



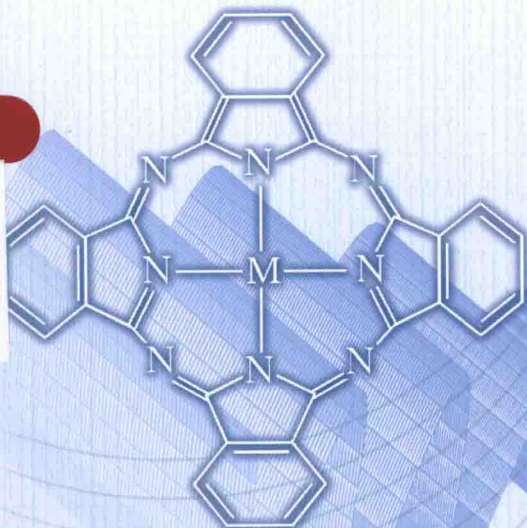
西安交通大学

本科“十二五”规划教材
“985”工程三期重点建设实验系列教材

化学综合实验

主 编 张 雯

副主编 郭丽娜 胡 敏 李健军



西安交通大学出版社
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY PRESS

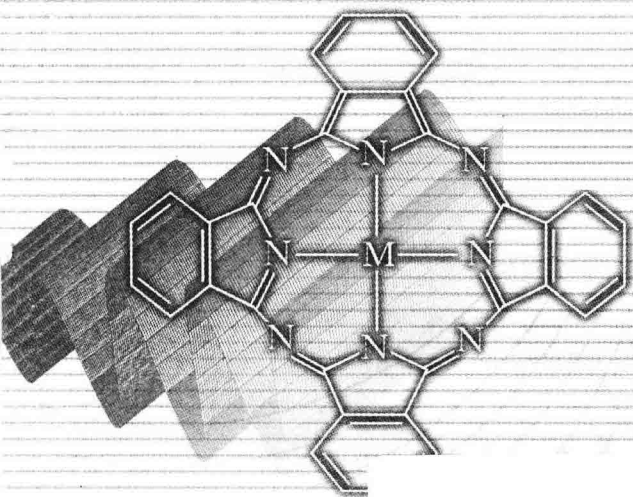


西安交通大学 本科“十
“985”工程三

化学综合实验

主 编 张 雯

副主编 郭丽娜 胡 敏 李健军



西安交通大学出版社
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY PRESS

内 容 提 要

化学综合实验是针对完成基础化学实验课程之后的中高年级学生开设的一门专业实验课程,其内容涵盖无机化学、有机化学、分析化学、物理化学和高分子化学等相关内容,并介绍了部分现代大型化学实验仪器的基本性能和操作方法。

全书共包含实验 50 个,按基础性实验、综合性实验、设计性实验三个层次进行编排,目的是使学生接触更多的现代仪器分析方法,熟悉无机物或有机物从制备合成、分离分析、实际应用到创新设计的整个环节,进一步在实践中提高实验设计能力和科研创新能力。书中部分实验改编自我院教师的科研成果,充分体现了科研成果向实践教学转化的特点。

本书适合理工院校化学及其相关专业的学生使用,也可供相关技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

化学综合实验/张雯主编. —西安:西安交通大学出版社,2013. 12
ISBN 978-7-5605-5788-5

I. ①化… II. ①张… 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 261083 号

书 名 化学综合实验
主 编 张 雯
责任编辑 张 梁

出版发行 西安交通大学出版社
(西安市兴庆南路 10 号 邮政编码 710049)

网 址 <http://www.xjtupress.com>
电 话 (029)82668357 82667874(发行中心)
(029)82668315 82669096(总编办)

传 真 (029)82668280
印 刷 陕西元盛印务有限公司

开 本 727mm×960mm 1/16 印张 16 字数 287 千字
版次印次 2014 年 2 月第 1 版 2014 年 2 月第 1 次印刷
书 号 ISBN 978-7-5605-5788-5/O·447
定 价 30.00 元

