

高等院校化学课实验系列教材

# 医学有机化学实验

武汉大学化学与分子科学学院实验中心 编



WUHAN UNIVERSITY PRESS

武汉大学出版社



# 医学有机化学实验

武汉大学化学与分子科学学院实验中心 编



WUHAN UNIVERSITY PRESS

武汉大学出版社

## 图书在版编目(CIP)数据

医学有机化学实验/武汉大学化学与分子科学学院实验中心编. —武汉: 武汉大学出版社, 2010. 11

高等院校化学课实验系列教材

ISBN 978-7-307-08366-0

I. 医… II. 武… III. 医用化学: 有机化学—化学实验—高等学校—教材 IV. R313-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 236485 号

责任编辑: 谢文涛      责任校对: 黄添生      版式设计: 马 佳

---

出版发行: 武汉大学出版社 (430072 武昌 珞珈山)

(电子邮件: cbs22@whu.edu.cn 网址: www.wdp.com.cn)

印刷: 通山金地印务有限公司

开本: 720 × 1000      1/16      印张: 11      字数: 193 千字      插页: 1

版次: 2010 年 11 月第 1 版      2010 年 11 月第 1 次印刷

ISBN 978-7-307-08366-0/R · 143      定价: 18.00 元

---

版权所有, 不得翻印; 凡购我社的图书, 如有质量问题, 请与当地图书销售部门联系调换。

# 前 言

为适应厚基础、高素质、强能力人才培养模式的需要，加强医科学生实践能力和创新能力的培养，在总结多年有机化学实验教学的经验 and 参考国内外有关教材、文献的基础上，遵照医学专业“有机化学”教学大纲，编写了这本《医学有机化学实验》，供医学院校各专业的学生使用。

本教材共分六个部分：第一部分有机化学实验的基本知识；第二部分有机化合物的分离和提纯；第三部分有机化合物的色谱分析及电泳；第四部分有机化合物的物理常数测定和性质；第五部分有机化合物的合成；第六部分综合性和设计性实验。全书共有 30 个实验，实验中的“注解”内容有利于学生掌握关键性的实验操作方法及安全注意事项；“思考题”有利于学生加深对实验内容的理解；书后的附录可供学生查阅及参考。

教材力求按照由易到难、循序渐进的方式安排实验内容，突出“医用”特色，注重内容的系统性、科学性、先进性和实用性。

参与本教材编写的有杨小钢（第一部分；第二部分实验 4、6；第三部分实验 8、9、11；第四部分实验 15；第五部分实验 19、20、21、23；第六部分实验 24、27、29、30）；路平（第二部分实验 2、5；第四部分实验 14、16、17；第六部分实验 26）；王晓玲（第二部分实验 1、3；第三部分实验 7；第四部分实验 13）；秦旅（第三部分实验 10；第五部分实验 21）；罗立新（第四部分实验 18；第六部分实验 25）；田卫群（第六部分实验 28）；田恒丹（第四部分实验 12 及附录）。全书由杨小钢统稿。

由于编者水平有限，书中错误在所难免，敬请广大师生和读者批评指正。

编 者

2010 年 8 月

# 目 录

## 第一部分 有机化学实验的基本知识

|                         |    |
|-------------------------|----|
| 1.1 有机化学实验目的 .....      | 1  |
| 1.2 有机化学实验规则 .....      | 1  |
| 1.3 有机化学实验室安全知识 .....   | 2  |
| 1.4 有机化学实验的绿色化 .....    | 3  |
| 1.5 有机化学实验常用仪器和装置 ..... | 5  |
| 1.6 玻璃仪器的清洗和干燥 .....    | 11 |
| 1.7 塞子和玻璃管的简单加工 .....   | 12 |
| 1.8 实验预习、记录和实验报告 .....  | 18 |

