

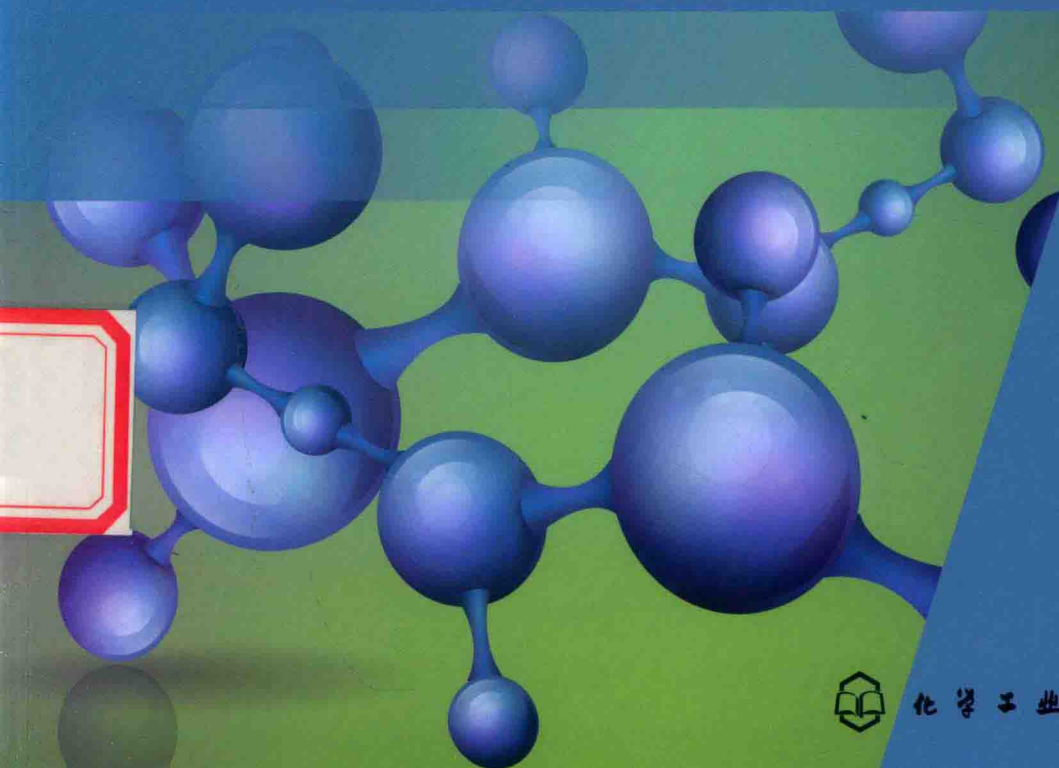


普通高等教育“十三五”规划教材 <<<

有机化学实验

门秀琴 田晓燕 主编

Organic Chemistry Experiment



化学工业出版社



普通高等教育“十三五”规划教材 <<<

有机化学实验

Organic Chemistry Experiment

门秀琴 田晓燕 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书是按照高等学校化学类本科专业规范中《有机化学实验》课程教学大纲编写的,本书主要内容包
括有机化学实验基本知识、有机化学实验基本操作与技术、有机化合物的制备、天然产物的提取、设计性
实验等内容。

本书可作为本科化学化工类各专业和其他相关专业《有机化学实验》课程的教材和参考书。

有机化学实验

Organic Chemistry Experiment

主编 田晓燕 李洪伟

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/门秀琴,田晓燕主编. —北京:化学工业出
版社,2018.8

ISBN 978-7-122-32344-6

I. ①有… II. ①门…②田… III. ①有机化学-化学实
验-高等学校-教材 IV. ①O62-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2018)第120732号

责任编辑:蔡洪伟

文字编辑:陈雨

责任校对:边涛

装帧设计:刘丽华

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印刷:三河市航远印刷有限公司

装订:三河市瞰发装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张11½ 字数276千字 2018年9月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:29.00元

版权所有 违者必究

本书为化学国家级实验示范中心(宁夏大学)系列教材之一,同时也得到宁夏回族自治区“化学工程与技术”国内一流学科建设项目(CET-JX-2017B04)与“化学”一流专业建设项目的资助。

本书是按照高等学校化学类本科专业规范中《有机化学实验》课程教学大纲编写的,结合宁夏大学有机化学实验教学改革现状,并参考相关文献及国内出版的同类教材编写而成。

本书共分为5章,第1章主要介绍有机化学实验必备的基础知识,其中介绍了几个常用数据库及有机化学期刊文献,强调了电子数据及文献检索的重要性。

第2章主要介绍基本实验操作和技术、物理常数的测定、红外光谱和核磁共振仪的使用方法。其中,为了加强学生熟练掌握重结晶、干燥、萃取、蒸馏、薄层色谱、纸色谱、柱色谱等操作,在每个基本操作中都列出了“注意事项”,即指出了学生在操作中容易犯的错误和如何避免等。并且,还单独安排了部分实验。物理常数的测定以及红外光谱和核磁共振表征所用的仪器都是我们近几年购置的,如显微熔点仪、阿贝折光仪、傅里叶红外光谱仪、台式永磁体核磁共振波谱仪等。