读者购书、书店添货、如发现印装质量问题,请与本社发行中心联系、调换。

订购热线:(029)82665248 (029)82665249

投稿热线:(029)82664954

读者信箱:jdlgy@yahoo.cn

版权所有 侵权必究

编审委员会

主 任 冯博琴

委 员 （按姓氏笔画排序）

邓建国 何茂刚 张建保 陈雪峰

罗先觉 郑智平 徐忠锋 黄 辰

教育部《关于全面提高高等教育质量的若干意见》(教高〔2012〕4号)第八条“强化实践育人环节”指出,要制定加强高校实践育人工作的办法。《意见》要求高校分类制订实践教学标准;增加实践教学比重,确保各类专业实践教学必要的学分(学时);组织编写一批优秀实验教材;重点建设一批国家级实验教学示范中心、国家大学生校外实践教育基地……。这一被我们习惯称之为“质量30条”的文件,“实践育人”被专门列了一条,意义深远。

目前,我国正处在努力建设人才资源强国的关键时期,高等学校更需具备战略性眼光,从造就强国之才的长远观点出发,重新审视实验教学的定位。事实上,精心设计的实验教学更适合承担起培养多学科综合素质人才的重任,为培养复合型创新人才服务。

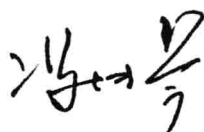
早在1995年,西安交通大学就率先提出创建基础教学实验中心的构想,通过实验中心的建立和完善,将基本知识、基本技能、实验能力训练融为一炉,实现教师资源、设备资源和管理人员一体化管理,突破以课程或专业设置实验室的传统管理模式,向根据学科群组建基础实验和跨学科专业基础实验大平台的模式转变。以此为起点,学校以高素质创新人才培养为核心,相继建成8个国家级、6个省级实验教学示范中心和16个校级实验教学中心,形成了重点学科有布局的国家、省、校三级实验教学中心体系。2012年7月,学校从“985工程”三期重点建设经费中专门划拨经费资助立项系列实验教材,并纳入到“西安交通大学本科‘十二五’规划教材”系列,反映了学校对实验教学的重视。从教材的立项到建设,教师们热情相当高,经过近一年的努力,这批教材已见端倪。

我很高兴地看到这次立项教材有几个优点:一是覆盖面较宽,能确实解决实验教学中的一些问题,系列实验教材涉及全校12个学院和一批重要的课程;二是质

量有保证,90%的教材都是在多年使用的讲义的基础上编写而成的,教材的作者大多是具有丰富教学经验的一线教师,新教材贴近教学实际;三是按西安交大《2010版本本科培养方案》编写,紧密结合学校当前教学方案,符合西安交大人才培养规格和学科特色。

最后,我要向这些作者表示感谢,对他们的奉献表示敬意,并期望这些书能受到学生欢迎,同时希望作者不断改版,形成精品,为中国的高等教育做出贡献。

西安交通大学教授
国家级教学名师



2013年6月1日

Foreword 前言

化学实验教学是化学教育中培养科学思维方式、发展创新意识、提高科研能力的重要教学环节之一,尤其是对化学专业的学生而言,循序渐进的实验课程训练更是必不可少的。

近年来,强化实践教学、着力培养学生的创新能力受到了普遍的重视,而随着科学研究创新成果的不断涌现,也急需将最新的研究成果向实践教学课堂进行转化。我校应用化学系的蓬勃发展也迫切需要一部适应本专业教学科研需要的实验教材。鉴于此,根据化学学科的发展规划,结合本学科教师的研究领域,同时考虑到化学专业学生的实践学习规律,我们在教学实践的基础上编写了《化学综合实验》这本教材。本书对学生掌握知识的深度和广度都有较高的要求,有利于同学们深入领会知识间的内在联系,更好地掌握相关的理论知识。

全书共计 50 个实验,分为三个层次,即基础性实验、综合性实验和设计性实验。内容主要围绕量子与新能源材料化学、医药化学与生物有机合成化学、功能高分子化学与物理三个重点发展方向,旨在由浅入深地引导学生进一步领会基本原理,提高其综合运用基本知识和基本技能的能力,培养其科研素养和创新能力。附录编入了所用到的部分大型仪器的简介和基本操作方法及常用的化学数据,以方便查阅。

本书具有以下特点:

