



临沂大学优秀校本教材

冯尚彩 主编

综合化学实验

Comprehensive Chemical Experiments



山东人民出版社

Shandong People's Publishing House



临沂大学优秀校本教

综合化学实验

Comprehensive Chemical Experiments

冯尚彩 主 编

常州大学图书馆
藏书章



山东人民出版社

Shandong People's Publishing House

图书在版编目 (CIP) 数据

综合化学实验/冯尚彩主编. —济南:山东人民出版社, 2012. 8

ISBN 978-7-209-06754-6

I. ①综… II. ①冯… 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(2012)第 195559 号

责任编辑:王 晶 李 楠

装帧设计:彭 路

综合化学实验

冯尚彩 主编

山东出版集团

山东人民出版社出版发行

社 址:济南市经九路胜利大街 39 号 邮 编:250001

网 址:<http://www.sd-book.com.cn>

发行部:(0531)82098027 82098028

新华书店经销

山东临沂新华印刷物流集团印装

规 格 16 开(184mm×260mm)

印 张 9.5

字 数 140 千字

版 次 2012 年 8 月第 1 版

印 次 2012 年 8 月第 1 次

ISBN 978-7-209-06754-6

定 价 23.00 元

如有质量问题,请与印刷单位联系调换。(0539)2925888

临沂大学教材建设指导委员会

主 任：韩延明

副主任：姜同松

成 员：（以姓氏笔画为序）

王统永 毛红旗 孔繁金 申洪源 朱晓德 任世忠 江兆林
许长谭 许汝贞 孙成通 李 琳 李洪忠 吴 峰 张立富
张问银 张根柱 陈学营 陈建国 林光哲 周光亮 郑秀文
赵 勇 赵光怀 徐东升 奚凤兰 谢 楠 谢瑞迎

《综合化学实验》 编委会

主 编：冯尚彩

副主编：徐庆彩

编 委：王爱香 张海娟 邱晓梅 王晓蒙 刘凤志 朱化雨 孙召梅
庄会荣 刘晓泓 张素军 孟令宗 郑秀文 徐淑永 温梅姣
颜 峰

君子务本,本立而道生

——《临沂大学优秀校本教材》总序

校长 韩延明

孔子曰:“君子务本,本立而道生。”大学是育人之本,大学是科学之根,大学是文化之魂。大学教师的根本,乃在于“静下心来读书求真,俯下身去教书育人”。换言之,培养高素质人才始终是大学责无旁贷的基本目标和根本任务,而人才培养的主渠道又相对集中于课堂教学。课堂教学的基本要素是教师、学生和教材。教材又称“教本”。“教本教本,教学之本。”因此,校本教材建设,是大学教学基本建设、学校品牌创建的重要内容,是固化教师教学成果、实现教师科研成果向教学内容转化的重要步骤,也是创新课堂教学、提升教学质量的重要举措。2006年8月,我校教师主编的首批立项资助的《香樟书库》系列校本教材(10本),由山东大学出版社正式出版。2010年8月,第二批教材(10本)在多方努力和帮助下,也已顺利付梓面世。两批教材熔铸古今、博采众长,体例新颖、内容丰富,发疑锐敏、释理清晰,开阔了学生视野,拓展了教学内容,优化了课程结构,提升了学校内涵,得到了师生的普遍认可和同行专家的高度评价,为后续校本教材的编撰和出版工作奠定了坚实的基础,积累了宝贵的经验。

“十二五”时期,是我校全面建设高质量综合性品牌大学的关键时期。2010年11月26日,教育部正式发文批准我校由临沂师范学院更名为临沂大学;12月8日,我们隆重、热烈地举行了临沂大学揭牌庆典。2011年6月12日,我们又举行了声势浩大、影响深远的临沂大学70周年校庆。2011年是我校在综合性大学办学平台上谋划新发展、实现新突破、开创新局面的关键一

