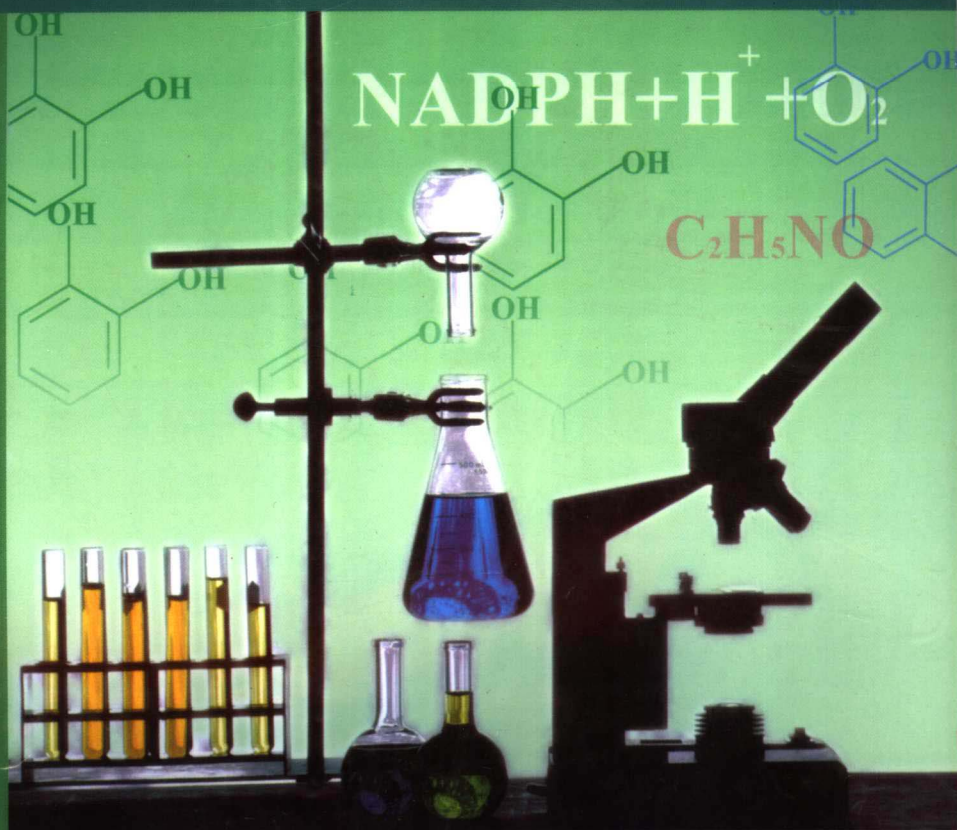


普通高等院校基础课使用教材

马柏林 周文明 主编

YOUJI HUAXUE SHIYAN



有机化学 实验

西北农林科技大学出版社

普通高等院校基础课使用教材

有机化学实验

主 编 马柏林 周文明

副主编 王俊儒 汪玉秀

编 者 马柏林 周文明 王俊儒 汪玉秀
张 涛 麻妙锋 张继文 杨新娟
李文闯 杨征敏 王 磊

西北农林科技大学出版社

内 容 提 要

本书是根据高等农林院校有机化学实验教学基本要求编写的,全书分为有机化学实验基础知识、有机化学实验操作的基本原理和技术、有机化合物的合成、天然有机化合物的提取与分离、有机化合物的鉴定五部分。书末附有一些常用的数据和一些相关知识。本书可作为高等农林院校农、林、水及生物等相关的有机化学实验教材,也可供相关专业的科研人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/马柏林等主编. —杨凌:西北农林科技大学出版社,2003.10
ISBN 7-81092-057-X

I. 有... II. 马... III. 有机化学—化学实验 IV. O62—33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2003)第 089632 号

有机化学实验

主编 马柏林 周文明

出版发行	西北农林科技大学出版社		
地 址	陕西杨凌杨武路 3 号	邮 编	712100
电 话	总编室 029-87093105	发行部	87093302
电子邮箱	press0809@163.com		
印 刷	西北农林科技大学印刷厂印刷		
版 次	2003 年 10 月第 1 版		
印 次	2004 年 8 月第 2 次印刷	印 张	10
开 本	787×1092 1/16	字 数	231 千字

