

现代有机化学实验

〔美〕J.A.米勒 E.F.诺齐尔 著
董庭威 谷珉珉 吴世晖 贾韵仪 等译

上海翻译出版公司

现代有机化学实验

[美] J. A. 米勒 E. F. 诺齐尔 著

董庭威 谷珉珉 吴世晖 贾韵仪 等译

董庭威 丁荣源 校

上海翻译出版公司

内 容 简 介

全书分六部分,共25种操作和58个实验。这六个部分是:实验操作,基本操作在有机合成中的应用(共8个实验),化合物的分离和纯化(共12个实验),高等有机合成(共26个实验),有机化合物的鉴定(共8个实验),有机化合物结构的测定(共3个实验)。每一实验的步骤中附有思考题,实验结束后又提出一些问题让读者进一步思考。本书取材新颖,内容丰富,是一本很好的实验参考书。对理、工、农、医科大学师生及有关研究所、工厂中从事有机化学工作的科技人员都有参考价值。

John A. Miller

E. F. Neuzil

Modern Experimental Organic Chemistry

D. C. Heath and Company, 1982

现代有机化学实验

(美)J·A·米勒 E·F·诺齐尔 著

董庭威 谷珉珉 吴世峰 贾韵仪 等译

董庭威 丁荣源 校

上海翻译出版公司

(上海武定西路1251弄20号)

新华书店上海发行所发行 上海市印刷三厂印刷

开本 787×1092 1/16 印张35.5 字数 852,000

1987年7月第1版 1987年7月第1次印刷

印数 1—6,000

统一书号: 13311·28 定价: 6.95元

译者前言

《现代有机化学实验》系美国西华盛顿大学的 J·A·米勒和 E·F·诺齐尔编写,于1982年出版的教材。此书除了具备其他实验书的很多优点外,每一个实验所涉及的化合物均具有在应用上,或理论上、或生物学上、或药用上、或其他特殊的重要性。对各类有应用价值的化合物都有非常详细的背景材料,含有大量的信息,可作为进一步研究的入门。书中实验的写法以及要求实验报告的格式,多数是以美国化学会志文章的格式为样板,这为学生以后写研究报告和论文进行了训练。本书的另一引人注目的特点是理论联系实际。较多类别的天然产物的分离和纯化;许多有应用价值的化合物的合成以及多种工业品的分析等对我国教育和科学技术必需面向经济建设具有一定的意义。此外,本书对红外光谱、核磁共振谱的记录和解析的介绍较为详尽,并且在合成实验中又加以充分的应用。

本书可作为大专院校有机化学实验课程的参考书;也适合于研究所和与有机化学有关的试剂、医药、农药、染料、香料等工厂的工程技术人员阅读和参考,并能在工作上有所借鉴。

本书由董庭威和谷珉珉组织翻译,负责翻译和统稿的有董庭威(翻译:前言、致学生、实验 58, 统稿:操作 22~25、实验 16~25)、谷珉珉(翻译:实验 16~20、编索引, 统稿:操作 1~21、实验 1~15)、吴世晖(翻译:实验 21~25, 统稿:26~46)、贾韵仪(翻译:操作 22~25, 统稿:实验 47~58)。参加本书翻译的还有卢兴梁(操作 1~5)、黄乃聚(操作 6~12)、章道道(操作 13~19)、周春儿(操作 20~21, 实验 1~4)、王丽芬(实验 5~9)、高翔(实验 10~15)、陶凤岗(实验 26~33)、周景尧(实验 34~38)、黄永明(实验 39~42)、邵秋宜(实验 43~46)、周安寰(实验 47~51)、吴家骏(实验 52~55a)、强连庆(实验 55b~i)、李妙葵(实验 55j~57)。全书最后由董庭威、丁荣源进行校阅。

书中实验31和 44 的有关内容承复旦大学生物系周德庆副教授审阅和指正;昆虫信息素、动植物等有关名词承苏德明教授、徐炳声教授、洪黎明副教授指正;在本书的翻译过程中,上海翻译出版公司给予多方面的支持和帮助,在此一并致谢。

于复旦大学化学系

一九八五年五月

序

在这本实验书中我们选择实验有三个指导原则：首先，除了有机定性分析外，每一个实验涉及的化合物具有商业上、理论上、生物学上、药用上或其他特殊重要性；其次，我们选择的实验，描述了在有机化学中要遇到的许多分离步骤、常见的反应和鉴定方法；最后，我们选择的实验要保证学生有机会学习，通常我们可以预期大学生要熟悉的所有的重要有机化学实验操作。此外，操作不作为独立的实验，而是作为进行一个实验的必要工具。

为了有利于有机化学的这种重实效的方法，在第一部分中每一个操作以它的理论上和实际方面的简单讨论开始。紧接着这种讨论是关于如何进行这种步骤的非常详尽的说明。这种特征将使教师有更多的时间去涉及有机化学的更重要的方面，也让学生较独立和自信地进行实验。

分组为第二到第六部分实验的设计要保证在有机实验室中安全操作。为了使事故减到最少，要特别谨慎和预先告诫。此外，除了没有产生实际上可取代的步骤外，所有的实验都不含 OSHA(职业安全和卫生局)类目 I 中的全部致癌物。但是包括了氘代氯仿和四氯化碳，它们对获得核磁共振谱图是绝对必须的。最后，我们保留了重铬酸钾作为仲醇的氧化剂，因为作为一种固体，它不象液体致癌物不会产生蒸气。

为了发展我们对于有机化学实验室经验的重实效的方法，每一个实验有化合物重要性和要实行步骤的摘要和讨论。讨论后有一个详细的实验步骤，而实验步骤中问题的提问是为了保证学生了解他们所进行的实验。大多数实验中也包括要合成或要分离的化合物的红外和核磁共振谱图。如果班级特别大，或者每一个学生使用仪器的机会非常有限以致不能做各个谱图，则可以利用包含在本书中的那些谱图。

