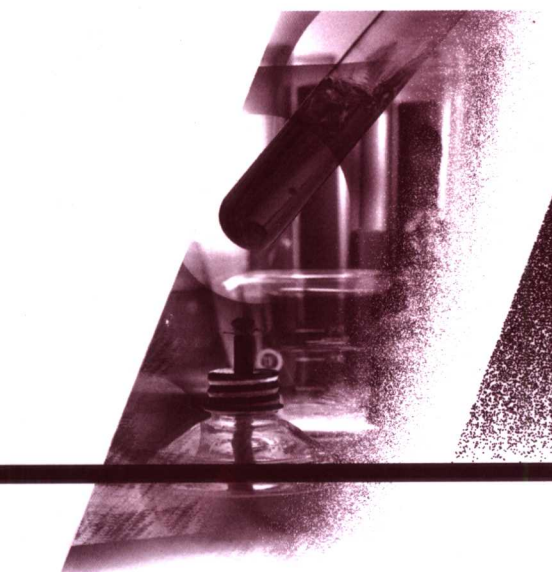


吉林大学“十五”规划教材

YINGYONGHUA XUESHIYAN

应用化学实验

● 主编 安胜姬 王洪艳



吉林大学
出版社

吉林大学“十五”规划教材

应用化学实验

主 编 安胜姬 王洪艳

副主编 李俊锋 张玉敏

编 者 (按姓氏笔划)

任玉林 高 岩

杨 兵 邹海峰

甘树才 鲍长利

凤优游 沙志芳

吉林大学出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

应用化学实验 / 安胜姬, 王洪艳主编. —长春: 吉林大学出版社, 2005.9

ISBN 7-5601-3162-X

I. 应… II. ①安…②王… III. 应用化学—化学实验—高等学校—教材 IV. 069-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2005) 第 113966 号

吉林大学“十五”规划教材

应用化学实验

主编 安胜姬 王洪艳

责任编辑、责任校对: 赵洪波

封面设计: 孙 群

吉林大学出版社出版
(长春市明德路 421 号)

吉林大学出版社发行
吉林农业大学印刷厂印刷

开本: 787×1092 毫米 1/16

2005 年 9 月第 1 版

印张: 8.5

2005 年 9 月第 1 次印刷

字数: 199 千字

印数: 1-400 册

ISBN 7-5601-3162-X

定价: 13.00 元

前 言

《应用化学实践》是吉林大学十五规划教材，适用于应用化学专业本科生 150 ~ 180 学时的实验教学。

应用化学是包含化学学科多领域的综合性学科，涉及各种化学化工过程的原理及操作，一本书不可能将其完全包括。本教材主要结合应用化学专业的理论教学和综合性实验教学内容编写，包括有机分析篇、高分子化学及高分子物理篇、复合材料篇、涂料化工篇、精细化学品篇等五个部分，旨在培养学生坚实的基本实验技能，活跃的科研思维和综合性实验能力。本书的特点是，涉及面广，可操作性强，易学易懂，不仅可以作为本科生实验教材，对相关领域的科研和生产技术人员也有一定的参考价值。

本书主编安胜姬、王洪艳，副主编李俊锋、张玉敏，参编高岩、任玉林、凤优游、鲍长利、甘树才、沙志芳、杨兵、邹海峰。第一部分由安胜姬、任玉林、凤优游编写，第二部分由安胜姬、李俊锋、任玉林、邹海峰编写，第三部分由王洪艳、鲍长利、甘树才、杨兵编写，第四部分由王洪艳、高岩编写，第五部分由王洪艳、张玉敏编写，附表部分由沙志芳、凤优游编写，全书由安胜姬、王洪艳统筹设计并统稿定稿。