ISBN 7-81092-057-X/O·1

定价: 13.80 元

本书如有印装质量问题,请与本社联系

前 言

有机化学实验是高等农林院校农学、林学、生物、食品、植保、园林、园艺、环境科学、动物医学及动物科学等相关专业的一门重要基础课,有机化学实验教学对于人才的综合素质培养有着重要的意义。为了适应科学的发展和教学改革的要求,我们在近几年教学实践的基础上,对有机化学实验教材的改革做了初步尝试。

本书是根据高等农林院校有机化学实验教学基本要求,并参考兄弟院校有机化学实验方面的教材以及我校有机教研室任课教师多年从事教学和科研实践所积累的有关资料编写而成。编写过程中充分考虑到农林院校的特点,在保证教材系统性、完整性和科学性的基础上,精选实验内容,重点介绍有机化学实验基本操作的原理、技术及综合运用。

本书第一部分为有机化学实验基础知识,详细介绍了实验室安全知识,实验室常用仪器,实验报告的书写及有机化学文献的查阅。第二部分为有机化学实验操作的基本原理和技术,重点讨论了有机化学的实验方法和常用的分离纯化技术,将重要基本操作单独安排实验。第三部分为有机合成实验,选择了10个有代表性的化合物的合成,对重要的基本操作在制备实验中反复应用。第四部分为天然产物的提取与分离,选择了5种常见植物(茶叶、烟叶、辣椒、槐米及丁香)作试材,有利于提高学生的学习兴趣。第五部分为有机化合物的鉴定,包括化学鉴定和光谱鉴定。

本书是由西北农林科技大学有机化学教研室的教师编写的,参加编写的人员有马柏林、周文明、王俊儒、汪玉秀、张涛、麻妙锋、张继文、杨新娟、李文闯、杨征敏、王磊等同志。在编写过程中,西北农林科技大学有机化学教研室的朱玮教授、马希汉教授、张玉林教授、周乐教授提出了许多宝贵意见和建议,在此一并致谢。

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

2003年8月

目 录

1	有机化学实验基础知识	1
1.1	有机化学实验的目的和要求	1
1.2	有机化学实验室规则	1
1.3	实验室安全	2
1.4	实验室常用仪器	5
1.5	玻璃仪器的洗涤和干燥	6
1.6	实验预习、记录和实验报告	6
1.7	手册的查阅和有机化学文献简介	8
2	有机化学实验操作的基本原理和技术	12
2.1	简单玻璃工操作和塞子的配置	12
2.2	有机化学实验基本操作技术	15
2.3	物理常数的测定	21
	实验一 熔点的测定	22
	实验二 沸点的测定	26
	实验三 折光率的测定	27
	实验四 旋光度的测定	30
2.4	有机化合物分离与纯化技术	34
	实验五 普通蒸馏	34
	实验六 减压蒸馏	38
	实验七 简单分馏	44
	实验八 水蒸气蒸馏	49
	实验九 重结晶及过滤	53
	实验十 萃取和洗涤	57
	实验十一 升 华	62
2.5	色谱分离、分析技术	65
	实验十二 薄层色谱法	65
	实验十三 吸附柱色谱	72
	实验十四 纸色谱	77
	实验十五 气相色谱	80
	实验十六 高效液相色谱	87
3	有机化合物的合成	93
	实验十七 叔丁基氯的合成	93
	实验十八 正溴丁烷的合成	94

