

SPT 高等院校选用教材

师范类

高等师范院校化学新体系实验系列教材之三

综合训练与设计

段玉峰 主编

科学出版社

内 容 简 介

《高等师范院校化学新体系实验系列教材》是教育部“高等师范教育面向 21 世纪教学内容和课程体系改革计划”重点课题(JS041A)计划的成果,在“一体化、多层次化学实验教学体系”的思想指导下,将原来的七门化学实验整合为《化学基础实验》、《化学测量实验》和《综合训练与设计》三册。

本书为《高等师范院校化学新体系实验系列教材》的第三册,以无机物、有机物合成及结构表征为主线,精心安排了综合性强、内容新颖的中高级无机及有机合成实验。全书共七章,分别为物质结构表征中的现代物理方法、无机合成与表征、有机合成与表征、复杂物质分析、化工过程开发、中学化学实验教学研究、化学研究初步训练。本书内容涵盖了化学各二级学科,体系新颖、内容充实,反映了化学各科的最新进展和实验技术的进步,有利于学生综合素质和创新能力的培养。

本教材可作为高等师范院校和综合性大学的化学实验课教材,对中学化学教师、化学化工类研究生和其他化学工作者均有很好的参考价值。

图书在版编目(CIP)数据

综合训练与设计/段玉峰主编.-北京:科学出版社,2001

(高等院校选用教材·高等师范院校化学新体系实验系列教材之三)

ISBN 7-03-009405-0

I.综… II.段… III.化学实验-高等学校:师范学校-教材 IV.O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2001)第 037559 号

科学出版社 出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

源海印刷厂 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2001 年 8 月第 一 版 开本:720×1000 1/16

2001 年 8 月第一次印刷 印张:23 1/2

印数:1—5 000 字数:437 000

定价:27.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换〈北燕〉)

《高等师范院校化学新体系实验系列教材》
编 委 会

主 任

吕九如

副主任

周鸿顺

委 员(以姓氏笔画为序)

尹笃林 麦禄根 李宗孝 杨 林

肖小明 张 昕 张成孝 陈世荣

房 喻 欧阳津 胡乃非 胡满成

段玉峰 祝心德 覃章兰 曾胜年

渠桂荣 温普红 赖普辉 戴立益

《综合训练与设计》编委会

主 编

段玉峰

编 委(以姓氏笔画为序)

刘志宏 刘景洲 李保新 毕华林

杨承印 张永伟 段兴潮 聂 峰

渠桂荣 韩维合 曾宪标

参编单位

陕西师范大学 河南师范大学

湖南师范大学 山东师范大学

汉中师范学院

出 版 说 明

《高等师范院校化学新体系实验系列教材》是“高等师范教育面向 21 世纪教学内容和课程体系改革计划”重点项目“高等师范院校化学专业实验教学内容、课程体系改革和中学化学实验教学研究基地建设的研究”(批准号:JS041A)的重要成果。本系列教材是根据化学学科整体性的特点,为适应以创新精神和实践能力为核心的素质教育,培养基础扎实、知识面宽、能力强、素质高的新型人才的需要,按照“一体化、多层次”的化学实验教学模式,在我们多年教学实践的基础上编写而成的。“一体化、多层次”化学实验教学模式是改革了传统的按二级学科建制的实验课程体系,在一级学科平台上建立的新的实验教学体系。这一体系按“基础训练实验—综合实验—设计实验”三个层次实施实验教学,注重培养学生化学实验基本技能、综合实验能力和创新能力。

本系列教材共分三册,即《化学基础实验》、《化学测量实验》和《综合训练与设计》。《化学基础实验》分册包括基础化学实验技术、元素和化合物性质及化合物的合成;《化学测量实验》分册包括化学测量技术、元素和化合物含量的测定及物理化学参数和化学工程有关参数测定;《综合训练与设计》分册包括综合合成和表征、中学化学实验教学研究以及设计实验。

本套教材具有下列特点:

1. 在体系上首次按“一体化、多层次”化学实验教学模式在一级学科平台上建立化学实验教学体系。以基础训练实验、综合实验和设计实验三个层次实施实验教学。基础实验为理论验证性实验和基本技能训练实验,旨在使学生加深理解化学原理,培养学生化学实验基本技能;综合实验是原理和实验技能较为复杂的实验,旨在培养学生分析问题和解决问题的能力;设计实验是学生自选题目,在教师指导下,通过查阅文献,独立拟订实验方案和完成的实验,旨在培养学生的创新能力。

2. 在实验内容的选择上,坚持以基础实验为主,综合训练和设计实验为辅的原则。在保证实验质量的前提下,适当增加了一部分前瞻性、应用型实验。与原先的《无机化学实验》、《有机化学实验》、《分析化学实验》、《仪器分析实验》、《物理化学实验》、《化学工程实验》和《化学教学论实验》比较,删去了大量简单重复性实验,增加了在一级学科上的综合与设计实验,使其实验内容更合理、更丰富、更有利于学生素质的培养。

3. 在教材编写上,既考虑与目前理论教材的衔接,又考虑实验教材的相对独立性;既考虑系列教材的系统性,又考虑各册的特殊性。各章节均有引言,简要介绍本章或本节涉及的基本原理、主要实验内容、教学目的以及要求掌握的基本实验技能。本教材兼顾到重点院校和普通院校的实际情况。为了保证基本的实验教学要求,又满足不同层次需要,在实验项目上进行适当扩增,各校可以选择适合本校实际的实验内容。

本套教材在编写和出版过程中,得到陕西师范大学、华东师范大学、北京师范大学、华中师范大学、东北师范大学、西南师范大学等兄弟院校及科学出版社的大力支持和帮助;1999年在陕西师范大学召开的“高等师范院校化学实验教学改革研讨会”上,与会40多所兄弟院校的专家、教授都提出了宝贵的意见,在此一并致谢。

由于作者水平有限,书中难免有错误和疏漏之处,敬请读者批评指正。

吕九如

2001年1月于西安

前 言

本书为《高等师范院校化学新体系实验系列教材》的第三册,是教育部“高等师范教育面向 21 世纪教学内容和课程体系改革计划”重点项目“高等师范院校化学专业实验教学内容、课程体系改革和中学化学实验教学研究基地建设的研究”(JS041A)重要研究成果之一。

按照“一体化、多层次”的高师化学专业实验教学改革的总体设想和初步实践,本册教材以本、专科高年级学生及研究生为主要读者,在这些学生经过较扎实基本训练的基础上,将教学重点转向强化对各种实验及结构表征技术的全面练习、对实验技能的熟练掌握、对前沿研究领域的初步了解及对实验研究基本思路、过程设计、分析解决问题能力的综合训练和提高上,达到切实提高学生素质,培养创新型人才的目的。按照这样的要求,本教材在内容选材上以无机物、有机物合成及结构表征为主线,精心安排了综合性强、内容新颖的中高级无机及有机合成实验;为了帮助学生尽快掌握物质结构表征技术,以介绍实际应用为基本出发点安排了包括四谱(IR、UV、NMR、MS)在内的七种现代物理测试方法;配合仪器分析、化工基础课程的学习,安排了复杂物质分析和化工开发过程实验两部分内容;为了体现师范院校的特点及配合中学化学实验教学改革,新编了中学化学实验教学研究一章。为了适应开放实验及学生毕业论文的要求,对学生进行化学实验研究的初步训练,第七章专门介绍了化学文献、实验研究基本特点及思路、化学各学科的前沿研究领域等内容并配以大量的研究文献,学生可在教师的指导下,通过查阅文献,自己设计和开展一些化学实验研究。

本书的教学过程宜放于本科 6~8 学期或专科 5、6 学期,实验的设计总学时数约为 200,其中无机物合成与表征为 55~60、有机物合成及结构表征为 70~75、复杂物质分析 15~20、化工过程开发 20~25、中学化学实验教学研究 15~20、设计实验 20~25。其中设计实验可以和学生毕业论文同时安排,以求与具体课题紧密结合,提高设备和时间的利用率。

