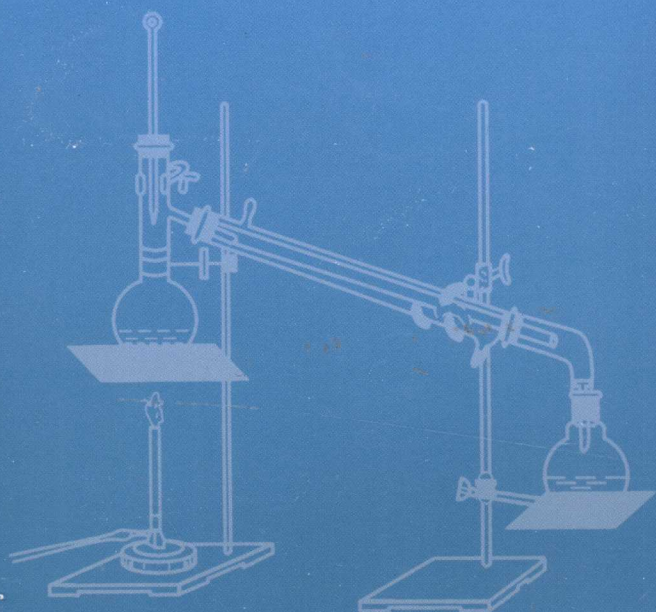


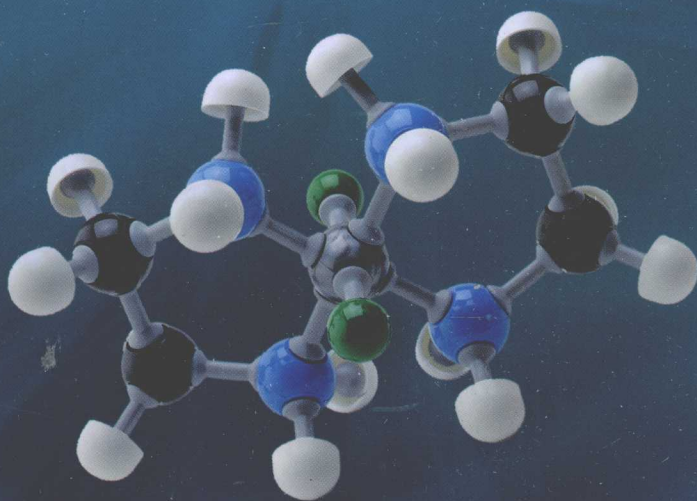


大学化学实验(下册)

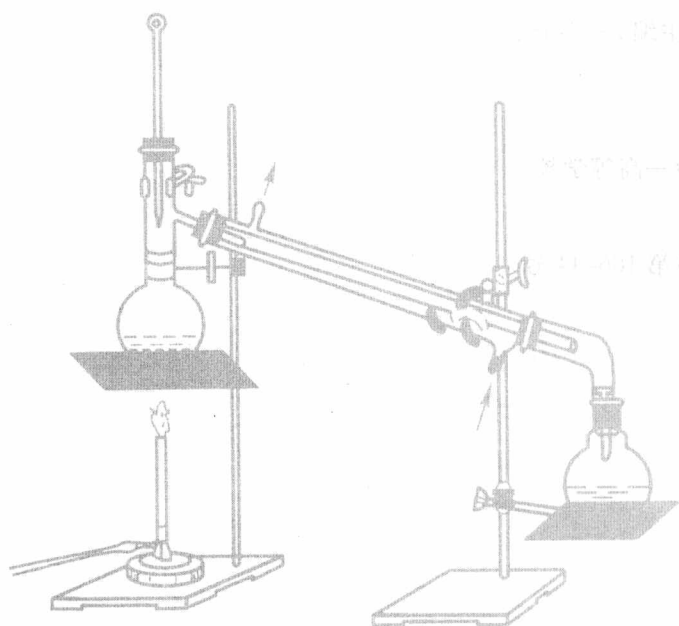
主 编 彭晓霞

副主编 刘 雄 陈 晖

DAXUE
HUAXUE SHIYAN



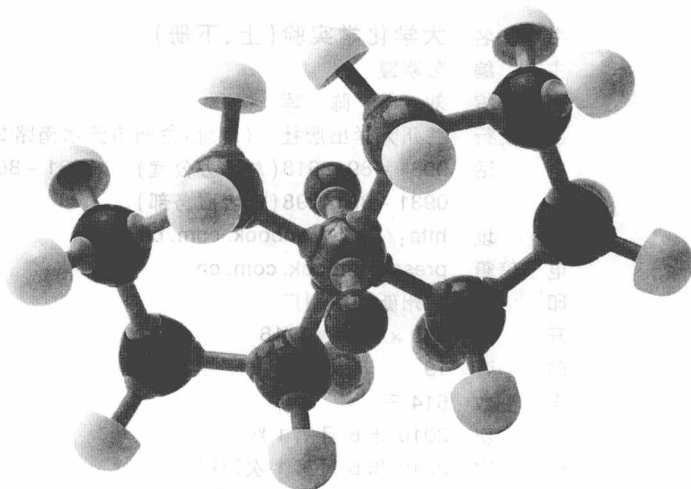
兰州大学出版社



大学化学实验(下册)