年。为此,学校党委组织开展了为期4个月的“办一所什么样的大学”和“怎样办好这所大学”的解放思想、更新观念大讨论活动,提出了建设“高质量综合性品牌大学”的奋斗目标,确定了“实”的校风和“明义、锐思、弘毅、致远”的校训。在办学理念上,我们提出了要办“有德性、有实力、有创新、有特色”的大学,要办“有规律、有规划、有规矩、有规模”的大学,要办“有理念、有理论、有理想、有理性”的大学,要办“强配置、高质量、有核心竞争力、有社会美誉度、学生满意、家长放心”的受人尊重的大学。在办学实践上,我们提出了要遵循三条规律、进行三个转变、实施三大战略和突出三项重点。三条规律是:高等教育发展规律、人才成长发展规律和市场经济发展规律;三个转变是:由外延发展为主向内涵发展为主转变,由教学型大学向教学研究型大学转变,由师范类学院向综合性大学转变;三大战略是:质量立校战略、开放强校战略、特色亮校战略;三项重点是:全面加强人才队伍建设、全面提高学术科研水平、全面提升社会服务能力,以期真正使临沂大学办出水平、办出活力、办出特色。

《国家中长期教育改革和发展规划纲要(2010~2020年)》明确提出:“提高质量是高等教育发展的核心任务,是建设高等教育强国的基本要求。”我认为,就今天的高校而言,思路决定出路,就业决定专业,能量决定质量,质量决定力量。办学质量始终是一所高校的声誉之源、立校之本、发展之基,是高校命脉之所在。提高教学质量,理应是高校矢志不渝所追求的永恒主题和永远高奏的主旋律,这就是我们多年来常讲的“教学为本,质量立校”。而办学质量又始终贯穿于实现“培养人才、发展科学、服务社会和文化遗产创新”四项大学基本职能的各个具体环节之中,其中既有人才培养的质量问题,也有科技成果转化和社会服务的质量问题,但人才培养质量是核心和旨归。为适应我校在综合性大学办学平台上提高人才培养质量的实际需要和21世纪信息时代对教材提出的新的更高要求,根据我校人才培养方案和精品课程建设规划,我们又很快启动了第三批立项教材的编撰工作。在临沂大学教材建设指导委员会的组织、指导与协调下,教材编著者们在多年知识积累和教学经验的基础上夜以继日地辛勤劳作,如今第三批教材(15本)的编辑工作已顺利完成,即将出版面世。这批教材是我校由临沂师范学院更名为临沂大学后的首批立项资助教材,既是我校校本教材建设工作步入规范化、系列化、制度化、科学化轨道的一个重要标志,也是认真贯彻落实教育部、山东省教育厅关于高等院校教学质量建设工程精神、促进学校内涵发展的一项重大举措,为中国共产党成立90

周年和临沂大学建校 70 周年献上了一份厚重的贺礼。

教材即教学材料的简称。广义言之，它是指依据教学大纲和教学实际需要为师生选编的教科书、讲义、讲授提纲、参考书目、自学手册、课外练习、网络课程、图片、教学影片、唱片、录音、录像以及计算机软件等；狭义言之，它是指一门课程的核心教学材料——教科书。教材是教学内容和教学方法的载体，是教师实施课堂教学的依据和工具，是学生最基本的学习参考资料，是师生互动、教学相长、顺利完成教学任务的必要基础，也是教学内容和课程体系改革成果的具体体现。教材建设水平是衡量一所高校教学质量与学术水平的重要标志之一。教材质量影响教学质量，教学质量影响人才培养质量。深化教育教学改革、全面推进素质教育，必须大力加强高校教材建设。临沂大学历来十分重视教材建设工作。几年前，为了督导教师选用优质教材、提高教学质量、强化教学管理、优化教学环境，学校曾严格规定：全部本科教材必须使用教育部、山东省教育厅统编教材或获奖教材，禁止使用教师自编教材，从而保证了教材质量，为规范、提升、完善本科教学工作奠定了良好的基础。

