



宁夏大学“十一五”教材建设丛书

总主编 刘万毅 龚波林

ZONG HE HUA XUE SHI YAN

综合化学实验

主 编 胡奇林 陈小燕



黄河出版传媒集团
宁夏人民教育出版社

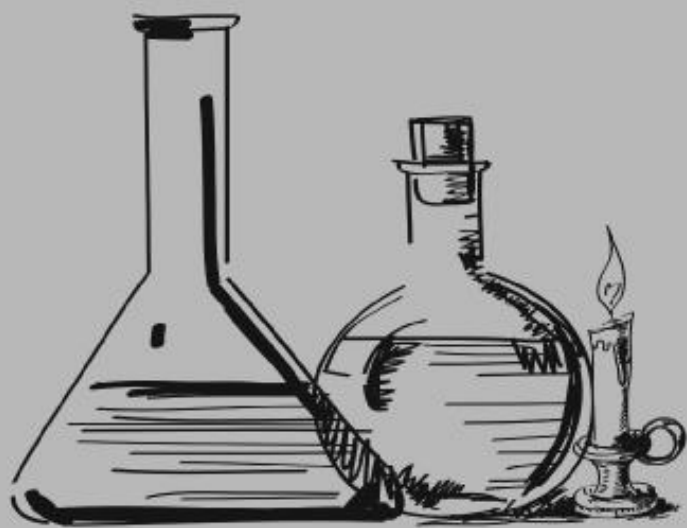


宁夏大学“十一五”教材建设丛书

总主编 刘万毅 龚波林

综合化学实验

主 编 胡奇林 陈小燕



黄河出版传媒集团
宁夏人民教育出版社

ZONG HE HUA XUE SHI YAN

图书在版编目(CIP)数据

综合化学实验 / 胡奇林, 陈小燕主编. — 银川:
宁夏人民教育出版社, 2013.2

ISBN 978-7-5544-0153-8

I. ①综… II. ①胡… ②陈… 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(2013)第 039360 号

综合化学实验

胡奇林 陈小燕 主编

责任编辑 虎雅琼 姜楠

封面设计 星秀

责任印制 刘丽

黄河出版传媒集团
宁夏人民教育出版社 出版发行

地址 银川市北京东路 139 号出版大厦(750001)

网址 www.yrpubm.com

网上书店 www.hh-book.com

电子信箱 jiaoyushe@yrpubm.com

邮购电话 0951-5014284

经销 全国新华书店

印刷装订 宁夏雅昌彩色印务有限公司

开本	880mm × 1230mm 1/16	印张	16.25	字数	300 千
印刷委托书号	(宁)0010116	印数	850 册		
版次	2013 年 2 月第 1 版	印次	2013 年 2 月第 1 次印刷		
书号	ISBN 978-7-5544-0153-8/G·2019				

定价 32.00 元

版权所有 翻印必究

前 言

《综合化学实验》是在学生完成基础化学实验,掌握化学实验基本原理和基本操作的基础上,在化学一级学科层面上安排的实验课,与学科前沿紧密结合,具有一定的科研性质,体现了科研与教学的相互联系。综合化学实验将较多的实验基本理论和基本技能融会贯通在一个实验中,以提高学生综合运用所学知识和技能解决复杂问题的能力。

在国家级基础课实验教学示范中心建设的带动下,宁夏大学对本科化学实验教学体系进行了全面改革。建立了“基础实验Ⅰ—基础实验Ⅱ—综合化学实验—专业(开放)实验—科研(毕业论文)”一体化的实验教学新体系。为了进一步丰富并完善综合化学实验的教学内容,通过不断实践、不断改革,对原有的《综合化学实验》教材进行了再次修改,体现出夯实基础、加强综合、引入研究和经典实验与学科前沿实验内容相结合、常规实验技术与现代实验技术相结合等编写特点。在实验设计上,力争做到使用无毒或低毒的药品或试剂;引入一些比较新颖的合成方法如无溶剂有机合成和微波辐射加热法;尽量采用微型化实验,将药品用量减少,反应产物少,对环境的污染就少;通过在实验中改变一些实验方法从而提高了反应物的原子经济性。以上这些都体现了绿色化学的教学理念。通过综合实验的训练将各化学学科的理论知识和实验技能融会贯通、综合运用,使学生学会根据实际问题而选择和运用现代实验方法和仪器,从而提高对主要分析方法和仪器的应用,培养学生分析、解决实际问题的能力,绿色环保意识以及科研能力、创新能力。本教材有些实验已经在学生中多次做过,比较



