测量状态。
- (2) 将完全搅拌均匀的水样倒入干净的比色皿内，距瓶口 37.5px,在盖紧保护黑盖前允许有足够的时间让气泡逸出（不能将盖拧得过紧）。在比色皿插入测量池之前，先用无绒布将其擦干净，比色皿必须无指纹、油污、脏物、特别是光通过的区域（大约距比色皿底部 50px 处）必须洁净。
- (3) 将比色皿放入测量池内，检查盖上的凹口是否和槽相吻合，保护黑盖上的标志应与仪器上的箭头相对，按读数（或测量）键，大约 25s 后浊度值就会显示出来。
- (4) 若数值小于或等于 40 度，可直接读出浊度值。
- (5) 若超过 40 度，需进行稀释。读出未经稀释样品的值 T1，则取样体积 $V(\text{ml}) = 3000/T1$ ，用无浊度水定容至 100ml。

6. 计算

按步骤(1)~(5)读出浊度值，计算原始水样的浊度。

$$\text{浊度(度)} = T2 \times 100/V$$

式中：T2——稀释后浊度值。

7. 校准方法：参阅仪器说明书。

- 注：（1）为了将比色皿带来的误差降到最低，在校准和测量过程中使用的同一比色皿。
- (2) 将盛有 0 度标准溶液比色皿插入测量槽，再按 CAL（校准）键,大约 50s 后仪器校准完毕,可以开始测量。
 - (3) 用待测水样将比色皿冲洗两次。这样可将仍保留在瓶内的残留液体和其他脏物去除。

接着将待测水样沿着比色皿边缘缓慢倒入，以减少气泡产生。

(4) 每次应以同样的力拧紧比色皿盖。

(5) 读完数后将废弃的样品倒掉，避免腐蚀比色皿。

(6) 将样品收集在干净的玻璃或塑料瓶内，盖好并迅速进行分析。如果做不到，则将样品储存在阴凉室温下。

(7) 为了获得有代表性的水样，取样前轻轻搅拌水样，使其均匀，禁止震荡（防止产生气泡）和悬浮物沉淀。

(8) 每月用 10 度的标准溶液进行校准。

(9) 本操作方法仅供参考，实际应用中请参阅化验室配置的浊度仪“仪器说明书”。进行分析工作。

授课日期	第 17 周	教案编号	11
课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、(3+) 251
教材名称	物理常数测定技术		
授课题目	白度测定		
授课学时	2 节 () ; 3 节 () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
课 型	理论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)		
教学目的	白度测定方法、国标学习 白度计的使用 原始数据表设计及数据处理 团结协作的职业素养和严谨求实的科研态度		
教学重点	白度计的使用 原始数据表设计及数据处理		
教学难点	白度测定国标学习 数据处理		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 () ; 示教 () ; 其它 ()		

电子教案	有 (√)	Microsoft PowerPoint (√) ; Author ware () ; 其它 ()
	无 ()	
教学资源	多媒体 (√) ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 (√) ; 音像 (√) ; 其它 ()	
思考题	见教材	
作业	原始数据表设计、数据处理	
教学后记	教学内容与工作实际对接	

氧化铝，氢氧化铝白度测定方法

1 范围 本标准规定了氧化铝，氢氧化铝及其化学制品在标准照明体 D65 氢氧漫射/垂直(d/0)或垂直/漫射(0/d)光学几何条件下蓝光白度的测定方法。本标准适用于氧化铝，氢氧化铝及其化学制品白度指数的测定。测定范围：WB70~99.9。

2 规范性引用文件 下列文件中的条款通过本标准的引用成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。 B/T3977 颜色的表示方法 GB/T3978 标准照明体及照明观测条件 GB/T3979—1997 物体色的测量方法 GB/T5698 颜色术语 GB/T6609.23 氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法取样 GB/T6609.23 氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法试样的制备和贮存 GB/T8170 数值修约规则 GB/T9087 用于色度和光度测量的粉体标准白板 GB/T17749 白度的表示方法 JJG512 国家计量检定规程 白度计

3 术语和定义

3.1 物体的反射因数及其他颜色术语采用 GB/T5698 的定义 物体的反射因

数 reflectance factor 在特定的照明条件下，在规定的立体角内，从物体反射的辐通量或光通量与从完全漫反射的辐通量或光通量之比 3.2 白度采用 GB/T17749 的定义，即：白度 表

征物体色白的程度，白度值越大，则白色的程度越大，即物体的反射因数越大。完全反射漫

射体的白度等于 100。

4 方法提要 本标准以试料板对主波长 $457\text{nm} \pm 2\text{nm}$ 蓝光的反射因数，与氧化镁粉体标准白板反射漫射因数的对比，作为氧化铝，氢氧化铝及其化学制品白度的测定方法。

5 仪器及标样

5.1 白度计 白度计采用 10° 视场 D65 标准照明体，光学几何条件为漫射/垂直(d/0)或垂直/漫射(0/d)方式，光谱响应在有效波长 $457\text{nm} \pm 2\text{nm}$ ，半波宽度为 44 nm 的蓝光测定条件。白度计按 JJG512 检定，达到一级标准。

5.2 压样器 采用全国白度标准化工技术工作组推荐的 HY—3 型或相同性能的恒压粉体压样器。与白度计匹配使用，压片直径 20mm~40mm。

5.3 白度标样

5.3.1 白度标样采用 GSB A 67001 氧化镁实物标样为白度计工作标准白板定值。

5.3.2 氧化镁粉体标准白板应按照 GB/T9087 规定制作。同一贮存瓶的氧化镁白度标样，用恒压粉体压样器制成的标准压片，白度值之间的差别应不大于 0.2。氧化镁于 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 烘箱中烘干，置干燥器内冷却至室温，如有结块置于不污染粉体的研钵中，研细后再用。压制好的标准白板置于干燥气中避光保存，如无污染和损伤，可反复使用。

5.4 工作标准白板

5.4.1 根据待测试样的大致范围，用陶瓷工作标准白板作为工作标准白板对仪器进行常规校正。

5.4.2 用与样品测定时使用的同一只恒压粉体压样器，制取氧化镁粉体标准白板，每周对陶瓷工作标准白板校准定值。

5.4.3 工作标准白板表面应平整，无裂纹，并置干燥器中在避光处保存。如有污染，须用绒布或药棉蘸无水乙醇擦净，然后置于干燥箱中在 $110^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 烘干 30min，取出，置干燥器中冷却至室温，用氧化镁粉体标准白板重新校准定值。

5.5 标准黑筒 标准黑筒的反射因数不大于 0.2，有仪器厂家校准，为防尘应口朝下放置或配防尘盖。

6 试样

6.1 按 GB/T6609.22 和 GB/T6609.23 有关规定进行取样和制样，应保持试样颗粒的均匀和完整性，防止取样，制样和贮存过程中发生破碎和粘结。

6.2 试样应保存在密闭容器中，防止吸潮和污染。

6.3 氧化铝及其化学制品，在 $300^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ 烘干 2h，置干燥器中，冷却至室温。

6.4 氢氧化铝及其化学制品，在 $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 烘干 2 h，置干燥器中，冷却至室温。

7 测定步骤 7.1 试料 根据试料板的直径和厚度及试样粒度情况，取一定量的试样（6）。

7.2 测定次数 独立地进行三次测定，取其平均值。7.3 试料板的制备 制样前应将压样器（5.2）各部件进行清洗和干燥。将试料（7.1）移入压样器（5.2）中，按压样器（5.2）的操作程序压制试料板。将压样盒中毛玻璃片从样品板表面一下，紧靠毛玻璃板为成型工作面。在柔和光照下检查压片情况，压片应无凹陷，无凸起，无划痕，无裂纹，无污点。