## 第二部分 有机化合物的分离和提纯

|                             |    |
|-----------------------------|----|
| 实验1 从工业乙醇中提取酒精——常压蒸馏法 ..... | 20 |
| 实验2 乙酰乙酸乙酯的提纯——减压蒸馏法 .....  | 25 |
| 实验3 松节油的提纯——水蒸气蒸馏法 .....    | 30 |
| 实验4 苯甲酸粗品的提纯——重结晶法 .....    | 34 |
| 实验5 萘和咖啡因的提纯——升华 .....      | 40 |
| 实验6 从合成废液中提取乙酸——液-液萃取 ..... | 44 |

## 第三部分 有机化合物的色谱分析及电泳

|                               |    |
|-------------------------------|----|
| 实验7 甲基橙与亚甲基蓝的分离——柱色谱 .....    | 50 |
| 实验8 荧光黄与甲基橙的分离及鉴定——薄层色谱 ..... | 56 |
| 实验9 氨基酸的分离及鉴别——纸色谱 .....      | 62 |
| 实验10 混合氨基酸的分离——纸上电泳 .....     | 67 |

|                                   |    |
|-----------------------------------|----|
| 实验 11 血清蛋白的分离及鉴定——醋酸纤维素薄膜电泳 ..... | 72 |
|-----------------------------------|----|

#### 第四部分 有机化合物的物理常数测定和性质

|                         |     |
|-------------------------|-----|
| 4.1 物理常数测定 .....        | 77  |
| 实验 12 熔点的测定——毛细管法 ..... | 77  |
| 实验 13 沸点的测定——微量法 .....  | 83  |
| 实验 14 折光率的测定 .....      | 86  |
| 实验 15 旋光度的测定 .....      | 92  |
| 4.2 有机化合物性质实验 .....     | 98  |
| 实验 16 糖类的性质 .....       | 98  |
| 实验 17 氨基酸和蛋白质的性质 .....  | 102 |
| 实验 18 脂类和胆固醇的性质 .....   | 105 |

#### 第五部分 有机化合物的合成

|                              |     |
|------------------------------|-----|
| 实验 19 乙酰苯胺的合成（常量法和微型法） ..... | 110 |
| 实验 20 叔氯丁烷的合成 .....          | 114 |
| 实验 21 正溴丁烷的合成 .....          | 117 |
| 实验 22 乙酸乙酯的合成 .....          | 121 |
| 实验 23 环己烯的合成（微型法） .....      | 124 |

#### 第六部分 综合性和设计性实验

|                                      |     |
|--------------------------------------|-----|
| 6.1 综合性实验 .....                      | 128 |
| 实验 24 微波辅助合成和水解阿司匹林及其结构测定 .....      | 128 |
| 实验 25 卵磷脂的提取及其组成鉴定 .....             | 132 |
| 实验 26 茶叶中咖啡因的提取及分离 .....             | 136 |
| 实验 27 烟碱的提取（常规法和微波法）、性质和含量测定 .....   | 140 |
| 实验 28 三七总皂苷提取分离、含量分析及其抗心绞痛药效试验 ..... | 145 |
| 6.2 设计性实验 .....                      | 148 |
| 实验 29 复方止痛片成分的分离与鉴定 .....            | 148 |
| 实验 30 香豆素合成条件的研究（正交实验法） .....        | 151 |

|                        |     |
|------------------------|-----|
| 附录一 某些有机化合物的物理常数 ..... | 158 |
|------------------------|-----|

---

|                         |     |
|-------------------------|-----|
| 附录二 试剂的配制 .....         | 160 |
| 附录三 常用干燥剂的性能与应用范围 ..... | 164 |
| 附录四 常用洗涤液的配制 .....      | 166 |
| 附录五 常用元素相对原子质量 .....    | 167 |
| 主要参考文献 .....            | 168 |