(1)特色鲜明。所有实验均精选自一线教师的教学积累和近期科研成果,与西安交通大学化学学科重点发展的专业方向相紧密结合。

(2)趣味性强。合成表征生活中的常见化学品,使学生体验到“科技让生活更美好”的研究乐趣,激发学习兴趣、提高综合创新能力。

(3)循序渐进。实验内容由浅入深,采用递进式设计,逐步培养学生分析解决

较复杂问题的能力,增强创新意识,提升综合素质。

教材适用对象为化学专业及选修开放实验的学生。本书是应用化学系全体教师的一项共同成果,参编的教师有二十多位,都是化学教学和科研的一线教师,每个实验讲义后都附有相关编写教师和校对教师信息,郭丽娜、胡敏、李健军老师作为副主编倾注了大量的心血,全书由张雯主编并统稿。

在本书的编写过程中,我们得到了西安交通大学化学教学实验中心、西安交通大学教务处的大力支持,并得到了理学院、化学学科领导和教授及实验教学前辈和同事的鼎力相助。在此向所有作者和提供帮助的同事表示最真诚的感谢!

由于编者水平所限,书中难免存在不妥之处,恳请读者批评指正。

编 者

2013.6

Contents 目录

第一篇 基础性实验

实验一	流动注射化学发光法测定抗坏血酸·····	(001)
实验二	毛细管电泳-电化学发光法测定盐酸格拉司琼·····	(006)
实验三	循环伏安法测定亚铁氰化钾的动力学参数·····	(010)
实验四	氟离子选择电极法测定牙膏中的游离氟·····	(016)
实验五	$Y_2O_3:Eu$ 荧光材料的合成和光谱性能的测定·····	(021)
实验六	等离子体发射光谱法测定头发中多种微量元素·····	(025)
实验七	非水滴定法测定水杨酸钠·····	(030)
实验八	用 Flory-Leutner 黏度法测定 PVA 分子中 1,2-乙二醇单元数 ·····	(033)
实验九	有机玻璃(PMMA)的制备·····	(039)
实验十	苯乙烯的乳液聚合·····	(043)
实验十一	醋酸乙烯酯的溶液聚合·····	(046)
实验十二	食品抗氧化剂 TBHQ 的合成·····	(048)
实验十三	无铅汽油抗震剂 MTBE 的合成·····	(051)
实验十四	增塑剂 DBP 的合成及表征·····	(054)
实验十五	苯甲酸的微波合成和表征·····	(057)

第二篇 综合性实验

实验十六	茶叶中微量元素含量的综合测定·····	(060)
实验十七	茶叶中咖啡因的提取及其核磁共振波谱表征·····	(065)
实验十八	二茂铁晶体的合成及其表征·····	(070)
实验十九	光敏材料三草酸合铁(III)酸钾的制备及表征·····	(076)
实验二十	甲基橙的合成及定性检验·····	(082)
实验二十一	局部麻醉剂苯佐卡因的合成·····	(085)

实验二十二	两性表面活性剂 BS-12 的合成与评价	(089)
实验二十三	红辣椒中辣椒色素的提取、分离及鉴定	(092)
实验二十四	中药白芨中白芨胶的制备及理化性质测定	(096)
实验二十五	芝麻油的 CO ₂ 超临界萃取及 GC-MS 分析	(098)
实验二十六	以双氧水为氧化剂的 4-VCH 绿色环氧化反应研究	(101)
实验二十七	苯乙烯与甲基丙烯酸甲酯共聚物的合成及其表征	(105)
实验二十八	DL-扁桃酸的合成及纯化	(108)
实验二十九	聚乙烯醇的制备及其缩醛化	(111)
实验三十	聚氨酯泡沫塑料的制备	(114)
实验三十一	酚醛树脂的合成	(117)
实验三十二	离子交换树脂的制备	(120)
实验三十三	导电高分子聚苯胺的合成	(125)
实验三十四	氧化-还原法制备石墨烯	(130)
实验三十五	OLED 空穴注入材料 <i>m</i> -MTDATA 的合成及性能测试	(135)
实验三十六	Jacobsen 催化剂的合成及表征	(140)
实验三十七	2-苯基吡啶 Pt 配合物磷光发光分子的合成与光物理表征	(145)
实验三十八	金属酞菁的合成及光谱特性研究	(149)
实验三十九	双(2,4,6-三氯苯基)草酸酯的合成及荧光棒的制作 ...	(154)
实验四十	TiO ₂ 纳米晶的合成、表征及光电化学性能的测试	(157)
实验四十一	ATRP 法修饰碳纳米管生长金属氧化物纳米结构材料	(163)
实验四十二	空心介孔二氧化硅亚微米球的制备与表征	(168)
实验四十三	罗丹明 6G 酰肼荧光试剂法测定微量铜	(173)