主 编 彭晓霞

DAXUE
HUAXUE SHIYAN



兰州大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验(上、下册)/彭晓霞主编. —兰州:
兰州大学出版社, 2010. 6
ISBN 978-7-311-03565-5

I. ①大… II. ①彭… 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(2010)第 106444 号

策划编辑 梁建萍
责任编辑 郝可伟
封面设计 管军伟

书 名 大学化学实验(上、下册)
主 编 彭晓霞
副 主 编 刘 雄 陈 晖
出版发行 兰州大学出版社 (地址:兰州市天水南路 222 号 730000)
电 话 0931-8912613(总编办公室) 0931-8617156(营销中心)
0931-8914298(读者服务部)
网 址 <http://www.onbook.com.cn>
电子信箱 press@onbook.com.cn
印 刷 兰州新华印刷厂
开 本 880×1230 1/16
印 张 19
字 数 614 千
版 次 2010 年 6 月第 1 版
印 次 2010 年 6 月第 1 次印刷
书 号 ISBN 978-7-311-03565-5
定 价 36.00 元(上、下册)

(图书若有破损、缺页、掉页可随时与本社联系)
版权所有 盗印必究 举报电话:(0931)8419182 8912613

DAXUE HUAXUE SHIYAN



主 编	彭晓霞		
副主编	刘 雄	陈 晖	
编 委	谈春霞	赵晓娟	戴红霞
	朱巧军	张彩霞	赵亚丽
	李仲荭	李学军	王学军

目 录

第二编 基础实验(二)

第七章 物质的制备、分离和提取 / 147

- 实验一 有机化合物的元素定性分析 / 147
- 实验二 糖类化合物的性质 / 149
- 实验三 氨基酸和蛋白质的性质 / 151
- 实验四 无水乙醇的制备 / 153
- 实验五 乙酸乙酯的制备 / 154
- 实验六 溴乙烷的制备 / 155
- 实验七 乙酰苯胺的制备 / 157
- 实验八 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备 / 158
- 实验九 苯甲酸乙酯的合成 / 159
- 实验十 乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备 / 160
- 实验十一 乙酰乙酸乙酯的合成 / 161
- 实验十二 甲基橙的制备 / 162
- 实验十三 苯甲酸和苯甲醇的制备 / 164
- 实验十四 从牡丹皮中提取丹皮酚 / 165
- 实验十五 茶叶中咖啡因的提取、分离与鉴定 / 166
- 实验十六 番茄红素及 β -胡萝卜素的提取与分离 / 168
- 实验十七 丁香挥发油的提取 / 170
- 实验十八 从黄连中提取黄连素 / 171
- 实验十九 卵磷脂的提取与鉴定 / 172
- 实验二十 从槐米中提取芦丁 / 174
- 实验二十一 分子模型实验 / 175

第八章 现代仪器分析实验 / 177

- 实验一 分光光度计的性能检验 / 177
- 实验二 吸收曲线的测绘及吸收系数的测定 / 178
- 实验三 标准曲线法测定芦丁含量 / 179
- 实验四 维生素 B₁₂ 注射液的定性鉴别、定量分析 / 181
- 实验五 双波长分光光度法测定安钠咖注射液中咖啡因的含量 / 182
- 实验六 导数光谱法测定安钠咖注射液中咖啡因的含量 / 183
- 实验七 银黄口服液中黄芩苷和绿原酸的含量测定 / 185
- 实验八 火焰光度法测定样品中的钾、钠 / 186
- 实验九 原子吸收分光光度法测定自来水中镁的含量 / 187
- 实验十 原子吸收法测定感冒冲剂中的铜 / 189
- 实验十一 气相色谱的载气流速与理论塔板高度的关系 / 190
- 实验十二 气相色谱法测定醇的同系物 / 191

- 实验十三 荧光分析法测定邻-羟基苯甲酸和间-羟基苯甲酸 / 193
- 实验十四 荧光光度分析法测定维生素 B₂ / 194
- 实验十五 柱色谱法测定氧化铝活度 / 196
- 实验十六 纸色谱法分离氨基酸 / 197
- 实验十七 薄层色谱法测定甜叶菊苷含量 / 199
- 实验十八 双波长薄层色谱扫描法测定甲基红含量 / 200
- 实验十九 紫外分光光度法测定饮料中的防腐剂——苯甲酸 / 202
- 实验二十 酱油中总酸量(度)和氨基氮的测定 / 203
- 实验二十一 气相色谱分析条件的选择和色谱峰的定性鉴定 / 205
- 实验二十二 苯、甲苯、二甲苯的气相色谱定量分析 / 209
- 实验二十三 聚乙烯和聚苯乙烯的红外光吸收光谱的测绘——薄膜法制样 / 213
- 实验二十四 高效液相色谱柱柱效测定 / 214
- 实验二十五 反相液相色谱法分离芳香烃 / 216
- 实验二十六 高效液相色谱法测定饮料中的咖啡因 / 217
- 实验二十七 萘、联苯、菲的高效液相色谱分析 / 218
- 实验二十八 利用高效液相色谱法进行氨基酸分析 / 220

第九章 基本物理量及有关参数的测定 / 223

- 实验一 电导法测定弱电解质的电离平衡常数 / 223
- 实验二 蔗糖转化速率的研究 / 225
- 实验三 乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定 / 227
- 实验四 最大气泡法测定溶液的表面张力 / 229
- 实验五 乳状液的制备与性质 / 232
- 实验六 固液界面上的吸附 / 234
- 实验七 溶胶的制备、净化与性质 / 235
- 实验八 黏度法测定高聚物的摩尔质量 / 238
- 实验九 黏度法测定动物胶的等电点 / 241
- 实验十 中药的离子透析 / 242
- 实验十一 电泳 / 244
- 实验十二 离子迁移数的测定 / 246