第3章主要是有机化合物的制备,本章包括两部分内容,一部分是基础合成实验,主要是常见的、比较成熟的有机化合物的制备,将基本操作与技术循序渐进地融入到实验中,除了考虑反应要有代表性、典型性外,更注重实验的系列化,当选择开设实验时,应在保证学生每一个基本操作得到训练的同时,把一个合成实验的产物作为另一个合成实验的原料,使原料和产物得到最大程度的利用,达到节约、环保的目的。另一部分是综合实验,在基础合成实验训练的基础上,以“制备—分离分析—结构表征”为主线选择一些比较复杂、涉及多种基本操作技术的实验,将多步骤合成、产物结构表征、绿色有机合成方法结合起来。

第4章是天然产物的提取,本章选取的都是经典的实验,使学生对天然产物的分离提取有一个初步的概念。

第5章是设计性实验,这部分内容介绍了设计性实验的设计方法,并安排了三个方向的实验设计以及相关背景知识介绍,提出了设计要求。完成一个设计性实验,需要多方面的知识,如文献查阅、文献总结、路线选择、实验方案设计、仪器装置的选择及产物结构的表征等,这是一个知识综合运用过程。在学完有机化学实验的基础知识和基本操作技能后,有余力的同学可以开展设计实验,提高学生的实验水平和科研素养以及独立工作的能力。

本书主要由门秀琴、田晓燕编写,参与编写和校对的还有宁夏大学化学化工学院有机学科组李学强、王富强、毕淑娴等。

由于编者水平有限,书中不当之处在所难免,恳请读者批评指正。

编者

2018年7月

目录



CONTENTS

第1章 有机化学实验基本知识	1
1.1 基本要求	1
1.1.1 实验室规则	1
1.1.2 安全知识与事故预防及急救	2
1.1.3 实验废物的处理	4
1.1.4 实验预习、记录与实验报告	4
1.1.5 有机化学常用数据库和期刊文献	5
1.2 有机化学实验常用的玻璃仪器及设备	9
1.2.1 常用玻璃仪器及使用规范	9
1.2.2 常用玻璃仪器的洗涤、干燥与保养	10
1.2.3 常用的设备及其使用与维护	11
1.3 有机化学实验常用反应装置	13
1.3.1 回流装置	13
1.3.2 蒸馏装置	13
1.3.3 搅拌装置	13
1.3.4 安装实验装置的注意事项	14
1.4 化学试剂的使用常识	14
1.4.1 化学试剂的规格	14
1.4.2 化学试剂的称量与量取	15
第2章 有机化学实验基本操作与技术	16
2.1 加热和冷却	16
2.1.1 常用的加热方式	16
2.1.2 冷却方法	17
2.2 干燥和干燥剂	17
2.2.1 液体有机物的干燥	17
2.2.2 固体有机物的干燥	19
实验一 无水乙醚的制备	20
2.3 有机化合物的物理常数测定	21
2.3.1 熔点的测定	21

2.3.2	沸点的测定	24
2.3.3	折射率的测定	24
2.4	重结晶	27
2.4.1	基本原理	27
2.4.2	选择适宜的溶剂	27
2.4.3	重结晶操作	29
实验二	乙酰苯胺重结晶及熔点的测定	31
实验三	水杨酸的重结晶	33
实验四	工业苯甲酸的重结晶	34
2.5	色谱法	35
2.5.1	色谱法基本原理	35
2.5.2	薄层色谱	35
2.5.3	纸色谱	37
2.5.4	柱色谱	37
实验五	偶氮苯和苏丹Ⅲ的分离(薄层色谱)	40
实验六	天门冬氨酸和蛋氨酸的分离(纸色谱)	41
实验七	APC药片成分分析(薄层色谱)	42
实验八	碱性湖蓝和荧光黄的分离(柱色谱)	44
2.6	回流	45
2.6.1	回流装置类型及操作	45
2.6.2	回流操作的注意事项	45
2.7	萃取	45
2.7.1	萃取原理	46
2.7.2	液-液萃取操作	46
2.7.3	固-液萃取操作	47
2.7.4	萃取操作中的注意事项	48
2.7.5	乳化现象及解决方法	48
2.8	常压蒸馏	48
2.8.1	蒸馏原理	48
2.8.2	蒸馏操作	49
2.8.3	蒸馏操作的注意事项	49
实验九	萃取和蒸馏	51
2.9	水蒸气蒸馏	53
2.9.1	基本原理	53
2.9.2	水蒸气蒸馏操作	54
2.10	减压蒸馏	56
2.10.1	基本原理	56
2.10.2	基本操作	57
2.10.3	减压蒸馏操作中的注意事项	59
2.11	简单分馏	60