进行本教材实验教学时,应注意以下问题:

1. 教材本身设计的实验课时在平均水平的基础上适量进行了放大(一般为 20%~30%),实验技术和手段的选择也比较宽广,以利于实验内容的更新及轮换。各校在进行实验教学时,可根据自己的教学计划及设备条件,对教学内容进行选择。

2. 各实验项目的编写,力求简洁,摒弃了过去那种事无巨细、一律详述的写作手法,以求使学生在预习实验时,必须进行一些必要的思考和准备,达到训练和培养独立思考及实验设计能力的目的。但可能给任课教师的教学加大了一定的难度,必须在认真备课、熟练实验的基础上,从提高学生综合素质的目的出发,探讨新的教学方法,设计合适的教学过程。

3. 大部分合成实验都加入了相应的物理常数测定及结构表征内容,这部分工作特别是结构表征与大型仪器的管理、使用不太好衔接,可采用集中或分批测试的方法,这样可以节约实验课时,减少大型设备的保养维修环节。另外也可根据自身条件,扩充或更换测试手段。

在本书编写过程中,我们得到了湖南师范大学化学化工学院、河南师范大学化学系、汉中师范学院化学系、山东师范大学化学系的大力支持;陕西师范大学学校及化学系的领导,对本书的编写给予了及时的指导及帮助;高世扬院士、章竹君教授审阅了本书大纲及初稿并提出了中肯的意见;科学出版社在本书成书及出版过程中给予了热情的扶持。在此谨对以上单位及学者表示衷心的感谢。

参加本册编写的有:陕西师范大学段玉峰(7.1、7.2、7.3.3~7.3.10 及第三章附录)、段兴潮(第五章、7.3.13、7.3.14)、杨承印(6.2、6.4、6.5、6.8)、韩维合(7.3.1)、刘志宏(7.3.2)、刘景洲(7.3.11)、李保新(7.3.12),湖南师范大学曾宪标(第三章),河南师范大学渠桂荣(第一章),山东师范大学毕华林(6.1、6.3、6.6、6.7),汉中师范学院张永伟(第二章)、聂峰(第四章)等。段玉峰对全部书稿进行了修改、编排,任本册主编。

由于本教材是在一个全新的体系下编写,加之编者的水平所限,尽管经过了反复的讨论和修改,但遗漏和错误之处在所难免,敬请各使用单位、同行及前辈不吝赐教,以求再版时进一步完善。

编 者

2001 年 3 月

目 录

出版说明	(i)
前言	(iii)
第一章 物质结构表征中的现代物理方法	(1)
1.1 紫外-可见光谱法	(1)
1.1.1 紫外光谱技术及紫外光谱仪	(1)
1.1.2 紫外光谱在结构表征中的应用	(2)
1.2 红外光谱法	(4)
1.2.1 红外光谱技术及红外光谱仪	(4)
1.2.2 红外光谱在结构表征中的应用	(7)
1.2.3 红外光谱测试及图谱解析	(9)
1.3 核磁共振谱法	(11)
1.3.1 核磁共振技术及核磁共振仪器	(11)
1.3.2 核磁共振谱在结构表征中的应用	(14)
1.3.3 核磁共振谱测试及图谱解析	(16)
1.4 质谱法	(21)
1.4.1 质谱技术及质谱仪器	(21)
1.4.2 质谱在结构表征中的应用	(23)
1.4.3 质谱图的测试及图谱解析	(30)
1.5 拉曼光谱法	(32)
1.5.1 拉曼光谱基本原理	(32)
1.5.2 拉曼光谱与红外光谱的关系	(33)
1.5.3 拉曼光谱与红外光谱的比较	(33)
1.5.4 拉曼光谱仪器	(34)
1.5.5 拉曼光谱在物质结构表征中的应用	(35)
1.5.6 拉曼光谱的测定及图谱解析	(37)
1.6 顺磁共振谱法	(39)
1.6.1 顺磁共振的基本原理	(39)
1.6.2 顺磁共振波谱仪	(40)
1.6.3 顺磁共振谱在物质结构表征中的应用	(42)