古人云：“临渊羡鱼，不如退而结网。”近年来，伴随着我国高等教育大众化的迅猛发展和高校本科教学工作水平评估的深入推进，临沂大学实现了超常规、跨越式、突破性发展，其中之一便是卓有成效地开展了“四大建设”，即“深化课程建设，优化专业建设，亮化学科建设，强化师资队伍建设”，使专业学科建设水平与教师教学水平不断提高，课程开发能力不断增强，课堂教学改革与课外实践革新不断深入，相继涌现出一大批质量上乘、优势明显、特色突出的优质课程和爱岗敬业、教书育人、乐于奉献的优秀教师，因而启动校本教材编写的条件日渐成熟。

在教材编写程序上，我们要求：严格按申报、立项、审批、编撰、出版发行、推广使用、论证评价等环节和程序进行。我们明确了教材建设的重点和选题范围：解决教学急需的，填补学科、专业、课程空白的新教材；体现我校教师在某一学科、专业领域独具优势或特色的专业基础课和选修课教材；针对我校作为沂蒙老区唯一一所本科高校这一特点，结合地方社会政治、经济、科技、文化需求所开设的地方课程教材，并高度重视红色文化的育人价值和教材建设。

在教材编写原则上，我们强调：一是注重知识性与思想性相辅相成，二是注重学术性与可读性融为一体，三是注重科学性与学科性彼此糅合，四是注重理论性与实践性相得益彰，五是注重统一性与多样性有机结合，六是注重现实

性与前瞻性有效拓展。我国著名教育家张楚廷教授曾提出教材编写“五最准则”，即最佳容量准则、最广泛效用准则、最持久效应准则、最适于发展准则、最宜于传授准则，我深表赞同。

在教材编写内容上，我们提出：既重视对国内外该课程领域经典的基本理论问题进行透彻的解析，又对当前教育所面临的新现象、新理论、新方法给予必要的回应；既考虑如何有利于教师的课堂教学与辅导，又兼顾如何有助于学生的课后复习和思考；既能反映我校特色和课程体系改革的基本方向，又要展示我校教材建设及学术研究的最新成果，适应我校创建精品课程、优质课程和品牌课程的实际需要。

在教材教法改革上，我们倡导：秉持综合素质教育理念，坚持课堂讲授与讨论相结合、教师讲授与学生自学相结合、理论学习与案例分析相结合、文本学习与网络学习相结合，“优化课内，强化课外”。既重视教师启发式、研讨式、合作式、案例式等教学方式方法的科学运用，又重视学生学习能力、实践能力、创新能力与创业能力的培养和训练，力图为学生知识、能力、素质的全面协调发展创造条件。可喜的是，这些方面都在教材编写中得到了充分体现。所有教材都是在使用了多年的成熟讲义的基础上经编著者们精心修改和指导委员会严格审定后出版的，确保了教材的思想性、科学性、系统性、适用性、启发性和相对稳定性。

临沂大学系列“优秀校本教材”的编撰出版，饱含编著者们的辛勤劳作和指导委员会成员的认真审阅。然而，由于此项工作尚处于尝试、探索阶段，又是我校成为综合性大学后的首批立项教材，因而疏漏、偏颇甚或错误之处在所难免，正所谓“始生之物，其形必丑”，敬请各位同仁和同学批评指正，以期再版时予以修订。

古人云：“书山有路勤为径，学海无涯苦作舟。”在漫漫求学路途上，千辛万苦、呕心沥血，“书”总会一直忠诚地陪伴着学习者，承前启后、继往开来，输送知识、启迪智慧，成为学习者解疑释难的知心朋友和指点迷津的人生导师，引领学习者最终进入学与习、学与思、学与行、学与创相结合的学人境界。正所谓“书山高峻顽强自有通天路，学海遥深勤奋能寻探宝门”。在此，摘录俄国著名文学家托尔斯泰的一句名言与同学们共勉：“选择你爱的，爱你选择的！”选择你爱的教材，爱你选择的教材；选择你爱的专业，爱你选择的专业；选择你爱的母校，爱你选择的母校！衷心希望同学们像《临沂大学校歌》中唱的那样：

“笃奉明义锐思，抱负致远弘毅，”“德为重，才为本，弘道为要义，”“明朝家国天下，我们一肩担起。”