实验十九	环己烯的制备	95
实验二十	乙酸乙酯的合成	96
实验二十一	乙酰水杨酸的合成	97
实验二十二	苯乙酮的合成	98
实验二十三	肉桂酸的合成	100
实验二十四	邻硝基苯酚和对硝基苯酚	101
实验二十五	己二酸的制备	103
实验二十六	苯甲醇和苯甲酸的制备	104
4	天然有机化合物的提取与分离	106
实验二十七	烟草中烟碱的提取	106
实验二十八	茶叶中咖啡因和茶多酚的提取	109
实验二十九	槐米中芦丁的提取	112
实验三十	丁香油的提取与鉴定	114
实验三十一	辣椒红素和辣椒素的提取	117
5	有机化合物的鉴定	121
5.1	有机化合物的性质鉴定	122
实验三十二	烯烃、炔烃的性质	122
实验三十三	卤代烃的性质	125
实验三十四	醇、酚的性质	126
实验三十五	醛、酮的性质	128
实验三十六	羧酸及其衍生物的性质	129
实验三十七	糖的性质	132
实验三十八	蛋白质的性质	133
实验三十九	未知物的鉴定	136
5.2	有机化合物的光谱测定	136
实验四十	红外光谱	136
实验四十一	核磁共振谱	141
附 录		145
1	常见元素的相对原子质量	145
2	常用酸碱溶液相对密度及组成表	145
3	常用有机溶剂的沸点、密度	148
4	水在常见有机溶剂中的溶解度	148
5	一些特殊化学试剂的配制	149
6	常用有机溶剂的精制	151
主要参考文献		154

1 有机化学实验基础知识

1.1 有机化学实验的目的和要求

有机化学实验是一门以实验为基础的技术性课程,有机化学实验教学是有机化学教学的重要组成部分。其目的是通过实验,使学生在实验原理、实验技术和实验方法等方面得到全面系统的科学训练;让学生在实验过程中掌握仪器设备的正确使用和操作技巧,养成良好的实验作风与习惯;培养学生严肃认真、实事求是的科学态度和良好的实验素养;提高学生的动手能力,发现问题、分析问题和解决问题的能力及独立工作的能力,为有关的后续课程和科研生产打下良好的基础。为了学好有机化学实验,实验前,必须认真预习要做的实验内容,了解实验基本原理和基本要求,熟悉基本操作技术要领和注意事项;实验中,要认真操作、仔细观察、详细记录,对每一步操作,要了解其目的、用途,对实验现象,要了解其产生的原因;实验后,要认真完成实验报告。

1.2 有机化学实验室规则

为了保证实验的正常进行和培养良好的实验室作风,学生在实验时必须遵守下列实验室规则:

1. 实验前应做好一切准备工作,如复习教材中有关的章节,预习实验指导书等,做到心中有数,防止做实验时边看边做,降低实验效果。另外还要充分考虑事故的发生和发生后所采取的安全措施。

2. 进入实验室时,应熟悉实验室及其周边的环境,熟悉灭火器材、急救药箱放置的地方和使用方法。严格遵守实验室的安全守则和每个具体实验操作中的安全注意事项。如有意外事故发生应及时报告指导教师。

3. 实验中应保持安静,遵守纪律。实验时,精神要集中、操作要认真、观察要细致、思考要积极。不得擅自离开实验位置;要安排好时间;要如实地认真做好实验记录,不准用散页纸记录,以免丢失。

4. 遵从老师的指导,严格按照实验指导书所规定的步骤、试剂的规格和用量进行实验。学生若有新的见解或建议需改变实验步骤、试剂的规格和用量时,须征得指导教师的同意。

5. 实验台面和地面要经常保持整洁,暂时不用的器材不要放在桌面上,以免碰倒损坏。污水、污物、残渣、火柴梗、废纸、塞芯、坏塞子和玻璃碎屑等,应分别放入指定的地方,不要乱抛乱丢,更不得丢入水槽,以免堵塞下水道;废酸和废碱应倒入指定的缸中,不得倒入水槽内,以免损坏下水道。

6. 要爱护公物。公共器材用完后,必须整理好并放回原处。如有仪器损坏要办理登记

换领手续。要节约水、电、灯用酒精及消耗性药品,严格控制药品的用量。

7. 实验结束后,将个人实验台面打扫干净,经指导教师检查、签字后方可离开。值日生应负责整理公用器材,打扫实验室,检查水、电、气阀是否关闭。做完值日后,应请指导教师检查、签字。