第十章 化工基础实验 / 248

- 实验一 离心泵特性曲线的测定 / 248
- 实验二 流体流动阻力的测定 / 251
- 实验三 换热器传热系数的测定 / 254

第三编 综合性、设计性实验

导论 / 259

第十一章 综合性实验 / 260

- 实验一 菠菜叶色素的分离 / 260
- 实验二 槐米中芦丁的色谱分离和鉴定 / 262
- 实验三 从肉桂皮中提取肉桂油及其主要成分的鉴定 / 264

第十二章 设计性实验 / 266

- 实验一 混合酸(碱)测定方法的设计 / 266
- 实验二 维生素 C 含量的测定 / 267
- 实验三 药物中微量铁的测定 / 267
- 实验四 苯甲酸、山梨酸的酯化衍生物及其高相液相色谱测定 / 268
- 实验五 金银花中绿原酸的 TLC 鉴别 / 269

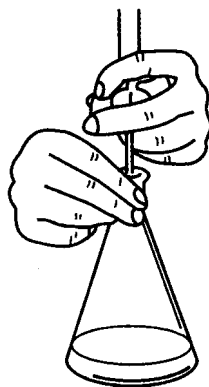
- 实验六 醇、酚、醛、酮未知液的分析 / 269
实验七 高效液相色谱法检测常见的食品添加剂 / 270
实验八 食品中常见维生素含量的测定 / 271
实验九 常见天然色素(玉米黄色素)的提取、分离和分析 / 271
实验十 高效液相色谱法检测常见中药的主要成分 / 272

附录

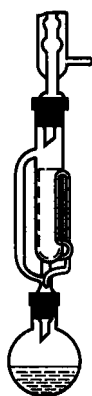
- 附录一 常用元素的相对原子质量 / 273
附录二 常用试剂的配制方法 / 274
附录三 水的饱和蒸气压 / 275
附录四 不同温度下水的折光率 / 276
附录五 常用有机溶剂的物理常数 / 276
附录六 常用酸、碱的浓度—密度表 / 278
附录七 部分有机物的 pK_a 值 / 284
附录八 常见共沸混合物 / 286

参考文献 / 288

第二编



基础实验(二)



第七章 物质的制备、分离和提取

实验一 有机化合物的元素定性分析

一、实验目的

初步了解有机化合物元素定性分析的原理和方法。

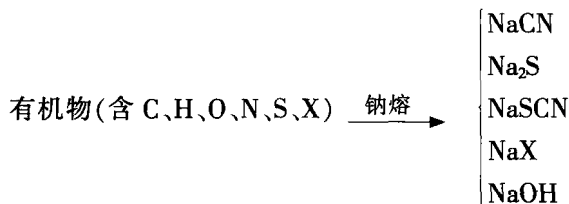
二、实验原理

有机化合物元素定性分析就是鉴定样品中含有哪些元素。在未知物的鉴定中,元素定性分析是一个很重要的步骤。一般有机化合物中都含有碳、氢两种元素,通过灼烧试验确定样品为有机化合物后,一般无须进行碳、氢元素的鉴定。此外,有机化合物中的氧元素至今没有很好的化学鉴定方法,一般是通过官能团定性试验或根据定量分析结果来判断其是否存在。因此,元素定性分析通常主要是分析氮、硫和卤素等。对于元素有机化合物,还需鉴定其他金属或非金属元素,如磷、汞、硅和硼等。

有机化合物多数是共价化合物,分子中原子以共价键相结合,很难在水中解离成相应的离子,不能与鉴定试剂直接发生离子反应。因此,鉴定氮、硫、卤素等元素时,首先要将有机化合物分解,使这些元素转化成无机离子,进而利用相应离子的性质进行鉴定。

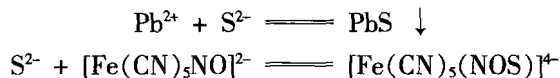
分解有机化合物样品的方法很多,最常用的方法是钠熔法,即将有机化合物和金属钠混合灼热共熔,使有机物中的氮、硫、卤素等元素转化为氰化钠、硫化钠、卤化钠等可溶于水的无机化合物,然后用无机定性分析的方法鉴定。