# 第一部分 有机化学实验的基本知识

## 1.1 有机化学实验目的

有机化学是一门以实验为基础的学科，学习有机化学必须认真做好有机化学实验。医学院校有机化学实验是有机化学教学的重要组成部分，其主要目的是：

(1) 通过实验，学习有机化学实验的基本原理和方法，掌握实际操作技能，培养学生的实际动手能力。

(2) 配合课堂教学，验证、加深和巩固课堂讲授的基本理论和基础知识。

(3) 培养学生分析问题和解决问题的能力，以及实事求是的科学态度和良好的实验工作习惯。

## 1.2 有机化学实验规则

为了保证实验的顺利进行，培养良好的实验习惯和工作作风，学生做实验时必须遵守下列实验室规则：

(1) 实验前做好准备工作，认真预习实验内容，做好实验预习报告。

(2) 听从教师的指导，严格遵守纪律。

(3) 在实验中严格按实验规程操作，仔细观察实验现象，积极思考，及时准确、实事求是地做好实验记录。注意保持室内安静。不得随意改变试剂用量和操作步骤，若有新的见解和建议，应先请示教师，获准后方可进行。

(4) 使用易燃、易爆、具有腐蚀性或有毒药品时，要特别注意，千万不能麻痹大意。如遇意外事故发生，应立即报告老师，及时采取相应措施。

(5) 保持实验室的整洁，做到桌面、地面、水槽和仪器四净。公共药品、仪器和器材应在指定地点使用，用完后及时放还原处，严格防止药品的相互污

染。严禁将火柴梗、毛细管、废纸、废液、碎玻璃、沸石及其他废物丢入水槽内或扔到地上，要倒入指定容器或废液缸中。

(6) 爱护仪器，节约药品、水、电及消耗品。损坏仪器要办理赔偿与补领手续。

(7) 实验完毕后，及时做好自己的实验后处理工作。处理废物，整理药品，清洗仪器，检查安全。值日生负责清理公共实验桌面和水槽，打扫实验室，倒清废物，检查水、电、火源及门窗是否关闭，经教师允许后方可离开实验室。

(8) 实验后及时完成实验报告，按时交指导老师批改。

## 1.3 有机化学实验室安全知识

### 1.3.1 安全守则

有机化学实验经常使用易燃、易爆、有毒和具有腐蚀性的药品，还需使用各种热源、电器、玻璃仪器。若使用不当，可能发生火灾、爆炸、触电、烧伤、割伤或中毒等事故。为了预防实验事故，首先应熟悉实验室安全知识。只要掌握了实验室安全知识，严格执行操作规程，并采取适当的预防措施，事故和危险是完全可以避免的。

(1) 称量任何药品都应使用工具，不得用手直接接触。操作有毒、具有腐蚀性等药品时更要十分小心，勿使其触及皮肤，尤其是避免触及伤口和眼睛。必要时戴上防护器具，操作后及时清洗所用器皿，妥善处理有毒残液、废渣，并及时认真洗手。

(2) 要保持室内空气流通。操作或使用乙醚、乙醇、丙酮等易挥发、易燃溶剂时，应远离火源，不能直接加热。易燃溶剂禁止放在敞口容器内，处理大量可燃性液体或反应中生成有毒有害气体时操作应在通风橱中进行。

(3) 实验中一些有机物混合物，如乙炔、乙醚与空气形成的混合物，乙醇与浓硝酸混合，以及金属钠遇水等都会引起爆炸，所以不能将药品任意混合。残渣不准乱丢，应放入指定的容器中。易挥发、易燃溶剂不得倒入废液缸中，应倒入指定回收瓶中，等待专门处理。

(4) 回流或蒸馏液体时，应放入沸石，以防液体因过热暴沸而冲出；其装置要与大气相通，并防止仪器装置出现堵塞，否则会因系统内气压增大而发生爆炸。减压实验要使用厚壁、硬质玻璃仪器，以免因系统内外压差过大而引发内向爆炸。