7.4 试料板的测定 按照白度计（5.1）的操作规程，选择光谱响应波长为 457nm ，开机预热达到性能稳定。用标准黑筒（5.5）为仪器调“零”，用与试料板（7.3）的白度接近的工作标准白板（5.4）校正白度计至规定的量值。稳定后，分别测定每块试料板的白度，读数精确至 0.1 8 结果计算 按公式（1）计算试料的白度：

实训教案

课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、 (3+) 251
教材名称	物理常数测定技术 化学工业出版社		
授课题目	实训一、二 测定熔点		
授课学时	3 节 ()；6 节 (<input checked="" type="checkbox"/>)；其它 ()		
课 型	理论 ()；实验 ()；见习 ()；实训 (<input checked="" type="checkbox"/>)；其它 ()		
教学目的	1、了解熔点测定的意义。 2. 熟悉测定熔点的原理。 3. 掌握测定熔点仪器装置、操作技术。 4、利用熔点校正温度计。		
教学重点	熔点仪器装置、操作技术		
教学难点	熔点校正温度计		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>)；讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>)；指导 (<input checked="" type="checkbox"/>)；示教 (<input checked="" type="checkbox"/>)；其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint ()；Author ware ()；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)	

教学资源	多媒体 ()；模型 ()；标本 ()；实物 (<input checked="" type="checkbox"/>)；音像 ()；其它 ()
教学过程	1. 实训原理讲解 2. 实训演示 3. 学生实训 4. 实训总结
思考题	测定熔点时应该注意哪些问题？
作业	完成实训报告
教学后记	特别注意个别指导与集中指导，及时解决学生的一些困惑和问题，充分引导学生对标准的理解，以便更好实施方案。

实训一 测定熔点

一、目的

1. 了解熔点测定的意义。
2. 熟悉测定熔点的原理。
3. 掌握微量法测定熔点的仪器装置、操作技术。

二、原理

熔点 (melting point, mp) 是指化合物在标准大气压力下固液两相处于平衡时的温度。是固态有机化合物重要的物理常数之一。纯粹的固体有机化合物一般都有固定的熔点，即刚刚开始熔化 (初熔) 至全部熔化 (全熔) 的温度范围，即熔距 (熔程、熔点范围)。纯物质的熔程一般不超过 $0.5 \sim 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。如果该物质含有杂质，则其熔点往往较纯粹物质低，且熔程也较宽。

三、主要仪器与试剂

1、**仪器：**熔点管 (提勒管或 b 形管)，带缺口的橡皮塞，表面皿，温度计，铁架台，酒精灯，长管玻璃，毛细管 (内径约 1mm)

2、试剂

名称	分子量	性状	折光率	比重	熔点 $^{\circ}\text{C}$	沸点 $^{\circ}\text{C}$	溶解度：克/100ml 溶剂		
							水	醇	醚
苯甲酸	122.12	针状结晶	1.54	1.32	122.4	249	0.35	易	易

四、实训内容

1、熔点管的制备

内径约 1mm，长 75mm 的毛细管(可自制或用市售毛细管)，将其一端在酒精灯上封口，即制得熔点管。

2、试样的装填

取样品少量放在洁净的表面玻璃上研成粉末，将毛细管开口一端插入粉末中，再使开口一端向上轻轻在桌面上敲击，使粉末落入管底。亦可将装有样品的毛细管反复通过一个长玻管，自由落下，这样也可使样品很均匀地落入管底。样品高约 2—3 毫米。样品必须均匀地落入管底，否则不易传热，影响测定结果。

3、测定熔点的装置

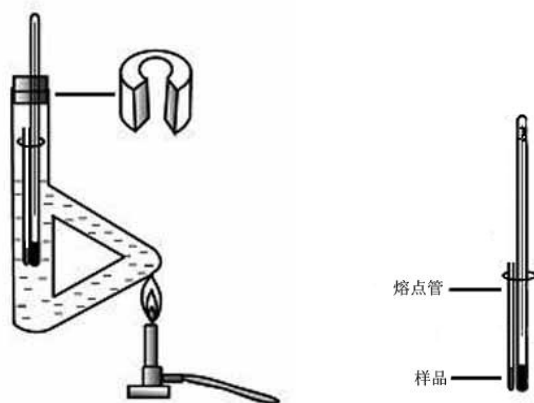


图 1 熔点测定装置

微量法测定熔点装置安装的规范

1. 三中心：样品在温度计水银球中心；温度计水银球在两侧管中心；温度计在熔点管截面圆心位置。
2. 用橡皮圈固定毛细管，要注意勿使橡皮圈触及浴液，以免浴液被污染和橡皮圈被浴液所溶胀。

4、熔点的测定

b 型管中装好导热液甘油（甘油的量略高于上支管但不能高过 0.5 厘米），根据酒精灯外焰的高度调整好 b 型管的位置，将 b 型管固定在铁架台上，缚有样

品管的温度计水银球插入到 b 形管两侧管的中部位置。然后开始小心开始加热。第一次为粗测，加热可以快些，样品将依次出现“发毛”、“收缩”、“塌落”、“澄清”等现象。将样品萎缩、塌落及开始出现液滴的温度（初熔）和全部变为透明液体的温度（全熔）记录下来；待导热液甘油温度下降到前次测定的初熔温度 20℃以下时进行第二次精确测定：重新取一根熔点管按要求装样，搭好装置开始加热，当离前次测定的初熔温度以下 10℃时控制每分钟上升约 1~2℃，当已经萎缩、塌落快接近熔点时，升温应控制在每分钟约上升 0.2~0.3℃，仔细观察、记录下初熔和全熔温度。

熔点测定的操作关键是用小火缓缓加热，以每分钟上升 3—4℃的速度升高温度至与所预料的熔点相差 15℃左右时，减弱加热火焰，使温度上升速度每分钟约 1-2℃为宜。此时应特别注意温度的上升和毛细管中样品的情况。

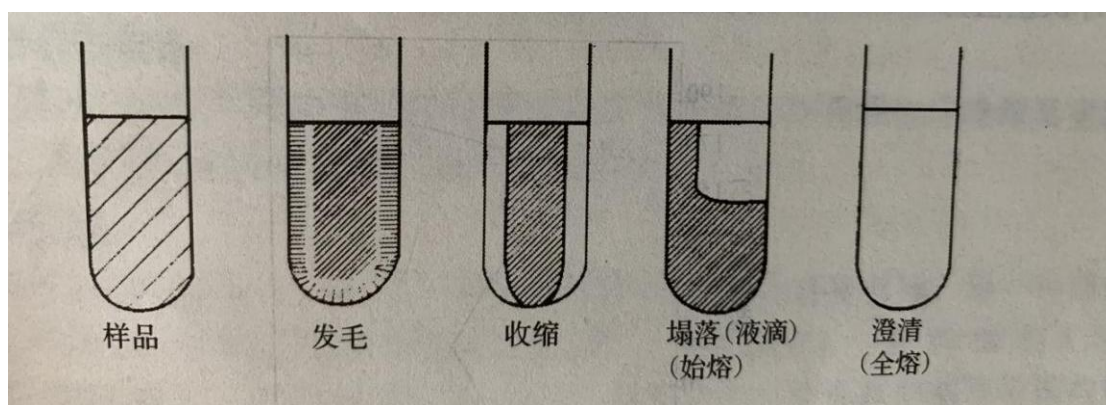


图 2 毛细管中样品的变化情况

五、实验结果

样品		初熔温度/℃	全熔温度/℃
苯甲酸	第一次	-	-
	第二次	-	-

六、实验关键及注意事项

- 1、拉制毛细管时，玻璃管必须均匀转动加热，并注意使端头封闭，以防影响测定。
- 2、样品的填装必须紧密结实，高度约 2—3mm。
- 3、熔点测定时，注意使温度计水银球位于 b 形管上下两叉口之间。

