

高等学校“十三五”规划教材

化学综合设计实验

周庆翰 罗建斌 主编



HUAXUE ZONGHE SHEJI SHIYAN



化学工业出版社

高等学校“十三五”规划教材

化学综合设计实验

周庆翰 罗建斌 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

《化学综合设计实验》是在化学基础课、基础化学实验和化学合成实验等课程的基础上构筑的综合性实验课教材,全书共分三章,第一章为基础实验,共九个实验;第二章为设计性实验,共九个实验;第三章为研究性实验,共九个实验。附录部分为化学实验相关参数,供读者在使用过程中查阅和参考。

本教材可作为高等院校化学、生物等专业及相近专业的化学实验教材,对从事化学实验工作的技术人员也有一定的参考意义。

图书在版编目(CIP)数据

化学综合设计实验/周庆翰,罗建斌主编. —北京:
化学工业出版社, 2016.3
高等学校“十三五”规划教材
ISBN 978-7-122-26142-7

I. ①化… II. ①周…②罗… III. ①化学实验-高等学校-教材 IV. ①06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 013797 号

责任编辑:李 琰 宋林青

责任校对:宋 玮

装帧设计:关 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:三河市宇新装订厂

710mm×1000mm 1/16 印张7 $\frac{3}{4}$ 字数145千字 2016年5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

《化学综合设计实验》编写人员

主 编 周庆翰 罗建斌

编写人员 (以姓氏拼音排序)

陈全亮 何达海 罗建斌

廖 戎 石治川 万 静

杨胜韬 周庆翰

前言

《化学综合设计实验》是在化学基础课、基础化学实验和化学合成实验等课程的基础上构筑的综合性实验课。课程内容体现了跨学科、多技能的综合训练，与化学热点研究和实际应用相结合，进行创新性研究，让学生真正感受到化学工作者从事化学研究工作的氛围。该课程旨在培养本科生的创新意识、提高学生综合运用前期的理论和实验知识独立地分析问题与解决问题的能力，为培养基础厚、知识新、素质高、能力强的创新型和研究型人才打下良好的基础。课程建设的目标是将《化学综合设计实验》课程作为一个创新型人才培养和本科生科研创新的平台，不仅向化学相关专业学生开放，也向全校广大师生开放。

本书在内容选择和体系构建时，既力求保证课程内容的系统完整，又避免不必要的重复；既保证基本操作和基本技能的训练，也重视学生综合实验技能和创新思维的培养。全书共分三章，第一章为基础实验，共九个实验；第二章为设计性实验，共九个实验；第三章为研究性实验，共九个实验。全书以基础实验、设计性实验、研究性实验的层次逐步递进，其中设计性实验部分主要针对我校化学专业学生的知识背景，结合相关老师的科研成果，对实验进行设计，紧扣科学发展前沿，以激发学生的求知兴趣。附录为化学实验相关参数，供读者在使用过程中查阅和参考。

在本书编写中，除了教学中的经验总结，还参考了兄弟院校的相关教材，在此谨表感谢。由于编者水平有限，难免会出现疏漏之处，敬请批评指正。

编者

2015年10月

目 录

第一章 基础实验 /1

实验一	薄层色谱展开剂的选择	2
实验二	聚合硫酸铁的制备	4
实验三	苯乙烯的悬浮聚合	8
实验四	工业纯碱 (Na_2CO_3) 的制备及含量测定	11
实验五	溶胶-凝胶法制备纳米陶瓷粉体	14
实验六	聚乙烯醇缩甲醛外墙涂料的制备	17
实验七	聚合物拉伸强度和断裂伸长率的测定	20
实验八	离子液体的制备及其在有机合成中的应用	24
实验九	甲基丙烯酸甲酯的本体聚合	27