第三篇 设计性实验

实验四十四	水杨酸甲酯(冬青油)的制备	(178)
实验四十五	外消旋扁桃酸的拆分	(180)
实验四十六	碱金属 5-取代四唑配合物的合成与表征	(182)
实验四十七	铝合金的图纹化	(185)
实验四十八	介孔结构二氧化硅空心亚微米球的改性及应用	(190)

实验四十九	分子结构模型建立、结构优化和分子光谱模拟	(193)
实验五十	模拟化学反应机理和过渡态计算	(201)
附录一	实验室规则及安全常识	(212)
附录二	部分大型仪器简介及操作规程	(218)
附录三	常用化学数据表	(235)

第一篇 基础性实验

实验一 流动注射化学发光法测定抗坏血酸

一、实验目的

- (1) 了解化学发光的原理；
- (2) 掌握流动注射化学发光法的基本操作技术。

二、实验原理

化学发光是化学反应体系中的某些物质,如反应物、中间体或者荧光物质,吸收了反应释放的能量而由基态跃迁至激发态,然后再从激发态返回到基态,同时将能量以光辐射的形式释放出来,从而产生化学发光的现象,其原理如图1-1所示。化学发光用于分析测定,是基于化学发光强度与化学发光速率具有相关性,而影响反应速率的因素可以作为建立测定方法的依据。流动注射化学发光法(FI-CL)是

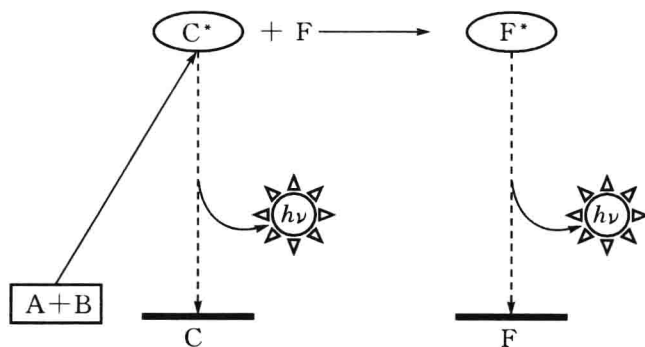


图 1-1 化学发光原理

近年发展较快的一个分析技术,是将流动注射技术与化学发光检测方法相结合的一种高灵敏度、痕量的在线检测及分析技术,已在分析化学的各个领域中得到了应用和推广。流动注射与化学发光的联用集合了两种方法的优点:①操作简便,分析速度快;②检测限低,灵敏度高;③节省试剂和样品;④可与多种常规仪器联用,易实现自动化;⑤环境污染小。

三、仪器及试剂

1. 仪器

IFFM-E 型流动注射化学发光分析仪、电子分析天平、烧杯、容量瓶(100 mL、1000 mL)、移液管(1 mL、10 mL)、超声清洗仪。

2. 试剂

高碘酸钾(分析纯,AR)、鲁米诺(AR,见图 1-2)、氢氧化钠(AR)、过氧化氢 30%、抗坏血酸、抗坏血酸注射液、超纯水。

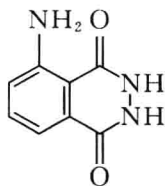


图 1-2 鲁米诺分子结构式

四、实验内容

1. 试药的配制

(1)高碘酸钾溶液($0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$):精密称取高碘酸钾 2.3000 g,加水溶解,定容于 1000 mL 容量瓶中,即得。

(2)鲁米诺溶液($0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$):精密称取鲁米诺 1.7720 g,加入 4 g 氢氧化钠(或用 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钠 100 mL 溶解),加水溶解,定容于 1000 mL 容量瓶中,避光放置一周。

(3)过氧化氢溶液($0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$):须现用现配。精密量取 10.11 mL 过氧化氢,定容于 1000 mL 容量瓶中,在 4°C 条件下贮存。

(4)抗坏血酸对照品溶液($0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$):精密称取 1.7613 g 抗坏血酸,加