4、控制升温速度，并记录样品熔点范围。

5、升温速度规范

(1) 升温：先快后慢（距熔点约 10—15℃时，每分钟 1—2℃；近熔点时，升温速度应愈缓慢，每分钟约 0.2—0.3℃）；

(2) 记下初熔温度（晶体开始塌落并有液相产生时的温度）；

(3) 记下全熔温度（固体完全消失）；

(4) 至少重复两次（用新的熔点管另装样品）

实训二 熔点的测定——仪器法测定

1、样品预处理

2、装样

3、设定工作条件，以约 1℃/min 的速率加热样品,测定熔点。

4、重复装样及加热传热液体，缓慢升温至低于预期熔点约 10℃ 的温度步骤至少三次，取平均值，并修约至小数点后一位，得到熔点。

样品		初熔温度/℃	全熔温度/℃
苯甲酸	第一次		
	第二次		
	第三次		

课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、 (3+) 251
教材名称	物理常数测定技术 化学工业出版社		
授课题目	实训三 测定沸点		
授课学时	3 节 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 6 节 () ; 其它 ()		
课 型	理论 () ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 ()		
教学目的	1. 了解沸点测定的意义。 2. 熟悉测定沸点的原理。 3. 掌握测定沸点的仪器装置、操作技术。		
教学重点	测定沸点的仪器装置、操作技术		
教学难点	测定沸点的仪器装置、操作技术		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 示教 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)	
教学资源	多媒体 () ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 音像 () ; 其它 ()		

<p>教学过程</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. 实训原理讲解 2. 实训演示 3. 学生实训 4. 实训总结
<p>思考题</p>	<p>见教材</p>
<p>作业</p>	<p>完成实训报告</p>
<p>教学后记</p>	<p>特别注意个别指导与集中指导，及时解决学生的一些困惑和问题，充分引导学生对标准的理解，以便更好实施方案。</p>

实训三 测定沸点

一、实验目的

1. 了解沸点测定的意义。
2. 熟悉测定沸点的原理。
3. 掌握测定沸点的仪器装置、操作技术。

二、实验原理

1. 沸点的定义：当温度不断升高时，液体的蒸气压也随着增大，当等于外界大气压时，即有大量的气泡从液体内部逸出，此时的温度即为液体的沸点。
2. 原理：在一定压力下，纯液态物质有固定沸点，沸程很小，仅 $0.5\sim 1.5^{\circ}\text{C}$ ，若有杂质时沸点就会有所变化，沸程增大，因此通过沸点的测定，可定性鉴定液态物质的纯度。
3. 意义：根据被测物质的沸点和沸程的大小，定性鉴定液态物质的纯度。

三、主要仪器与试剂

- 1、仪器：熔点管（提勒管或 b 形管），带缺口的橡皮塞，表面皿，温度计，铁架台，酒精灯，长管玻璃，毛细管（内径约 1mm）
- 2、试剂：丙酮 酒精

四、测定步骤

用沸点外管取适量样品水（高度约 1cm 左右），将沸点内管开口端朝下插入到其中，外管如图缚在温度计上，然后将其插入到装有甘油（甘油的量略高于上支管但不能高过 0.5 厘米）为导热液的 b 型管中，温度计水银球位于 b 形管上侧管下 2cm 左右位置，注意整个测定过程甘油都不能进入沸点外管！

开始加热，随着温度的上升，观察到沸点内管管口开始有小气泡缓缓逸出，随后有连串的小气泡快速逸出时停止加热，气泡逸出的速度随着温度下降逐渐减慢，当最后一个气泡不再冒出而液体刚要进入毛细管的瞬间（即“最后一个气泡”），对应的温度即为样品水的沸点。重复一次，记录两次的沸点，取平均值。

课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、 (3+) 251
教材名称	物理常数测定技术 化学工业出版社		
授课题目	实训四 沸程的测定		
授课学时	3 节 (<input checked="" type="checkbox"/>)；6 节 (<input type="checkbox"/>)；其它 (<input type="checkbox"/>)		
课 型	理论 (<input type="checkbox"/>)；实验 (<input type="checkbox"/>)；见习 (<input type="checkbox"/>)；实训 (<input checked="" type="checkbox"/>)；其它 (<input type="checkbox"/>)		
教学目的	1. 熟悉蒸馏及沸点测定的原理及意义； 2. 初步掌握蒸馏装置的安装、操作。		
教学重点	装置的安装、操作		
教学难点	沸程测定国标学习 数据处理		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>)；讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>)；指导 (<input checked="" type="checkbox"/>)；示教 (<input checked="" type="checkbox"/>)；其它 (<input type="checkbox"/>)		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint (<input type="checkbox"/>)；Author ware (<input type="checkbox"/>)；其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)	

教学资源	多媒体 ()；模型 ()；标本 ()；实物 (<input checked="" type="checkbox"/>)；音像 ()；其它 ()
教学过程	1. 实训原理讲解 2. 实训演示 3. 学生实训 4. 实训总结
思考题	见教材
作业	完成实训报告
教学后记	特别注意个别指导与集中指导，及时解决学生的一些困惑和问题，充分引导学生对标准的理解，以便更好实施方案。

实训四 沸程的测定

一、实训目的

1. 熟悉蒸馏及沸点测定的原理及意义；
2. 初步掌握蒸馏装置的安装、操作。

二、原理及意义

1. 沸程：蒸馏时冷凝管开始滴下第一滴液体时的温度为初馏温度；蒸馏接近完毕时的温度为末馏温度，两个温度之差为沸程。
2. 原理：在规定条件下，对 100mL 试样进行蒸馏，观察初馏温度和终馏温度。也可规定一定的馏出体积，测定对应的温度范围或在规定的温度范围测定馏出的体积。
3. 意义：可以分离沸点相差较大（一般在 30℃ 以上）的液体混合物，是分离和提纯液体物质的最常用的方法之一。

三、仪器

- (1) 支管蒸馏瓶 用硅硼酸盐玻璃制成，有效容积 100mL。
- (2) 测量温度计 水银单球内标式，分度值为 0.1℃，量程适合于所测样品的温度范围。

- (3) 辅助温度计 分度值为 1°C 。
- (4) 冷凝管 直型水冷凝管，用硅硼酸盐玻璃制成。
- (5) 接收器 容积为 100mL ，两端分度值为 0.5mL 。

四、操作步骤

- (1) 按图所示安装蒸馏装置。使测量温度计水银球上端与蒸馏瓶和支管接合部的下沿保持水平。
- (2) 用接受器量取 $100\pm 1\text{mL}$ 的试样，将样品全部转移至蒸馏瓶中，加入几粒清洁、干燥的沸石，装好温度计，将接收器(不必经过干燥)置于冷凝管下端，使冷凝管口进入接收器部分不少于 25mm ，也不低于 100mL 刻度线，接收器口塞以棉塞，并确保向冷凝管稳定地提供冷却水。
- (3) 调节蒸馏速度，对于沸程温度低于 100°C 的试样，应使自加热起至第一滴冷凝液滴入接收器的时间为 $5\sim 10\text{min}$ ；对于沸程温度高于 100°C 的试样，上述时间应控制在 $10\sim 15\text{min}$ ，然后将蒸馏速度控制在 $3\sim 4\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$ 。
- (4) 记录规定馏出物体积对应的沸程温度或规定沸程温度范围内的馏出物的体积。
- (5) 记录室温及气压。
- (6) 对测定结果进行温度、压力校正。

五、实验注意事项

- 1、蒸馏装置的安装、拆卸与操作
- 2、沸点和沸程的校正
- 3、仪器（温度计、蒸馏烧瓶、冷凝管、接收器）的选用：
- 4、蒸馏烧瓶：液体体积不少于其 $1/3$ ，不超过其 $2/3$ 。
- 5、沸点或沸程的测定方法