恰逢我国第 27 个教师节来临，心潮澎湃、感慨万千！教师是光荣的：今岁种明岁栽岁岁育松柏，春开花秋结果年年献桃李；教师是高尚的：使外行变内行行行出状元，令后浪追前浪浪浪有奇峰；教师是辛苦的：滴滴汗水诚滋桃李芳天下，点点心血乐育英才泽神州。衷心感谢老师们多年来对学校建设和发展作出的重大贡献，深情祝福老师们身体健康、工作顺利、生活幸福、事业大成！

草于临沂大学明静斋

2011 年 9 月 10 日

序

化学是以实验为基础的学科,化学创新人才的培养,不但要依赖一套科学完整的基础理论教学体系,还需依赖一套先进的实验教学体系。先进的实验教学体系以能力培养为主线,以基础性、综合性、设计性、创新性实验为教学内容,构成的多模块、分层次的教学体系。根据这一改革思路和构想,临沂大学化学化工学院相继开展了一系列化学实验教学内容的模块化改革。综合化学实验的开设及教材的编写,是上述改革的重要举措之一。

开设综合化学实验的主要目的,在于对学生创新意识与创新能力的培养,强化学生综合实践能力的训练,让学生在实验中学会综合运用化学知识及化学研究的方法和技术,解决一些较为复杂的实际问题,培养学生综合分析问题和解决问题的能力,培养学生的科研能力和探索精神,为过渡到毕业论文的专题研究奠定良好的基础。

综合化学实验内容设计及选题上,体现了如下思路:① 贴近区域经济中的物产资源利用的实际课题;② 贴近化学学科发展的一些新领域、新课题、新成就,结合教师承担的各类研究项目中的一些重要课题;③ 充分利用现有教学科研仪器设备资源,尽可能多地让学生接触和学会现代化学研究的方法和技术;④ 实验选题主要涉及学生已经学过的无机化学、分析化学、有机化学、物理化学、仪器分析的基础知识及重要的实验研究方法、技术的综合运用。

《综合化学实验》教材初稿形成后,于2005年开始为本科生开设综合化学实验课程,历经7年的教学实践,内容不断更新和修订,教学方法不断改革,教学模式及考核评价机制不断完善,教学质量不断提高,教学效益突显,成为深受学生欢迎的一门实验课程。

现在,这本《综合化学实验》教材即将出版问世,它是全体任课教师多年教学改革实践的结晶,是实验教学改革花园中的又一支新花朵。我们相信,此教材的出版,必将对化学化工创新人才的培养,产生良好的教学效益。

刘长增 谨序

2012年3月10日

前言

综合化学实验是我校进行课程教学体制改革,为全面培养学生科学思维和创新意识而开设的一门创新课程。本课程是衔接本科生基础化学实验和毕业论文设计的一个重要教学环节,是面向全院高年级学生开设的一门专业必修课程。

本书的实验内容主要来自三个方面:一是我院各科研课题组研究成果的改进,由各科研组的教师设计;二是各二级学科专业实验重要内容的扩展和更新,由各专业实验教师根据学科发展需要而设计;三是根据实验教学大纲的总体要求,从科研文献资料中选择和改进了部分实验内容,作为设计研究实验。

实验内容设计遵循如下基本原则:①先进性:内容紧密结合当前学科发展前沿和热点问题;②综合性:整合了化学各专业已发展起来的各类研究方法和手段;③开放性:学生独立思考并查阅文献,自行设计实验方案并实施,分析整理数据并得出结论,实验过程实施开放式管理;④可操作性:以资源与环境分析化学高校重点实验室为依托,具备学生完成所有实验的硬件条件。

从2005年秋筹备并开设综合化学实验以来,我们不断更新实验教学内容,完善教学方法和评价机制。通过多次修订,完善为现在的《综合化学实验》教材。全书包括综合性实验、设计研究实验和附录三部分,共收录32个实验,其中,25个综合性实验、7个设计研究实验。