成熟;有些是由其他教师的科研成果、学生的创新实验和毕业论文中精选出的实验,综合性较强。部分实验反映了当前化学的前沿。这对推动我国高校的综合化学实验教学发展和学生创新能力的培养将起到很重要的作用。

本书内容分为三部分,第一部分为基础综合化学实验,第二部分为中级综合化学实验,第三部分为研究性与设计性化学实验。本书适用于理工科化学专业、应用化学专业高年级化学实验课程教材以及研究生实验参考书。

参与本教材改编的同志还有周惠良、李冰、刘翔宇等。南京大学张剑荣教授和大连理工大学的孟长功教授对本书的编写提出了宝贵意见,在此一并表示崇高的敬意和衷心的感谢。

本书的出版受到宁夏大学化学化工学院国家级基础化学教学团队质量工程项目的资助,在此表示诚挚的谢意。

由于本书涉及的知识面较多、较广,受编者水平所限,难免有错漏与不妥之处,敬请各位读者批评指正。

编 者

2012 年 10 月

目 录

第一部分 基础综合化学实验

实验一	环境友好产品——过氧化钙的合成及含量分析	003
实验二	碘盐的制备及 KIO_3 含量的测定(分光光度法)	007
实验三	果品的总酸度及维生素 C 含量的测定	010
实验四	双波长分光光度法同时测定药物中的维生素 C 和维生素 E	014
实验五	循环伏安法测定配合物的稳定性	017
实验六	无溶剂快速合成查耳酮及产物的表征	022
实验七	硫酸氢钠催化合成乙酸正丁酯	025
实验八	镇静催眠药巴比妥酸的制备	028
实验九	微波条件下 $\text{SiO}_2/\text{K}_2\text{CO}_3$ 促进的无溶剂法由肉桂醛制备肉桂腈	031
实验十	薄层色谱分离菠菜叶绿素(微型实验)	033
实验十一	热致变色材料四氯合铜二乙基铵盐的合成与结构表征	037



第二部分 中级综合化学实验

实验十二	微波合成磷酸锌及磷钼蓝法测定其磷含量	043
实验十三	硫酸四氨合铜(Ⅱ)的制备及络离子组成测定	048
实验十四	三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备、组成测定及表征	054
实验十五	安息香及安息香醚的合成与表征	061
实验十六	安息香衍生物二苯乙二酮的合成及表征	065
实验十七	二苯基乙醇酸的合成及表征	069
实验十八	无溶剂条件下 NaOH 催化肉桂醛合成不饱和醛酮	073
实验十九	甲基橙的合成及离解常数的测定	077
实验二十	微波辐射合成和水解乙酰水杨酸	082
实验二十一	7-羟基-4-甲基香豆素的合成及结构测定	085
实验二十二	氧载体模拟化合物[Co(Ⅱ)Salen]的制备、表征和载氧的作用	088
实验二十三	红辣椒中红色素的提取和分离	096
实验二十四	从肉桂皮中提取肉桂油及其主要成分的鉴定	101
实验二十五	新鲜蔬菜中 β -胡萝卜素的分离和含量的测定	106
实验二十六	植物叶绿体色素的提取、分离、表征及含量测定	111
实验二十七	高压反应: α -氯萘水解制 α -萘酚	118
实验二十八	水热法制备纳米氧化铁材料	121
实验二十九	微波辐射下三甲醇丙烷、季戊四醇与羧酸合成润滑油类羧酸酯	125

实验三十	局部麻醉剂苯佐卡因的合成及表征	128
实验三十一	溶胶—凝胶法制备纳米 TiO_2 、 Fe_2O_3 及其在降解环境污染物中的应用	132
实验三十二	pH 法测定甘氨酸合镍配合物逐级稳定常数	139
实验三十三	Schiff 碱类金属配合物的合成及其与 DNA 的相互作用	147