课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、 (3+) 251
教材名称	物理常数测定技术 化学工业出版社		
授课题目	实训五、六 液体密度的测定——密度瓶法、密度计法		
授课学时	3 节 () ; 6 节 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 ()		
课 型	理论 () ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 ()		
教学目的	1、密度测定方法、国标学习 2、密度计的使用 3、密度瓶的使用 3、原始数据表设计及数据处理		
教学重点	密度计的使用 密度瓶的使用 原始数据表设计及数据处理		
教学难点	密度测定国标学习 数据处理		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 示教 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)	

教学资源	多媒体 ()；模型 ()；标本 ()；实物 (<input checked="" type="checkbox"/>)；音像 ()；其它 ()
教学过程	1. 实训原理讲解 2. 实训演示 3. 学生实训 4. 实训总结
思考题	见教材
作业	完成实训报告
教学后记	特别注意个别指导与集中指导，及时解决学生的一些困惑和问题，充分引导学生对标准的理解，以便更好实施方案。

实训五 密度的测定——密度计法

一、实训目的

- 1、密度计使用原理、操作过程及注意事项；
- 2、理解相对密度的概念及测定的意义；
- 3、能准确进行数据记录和换算。

二、实训原理

根据阿基米德原理，当浸在液体里的物体受到向上的浮力时，浮力的大小等于物体排开液体的质量。密度计的刻度根据各种不同密度的液体进行标定，从密度计上的刻度可以直接读出相对密度的数值或某种溶质的质量分数。密度计法是测定液体相对密度最简便、快捷的方法，但准确度比密度瓶法低。

三、仪器与试剂

密度计 密度计量筒 恒温水浴锅 温度计 玻璃棒 待测试样（石油产品、酒精制品等）

四、实训步骤



五、结果与数据处理

实训六 密度的测定——密度瓶法

一、实训目的

- 1、密度瓶使用原理、操作过程及注意事项；
- 2、理解相对密度的概念及测定的意义；
- 3、能准确进行数据记录和换算。

二、实训原理

在一定温度下，用同一密度瓶分别准确称取等体积的样品溶液与蒸馏水的质量，两者的质量比即可求出该样品溶液的相对密度，根据公式也可求出样品溶液的密度。

$$\text{根据 } V_{\text{瓶}} = \frac{m_{\text{水}}}{\rho_0} = \frac{m_{\text{样}}}{\rho_{\text{样}}} \text{ 可得 } d = \frac{\rho_{\text{样}}}{\rho_0} = \frac{m_{\text{样}}}{m_{\text{水}}} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

$$\text{试样的密度 } \rho = \frac{m_{\text{样}}}{m_{\text{水}}} \times \rho_0 = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times \rho_0$$

式中： m_0 ——空密度瓶质量，g；

m_1 ——密度瓶和水的质量，g；

m_2 ——密度瓶和样品的质量，g；

ρ_0 ——20℃时水的密度，0.99823g/cm³。

三、仪器与试剂

密度瓶 恒温水浴锅 电子天平 温度计 纸巾 吹风机 待测试样

四、实训步骤

- 1、密度瓶洗干净，再依次用乙醇、乙醚洗涤，吹干并冷却后，精密称重。
- 2、装满样液盖上瓶盖，置 20℃水浴内浸 30min，使内容物的温度达到 20℃，用滤纸来吸去支管标线上的样液，盖上侧管帽后取出，用滤纸把瓶外擦干，准确称重。
- 3、将样液倾出，洗净密度瓶，装入煮沸 30min 并冷却到 20℃以下的蒸馏水，按上法操作将其温度达到恒定 20℃ 并测出同体积蒸馏水 20℃时的质量。

注意：按同样方法平行测定 2 次

五、结果及数据处理

课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、 (3+) 251
教材名称	物理常数测定技术 化学工业出版社		
授课题目	实训七 固体密度的测定		
授课学时	3 节 (<input checked="" type="checkbox"/>)；3 节 (<input type="checkbox"/>)；其它 (<input type="checkbox"/>)		
课 型	理论 (<input type="checkbox"/>)；实验 (<input type="checkbox"/>)；见习 (<input type="checkbox"/>)；实训 (<input checked="" type="checkbox"/>)；其它 (<input type="checkbox"/>)		
教学目的	密度测定方法、国标学习 密度瓶的使用 原始数据表设计及数据处理		
教学重点	密度瓶的使用 原始数据表设计及数据处理		

教学难点	密度测定国标学习 数据处理	
教学方法	讲授 (√) ; 讨论 (√) ; 指导 (√) ; 示教 (√) ; 其它 ()	
电子教案	有 (√)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 (√)
教学资源	多媒体 () ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 (√) ; 音像 () ; 其它 ()	
教学过程	1. 实训原理讲解 2. 实训演示 3. 学生实训 4. 实训总结	
思考题		
作业	完成实训报告	
教学后记	特别注意个别指导与集中指导, 及时解决学生的一些困惑和问题, 充分引导学生对标准的理解, 以便更好实施方案。	

实训七 固体密度的测定

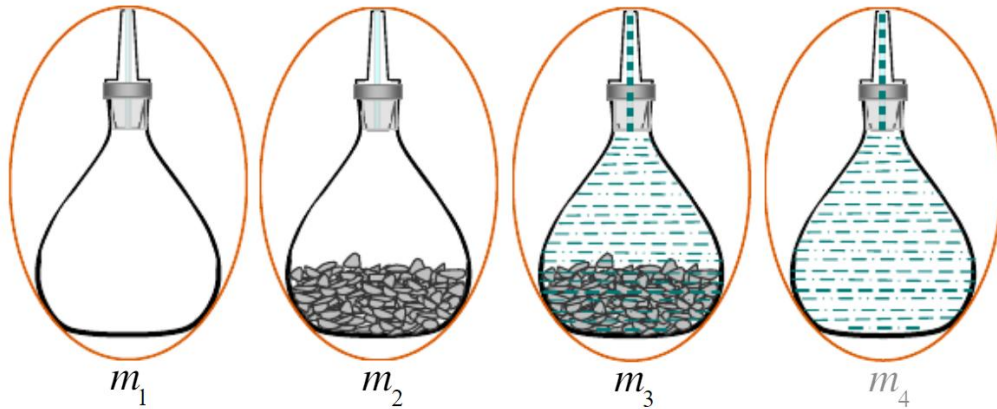
一、实训目的

- 1、密度测定方法、国标学习
- 2、密度瓶的使用
- 3、原始数据表设计及数据处理

二、测定原理

假设密度瓶的质量为 m_1 , 将瓶内装满待测的小石子后的质量为 m_2 , 则待测小石子的质量: $m = m_2 - m_1$ 。

然后将装有小石子的密度瓶加满水, 再称其总质量 m_3 , 为了得到小石子排开水的体积, 还需要将密度瓶里的小石子倒出, 再加满水称得其质量为 m_4 。



这样可得小石子排开水的质量为： $m_4 - (m_3 - (m_2 - m_1)) = m_4 - m_3 + m_2 - m_1$

碎小固体的总体积为： $V = \frac{m_4 - m_3 + m_2 - m_1}{\rho_{\text{水}}}$ ，

碎小固体的密度为： $\rho = \frac{m_2 - m_1}{m_4 - m_3 + m_2 - m_1} \rho_{\text{水}}$ 。 (4)