2.11.1	基本原理	60
2.11.2	基本操作	61
2.12	升华	62
2.13	有机化合物结构表征	63
2.13.1	红外光谱	63
2.13.2	核磁共振谱	67
第3章	有机化合物的制备	71
3.1	基础合成实验	71
实验十	环己烯的制备	72
实验十一	正溴丁烷的制备	74
实验十二	叔丁基氯的制备	76
实验十三	正丁基醚的制备	78
实验十四	甲基叔丁基醚的制备	80
实验十五	乙酸异戊酯的制备	82
实验十六	苯甲酸乙酯的制备	84
实验十七	邻苯二甲酸二丁酯的制备	86
实验十八	乙酰苯胺的制备	88
实验十九	苯甲醇和苯甲酸的制备	90
实验二十	呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	92
实验二十一	肉桂酸的制备	94
实验二十二	苯乙酮的制备	96
实验二十三	对叔丁基苯酚的制备	98
实验二十四	乙酰乙酸乙酯的制备	100
实验二十五	4-苯基-2-丁酮的制备	102
实验二十六	邻氨基苯甲酸的制备	104
实验二十七	三乙基苄基氯化铵的制备	106
实验二十八	7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷的制备	108
3.2	综合实验	110
实验二十九	2-甲基-2-己醇的制备及表征	110
实验三十	乙酰水杨酸的制备及表征	112
实验三十一	对硝基苯胺的制备及表征	114
实验三十二	8-羟基喹啉的制备及表征	116
实验三十三	香豆素-3-羧酸的制备及表征	118
实验三十四	肉桂酸乙酯的制备及 ¹ H NMR 鉴定顺反异构	120
实验三十五	7-羟基-4-甲基香豆素的制备及结构测定	122
实验三十六	二苯甲醇的合成及表征	123
实验三十七	苯频哪醇和苯频哪酮的合成	126
实验三十八	对氨基苯磺酰胺的合成	128
实验三十九	苄基巴比妥酸的合成	132

实验四十 四苯甲烷的合成	134
第4章 天然产物的提取	138
实验四十一 花生米中油脂的提取	139
实验四十二 橙皮中橙皮油的提取	141
实验四十三 茶叶中咖啡碱的提取	143
实验四十四 菠菜色素的提取和分离	145
实验四十五 槐花米中芦丁和槲皮素的分离提取	147
第5章 设计性实验	150
5.1 设计性实验简介	150
5.2 设计性实验的设计方法	150
5.2.1 教师引导	150
5.2.2 学生探究	151
5.2.3 验证假设并得出结果	152
5.3 总结及撰写实验报告	153
5.4 基于有机合成方法学的实验设计	154
5.4.1 设计目的	154
5.4.2 背景知识	154
5.4.3 设计要求	156
实验四十六 苯甲酸乙酯的合成实验设计	157
实验四十七 己二酸的绿色合成实验设计	158
实验四十八 布洛芬的合成实验设计	159
5.5 天然产物的分离提取和结构检测实验设计	160
5.5.1 设计目的	160
5.5.2 背景知识	160
5.5.3 设计要求	160
实验四十九 从丁香花中提取丁香油的实验设计	161
实验五十 食用天然色素的提取实验设计	162
实验五十一 从甘草中提取甘草次酸的实验设计	163
附录	164
附录1 常用有机溶剂沸点、密度表	164
附录2 一些溶剂与水形成的二元共沸物	165
附录3 常用有机溶剂的纯化	166
附录4 危险化学品药品的使用与保存	169
附录5 有机化学实验中常用英文缩写和中英文对照	172
参考文献	173

第①章 ▶▶▶

有机化学实验基本知识

“有机化学实验”是化学、化工、制药、应化、材料等专业重要的基础课之一。通过“有机化学实验”课程的学习，使学生能够掌握有机化学实验的基本原理、基本操作及基本技术，掌握一般有机化合物的合成、分离、鉴定的一般方法；加深对有机化学理论知识的理解，培养学生养成良好的实验习惯，以及严谨的科学态度和良好的实践能力。使学生具备扎实的基本操作能力和初步的实验设计能力，为今后的科学研究工作打下坚实的基础。

1.1 基本要求

1.1.1 实验室规则

为了保证有机化学实验课正常、有效、安全、有序地进行，为学生培养良好的实验习惯，并能有效地维护人身和实验室的安全，学生必须严格遵守下列规则：

① 学生在进入有机实验室之前，必须认真地阅读第1章有机化学实验基本知识，学习有机实验室安全知识，并做好预习。

② 进入实验室时，应熟悉实验室的水、电、燃气的阀门，消防器材放置地点，洗眼器与紧急淋浴器的位置和使用方法，熟悉实验室安全出口和紧急逃生通道。熟悉实验室公用物品及仪器设备的摆放位置。

③ 进入实验室必须穿实验服并根据需要佩戴防护眼镜和手套。不能穿拖鞋、背心或凉鞋进行实验，书包等与实验无关的物品应放入储物柜中，不允许在实验室吃东西、打电话、大声喧哗、擅自离开岗位等，保持实验室良好的秩序。

④ 每次做实验前必须查阅相关文献，明确各化合物的物理化学性质，实验目的、原理和步骤以及实验中可能出现的问题，写出可行的实验预习报告。

⑤ 实验开始前，检查仪器是否完好无损，装置是否安装正确，熟悉试剂摆放位置，理清实验思路。

⑥ 实验中应保持安静，操作要认真，观察要细致，积极思考，如实记录观察到的现象和相关数据。如有疑问，及时与老师沟通解决。不得擅自离开岗位，要统筹安排时间，按时结束。