我们希望我们的方法将使同学对有机化学产生兴趣，并对它的实际应用有好评。

我们要感谢许多教师、研究员和学生，他们对本书的诞生提供了帮助。我们感谢西华盛顿大学研究院和高等教育中心，对弗洛伦斯·普雷德(Florence Preder)花了很多时间对本书结构所作的贡献特别表示致意。我们感谢下列审阅者有益的建议和评论：得克萨斯大学的托马斯·季·科格德耳(Thomas J. Cogdell)、威斯康星大学的阿诺德·季·克鲁布萨克(Arnold J. Krubsack)和新奥尔良大学的杰克·伍·蒂伯莱克(Jack W. Timberlake)。我们大学生的助教马克·诺森(Marc Norsen)，给予制备试剂和教授起始的实验部分以检验实验，这应受到特别的称赞。最后，我们对我们的学生在实际的实验条件下试验这些实验给予的特殊帮助表示感谢。

约翰·埃·米勒

伊·法·诺齐尔

目 录

致学生

实验室安全守则、程序和器材	1
实验室安全测验	6
实验记录本	7
实验报告: 长的形式	9
实验报告: 简短的形式	11

第一部分 实验操作

操作 1 加热器的正确使用	13
操作 1a 用本生灯(煤气灯)或微焰灯加热	13
1b 用电热板加热	14
1c 用电热套加热	14
1d 用油浴加热	15
1e 用蒸气漏斗或蒸气浴加热	16
1f 用热水浴加热	17
1g 用红外灯加热	17
操作 2 干燥液体、蒸发液体以及磁力搅拌器 的使用	13
操作 2a 有机液体的干燥	18
2b 液体的蒸发	19
2c 减压下蒸发	20
2d 磁力搅拌器的使用	21
操作 3 加热回流	23
操作 4 利用蒸馏分离化合物	24
操作 4a 简单蒸馏	27
4b 分馏	28
操作 5 真空蒸馏	31
操作 6 水蒸气蒸馏	37
操作 6a 直接水蒸气蒸馏	39
6b 通入水蒸气蒸馏	40
操作 7 温度计标定、汞柱校正以及沸点和微 量法沸点的测定	42
操作 7a 温度计标定	42
7b 温度计汞柱校正	44
7c 沸点的测定	45
7d 微量法沸点的测定	46

操作 8 用分液漏斗萃取液体	48
操作 9 过滤	52
操作 9a 重力过滤	52
9b 使溶剂干燥的重力过滤	55
9c 真空过滤	55
9d 利用助滤剂的真空过滤	56
操作 10 冰浴的制备	58
操作 11 用活性炭的部分纯化	59
操作 12 重结晶	60
操作 12a 使用真空过滤的重结晶	61
12b 使用离心力的重结晶	62
操作 13 升华	64
操作 14 熔点	67
操作 14a 熔点	68
14b 混合熔点	69
操作 15 溶液的配制	70
操作 15a 配制固体溶于液体中的饱和溶液	70
15b 配制重量百分比溶液	70
15c 配制体积百分比溶液	71
15d 配制摩尔溶液	71
操作 16 正确的标记方法	72
操作 17 在薄层层析和纸层析中所需的特殊操 作	73
操作 17a 准备层析槽	74
17b 载玻片层析板的制备	75
17c 制备微量滴管及薄层层析或纸层 析的点样	76
17d 层析的展开; R_f 值的测定	77
17e 层析的显色	78
操作 18 柱层析	79
操作 18a 柱层析的填料和溶剂的确定	80
18b 层析柱的充填	80
18c 待分离化合物的混合物在柱上的 放置; 洗脱化合物	81
18d 柱层析的检测	83
操作 19 气-液色谱	84

操作 19a 装填气相色谱柱	85
19b 气相色谱仪的操作	85
19c 气相色谱的分析	87
操作 20 折射率测定	89
操作 20a 折射率的测定	90
20b 折射率的温度校正	92
操作 21 旋光测定	93
操作 21a 测定比旋光	94
21b 计算光学纯度	95
操作 22 红外光谱的记录和解析	97
操作 22a 红外光谱解析	100
22b 液体样品的制备: 纯样(用盐片)	114
22c 溶解在溶剂中的固体样品制备	115
22d 固体样品的制备: KBr压片	117
22e 固体样品的制备: 石蜡油糊	118
22f 固体样品的制备: 纯样(用盐片)	119
22g 红外光谱的校正	119
22h 红外分光光度计的操作	120
操作 23 核磁共振谱的记录和解析	121
操作 23a 化学位移的分析	124
23b 谱图积分曲线的分析	128
23c 信号裂分(自旋-自旋耦合)的分析 和 $n+1$ 规则	129
23d nmr样品的制备	138
23e nmr谱图的记录	140
操作 24 紫外光谱的记录和解析	141
操作 24a UV 光谱的获得	146
24b UV 光谱的解析	147
操作 25 处理锂、钠和钾金属	149
操作 25a 块状金属钠和钾的切割和称量	149
25b 压钠机和钠丝	150
25c 锂丝	150

第二部分 应用基本操作的有机合成简介

实验 1 阿司匹灵(乙酰水杨酸)的合成	152
2 水杨酸甲酯(冬青油)的合成	157
3 乙酸异戊酯(香蕉水)的合成	161
4 异株克生剂胡桃醌的合成和试验	165
5 聚硫橡胶-A(合成橡胶)的形成	169
6 糖发酵制备乙醇(酒精); 威士忌 和伏特加中杂醇油组份的鉴定	171
7 香料添加剂 β -萘乙醚的合成	179