1.3 实验室安全

有机化学实验经常使用各种各样的化学药品。而许多化学药品具有易燃、易爆和有毒等危险性质。如果在使用和保存过程中稍不注意,就会发生燃烧、爆炸和中毒事故。但这些危险是可以预防的,只要实验者思想集中、严格执行操作规程、加强安全措施,就一定能有效地维护实验室的安全,使实验正常进行。因此,必须重视安全操作,熟悉一般安全常识并切实遵守实验室的安全守则。

1.3.1 实验室安全守则

1. 实验开始前,应检查仪器是否完整无损,装置是否正确稳妥,在实验指导教师同意后,方可进行实验。

2. 实验进行时,不准随便离开岗位,要经常注意反应进行的情况和装置有无漏气、破裂等现象。

3. 当进行有可能发生危险的实验时,要根据实验情况采取必要的安全措施,如戴防护眼镜、面罩或穿防护服等。

4. 充分熟悉安全用具,如灭火器材、砂箱以及急救药箱的放置地点和使用方法,并妥善保管。安全用具和急救药箱不准移作它用。

5. 实验结束后要仔细洗手。

6. 严禁在实验室内吸烟,严禁将食物带进实验室

1.3.2 实验室事故的预防

1. 火灾的预防

实验室中使用的有机溶剂大多数是易燃的,着火是有机实验室常见的事故。防火的基本原则有下列几点,必须充分注意。

(1)在操作易燃的溶剂时要特别注意下面几点:①远离火源;②易燃溶剂不得放在广口容器如烧杯内明火加热,而应在水浴中加热,且不得密闭容器。否则,会造成爆炸;③当附近有露置的易燃物质时,切勿点火。

(2)在倾倒、量取、过滤易燃溶剂时,应在无火焰环境中或至少远离火焰处3米以外的下风口处操作。否则,溶剂蒸气会随风扩散到火焰处而着火。

(3)蒸馏易燃的有机物时,装置不能漏气,如发现漏气时,应立即停止加热,检查原因。从蒸馏装置接受瓶出来的尾气的出口应远离火源。

(4)回流或蒸馏易燃低沸点液体时,瓶内液量最多只能装至半满;严禁直接加热;加热前应放数粒沸石、素烧瓷片,或一端封口的毛细管,以防止暴沸。若在加热后发觉未放入沸石时,决不能急躁,不能立即揭开瓶塞补放,而应停止加热,待被蒸馏的液体冷却后再行加

入。否则,会因暴沸而发生事故;加热速度宜慢不宜快,避免局部过热。总之,蒸馏或回流易燃低沸点液体时,一定要谨慎从事,不能粗心大意。

(5)用油浴加热时,应注意避免冷凝用水溅入热油浴中。因为如果水溅入油浴,会使油浴外溅,外溅的油滴到热源上,容易引起火灾。通常橡皮管套进冷凝管的侧管不紧密而漏水,或者开动水阀太快、水流过猛而从橡皮管中冲出来,都是造成火灾的直接原因。所以要求橡皮管套进冷凝管的侧管时要很紧密,开动水阀时应使水缓慢通入冷凝管中。

(6)处理大量可燃性液体,应在通风橱中或在指定地方进行,室内应无火源。

(7)不得把燃着或者带有火星的火柴梗或纸条等乱抛乱掷,也不得丢入废物缸中

2. 爆炸的预防

在有机化学实验室,一般预防爆炸的措施如下:

(1)蒸馏、回流或反应装置一般不能密闭。

(2)切勿使易燃易爆的气体接近火源,有机溶剂如乙醚和汽油类物质的蒸气与空气相混时极其危险,可能会因一个热的表面或者一个火花、电花而引起爆炸。

(3)使用乙醚时,必须检查有无过氧化物存在,如果发现有过氧化物存在,应用硫酸亚铁等除去后,才能使用。

(4)对于易爆炸的固体,如重金属乙炔化物、苦味酸金属盐、三硝基甲苯等都不能重压或者撞击。否则,容易引起爆炸,其残渣必须小心销毁。

(5)卤代烷勿与金属钠接触,以免发生爆炸。

3. 中毒的预防

(1)有毒药品应认真操作,妥为保管。实验中所用的剧毒物质应有专人负责收发,并向使用者提出必须遵守的操作规程。实验后的有毒残渣必须作妥善而有效的处理,不准乱丢。

(2)有些有毒物质会渗入皮肤,因此,接触这些物质时必须戴橡皮手套,操作后立即洗手,切勿让毒品沾及五官或伤口。例如,氰化钠沾及伤口后就随血液循环至全身,严重者会造成死亡。

(3)在反应过程中有可能生成有毒或有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行,使用后的器皿应及时清洗。在使用通风橱时,实验开始后不要把头伸入橱内。

4. 触电的预防

使用电器时,应防止人体与电器导电部分直接接触。不能用湿手或手握湿的物体接触电源插头。为防止触电,装置和设备的金属外壳都应连接地线。实验后应先切断电源,再将连接电源插头拔下。

1.3.3 事故的处理和急救

1. 火灾的处理

实验室如果发生失火事故切勿惊慌,应从容处置。首先应立即熄灭其他火源,关闭总电闸,搬开易燃物质,以防火势扩展。然后积极组织灭火。有机实验室灭火,常采用使燃着的物质隔绝空气的办法,必须使用灭火器、沙、毛毡等,而禁止用水浇泼。否则,燃着的液体将漂浮在水面上蔓延,同时还可能随水飞溅到四周燃烧,使火区扩大。

(1)小容器内着火,可用湿抹布、湿棉布等盖住容器口,使其隔绝空气,火即可熄灭。

(2)实验台或地板上小面积着火,也可用湿抹布、湿棉布或沙子扑灭。

(3)油类着火,要用沙或灭火器灭火,也可撒上干燥的固体碳酸钠或碳酸氢钠粉末。

(4)电器着火,必须先切断电源,然后用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器灭火(注意:四氯化碳蒸气和其受热生成的光气有毒,在空气不流通的地方使用有危险),决不能用水或者泡沫灭火器去灭火。

(5)如果衣服着火,可用湿工作服或灭火毯包裹着火者,或就地躺在地上打滚,把火压灭。

(6)无论使用哪种灭火器材,都应从火的四周向中心扑灭。

2. 玻璃割伤

玻璃割伤是常见的事故。受伤后要仔细观察伤口有没有玻璃碎粒。若伤势不重,应让血流片刻后,再用消毒棉花和硼酸水(或双氧水)洗净伤口,涂上碘酒或红药水后包扎好;若伤口深,流血不止时,可在伤口上下 10 厘米之处用纱布扎紧,并随即到医务室就诊。

3. 药品的灼伤

下面介绍的是被药品灼伤后的一些急救方法,仅为暂时减轻疼痛的措施。若伤势较重,在急救以后,应速送医院诊治。

(1)酸灼伤 在皮肤上时,应立即用大量水冲洗,然后用 5%碳酸氢钠溶液洗涤,再涂上油膏;在眼睛上时,应抹去溅在眼睛外面的酸,并立即用水冲洗。可先用洗眼杯或将橡皮管套上水龙头放慢水流对准眼睛冲洗,再用稀碳酸氢钠溶液洗涤,最后滴入少量蓖麻油。

(2)碱灼伤 在皮肤上时,先用水冲洗,然后用饱和硼酸溶液或 1%醋酸溶液洗涤,再涂上油膏;在眼睛上时,应抹去溅在眼睛外面的碱,立即用水冲洗,再用饱和硼酸溶液洗涤,最后滴入蓖麻油。