1.6.4 顺磁波谱图解析·····	(43)
1.7 X射线衍射谱法·····	(44)
1.7.1 X射线衍射谱的基本原理·····	(44)
1.7.2 X射线衍射仪·····	(45)
1.7.3 X射线衍射谱的应用·····	(46)
参考文献·····	(48)
第二章 无机物合成与表征 ·····	(49)
2.1 基本内容及要求·····	(49)
2.2 无机物合成的新进展与发展趋势·····	(50)
2.2.1 当代无机物合成的新进展·····	(50)
2.2.2 无机合成化学的发展趋势·····	(53)
2.3 无机物合成及表征实验·····	(55)
实验1 二草酸合铜(Ⅱ)酸钾的制备和组成测定·····	(55)
实验2 二水二草酸合铬(Ⅲ)酸钾顺反异构体的制备·····	(56)
实验3 三(乙二胺)合钴(Ⅲ)配合物光学异构体的制备及旋光度 测定·····	(58)
实验4 二茂铁及其衍生物的合成和色谱分离·····	(62)
实验5 高氯酸乙酰丙酮·四甲基乙二胺合镍(Ⅱ)的合成及在溶剂中 的变色反应·····	(65)
实验6 由煤矸石制备硫酸铝·····	(67)
实验7 $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 和 $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 的制备·····	(70)
实验8 三氯三(四氢呋喃)合铬的制备·····	(72)
实验9 热解提纯法制备钛·····	(75)
实验10 氯化镍氨的制备和组成分析·····	(79)
实验11 亚硫酸、亚硫酸根·五氨合钴(Ⅲ)的制备及取代反应速率 常数的测定·····	(81)
实验12 酒石酸钙单晶的制备和测定·····	(84)
实验13 从废定影液中回收银·····	(87)
实验14 由毒重石矿生产碳酸钡和氯化钡·····	(88)
参考文献·····	(89)
第三章 有机物合成与表征 ·····	(91)
3.1 有机合成的基本思路及技术·····	(91)
3.1.1 从产物结构探索可能的合成方法,确定初步的合成方案·····	(91)
3.1.2 合成路线的选择·····	(92)

3.2 有机合成的新进展与发展趋势	(92)
3.3 有机物合成与表征实验	(93)
实验 15 多步骤合成 I:磺胺药物的合成	(93)
实验 16 多步骤合成 II:局部麻醉剂利多卡因的合成	(95)
实验 17 1-辛醇和辛醇乙酸酯的合成	(98)
实验 18 两种昆虫外激素 4-甲基-3-庚醇和 4-甲基-3-庚酮的 合成	(99)
实验 19 反-1,2-二苯乙烯的合成	(101)
实验 20 安息香酸的合成和安息香酸钠的实验	(103)
实验 21 7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷的合成	(105)
实验 22 外消旋苦杏仁酸的拆分	(107)
实验 23 甲氧氯(methoxychlor)的合成和生物活性试验	(109)
实验 24 驱虫剂 <i>N,N</i> -二乙基间甲苯甲酰胺的合成	(111)
实验 25 家蝇外激素(<i>Z</i>)-9-二十三碳烯的合成	(113)
实验 26 非生理活性的巴比妥酸盐的合成	(115)
实验 27 苯偶酰和抗癫痫药 5,5-二苯内酰脲的合成	(118)
实验 28 冠醚的合成	(121)
实验 29 2-二乙胺基乙基-4-甲基苯醚的合成	(122)
实验 30 饱和碳亲核取代反应动力学	(124)
实验 31 聚己内酰胺的合成	(126)
实验 32 利用 Diels-Alder 反应合成一种杀虫剂的类似物	(128)
实验 33 一个生化模拟实验:D-山梨醇转化为 L-山梨糖	(130)
参考文献	(132)
附录:有机合成与表征中相关产物的 IR 和 ¹ H NMR 图谱	(133)
第四章 复杂物质分析	(145)
4.1 复杂物质分析的任务及基本过程	(145)
4.1.1 复杂物质分析的任务	(145)
4.1.2 复杂物质的分析过程	(146)
4.1.3 分解试样的常用方法	(146)
4.1.4 有机物的分解	(148)
4.1.5 分析方法的选择	(149)
4.2 复杂物质分析常用的方法	(150)
4.2.1 滴定分析法	(150)
4.2.2 分光光度分析法	(151)