应用化学实践教材涉及面太广，国内外可参考的同类书又极少，编者水平也有限，书中可能会有很多不足之处，希望读者提出宝贵的意见。

编 者

2005 年 10 月

目 录

第一部分 有机分析篇	(1)
实验一 羟基的测定	(3)
实验二 氨基的测定	(4)
实验三 酯基的测定	(6)
实验四 羧基的测定	(7)
实验五 烷氧基的测定	(8)
实验六 羟氨法测定羰基	(10)
实验七 蛋白质的测定——凯氏定氮法	(11)
实验八 氨基酸的纸色谱分离(双向层析)	(14)
实验九 薄层层析吸附剂氧化铝活性的测定	(17)
第二部分 高分子化学及高分子物理篇	(21)
实验一 苯乙烯的悬浮聚合和共聚合反应	(23)
实验二 丙烯腈的离子型聚合	(25)
实验三 抗凝血材料的合成——聚醚氨酯的接枝共聚合	(27)
实验四 油改性醇酸树脂	(29)
实验五 泡沫塑料的制备	(31)
实验六 塑料吹塑薄膜成型工艺	(33)
实验七 塑料常规力学性能的测定	(36)
实验八 聚合物溶度参数的测定	(43)
实验九 膨胀计法测定聚合反应速度	(46)
实验十 热塑性塑料熔体流动速率的测定	(49)
实验十一 丙烯酸乳液的制备	(54)
第三部分 复合材料篇	(57)
实验一 玻璃钢(FRP)平板制品手糊成型工艺	(59)
实验二 复合材料中热固性树脂固化度的测定	(61)
实验三 浸润液对纤维表面接触角的测定	(64)
实验四 纤维临界表面张力的测定	(66)
实验五 剪切性能的测定	(69)
实验六 冲击性能的测定	(72)

实验七	X 射线衍射技术与定性相分析	(75)
实验八	定性相分析的原理和方法	(78)
实验九	电子显微镜能谱分析	(84)
第四部分	涂料化工篇	(87)
实验一	电泳涂装、电泳涂料及其涂膜性能的测试	(89)
实验二	乳胶漆的制备	(92)
实验三	涂料黏度的测定	(94)
实验四	丙烯酸树脂的合成与涂料制备	(97)
实验五	漆膜一般制备法	(99)
实验六	漆膜光泽的测定	(101)
实验七	漆膜附着力的测定	(103)
实验八	漆膜硬度的测定	(105)
实验九	漆膜柔韧性的测定	(107)
第五部分	精细化学品篇	(109)
实验一	冷烫剂——硫代乙醇酸胺的制备与分析	(111)
实验二	冷烫液的配制及气效果测试实验	(113)
实验三	剥离性面膜的制备与洁肤实验	(115)
实验四	透明液体香波的制备	(117)
第六部分	附表	(119)

第一部分

有机分析篇

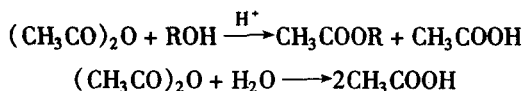
实验一 羟基的测定

一、实验目的

学习酸催化乙酰化法测定羟基的原理和操作。

二、实验原理

一定量的醋酸酐在高氯酸催化下与试样作用后，用水分解过量的酸酐，再以标准碱溶液滴定生成的醋酸，同时进行空白试验，空白滴定与试样滴定的差值，即为试样乙酰化法所消耗的酸酐值，从而算出试样羟基含量。



用酸催化比用吡啶催化反应要快一些，可在室温下进行，酰化试剂浓度也较小。本法适合分析 0.05 ~ 0.1 mmol 的羟基化合物。

三、主要仪器和试剂

5mL 吸量管；25mL 碱式滴定管；125mL 磨口塞锥形瓶。

乙酐-苯溶液：10mL 乙酐，滴加 3 滴 72% 高氯酸，然后加入 50mL 苯，摇匀。0.05mol/L 氢氧化钠甲醇溶液：在 2.0mL 氢氧化钠饱和水溶液中，加入 5.0mL 水及 540mL 无水甲醇，混匀，用邻苯二甲酸氢钾标定。指示剂：将 0.1% 甲酚红和 0.1% 百里香酚蓝的水溶液，分别中和后按 1:3 比例混合。吡啶：分析纯。

四、实验步骤

准确称取含有 0.05 ~ 0.1mmol 羟基的试样，置于 125mL 磨口塞锥形瓶中，准确加入 5mL 乙酐-苯溶液，振荡均匀后在室温下放置 30min。

加入 2mL 水振荡约 1min，再加入 3mL 吡啶摇匀后放置 5min。加入 5 滴混合指示剂，用氢氧化钠甲醇标准溶液滴定到由黄色变成紫色，在同样条件下作一空白实验。

五、结果处理

$$C_{\text{OH}} = \frac{(V_1 - V_0) \times C \times 17.01}{W} \times 100\%$$

式中：V——试样消耗氢氧化钠甲醇标准溶液体积 (mL)； V_0 ——空白消耗氢氧化钠甲醇标准溶液体积 (mL)；C——氢氧化钠甲醇标准溶液的浓度 (mol/L)；W——试样质量 (mg)； C_{OH} ——羟基含量。