(3)溴灼伤 应立即用酒精洗涤,涂上甘油,用力按摩,将伤处包好。如果眼睛受到溴的蒸气刺激而暂时不能睁开时,可对着盛有氯仿或酒精的瓶内注视片刻。

4. 烧伤与烫伤

先用酒精将烧伤部位皮肤洗净,再敷上一层硼酸软膏或烫伤软膏,也可用 5%对氨基苯甲酸溶液浸湿的消毒纱布包扎。伤势较重者,要立即送医院治疗。

5. 中毒

实验室常见中毒事故是毒物由皮肤吸收或经呼吸道侵入人体而中毒。一旦发生中毒,要根据实际情况作如下处理:

(1)凡是由于吸入有毒物引起的中毒者,必须立即离开现场,移到空气新鲜的地方,解开衣领及纽扣,吸入少量氯气或溴蒸气者,可用 2%碳酸氢钠溶液漱口。然后立即送医院救治。

(2)凡是由于皮肤接触内吸性毒物中毒者,必须先用大量水冲洗,然后用酒精擦洗,再用肥皂和水清洗。

(3)如果毒物溅入口中而尚未咽下,应立即吐出来,再用大量水冲洗口腔。

(4)误吞有毒物质,应先服用牛奶、鸡蛋清以缓解毒性,再服用硫酸镁溶液(约 30 克溶于一杯水中)催吐,然后立即送医院救治。

6. 急救用具

(1)消防器材 泡沫灭火器、四氯化碳灭火器、二氧化碳灭火器、沙、毛毡。

(2)急救药箱

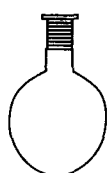
①纱布、棉花、橡皮膏、护创膏布、绷带。

②烫伤药膏、硼酸软膏、玉树油、消毒粉、止血粉、碘酒。

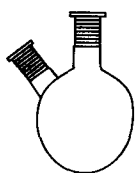
③1%硼酸溶液、1%和5%碳酸氢钠溶液、2%醋酸溶液、5%对氨基苯甲酸溶液、酒精、甘油。

④医用剪刀和镊子。

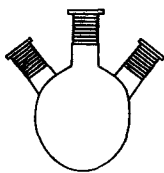
1.4 实验室常用仪器



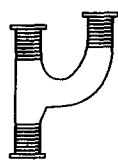
圆底烧瓶



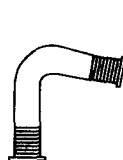
两口烧瓶



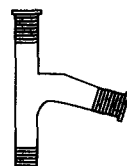
三口烧瓶



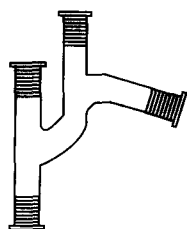
Y形管



弯头



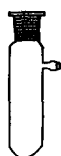
蒸馏头



克氏蒸馏头



干燥管



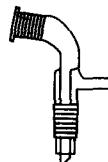
吸滤管



大小口接头



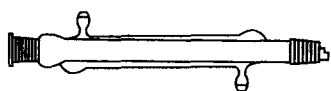
大小口接头



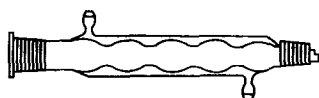
单股接收管



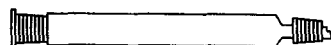
双股接收管



直形冷凝管



球形冷凝管



空气冷凝管



恒压滴液漏斗



分液漏斗

1.5 玻璃仪器的洗涤和干燥

化学实验应使用干净的仪器。在实验使用前和使用后保持实验仪器的干净,是一个化学工作者应养成的良好习惯。仪器用完应立即清洗干净。如果放置时间过长,不但粘结的残留物难以洗去,而且由于对污物的来源和性质记不清楚而找不到合适的对策,会使洗涤更加困难,甚至有时还会损坏仪器。