限于编者学识水平和经验,书中难免有错误和疏漏之处,敬请有关专家和读者批评指正。

编 者

2012年3月

CONTENTS | 目 录

君子务本,本立而道生

——《临沂大学优秀校本教材》总序 韩延明 /1

序 刘长增 /1

前言 /1

第一部分 综合性实验

-
- | | | |
|-------|--|-----|
| 实验 1 | 玄参中肉桂酸的提取及其毛细管电泳法测定 | /3 |
| 实验 2 | 发酵虎杖中白藜芦醇的提取分离与抗氧化能力测定 | /6 |
| 实验 3 | 沙苑子总黄酮提取和含量测定 | /10 |
| 实验 4 | 银杏叶中乙酰胆碱酯酶抑制剂的提取及检测 | /12 |
| 实验 5 | 金银花中绿原酸成分的提取及含量测定 | /15 |
| 实验 6 | 水果中酪氨酸酶的提取及其催化活性研究 | /18 |
| 实验 7 | 水果果实中糖组成与含量分析 | /24 |
| 实验 8 | 茶叶中咖啡因的提取分离及含量分析 | /27 |
| 实验 9 | 气相色谱法分析花椒挥发油中的芳樟醇含量 | /30 |
| 实验 10 | 柱层析法分离苯甲醇和二苯甲酮的混合物 | /33 |
| 实验 11 | ICP-OES 同步测定金银花中微量元素及重金属 | /40 |
| 实验 12 | 水盐体系 $\text{NaCl}-\text{MgCl}_2-\text{H}_2\text{O}$ 25℃相图的绘制及湿渣法的应用 | /43 |
| 实验 13 | 三元体系 $\text{NaCl}-\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}-\text{H}_2\text{O}$ 25℃稳定相平衡研究 | /47 |
| 实验 14 | 四氧化三铁纳米粒子的制备及表征 | /51 |
| 实验 15 | 介孔二氧化硅材料的制备及表征 | /54 |
| 实验 16 | 微波加热制备 ZnO 纳米棒 | /57 |
| 实验 17 | 类芬顿试剂处理次甲基蓝染料废水 | /60 |

- 实验 18 利用污泥蛋白制备混凝土发泡剂 /64
- 实验 19 杯芳烃衍生物的合成 /67
- 实验 20 固相反应法合成 5-取代-8-羟基喹啉偶氮化合物 /70
- 实验 21 由呋喃甲醛制备呋喃甲醇和呋喃甲酸 /72
- 实验 22 (S)-二苯基-2-四氢吡咯基甲醇的合成及其应用 /75
- 实验 23 高吸水性树脂制备及性能测试 /80
- 实验 24 6-(3-硝基胍)正己酸的制备与确证 /85
- 实验 25 悬浮法制备分子印迹聚合物及性能测试 /88

第二部分 设计研究实验

- 实验 26 忍冬藤有效成分提取与质量标准研究 /93
- 实验 27 金银花有效成分的 LC-MS 分析 /98
- 实验 28 高性能聚羧酸减水剂的合成及性能研究 /101
- 实验 29 3, 4, 5-三甲氧基溴苄的合成 /105
- 实验 30 乙酸异戊酯的制备 /107
- 实验 31 FePt 纳米合金颗粒的液相-湿化学方法选控合成 /109
- 实验 32 稀土掺杂 TiO_2 光催化剂制备及光催化活性的研究 /114

第三部分 附录

- 附录 1 红外光谱仪操作规程 /119
- 附录 2 紫外可见扫描分光光度计操作步骤及注意事项 /120
- 附录 3 岛津 GC-14C 气相色谱仪操作规程 /122
- 附录 4 岛津 LC-10AVP 高效液相色谱仪操作规程 /123
- 附录 5 ICP-OES 光谱仪组成部分及操作步骤 /125
- 附录 6 比表面和孔径分布测定仪操作方法 /130
- 附录 7 傅立叶红外光度仪操作规程 /136
- 附录 8 《综合化学实验》实验报告参考格式 /138