水溶解,定容于 1000 mL 容量瓶中,在 4 ℃ 条件下贮存。使用时逐级稀释到所需浓度。

(5)抗坏血酸注射液溶液:取注射液 10 支,混合均匀后,精密量取适量(相当于含抗坏血酸 0.1 g)定容于 100 mL 容量瓶中,在 4 ℃ 条件下贮存。分析时取上述溶液稀释至工作曲线范围内即可。

2. 实验操作

(1)开启流动注射化学发光仪,打开 IFFM-E 分析系统工作站。在菜单栏中依次选择“样品测量”、“打开参数文件”,选择预先设定好冲洗参数,冲洗管路。

(2)将配置好的各种溶液放到各管路就位,在软件菜单中依次选择“样品测量”、“打开参数文件”,选择空白参数,进行空白试验。

(3)在软件菜单中依次选择“样品测量”、“打开参数文件”,选择测定参数,进样检测。

(4)实验结束后,在菜单栏中选择冲洗参数、冲洗管路,然后关闭仪器,关闭计算机。

3. 标准曲线的绘制

分别精密移取抗坏血酸,对照品溶液配置成 $1.0 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 、 $3.0 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 、 $5.0 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 、 $7.0 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 、 $10.0 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 、 $30.0 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 、 $50.0 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 、 $70.0 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 、 $100.0 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 标准溶液,然后浓度由低到高分别进样,记录各浓度的相对发光强度,并以浓度为横坐标、相对发光强度为纵坐标绘制标准曲线。

4. 抗坏血酸注射液中抗坏血酸的含量测定

精密移取上述抗坏血酸注射液储备液,稀释至工作曲线线性范围内,进样检测,记录相对化学发光强度,计算出抗坏血酸注射液中抗坏血酸的含量。

五、注意事项

(1)鲁米诺溶液需用碱性溶剂溶解,且放置一周以上才可使用。

(2)过氧化氢要现用现配。

(3)实验结束后用蒸馏水冲洗管路 10 min 以上。

(4)严禁检测器关窗开关开启时打开暗盒。

六、思考题

(1)如何检测过氧化氢和鲁米诺反应产生的化学发光的波长?

(2)为什么鲁米诺在碱性条件下化学发光强度更大?

补充阅读

维生素 C(Vitamin C)又称为 L-抗坏血酸(Ascorbic Acid),是一种水溶性维生素。食物中的维生素 C 被人体小肠上段吸收。一旦吸收,就分布到体内所有的水溶性结构中。正常成人体的维生素 C 代谢活性池中约有 1500 mg 维生素 C,最高储存峰值为 3000 mg 维生素 C。正常情况下,维生素 C 绝大部分在体内经代谢分解成草酸或与硫酸结合生成抗坏血酸-2-硫酸由尿排出;另一部分可直接由尿排出体外。维生素 C 的能效有:参与胶原蛋白的合成,治疗坏血病,预防牙龈萎缩和牙龈出血,预防动脉硬化,抗氧化,治疗贫血,防癌,保护细胞,解毒,保护肝脏,提高人体免疫力,提高机体应急能力。

维生素 C 的适宜人群:容易疲倦的人,在污染环境工作的人,体内维生素 C 高的人几乎不会再吸收铅、镉、铬等有害元素;嗜好抽烟的人,抽烟的人多吃含维生素 C 的食物有助提高细胞的抵抗力,保持血管的弹性,消除体内的尼古丁;从事剧烈运动和高强度劳动的人,这些人因流汗过多会损失大量维生素 C,应及时予以补充;坏血病患者,坏血病是因饮食中缺乏维生素 C,使结缔组织形成不良,毛细血管壁脆性增加所致,应多食含维生素 C 丰富的食物;脸上有色素斑的人,维生素 C 有抗氧化作用,补充维生素 C 可抑制色素斑的生成,促进其消退;长期服药的人,服用阿司匹林、安眠药、抗癌变药、四环素、钙制品、避孕药、降压药等,都会使人体维生素 C 减少,并可引起其它不良反应,应及时补充维生素 C。