⑦ 实验过程中，公用仪器和试剂用完后，放回原位；取完药品，及时将盖子盖好，保

持台面清洁。液体试剂一般都在公用通风橱内量取，固体试剂一般都在称量台上称取。废液应倒入指定的废液桶内（易燃的除外），固体废物（如沸石、棉花、碎玻璃、废纸等）应倒入垃圾桶内，不得倒入水槽中，否则会堵塞或腐蚀下水道。反应后的有毒残渣、易燃废液及回收溶剂等均应倒入专用回收瓶中，以便处理。

⑧ 节约用水、用电，严格按量取用药品，避免浪费。

⑨ 实验结束后，个人实验台要打扫干净，仪器洗净、摆放整齐，以及实验记录交指导老师审阅签字后方可离开实验室；值日生要做好公用试剂台等实验室整体清洁工作，关好水、电、煤气、通风橱、门窗，等待老师检查后才能离开。

1.1.2 安全知识与事故预防及急救

有机化学实验经常使用玻璃仪器，易燃、易爆、有毒和腐蚀性的药品及电器设备等，如果操作不当，有可能发生着火、爆炸、割伤、烧伤或中毒等事故。但是，只要采取适当的防护措施，了解实验中潜在的危险，严格遵守操作规程，谨慎操作，这些事故就不会发生或很少发生；即使发生事故，只要方法得当，也能及时妥善处理。因此，所有参与实验的人员都要掌握必要的安全知识，并在实验中要随时警惕异常的声音、气味等，及时查明原因并正确处理。

(1) 用电安全与预防

使用电器时，应防止人体和电器导电部位接触，不能用湿手接触电源插头；如发现电器有漏电、打火花等现象时，立即断开电源进行检修。电器内外要保持干燥，不能有水或其他溶剂。如果绝缘部分有破损、散开、擦伤、腐蚀，一定要找老师更换，实验结束后，应及时断开电源插头并将其置于妥善位置。

(2) 着火与急救

引起着火的原因有很多种，如用敞口容器加热低沸点或易燃溶剂，或加热方式不当等都会引起着火。为了防止着火，应注意以下几点：

① 不能用敞口容器加热和放置低沸点化学药品，易燃、易爆、易挥发的实验药品要远离明火，不可随意丢弃，实验后应专门回收。

② 实验操作要规范，实验装置要安装正确，避免易燃易挥发液体外逸。实验室要保持良好的通风。

③ 要熟悉逃生通道、灭火器、防火毯、砂箱的位置，学会使用灭火器材。

④ 一旦发生着火，应沉着冷静，及时正确地采取措施，不要让事故扩大。应先切断电源、移去易燃易爆试剂，再采取适当方法灭火，小火应用湿布或石棉布盖灭，火势较大用灭火器扑救。

常用的灭火器有二氧化碳、四氯化碳、干粉及泡沫等灭火器。

泡沫灭火器：用来扑灭普通可燃物，如生活垃圾、木材、橡胶、衣物和塑料凳燃烧物。

干粉灭火器：用来扑灭可燃性液体、气体、油脂类、油漆和汽油等燃烧物。

二氧化碳灭火器：主要用于扑救贵重设备、档案资料、仪器仪表、600V 以下电气设备及油类的初起火灾。

实验室常用的就是干粉灭火器，使用时，拔下灭火器顶部安全栓，将喷嘴对准着火点，将上手柄下压，干粉喷出。

(3) 腐蚀性与防护措施

腐蚀性化学药品不仅会损伤皮肤和皮下组织，还可能损伤眼睛、呼吸系统和其他组织。具体的防护措施有：戴防护手套和防护眼镜，不穿露脚趾的鞋；腐蚀性化学药品不要放在高过眼睛的地方；使用腐蚀性化学药品之后要用大量的水洗手；药品溅落到皮肤上要立即用大量水冲洗；一旦药品溅落到眼睛，应帮伤者尽快找到洗眼器，冲洗至少 15min，然后找医生进一步诊断和治疗。

通常情况下，腐蚀性化学品接触皮肤等类似情况应立即用大量清水冲洗，再用如下方法处理：

- ① 酸灼伤：眼睛灼伤用 1% NaHCO_3 溶液清洗；皮肤灼伤用 5% NaHCO_3 溶液清洗。
- ② 碱灼伤：眼睛灼伤用 1% 硼酸溶液清洗；皮肤灼伤用 1%~2% 乙酸溶液清洗。
- ③ 溴灼伤：立即用酒精冲洗，再涂上甘油，或敷上烫伤膏。

伤势严重者急救后速去医院。

(4) 中毒与防护

绝大多数有机实验试剂都有不同程度的毒性，对有刺激性或者产生有毒气体的实验，应尽量安排在通风橱，或采用气体吸收装置。有毒或有较强腐蚀性的药品应严格按操作规程取放，不能用手直接拿或接触这类化学药品，不得入口或接触伤口，也不可随便倒入下水道。实验中发现有头晕、头痛等中毒症状，应立即转移到空气新鲜的地方休息，严重者立即送医院。实验结束后，应洗手后再吃东西。