思考题

1. 吡啶催化乙酰化法测羟基与酸催化法测羟基的原理有什么不同？
2. 酸催化乙酰化法测定羟基有何局限性？

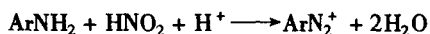
实验二 氨基的测定

一、实验目的

学习重氮化法测氨基的原理和“永停”电位仪的使用方法。

二、实验原理

芳香族伯胺和亚硝酸作用生成重氮盐，这是芳香伯胺特有的反应，由消耗的亚硝酸量可求得芳香伯胺的含量。



当亚硝酸过量时，重氮化反应即达终点，终点可用指示剂确定，也可用“永停”电位法判断。

三、主要仪器和试剂

永停电位仪（如图 2-1）；电磁搅拌器；25mL 滴定管。

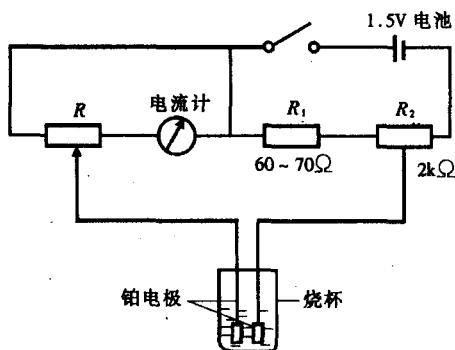


图 2-1 永停电位仪

浓盐酸：分析纯；25% KBr 溶液；0.1mol/L NaNO₂ 标准溶液：取 7.2g 亚硝酸钠加适量冰开水使之溶解，并稀释至 100mL，摇匀，保存在棕色瓶中。

标定方法：准确称取经 120℃ 干燥恒重的基准无水对氨基苯磺酰胺 0.4g，加入 10mL 浓 HCl 和 30mL 水，再加入 2mL 25% KBr 水溶液；在电磁搅拌器上搅拌，待其完全溶解。滴定方法和终点观察见实验步骤。

$$C = \frac{W \times 1000}{VM}$$

式中：V——滴定消耗亚硝酸钠溶液体积 (mL)；C——亚硝酸钠标准溶液浓度 (mol/L)；M——对氨基苯磺酰胺分子量；W——对氨基苯磺酰胺质量 (g)。

四、实验步骤

准确称取适量试样于烧杯中，加入 10mL 浓 HCl 和 30mL 水，再加入 2mL 25% KBr 水溶液，在电磁搅拌器上搅拌，待其溶解，插入铂电极，将滴定管的尖端插入液面下约 2/3

处，用标准亚硝酸钠溶液迅速滴定，随滴随搅拌。至接近终点时将滴定管尖端提出液面，用少量水淋洗尖端，继续滴定；至电流计突然偏转，并持续 1min 不回复，即为终点。

五、结果处理

$$C_{\text{氨基化合物}} = \frac{V \cdot C \cdot M}{n \cdot W \cdot 1000} \times 100\%$$

式中：V——试样消耗亚硝酸钠标准溶液体积(mL)；C——亚硝酸钠标准溶液浓度(mol/L)；
M——试样的分子量；W——试样的质量(g)；n——试样分子中氨基的数目；
 $C_{\text{氨基化合物}}$ ——氨基化合物的百分含量。

思考题

1. 重氮化法测定氨基的原理是什么？
2. 滴定时滴定管尖端为什么要插入液面下？

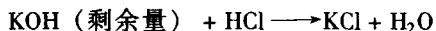
实验三 酯基的测定

一、实验目的

学习皂化法测定酯基的方法。

二、实验原理

皂化法是测定酯基最常用的方法，试样用过量的标准碱溶液皂化后，再用标准酸溶液滴定过量的碱，根据消耗的酸量计算酯的含量。



通常用氢氧化钾的乙醇溶液进行皂化。易皂化的水溶性的酯，一般可在水溶液中进行皂化。而难皂化的酯，则应以乙二醇等高沸点的化合物作溶剂，以提高反应温度，缩短反应时间。

三、主要仪器和试剂

10mL 酸式滴定管；10mL 吸量管；50mL 14# 磨口锥形瓶；14# 磨口球形冷凝管。

0.2mol/L 氢氧化钾乙醇溶液：称取 11.2g 氢氧化钾直接溶于 1000mL 95% 乙醇中，过滤待用；0.1mol/L 盐酸标准溶液；1% 酚酞指示剂（乙醇溶液）；试样：苯甲酸乙酯。