4.2.3 电感耦合等离子体(ICP)发射光谱分析法	(152)
4.2.4 色谱分析法	(152)
4.2.5 色谱-质谱联用分析法	(152)
4.3 复杂物质分析结果可靠程度的判断	(153)
4.3.1 分析方法准确性判断	(153)
4.3.2 分析结果准确性判断	(154)
4.4 复杂物质分析实验	(154)
实验 34 高效液相色谱法分析游离氨基酸含量	(154)
实验 35 苯及苯系物的气相色谱法分析	(156)
实验 36 气相色谱法测定燃料油正庚烷和异辛烷纯度	(158)
实验 37 硅酸盐水泥中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 、 MgO 含量的 测定	(164)
实验 38 镇痛药复方阿司匹林等成分的定性与定量分析	(167)
参考文献	(170)
第五章 化工过程开发	(171)
5.1 化工过程开发的基本特点及任务	(171)
5.1.1 化工过程开发的基本特点	(171)
5.1.2 化工过程开发的基本任务	(173)
5.2 化工过程开发的基本过程	(174)
5.2.1 信息研究和选题	(174)
5.2.2 开发基础研究	(175)
5.2.3 过程研究	(175)
5.2.4 工程研究	(175)
5.3 现代化工与化工过程开发	(178)
5.3.1 现代化工的特点	(178)
5.3.2 化工生产的基本特点	(178)
5.3.3 化学工业发展与化工过程开发	(179)
5.4 化工过程开发的重要方法简介	(180)
5.4.1 逐级放大法	(180)
5.4.2 数学模型法	(181)
5.4.3 部分解析法	(183)
5.4.4 相似放大法	(183)
5.5 化工过程开发实验	(184)
实验 39 超过滤膜分离	(185)

实验 40 合成表面活性剂	(190)
实验 41 反应精馏法制乙酸乙酯	(193)
实验 42 苯液相加氢制环己烷	(197)
参考文献	(200)
第六章 中学化学实验教学研究	(201)
6.1 中学化学实验教学研究的基本任务和方法	(201)
6.1.1 中学化学实验的分类及基本要求	(201)
6.1.2 中学化学实验教学研究的原则及内容	(205)
6.1.3 中学化学实验教学研究的过程和方法	(207)
6.1.4 国内外中学化学实验教学研究的新进展和发展趋势	(209)
6.2 中学课堂演示实验的教学功能与更新研究	(212)
6.2.1 中学课堂演示实验的教学功能与设计原则	(212)
6.2.2 课堂演示实验的改进及更新研究的基本过程	(213)
6.2.3 中学化学课堂演示实验改进研究示例	(214)
实验 43 氧气的制法与性质	(214)
实验 44 氢气的制法与性质	(218)
实验 45 氯气的制法与性质	(222)
实验 46 阿伏伽德罗常数的测定	(225)
实验 47 氨的催化氧化制硝酸	(228)
实验 48 水、饱和氯化钠溶液的电解	(230)
实验 49 甲烷的制法与性质	(233)
实验 50 石油的催化裂化	(236)
实验 51 纤维素的水解	(238)
6.3 中学生化学实验的教学功能及内容更新研究	(239)
6.3.1 学生化学实验的功能与实验内容的选择	(239)
6.3.2 学生化学实验与边讲边实验组织过程示例	(242)
6.3.3 化学实验活动课的开设及内容选择	(248)
6.4 趣味化学实验的开发研究	(251)
6.4.1 化学实验趣味化的意义	(251)
6.4.2 趣味化学实验示例	(252)
6.5 中学绿色化学教学实验的研究与开发	(254)
6.5.1 绿色化学实验的基本要求及意义	(254)
6.5.2 绿色化学实验研究与开发的基本过程	(255)
6.6 微型化学教学实验的研究	(256)