(5) 割伤或烫伤处理

在玻璃仪器的使用和玻璃工操作中，常因操作不当而发生割伤或烫伤现象。

割伤：先取出玻璃片，用蒸馏水或双氧水清洗伤口，涂上红药水，再用纱布包扎；若伤势重，应在伤口上方用纱布包扎，急送医院。如果割伤严重，要先止血，止血常用的方法：举起受伤的手臂，用手压住动脉血管，或用大块纱布直接按压伤口，止血后前往医院处理。

烫伤或被火烧伤：轻伤可用苦味酸饱和溶液洗涤后涂以硼酸凡士林或烫伤膏，重者送医院。

(6) 防爆

在有机化学实验室中，仪器装配不当或操作不当，使用某些易爆物，如过氧化物、芳香族多硝基化合物、叠氮化物等，反应过于猛烈难以控制等会引起爆炸。为防止爆炸事故的发生，应注意以下几点：

- ① 使用易燃易爆物品时，应保持室内空气畅通，严格按照操作规程操作，要特别小心；使用遇水易燃易爆的物质（如钠、钾等）应更加谨慎，切勿违规操作。苦味酸和某些过氧化物（如过氧化苯甲酰）必须加水保存。
- ② 反应过于猛烈时，应适当控制加料速度和反应温度，必要采取冷却措施。
- ③ 使用玻璃仪器时，要先检查玻璃仪器是否有破损。
- ④ 常压操作时，不能在密闭体系内进行加热或反应，要随时检查装置是否堵塞，避免发生意外。
- ⑤ 减压蒸馏时，不能用平底烧瓶、锥形瓶等不耐压容器作为反应瓶或接收瓶。

⑥ 无论是常压蒸馏还是减压蒸馏，均不能将液体蒸干，以免局部过热或产生过氧化物而发生爆炸。

1.1.3 实验废物的处理

在有机化学实验中或实验结束后往往会产生各种固体、液体等废物，为提倡环境保护，遵守国家环保法规，减少对环境的危害，可采取如下处理方法：

- ① 所有实验废物应按固体、液体，有害、无害等分类收集于不同的容器中，对一些难处理的有害废物可送环保部门专门处理。
- ② 少量的酸（如盐酸、硫酸、硝酸等）或碱（如氢氧化钠、氢氧化钾等）在倒入下水道之前必须被中和，并用水稀释。
- ③ 有机溶剂必须倒入贴有标签的回收容器中，并存放在通风橱内。
- ④ 对无害的固体废物，如滤纸、碎玻璃、软木塞、氧化铝、硅胶、干燥剂等直接倒入普通废物箱中，不应与其他有害物质相混；对有害的固体废物应放在贴有标签的广口瓶中。
- ⑤ 对能与水发生剧烈反应的化学品，处理之前要用适当方法在通风橱内分解。
- ⑥ 对可能致癌的物质，处理起来应格外小心，避免与手接触。

1.1.4 实验预习、记录与实验报告

(1) 实验预习

实验预习是做好有机实验的前提。首先要明确实验目的和要求，理解实验原理、了解简要的实验步骤和注意事项，还需要查阅相关化合物的物理常数，熟悉所用试剂的性质和仪器使用方法，用专门的实验记录本书写，实验步骤可以简单归纳。

预习报告的具体要求如下：

一、实验目的	
二、实验原理 合成实验包括主反应、副反应、操作原理（如减压蒸馏）。	
三、主要反应物、试剂及产物的物理常数（查阅手册）	
四、实验装置图	
五、操作步骤 1. 2. 3.	实验时，记录现象
六、注意事项	

(2) 实验记录

完成实验记录是培养学生科学素养的主要途径之一。实验开始前，指导老师会有一段简短而重要的讲解或示范说明，学生要认真记录；实验中做到认真操作，仔细观察，积极思考，并认真记录物料用量、浓度以及观察到的现象，如温度的变化，体系颜色的变化，结晶或沉淀的产生或消失，是否有气体放出等。实验中还应记录产品的性状、熔点或沸点等物化

数据。记录时,要与操作步骤一一对应,内容要简明扼要,条理清楚。记录应该有专门的记录本或记在预习报告本上,不能随便记在一张纸上,实验完毕后,整理记录内容,如实地写到实验报告上。教师将检查记录情况并签字。

(3) 实验报告

在实验课结束后,完成实验报告。必须对实验进行总结,即讨论观察到的现象,整理归纳数据,分析出现的问题等。合成实验还需要计算产率,如果产率过低要分析原因;最后,要对整个实验进行总结,包括在本次实验中学会了哪些操作及学到了哪些安全知识;还有做完实验的体会,以及针对实验中出现问题提出解决办法或此实验有无改进的建议。实验报告是完成整个实验的一个重要组成部分,并且在实验报告中还应完成指定的思考题。

一份完整的实验报告可以反映出学生对本实验的理解深度、解决问题的能力以及文字表达的能力。

实验报告的内容包括下列几项内容:

一、实验目的		
二、实验原理 在合成实验中,一般要写出主反应、副反应、操作原理(如减压蒸馏原理)。		
三、主要试剂及其物理常数(查阅手册)		
四、实验装置图(规范作图)		
五、操作步骤、现象及解释		
操作步骤	现象	现象解释
1. 2. 产品外观,质量	温度的变化,体系颜色的变化,结晶或沉淀的产生或消失,是否有气体放出等,产品的熔点或沸点等	
六、产品性状、熔点或沸点记录、产率计算 $\text{产率} = \frac{\text{实际产量}}{\text{理论产量}} \times 100\%$		
七、实验讨论及总结 总结在本次实验中学会了哪些操作,学到了哪些安全知识,还有哪些需要继续巩固;对实验过程中存在的疑难现象,通过理论学习给予解释;另外对实验中的不当操作或失败进行总结,扬长避短,以确保今后的实验顺利进行;针对实验中出现问题提出解决办法或此实验有无改进的建议。		
八、思考题		

1.1.5 有机化学常用数据库和期刊文献

查阅文献资料是化学工作者的基本功,特别是在科研工作中,通过文献可以了解相关科研方向的研究现状与最新进展,目前与有机化学相关的文献资料已经相当丰富,许多文献如化学辞典、手册、理化数据和光谱资料等,其数据来源可靠,查阅简便,并不断进行补充更新,是有机化学的知识宝库,也是化学工作者学习和研究的有力工具。随着计算机技术与互联网技术的发展,网上文献资源发挥着越来越重要的作用,了解一些与有机化学相关的网上资源对于我们做好有机化学实验是非常有帮助的。文献资料和网络化学资源不仅可以帮助了解有机化合物的物理性质、解释实验现象、预测实验结果和选择正确的合成方法,而且还可使实验人员避免重复劳动,取得事半功倍的实验效果。

化学文献可以分为两大类:第一类是一次文献(原始文献),包括杂志上发表的研究论

文、专利、学位论文和会议论文。第二类是二次文献和三次文献，又可细分为数据库文献，综述和有关化合物性质、毒性和危险性的数据汇编。

Scifinder, Web of Science, Reaxys 是有机化学工作中最常用的数据库。很多高校和科研单位都已购买了使用权，不再计时收费。

(1) Scifinder 数据库介绍

美国化学文摘服务社 (Chemical Abstracts Service, 简称 CAS) 出版物 CA 从 1907 年创刊以来，到目前为止，已收录全世界化学化工领域 98% 的文献资料。其提供形式已经完成从纸本 → 光盘版 → 网络版的转变。CAS 于 1995 年推出了网络版化学资料数据库 SciFinder, SciFinder 中有 7 个数据库，收录了 2700 多万条文摘信息，1000 多万个化学反应，2600 多万种化学物质，并且保持每天更新。

化学文摘 (Chemical Abstract, CA) 由美国化学会出版，是世界上最完整的化学信息来源。Scifinder 是将化学文摘数据库 (Chemical Abstracts Service Databases) 和联机医学文献分析和检索系统 Medline 整合而成便于使用的数据库系统，其中包括：

① Caplus 现有 3900 万条记录，曾从 180 多个国家以 50 余种语言出版的 50000 多种期刊制作过化学索引，目前仍然涵盖着 10000 余种现存期刊，对最重要的 1500 种化学期刊迅速进行分析，覆盖 63 个专利发行机构的专利，各种会议记录、技术报告、图书、学位论文、评论、会议摘要、电子期刊，以及网络预印本等，时间可追溯到 19 世纪早期。

② Registry 现有 8900 万种有机物与无机物，如合金、配合物、矿物混合物、聚合物、盐类等，还有 6500 万个序列，时间可追溯到 19 世纪早期。

③ CASREACT 记录了 1840 年至今的 6000 万余个单步反应和多步反应，以及 1340 万个合成制备。

④ CHEMLIST 从 1980 年至今收集了有关全球重要市场上化学品管制信息的电子书籍，其中收集了 31 万余种化学品。

⑤ CHEMCATS 化学品的来源信息，包括化学品目录手册及图书馆等的供应商的地址、价格等信息，目前已有超过 6500 万条商业化学物质记录，2800 万余种独立 CAS 登记号，来自全球超过 870 家供应商的 980 余种目录。

⑥ MARPAT 包括 104 万条以上的可查询的 Markush 结构，以及超过 428000 条专利记录。

⑦ MEDLINE 截至 2014 年 7 月，共收录 5653 种期刊，引文来自生命科学期刊和在线书籍中的生物医学文献，超过 2300 万条。

化学文摘数据库 (CA Plus and Registry) 每天更新，世界各地新发表的论文或专利在几天到几周内就会出现在 CA 上。杂志上在线发表的新论文在没有印刷时，CA 通常先将电子版进行索引，然后等印刷版出来再进行文献信息更新。CASREACT 每周更新一次

(2) Web of Science 数据库介绍

美国科学信息研究所 (简称 ISI) 推出的 ISI Web of Science 是全球最大、覆盖学科最多的综合性学术信息资源，收录了自然科学、工程技术、生物医学等各个研究领域最具影响力的 8700 多种核心学术期刊。利用 Web of Science 丰富而强大的检索功能——普通检索、被引文献检索、化学结构检索，可以方便快速地找到有价值的科研信息，即可以越查越旧，也可以越查越新，全面了解有关某一学科、某一课题的研究信息。科学引文索