三、测定步骤

(1) 先用物理天平称量空密度瓶的质量 m_1 。

(2) 将碎小石子细心地装入密度瓶中（大约占据密度瓶容积一半的空间），称出“瓶+小石子”的总质量 m_2 。

(3) 再将装有小石子的密度瓶内装满清水，盖上瓶塞，让多余的水从塞子中间的细管流出，用布擦干瓶子，称出“瓶+水+小石子”的总质量 m_3 。

(4) 将密度瓶内的小石子和清水倒掉，再装满水，盖上瓶塞，让多余的水从塞子中间的细管流出，用布擦干瓶子，称出“瓶+水”的总质量 m_4 。

(5) 计算小石子的密度，不要求计算不确定度。

五、数据记录与结果处理

$m_1(g)$	$m_2(g)$	$m_3(g)$	$m_4(g)$	$\rho_{\text{水}}(g/cm^3)$
				1.00

$$\rho_{\text{测}} = \frac{m}{V} = \frac{m_2 - m_1}{m_4 - m_3 + m_2 - m_1} \rho_{\text{水}} = \underline{\hspace{2cm}} = \underline{\hspace{2cm}} g/cm^3$$

(要有计算过程，保留到小数点后两位有效数字，不要求计算不确定度)

课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、 (3+) 251
教材名称	物理常数测定技术 化学工业出版社		
授课题目	实训八 折光率的测定		
授课学时	3 节 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 6 节 () ; 其它 ()		
课 型	理论 () ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 ()		
教学目的	1、折光率测定方法 2、折光率仪的使用 3、原始数据表设计及数据处理		
教学重点	折光率仪的使用; 原始数据表设计及数据处理		
教学难点	折光率测定; 国标学习; 数据处理		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 示教 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)	

教学资源	多媒体 ()；模型 ()；标本 ()；实物 (<input checked="" type="checkbox"/>)；音像 ()；其它 ()
教学过程	1. 实训原理讲解 2. 实训演示 3. 学生实训 4. 实训总结
思考题	见教材
作业	完成实训报告
教学后记	特别注意个别指导与集中指导，及时解决学生的一些困惑和问题，充分引导学生对标准的理解，以便更好实施方案。

实训八 折光率的测定

一、实训目的

- 1、折光率测定方法
- 2、折光率仪的使用
- 3、原始数据表设计及数据处理

二、实训原理

1、折光率

光在不同介质中的传播速率不同,当光由第1介质进入第2介质的分界面时,即产生反射及折射现象。入射光夹角正弦与折射角的正弦之比,称为折射率

$$n_D = \sin i / \sin r$$

实际应用中,折射率是指在 20℃ 的条件下,钠光谱的 D 线 ($\lambda = 589.3 \text{ nm}$) 光自空气中通过被测物质时的入射角的正弦与折射角的正弦之比,以 n_{D20} 记之。

水的折射率 $n_{D20} = 1.3330$

由于光在空气中的传播速度最快,因此,任何物质的折射率都大于 1。

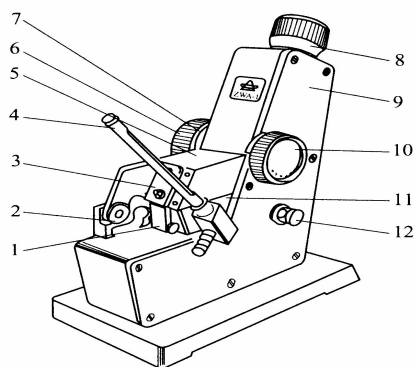
折射率是有机化合物的重要物理常数之一,作为液体化合物纯度的标志,比

沸点更可靠。通过测定溶液的折射率，还可定量分析溶液的浓度。

通常用阿贝折射仪测定有机物的折射率，可测定浅色、透明、折射率在 1.3000~1.7000 范围内的物质。

三、实训仪器

阿贝折射仪



四、折光率测试步骤

1. 试样制备

2. 恒温

开启仪器光源,调整入射光反光镜使目镜和读数镜的视场明亮,将恒温水浴与棱镜组相连,调节水浴温度,使棱镜温度保持在 $(20.0 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 或规定温度。

3. 折光仪的校准

通常用蒸馏水来进行校正,当测量折射率读数较高的物质时,通常用具有精确折光率的标准玻璃来校正。

用蒸馏水进行校正的操作:

(1)清洗棱镜镜面,滴 1 滴纯水在下棱镜上,将上、下棱镜合上,由目镜观察,转动棱镜旋钮,使视野分为明暗两部分

(2)旋动补偿旋钮,使视野中除黑白两色外,无其他颜色

(3)转动棱镜旋钮,使明暗分界线在十字交叉点。

(4)在读数镜刻度尺上进行读数。 20°C 纯水的折射率 1.3330,读数若不符合,调节校正螺旋,将读数指示调整到正确值.即为校准。

用标准玻璃进行校正的操作:

(1)打开下棱镜,把上方棱镜表面调整到水平位置,然后在标准玻璃块的抛光

面上加上 1 滴 α -溴萘液体湿润, 将其贴在上棱镜的抛光面上。

(2)由目镜观察, 调节补偿旋钮和棱镜旋钮使目镜视野内明暗分界线 在十字交叉点上。

(3)在读数镜刻度尺上读数,数值应为标准玻璃的折光率值. 同上方法进行校正。

4. 试样测定:

校准完毕后, 拭净镜身各机件、棱镜表面并用乙醚或无水乙醇清洗,将透明试样在抛光面涂 1 点 α -溴萘使之贴在上棱镜表面,使恒温 15min。

分别调节补偿旋钮和棱镜旋钮使目镜视野内明暗分界线在十字交叉点上。在读数镜刻度尺上读数,数值即为试样的折光率值。

在测定水溶性样品后, 必须用脱脂棉吸水洗净。若为油类样品, 须用乙醇或乙醚、苯等拭净。

课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、 (3+) 251
教材名称	物理常数测定技术 化学工业出版社		
授课题目	实训九 葡萄糖、果糖的旋光度测定		
授课学时	3 节 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 6 节 () ; 其它 ()		
课 型	理论 () ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 ()		
教学目的	1、了解旋光仪测定旋光度的基本原理。 2、掌握用旋光仪测定溶液或液体物质的旋光度的方法。 3、了解葡萄糖和果糖的旋光性质。 4、学习通过测定旋光度计算溶液含糖量的方法。		
教学重点	旋光仪测定溶液或液体物质的旋光度的方法		
教学难点	旋光仪测定旋光度的使用及旋光度的计算		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 指导 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 示教 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 ()		

电子教案	有 (√)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 (√)
教学资源	多媒体 () ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 (√) ; 音像 () ; 其它 ()	
教学过程	1. 实训原理讲解 2. 实训演示 3. 学生实训 4. 实训总结	
思考题	见教材	
作业	完成实训报告	
教学后记	特别注意个别指导与集中指导, 及时解决学生的一些困惑和问题, 充分引导学生对标准的理解, 以便更好实施方案。	

实训九 葡萄糖、果糖的旋光度测定

一、实验目的

- 1、了解旋光仪测定旋光度的基本原理。
- 2、掌握用旋光仪测定溶液或液体物质的旋光度的方法。
- 3、了解葡萄糖和果糖的旋光性质。
- 4、学习通过测定旋光度计算溶液含糖量的方法。

二、实验原理

只在一个平面上振动的光叫做平面偏振光, 简称偏振光。物质能使偏振光的振动平面旋转的性质, 称为旋光性或光学活性。具有旋光性的物质, 叫做旋光性物质或光学活性物质。旋光性物质使偏振光的振动平面旋转的角度叫做旋光度。许多有机化合物, 尤其是来自生物体内的大部分天然产物, 如氨基酸、生物碱和碳水化合物等, 都具有旋光性。这是由于它们的分子结构具有手征性所造成的。因此, 旋光度的测定对于研究这些有机化合物的分子结构具有重要的作用, 此外,