6.6.1 微型化学教学实验的基本要求及意义	(256)
6.6.2 微型化学教学实验研究与开发的基本过程	(259)
6.7 现代教学技术在中学化学实验中的应用	(261)
6.7.1 现代教学技术的涵义	(261)
6.7.2 现代教学技术在中学化学实验教学中的应用	(262)
6.7.3 综合媒体在中学化学实验教学中的应用	(263)
6.8 中学化学实验教学研究报告的撰写与论文发表	(264)
6.8.1 选题	(264)
6.8.2 查阅文献	(265)
6.8.3 设计方案	(265)
6.8.4 实验研究	(265)
6.8.5 撰写报告	(266)
6.8.6 论文发表	(266)
参考文献	(266)
第七章 化学研究初步训练	(268)
7.1 当代化学前沿研究领域	(268)
7.1.1 无机化学前沿研究领域	(268)
7.1.2 有机化学前沿研究领域	(273)
7.1.3 分析化学前沿研究领域	(281)
7.1.4 物理化学前沿研究领域	(288)
7.1.5 高分子科学前沿研究领域	(290)
7.1.6 生命科学中的化学前沿研究领域	(292)
7.2 化学文献的查阅和利用	(296)
7.2.1 化学文献查阅的目的和意义	(296)
7.2.2 化学文献的类型和特点	(297)
7.2.3 化学文献的情报资源和检索手段	(298)
7.2.4 化学文献查阅的方法	(299)
7.2.5 一些主要的检索工具及其使用方法	(300)
7.3 设计实验选择指导	(301)
7.3.1 无机新材料的合成及性能研究	(301)
7.3.2 生物无机化学	(305)
7.3.3 有机化学反应机理研究	(309)
7.3.4 光、电、超声及微波有机合成	(311)
7.3.5 香料的提取及合成	(314)

7.3.6 中药化学成分研究	(318)
7.3.7 药物合成	(326)
7.3.8 精细化工产品的开发	(330)
7.3.9 酶の利用及化学模拟	(334)
7.3.10 农副产品的化学综合利用与开发.....	(340)
7.3.11 细胞成分分析.....	(343)
7.3.12 环境水质检测.....	(349)
7.3.13 化工中试放大实验.....	(352)
7.3.14 化工过程设计.....	(355)

第一章 物质结构表征中的现代物理方法

1.1 紫外-可见光谱法

1.1.1 紫外光谱技术及紫外光谱仪

紫外辐射的能量被有机物和无机物吸收后能引起外层电子(价电子的跃迁),不同物质的外层电子所处的能级不同,电子的跃迁能量也不同。一旦发生电子跃迁,就要吸收不同的紫外或可见辐射,这就是紫外或可见光谱作为物质结构表征的基础。物质对紫外或可见光吸收的多少与物质的量有关,通过吸光度的测量可以进行物质的定量分析。

紫外或可见光谱的获得是通过紫外或可见分光光度计来完成的。目前国内外紫外或可见分光光度计的类型很多,但其基本结构及原理是相同的,只是在扫描范围、扫描方式、精度、数据处理等方面互有差别。紫外可见分光光度计的基本组成部分有五部分,即光源、单色器(分光系统)、吸收池、检测器和测量信号的显示记录系统。

一般的紫外-可见(UV-VIS)分光光度计均具有两种光源。紫外光区的光源采用氘灯或氙灯,它们的发光范围约在 165~400nm 之间。在相同的操作条件下,氙灯比氘灯的辐射强度约大 4 倍,且稳定性好,寿命长。可见光区的光源采用钨灯或碘钨灯,其发光范围在 320~2500nm 之间。辐射能量随温度升高而增大,钨丝灯的工作温度通常是 2870K,其工作温度对电压变化非常敏感,因此严格控制灯端电压非常重要,所有仪器和电源之间应接稳压装置。

单色器是能将复合光分为单色光的装置。由狭缝、色散元件、准直镜三部分组成。常用色散元件是棱镜或衍射光栅,它们的优点是能分出很窄的光谱带通,辐射纯度高且使用方便。由于玻璃吸收紫外光,所以玻璃棱镜仅用于可见光区。而石英棱镜在紫外光区、可见光区及近红外光区均能使用。石英棱镜的优点是色散率高,缺点是有双折射现象,但该缺点可以通过将左旋石英和右旋石英结合起来做成不同的形状而克服。玻璃棱镜和石英棱镜的共同缺点是色散非线性,这要通过特殊的凸轮配合才能完成线性单色,然后配合合适的人射狭缝,出射狭缝,提供宽度合适的光谱带通,经透镜和反射镜聚焦供吸收检测用。为了提高仪器的分辨力,现代高级 UV-VIS 分光光度计常采用双单色器,即棱镜和光栅同时使用。

石英吸收池可以在紫外光区、可见光区及近红外光区使用,而玻璃吸收池只能

在可见光区或近红外光区使用。

检测器的作用是把光信号转变为电信号,然后进行测量。UV-VIS 仪器上常用检测器是光电管、光电倍增管或光敏电阻。光电管由一个阴极和一个阳极组成,外壳由玻璃或石英制成,抽成真空后,充入少量的惰性气体。阴极是金属制成的半圆筒体,内侧涂一层光敏物质。阳极是金属电极,通常为镍环或镍片。在阴、阳极之间加上一定的电压,当光照射到光电管的阴极上时,阴极上的光敏物质在光能作用下发射出电子,电子在电场作用下按一定方向流动,形成电流。入射光越强,阴极发射的电子数越多,光电流越大,检测出的信号越强。光电倍增管是由光阴极、打拿极和阳极构成,主要是利用二次电子发射放大电流供检测。与光电管相比其灵敏度更高,稳定性更好。

紫外可见分光光度计的指示系统,可采用电流表、调零式电位计、数字显示装置和记录仪。

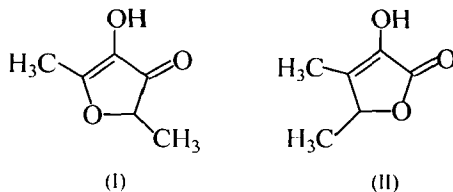
1.1.2 紫外光谱在结构表征中的应用

单靠紫外-可见光谱无法确定化物的结构,但若与化学性质及其他波谱特征相配合,就可以阐明化合物中各基团的相对位置、化合物的骨架、构型和构象等情况。

1.1.2.1 根据紫外-可见光谱判断官能团相对位置

UV-VIS 谱通常可以作为红外光谱、核磁共振谱及质谱等结构表征方法的辅助手段,结合化学性质,最终确定化合物分子的结构。

例如:从某化合物的 IR 及 $^1\text{H-NMR}$ 谱推知结构可能为 I 或 II,现测出其 UV 数据为 $\lambda_{\text{max}}^{\text{MeOH}} = 291\text{nm}$ ($\epsilon_{\text{max}} = 9700$),试推测其结构。



该化合物为 α, β -不饱和酮,利用 Woodward 经验规则计算其紫外吸收值为

$$(I) \lambda_{\text{max}} = 215 - 13 + 35 + 12 + 30 + 5 = 284$$

$$(II) \lambda_{\text{max}} = 215 - 13 + 35 + 12 + 12 + 5 = 266$$

因此这个化合物的结构应为(I)。