第二章 设计性实验 /29

实验十	奶粉中总糖的测定 (斐林试剂法)	30
实验十一	葡萄糖杂质检查	33
实验十二	二茂铁乙酰化的绿色合成研究	36
实验十三	苯佐卡因的合成	39
实验十四	导电高分子材料的制备	42
实验十五	利用空间位阻效应制备纳米银胶体	45
实验十六	生物分子分散碳纳米管	48
实验十七	水热法制备二氧化钛超细粉体	51
实验十八	钛板电极电解脱色处理染料污水	54

第三章 研究性实验 /57

实验十九 烯胺催化在 Aldol 反应中的应用 58

实验二十 从红辣椒中分离红色素 61

实验二十一 大豆磷脂酰胆碱的提取 65

实验二十二 番茄红素和 β -胡萝卜素的提取与分离 67

实验二十三 苯乙烯原子转移自由基聚合 69

实验二十四 偏光显微镜法观察聚合物球晶 71

实验二十五 电动修复铬污染土壤及土壤中铬的测定 74

实验二十六 共沉淀法制备纳米四氧化三铁超顺磁颗粒 78

实验二十七 失重法测金属腐蚀速率 81

附录 /85

附录一 86

1. 特殊溶液的配制 86

2. 危险药品的分类、性质和管理 88

附录二 90

1. 国际相对原子质量 90

2. 常用化合物的相对分子质量表 92

3. 常用酸碱的浓度 94

4. 弱电解质的电离常数（离子强度等于零的稀溶液） 94

5. 常用指示剂 96

6. 常用缓冲溶液 pH 范围 97

7. 常用无机化合物的溶解度 98

8. 溶度积 101

9. 标准电极电势 102

10. 常见配离子的稳定常数 111

11. 某些离子和化合物的颜色 112

参考文献 /115

基础实验

【项目背景】

【项目背景】

第一章

基/础/实/验

【项目背景】

【项目背景】

一、项目背景

项目背景

项目背景

项目背景

项目背景

项目背景

项目背景

项目背景

项目背景

项目背景

项目背景

项目背景

项目背景

实验一 薄层色谱展开剂的选择

【实验目的】

- (1) 掌握薄层色谱的操作方法。
- (2) 了解展开剂与吸附剂和被分离物质的三者关系。

【实验原理】

薄层色谱(又叫薄层层析)在一般情况下是一种吸附色谱,利用吸附剂对化合物吸附能力的不同而达到分离,吸附剂吸附能力的大小和化合物极性的有关。在硅胶等极性吸附剂薄层上化合物极性越大,被吸附剂吸附得越牢, R_f 值越小;反之化合物极性越小, R_f 值越大。一个化合物在硅胶薄层上的 R_f 值的大小主要取决于展开剂的极性大小,即展开剂极性大,化合物 R_f 值大;展开剂极性小,化合物 R_f 值小。

【实验仪器与试剂】

仪器 硅胶 CMC-Na 薄层板三块。

试剂 薄荷油、薄荷脑的乙醇溶液、石油醚、乙酸乙酯、香草醛、浓硫酸、毛细管、层析缸、显色喷嘴瓶。

【实验内容】

硅胶薄层色谱法检查挥发油

吸附剂 硅胶 CMC-Na 薄层板

样品 薄荷油、薄荷脑的乙醇溶液

展开剂 石油醚、乙酸乙酯、石油醚:乙酸乙酯(85:15)

显色剂 香草醛-浓硫酸试剂

操作 取 CMC-Na 薄层板,用软铅笔在距一端 1.2~2cm 处划起始线及原点,用毛细管在起始线点适量的样品溶液,待溶剂挥干后,进行上行法展开,当展开剂接近顶部时,取出,用铅笔绘下溶剂前沿,挥干展开剂,喷洒显色剂,必要时可用电吹风适当加热促进显色。计算薄荷脑的 R_f 值,并比较其在三种展开

剂中的展开情况,由结果判断何种展开剂最适合分离薄荷油,也可用压板法显色。

【实验说明及注意事项】

(1) 实验用展开剂试剂瓶、量筒、展开缸必须干燥无水,不能混淆。

(2) 压板法操作 点样展层后,稍干,反扣在一块同样大小并涂布一层显色剂的玻璃板上,再将玻璃片反转,使薄层面向上,观察颜色变化。

【思考题】

- (1) 挥发油在硅胶薄层板上用石油醚、乙酸乙酯、石油醚:乙酸乙酯(85:15)三种展开剂分别展开时,结果不同,其原因是什么?
- (2) 欲进行薄层色谱鉴定时,应如何选择一個比较理想的色谱条件?