8 生成胡萝卜素的诱导剂2-二乙氨基 乙基-4-甲苯基醚的合成	182
------------------------------------	-----

第三部分 化合物的分离和纯化

实验 9 原油的工业型分离以及用气相色谱 鉴定其主要组份	189
10 从奶粉中分离酪蛋白、乳糖和脂 肪	193
11 从茶叶中分离咖啡因	198
12 从肉桂中分离肉桂醛	205
13 松树胶中分离松香和萜烯化合物 以及它们的鉴定	209
14 从红辣椒中分离红色素	212
15 从蓖麻油中分离蓖麻油酸甲酯	216
16 丁香香油成份的分离和部分鉴定	221
17 测定蛋黄中胆甾醇、卵磷脂和脂肪 酸的近似含量	225
18 从薄荷油和黄蒿子中萃取(+)-和 (-)-香芹酮以及比较它们的立体 有择结构	231
19 D-和L-蛋氨酸的酶拆分	236
20 α -苯乙胺的化学拆分	240

第四部分 高等有机合成

实验 21 液体油的氢化产生油脂	247
22 1-辛醇(辛醇)和乙酸辛酯的合成	254
23 两种昆虫信息素, 4-甲基-3-庚醇 和4-甲基-3-庚酮的合成	261
24 甘露糖转化成甘露糖醇	268
25 苯甲酸的合成和苯甲酸钠的试验	272
26 樟脑丸类似物——对-二溴苯的 合成	279
27 2,4-二羟基苯乙酮的合成及其作 为金属离子的检验试剂	283
28 甲氧氯和 1,1-二氯-2,2-双(对-甲 氧苯基)乙烯的合成及其试验	286
29 偶氮染料甲基橙的合成	293
30 冠醚的合成	298
31 磺胺的合成及试验	304
32 一种局部麻醉剂——利度卡因的 合成	312
33 驱虫剂N, N-二乙基-间-甲苯甲 酰胺的合成	319

34	一个初级生物合成前体——乙酰 乙酸乙酯的合成	325
35	一种昆虫信息素——2-庚酮的 合成	332
36	家蝇信息素——(Z)-9-廿三碳烯 的合成	339
37	无生理活性巴比土酸盐的合成	348
38	安息香缩合,二苯乙二酮和一种抗 痉挛药物5,5-二苯基乙内酰脲的 合成	356
39	形成呋喃甲醇和2-呋喃甲酸的坎 尼扎罗(Cannizzaro)反应及其一 种实际应用	365
40	一个杀虫剂类似物的狄尔斯-阿德 耳(Diels-Alder)合成	371
41	一个非致癌的联苯胺重排和痕量 血液试验	379
42	肥皂和洗涤剂的合成与比较	384
43	合成聚合物的形成	391
44	D-山梨糖醇转化成L-山梨糖, 一种生物合成的类型	396
45	马来酸异构化为富马酸的机理推 断	400
46	乙酸甲酯的水解速率	406

第五部分 有机化合物的鉴定

实验 47	商品 Kool-Aid 中 F、D 和 C 染 料的鉴定	411
48	供棕色染料薄层层析用的合适溶 剂的确定	415
49	测定常见的非处方止痛药中的重 要成分	418
50	用气相色谱鉴定汽油中的烃类	422
51	商品食用油的脂肪酸成分	425
52	单糖、二糖和多糖的试验	431
52a	糖的莫利希(Molisch)试验	435
52b	还原性糖的本尼迪特试验	437
52c	还原性单糖的巴福特试验	438

52d	戊糖的比亚尔试验	438
52e	酮糖的塞利韦诺夫试验	439
52f	葡萄糖的特斯-塔普试验	440
52g	半乳糖的半乳糖二酸试验	441
52h	碘-淀粉试验	442
52i	蔗糖、乳糖和麦芽糖的水解	442
52j	淀粉的水解	443
52k	缩氨基脲试验	443
52l	未知物的确定(任选)	444
实验 53	潜在病理情况的尿液化验	446
54	用紫外光谱分析阿司匹灵药品	451

第六部分 有机化合物的结构测定

实验 55	化合物的结构分析	455
55a	观察和物理测量	456
55b	元素分析	464
55c	波谱分析	469
55d	双键和叁键的分析	469
55e	芳香环的分析	471
55f	醛和酮的分析	473
55g	羧酸的分析	481
55h	酚的分析	485
55i	醇的分析	488
55j	胺的分析	494
55k	酯的分析	499
55l	硝基化合物的分析	502
55m	烷基和芳基卤代物的分析	504
实验 56	用核磁共振指定 α -和 β -D-葡萄糖 五乙酸酯的结构	510
57	用核磁共振测定酮-烯醇式互变异 构现象	517
58	检索化学文献	521

汉英对照名词索引	541
----------	-----

一些常用酸和碱的精选的特性	552
一些常用有机溶剂的某些特性	559
元素及其原子量	559
元素周期表	561

致 学 生

为了对有机实验室提供一个实际以及合乎条理的介绍，我们将本书分成六类：(1)操作，(2)应用基本操作进行有机合成的介绍，(3)化合物的分离和纯化，(4)有机化合物的高级合成，(5)化合物的鉴定和(6)有机分子的结构确定。

所有操作的说明集中在第一部分，以便在进行各别实验前提供现成的参考资料。

在分离这节中包括了天然产物的较多类别：甾族化合物、类脂、脂肪酸、生物碱、糖、精油和蛋白质的分离的例子。分离实验常常包括鉴定-型研究以及少数的合成步骤。

本书中的合成实验只限于结构是已知的，并已有制定了的合成步骤的那些化合物。所选的一切合成实验用来说明常用的重要合成反应以及制备一个化合物必然面临的问题。一旦化合物被合成了，必然要寻求它的应用。实际上，只有少数化合物证明对人类有重要价值。有些是弊多利少。在每种情况下将对化合物的价值作讨论，如果适宜的话，实验将包括说明化合物的应用。

有很多操作用于法医学、医学和正规实验室，以决定是否存在特定的化合物。在技术领域的汽油、药物和其他化学品的分析中说明了某些操作。在真的实践中，鉴定的研究常常在结构确定和化合物合成前进行。

确定化合物的结构是非常复杂的。本书中提供的对结构确定的介绍，打算使你对结构研究的问题以及在这种研究中所用的基本化学和仪器方法入门。

你必须认识到，象我们已经做的对实验的分类有时是任意的，因为在我们寻求的特定信息中常常重迭。此外，很多化合物没有真正的分离问题或者结构确定问题需要解决，因为它们是合成的物质。

我们希望通过这本实验室教科书中所呈现的有机化学的学习，使你将得到信心和乐趣。

实验室安全守则、程序和器材

因为化学实验室可以是一个很危险的地方，注意安全是头等重要的。事故可毁坏眼睛，对一生的外表留下伤疤，或者在一瞬间引起其他严重的后果。其他事故有延续的和潜伏的作用。例如，在事故发生1小时后，学生可能注意到了有强酸或强碱的化学灼伤。因此对于你来说，了解安全守则，遵守它们是紧要的，并立即向你的导师报告所有的事故。

实验室安全守则

1. **最重要的守则：**除非你的导师另外通知你，在所有的时间内戴上安全眼镜或护目镜。
2. 了解洗眼水放于何处。如果化学品进入你的眼睛，立即冲洗眼睛是最好的和可行的最初治疗。继续冲洗眼睛直到可采取其他的医疗措施。
3. 在有机化学实验室中无形眼镜带来附加的问题。由美国化学会(American Chemical

Society)出版的《研究院化学实验室的安全》中已作了建议,即导师禁止他们使用。由于下列原因继续带无形眼镜的学生没有护目镜不准进行实验:

(a) 溅入眼睛的化学品被截留在硬的镜片下或实际上被软的镜片吸收,因而可引起眼睛中蛋白质的凝结。

(b) 有机蒸气可聚集在硬的无形眼镜下,或者被软的镜片吸收。

(c) 化学品溅入眼睛引起眼睑突然闭住,阻碍了在用水冲洗眼睛前,方便地取出无形眼镜。

4. 了解淋浴器在哪里。如果需要,拉圆环,你将立即被淋透。淋浴器放在实验室中是为了熄灭个人燃着的衣服,或者迅速地身上洗去危险的化学品。

5. 如果你被化学品灼伤,立即用冷水淋洗受影响的身体部位。如果灼伤是由强酸引起的,用大量的冷水或者5%的碳酸氢钠溶液淋洗灼伤的地方;如果灼伤是由强碱引起的,用5%的乙酸溶液淋洗。连续冲洗10分钟,或者直到你被告知去做其他方面。

6. 了解灭火器在哪里和如何使用。很多有机化学品是可燃的,在有机实验室中着火是很普通的,但是它们常常可很快地被扑灭。从常用溶剂(例如乙醚、乙醇、甲苯和其他易燃物)中出来的蒸气能很快地扩大蔓延到实验室的工作台上,直到它们到达火焰,然后爆炸。乙醚蒸气在这方面特别危险。很多实验室将贴出警告:危险,存在乙醚——禁止明火。也要记住:不要在实验室中吸烟。

7. 了解灭火毯位于何处。万一着火,当所有其他方法都失效时就用它。

8. 不要惊慌。很多小量的化学品在烧杯中着火,简单地用一块石棉板覆盖烧杯就可扑灭。

9. 如果你烫伤并不严重,立即用冰水浸或涂敷皮肤,使对皮肤表皮的危害减至最小和减少痛苦。不要在烧伤处放药膏或油类。对于严重灼伤立即就医。

10. 在实验室中穿鞋子(不是凉鞋)和旧衣服,以防化学品溅出损坏好的衣服。

11. 不要在实验室吃喝,因为非常可能吸入毒物。离开实验室后要洗手。

12. 密切注意靠近自己的人引起的事故。

合适的实验室程序

下面是合适的实验室程序的目录,它将帮助你创造一个有效能的实验室和清洁的工作环境:

1. 进入实验室前阅读所要求的实验和操作。这个指点常常最易忽视,但它可能是所提出的最有效的程序建议。

2. 不要将化学品放回到原来的瓶中。这样做可能沾污整个一瓶,使得里面的东西不能再用。

3. 很多有机化学品,特别是液体,长期暴露后是有毒的。所以如有可能,在通风橱中蒸发过量的溶剂,如果那里没有通风橱,要保证在蒸发时足够通风。

4. 将公共设备和材料放回到它们固定的位置。

5. 要求你的导师对任何一种特殊设备(例如红外或核磁共振波谱仪)作示范。

6. 除非获准,不要用火焰加热。

7. 总是用蒸气浴加热沸点低于80℃的溶剂。

8. 不要有缺口、裂缝或者破的玻璃器皿。
9. 不要在无人管理的实验室中工作。
10. 只做得到认可的实验。

实验室器材

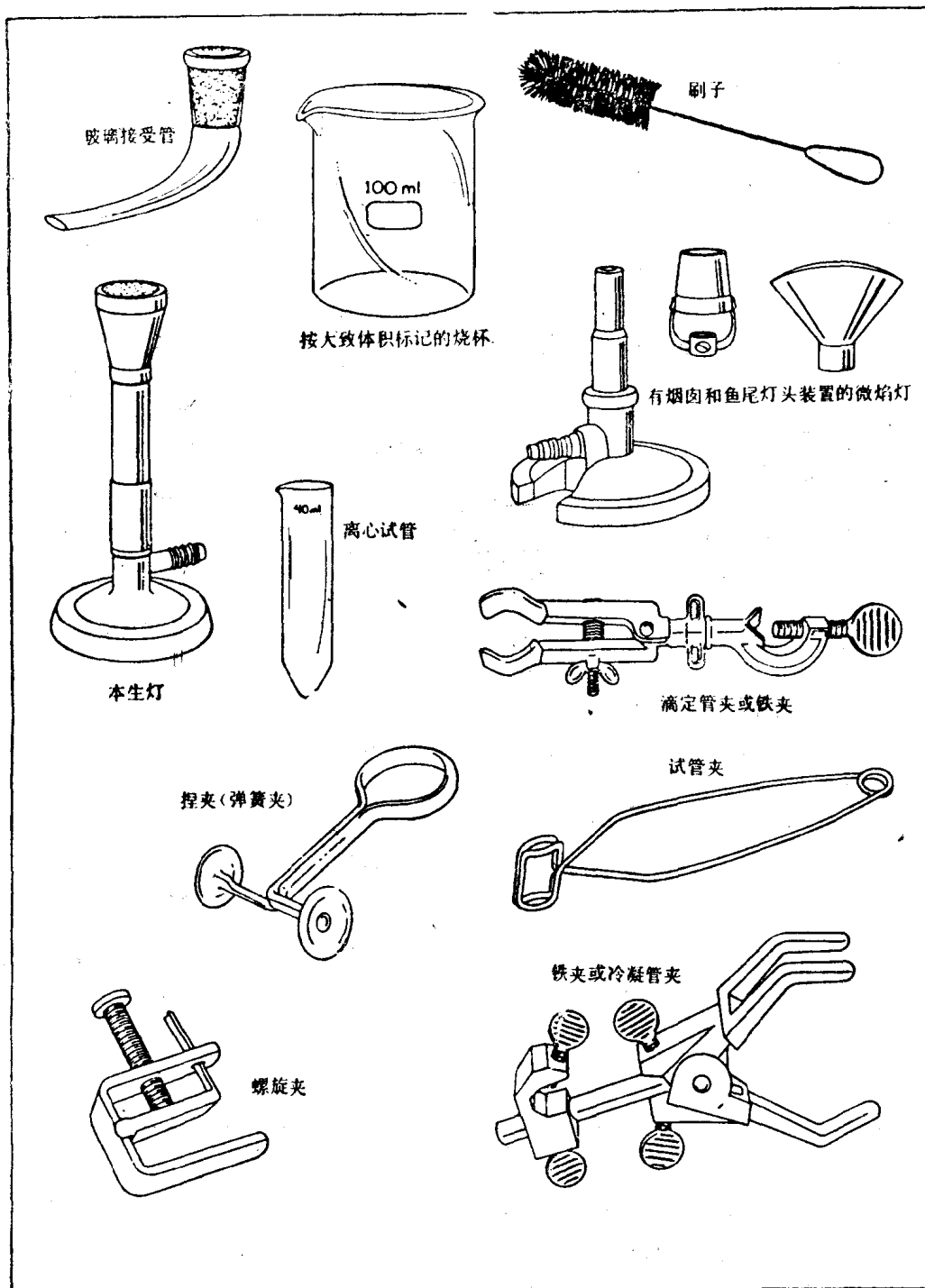


图 I.1 大多数有机实验室里通用的器材

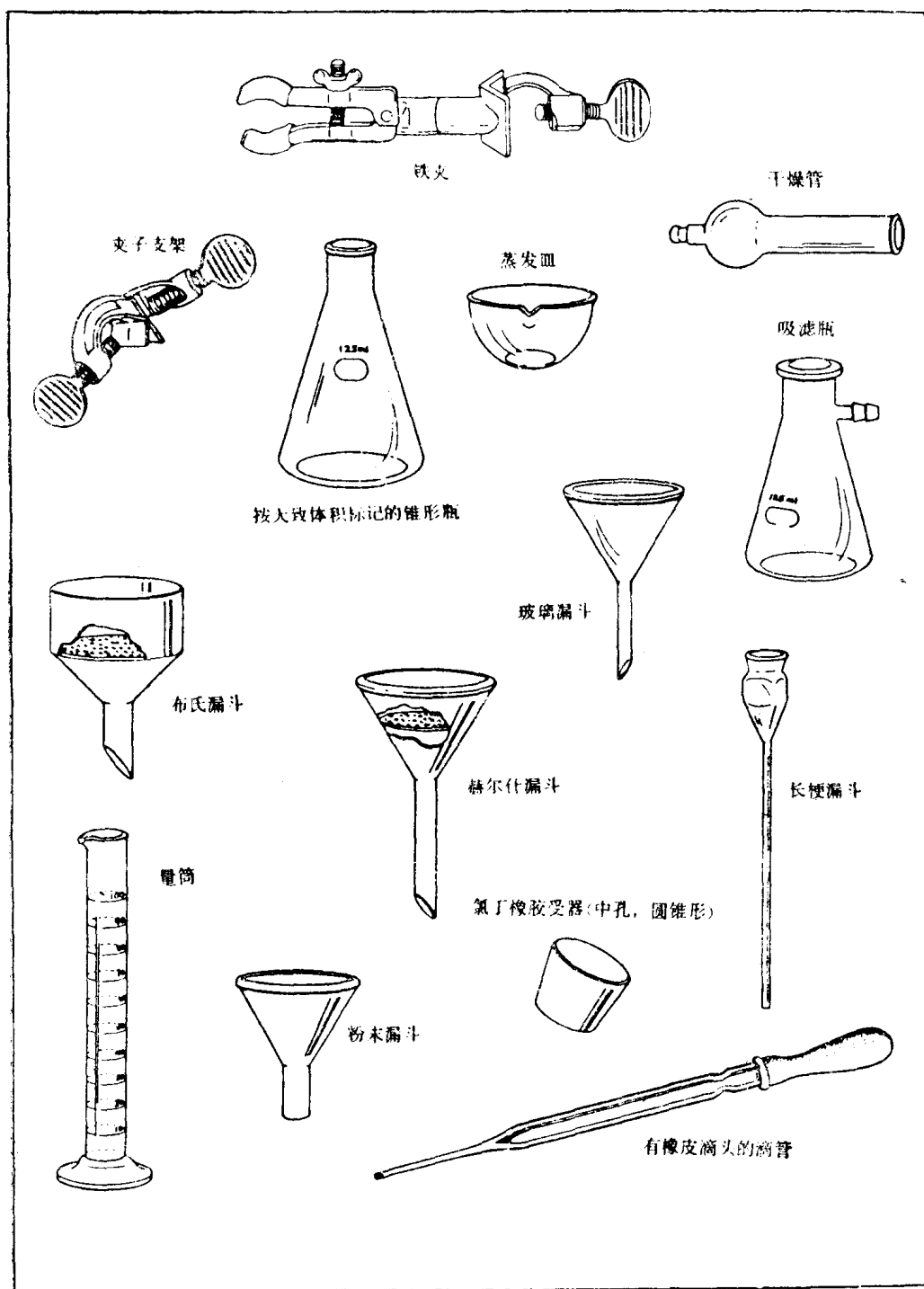


图 I.1 (续)

图 I.1 以图列出了大多数有机实验室通用的器材目录。

除了图 I.1 的器材外，很多现代实验室将包括具有规格 19/22 玻璃磨口接头的成套有机玻璃器皿。在标准的成套器皿中所见到的部件如图 I.2 所示。学生应知道置备一套典型的器皿将大大超过 200 美元。

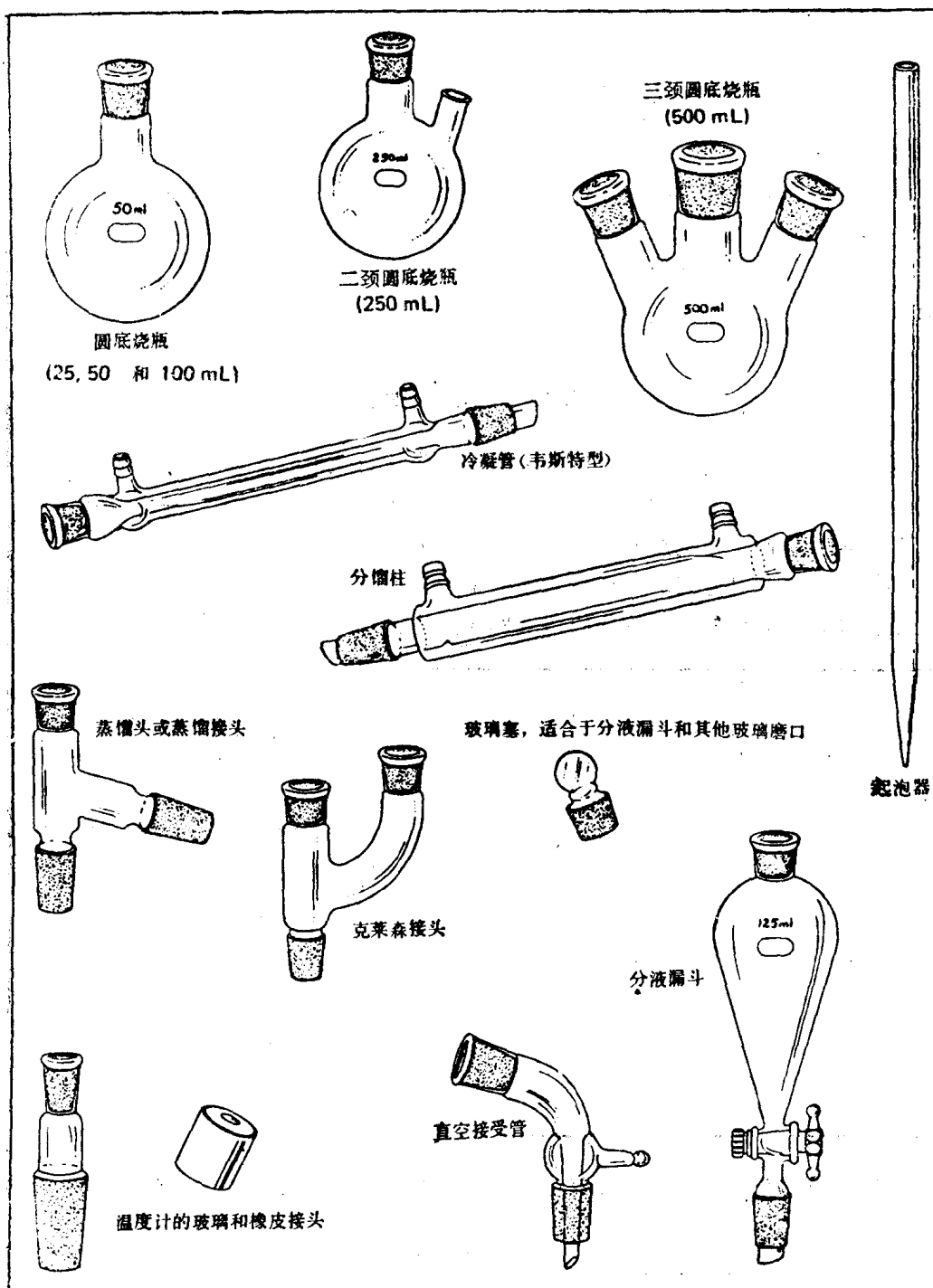


图 1.2 在标准的学生实验室中成套的玻璃磨口接头的玻璃器皿

在使用玻璃磨口接头的玻璃器皿时，记住这些简单的规则。

1. 总是用一个铁座和夹子支持住每一器件。
2. 所有的接头薄薄地涂上活塞脂，例如润滑脂 (*Lubriserl*) 或阿匹松真空脂，然后用一张清洁的手巾纸擦一下。如果不涂滑润脂，它们常常会粘牢，当你试图将两个部件分开时常常

要损坏。

3. 不要在玻璃磨口接头的玻璃器皿中存放强碱(或者氢氟酸)。这些化学品腐蚀玻璃并使接头粘牢。

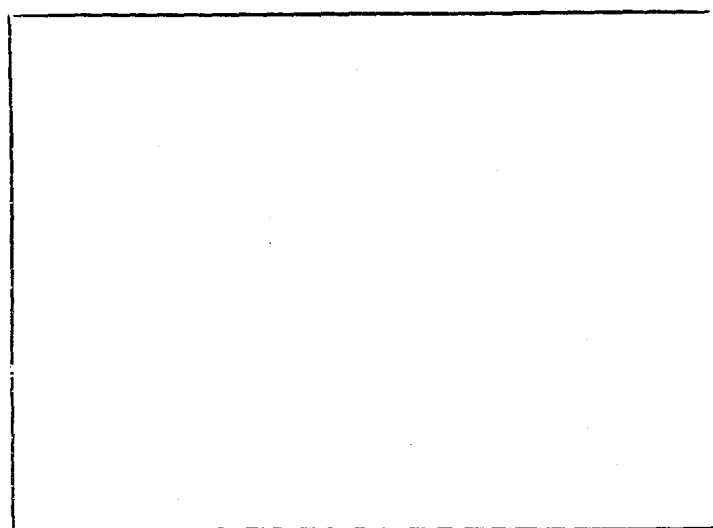
4. 在实验室的工作台边轻敲或在蒸气浴中加热粘牢的接头,有时能使它们分开。如果失败,可请教导师。

5. 使用玻璃器皿一结束,就立即清洗。如果有活塞脂,在洗涤前尽可能地将它擦去。用洗涤剂和水洗涤或擦洗玻璃器皿,接着用少量工业级丙酮淋洗,然后空气干燥,这是最好的清洗方法。如果你不需要立即干燥玻璃器皿,不要用丙酮淋洗,而只要让它在空气中干燥过夜或者在空气中干燥到直至你再次使用。

实验室安全测验

安全对实验室中每个人的幸福是至关重要的。通过实验室安全测验不能防止发生意外,但是具备实验室中哪里有安全装置的知识,在发生意外时可避免危险。此外,简单的实验室安全操作知识必然是制止发生意外的一个至关重要因素。

1. 利用所提供的符号表,完成你的实验室的下列简图(指明出口、灭火器、防火毯、洗眼水源、淋浴器以及处理酸和碱灼伤的溶液所在的位置):



符 号 表

出口	[E]
灭火器	[FE]
防火毯	[FB]
洗眼水源	[EF]
淋浴器	[S]
处理酸和碱灼伤的溶液	[AB]

2. 在实验室的整个时间内,你身体中要保护的最重要的部位是什么以及如何保护它们?

3. 如果一种溶剂进入你的眼睛,你首先做什么?其次做什么?第三呢?

4. 如果浓酸溅在你的皮肤上,你首先做什么?其次做什么?第三呢?

5. 如果有少量强碱溅在你的手指上,为什么在你开始用水淋洗手以后必须向你的导师报告?

6. 为什么在有机实验室中使用本生灯或其他明焰需要得到准许?

7. 有毒溶剂的蒸发应在何处进行?

8. 食物和饮料不允许放在实验室中,为什么?

9. 为什么在实验室中要有淋浴器?
10. 为什么在实验室中要穿鞋子而不穿凉鞋?

实验记录本

学生或研究者必须在装订好的实验记录本中保存所有实验数据和步骤的完整的记录。此外,在实验室的记录本中常常包括预定的记录(预习记录),它包括组份分离的反应和分离方案、文献数据、理论计算、特别注意点和可能的副反应。各栏目要用永久性墨水记录,以防止因溶剂溅在记录本上或者发生一些其他的实验室事故而可能丧失重要的资料。任何错误必须只打上叉而不是除掉。所有数据必须按它所获得的时间顺序记录,记录本的每页必须注明日期和作证者以指明工作是何时完成的。实验室记录页上注明的日期和作证者在工业上特别重要,在涉及专利权诉讼时,可从包含在原始研究记录本中的日期来核实。

在实验记录本中所要求的实际栏目除了日期和实验步骤外,实际上是每个导师宗旨的反映。然而,下面几节描述了制订实验记录本的一般格式。

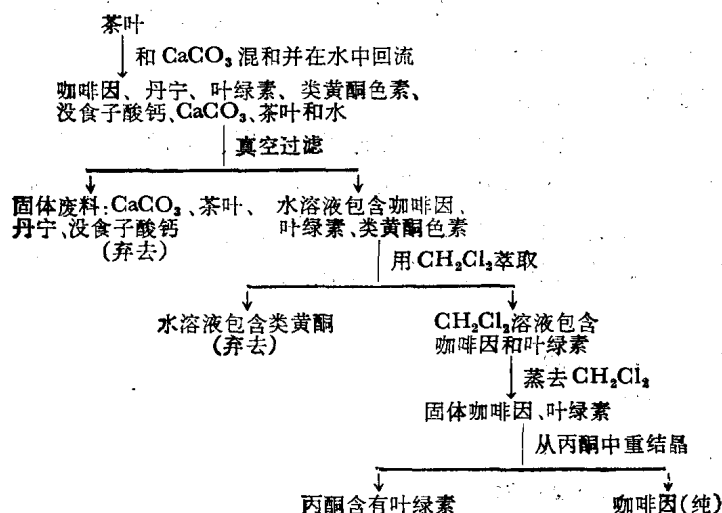
预定的记录

预先的准备是必要的,以给出方向和实验时间的有效利用。除了实验的标题外,包括在实验室记录本内实际的预习记录按实验的类型:天然产物的分离,合成,化合物的鉴定或结构确定而不同。然而,简明和清楚的编排将总是关键的因素。

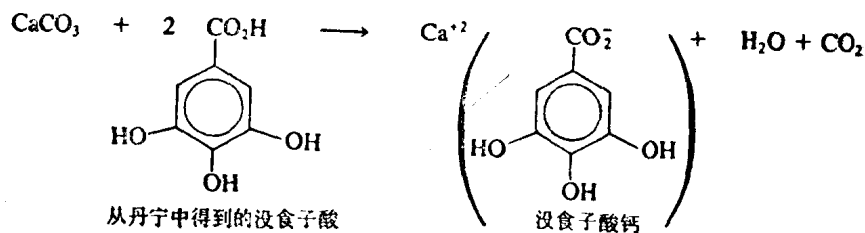
在准备天然产物分离的实验中,作出分离步骤的方案。从茶叶中获得咖啡因所采用的分离方案是有代表性的。按这个分离方案,也需记录在此过程中发生的任何副反应。假如制备了产物的衍生物,这个反应也要写在分离方案后面。在预定记录的最后一个栏目中必须包括化合物的结构(如果在前面没有给出)、分子量,以及要分离物质和衍生物的熔点和沸点的文献值。如果对该实验是适宜的话,也要把其他与鉴定有关的可用数据包括其内。

预习的例子

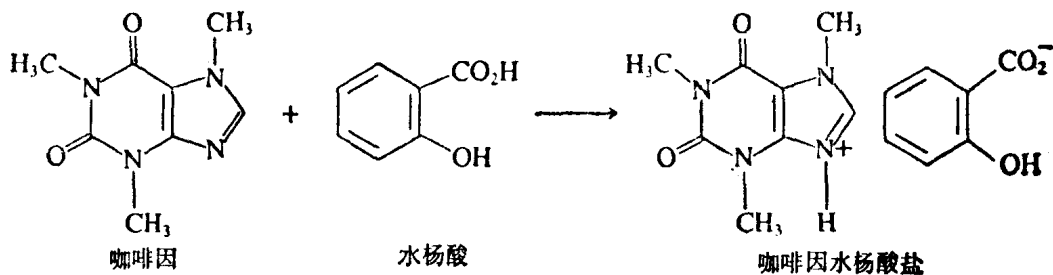
从茶叶中分离咖啡因分离方案



副反应



衍生物制备



文献值

咖啡因 mp 236℃

咖啡因水杨酸盐 mp 138℃

(如果化合物是合成的,包括它的分子量。)

合成实验的预习记录主要差别不是在实质上而是在描述的次序上。在这种实验中首先放置“合成反应”一栏,随后是标明为“副反应”、“分离方案”以及“文献数据”的几个栏目。在分离方案中,应用合成化合物或其他产物的结构而不用它们的名称,因为一个分离方案常常包括一种或几种化学操作或反应作为步骤的一部分,如果应用结构式而不是名称就容易确定存在于步骤各步中的实际的分子实体。

在化合物的鉴定或者化合物的结构确定的预习记录中,我们知道记录本的栏目常常由下列组成:分析项目、专用材料(例如溶剂体系和层析材料)、专用设备和用于鉴定的操作类型。必要时可包括文献值和其他有关的步骤。

记录实验步骤和反应产物的数据

在理想情况下,这一节将是一系列书写得简明、清晰、展示全部事实的段落。

例子 在盛有 30.2g 利普通(Lipton)茶叶的 500mL 三颈圆底烧瓶中加入 30g CaCO_3 , 用 250mL H_2O 回流加热 30 分钟。弃去用真空过滤从热水中分离出来的固体物质。水的滤液冷却后每次用 25mL 二氯甲烷萃取三次。在通风橱中的蒸气浴上蒸发除去二氯甲烷,得到含有粗咖啡因的灰色固体。

粗咖啡因的产量: 0.92g

从丙酮中重结晶纯化咖啡因

纯咖啡因的产量: 0.62g

纯咖啡因的 mp 233~235℃

%产率

$$\frac{0.62\text{g 咖啡因}}{30.2\text{g 茶叶}} \times 100 = 2.1\%$$

在实际做法中, 数据和实验步骤常常用一系列短的密码式符号记录。然而, 我们力求以清楚、简明的句子来给出所有有关的数据和步骤。

分离和合成的百分产率的计算

标明为“百分产率的计算”这节是放在实验步骤和数据记录以后。

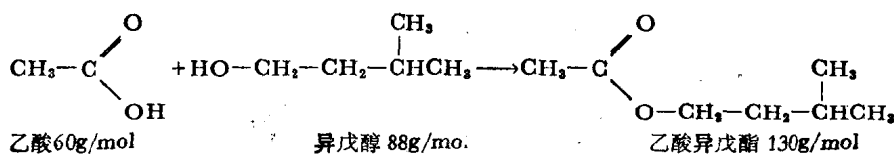
从一种植物或动物资源中分离得到的物质的百分产率的计算, 是由分离得到的物质的量除以所使用的植物或动物体的质量所构成。

例子 从 30.2g 茶叶中萃取到的咖啡因的总量为 0.51g

$$\text{咖啡因的百分产率} = \frac{0.51\text{g 咖啡因}}{30.2\text{g 茶叶}} \times 100 = 1.7\%$$

为了计算我们已合成的化合物的百分产率, 我们必须首先确定额定试剂和分子量, 并用摩尔或克计算理论产量。有机反应在正常情况下只有两个反应物。为进行这个反应, 一种试剂常大大过量。所以在反应完成后, 过量的试剂仍然存在, 而另一种则全部或部分消耗掉。不过量的试剂称为额定试剂。如果给出了每一个反应物的摩尔数, 用化学方程式通过简单的比较, 额定试剂的化学品就显而易见。如果没有提供足够的信息以便容易地确定额定试剂, 则必须根据存在的每一种反应物的数量分别作理论产量的计算。给出最低理论产量的反应物就是额定试剂。

计算理论产量的一个例子, 正是基于下列合成乙酸异戊酯的反应, 此处乙酸是过量的, 而异戊醇是额定试剂:



$$\text{异戊醇的量: } 17.6\text{g} = \frac{17.6\text{g}}{88\text{g/mol}} = 0.2\text{mol}$$

$$\frac{17.6\text{g 异戊醇}}{88\text{g 异戊醇/mol}} \cdot \frac{1\text{mol 乙酸异戊酯}}{1\text{mol 异戊醇}} = 0.2\text{mol 乙酸异戊酯}$$

所以, 理论产量是:

$$0.2\text{mol 乙酸异戊酯} \cdot \frac{130\text{g 乙酸异戊酯}}{1\text{mol 乙酸异戊酯}} = 26\text{g}$$

百分产率是:

$$\text{百分产率} = \frac{\text{实际产量克数}}{\text{理论产量克数}} \times 100$$

实验报告: 长的形式

每一个导师的宗旨将支配所要求的实验报告的格式。然而, 大多数实验报告是以美国化学学会杂志(JACS)上出版物的格式为样板。本节中描述的报告的格式是以 JACS 格式为样