四、实验步骤

准确称取 0.5 mmol 的酯于 50mL 磨口锥形瓶中，用吸量管吸取 0.2 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液 10.00 mL 放于锥形瓶内，加几粒沸石，装上回流冷凝管，将混合物温和加热回流约 1~3h，使皂化完全。冷却后，加入 1~2 滴酚酞指示剂，用 0.1mol/L 盐酸标准溶液滴定过量的氢氧化钾，至红色刚好褪去为止。空白试验与试样试验同时进行。

五、结果处理

$$C_{\text{酯}} = \frac{(V_0 - V)CM}{1000 Wn} \times 100\%$$

式中：V——试样消耗盐酸标准溶液体积（mL）； V_0 ——空白消耗盐酸标准溶液体积（mL）；C——盐酸标准溶液浓度（mol/L）；M——试样的分子量；W——试样的质量（g）；n——试样分子中酯基的个数； $C_{\text{酯}}$ ——试样中酯基的含量。

思考题

皂化法的实质是什么？

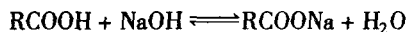
实验四 羧基的测定

一、实验目的

学习羧酸的酸性及羧基的测定方法。

二、实验原理

大多数羧酸 pK_a 值小于 8, 可以用氢氧化钠的水溶液或醇溶液滴定。



为了避免反应生成的羧酸钠水解, 在反应中常用乙醇作溶剂, 或用乙醇-氯仿、乙醇-1, 4-二氧六环作溶剂, 终点的确定可用指示剂法或电位差法。

三、主要仪器和试剂

10mL 碱式和酸式滴定管各一只; 50mL 锥形瓶; 电磁搅拌器。

0.01mol/L 氢氧化钠标准溶液; 0.01mol/L 盐酸标准溶液; 1% 酚酞指示剂 (溶于 95% 乙醇中); 中性乙醇: 在 200mL 95% 乙醇中加入 4 至 5 滴酚酞指示剂, 在水浴上煮沸 30min, 趁热用 0.01mol/L 氢氧化钠溶液滴定至粉红色出现并持续 30s 不褪色为止。

蒸馏水: 将蒸馏水煮沸 30min, 取出 10mL, 趁热加入 2 滴酚酞指示剂用 0.01mol/L NaOH 溶液中和。

四、实验步骤

准确称取 0.05 ~ 0.1 mmol 试样于 50mL 锥形瓶中, 加入 5mL 中性醇溶解。加入 2 滴酚酞指示剂, 煮沸, 趁热用 0.01mol/L 标准氢氧化钠溶液滴定, 至淡红色出现并持续 30s 不褪色为终点。若碱加入量已超过终点, 则加入 0.5 ~ 1mL 0.01mol/L 标准盐酸溶液, 用 0.01mol/L NaOH 溶液回滴至终点。

五、结果处理

$$C_{COOH} = \frac{VM \times 45.02}{W} \times 100\%$$

式中: W ——试样重 (mg); V ——滴定消耗 NaOH 溶液 (mL); M ——NaOH 溶液摩尔浓度; C_{COOH} ——羧基的含量。

思考题

你能设计出不用 NaOH 或 KOH 的测定方法吗?

实验五 烷氧基的测定

一、实验目的

学习蔡塞尔 (Zeisel S) 甲氧基定量测定法。

二、实验原理

试样中的甲氧基或乙氧基用氢碘酸加热裂解, 生成碘甲烷或碘乙烷。后者由载气运送, 通入含有溴的醋酸钠冰醋酸溶液中, 碘代烷与溴反应产生碘酸。加入甲酸除去过量的溴以后, 使产生的碘酸与碘化钾反应, 用标准硫代硫酸钠滴定析出的碘, 从而计算甲氧基或乙氧基含量。

裂解反应: $R'OR + HI \longrightarrow R'OH + RI$

$R = CH_3 \text{ 或 } C_2H_5$

吸收反应: $RI + Br_2 \longrightarrow BrI + RBr$

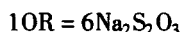
$BrI + 2Br_2 + 3H_2O \longrightarrow HIO_3 + 5HBr$