引 (SCI) 是 Eugene Garfield 创制的一个引文索引系统, 从 1964 年开始由科学信息研究所正式出版。

在科学工作中, 引用是相似研究项目的纽带, 根据引用可以找到一致的或有联系的科学文献, 如期刊论文、会议报告、摘要等。科学引文索引就建立在这些纽带关系上, 将已经被引用的出版物列出来, 并标出引用来源。联系所有引用论文就可以确定一篇论文在一个特定领域的影响。用这种方法还可以对当前的趋势、模式和新兴研究领域进行评估。现在可以通过汤森路透持有的在线研究平台 Web of Science 得到科学引文索引。

Web of Science 覆盖自然科学、社会科学、艺术和人文科学各个领域。它是既可以提供文献内容, 还提供查询、分析及管理研究信息的工具。这一多学科研究平台使用户在一个界面上可以同时查询多个数据库。从 2014 年起, Web of Science 的基本数据库被称为 Web of Science 核心合集 (Web of Science Core Collection)。

Web of Science 核心合集收录世界各国影响力最高的 12000 种期刊, 包括公开获取期刊, 以及超过 150000 个会议论文集, 它由七个数据库组成:

① Science Citation Index Expanded 收录 8500 种期刊, 涉及 150 个学科, 时间覆盖范围为 1900 年到现在。

② Social Sciences Citation Index 收录社会科学各学科超过 3000 种期刊, 时间覆盖范围为 1900 年到现在。

③ Arts & Humanities Citation Index 收录艺术和人文科学领域超过 1700 种期刊, 从 1975 年起至现在。

④ Conference Proceedings Citation Index 收录 1990 年至今超过 148000 个科学会议论文集。

⑤ Index Chemicus 记录了超过 260 万个化合物, 时间覆盖范围为 1993 年到现在。

⑥ Current Chemical Reactions Indexes 记录了超过 100 万个反应, 时间覆盖范围为 1986 年到现在。

⑦ Book Citation Index 从 2005 年起已收录超过 30000 种图书。

(3) Reaxys 数据库介绍

Reaxys 给出了数百万种化学结构、反应和性质的信息, 对做合成和化合物鉴定的研究人员而言是很重要的工具, 它还可以用来检索化合物的物理、化学、光谱或毒理性质, 以及生物活性, Reaxys 由 Elsevier 持有。

Reaxys 合并了三个重要的数据源:

① Beilstein 手册。到 1959 年, Beilstein 手册概括了历史上有机化合物和反应知识的核心内容。Beilstein 手册提取了期刊文献中有机化合物结构、反应和性质的确定信息, 涉及的文献可追溯到 18 世纪。Beilstein 手册还选择性地收集了 1920~1980 年间世界各国的一部分有机化学专利。

② Gmelin 手册。到 1975 年, Gmelin 手册是无机化合物和金属有机化合物结构和性质的信息来源, 内容从期刊文献和专利文献中提取, 涉及的文献可追溯到 19 世纪早期。1975 年以后, Gmelin 手册则从一些选定的期刊中部分地、不定期地筛选内容收录。Gmelin 手册文献覆盖范围一直在变动。

③ 专利化学数据库。主要是选择性地从英语化学专利 (US, WO, EP, 1976 至今) 提

取的有机化学信息, 还有 Beilstein 手册和 Gmelin 手册中收录的 1869~1980 年间的专利。

Relays 不是近期文献的全面索引。2010 年后, Beilstein 手册和 Gmelin 手册的期刊合起来覆盖范围增加到 400 余种核心化学刊物。在一本刊物中涉及的内容也是有高度选择性的, 为保证收录内容的可靠, 收录内容的标准是文献可信度高, 而且收录的涉及的是小分子物质。但是, 有机聚合物、多肽、生物分子、混合物等不包括在 Reaxys 中。Reaxys 数据库两周更新一次。

在 Reaxys 中, 可以用 CAS 登记号、化学名称、分子式和结构来查询, 获得一个已知化合物的性质数据和制备方法。

(4) 期刊文献

有机化学文献是前人在化学方面科学研究、生产实践成果的结晶, 在进行有机化学实验前, 学生们需要了解有关实验的所有信息, 其中包括: 实验中所用溶剂的处理方法, 反应物和产物的物理性质、化学性质和谱学规律, 反应合成路线、合成方法以及后处理步骤。因而, 化学文献的查阅是实验和科研工作的重要组成部分, 也是培养学生知识、能力和素质的重要方面, 这里简要介绍几种化学文献的来源和用途。

原始研究论文是定期发表于专业学术期刊上的最重要的第一手信息来源, 一般以全文、研究简报、短文和研究快报形式发表。全文一般刊登重要发现的进展和历史概况、合成新化合物的实验细节和结论。研究简报和研究快报一般刊登一些新颖简要的阶段性结果, 下面列出一些主要的有机化学领域的期刊。

① *Angewandte Chemie, International edition* (应用化学, 国际版), 缩写为 *Angew Chem*。该刊 1888 年创刊 (德文), 由德国化学会主办, 从 1962 年起出版英文国际版, 主要刊登覆盖整个化学学科研究领域的高水平研究论文和综述文章, 是目前化学学科期刊中影响力最高的期刊之一。