(5) 使用电器时, 应防止触电。接通电源前, 先检查仪器装置是否符合实验要求。不可用湿手或手握湿物接触电源插头, 实验完毕后关闭电器, 切断电源。

### 1.3.2 常见事故的处理

#### 1. 着火

一旦发生着火事故, 不要惊慌失措, 应根据火情做出相应处理。在烧杯或其他容器中的液体着火时, 若是小火, 可用玻璃板、石棉板等覆盖即可熄灭; 火势较大时, 立即关闭室内其他火源, 拉断本室总电闸, 用细砂、灭火器灭火。电器着火不能用泡沫灭火器或水扑救, 因其导电会发生触电事故, 可用二氧化碳或四氯化碳灭火器(用后注意通风以防中毒)。扑灭燃烧的钠或钾时, 千万不能用水、四氯化碳灭火器, 因它们能与钠、钾剧烈反应发生爆炸, 而应用细砂覆盖灭火。

#### 2. 烫伤或烧伤

轻的烫伤可涂烫伤油膏如万花油、兰花油。重伤者去医院治疗。

#### 3. 化学灼伤

酸、碱溅到皮肤上, 先立即用大量水冲洗, 酸灼伤再用 5% 碳酸氢钠溶液洗涤, 碱灼伤可用 1% 醋酸溶液或 5% 硼酸溶液洗涤。溴灼伤立即用大量水冲洗, 再用酒精擦至无溴液止, 然后涂油膏。若酸、碱溅入眼中, 应立即用大量水冲洗, 初步处理后到医院去检查、治疗。

#### 4. 玻璃割伤

一般轻伤及时用消毒镊子取出碎片, 用蒸馏水洗净伤口, 用 75% 乙醇溶液或碘酒消毒, 贴上创可贴或用绷带包扎伤口。重伤者送医院治疗。

#### 5. 触电

立即切断电源, 进行人工呼吸, 马上送医院急救。

## 1.4 有机化学实验的绿色化

### 1.4.1 绿色化学简介

化学为人类社会文明进步发展做出了巨大贡献, 推动了人类文明进步。但在造福于人类的同时, 化学对人类生态环境的负面影响也是显而易见的。正是在这种情况下, 20 世纪 90 年代初化学家提出了“绿色化学”的概念。

绿色化学又称环境无害化学 (environmentally benign chemistry)、环境友好化学 (environmentally friendly chemistry)、清洁化学 (clean chemistry), 是用化学方法消灭或减少那些对人类健康、生态环境有害的原料、催化剂、溶剂和试剂在生产过程中的使用。同时要求在生产过程中不产生有毒有害的副产物、废物和产品。绿色化学的理想在于不再使用有毒、有害的物质和不再产生和处理废物。它的核心内涵是在反应过程中, 尽量减少或彻底消除使用和产生有害物质。绿色化学的着眼点是使污染消灭在生产的源头, 使整个合成过程和生产工艺对环境友好, 是从根本上消除污染的对策, 是化学发展的更高层次。

#### 1.4.2 绿色化学的十二条原则

R. T. Anastas 和 J. C. Waner 提出了绿色化学的 12 条原则, 这些原则可作为开发和评估一条合成路线、一个生产过程、一个化合物是不是环境友好的指导方针:

- (1) 最好是防止废物的产生而不是产生废物后再来处理。
- (2) 设计合成方法时, 应尽可能将所有的起始物质嵌入最终产物中。
- (3) 只要可能, 反应中使用和生成的物质应对人类健康不影响或影响很小; 对环境无毒或毒性很小。
- (4) 设计的化学产品应在保持原有功效的同时, 尽量使其无毒或毒性很小。
- (5) 应尽量避免使用辅助性物质 (如溶剂、分离试剂等), 如果不可避免, 也应使用无毒物质。
- (6) 能量消耗越少越好, 应能为环境 and 经济方面的考虑所接受, 最好采用在常温常压下的合成方法。
- (7) 在技术和经济合理的前提下, 使用的原材料应是能再生的。
- (8) 尽量避免不必要的衍生过程 (如基团的保护与去保护等)。
- (9) 尽量使用选择性高的催化剂, 而不是靠提高反应物的配料比。
- (10) 设计化学产品时, 应考虑当该物质完成其功效后, 不再滞留于环境中, 而是降解为无毒的物质。
- (11) 进一步研究分析方法, 使其能实时、现场监控生产过程, 以防有害物质的形成。
- (12) 一个化学过程中使用的物质或其形态, 应考虑尽量减少实验事故的潜在危险, 如气体释放、爆炸和着火等。