旋光度的测定对于确定某些有机反应的反应机理也是很有意义的。

测定溶液或液体的旋光度的仪器称为旋光仪，其工作原理见下图。常用的旋光仪主要由光源、起偏镜、样品管（也叫旋光管）和检偏镜几部分组成。



旋光仪的工作原理

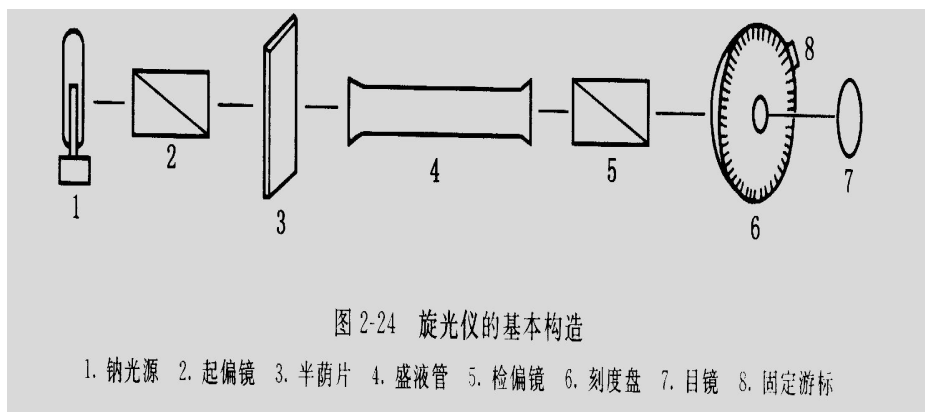


图 2-24 旋光仪的基本构造

1. 钠光源 2. 起偏镜 3. 半荫片 4. 盛液管 5. 检偏镜 6. 刻度盘 7. 目镜 8. 固定游标



- 1—电源开关；
- 2—钠光源；
- 3—镜筒；
- 4—镜筒盖；
- 5—刻度游盘；
- 6—视度调节螺旋；
- 7—刻度盘转动手

轮；

旋光仪外形示意图

物质的旋光度与测定时所用溶液的浓度、样品管长度、温度、所用光源的

波长及溶剂的性质等因素有关。因此，常用比旋光度 $[\alpha]$ 来表示物质的旋光性。

$$[\alpha]_D^t = \frac{\alpha}{c \times L} \text{ (溶剂)}$$

溶液的比旋光度与旋光度的关系为:

式中 $[\alpha]$ ，为比旋光度； t 为测定时的温度($^{\circ}\text{C}$)，一般为 20°C ； D 表示钠光(波长 $\lambda = 589.3\text{nm}$)； α 为观测的旋光度； c 为溶液的浓度，以 g/mL 为单位； L 为样品管的长度，以 dm 为单位。

如果被测定的旋光性物质为纯液体，可直接装入样品管中进行测定，这时，比旋光度可由下式求出:

$$[\alpha]_D^t = \frac{\alpha}{d \times L}$$

式中 d 为纯液体的密度(g/mL)。测定旋光度具有以下意义:

- 1.测定已知物溶液的旋光度，再查其比旋光度，即可计算出已知物溶液的浓度。
- 2.将未知物配制成已知浓度的溶液，测其旋光度，计算出比旋光度，再与文献值对照，作为鉴定未知物的依据。
- 3.由比旋光度可按下式求出样品的光学纯度(OP)。光学纯度的定义是:旋光性产物的比旋光度除以光学纯试样在相同条件下的旋光度。

$$\text{光学纯度 (OP)} = \frac{[\alpha]_D^t \text{ 观测值}}{[\alpha]_D^t \text{ 理论值}} \times 100\%$$

三、主要物料及产物的物理常数

	英文名	分子式	分子量	结构式	比旋光度 $[\alpha]_D^{20}$
D-葡萄糖	(2S,3R,4R,5S)-6-(hydroxymethyl)-2,3,4,5,6-pentamethyltetrahydro-2H-pyran-2,3,4,5-tetraol	$\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$	198.17		$+52.5^{\circ}$
D-果糖	(2R,3S,4S,5R)-2,5-bis(hydroxymethyl)tetrahydrofuran-2,3,4-triol	$\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}_5$	180.16		-92°

四、主要仪器设备

仪器：旋光仪 样品管

试剂：葡萄糖 果糖

三、操作方法和实验步骤

(一) 旋光仪进行恒温

把恒温槽与旋光仪连接，恒定控制在 20°C。

(二) 旋光仪零点的校正：

- 1、将放样管洗好，左手拿住管子把它竖立，装上蒸馏水，使液面凸出管口。
- 2、将玻璃盖沿管口边缘轻轻平推盖好，不能带入气泡，旋上螺丝帽盖，不要过紧。
- 3、将蒸馏水管擦干，放入旋光仪内盖上盖子，开启钠光灯，按清零键，读数盘显示 0.000 即可。

(三) 样品装入

要求：润洗、无气泡、不漏液

(四) 旋光度的测定

- 1、准确称取 2.0g 葡萄糖样品，放在 20mL 容量瓶中配成溶液，倒入样品管，放入已调零的旋光仪内，待读数稳定读出读数。
- 2、每隔 20min 测定 1 次葡萄糖溶液的旋光值，至少测定 3 次，根据公式计算葡萄糖溶液的比旋光值。

(五) 实验结束后，洗净旋光管，装满蒸馏水。

五、结果与分析

实验数据记录表

	光程长度	旋光度			
		1	2	3	平均
葡萄糖	2 dm	+5.094°	+5.096°	+5.096°	+5.095°
果糖	1 dm	-4.740°	-4.742°	-4.738°	-4.740°

通过实验测得的旋光度，用下式分别计算葡萄糖溶液和果糖溶液的浓度：

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha}{c \times L} (\text{溶剂})$$

葡萄糖：比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +52.5^\circ$ ，计算得 $c = 0.0485 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

果糖：比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -92^\circ$ ，计算得 $c = 0.0515 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

六、注意事项

- 1、试样溶液必须澄清，不应浑浊或含有混悬的小颗粒，否则，应预先过滤。试样溶液不能含有其它的光学活性杂质，如有机酸、蛋白质、核酸、生物碱。
- 2、每次测定之前应以溶剂做空白实验，校正零位。

课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、 (3+) 251
教材名称	物理常数测定技术 化学工业出版社		
授课题目	实训十、十一 黏度测定		
授课学时	3 节 () ; 6 节 (<input checked="" type="checkbox"/>); 其它 ()		
课 型	理论 () ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 (<input checked="" type="checkbox"/>); 其它 ()		
教学目的	1、粘度测定方法、国标学习 2、旋转粘度计、毛细管黏度计的使用 3、原始数据表设计及数据处理		
教学重点	旋转粘度计、毛细管黏度计的使用 原始数据表设计及数据处理		
教学难点	粘度测定国标学习 数据处理		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>); 讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>); 指导 (<input checked="" type="checkbox"/>); 示教 (<input checked="" type="checkbox"/>); 其它 ()		
电子教案	有 (<input checked="" type="checkbox"/>)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 (<input checked="" type="checkbox"/>)	

教学资源	多媒体（ ）；模型（ ）；标本（ ）；实物（√）；音像（ ）；其它（ ）
教学过程	1. 实训原理讲解 2. 实训演示 3. 学生实训 4. 实训总结
思考题	见教材
作业	完成实训报告
教学后记	特别注意个别指导与集中指导，及时解决学生的一些困惑和问题，充分引导学生对标准的理解，以便更好实施方案。

实训十、十一 黏度测定

一、实训目的

- 1、明确黏度的物理本质，了解其定义及影响黏度的因素。
- 2、了解黏度测定在实际生产中的应用。
- 3、掌握毛细管黏度计、旋转黏度计的使用。

二、实训原理

（一）动力黏度（绝对黏度）的测定——旋转黏度计法

也称绝对黏度，面积为 $1m^2$ 并相距 $1m$ 的两层流体，以 $1m/s$ 的速度相对运动时所产生的内摩擦力。

将特定的转子浸于被测液体中做恒速旋转运动，使液体接受转子与容器壁面之间发生的切应力，维持这种运动所需的扭力矩由指针显示读数，根据此读数 α 和系数 K 可求得试样的动力黏度（绝对黏度）。