在有机化学实验室中,常用的洗涤剂是去污粉,其主要成分是表面活性剂和固体微粒磨料(通常是碳酸钙粉)。正确的使用方法是先把仪器用少量水润湿,再用湿毛刷蘸取少许去污粉涂在仪器壁上来回刷洗,直到把污物刷洗掉为止,然后再用自来水冲洗干净。洗净的仪器倒置时应不挂水珠,无污物痕迹。如果有去污粉微粒残留在器壁上,经多次冲洗仍难冲掉时,可用2%稀盐酸旋摇片刻后再用清水冲洗便可洗净。

洗涤标准口仪器,如果使用劣质去污粉,不仅容易损伤磨口面和划伤器壁,而且在受热时易发生炸裂。因此,人们更喜欢使用合成洗涤剂。通常是先把洗衣粉用热水配成浓溶液,清洗时用毛刷蘸此溶液即可,污染较重时,可把仪器污染部件浸泡在洗涤液中数分钟到几十分钟,或使用超声波清洗器。

遇到较难洗刷的残留物时,可以根据其来源和性质,选择合适的酸、碱溶液或有机溶剂如丙酮、乙醇、乙醚、苯、甲苯、石油醚等进行洗涤。通常用这些洗涤液或溶剂,将仪器温热浸泡几十分钟到数小时后,其上的大多数污物都是可以洗净的。树脂状残留物、碳化物可以用铬酸洗液或浓硫酸浸泡十几分钟后,在石棉网上加热消煮,直到酸液冒气泡,碳化物分解后为止,然后把酸液倒入废酸缸,再用大量水把仪器上的酸冲洗掉。

洗涤用的有机溶剂,应该使用回收的或者含水的废溶剂,这些溶剂作洗涤用时,一般可循环使用好几次。不应使用新鲜溶剂洗涤,以免造成不必要的浪费。

将仪器洗净后应该倒置,使水沥尽,然后根据需要采用不同方法干燥。急用的仪器可以用少量乙醇或丙酮淋洗后,用电吹风机吹干。不急用时可以自然晾干,也可用烘箱在100~200℃下烘干。标准口的仪器不宜在过高温下烘烤,只能在60~80℃条件下烘干。带有橡皮塞、橡皮圈、橡皮筋等橡胶制品的仪器烘烤时,应将橡胶品取下。带玻塞的仪器应把玻塞取出后再烘烤。而量筒、量瓶、冷凝管、吸滤瓶等则不宜用烘箱干燥。烘干后的仪器,要待冷却后才能取出来。

1.6 实验预习、记录和实验报告

1.6.1 实验预习

实验预习是有机化学实验的重要环节,对保证实验的安全顺利进行起着关键的作用。因此,实验前必须认真做好实验预习。对未作预习的学生,指导教师有权拒绝其进行实验。预习的具体要求如下:

1. 应把所有的实验报告看做永久性的记录而且最好是用钢笔进行记录。准备一个记录本,将本实验的目的要求、原理或反应式(正反应、主要副反应)、主要反应物、试剂和产

物的物理常数(须查阅有关的化学手册或辞典)、实验有关装置图摘录于记录本中。

2. 写出简单的实验步骤,并用醒目的标记注出必须注意的事项。切忌照抄实验条文。一般来说,应将实验步骤写在记录本的左半部分,对应的右半部分记录实验中的相关现象和数据。

3. 对每一步操作的目的和用途进行思考,弄清楚实验的关键步骤和难点。

1.6.2 实验记录

进入自己的实验桌位后,首先要注意黑板上有无临时通知和特别指示。通常实验指导教师会在实验开始之前做一个简短而又十分重要的讲解或者示范说明,须认真听讲(有些要摘入实验笔记中)。

实验中要做到操作认真,观察仔细,思考积极,并将所用物料的数量、浓度以及观察的现象(如反应温度的变化,体系颜色的改变,结晶或者沉淀的产生或消失,是否放热或者有气体放出等)和测得的各种数据及时如实地记录于笔记本中。记录要做到简单明了,字迹清楚。不准撕下笔记本的任何一页。如果你想删除某些记事或计算,可将它用笔勾掉,但仍要留在记录本上。要记住,你是在记述你自己的实验工作,必须有一个严肃认真的态度!