将灼烧生成物溶于水,过滤后所得滤液用于元素鉴定试验。



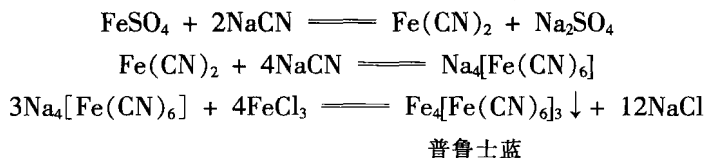
1. 硫的鉴定

取部分滤液,加入乙酸铅溶液,若样品中含有硫,则生成黑褐色沉淀;加亚硝基铁氰化钠,若样品中含有硫,则生成紫红色溶液。



2. 氮的鉴定

取部分滤液,加硫酸亚铁溶液,用盐酸酸化,再加入三氯化铁溶液,若样品中含有氮,则有普鲁士蓝生成。



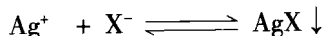
3. 硫、氮元素的同时鉴定

取部分滤液,用盐酸酸化,加入三氯化铁溶液,若样品中同时含有硫、氮,则有血红色的配位离子生成。



4. 卤素的鉴定

取部分滤液,加硝酸酸化,加热煮沸数分钟除尽氰化氢与硫化氢后,再加硝酸银试剂,若样品中含有卤素,则有卤化银沉淀析出。



5. 磷的鉴定

取部分滤液,加入浓硝酸酸化,煮沸,再加钼酸铵水溶液,沸水浴中加热数分钟,样品若含有磷,则有黄色沉淀 $(\text{NH}_4)_3(\text{PMo}_{12}\text{O}_{40})$ 生成。

三、仪器与试剂

1. 仪器

试管,试管塞,试管夹,玻璃棒,滴管,酒精灯,铁架台等。

2. 试剂

金属钠,乙醇,蒸馏水,10%醋酸,醋酸铅试纸,亚硝基铁氰化钠,10%氢氧化钠溶液,硫酸亚铁晶体(或硫酸亚铁饱和溶液),稀盐酸,5%三氯化铁溶液,15%盐酸,5%硝酸,浓硝酸,5%硝酸银溶液,2.5%钼酸铵溶液等。

四、实验步骤

1. 样品的钠熔

取干燥的 10 mm×100 mm 的小试管一支,用不包橡皮的铁夹垂直夹在铁架台上,用小刀切取一粒表面光亮、大小如黄豆的金属钠^[1],用滤纸擦干表面附着的煤油,迅速放入试管中,用酒精灯在试管底部加热使钠熔化,待钠的蒸气上升达 1 cm 高时,迅速加入约 50 mg 干燥的有机样品,加时务必使样品直接落在试管的底部^[2]。继续加热使试管底部呈暗红色,再加热 1~2 分钟,使样品分解完全。然后停止加热,冷却至室温,加入 1 mL 乙醇将未作用完的钠分解。再用酒精灯将钠熔试管加热,蒸去乙醇,当试管底部烧红时,趁热将试管浸入盛有 15 mL 蒸馏水的小烧杯中(小心! 远离脸部),试管底部遇冷立即破裂(如未断开,可用镊子轻轻敲打)。加热烧杯,煮沸片刻,过滤除去固体,得无色或淡黄色澄清滤液,称为钠熔溶液,作元素鉴定试验之用^[3]。

2. 硫元素的鉴定

方法 1: 取 2 mL 钠熔溶液于小试管中,加入 10%醋酸使呈酸性,煮沸,将醋酸铅试纸置于试管口,若生成棕黑色斑点,则表明样品中含有硫。

方法 2: 取一粒亚硝基铁氰化钠溶于数滴水中,将此溶液滴入盛有 1 mL 钠熔溶液的试管中,如有硫存在混合液呈紫红色或棕红色。

3. 氮元素的鉴定

取 2 mL 钠熔溶液于小试管中,滴入几滴 10%氢氧化钠溶液,再加入一小粒硫酸亚铁晶体或 3~4 滴新配制的硫酸亚铁饱和溶液,摇匀,小火煮沸 1~2 分钟,使液体内部的亚铁离子氧化为铁离子。冷却后,加稀盐酸使氢氧化铁沉淀恰好溶解^[4],再加 2~3 滴 5%三氯化铁溶液,如有蓝色沉淀生成则表明含有氮^[5]。

4. 硫、氮元素的同时鉴定

取 1 mL 钠熔溶液于小试管中,用 15%盐酸酸化,再加入 1 滴 5%三氯化铁溶液,如有血红色出现,即表明样品中有硫氰酸根离子 (CNS^-) 存在^[6]。

5. 卤素的鉴定

取 1 mL 滤液于小试管中,用 5%硝酸酸化,在通风柜里煮沸 5~10 分钟,冷却后加入 5%硝酸银溶液 2~3 滴,如有沉淀产生表明样品中含有卤素(如样品中不含硫、氮两种元素,则酸化后不必煮沸,可直接加入硝酸银鉴定)。

6. 磷元素的鉴定

取 2 mL 滤液于小试管中,加入 1 mL 浓硝酸,煮沸 1 分钟,再加 5~10 滴 2.5%钼酸铵水溶液,将此混合

液置于沸水浴中加热数分钟。若有黄色沉淀生成,表明含有磷。

五、思考题

1. 进行元素定性分析有何意义? 钠熔法的基本原理是什么? 应注意些什么?
2. 钠熔法试验时, 加入样品的试管烧红后, 为什么要在冷却后加入乙醇而不是加入水?
3. 作卤素鉴定时, 钠熔溶液先用硝酸酸化并煮沸的目的是什么? 若不进行处理而直接加入硝酸银, 会有什么影响?