第三部分 研究性与设计性化学实验

实验三十四	Heck 反应 Pd-imidazoline 均相催化剂的固载化研究	153
实验三十五	Fe_3O_4 纳米磁性复合材料的合成与应用研究	157
实验三十六	分子筛的制备及其物性测定	167
实验三十七	杯[4]芳烃对嘧啶的分子识别和分子开关	171
实验三十八	Gaussian 程序使用: 甲醛分子与氢原子反应动力学过程研究	175
实验三十九	固体酸催化合成乙酸正丁酯的工艺技术	179
实验四十	从玉米黄浆中提取玉米黄色素及其蛋白质制备复合氨基酸	181
实验四十一	煤基活性炭材料性质分析和评价	183
实验四十二	含芳烃废水的超声降解	185
实验四十三	从双氰胺渣合成过氧化钙	189
实验四十四	超分子主体化合物杯[4]芳烃的合成、表征及其衍生物的合成	191



实验四十五 活性炭固体酸催化剂的制备及其催化合成苯甲醛乙二醇缩醛	196
实验四十六 6-硝基-1',3',3'-三甲基吡啶螺苯并吡喃的合成和光致 变色性质	200
实验四十七 卟啉化合物的合成及物理化学性质	206
实验四十八 掺杂 Tb^{3+} 的 α 水杨酸锌的流变相反应合成及发光特性	212

附 录

附录一 与实验有关的基本参数及数据	217
附录二 常用溶液的配制与标定	227
附录三 常用实验仪器简介	230

第 一 部 分

基础综合化学实验

实验一 环境友好产品 ——过氧化钙的合成及含量分析

【实验目的】

1. 学会在温和条件下制备 CaO_2 的原理和方法。
2. 认识 CaO_2 的性质和应用。
3. 学会 CaO_2 含量测定的化学分析方法。
4. 巩固无机制备及化学分析的基本操作。

【实验原理】

在元素周期表中,IA 和 IIA 以及 Ag 与 Zn 等元素均可形成化学稳定性各异的简单过氧化物。它们是氧化剂,对生态环境是友好的,生产过程中一般不排放污染物,可以实现污染的“零排放”。

$\text{CaO}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 是白色或微黄色粉末,无臭无味,在潮湿空气或水中可长期缓慢释放出氧气。 $50\text{ }^\circ\text{C}$ 转化为 $\text{CaO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $110\text{ }^\circ\text{C} \sim 150\text{ }^\circ\text{C}$ 可以脱水,转化为 CaO_2 , 室温下较为稳定,加热到 $270\text{ }^\circ\text{C}$ 时分解为 CaO 和 O_2 。



CaO_2 难溶于水,不溶于乙醇和丙酮,它与稀酸反应生成 H_2O_2 ,若放入微量 KI 作催化剂,可作应急氧气源。 CaO_2 广泛用作杀菌剂、防腐剂、解酸剂和油类漂白剂, CaO_2 也是种子及谷物的消毒剂,例如将 CaO_2 用于稻谷种子拌种,不易发生秧苗烂根。 CaO_2 是口香糖、牙膏、化妆品的添加剂。若在面包烤制中添加



一定量的 CaO_2 , 能引发酵母增长, 增加面包的可塑性。用聚乙烯醇等微溶于水的聚合物包裹 CaO_2 微粒, 可以制成寿命长、活性大的氧化剂。据有关资料报道, CaO_2 可代替活性污泥处理城市污水, 降低 COD 和 BOD (即化学需氧量 chemical oxygen demand 和生化需氧量 biochemical oxygen demand)。

制备 CaO_2 的原料可以是 $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、 H_2O_2 及 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 也可以是 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 、 H_2O_2 及 NH_4Cl 。在较低温度下, 通过原料物质之间的反应, 在水溶液中生成 $\text{CaO}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, 在 $110\text{ }^\circ\text{C}$ 条件下真空干燥, 得到白色或淡黄色粉末固体 CaO_2 。产品要放在封闭容器中置于低温干燥处保存。在反应过程中加入微量 $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ 及少量乙醇, 可以增加 CaO_2 的化学稳定性, 有利于提高产率。有关化学反应如下:

方法一

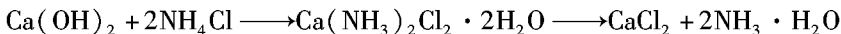


以上两式合并得:



分离出的 $\text{CaO}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 的母液可以循环使用。

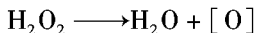
方法二 氢氧化钙在铵盐溶液中生成络合物, 氨络合物会解离:



游离的 Ca^{2+} 与 H_2O_2 发生化学反应, 生成难溶于水的过氧化钙:



副反应:



过氧化钙的含量测定, 可以利用在酸性条件下, 过氧化钙与稀酸反应生成过氧化氢, 用标准 KMnO_4 溶液滴定来确定其含量。为加快反应, 可加入微量

MnSO₄。



CaO₂ 的质量分数为

$$w(\text{CaO}_2) = \frac{5/2c(\text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4) \cdot M(\text{CaO}_2)}{m(\text{产品 CaO}_2)} \times 100\%$$

式中, $c(\text{KMnO}_4)$ ——KMnO₄ 的浓度, mol · L⁻¹;

$V(\text{KMnO}_4)$ ——滴定时消耗的 KMnO₄ 溶液的体积, L;

$M(\text{CaO}_2)$ ——CaO₂ 的摩尔质量, 72.08 g · mol⁻¹;

$m(\text{产品 CaO}_2)$ ——产品 CaO₂ 的质量, g。

【仪器与试剂】

仪器: 小型磁力加热搅拌器(带磁转子)、冰柜(也可用冰代替低温环境)、带砂芯漏斗的减压抽滤泵(因 CaO₂ 与滤纸反应)、250 mL 锥形瓶、250 mL 烧杯、分析天平、酸式滴定管(配有滴定台)、低温温度计(-10 ℃ ~ 100 ℃)每组 1 支、台秤等。

试剂: CaCl₂ (s)、Ca(OH)₂ (s)、NH₄Cl (s)、浓 NH₃ · H₂O、H₂O₂、HCl (2 mol · L⁻¹)、H₂SO₄ (2 mol · L⁻¹)、KMnO₄ 标准溶液、MnSO₄ (0.10 mol · L⁻¹)、Ca₃(PO₄)₂ (s)。

【实验步骤】

1. 过氧化钙的制备

方法一 称取 5 g CaCl₂, 用 10 mL 去离子水溶解, 加入 0.1 ~ 0.2 g Ca₃(PO₄)₂, 转入 250 mL 烧杯中, 放入磁转子, 在电磁搅拌器上搅拌烧杯中的溶液, 置于冰柜中(0 ℃), 滴加 30% H₂O₂ 溶液 30 mL, 不停地进行电磁搅拌, 加入 1 mL 乙醇, 边搅拌边滴加 5 mL 浓 NH₃ · H₂O, 最后加入 25 mL 冰水, 置于冰柜(0 ℃)中冷却 30 min, 用带砂芯漏斗的抽滤泵减压抽滤。用少量冰水洗涤晶体粉末 2 ~ 3 次, 抽干后, 在 110 ℃ 的烘箱中真空干燥 0.5 ~ 1 h, 称重, 计算产率, 回收母液。



方法二 在 250 mL 烧杯中加入 5 g $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 固体和 7.5 g NH_4Cl 固体,加入 15 mL 去离子水和微量 $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ 固体,放入磁转子,在冰柜中冷却到 0 °C 左右,在电磁搅拌下,滴加 10 mL 左右 30% H_2O_2 ,让温度保持在 0 °C 并不断进行电磁搅拌,反应 30 min,静置 15 min。用带砂芯漏斗的抽滤泵减压抽滤。用少量冰水洗涤粉末晶体 2 ~ 3 次,抽干,在 110 °C 的烘箱内真空干燥 0.5 ~ 1 h,冷却,称重,计算产率,回收母液。

2. 试验 CaO_2 的漂白性

取未经处理的天然植物油 2 mL 于试管中,加入 1 g CaO_2 、1 滴 MnSO_4 ,振荡 10 min,静置 10 min,与天然植物油对比色泽。

3. CaO_2 含量的测定

准确称取 0.15 g 左右产品 CaO_2 三份,分别置于 250 mL 锥形瓶中,各加入 50 mL 去离子水和 15 mL ($2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$) 的稀 HCl ,使其溶解,再加入几滴 $0.10 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{MnSO}_4$ 溶液,用 $0.02 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{KMnO}_4$ 标准溶液滴定至溶液呈微红色,30 s 内不褪色即为终点,计算 CaO_2 的质量分数,计算结果应保留 4 位有效数字。若测定值的相对平均偏差大于 0.2% 需再测一份。