实验二 聚合硫酸铁的制备

【实验目的】

- (1) 掌握制备聚合硫酸铁的基本操作。
- (2) 了解制备聚合硫酸铁的基本原理。
- (3) 掌握比重计、恒温槽、酸度计、黏度计、微量滴定管等仪器的使用方法。

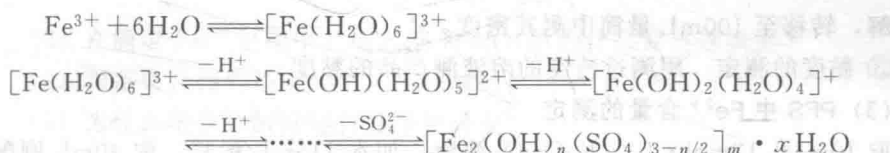
【实验原理】

聚合硫酸铁(PFS)简称聚铁,又称羟基硫酸铁,通式为 $[\text{Fe}_2(\text{OH})_n(\text{SO}_4)_{3-n/2}]_m$ ($n > 2$, $m \leq 10$), 是一种新型、优质、高效铁盐类无机高分子混凝剂。聚合硫酸铁是一种无机高分子净水剂,由于具有很强的絮凝和沉降能力且本身的无毒性,与其他絮凝剂如三氯化铁、硫酸铝、氯化硫酸铁、碱式氯化铝等相比,聚合硫酸铁生产成本低、投加量少、适用 pH 范围广、杂质(浊度、COD、悬浮物等)去除率高、残留物浓度低、矾花沉降速度快、脱色效果好,在水处理领域中有着良好的应用前景,已广泛应用于工业废水、城市污水以及生活饮用水的净化处理。本实验主要研究聚合硫酸铁的制备方法及其反应各方面的因素,并从其制备过程中学习无机聚合物密度、黏度、浊度的测定等方法。

聚合硫酸铁(PFS)的生产方法多种多样,根据使用的氧化剂,可将制备方法大致分为空气氧化法、硝酸氧化法、氯酸盐和双氧水氧化法。但无论是哪种氧化剂,都是经过氧化、水解、聚合制得聚合硫酸铁。本实验直接氧化七水合硫酸亚铁合成聚合硫酸铁,利用本法生产聚合硫酸铁,设备简单、生产周期短、无污染、反应不用催化剂、产品不含杂质、稳定性高,对工业化生产具有一定的指导作用。它具有很强的中和悬浮颗粒物的能力,有很大的比表面积和很强的吸附能力,是最高效的净水剂之一。

以 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 为原料,在适当的条件下,用 H_2O_2 作氧化剂将 Fe^{2+} 氧化为 Fe^{3+} ,控制一定条件,使 Fe^{3+} 先反应生成水合硫酸铁,再生成碱式硫酸铁,最后经水解、聚合作用生成 PFS。基本反应如下:





【实验仪器与试剂】

仪器 烧杯(250mL)、温度计套管、温度计、量筒(100mL, 250mL)、pHS-2 型酸度计、电热恒温水浴锅、滴液漏斗(100mL)、恒温加热磁力搅拌器、搅拌棒、电热恒温干燥箱、蒸发皿、表面皿、微量酸式滴定管、锥形瓶(250mL, 100mL)、电炉、比重计、黏度计。

试剂 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}(\text{s})$ 、二苯胺磺酸钠(0.2%)、 H_3PO_4 (浓)、 H_2SO_4 (浓)、 H_2O_2 (15%)、 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ($0.12\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)、污水。

【实验内容】

(1) 聚合硫酸铁的制备

① 用托盘天平称取 30g 硫酸亚铁放入 250mL 烧杯中, 加入 50mL 蒸馏水、2 滴浓 H_2SO_4 , 于 $40 \sim 50^\circ\text{C}$ 下加热使之完全溶解, 整个溶液呈绿色(瓶底有少量棕黄色不溶物, 不影响操作)。

② 用移液管移取 1mL 上述溶液于 50mL 锥形瓶中, 依次加入 14mL 蒸馏水、2 滴 0.2% 二苯磺酸钠、2mL 浓 H_3PO_4 , 迅速用 $0.12\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液滴定至溶液呈紫色且 30s 内不褪色, 计算原溶液中 Fe^{2+} 浓度。

③ 用 pHS-2 型酸度计测定溶液 pH 值, 求溶液中 H^+ 浓度。

④ 用 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 或浓 H_2SO_4 调整溶液使 $[\text{H}^+]/[\text{Fe}^{2+}] = 0.35 \sim 0.45$ 。

⑤ 将锥形瓶放入恒温加热磁力搅拌器内, 保持反应温度为 $70 \sim 80^\circ\text{C}$, 在充分搅拌下慢慢加入 7.6mL 15% 的 H_2O_2 (15s 加一滴), 滴定完毕, 要在加热与搅拌下继续反应 15min, 得到深红棕色液体即液态聚合硫酸铁。

⑥ 自然降温到室温, 将溶液倾入蒸发皿中(沉淀弃去), 加热蒸发浓缩。期间要不断搅拌, 当溶液变稠时, 改用小火加热, 直至溶液非常黏稠搅拌困难为止。将此黏稠物连同搅拌棒一起置于恒温干燥箱中, 于 105°C 下烘 30min, 取出。将半干的产品转移至已知质量的表面皿中, 继续于 105°C 下烘 45min 左右, 使其完全干燥, 即得灰黄色固体 PFS 产品。

取出已干燥的产品冷却后称重, 计算产率。

(2) PFS 产品性质实验

① 絮凝作用 取黄豆粒大小的产品加入盛 100mL 左右的污水杯中振荡, 观察其絮凝和沉降能力。若溶液有红棕色, 说明 PFS 放多了。

② 密度的测定 将若干组同学的产品合并在一起凑足 40g, 用 100mL 蒸馏

水溶解，转移至 100mL 量筒中测其密度。

③ 黏度的测定 用测过密度的溶液测产品的黏度。

(3) PFS 中 Fe^{2+} 含量的测定

取 10mL $0.12\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液，加水 115mL 稀释，取 10mL 刚配好的 PFS 溶液用稀释后的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液进行滴定，计算溶液中 Fe^{2+} 含量。

【实验数据记录与产品性能评价】

(1) 实验数据记录

产量	
产率/%	
絮凝作用	
黏度	
密度	
Fe^{2+} 含量	

(2) 产品性能评价

【注意事项】

(1) 在酸性溶液中 Fe^{3+} 为黄色，对终点观察有干扰。所以要加入 H_3PO_4 ，由于 H_3PO_4 与 Fe^{3+} 可生成无色配合物 $\text{Fe}(\text{HPO}_4)_2$ ，可以消除 Fe^{3+} 的影响，同时降低 $\varphi_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}}$ ，使化学计量点的电位突跃增大， $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 与 Fe^{2+} 反应更完全，指示剂能较好地显色。

(2) 实验结果表明，在反应过程中，游离 H_2SO_4 的浓度较高时 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 溶解度较小， FeSO_4 被氧化的速度显著下降，并且不能很好地形成 PFS；只有当酸度较低时，才有利于 FeSO_4 的氧化并形成 PFS，但酸度过低， FeSO_4 在被氧化前易发生水解反应生成浅绿色或白色的 $\text{Fe}(\text{OH})_2$ 沉淀，较合适的酸度条件为：

$$\frac{[\text{H}^+]}{[\text{Fe}^{2+}]} = 0.35 \sim 0.45。$$

(3) 20°C 时每 100g 水能溶解 40g PFS，其密度大于 $1.45\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ ； 25°C 时，密度约为 $1.24\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