注 释

[1] 金属钠保存在煤油中, 用镊子取出小块金属钠, 用滤纸吸干煤油, 用小刀切除外皮, 取出有金属光泽的部分使用。切下来的外皮和用剩的钠, 放回原瓶, 绝对不可弃入水槽或废液缸中, 以免发生危险。

[2] 当钠的蒸气与样品接触时, 立即发生猛烈分解, 有时会发生轻微的爆炸或着火, 所以加样品时, 操作者的脸部要远离试管口。

[3] 如滤液呈棕色, 表明样品加热不够, 分解未完全, 需重做钠熔试验。

[4] 在碱性溶液中, 亚铁离子易被空气氧化成三价铁, 形成氢氧化铁沉淀, 若试样中含有硫元素, 会有黑色的硫化铁沉淀析出, 这些沉淀与普鲁士蓝混在一起, 会影响对颜色的观察。加入盐酸酸化的目的是溶解这些对氰离子检出有干扰的沉淀。

[5] 本实验有时没有沉淀, 只得到蓝色或绿色的溶液(弱正性)。除本来含氮太少的原因外, 可能由于样品在钠熔时分解不完全或样品用量超过金属钠量所致。遇到这种情况可重新钠熔样品再做一次鉴定。脂肪族偶氮化合物及芳香族重氮化合物在加热时, 其氮元素以氮气的形式逸出; 一些氢化偶氮化合物、氨基化合物, 则转变为氨逸出; 有时钠熔中生成的氰化物也可能被进一步还原成氨。因此, 反应中有时检不出 CN^- 离子。某些含碳较少的含氮样品, 有时也呈弱正性现象, 遇到这种情况, 可在样品中加入少许葡萄糖或蔗糖再钠熔, 这有利于氰离子的生成。

[6] 在钠熔时, 若用的钠太少, 硫和氮常以硫氰酸根负离子(CNS^-)的形式存在, 因此, 在分别鉴定硫和氮时, 若得负结果, 则必须作硫和氮同时鉴定的试验。若在氮元素鉴定试验中得正结果, 则此试验可能为负结果。

实验二 糖类化合物的性质

一、实验目的

1. 了解糖类化合物的主要化学性质。
2. 熟悉糖类化合物的鉴别方法。

二、实验原理

糖类化合物是一类多羟基的内半缩醛、酮及其聚合物。按其水解情况的不同, 糖类化合物可分为单糖、低聚糖(常见的是双糖)和多糖三大类。

1. 单糖的性质

单糖的性质包括一般性质与特殊性质。一般性质主要表现为羰基的典型反应(如与羰基试剂加成)及羟基的典型反应(如酯化反应)。特殊性质有水溶液中的变旋现象; 与苯肼成脎; 稀碱介质中的差向异构化; 半缩醛、酮羟基与含羟基的化合物成苷; 氧化反应(醛糖能被溴水温和氧化为糖酸; 醛、酮糖都能被托伦试剂、斐林试剂、本尼迪克特试剂氧化; 被稀硝酸氧化为糖二酸; 被高碘酸氧化断链成甲醛或甲酸); 强酸介质中与酚类化合物缩合而呈现颜色反应(如 Molisch 反应、Seliwanoff 反应)等。

2. 双糖的性质

双糖根据分子中是否还保留有原来一个单糖分子的半缩醛羟基分成还原性双糖(如麦芽糖、乳糖、纤维二糖)与非还原性双糖(如蔗糖)。还原性双糖由于分子中还保留有原来单糖分子的一个半缩醛羟基, 水溶液中能开环成开链的醛式而表现出还原性(能被托伦试剂或斐林试剂氧化)、变旋现象及成脎反应。非还原性双糖由于分子中没有半缩醛羟基而没有上述性质。双糖分子可在酸或酶催化下水解成单糖而表现出单糖的

还原性。

3. 多糖的性质

多糖由上千个单糖单位缩合而成,难溶于水,无甜味,无还原性,能被酸或酶催化而逐步水解成单糖。

淀粉是一种常见的多糖,在酸或酶催化下水解,可逐步生成分子较小的多糖,最后水解成葡萄糖:淀粉→各种糊精→麦芽糖→葡萄糖。碘遇直链淀粉显蓝紫色,与不同相对分子质量的糊精显红色或黄色,糖相对分子质量太小时,与碘不显色。常用碘试验对淀粉进行定性分析及检验淀粉的水解程度。

三、仪器与试剂

1. 仪器

试管,试管塞,试管夹,玻璃棒,滴管,小角匙,小烧杯,白瓷点滴板,酒精灯,石棉网,三脚架等。

2. 试剂

2 % 葡萄糖,2 % 果糖,2 % 蔗糖,2 % 麦芽糖,2 % 乳糖,1 %、2 % 淀粉溶液,斐林试剂 A,斐林试剂 B,本尼迪克特试剂,10 % 硝酸银,10 %、20 % 氢氧化钠,2 % 氨水,15 % α -萘酚乙醇溶液,浓硫酸,间苯二酚—盐酸试剂,苯肼试剂,0.1 % 碘溶液,2 % 硫酸,浓盐酸,蒸馏水,pH 试纸等。

四、实验步骤

1. 糖的还原性

(1) 与托伦试剂的反应

取洁净大试管一支,加 10 % 硝酸银溶液 2 mL,滴加 1~2 滴 10 % 氢氧化钠溶液,立即产生棕色沉淀。再逐滴加入 2 % 氨水,直到沉淀刚好溶解为止,即得透明清亮的托伦试剂。

将已配好的托伦试剂分装到四支洁净的试管中,然后分别加入 4 滴 2 % 葡萄糖、2 % 果糖、2 % 蔗糖、2 % 麦芽糖溶液,摇匀,然后将试管同时放入 50~60 °C 水浴中加热,观察试管中有无银镜生成。

