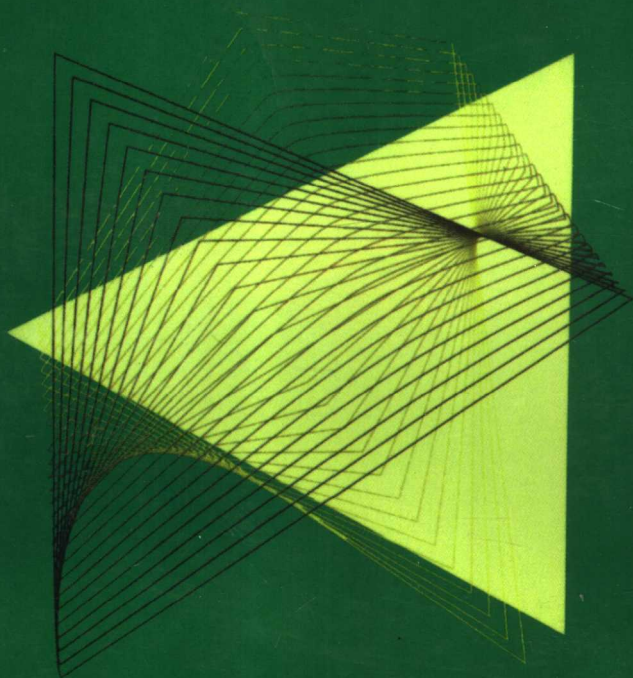


高等医学院校教材

医用有机化学实验指导

于秋泓 岳京立 贾云宏 主编



中国科学技术出版社

高等医学院校教材

医用有机化学实验指导

于秋泓 岳京立 贾云宏 主编

中国科学技术出版社

·北 京·

图书在版编目(CIP)数据

医用有机化学实验指导/于秋泓,岳京立,贾云宏主编. —北京:
中国科学技术出版社,2006.8

高等医学院校教材

ISBN 7-5046-4472-2

I. 医… II. ①于… ②岳… ③贾… III. 医用化学-有机化学-化学实验-医学院校-材料 IV. R313-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 091323 号

自 2006 年 4 月起本社图书封面均贴有防伪标志,未贴防伪标志的为盗版图书

中国科学技术出版社出版

北京市海淀区中关村南大街 16 号 邮政编码:100081

电话:010-62103210 传真:010-62183872

<http://www.kjpbooks.com.cn>

科学普及出版社发行部发行

迪鑫印刷厂印刷

开本:787 毫米×1092 毫米 1/32 印张:11.625 字数:373 千字

2006 年 8 月第 1 版 2006 年 8 月第 1 次印刷

印数:1—5500 册 定价:22.00 元

(凡购买本社的图书,如有缺页、倒页、
脱页者,本社发行部负责调换)

前 言

医用有机化学实验指导一书是在参考其他实验教材并经过我们多年实践的基础上,为了配合同学们更好地学习《有机化学》而编写的。经多年教学实践证明,本书内容可行,专业针对性较强,并突出了基本技能训练。

全书共分为上下两篇,上篇为医用有机化学实验,分为五个部分,包括基本操作及物理常数测定,有机化合物的性质、有机合成、天然有机化合物、模型作业,每个实验按目的、原理、仪器与药品、实验步骤、实验记录、数据处理、思考题等顺序编写,对于典型仪器的原理与正确使用方法及实验中应该注意的问题,单独以附录形式附在每个实验后面加以介绍,以便查阅。根据多年的教学经验对于实验中的重点和难点问题都在实验后以注的方式加以强调并附有思考题。下篇为学习指导。包括各章要点小结、习题及参考答案。

由于编者水平有限,时间仓促,恳请使用本书的师生提出宝贵意见。

编 者
2006 年 5 月

编辑委员会

主 编 于秋泓 岳京立 贾云宏
副主编 鄂义峰 陈连山 赵延清 崔洪雨
编 委 (按姓氏笔画为序)
丁杨栋 王玉华 方 芳 冯 宇
刘佳川 李东辉 李华侃 汪 敏
张 洋 赵 杰 赵桂芝 柳 越
郭喜良 康剑锋 穆 伟
插 图 王玉华