维生素 C 的营养价值:维生素 C 的主要作用是提高免疫力,预防癌症、心脏病、中风,保护牙齿和牙龈等。另外,坚持按时服用维生素 C 还可以使皮肤黑色素沉着减少,从而减少黑斑和雀斑,使皮肤白皙。富含维生素 C 的食物有花菜、青椒、橙子、葡萄、蕃茄等,可以说,在所有的蔬菜、水果中,维生素 C 含量都不少。美国专家认为,每人每天维生素 C 的最佳用量应为 200~300 mg,最低不少于 60 mg,半杯(大约 100 mL)新鲜橙汁便可满足这个最低量。中国营养学会建议的膳食参考摄入量(RNI),成年人为 $100 \text{ mg} \cdot \text{d}^{-1}$,可耐受最高摄入量(UL)为 $1000 \text{ mg} \cdot \text{d}^{-1}$ 。

维生素 C 的正常需求:成人及孕早期妇女维生素 C 的推荐摄入量为 $100 \text{ mg} \cdot \text{d}^{-1}$,中、晚期孕妇及乳母维生素 C 的推荐摄入量为 $130 \text{ mg} \cdot \text{d}^{-1}$ 。注意:每个人对于维生素 C 的需求量个体化差异是很大的。有的人补充少量即可满足,有的人可以达到每天 10g 甚至更高。

在人类对维生素 C 的研究史上,卡斯卡特医生(Robert F. Cathcart)早在上世纪 70 年代初就发现并建立了一套使用维生素 C 的标准。当一个人口服维生素 C 达到相当的量,即 24 h 0.5~200 g 时,由于肠道渗透压的改变,会产生轻微的腹

泻。卡斯卡特将略低于此的量叫做“维生素 C 的肠道耐受量”,也就是一个人能承受的不引起轻微腹泻的量。因为无酸性的维生素 C 使大量口服维生素 C 成为可能,所以每个人就可以根据自身状况的不同去服用。只要在自己的肠道耐受量之内,效果就会很好。有趣的是,人体对于维生素 C 的肠道耐受量是变化的。在人体有病的时候,肠道耐受量会大幅度提升,比如平时 1 g 的耐受量,在急性感染或者患有肿瘤、心脏病等慢性疾病,甚至是感冒的时候,都会有不同程度的耐受量提升。

参考文献

- [1] 赵燕芳,张诺,魏琴,等. 流动注射化学发光法在分析化学中的研究与应用. 光谱学与光谱分析,2010,30(9):2512-2516.
- [2] 薛冰纯,王滔,刘二保. 流动注射化学发光法在药物分析中的应用. 光谱学与光谱分析,2006,26(5):816-820.

(编写:唐玉海;校对:李健军)

实验二 毛细管电泳-电化学发光法 测定盐酸格拉司琼

一、实验目的

- (1) 了解电致化学发光的原理;
- (2) 掌握毛细管电泳-电化学发光法的基本操作技术。

二、实验原理

电致化学发光(ECL)是一种将电化学手段与化学发光方法相结合的技术,是通过在电极上施加一定波形的电压或电流信号进行电解反应的产物之间或与体系中共存组分反应,产生化学发光的现象。电致化学发光反应经历两个过程:电化学反应和化学发光反应。电化学反应过程提供发生化学发光反应的中间体,而化学发光反应是这些中间体之间或中间体与体系中其他组分之间发生化学反应产生的激发态物质返回基态时伴随着的发光现象。图 2-1 为联吡啶钌的电化学发光过程。

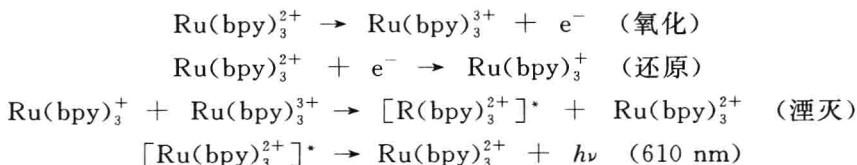


图 2-1 联吡啶钌的电化学发光过程

毛细管电泳(CE)是一类以毛细管为分离通道,以高压直流电场为驱动力,以样品的多种特性(电荷、大小、等电点、极性、亲和行为、相分配特性等)为依据的液相微分离分析技术。毛细管电泳-电化学发光法(CE-ECL)将高分离效率的毛细管电泳技术与高灵敏度的电化学发光方法联用,具有灵敏度高、分离效率高、分析速度快以及试剂消耗少等优点。