旋转黏度计法测量范围宽，适用于实验室取样测定石油产品的动力黏度。

按下式计算绝对黏度 $\eta = ks$

式中 η ——绝对黏度， $Pa \cdot S$ ；

s ——圆盘指针指示数值；

k ——换算系数（见表）。

(二) 运动黏度的测——毛细管黏度计法

在一定温度下，当液体在直立的毛细管中以完全湿润管壁的状态流动时，其运动黏度 v 与流动时间 τ 成正比。根据流经时间与粘度计的常数的乘积即可得运动粘度。

在一定温度下，当液体在直立的毛细管中以完全湿润管壁的状态流动时，其运动黏度 v 与流动时间 τ 成正比。根据流经时间与粘度计的常数的乘积即可得运动粘度。

记录样液流经上下刻度所需的时间(s)，重复数次取平均值。

$$v = K \cdot \tau_{\text{样}}$$

式中 v ——运动黏度， m^2/s ；

τ ——样液流出时间， s ；

K ——黏度计常数。

三、仪器

1、旋转粘度计 2、毛细管黏度计 3、恒温槽 4、秒表

四、测定步骤

(一) 动力黏度（绝对黏度）的测定

- 1、估计被测试样的黏度
- 2、选择合适量程
- 3、选择合适转子
- 4、转子浸入试样
- 5、试样恒温
- 6、调节仪器水平
- 7、调节转子
- 8、调节并读数
- 9、平行测定三次
- 10、改变试样温度再测
- 11、清洗仪器、整理桌面
- 12、结果计算

(二) 运动黏度的测——毛细管黏度计法

- 1、调节恒温槽的温度 20.0℃。
- 2、用移液管吸取样品溶液从管口 A 加入黏度计中至 D 的标线之间。并恒温至 20.0℃。
- 3、测定时用手按住黏度计的支管口 C，用吸耳朵球将 B 管溶液吸至标线 a 以上，放开支管口 C 与胶管 B，液面下降，用秒表测定液体流经 a 至 b 所需的时间。重复同样操作，测定 3 次，要求每次的时间相差不超过 0.5 秒。
- 4、结果计算

课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、 (3+) 251
教材名称	物理常数测定技术 化学工业出版社		
授课题目	实训十二 闪点的测定		
授课学时	3 节 (<input checked="" type="checkbox"/>)；6 节 ()；其它 ()		
课 型	理论 ()；实验 ()；见习 ()；实训 (<input checked="" type="checkbox"/>)；其它 ()		
教学目的	1、闪点测定方法、国标学习 2、闭口闪点测定仪的使用 3、原始数据表设计及数据处理		
教学重点	闭口闪点测定仪的使用 原始数据表设计及数据处理		
教学难点	闪点测定国标学习 数据处理		
教学方法	讲授 (<input checked="" type="checkbox"/>)；讨论 (<input checked="" type="checkbox"/>)；指导 (<input checked="" type="checkbox"/>)；示教 (<input checked="" type="checkbox"/>)；其它 ()		

电子教案	有 (√)	Microsoft PowerPoint () ; Author ware () ; 其它 (√)
教学资源	多媒体 () ; 模型 () ; 标本 () ; 实物 (√) ; 音像 () ; 其它 ()	
教学过程	1. 实训原理讲解 2. 实训演示 3. 学生实训 4. 实训总结	
思考题	见教材	
作业	完成实训报告	
教学后记	特别注意个别指导与集中指导, 及时解决学生的一些困惑和问题, 充分引导学生对标准的理解, 以便更好实施方案。	

实训十二 闪点的测定——闭口杯法

一、实训目的

- 1、掌握闪点及相关的概念。
- 2、掌握闭口杯法测定闪点的原理和方法。

二、实训原理

测定操作时, 将试样装入油杯至环状刻线处, 在连续搅拌下加热, 按要求控制恒定的升温速度, 在规定温度间隔内用一小火焰进行点火试验, 点火时必须中断搅拌, 当试样表面上蒸气闪火时的最低温度即为闭口杯法闪点。

三、仪器

闭口闪点测定仪

四、测定步骤

- 1、准备试样
- 2、准备测定仪器
- 3、加入试样
- 4、安装测定装置

5、加热

6、点火

7、读数

五、结果计算与数据处理

闭口杯闪点的压力修正公式为：

$$t_0 = t + 0.25 (101.3 - p)$$

课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、 (3+) 251
教材名称	物理常数测定技术 化学工业出版社		
授课题目	实训十三 水分的测定		
授课学时	3 节 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 6 节 () ; 其它 ()		
课 型	理论 () ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 ()		
教学目的	1、水分测定方法、国标学习 2、水分测定仪的使用 3、原始数据表设计及数据处理		
教学重点	水分测定仪的使用 原始数据表设计及数据处理		
教学难点	水分测定国标学习 数据处理		

教学方法	讲授(√)；讨论(√)；指导(√)；示教(√)；其它()	
电子教案	有(√)	Microsoft PowerPoint()；Author ware()；其它(√)
教学资源	多媒体()；模型()；标本()；实物(√)；音像()；其它()	
教学过程	1. 实训原理讲解 2. 实训演示 3. 学生实训 4. 实训总结	
思考题	见实训讲义	
作业	完成实训报告	
教学后记	特别注意个别指导与集中指导，及时解决学生的一些困惑和问题，充分引导学生对标准的理解，以便更好实施方案。	

实训十二 水分的测定——蒸馏法

一、实训目的

- 1、了解水分测定的意义
- 2、掌握水分测定的方法

二、实训原理

基于两种互不相溶的液体二元体系的沸点低于各组分的沸点这一事实，将食品中的水分与甲苯或二甲苯或苯共沸蒸出，冷凝并收集馏出液，由于密度不同，馏出液在接受管中分层，根据馏出液中水的体积，即可计算出样品中水分含量。

三、仪器

蒸馏式水分测定仪。

甲苯或二甲苯：取甲苯或二甲苯，先以水饱和后，分去水层，进行蒸馏，收集馏出液备用。

四、操作方法

准确称取适量样品(估计含水量 2~5ml)，放入水分测定测定仪器的烧瓶中加

入新蒸馏的甲苯(或二甲苯)50~75ml 使样品浸没, 连接冷凝管及接受管, 从冷凝管顶端注入甲苯(或二甲苯), 使之充满水分接受刻度管。

加热慢慢蒸馏, 使每秒约蒸馏出 2 滴馏出液, 待大部分水分蒸馏出后, 加速蒸馏使每秒约蒸出 4 滴馏出液, 当水分全部蒸出后(接收管内的体积不再增加时), 从冷凝管顶端注入少许甲苯(或二甲苯)冲洗。如发现冷凝管壁或接受管上部附有水滴, 可用附用小橡皮头的铜丝擦下, 再蒸馏片刻, 至接受管上部及冷凝管壁无水滴附着为止。D 读取接受管水层的容积。

五、结果计算

水分 (%) = $V(\text{水}) / V(\text{样品}) \times 100\%$

或 $m(\text{水}) / m(\text{样品}) \times 100\% = V(\text{水}) \times \rho(\text{水}) / m(\text{样品}) \times 100\%$

课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、 (3+) 251
教材名称	物理常数测定技术 化学工业出版社		
授课题目	实训十三 白度的测定		
授课学时	3 节 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 6 节 (<input type="checkbox"/>) ; 其它 (<input type="checkbox"/>)		
课 型	理论 (<input type="checkbox"/>) ; 实验 (<input type="checkbox"/>) ; 见习 (<input type="checkbox"/>) ; 实训 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 (<input type="checkbox"/>)		
教学目的	1、白度测定方法、国标学习 2、白度仪的使用 3、原始数据表设计及数据处理		
教学重点	白度仪的使用 原始数据表设计及数据处理		