除溴反应: 过量 $Br_2 + HCOOH \longrightarrow 2HBr + CO_2$

滴定反应: $HIO_3 + 5KI + 5H_2SO_4 \longrightarrow 5KHSO_4 + 3H_2O + 3I_2$

$3I_2 + 6Na_2S_2O_3 \longrightarrow 6NaI + 3Na_2S_4O_6$

由上列反应式可以看出, 测定的化学计量关系是



三、主要仪器和试剂

250mL 碘量瓶; 25mL 碱式滴定管。

氢碘酸: 分析纯; 红磷悬浮液: 红磷应先用浓氨水在沸水浴上共热 1h, 过滤后用水洗到石蕊呈中性反应并转移到小滴瓶中加水呈悬浮液。

吸收液: 10g 醋酸钠溶于 67mL 冰醋酸中; 溴 (不含碘); 甲酸: 分析纯; 醋酸钠: 分析纯; 碘化钾: 分析纯; 0.1mol/L 标准 $Na_2S_2O_3$ 溶液; 0.5% 淀粉指示剂; 4mol/L 硫酸: 分析纯。

四、实验步骤

将仪器洗净, 反应器要烘干, 按图 5-1 接好, 在洗涤器 c 中加入红磷悬浮液, 使 c 中套管下端浸入液面下约 5mm。在接收器 d 内注入 10mL 吸收液, 再加 10~12 滴溴, 混匀后, 转动接收器使 d 内的混合液约 1/3 转入 e 中, 在 f 中加约 1mL 甲酸及少量醋酸钠以吸收逸出的溴蒸气。

准确称量 20~30mg 样品于反应器 a 中, 将反应器支管接上气源, 加入 5mL 氢碘酸并迅速接好仪器。

小心通入二氧化碳气流 (每秒 1~2 泡) 及冷凝水, 用小甘油浴加热反应器, 迅速加

热到 140 ~ 150℃ 并保持 1h。

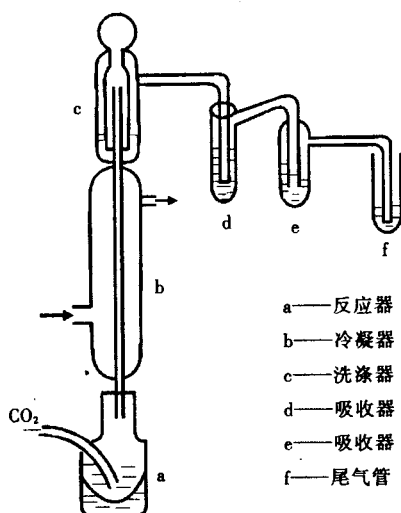


图 5-1 烷氧基测定装置

反应完毕，取下吸收器，加入几毫升水，把内溶物转到盛有 1.5g 醋酸钠的碘量瓶中，用水反复冲洗吸收器到总体积约为 100 ~ 150mL。然后自瓶壁逐滴加入浓甲酸，并旋转碘量瓶，待溴的棕黄色刚好褪去，再过量 1 滴。振荡 2 ~ 3min 加固体碘化钾 1g，摇动使之溶解后再加入 5mL 4mol/L 硫酸，将瓶盖盖好放置 5min。

用标准 Na₂S₂O₃ 溶液滴定析出的碘，滴到溶液变为浅黄色时，滴加 5 滴淀粉指示剂，继续滴定至溶液蓝色刚好褪去为终点。

五、结果处理

$$C_{\text{OCH}_3(\text{或OC}_2\text{H}_5)} = \frac{V \times M \times 31.04 (\text{或 } 45.04)}{6 \times W} \times 100\%$$

式中：V——试样消耗标准 Na₂S₂O₃ 溶液体积 (mL)；M——标准 Na₂S₂O₃ 溶液摩尔浓度 (mol/L)；W——试样的质量 (mg)；C_{OR}——烷氧基的含量。

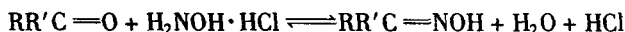
实验六 羟氨法测定羰基

一、实验目的

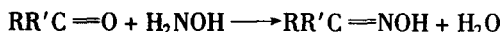
学习羟氨法测定羰基的原理及操作。

二、实验原理

在常量分析法中,将醛或酮与盐酸羟氨反应产生肟,并析出 1mol 盐酸,用标准碱溶液滴定析出的酸,即可计算出样品中羰基含量。



在微量分析中采用间接滴定法,即先用碱部分中和盐酸羟氨,使产生游离的羟氨与羰基化合物反应生成肟:



反应液中剩余过量的碱用标准酸回滴,由样品与空白滴定之差值可算出样品中羰基含量。

三、主要仪器和试剂

自动滴定电位仪;25mL 酸式滴定管;100mL 碘量瓶。

0.1mol/L 盐酸羟氨溶液:取 7.1g 干燥的盐酸羟氨溶于 330mL 水中,用甲醇稀释至 1L;0.1mol/L 铁氰化钾标准溶液,用标准硫代硫酸钠溶液标定;10mol/L 氢氧化钾溶液。

四、实验步骤

准确吸取 10mL 0.1mol/L 盐酸羟氨溶液加入 100mL 碘量瓶中,再加入 0.4~0.5 mmol 羰基化合物试样。摇动促进溶解,分批(每批 0.5mL)加入 5mL 10mol/L 氢氧化钾溶液,混匀后,塞好瓶塞,在室温下静置 10~60min。反应完毕后,再加入 5mL 10mol/L 氢氧化钾溶液,用 10mL 水稀释,并转移至电位滴定仪上,用标准铁氰化钾溶液滴定,直到有明显的电位转移即为终点。在等当点处,每加入 0.03mL 滴定液,电位至少改变 20mV。立即进行空白滴定。

五、结果处理

$$C_{\text{羰基}} = \frac{(V_0 - V) \times C \times 28.01}{2 \times W} \times 100\%$$

式中:V——试样消耗铁氰化钾标准溶液体积(mL); V_0 ——空白消耗铁氰化钾标准溶液体积(mL);C——铁氰化钾标准溶液浓度(mol/L);W——试样质量(mg); $C_{\text{羰基}}$ ——羰基含量。

思考题

1. 用氧化-还原法测定羰基的原理是什么?
2. 滴定接近等当点时要注意什么?

实验七 蛋白质的测定——凯氏定氮法

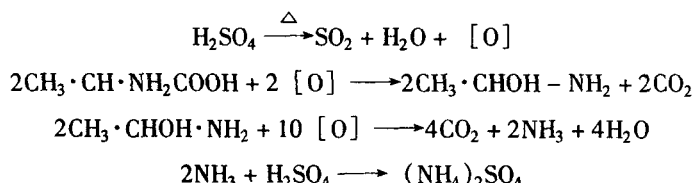
一、实验目的

学习含氮有机化合物的测定方法。

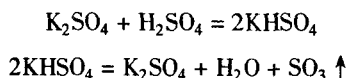
二、实验原理

蛋白质是含氮的有机化合物。食品与硫酸和催化剂一同加热消化，使蛋白质分解，分解的氨与硫酸结合生成硫酸铵。然后碱化蒸馏使氨游离，用硫酸吸收后，再以氢氧化钠标准溶液滴定，根据酸的消耗量乘以换算系数，即为蛋白质的含量。其反应如下：

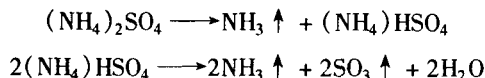
1. 消化：样品与硫酸一同加热消化，硫酸使有机物脱水，破坏有机物，有机物中的碳和氢被氧化为二氧化碳和水逸出，而蛋白质分解出的氨则与硫酸结合成硫酸铵留在酸性溶液中，其反应如下



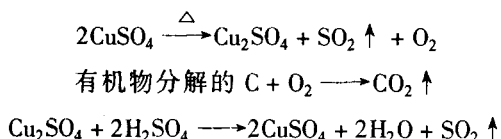
在消化过程中添加硫酸钾可以提高温度加快有机物分解，它与硫酸反应生成硫酸氢钾，温度可达 400℃，加快了整个反应过程，其理由是随着消化过程中硫酸的不断地被分解及水分的逸出，使硫酸钾的浓度增大，沸点增加，加速了有机物的分解。其反应式如下：



但硫酸钾加入量不能太大，否则温度太高，生成的硫酸氢铵也会分解，放出氨而造成损失。



为了加速反应过程，还加入硫酸铜、氧化汞或硒粉作为催化剂。但为了防止污染通常使用硫酸铜，其反应式如下：



如在消化过程中不易得到澄清溶液时，可将凯氏烧瓶取下放冷后缓缓加入 30% 过氧化氢 2~3mL，促进消化，不要加入过氯酸，以免生成氮的氧化物损失，使结果偏低。

有机物全部消化后，出现硫酸铜的蓝绿色，它具有催化功能，还可以作为碱性反应指