(2) 与斐林试剂的反应

取 5 支试管,各加入 1 mL 斐林试剂 A 和 1 mL 斐林试剂 B,混匀,然后分别加入 4 滴 2 % 葡萄糖、2 % 果糖、2 % 蔗糖、2 % 麦芽糖、2 % 淀粉溶液,摇匀,将试管同时放入沸水浴中加热 2~3 分钟,然后取出冷却,观察并比较现象。

(3) 与本尼迪克特试剂的反应

取 4 支试管,各加入 2 mL 本尼迪克特试剂^[1],然后分别加入 4 滴 2 % 葡萄糖、2 % 果糖、2 % 蔗糖、2 % 麦芽糖溶液,摇动均匀,将试管同时放入沸水浴中加热 2~3 分钟,然后取出冷却,观察并比较现象。

2. 糖的显色反应

(1) 莫立许(Molisch)反应

取 5 支试管,各加入 2 % 葡萄糖、2 % 果糖、2 % 蔗糖、2 % 麦芽糖、1 % 淀粉溶液 1 mL,再向各试管中加入 4 滴新配制的 Molisch 试剂(15 % α -萘酚乙醇溶液)。混合均匀后,将试管倾斜,沿着试管壁徐徐加入浓硫酸 1 mL(注意不要摇动),硫酸与糖溶液明显分为两层。观察液面交界处有无紫色环出现。若数分钟内无颜色变化,可在水浴中温热,再观察结果^[2]。

(2) 西里瓦诺夫反应(Seliwanoff)反应

取 4 支试管,分别加入 10 滴间苯二酚—盐酸试剂^[3],再各滴入 2 滴 2 % 葡萄糖、2 % 果糖、2 % 蔗糖、2 % 麦芽糖溶液,混合均匀后,将试管同时放入沸水浴中加热 2 分钟,观察并比较试管中出现颜色的次序^[4]。

3. 糖脎的形成

取 5 支试管,各加入 2 % 葡萄糖、2 % 果糖、2 % 蔗糖、2 % 麦芽糖、2 % 乳糖溶液 2 mL,再分别加入 1 mL 新鲜配制的苯肼试剂^[5],摇匀,取少量棉花塞住试管口,同时放入沸水浴中加热煮沸,随时将出现沉淀的试管取出,并记录时间。加热 20~30 分钟以后,将所有试管取出,让其自行冷却,比较各试管产生糖脎的顺序。取出少量沉淀晶体,用显微镜观察各种糖脎的晶型。

4. 淀粉的碘试验

在试管中加入 10 滴 1 % 淀粉溶液,再加入 1 滴 0.1 % 碘溶液,观察现象。将试管放入沸水浴中加热 5~10 分钟,观察有何变化。取出冷却后,结果又如何?解释以上现象。

5.糖类的水解

(1)蔗糖的水解

取两支试管,分别加入 2%蔗糖 0.1 mL 和蒸馏水 1~2 mL,然后向一支试管中加入 3~5 滴 2%硫酸溶液,向另一支试管中加入 3~5 滴蒸馏水,混合均匀后,将两支试管同时放入沸水浴中加热 10~15 分钟。取出两支试管,冷却后第一支试管用 10%氢氧化钠溶液中和至中性,然后向两支试管中各加入 1 mL 本尼迪克特试剂,摇匀,将两支试管同时放入沸水浴中加热 2~3 分钟,观察并比较两支试管的颜色变化,解释现象。

(2)淀粉的酸水解

取一个小烧杯加入 10 mL 1%淀粉溶液和 8 滴浓盐酸,放在沸水浴中加热,每隔 5 分钟从烧杯中取出 1 滴淀粉水解液在白瓷点滴板上作碘试验,直到不再起碘反应为止(约 30 分钟)。然后取下小烧杯,向其中滴加 20%氢氧化钠溶液至呈弱碱性为止(用 pH 试纸检验)。另取两支试管分别加入淀粉水解液 1 mL 和 1%淀粉溶液 1 mL,各滴加 4 滴本尼迪克特试剂,摇匀后同时放入沸水浴中加热 2~5 分钟,观察现象变化并解释之。

五、思考题

- 1.还原性糖与非还原性糖在结构和性质上有何不同?举例说明。
- 2.哪些糖类能够形成相同的糖脎?为什么?
- 3.在糖类的还原性试验中,蔗糖与本尼迪克特试剂或托伦试剂长时间共热时,有时也能得到阳性结果,怎样解释此现象?
- 4.如何鉴别葡萄糖、果糖、麦芽糖、蔗糖和淀粉?