(4) 20°C 时黏度为 $11 \sim 13\text{mPa} \cdot \text{s}$ 。

(5) 溶液中 Fe^{2+} 含量不应大于 $1\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

【思考题】

(1) 在滴定 Fe^{2+} 时能否多加一些二苯胺磺酸钠？

(2) 在滴定 Fe^{2+} 过程中, 加入浓 H_3PO_4 后为什么要迅速滴定?

(3) 制备聚合硫酸铁实验中加入硫酸的作用是什么?

(4) 为什么聚合硫酸铁能将悬浮物除去?

【项目实施】

【实验方案】

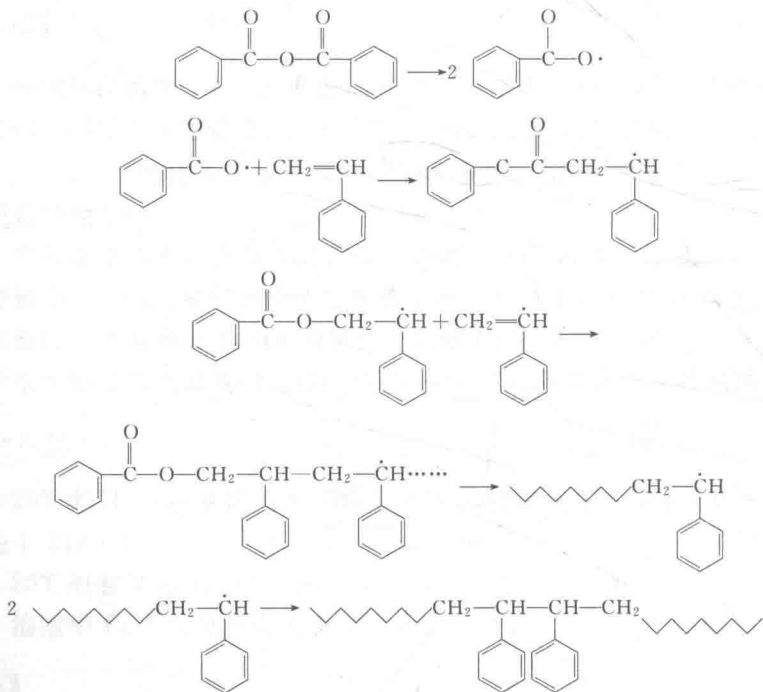
实验三 苯乙烯的悬浮聚合

【实验目的】

- (1) 了解苯乙烯自由基聚合的基本原理。
- (2) 掌握悬浮聚合的实施方法, 了解配方中各组分的作用。
- (3) 了解分散剂、升温速率、搅拌速率对悬浮聚合的影响。

【实验原理】

苯乙烯在水和分散剂作用下分散成液滴状，在油溶性引发剂过氧化二苯甲酰引发下进行自由基聚合，其反应如下：



悬浮聚合是由烯类单体制备高聚物的重要方法，由于水为分散介质，聚合热可以迅速排除，因而反应温度容易控制，生产工艺简单，理论上制成的成品呈均

匀的颗粒状，故又称珠状聚合，产品不经造粒可直接加工而成。悬浮聚合是单体以小液滴状悬浮在水中进行的聚合，单体中溶有引发剂，一个小液滴相当于本体聚合中的一个单元。从单体液滴转变为聚合物固体粒子，中间经过聚合物-单体黏性粒子阶段，为了防止粒子相互粘接在一起，体系中需另加分散剂，以便在粒子表面形成保护膜。