第一部分

综合性实验

玄参中肉桂酸的提取及其毛细管电泳法测定

一、实验目的

1. 掌握超声法提取玄参药材中肉桂酸的方法；
2. 掌握毛细管区带电泳法测定玄参中肉桂酸含量的原理和实验方法。

二、实验原理

毛细管电泳法,是以毛细管柱为分离通道,以高压电场为驱动力,以电解质为电泳介质,依据样品各组分之间淌度和分配行为上的差异而实现分离的一类液相分离分析的技术。各种粒子由于所带电荷、质量、体积以及形状等不同,使电泳和电渗速度不同,引起差速迁移而实现分离。

肉桂酸($\text{C}_6\text{H}_5-\text{CH}=\text{CH}-\text{COOH}$)是中药玄参的主要活性成分之一,具有很好的保香、防霉、防腐、杀菌、抗癌等作用,广泛用于医药、香料、塑料、感光树脂,食品添加剂等精细化学品的制备中。本实验以甲醇作溶剂,用超声法可有效提取玄参中的肉桂酸,再以毛细管区带电泳法测定肉桂酸的含量。

三、仪器与试剂

1. 仪器

高效毛细管电泳仪(压力进样,二极管阵列检测器);未涂层石英毛细管(内 $75\mu\text{m}$,总长度 60.2cm,有效长度 50cm);万能植物粉碎机;精密 pH 计;数控超声波快速清洗器;电子天平;容量瓶;碘量瓶;干燥器。

2. 试剂

肉桂酸标准品(中国药品生物制品检定所);玄参;色谱纯甲醇;硼砂;硼酸;实验用水为石英亚沸二次蒸馏水。

四、实验步骤

1. 样品预处理

将玄参药材用植物粉碎机粉碎,过 60 目筛,置于小烧杯中,于烘箱中 60°C 干燥 12h,取出,置于干燥器中冷却备用。准确称取已处理好的玄参粉末 1g,置于 250mL 的干净、干燥的碘量瓶中,加入 25.00mL 甲醇,用电子天平称量碘量瓶及其中溶液的总质量。于超声波清洗器中,在 60°C 、工作频率 40kHz 功率 160W 时超声 1h。将超声后的溶液冷却至室温,再次称量其总质量,用甲醇补足失去的质量。

2. 对照品溶液的制备

称取肉桂酸标准品 0.05000g 于干净的小烧杯中,用甲醇溶解,再定容至 25mL 的容量瓶中,即得到浓度为 $2\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的肉桂酸标准储备液。

将储备液用甲醇逐级稀释成 100 、 50 、 10 、 5 、 $1\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的肉桂酸标准工作液。

3. 样品分析

开机预热 50min,设置冲洗方法和分离方法。

电泳条件:缓冲溶液为 $30\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_3\text{BO}_3 - 30\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1} \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 - 15\%$ 甲醇 (V/V) ($\text{pH}=9.00$),进样压力为 0.5psi,进样时间 5s,分离温度 20°C ,分离电压 25kV,检测波长 273nm。每分析一个样品前,依次用甲醇、 $0.10\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钠、水、缓冲溶液冲洗石英毛细管柱 2min、5min、2min、3min。实验结束后,依次用 $0.10\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钠、水分别冲洗 5min。

将肉桂酸标准工作溶液经 $0.45\mu\text{m}$ 的微孔滤膜过滤后,按浓度从低到高的顺序进样分析,再将玄参提取液进样分析。

五、数据记录与处理

1. 制作标准曲线

根据肉桂酸各标准工作溶液的峰面积与浓度的大小,计算标准曲线方程。

2. 计算玄参提取液中肉桂酸的含量

打印相关实验数据,根据玄参提取液中肉桂酸的峰面积,通过标准曲线方程计算肉桂酸的浓度,再根据所称取的玄参药材质量,计算玄参药材中肉桂酸的含量。并对数据作分析讨论,得出合理的实验结论。

>>> 思考题

1. 在超声法提取中,如何提高玄参药材中肉桂酸的提取效率?
2. 毛细管内壁冲洗不干净,对分析结果有什么影响?
3. 缓冲溶液的组成、浓度和 pH 对实验结果有何影响?