注 释

[1]本尼迪克特试剂的配制:取硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 17.3 g 溶于 100 mL 水中,另取柠檬酸钠 173 g、无水碳酸钠 100 g 溶于 700 mL 水中。将上述两溶液合并,用水稀释至 1000 mL 即得。

[2]Molisch 反应很灵敏,在试验时如不慎有滤纸碎片落入试管,也会得到阳性结果。某些化合物(如甲酸、丙酮、乳酸和草酸等)都呈阳性结果。所以只能用其阴性结果来判断糖类化合物的不存在。

[3]间苯二酚—盐酸试剂的配制:取 0.01 g 间苯二酚溶于 10 mL 浓盐酸和 10 mL 水,混合均匀即成。

[4]Seliwanoff 反应是鉴定酮糖的特征反应。酮糖与盐酸共热生成糠醛衍生物,再与间苯二酚形成鲜红色的缩合物。在 Seliwanoff 试验中,酮糖变为糠醛衍生物的速度比醛糖快 15~20 倍。若加热时间过长,葡萄糖、麦芽糖、蔗糖也有阳性结果。另外,葡萄糖浓度高时,在酸存在下,能部分转化为果糖。因此,进行本试验时应注意:盐酸和葡萄糖的浓度均不得超过 12%,观察颜色或沉淀的时间不得超过加热后 20 分钟。

[5]苯肼试剂的配制:取苯肼盐酸盐 20 g,加水 200 mL,微热溶解,再加入活性炭 1g 脱色,过滤后贮存于棕色瓶中。

实验三 氨基酸和蛋白质的性质

一、实验目的

- 1.了解氨基酸和蛋白质的主要化学性质。
- 2.熟悉氨基酸的鉴别方法。

二、实验原理

氨基酸具有酸碱两性(可成内盐、具有等电点)、受热分解(不同类型氨基酸受热分解产物不同)、脱羧成胺类、与亚硝酸作用放氮成羟氨酸、脱水成肽等性质。其呈色反应主要有:(1) α -氨基酸与水合茚三酮作用呈紫色;(2)氨基酸与铜离子作用呈紫蓝色;(3)含苯环的氨基酸与浓硝酸作用生成先白色沉淀,加热后沉淀转变为黄色。

肽类和蛋白质是由氨基酸组成的,也能与水合茚三酮发生同样的显色反应。蛋白质分子中具有许多肽键,当其在碱性水溶液中与少量硫酸铜相遇时,即显紫色或紫红色,称为缩二脲反应。凡分子中含有两个或

两个以上的酰胺键的化合物均有此反应,所显颜色与酰胺键的多少有关,肽键越多,颜色越深。

蛋白质分子若由含苯环的氨基酸(苯丙氨酸、酪氨酸及色氨酸)组成,当浓硝酸作用于这些氨基酸的苯环时,则苯环被硝化,生成黄色的硝基化合物,此黄色物质遇碱即形成盐而显橙色,这个反应称为蛋白黄反应。

蛋白质在物理、化学因素的作用下,可引起内部结构改变而发生变性或析出沉淀;蛋白质遇热则发生凝固;蛋白质也可与重金属盐、生物碱沉淀试剂生成难溶性的蛋白盐。

三、仪器与试剂

1. 仪器

试管,试管塞,试管夹,玻璃棒,滴管,小角匙,小烧杯,白瓷点滴板,酒精灯,石棉网,三脚架等。

2. 试剂

1%甘氨酸,1%酪氨酸,1%色氨酸,鸡蛋白溶液,茚三酮试剂,10%、20%氢氧化钠,1%硫酸铜溶液,硫酸铵,蒸馏水,1%醋酸铅溶液,1%醋酸,苦味酸,5%鞣酸溶液,浓硝酸。

四、实验步骤

1. 与茚三酮的反应

在四支试管中分别加入1%甘氨酸、1%酪氨酸、1%色氨酸和鸡蛋白溶液^[1]各1 mL,再分别滴加茚三酮试剂^[2]2~3滴,在沸水浴中加热10~15分钟,观察溶液的颜色变化。

2. 缩二脲反应

在两支试管中分别加入10滴1%甘氨酸溶液和鸡蛋白溶液,10滴10%氢氧化钠溶液,再加入2滴1%硫酸铜溶液^[3],混匀后加热,观察反应现象。

3. 蛋白质的可逆沉淀—盐析作用

在一支试管中加入3 mL鸡蛋白溶液,再加硫酸铵晶体使之成为硫酸铵的饱和溶液,观察现象。再加入2 mL蒸馏水,振荡,又有何现象?

4. 蛋白质的不可逆沉淀反应

(1) 重金属盐沉淀蛋白质

取两支试管各加入2 mL蛋白溶液。一支试管内滴加1%醋酸铅溶液,另一支试管内滴加1%硫酸铜溶液,直至沉淀生成为止。

(2) 生物碱试剂沉淀蛋白质

取两支试管各加入2 mL鸡蛋白溶液,再滴加1%醋酸溶液使之呈酸性。然后一支试管内加数滴饱和苦味酸溶液,另一支试管内加几滴5%鞣酸溶液,观察有何现象产生。

5. 黄蛋白反应

在1 mL鸡蛋白溶液中加入3~5滴浓硝酸,加热煮沸1~2分钟,观察现象。冷却反应物,滴加20%氢氧化钠溶液1~2 mL,观察现象。

6. 蛋白质的凝固

取2 mL鸡蛋白溶液置于试管中,水浴加热几分钟观察有无白色块状蛋白质凝结。

五、思考题

1. 氨基酸与茚三酮反应的机理是什么?
2. 氨基酸是否也有缩二脲反应?为什么?
3. 为什么鸡蛋清可用作铅中毒或汞中毒的解毒剂?