苯乙烯是一种比较活泼的单体，容易进行聚合反应。苯乙烯在水中的溶解度很小，将其倒入水中，体系分成两层，进行搅拌时，在剪切力的作用下单体层分散成液滴，界面张力使液滴保持球形，而且界面张力越大形成的液滴越大，因此在作用方向相反的搅拌剪切力和界面张力的作用下液滴达到一定的大小和分布。而这种液滴在热力学上是不稳定的，当搅拌停止后，液滴将凝聚变大，最后与水分层，同时聚合到一定程度以后的液滴中溶有的黏聚合物也可使液滴相黏结。因此，悬浮聚合体系还需加入分散剂即聚乙烯醇(PVA)。

基本操作如下所示。

(1) 组装仪器 (图 1)

本实验的重点在于是否恰当地进行搅拌，所以为保证搅拌速度均匀，安装后机械搅拌棒要可自由旋转无阻力。

(2) 加料

按表 1 实验各组分要求称量所需药品，注意加料顺序，需要注意的是过氧化二苯甲酰要先完全溶解在苯乙烯中再加入其他物质。

(3) 聚合

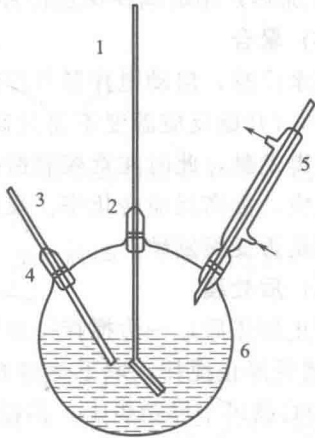


图 1 聚合装置

1—搅拌器；2—四氟密封塞；3—温度计；
4—温度计套管；5—冷凝管；
6—三口烧瓶

表 1 实验各组分

组 分	试 剂	规 格	用 量
单体	苯乙烯	>99.5%	16mL
分散剂	聚乙烯醇 (1.5%)	DP=1799	20mL
引发剂	BPO	精制	0.3g
介质	水	去离子水	130mL

【实验仪器和试剂】

仪器 机械搅拌装置一套、水浴装置一套、抽滤装置一套、移液管、三口烧瓶、量筒(100mL、10mL)、烧杯若干、锥形瓶(50mL)。

试剂 过氧化二苯甲酰(BPO)、聚乙烯醇(DP1799)、苯乙烯(纯度>

99.5%)、去离子水。

【实验内容】

(1) 组装

按图 1 安装好实验装置。

(2) 加料

按表 1 称量药品并精制 20mL 1.5% 的聚乙烯醇溶液(注:聚乙烯溶解时可进行 90℃ 加热并用玻璃棒快速搅拌 30min)。

(3) 聚合

通水冷凝,启动搅拌器并控制在一定转速($400\text{r} \cdot \text{min}^{-1}$ 以上),将温度升至 85~90℃(开始反应温度不要过高)开始聚合。反应 1~1.5h 之后体系中分散的颗粒变得发黏,此时注意控制搅拌速率。在反应后期将反应温度升高至上限,以加快反应,提高反应转化率。反应 2h 之后用吸管吸取少量颗粒在表面皿上,观察颗粒是否变脆发硬。

(4) 后处理

停止加热后,一边搅拌一边用水将三口瓶冷却至室温(此时千万不可停止搅拌)。然后停止搅拌,取下三口瓶。产品用布氏漏斗过滤,用热水洗涤数次。最后用 50℃ 鼓风干燥箱烘干,称量,计算产率列入表 2。

【结果分析】

表 2 产率计算

理论产量/g	实际产量/g	产率/%

$$\text{产率} = \frac{m_{\text{实}}}{m_{\text{理}}} \times 100\%$$

【思考与讨论】

(1) 结合悬浮聚合理论,说明配方中各组分的作用。如改为苯乙烯的本体聚合或乳液聚合,此配方需做哪些改动,为什么?

(2) 分散剂的作用原理是什么?如何确定用量,改变用量会产生什么影响?如不用聚乙烯醇可用哪种分散剂代替?

(3) 悬浮聚合对单体有何要求?聚合前单体应如何处理?

(4) 在悬浮聚合操作中,应特别注意哪些问题?