综合以上 12 条可以看出: 绿色化学提出的目标和任务不是被动地治理环境污染, 而是主动地防止化学污染的发生。这也是绿色化学与环境保护两个概念的不同之处。绿色化学是“防”, 环境保护是“治”, 只有从根本上切断污

染源，才能真正做到保护环境。

### 1.4.3 有机化学实验的绿色化

有机化学实验是有机化学教学的重要环节，实验教学对学生科学思维、动手能力、创新意识的培养起着重要作用，然而许多有机实验都会产生污染。如何使化学实验绿色化是教师和学生都要面对的问题。因此，绿色化学思想的建立和有机实验的绿色化改革势在必行。近年来，许多化学教育工作者已作了许多积极的探索和努力，根据绿色化学理念，设计、安排有机实验，使有机实验的污染大大减少。具体方法有：①精选实验内容，删除污染严重的实验；②设计循环或回收实验，减少废弃物的排放；③采用微型实验，减少化学品的用量和污染物的产生；④引入新技术、新方法改进实验，如微波合成技术、计算机模拟实验等。

有机化学实验绿色化的最终目标是零排放。从长远来看，提升有机化学实验教学水平，建立更为严格的药品和实验管理制度，减少污染物总量，同时建立实验室自身三废处理系统，是解决实验室污染的有效方法。虽然任重道远，但势在必行。就目前来看，建立绿色化学的思维方式，不断深化有机实验绿色化改革，减少实验“三废”的排放是广大教师和学生能身体力行的事。只要我们大家共同努力，牢记绿色化学理念，从点滴入手，从根本上切断污染源，才能保护我们人类赖以生存的环境。

## 1.5 有机化学实验常用仪器和装置

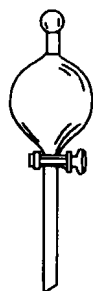
### 1.5.1 玻璃仪器

#### 1. 普通玻璃仪器

普通玻璃仪器见图 1-1。

#### 2. 常用的标准磨口玻璃仪器

在有机实验中，常用带有标准磨口的玻璃仪器，统称为标准磨口玻璃仪器。这种仪器可以和有相同编号的标准磨口相互连接并密封。这样，既可免去配塞子及钻孔等手续，节约时间，使用方便，又能避免反应物或产物被软木塞或橡皮塞所沾污。常用的一些标准磨口仪器见图 1-2。通常标准磨口有 10，14，19，24，29，34 等多种规格，这些规格编号是指磨口最大端直径数值（单位为 mm）。学生实验常用的磨口玻璃的仪器规格是 19 号和 14 号。



圆形分液漏斗



梨形分液漏斗



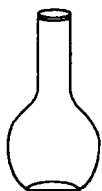
滴液漏斗



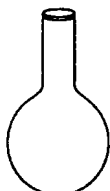
布氏漏斗



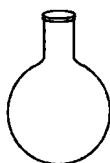
研钵



长颈平底烧瓶



长颈圆底烧瓶



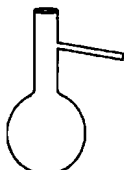
短颈圆底烧瓶



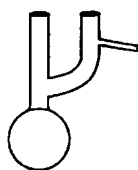
三颈烧瓶



三角烧瓶



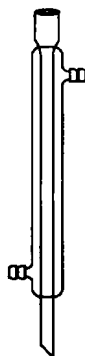
蒸馏烧瓶



克氏蒸馏烧瓶



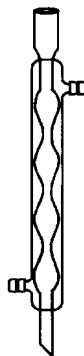
抽滤瓶



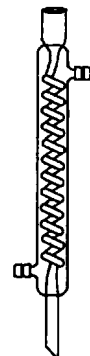
直形冷凝管



空气冷凝管



球形冷凝管



蛇形冷凝管

图 1-1 有机化学实验常用普通玻璃和瓷质仪器

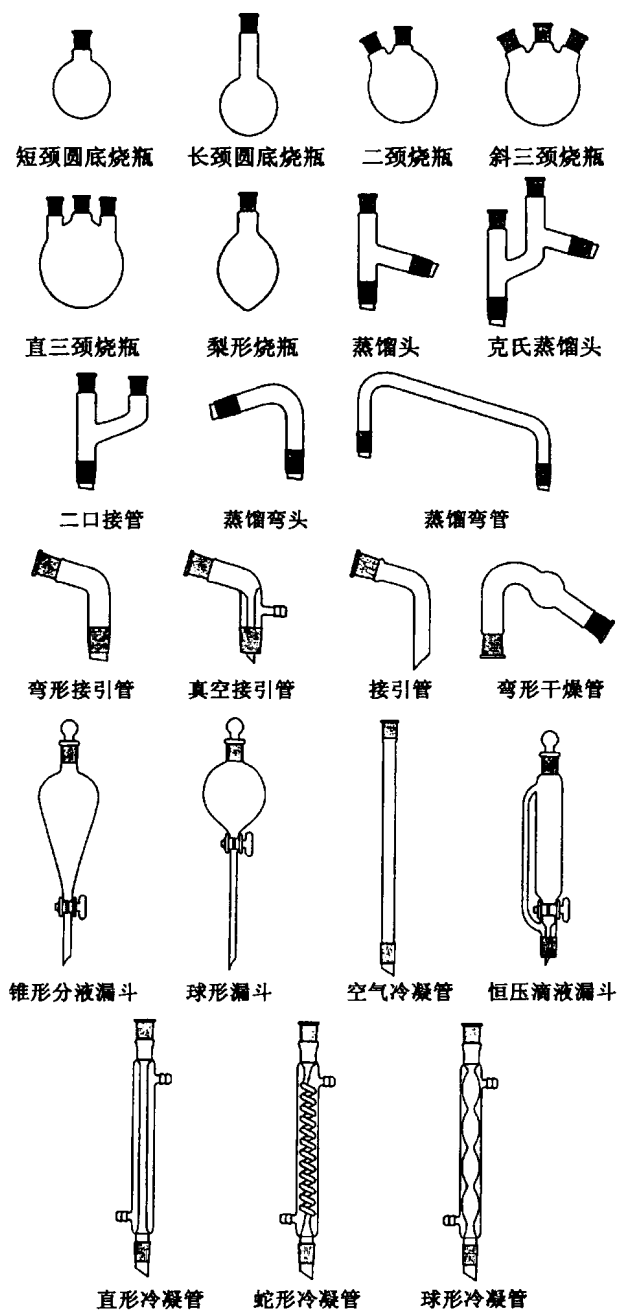


图 1-2 常用的标准磨口玻璃仪器

### 3. 微型玻璃仪器

有机化学实验的微型化或小型化具有许多优点。例如，节省试剂和时间，降低环境污染，减少实验成本和安全事故，提高实验操作要求，有利于培养学生良好的实验习惯和作风，能更好地体现了当代实验技术，等等。所以，有机实验的微型或小型化是有机化学实验教学改革的一个新方向。但作为一种新兴的方法，它也存在一些问题，如实验收率偏低，与实际工业生产差距较大，等等。

微型化实验使用的微型仪器的容器体积为  $1 \sim 10\text{mL}$ ，药品用量一般为常量的  $1/10 \sim 1/100$ 。常用的微型玻璃仪器如图 1-3 所示。

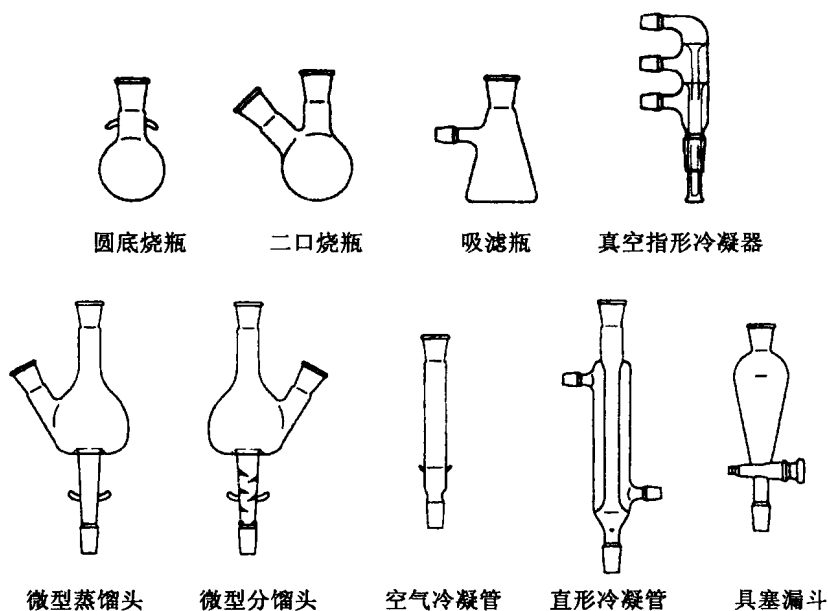


图 1-3 常用的微型玻璃仪器

### 1.5.2 实验用具和小型机电仪器

#### 1. 金属用具

有机化学实验常用的金属器具有：铁架台、十字夹、烧瓶夹（霍夫曼夹）、冷凝管夹（爪形夹）、铁圈、三脚架、水浴锅、保温漏斗、水蒸气发生器、螺旋夹、镊子、锉刀、打孔器、不锈钢小勺等。这些器具应放在实验室规

定的地方并保持清洁，使用时不要乱拿乱放。

## 2. 酒精喷灯

酒精喷灯有几种类型，下面仅介绍一种挂式酒精喷灯。这种喷灯由灯座 A、灯管 B、预热盘 C、风门 D、入液管 E、蒸气喷嘴 F、开关 I、橡皮管 G 以及酒精吊桶 H 等组成（见图 1-4）。喷灯燃烧时，由于酒精气化后先与风门进入的空气混合再燃烧，能产生较高的温度，可达  $1000^{\circ}\text{C}$ ，用于需要高温时的加热，而普通酒精灯的温度只有  $400 \sim 500^{\circ}\text{C}$ 。

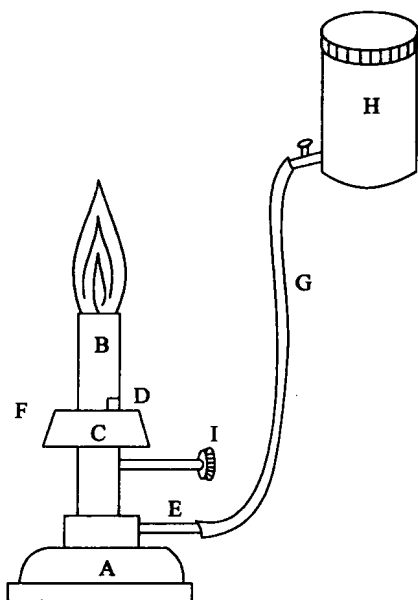


图 1-4 挂式酒精喷灯

使用喷灯时，先在预热盘中加上酒精，并将其点燃。待灯管、蒸气喷嘴烧热后，打开风门、开关和酒精吊桶上的开关。酒精经过预热后的灯管和喷嘴时，被气化喷出，在灯管口燃烧。调节风门和开关，使火焰达到所需要的温度。喷灯使用完毕，关闭开关，火焰自动熄灭。

## 3. 小型机电仪器

(1) 电热套。电热套是一只改装的小电炉。外壳由金属制成，里面凹进去，用玻璃纤维织品做成半球形或圆锥形，刚好使烧瓶套入。玻璃纤维织品下面埋着盘旋的电热丝，通电后即可加热。加热温度用调压变压器控制，最高温