教学难点	白度测定国标学习 数据处理	
教学方法	讲授 (√)；讨论 (√)；指导 (√)；示教 (√)；其它 ()	
电子教案	有 (√)	Microsoft PowerPoint ()；Author ware ()；其它 (√)
教学资源	多媒体 ()；模型 ()；标本 ()；实物 (√)；音像 ()；其它 ()	
教学过程	1. 实训原理讲解 2. 实训演示 3. 学生实训 4. 实训总结	
思考题	见实训讲义	
作业	完成实训报告	
教学后记	特别注意个别指导与集中指导，及时解决学生的一些困惑和问题，充分引导学生对标准的理解，以便更好实施方案。	

实训十三 白度的测定

一、实训目的

- 1、了解白度的定义和测定的意义
- 2、掌握白度测定的方法

二、实训原理

一般当物体表面对可见光谱内所有波长的反射比都在 80%以上时，可认为该物体表面为白色。

白色位于色空间中相当狭窄的范围内，它们与其他颜色一样，可以用三维量（即光反射比 Y、纯度 C、主波长 λ ）来表示。但人们却习惯将不同白度物体按一维量白度（W）排序来定量评价其白色程度，而把理想白色（如高纯度硫酸

钡，其白度值为 100%) 作为参比标准。无论是目视评定白度，还是用仪器评定白度，都必须建立在公认的“标准”基础上。所以，所谓白度是指距离理想白色的程度。

三、仪器

白度仪 面粉 各种练习本

四、测定过程

- 1、仪器预热。接通电源，显示器出现“预热 (Pre heating)’ ” 仪器开始预热，并有时钟倒计时，预热 10min 后，仪器发出蜂鸣音，表示预热结束。
- 2、调零操作。当仪器的显示器上出现“调零” ’ (Adjust zero) 字样时，调零指示灯亮，把调零用的黑色圆筒放在测试台上，对准光孔压住，按下调零键，仪器开始调零，当仪器发出蜂鸣音时，调零结束。
- 3、调白操作。当仪器的显示器上出现“调白” Adjust white 时，调白指示灯亮，把调零用的黑筒取下，放上标准白板，对准光孔压住，按动调白键，仪器开始调白。当仪器发出蜂鸣时，调白结束。
- 4、样品测量。当仪器的显示器上出现“测量样品” (Measure Sample) 时，测量指示灯亮，把标准白板取出，将待测样品放到测试台上，对准光孔压住，按下测试键， 仪器开始测量。并显示数字 1, 表明仪器在进行第一次测量。当仪器发出蜂鸣声时，测量结束。再按下测试键, 仪器进行下一次测量，显示的测量次数增加 1，其测试结果将于刚才的测试结果相加，取算术平均值。
粉状样品的制样：取样品盒 放入毛玻璃，旋紧压盖，将待测样品倒入样品盒中刮去多余面粉，放上压块旋转把手，到听到“嗒嗒” 的响声即认为样品已压实，旋出压粉器，取出压块，用小扳手将底盖 (7) 旋上，翻转样品盒，旋下压盖，移出毛玻璃。
- 5、显示测量结果。当测试结束时，按一下显示键 (Display), 显示器上显示一组数据，同时显示指示灯亮。再按一次显示键，显示器又显示另一组数据。

课程名称	物理常数检测	专业班级	分析检验技术 251、 (3+) 251
教材名称	物理常数测定技术 化学工业出版社		
授课题目	实训十四 浊度的测定		
授课学时	3 节 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 6 节 () ; 其它 ()		
课 型	理论 () ; 实验 () ; 见习 () ; 实训 (<input checked="" type="checkbox"/>) ; 其它 ()		
教学目的	1、浊度测定方法、国标学习 2、浊度仪的使用 3、原始数据表设计及数据处理		

教学重点	浊度仪的使用 原始数据表设计及数据处理	
教学难点	浊度测定国标学习 数据处理	
教学方法	讲授(√); 讨论(√); 指导(√); 示教(√); 其它()	
电子教案	有(√)	Microsoft PowerPoint(); Author ware(); 其它(√)
教学资源	多媒体(); 模型(); 标本(); 实物(√); 音像(); 其它()	
教学过程	1. 实训原理讲解 2. 实训演示 3. 学生实训 4. 实训总结	
思考题	见实训讲义	
作业	完成实训报告	
教学后记	特别注意个别指导与集中指导, 及时解决学生的一些困惑和问题, 充分引导学生对标准的理解, 以便更好实施方案。	

实训十四 浊度的测定

一、实训目的

- 1、了解浊度的概念和测定的意义
- 2、掌握浊度测定的方法

二、实训原理

水的透明程度的量度。指水溶液中所含颗粒物对光的散射情况。浊度是一种光学效应, 是光线透过水层时受到阻碍的程度表示水层对于光线散射和吸收的能

力。它不仅与悬浮物的含量有关，而且还与水中杂质的成分、颗粒大小、形状及其表面的反射性能有关。

浊度可用比浊法或散射光法进行测定。

我国一般采用比浊法测定，将水样和用高岭土配制的浊度标准溶液进行比较。浊度不高，并规定一升蒸馏水中含有 1 毫克二氧化硅为一个浊度单位。对不同的测定方法或采用的标准物不同，所得到的浊度测定值不一定一致。浊度的高低一般不能直接说明水质的污染程度，但由人类生活和工业生活污水造成的浊度增高，表明水质变坏。

散射光法：一束平行光在透明液体中传播，如果液体中无任何悬浮颗粒存在，那么光束在直线传播时不会改变方向；若有悬浮颗粒、光束在遇到颗粒时就会改变方向（不管颗粒透明与否）。这就形成所谓散射光。颗粒愈多（浊度愈高）光的散射就愈严重。

三、仪器

散射光浊度仪

四、测定步骤

1. 仪器预热 10 分钟。仔细检查浊度标准板，如有灰尘、污渍，可用脱脂棉加乙醇、乙醚各半混合液擦净比色皿可用清洁剂或洗涤精清洗，然后用清水冲净，两个透光面擦干。
2. 量程选择钮置“100”档，在试样槽后方紧靠右插入浊度标准板（有编号面朝左）。
3. 拉杆推入，光路中不置入任何物体，调整“调零”旋钮，使显示读数为“0”（空气校零），拉杆拉出，浊度标准板置入光路，调整（校准）旋钮使显示读数为浊度标准板出厂标定值____NTU，在此以后“校准”旋钮不能再随意变动，取出标准板。
4. 量程“1”，“10”采用 30mm 比色皿。量程“100”采用 5mm 比色皿。5mm 比色皿紧靠右插入。
5. 在比色皿内放入无浊度水（约 3/4 高度）放入试样槽前方，被测液放入试样槽后方（大小比色皿均紧靠右侧），推入拉杆，调节器节“零位”钮使显示数为 0。拉

出拉杆,样品置入光路,显示值即为被测液浊度值 NTU。

6. 测量中“量程”选择键如需转换,除选用不同比色皿外,无浊度水调零步骤须重复一次。

7、记录数据,平行测定三次。

8、结果计算及数据处理。

五、注意事项

1、在测量中比色皿两通光路必须无任何脏点,二侧面和底面无水渍。

2、测量中如使用旧比色皿盛样品和入“0”水时,必须在样品测试前,同时盛入“0”水测量二只试样杯的另位差(缸差),并在以后的样品浊度测定值中作相应的修正。

3、如测定样品少时,校零和样品测定可使用同一比色皿,这样无论是机关报旧比色皿都不会带进缸差,有利于测试数据的可靠,避免不必要的操作误差。