责任编辑 胡 萍
责任校对 林 华
责任印制 安利平

目 录

上篇 医用有机化学实验	(1)
有机化学实验须知	(1)
实验室安全	(2)
第一部分 基本操作及物理常数测定	(6)
基本操作	(6)
实验一 常压蒸馏	(12)
实验二 水蒸汽蒸馏	(21)
实验三 减压蒸馏	(28)
实验四 熔点测定	(32)
实验五 沸点测定	(37)
实验六 折光率测定	(39)
实验七 旋光度测定	(45)
实验八 萃取(一)(液—液萃取)用二氯甲烷 萃取苯甲酸	(49)
实验九 萃取(二)(液—固萃取)茶叶中咖啡 因的萃取和分离	(55)
实验十 柱色谱及薄层色谱	(59)
实验十一 纸上层析	(66)
实验十二 苯甲酸的重结晶	(70)

第二部分 有机物的化学性质	(72)
实验十三 元素定性分析	(72)
实验十四 开链烃的性质	(76)
实验十五 芳香烃的性质	(78)
实验十六 卤代烃的性质	(80)
实验十七 醇、酚、醚的性质	(83)
实验十八 醛、酮的性质	(86)
实验十九 羧酸及复合功能基羧酸的性质	(89)
实验二十 含氮有机化合物的性质	(95)
实验二十一 脂类的性质	(100)
实验二十二 碳水化合物的性质	(103)
实验二十三 氨基酸及蛋白质溶液的性质	(107)
实验二十四 未知有机物的鉴别	(115)
第三部分 有机合成	(117)
实验二十五 溴乙烷的制备	(117)
实验二十六 1-溴丁烷的制备	(120)
实验二十七 苯甲酸的制备	(123)
实验二十八 乙酸异戊酯的制备	(126)
实验二十九 乙酰苯胺的合成	(128)
实验三十 邻、对硝基苯酚的制备	(131)
实验三十一 苯胺的制备	(133)
实验三十二 对硝基苯胺的制备	(135)
实验三十三 乙酰水杨酸的制备	(138)
实验三十四 磺胺的制备	(140)
实验三十五 甲基橙的制备	(144)
实验三十六 人发水解制备胱氨酸	(147)

第四部分 天然有机化合物	(150)
实验三十七 甲壳素与壳聚糖的制备	(150)
实验三十八 从黄连中提取黄连素	(152)
实验三十九 从橙皮中提取柠檬烯	(154)
实验四十 菠菜中色素的提取和分离	(157)
实验四十一 类胡萝卜素的提取	(160)
实验四十二 从红辣椒中分离红色素	(163)
第五部分 模型作业	(167)
 下篇 学习指导	 (182)
(一)各章要点小结	(182)
(二)各章习题和习题参考答案	(213)

上篇 医用有机化学实验

有机化学实验须知

有机化学实验课的目的,是为了使学生通过做实验,进一步掌握有机化合物的主要性质、结构以及结构与性质之间的密切关系,掌握有关的有机化学基本操作技能,培养观察、记录和处理实验结果的能力以及实事求是的科学作风,为学习后继课程和将来参加科学研究工作打下一定的基础。为此,要求每个学生必须做到以下几点。

(1)实验前必须认真预习实验内容,以了解实验原理、操作步骤和方法,写出预习提纲,做到心中有数。

(2)实验开始前应检查仪器是否完好无损,装置是否正确稳妥,要征求指导教师同意后,才可进行实验。

(3)实验过程中要保持肃静,集中精力,正确操作,仔细观察,如实记录,积极思考,科学的使用时间,独立完成各项实验内容。

(4)实验中要做到整洁有序,保持水槽、桌面、仪器、地面的整洁。要自觉养成爱护仪器、节约药品的良好习惯。遵守实验室的各种制度,注意安全。

(5)完成实验后应将仪器洗涮干净,放回原来位置,并整理好桌面和试剂架上的药品。经指导教师检查合格后,方可离开实验室。

(6)实验结束后,应根据实验记录写成实验报告,及时交给指导教师。

实验报告是每次实验的总结,它反映每个学生的实验水平,必须严肃认真如实地撰写。

现将性质实验与合成报告内容及格式介绍如下,供同学参考。

有机化合物性质实验报告:

实验× × × × 的性质

项目	实验步骤	现象	主要反应式	结论或解释

有机合成实验报告:

实验× × × × 的制备

- (一)主要反应式
- (二)实验所用药品及用量
- (三)反应装置图
- (四)实验步骤与现象(用实验流程图表示)
- (五)实验结果
- (六)计算理论产量与产率
- (七)讨论

实验室安全

有机化学实验所用的药品很多是有毒、易燃、易爆物品,具有腐蚀性和刺激性,存在着不安全因素,偶尔不慎,便会造成火灾、爆炸、触电、割伤、烧伤或中毒等事故,但是这些事故是可以预防的,只要在操作时,认真、严格地遵守操作规程,就可以避免发生事故。为了预防和处理危险事故,应熟悉有

关实验室安全的基本知识。

一、火灾的预防及处理

1. 预防

(1)使用易燃溶剂如苯、乙醚、丙酮、石油醚、二硫化碳或酒精等时,应远离火源。蒸馏易燃的药品时切勿漏气。

(2)回流或蒸馏溶液时,应在蒸馏瓶中加入沸石,以免溶液冲出。若在加热后发现未放沸石,则应待其冷却后再放入,以防止瓶中物外冲。

(3)回流或蒸馏易着火的液体时,不能直火加热,应使用水浴或油浴,冷凝管要保持冷水通畅。

2. 处理

(1)在烧杯、蒸发皿或其他容器中的液体着火时,如是小火,可用玻璃板、瓷板、石棉网或木板覆盖,即可使火熄灭。

(2)如果燃着的液体洒在地面或桌面上,应用干燥细砂扑灭;着火液体如系比重比水小的有机溶液(如苯、石油、醚等),切勿用水扑救。较大的火应用灭火器。

(3)扑灭燃着的钠或钾时,千万不要用水,通常应使用干燥的细砂覆盖。

二、爆炸的预防

(1)在含有气体的容器中的空气没有除尽时,切勿点燃逸出的气体如乙烯、乙炔等,因为这些气体与空气混和后被点燃时会发生爆炸。

(2)对于易燃易爆的固体,如乙炔的金属盐、苦味酸、苦味酸的金属盐、三硝基甲苯等切勿敲击或重压,以免发生爆炸,其少量残渣不准乱丢,应放在水槽中用自来水冲去。

(3)进行常压蒸馏时,蒸馏装置应有一定的出口通向大

气,否则会因蒸馏系统内气压的增加而发生爆炸。

三、触电的预防

电器设备使用前应检查是否漏电,若遇轻微电击现象,应立刻断绝电源、检修仪器。使用电器时,应注意手、衣服和电器四周是否干燥。如电器已被水潮湿,应擦干后使用。

四、割伤的预防及处理

1. 预防

(1)玻璃管的锋利边缘,必须用火烧成平光后方可使用。

(2)将玻璃管插入软木塞或橡皮塞中时,将玻璃管沾少许水,然后缓缓旋转插入,防止折断割伤。

(3)试剂瓶、量筒和表面玻璃等仪器绝不可用灯火加热。热的玻璃仪器也不可突然触及冷的表面或冷水。否则将引起破裂,容易造成伤害。

2. 处理

皮肉割伤时应先用消毒的镊子把伤口中的玻璃屑取出,取鞣酸水或双氧水洗涤后涂上红药水,然后用纱布包扎。若割伤较大,流血不止,应紧按血管,急送医疗单位医治。

五、烧伤的预防及处理

1. 预防

(1)处理热的物件和具有腐蚀性的化学药品时应非常小心,勿使其与身体任何部位直接接触。

(2)将盛有液体的试管加热或煮沸时,管口不得朝向自己或旁人;在加热或反应进行过程中,不得接近试管口或烧瓶口往下观察反应物。

(3)将浓酸或浓碱溶液加热或进行钠熔等操作时,均应带上护目镜。

(4)切勿倾水入酸,特别在稀释浓硫酸时,必须将酸分次注入水中,同时加以搅拌。

2. 处理

(1)若烧伤比较严重(如皮肤变棕或变黑,烧伤面积较大等),均应先以消毒纱布敷贴伤处,立即送医院治疗。

(2)轻微的灼伤可涂以苦味酸药膏或含有鞣酸的凡士林。

(3)皮肤被酸侵蚀时,立即用水冲洗,然后用饱和碳酸氢钠溶液洗涤,最后用水冲洗。

(4)皮肤被碱侵蚀时,立即用水冲洗,然后用醋酸溶液洗涤,最后用水冲洗。

(5)溴或苯酚滴在皮肤上时,可用酒精洗去,再在伤处涂上甘油。

(6)眼睛被酸侵蚀时,应立即用水清洗,然后用洗眼杯盛3%碳酸氢钠溶液洗涤,再用水洗涤。

(7)眼睛被碱侵蚀时,应立即用水冲洗,然后再用洗眼杯装饱和的鞣酸水溶液或0.5%醋酸溶液洗涤,继以碳酸氢钠溶液洗涤,最后再用水洗涤一次。

六、中毒的预防

中毒主要是吸入有毒的气体或误服有毒物质所引起,但有毒物也可能从割伤或烧伤的皮肤处渗入人体。为防止中毒,应注意下列各点。

(1)有毒药品应妥善保管,不准乱放,其残渣不准乱丢。

(2)勿让有毒药品沾及五官或伤口。

(3)实验完毕后立即洗手。

(4)在实验过程中遇头晕、乏力、面色苍白等现象,可能是因为有机物中毒所致,应立即就医诊断。

(于秋泓)

第一部分 基本操作及物理常数测定

基本操作

一、仪器的清洗、干燥和塞子的配制

1. 仪器的洗涤

实验所用仪器的洁净程度,直接影响着实验的准确性。因此,学生首先要学会洗净及干燥仪器的方法,并养成每次实验完后立即清洗仪器的习惯。

最简单而常用的清洗玻璃仪器的方法是用试管刷和去污粉刷洗容器壁,直到污物除去为止,最后再用自来水冲洗。当仪器倒置,器壁不挂水珠时,即已洗净;若仍然有少许污物,则可用洗液洗涤。但应注意,用洗液时不能用刷子,不能用洗液洗涤含有乙醚的仪器,因为乙醚遇到洗液就要发生猛烈的爆炸,应千万注意。如果用洗液洗涤仍不能干净,则用发烟硝酸充满,放置过夜后冲洗。

仪器经过上述洗涤后,可以满意地用于有机操作。但如果用于精制产品或供有机分析用的仪器,则最后还得用蒸馏水冲洗以除去洗涤水所带来的杂质。

2. 仪器的干燥

仪器的干燥与否有时甚至是实验成败的关键。一般将洗净的仪器倒置一段时间后,若没有水迹,即可使用,有些实验须严格要求无水,否则影响反应的正常进行,这时可将所

使用的仪器放在烤箱中烘干。

在任何情况下都不准许用煤气灯火焰直接去烤仪器。因为这样容易造成仪器炸裂。

3. 塞子的配置

有机化学实验仪器上塞子的配置,一般采用软木塞为宜,因为橡皮塞可被普通的有机溶剂(如乙醚、苯、烃的卤代物等)溶蚀而胀大。但在要求密封的实验中,如减压蒸馏时就必须用橡皮塞以防漏气。

塞子的大小应恰与烧瓶或冷凝器等的颈口相适合,塞子进入瓶颈的部分不能少于塞子本身高度的 $\frac{1}{3}$,也不能多于 $\frac{2}{3}$ (图1)。

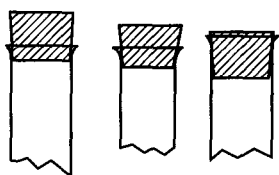


图1

塞子的钻孔:软木塞在钻孔前应在压塞器内压紧以防止在钻孔时塞子裂开。钻孔的大小应保证管子或温度计等插入后不会漏气,所以对软木塞来说,钻孔器的口径就应略小于所装管子的口径。钻孔时钻孔器应垂直均匀转入,当钻至塞子的 $\frac{1}{2}$ 时,就从塞子的另一面对准钻入,这样可以使塞子不致裂开。在钻橡皮塞时,选择钻孔器的口径应与管子的口径大致相等,钻孔器的前部最好敷以凡士林,以使其容易钻入。当插入玻璃管或温度计时,有时可用圆锉事先将塞子的孔洞修光,再在玻璃管(包括冷凝器、蒸馏瓶的侧管)或温度计表面敷以甘油或水,一手握于离孔1~2寸之处(千万不要离得太远,否则极易折断而造成割伤),另一手则紧握塞子,然后逐渐旋转插入。

二、玻璃管的加工

在化学实验中,经常要使用玻璃管和橡皮管将仪器连接成所需要的仪器装置。因此,有必要学会一些玻璃管加工的基本操作。

1. 玻璃管的截断

取一长玻璃管,用三角锉刀(或砂锉刀)在欲切断的地方划一痕迹,向一个方向锉一次,不要来回锉。折断玻璃管时,只要用两手的拇指抵住锉痕的背面,再稍用拉力和弯折的合力,就可以使玻璃管断开(图2,如果在锉痕上用水沾一下,则玻璃管易断开)。断开处应整齐。

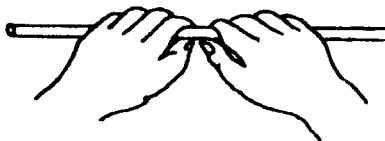


图 2

玻璃管截断面很锋利,容易割破皮肤或橡皮管,故必须在火焰中烧光滑,把管的截断面斜放在氧化焰的边缘,不断转动玻璃管(注意被烧的玻璃管口端朝上,否则烫手)烧到微红,就可使截断面变光滑。不要烧得太久,否则管口要缩小。

2. 弯玻璃管

取一根玻璃管,将要弯曲的部分先在弱火焰中将管烘热,调节煤气灯,使成强火焰,然后将玻璃管置于氧化焰中,为加宽玻璃管的受热面可在煤气灯上套上一个扁灯头(鱼尾灯头),或将玻璃管斜放在氧化焰中加热。加热玻璃管时,为了使其受热均匀,必须把玻璃管朝一个方向不断缓慢旋转

(图3)。当玻璃管烧红变软时,立刻从火焰中取出,然后轻轻地弯成一定角度(注意不应在火焰中弯玻璃管),热的玻璃管应放在石棉网上,防止烫坏桌面。

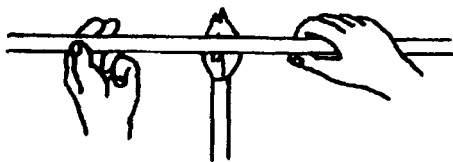


图 3

3. 拉玻璃面

将一内径约 8mm 的玻璃管以蒸馏水洗净、烘干,按上法在火焰上加热。玻璃管受热部分需 2~3cm。将玻璃管烧红致使变得很软时,立即将玻璃管自火焰中取出,两手向左右平拉。

开始较慢(因为太快会拉成太细的毛细管),随即加快,拉到毛细管内径为 1mm 左右。将所拉成的毛细管选其合用部分,用锋利的碎瓷片在 6~7cm 的长度上轻轻一划,并将划痕向外,稍向外用力,同时左右轻拉,毛细管即折断,将截断的毛细管在小火的边缘处加热数秒钟,并同时转动,使其封闭。注意加热时间不能太长,否则毛细管受热一端会形成玻璃珠或变成弯曲的形状。将这样制成的几个毛细管留作测定熔点用(注意不要用手摸毛细管口,防止污染,否则熔点得不到准确结果)。

三、特殊试剂的配制

1. 卢卡斯(Lucas)试剂

取 34g 熔融过的无水氯化锌溶解在 23mL 浓盐酸(比重 1.18)中,配制时须加以搅动,并把容器放在冷水浴中冷却,以防氯化氢逸出。约得 35mL 溶液,放冷后,存于玻璃瓶中,