② *Journal of the American Chemical Society* (美国化学会会志), 缩写为 *J. Am Chem. Soc.*, 1879 年创刊, 由美国化学会主办, 发表所有化学学科领域高水平的研究论文和简报, 目前每年刊登化学各方面的研究论文 2000 多篇, 是世界上最有影响的综合性化学期刊之一。

③ *Journal of the Chemical Society* (化学会志), 缩写为 *J. Chem. Soc.*, 1848 年创刊, 由英国皇家化学会主办, 为综合性化学期刊。该刊于 1972 年起分 6 辑出版, 其中 *Perkin Transactions* 的 I 和 II 分别刊登有机化学、生物有机化学和物理有机化学方面的全文, 研究简报则发表在另一辑上, 刊名为 *Chemical Communications* (化学通讯), 缩写为 *Chem. Commun.*。

④ *Journal of Organic Chemistry* (有机化学杂志), 缩写为 *J. Org. Chem.*, 1936 年创刊, 由美国化学会主办。该刊初期为月刊, 1971 年改为双周刊, 主要刊登涉及化学学科领域高水平的研究论文的全文、短文和简报。全文中有比较详细的实验步骤和实验结果。

⑤ *Tetrahedron* (四面体) 由英国牛津 Pergamon 出版, 1957 年创刊, 1968 年改为半月刊, 是迅速发表有机化学方面权威评论与原始研究通讯的国际性杂志, 主要刊登有机化学各方面的最新实验与研究论文, 多数以英文发表, 也有部分文章以德文或法文刊出。

⑥ *Tetrahedron Letters* (四面体快报), 简称 TL, 由英国牛津 Pergamon 出版, 是迅速发表有机化学领域研究通讯的国际性刊物, 1959 年创刊, 初期为不定期出版, 1964 年改为

周刊。该刊文章可以英文、德文或法文发表，一般每期刊 24 页篇幅，主要刊登有机化学家感兴趣的通讯报道，包括新概念、新技术、新结构、新试剂和新方法的简要快报。

⑦ Synthetic Communications (合成通讯)，缩写为 Syn. Commun.，是美国 Dekker 出版的国际有机合成快报刊物，1971 年创刊，原名为 Organic Preparations and Procedures，双月刊。该刊 1972 年改为现名，每年出版 18 期，主要刊登合成有机化学有关的新方法、试剂的制备与使用方面的研究简报。

⑧ Synthesis (合成) 是德国斯图加特 Thieme 出版的有机合成方法学研究方面的国际性刊物，1969 年创刊，月刊，主要刊登有机合成化学方面的评述文章、通讯和文摘。

⑨《中国科学》化学专辑，由中国科学院主办，1950 年创刊，最初为季刊，1974 年改为双月刊，1979 年改为月刊，有中、英文版。1982 年起，该刊中、英文版同时分 A 和 B 两辑出版，化学在 B 辑中刊出，从 1997 年起，《中国科学》分成 6 个专辑，化学专辑主要反映我国化学学科各领域重要的基础理论方面的和创造性的研究成果。

⑩《化学学报》由中国化学会主办，1933 年创刊，原名为 Journal of the Chinese Society，1952 年改为现名，编辑部设在中国科学院上海有机化学研究所，主要刊登化学学科基础应用、基础研究方面的创造性研究论文的全文、研究简报和研究快报。

⑪《高等学校化学学报》是教育部主办的化学学科综合学术性刊物，1964 年创刊，1966 年后停刊，1980 年复刊。该刊有机化学方面的论文由南开大学编辑部负责审理，其他学科的论文由吉林大学负责审理，该刊主要刊登我国高校化学学科各领域创造性的研究论文的全文、研究简报和研究快报。

⑫《有机化学》由中国化学会主办，1980 年创刊，编辑部设在中国科学院上海有机化学研究所，主要刊登我国有机化学领域的创造性的研究综述、全文、研究简报和研究快报。

1.2 有机化学实验常用的玻璃仪器及设备

了解实验所用的仪器及设备的性能、正确使用的方法和如何保养，是对每一位实验者最基本的要求。有机实验室广泛使用标准磨口玻璃仪器，由于仪器口塞尺寸的标准化、系统化，磨砂密合，凡属于同种规格的接口，均可任意连接，各部件能组装成各种配套仪器。

1.2.1 常用玻璃仪器及使用规范

(1) 常用的标准口玻璃仪器

常用的标准口玻璃仪器见图 1-1。

使用标准口玻璃仪器时必须注意以下几个方面。

- ① 磨口必须洁净，若有固体物，则磨口对接不密导致漏气；若杂物很硬，则更会损坏磨口。
- ② 用后应立即拆卸洗净，特别是经过高温加热的磨口仪器。一旦停止反应，应先移去火源，然后立即活动磨口处，否则若长期放置，磨口的连接处常会粘牢，不易拆开。
- ③ 磨口仪器使用时，一般不需要涂润滑剂，以免沾污反应物或产物。
- ④ 锥形瓶不耐压，不能用于减压蒸馏。
- ⑤ 安装标准磨口玻璃仪器装置时，应注意要整齐、正确，使磨口连接处不受歪斜的应力，否则容易将仪器折断。