【思考题】

1. 本次实验中获得 CaO_2 中会含有哪些主要杂质? 如何提高产品的纯度?
2. 在本实验测定 CaO_2 含量时,为何不用稀 H_2SO_4 而用稀 HCl ,这样对测定结果有无影响? 如何证实?
3. 试比较采用两种方法所合成的 CaO_2 的产率和 CaO_2 含量。

实验二 碘盐的制备及 KIO_3 含量的测定(分光光度法)

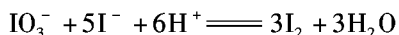
【实验目的】

1. 练习化学实验中有关基础操作的技能。
2. 了解食盐的提纯和加碘的方法。
3. 学习分光光度法测定碘盐中 KIO_3 含量的原理与方法。

【实验原理】

粗盐含有较多杂质,难以食用。要得到较纯净的食盐可采用重结晶的方法。方法要点是将食盐溶于水,过滤除去不溶性杂质,然后加热蒸发浓缩成过饱和溶液,冷却后析出食盐。可溶性杂质由于总量少,未达饱和而留在母液中,经过滤分离得较纯净的食盐。食盐加碘剂为 KIO_3 ,无水结晶体,较稳定。加碘必须加到食盐固体中,不能在精制食盐的浓溶液中加入。

碘含量的测定:根据 KIO_3 在酸性条件下能定量氧化 KI :



反应生成的 I_2 与淀粉作用形成蓝色的包合物,此包合物对 595 nm 波长的单色光具有最大吸收,通过测定其对 595 nm 波长光的吸光度 A ,可求得碘盐中的碘含量。

【仪器与试剂】

仪器:721 型可见分光光度计、50 mL 容量瓶、5 mL 吸量管、台秤、电炉、酒精



灯、铁架台、烧杯(150 mL)2个、试管、试管夹、布氏漏斗、抽滤瓶、真空泵、蒸发皿、坩埚、点滴磁板、量筒、玻璃棒等。

试剂:粗盐、 $2\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HAc、 $2\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 、无水乙醇(分析纯)、含碘 $200\text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 KIO_3 溶液(称取分析纯 KIO_3 0.0338 g,配制成 100 mL 溶液)、检测液[1%淀粉(指示剂级)400 mL,85% H_3PO_4 4 mL,KSCN 固体 7 g,混合搅拌至溶解]、 $10\text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ KIO_3 工作液、 $0.1\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ H_2SO_4 溶液、碘盐、KI 淀粉混合液。

KI—淀粉液的配制:2.5 g 可溶性淀粉加水溶解后倾入 500 mL 沸水中,煮至清亮,加入 2.5 g KI,溶解后用 $0.2\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH(约 2 mL)调至 pH 值达 8~9。此液在室温下可稳定两周。

KIO_3 工作液的配制:0.50 g KIO_3 溶于水,配成 1 L 溶液,取 1 mL 配成 50 mL。

材料:滤纸、火柴。

【实验步骤】

1. 称量过滤

用台秤称取 15 g 粗盐,放入 150 mL 烧杯中,加自来水 50 mL,在酒精灯(或电炉)上边加热边搅拌使粗盐溶解,趁热过滤。将滤液收集到洗净的 80 mm 蒸发皿中。

2. NaCl 的结晶

继续加热蒸发浓缩(时而搅拌)至原体积的一半以下(20 mL 左右),取下稍冷,在布氏漏斗上减压过滤。将滤液倒回原烧杯,精盐转移到干净蒸发皿中,在酒精灯(或电炉)上加热至干燥。称量,计算产率。

3. 食盐加碘

取一干净坩埚放在酒精灯上烘干,把 5 g 自制精盐放入坩埚中,并逐滴加入 1 mL 含碘为 $200\text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的标准 KIO_3 溶液。搅拌均匀后,加入 3 mL 无水乙醇(分析纯),将坩埚放在石棉网上,点燃酒精,燃尽后冷却,即得碘盐(或在 $100\text{ }^\circ\text{C}$ 下烘干 1 h)。计算自制碘盐中碘的含量(mg I/kg 盐)。