注 释

[1]将鸡蛋白用蒸馏水稀释30倍,用三层纱布过滤,即得卵清蛋白溶液,滤液冷藏备用。

[2]茚三酮试剂的配制:取0.1 g茚三酮溶于125 mL乙醇中即得。该试剂需使用时临时配制。

[3]硫酸铜不能多加,否则将影响实验结果。

实验四 无水乙醇的制备

一、实验目的

1. 学习实验室中制备无水乙醇的方法。
2. 掌握防潮的回流、常压蒸馏的操作及装置。

二、实验原理

市售乙醇中含有 4.5% 左右的水分, 若将此乙醇与生石灰作用, 则乙醇中的水分与生石灰作用生成氢氧化钙, 然后再将乙醇蒸出, 这样可得到纯度为 99.5% 的乙醇。



三、仪器与试剂

1. 仪器

圆底烧瓶, 球形冷凝管, 干燥管, 真空接液管。

2. 试剂

工业乙醇, 生石灰, 无水氯化钙, 高锰酸钾。

四、实验步骤

1. 无水乙醇的制备

取 250 mL 圆底烧瓶, 放入工业乙醇 70 mL, 加入碎成小块的生石灰 20 克^[1], 在烧瓶上装球形冷凝器, 冷凝器上口装氯化钙干燥管成为回流装置^[2], 水浴加热回流 1 小时, 取下冷凝器, 通过 75° 弯管改为蒸馏装置^[3], 以附有干燥管的干燥抽滤瓶为接收器, 收集馏液。蒸馏速度不宜过快^[4](1~2 滴/秒), 直至无乙醇蒸出为止。

2. 乙醇含水的检验

取干燥小试管两支, 各加入一小粒高锰酸钾晶体, 分别加入工业乙醇和自制无水乙醇约 2 mL, 振荡后观察现象。

五、思考题

1. 制备无水试剂时应注意什么事项? 为什么在加热回流和蒸馏时冷凝管的顶端和接收器支管上要装置氯化钙干燥管?
2. 回流在有机制备中有何优点? 为什么在回流装置中要用球形冷凝管?

注 释

- [1] 氧化钙块不宜过大或过碎, 过大不宜充分反应, 过碎则易发生暴沸。
- [2] 由于无水乙醇有很强的吸水性, 在操作中须防止一切水汽侵入反应系统中, 并注意保证装置的严密和仪器的干燥。
- [3] 停止回流改为蒸馏时, 必须将火源熄灭。
- [4] 馏速过快会使氢氧化钙浆冲出, 使产物浑浊。

实验五 乙酸乙酯的制备

一、实验目的

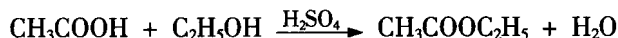
1. 学习由有机酸合成酯的一般原理及方法。
2. 掌握回流、常压蒸馏的装置及操作,分液漏斗的使用方法,液体样品的干燥技术,折光率的测定。

二、实验原理

本实验以醋酸和乙醇为原料,在浓硫酸催化下加热制得乙酸乙酯。

酯化反应为可逆反应,增高温度或使用催化剂可加快反应速度,加入过量的乙醇或不断移走生成物可提高产量。

反应式:



三、试剂

1. 仪器

圆底烧瓶,球形冷凝管,干燥管,真空接液管。

2. 试剂

冰醋酸 15 mL (0.25 mol), 95 % 乙醇 23 mL (0.39 mol), 浓硫酸, 饱和碳酸钠溶液, 饱和氯化钙溶液, 无水硫酸钠。

四、实验步骤

在 100 mL 圆底烧瓶中加入 15 mL 冰醋酸和 23 mL 95 % 乙醇, 在振摇和冷却下分次加入 7.5 mL 浓硫酸, 混合均匀, 加入沸石, 装上回流冷凝管, 水浴加热回流 30 分钟。稍冷, 拆去回流装置, 加入沸石, 瓶口通过 75 ° 弯管改为蒸馏装置, 水浴蒸馏至不再有馏出物为止。往馏液中加 10 mL 饱和碳酸钠溶液^[1], 充分振摇, 有机相呈碱性或中性。移至分液漏斗中, 分去水相, 有机相加 10 mL 饱和食盐水洗涤^[2], 再用饱和氯化钙溶液洗涤两次, 每次 10 mL。分出有机相于一小锥形瓶中, 加入 1 g 无水硫酸钠, 塞紧瓶塞, 干燥^[3]。干燥后的产物通过漏斗 (内置少许棉花) 滤入干燥的蒸馏瓶中, 加入沸石, 水浴加热蒸馏, 收集 73~78 °C 的馏分于已称重的锥形瓶中。产量约 13.1~15.6 g。

纯粹乙酸乙酯的沸点为 77.06 °C, 折光率 n_D^{20} 为 1.3723。

五、思考题

1. 酯化反应有什么特点? 本实验如何创造条件促使酯化反应尽量正方向进行?
2. 本实验可能有哪些副反应?

注 释

[1] 馏液中除了酯和水外, 还有少量未反应的乙醇和乙酸等杂质, 故用碱除去其中的酸, 用饱和氯化钙溶液除去其中的醇, 否则会影响收率。

[2] 当酯层用碳酸钠溶液洗后, 若紧接着就用氯化钙溶液洗涤, 可能产生絮状的碳酸钙沉淀, 使分离变得困难, 故在这两步操作之间加一步水洗, 由于乙酸乙酯在水中有一定的溶解度 (每 17 份水溶解 1 份乙酸乙酯), 为了尽可能减少损失, 故用饱和食盐水洗涤。

[3] 乙酸乙酯与水或乙醇可分别形成共沸混合物, 若三者共存则形成三元共沸混合物。其组成如下: