



指示劑與螢光劑之合成

2025/02/09 修訂

領取專用器材

- 1 支試管夾、2 支滴管、NBR手套、麻布手套

準備個人器材

- 每組洗淨 5 支試管，置於烘箱中烘乾
- 試管架、試管、玻棒、10 mL 量筒、100 及 250 mL 燒杯

實驗藥品及器材配置

- 講桌：酞酐、間-苯二酚
- 排煙櫃：濃硫酸、苯酚、鄰-甲氧基苯酚、砂浴、加熱板、溫度計
- 教室兩側：紫外光燈及暗箱

- ✓ 本實驗反應物具腐蝕性！勿觸及皮膚及眼睛，務必戴 NBR 手套
- ✓ 戴麻布手套拿持試管於排煙櫃中砂浴加熱，小心操作避免燙傷
- ✓ 藥品瓶蓋及廢液桶務必鎖緊，避免藥品揮發



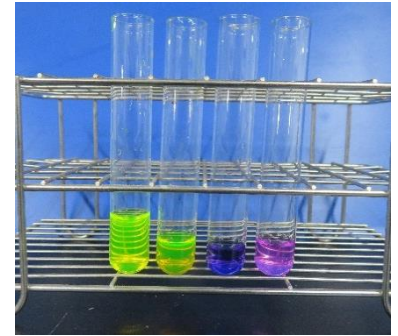
實驗目的與技能

實驗目的

- 了解酸鹼指示劑**酚酞**的結構、製備方法與顏色變化
- 改變酚酞結構中的**取代基**以變化其顏色
- 應用酚酞的合成法製備**螢光黃**、螢光筆及螢光黏土

實驗技能

- 砂浴加熱
- 試管振盪器
- 傾析

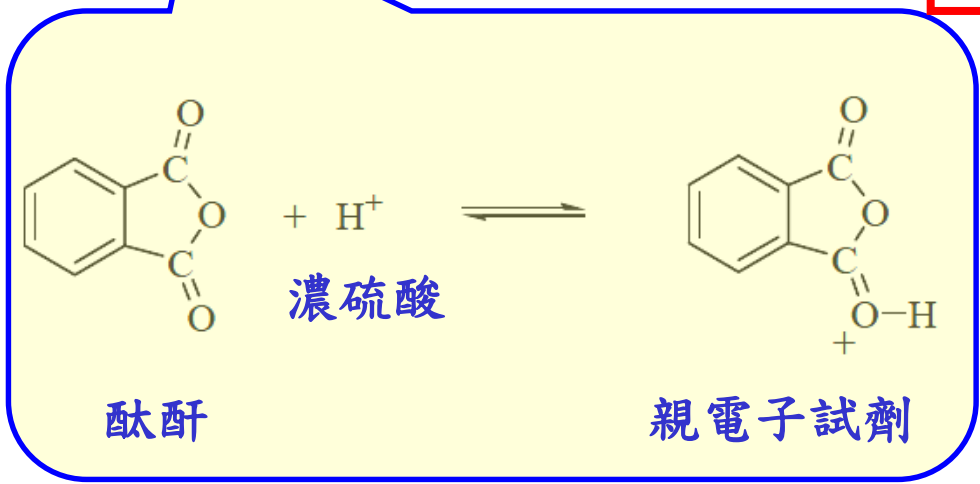
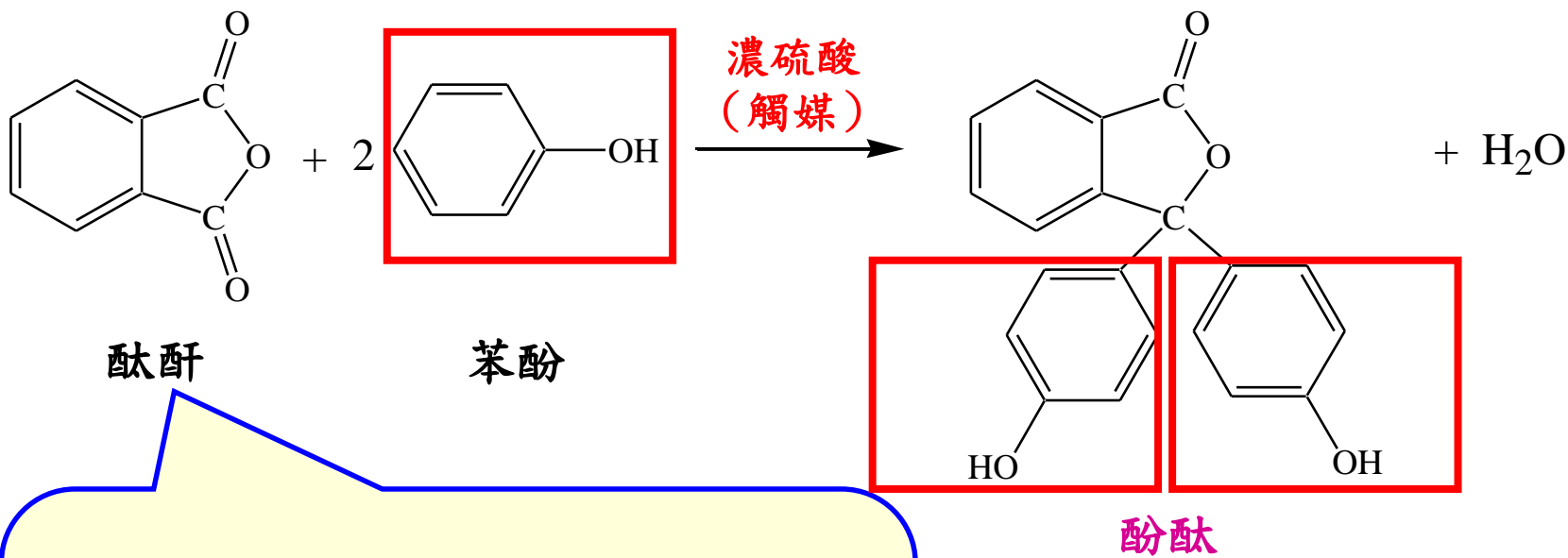




酚酞指示劑合成反應

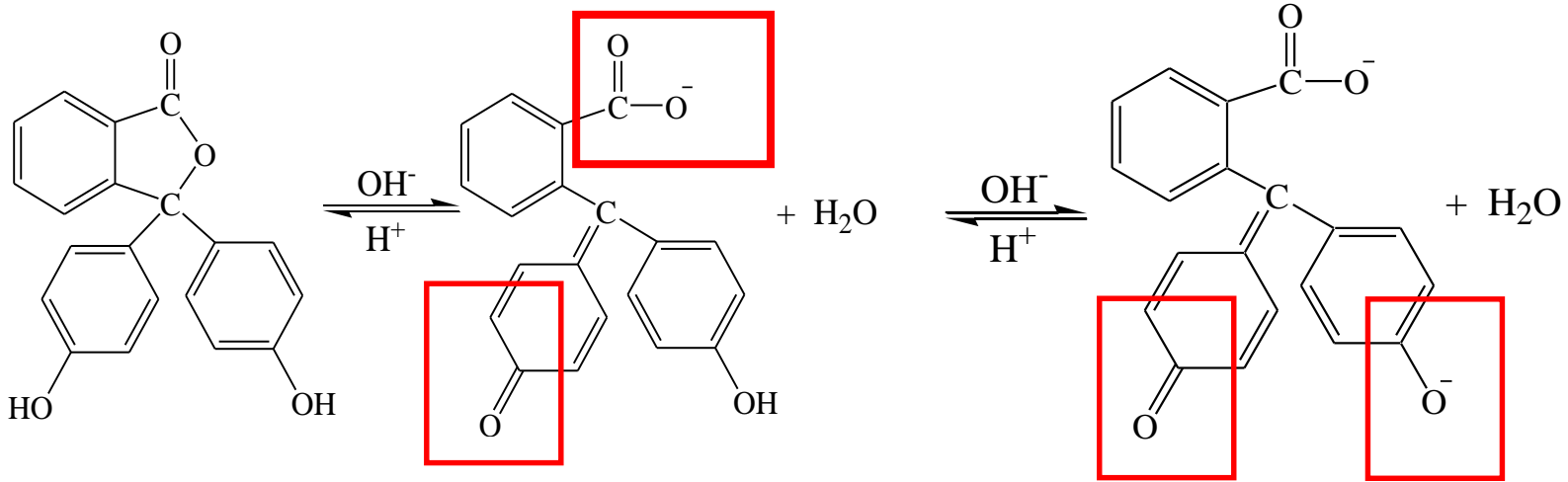
■ 合成酚酞：芳香族取代反應

I.





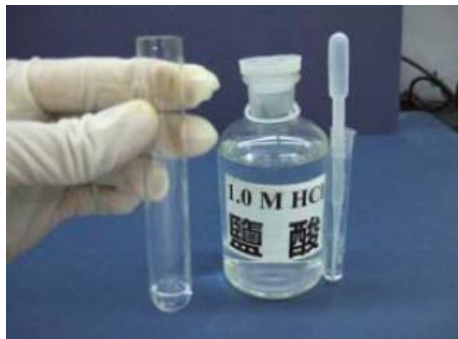
酚酞指示劑之結構與顏色變化



酸式酚酞 (無色)

中性下的酚酞 (淡黃色)

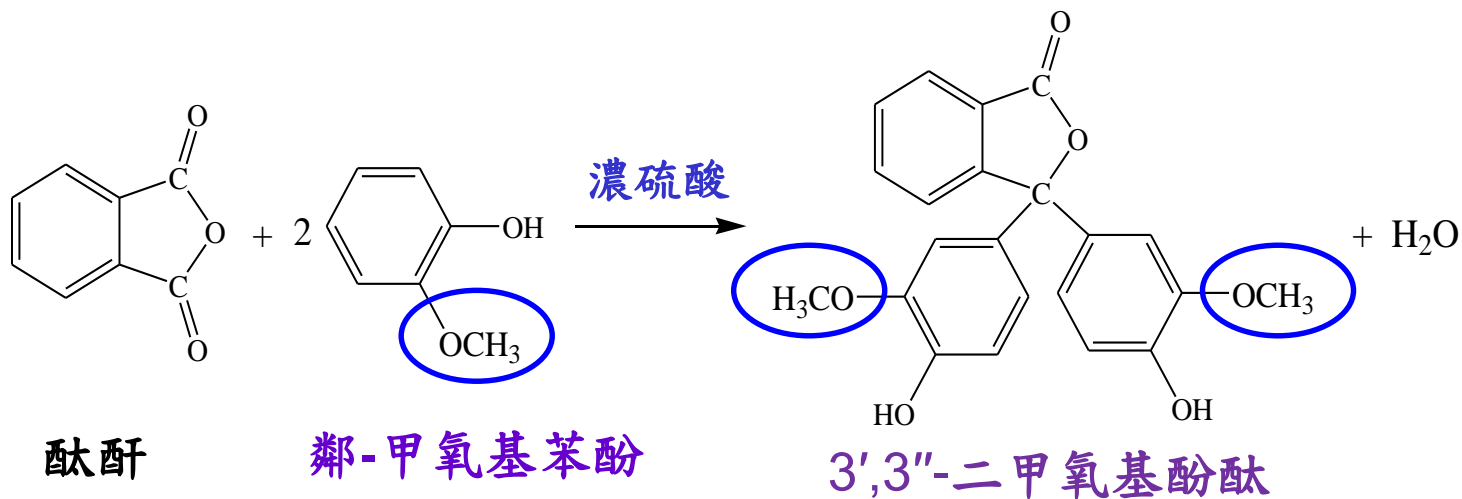
鹼式酚酞 (紫紅色)



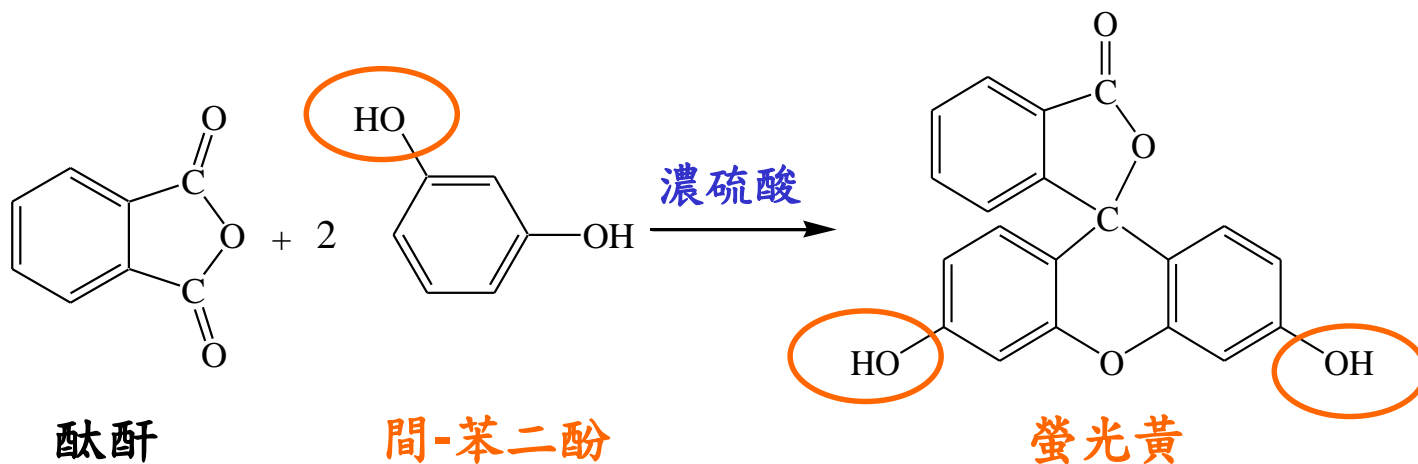


酚酞指示劑衍生物合成反應

II.



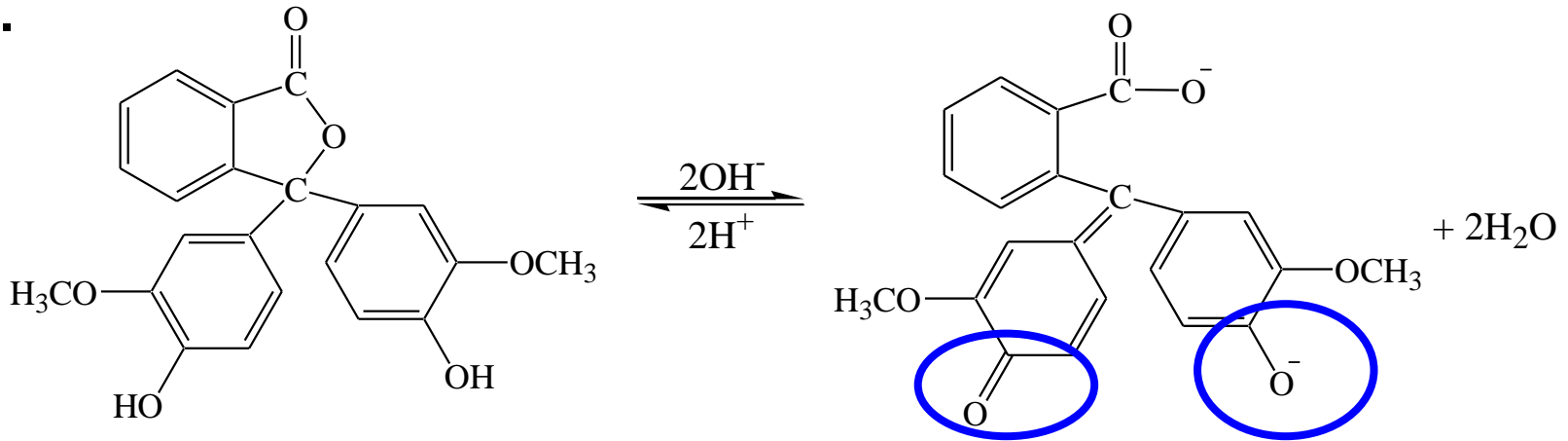
III.





二甲氧基酚酞顏色變化

II.



酸性下 3,3''-二甲氧基酚酞 (無色)

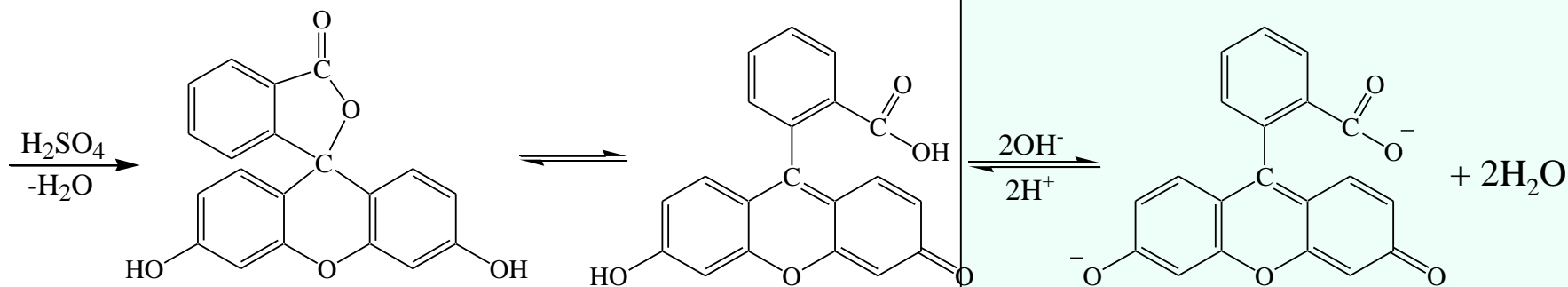
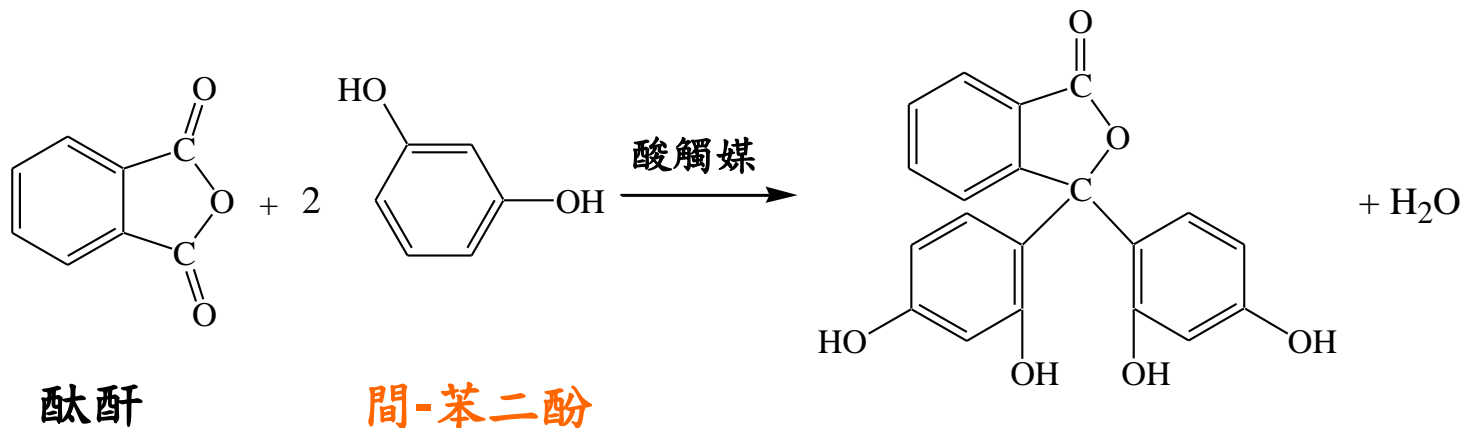
醞性醞色醞 (藍色)





螢光黃合成反應與顏色變化

III.



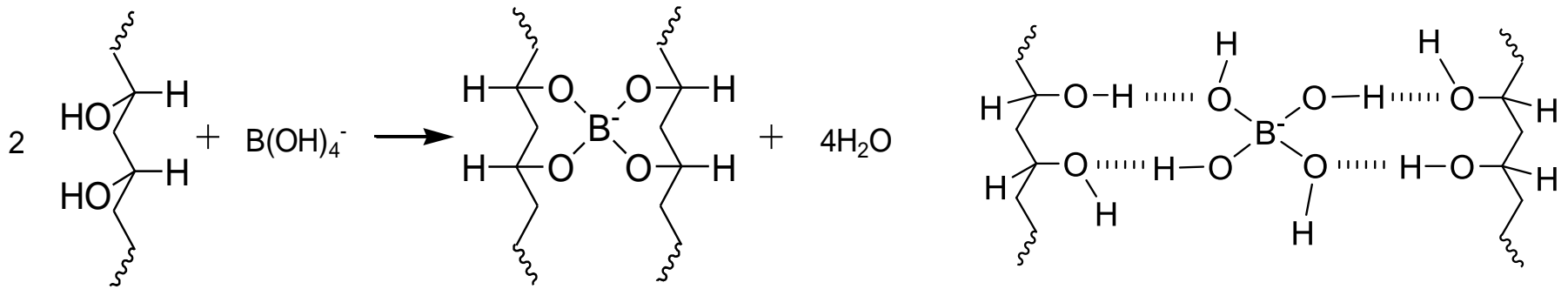
螢光黃互變異構體

鹼性下綠色螢光體



螢光黏土

- PVA膠水（聚乙烯醇溶液）與四硼酸鈉（硼砂），以氫鍵或共價鍵交聯，形成半透明的彈性凝膠



PVA膠水

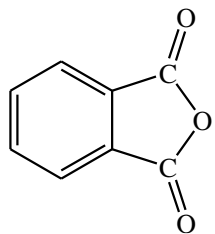
以共價鍵或氫鍵交聯



綜合實驗流程(一)

排煙櫃中進行反應

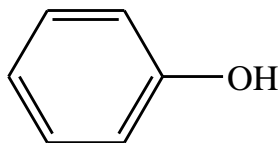
加熱後產物



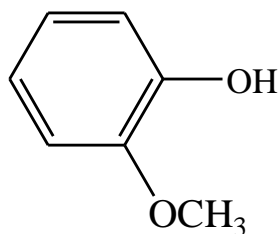
1/2 小杓
酞酐



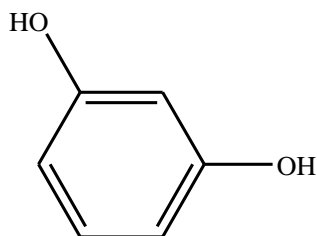
(I) 2 滴 苯酚



(II) 2 滴 鄰-甲氧基苯酚



(III) 1/2 小杓 間-苯二酚



1 滴
濃硫酸

砂浴中加熱
反應 5-10 s



移出砂浴
搖晃試管混合



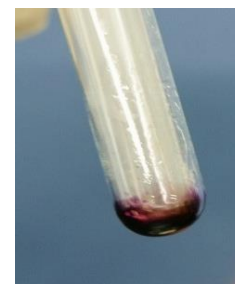
重複加熱/混合



間歇加熱至變
色



橙紅色



藍紫色



紅褐色



綜合實驗流程(二)

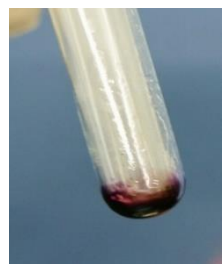
排煙櫃內加水

酸鹼測試

(I) 苯酚產物



(II) 鄰-甲氧基苯酚產物



(III) 間-苯二酚產物



加 3 mL 水



攪拌均勻



產物不溶於水

沉降析出



傾析移除

上層液

固體產物



1 mL 95%
酒精溶解
產物

取部分產物之
酒精溶液



+ NaOH(aq)



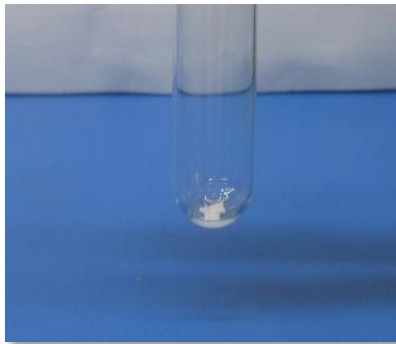
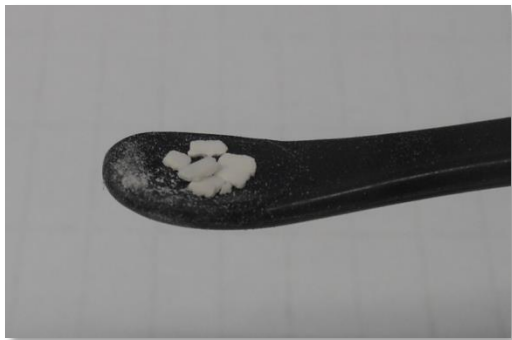
+ HCl(aq)



觀察顏色變化
與可逆性



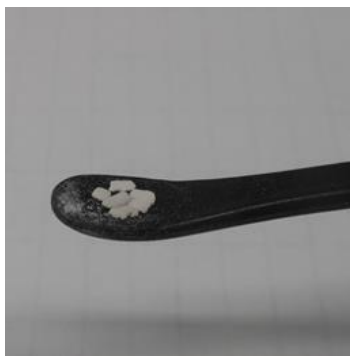
步驟1：合成實驗準備工作



- 250 mL 燒杯裝盛
 - ✓ 乾燥試管與 $\frac{1}{2}$ 小杓酞酐
 - ✓ 另一試管裝 3 mL 去離子水
 - ✓ 試管夾
 - ✓ 玻棒
- 於NBR手套外再戴一麻布手套，以進行加熱反應



步驟2：合成酚酞及酸鹼測試



取藥

- 乾燥試管加
 - ✓ 1/2 小杓酞酐
 - ✓ 2滴苯酚
 - ✓ 1滴濃硫酸



加熱反應

- 加熱板加熱砂浴至 150-200°C
- 試管置於砂浴中加熱 5-10 秒後取出
- 輕搖試管混合並觀察顏色
- 重複加熱、混合
- 變色完全後停止加熱
- 記錄顏色變化



清洗分離

- 加 3 mL 去離子水
- 以玻棒攪拌均勻使產物沉降析出 (帶燒杯離開排煙櫃)
- 傾析去除上層液，得固體產物



測試酸鹼變色

- 以 1 mL 之 95% 酒精溶解固體產物
- 取部分溶液逐滴加 NaOH(aq) 至鹼性
- 再滴加 HCl(aq) 至酸性
- 觀察記錄顏色變化與可逆性

- ✓ 苯酚及濃硫酸具腐蝕性需戴 NBR 手套
- ✓ 藥品取用不過量，不過度加熱以免產生副產物



步驟3：合成二甲氧基酚酞



間歇加熱



加水使產物析出



加酒精溶解產物



加酸鹼測顏色變化

合成反應

- 乾燥試管中加 $\frac{1}{2}$ 小杓酞酐、2滴鄰-甲氧基苯酚、1滴濃硫酸
- 以砂浴間歇加熱，重複加熱與混合操作，進行合成反應
- 反應完全後加3 mL去離子水，讓固態產物析出，傾析上層液，分離產物

酸鹼顏色變化測試

- 以 1 mL 95%酒精溶解產物，取部分溶液
- 滴加NaOH(aq)至鹼性，再滴加HCl(aq)至酸性，觀記顏色變化與可逆性

- ✓ 重覆加熱與攪拌操作至固體反應物完全溶解變色、有水產生
- ✓ 每滴加一滴酸或鹼溶液，均需混合均勻再觀察



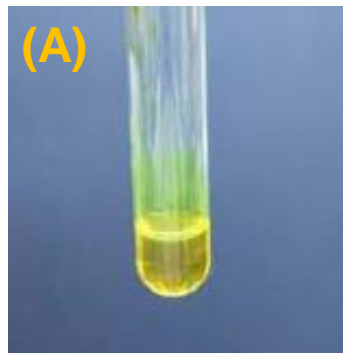
步驟4.1：合成螢光黃



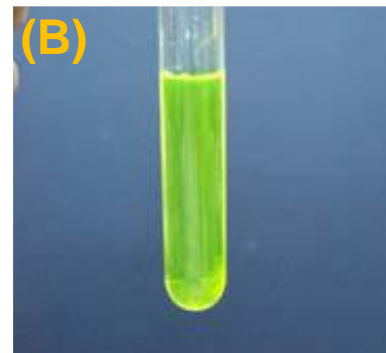
加熱反應



析出固體產物



(A) 95%酒精溶液



(B) 10%酒精溶液

合成反應

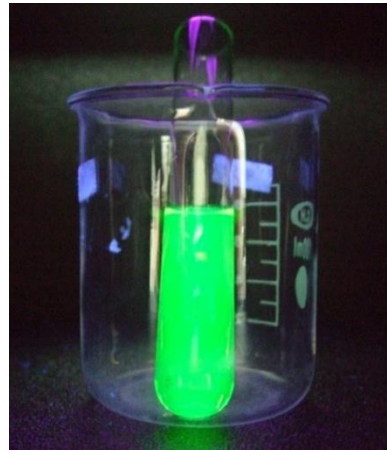
- 乾燥試管中加 $\frac{1}{2}$ 小杓酞酐、 $\frac{1}{2}$ 小杓間-苯二酚、1滴濃硫酸
- 以砂浴間歇加熱，重複加熱與混合操作，進行合成反應
- 反應完全後加3 mL去離子水，讓固態產物析出，傾析分離產物

溶解產物與稀釋

- 以1 mL 95%酒精溶解產物（A溶液），取2~3滴A溶液於另一試管
- 以10%酒精稀釋至溶液呈微黃色（B溶液）



步驟4.2：觀察螢光



- 取稀釋之B溶液，逐滴加1 M NaOH並混合均勻，觀察螢光
- 將試管溶液置於紫外光燈暗箱中，切換長、短波長紫外光，觀察螢光

紫外光燈三段式開關

- 置中：電源關閉
- 長波長：366 nm
- 短波長：254 nm

✓ 避免紫外光照射眼睛及皮膚



步驟4.3：螢光筆與螢光黏土



■ 螢光筆

- 於100 mL燒杯中加 2-3 滴95%之螢光黃 A 溶液及2-3滴NaOH(aq)
- 加入一薄層聚乙烯醇膠水，蓋住燒杯底部
- 以玻棒攪拌均勻，用棉花棒沾取此濃稠溶液，作為螢光筆在紙上寫字

■ 螢光黏土

- 逐滴加入四硼酸鈉溶液於燒杯中，以玻棒攪拌混合均勻
- 觀察膠水之黏度與顏色變化



實驗注意事項

- 濃硫酸、苯酚、鄰-甲氧基苯酚均具強腐蝕性，應戴NBR手套並注意安全
- 試管烘乾前先檢查有無裂痕，以免反應過程中破裂
- 藥品具腐蝕及揮發性，取量不需非常精確，盡量減少用量
- 滴加1滴濃硫酸，勿過量，以免造成脫水產生黑色物質
- 砂浴溫度維持於150-200°C高溫，需戴麻布手套操作以避免燙傷
- 酸鹼測試時，每滴加一滴酸或鹼，均需混合均勻再觀察
- 避免紫外光照射眼睛或皮膚，以免致癌

實驗結束

- ✓ 試管以少量10%酒精溶液先淋洗一次，洗液倒入回收桶中
- ✓ 再以清潔劑和毛刷刷洗試管，充分沖洗乾淨
- ✓ 公用器材依清點表清點補齊簽名後，請助理助教簽核
- ✓ 桌面整理擦拭，椅凳收在桌子下方
- ✓ 值日生完成所安排之公務工作



實驗報告

精簡報告

- 精簡報告
 - 實驗預報、觀察紀錄與結果報告
- 簽退
 - 實驗產物、實驗紀錄與結報

✓ 實驗結果紀錄：

- 實際操作條件，如滴數、加熱時間、重複次數
- 反應物與產物外觀，反應過程顏色變化、產物生成、溶解或沉降等

