

實驗二十三、指示劑與螢光劑的合成（步驟修改 970428）

*本實驗反應物可自皮膚吸入，務請戴上矽膠手套及框式眼鏡，以試管夾、架拿取試管，排氣櫃中加熱；結束後務必洗手，並以清潔劑與清水單獨清洗實驗衣。

（一）二甲氧基酚酞指示劑的製備及呈色

1. 取 3 支試管洗淨烘乾冷卻後，直接稱量約 0.05~0.08 g 酞酐（約 2/3 小藥匙）於試管中。以試管夾夾持試管，至排氣櫃中滴加鄰甲氧基酚及濃硫酸（18 M）各 2~3 滴，用玻璃棒充分攪拌混合。

注意：二甲氧基酚酞等具腐蝕毒性，濃硫酸具脫水性，使用時應戴手套避免觸及皮膚。

2. 於排氣櫃中以酒精燈焰加熱約 5 秒後，移出火焰並以玻璃棒攪拌均勻，再重複加熱及攪拌操作數次，待固狀反應物消失，呈現均勻藍紫色黏稠狀，停止加熱。稍為冷卻後，加 3 mL 蒸餾水於試管內，以玻棒攪拌混合均勻（以上操作均於排氣櫃中完成）。

註：記錄加熱過程顏色變化，並避免加熱過度產生黑褐色其他副產物。

3. 靜置數分鐘待固態產物沉降後，以傾析法緩慢將上層液與固形物分離。加入 1~2 mL 95% 酒精於試管中，以玻棒攪拌使固體產物完全溶解。
4. 逐滴滴入 1 M NaOH_(aq)於此二甲氧基酚酞酒精溶液中，並混合均勻，直到溶液呈鹼性藍色，再加入 3 mL 蒸餾水稀釋溶液，然後轉置於一支乾淨測光管中，作為下一步驟光譜檢測之試樣溶液。

（二）鹼式酚酞與二甲氧基酚酞的可見光吸收光譜測定

5. 打開分光光譜儀（Spectronic 20D⁺）電源，熱機 15 分鐘，將波長設定於 420 nm，調整透過率（T）讀值為零（0.00），完成歸零。

註：分光光譜儀之使用，參考實驗技能與示範影片。

6. 另取二支測光管以去離子水沖洗乾淨後，一支裝約 1/2 體積之去離子水作為參考溶液；另一支滴加酚酞指示劑及 1 M 之 NaOH 溶液各 1 滴，再加入約 5 mL 蒸餾水稀釋溶液。

7. 光譜儀之功能切換至「吸收度測定」，放入盛裝去離子水之參考溶液容槽，轉動「透過率/吸收度」調控鈕，調整吸收度顯示為「.000」完成校正；改換為置入含指示劑溶液之試樣容槽，量測並記錄其吸收度。
8. 改變分析波長，每次增加 20 nm，重新以參考溶液校正儀器，再次量測試樣溶液吸收度，量測試樣溶液在 420~700 nm 可見光波長範圍內之吸收度變化。其中 540~610 nm 之波長範圍內，以 10 nm 間隔變換波長。
 註：每改變一次波長，均需以參考溶液再校正儀器一次，即調整吸收度為「.000」。當分析波長大於 600 nm 時，需將濾片選擇器切換至「600-950 nm」。
9. 取部分測完光譜後之二種指示劑溶液，逐滴滴加 1 M之HCl_(aq)，觀察溶液呈酸性時，指示劑顏色的變化。紫紅色鹼式酚酞指示劑若滴加過量 NaOH溶液顏色會褪去。
10. 以吸收度為縱軸，測定波長為橫軸，繪製鹼式酚酞與二甲氧基酚酞的可見光吸收光譜圖，找出最大吸收波長，比較二種指示劑因結構不同，吸收光譜不同，而呈現不同的顏色。

註：可使用 Microsoft Excel 作圖，選取「帶有平滑線的 XY 散佈圖」。

(三) 可見光光譜測定紀錄：

波長 (nm)	吸收度		波長 (nm)	吸收度	
	酚酞	二甲氧基酚酞		酚酞	二甲氧基酚酞