实验完毕,必须将实验记录交给实验指导教师,待老师签字后,方可离开实验室。

1.6.3 实验报告

在实验操作完成后,必须对实验进行总结,即讨论观察到的现象、分析出现的问题、对实验数据进行归纳处理等。这是完成整个实验的一个重要部分,也是把各种实验现象提高到理性认识的必要步骤。在实验报告中还应完成指定的思考题或提出改进本实验的意见等。

实验报告的内容大致可分8项(要求下划线项必须在实验前摘入记录本内):

1. 实验目的

2. 实验原理

在合成实验中,一般只写出正反应式和主要副反应式。

3. 主要物料和产物的物理常数

应以表格的形式列出。如相对分子质量、性状、折光率、相对密度、熔点、沸点、溶解度。

4. 实验装置图

5. 实验步骤和现象记录

6. 数据处理

在这个部分应对实验结果作一个小的总结,如产率、蒸馏的起始温度、终止温度以及沸程等等,还应该对所得到的产物性状进行文字描述。

在有机化学反应中,理论产量是根据反应方程式计算得到的产物的数量。产量(实际产量)是指实验中实际分离获得的纯粹产物的数量。百分产率是指实际得到的纯粹产物的质量和计算的理论产量的比值,即:

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

7. 思考题

8. 讨论

对本次实验进行一个总结,包括实验中出现问题以及对实验提出意见或者建议。

1.7 手册的查阅和有机化学文献简介

化学文献是有关化学方面的科学研究、生产实践等的记录和总结。查阅化学文献是科学研究的一个重要组成部分,是培养动手能力的一个重要方面,是每个化学工作者应具备的基本功之一。

查阅文献资料的目的是为了了解某个课题的历史概况、目前国内外的研究水平、发展动态及方向。只有“知己知彼”,才能使你的工作起始于一个较高的水平,并有一个明确的目标。

文献资料是人类文化科学知识的载体,是社会进步的宝贵财富。因此,每个科学工作者必须学会查阅和应用文献资料。在查阅文献时,常会遇到有的文献把最关键的部分或叙述不甚详尽或避实谈虚的现象。这就要求我们在查阅和利用文献时必须采取辩证的分析方法对待。

1.7.1 工具书

1. 化工词典(第二版). 王箴主编. 化学工业出版社,1970年12月

此词典是一本综合性化工工具书。收集了有关化学、化工名词1万余条,列出了物质的分子式、结构式,基本的物理化学性质及相对密度、熔点、沸点、溶解度数据,并有简要的制法和用途说明。

2. 化学化工药学大辞典. 黄天守编译. 台湾大学图书公司出版,1982年1月

此词典是一本关于化学、医药及化工方面的工具书。该书取材于多种百科全书,收录了近万个化学、医药及化工等常用物质,并采用英文名称按序编排方式。每个名词各自成一独立单元,内容包括组成、结构、制法、性质、用途(包括疗效)及参考文献等。本书取材新颖,叙述详细。

3. Aldrich 化学试剂目录

此目录是美国 Aldrich 化学试剂公司出版的一本化学试剂目录,共收集了 18 000 多个化合物。每个化合物作为一个条目,内含相对分子质量、分子式、沸点、折光率、熔点等数据。较复杂的化合物还附有结构式。核磁共振和红外光谱图的出处。说明了每个化合物不同包装的价格。书后附有分子式索引,还列出了化学实验室中常用仪器的名称、图形和规格。每年出一新本可向公司免费索取。

4. Merck 化学和药物索引

美国 Merck 公司出版。该书共收集了 1 万余种化合物的性质、制法和用途,4 500 多个结构式及 42 000 多条化学产品和药物的名称。化合物按照名称的字母顺序排列。依次列出了 1972—1976 年汇编的化学文摘名称以及可供选用的化学名称、药物编号、商品名、化学式、相对分子质量、文献、结构式、物理常数、标题化合物的衍生物的普通名称和商品名,卷末有分子式和主题索引。

5. Handbook of Chemistry and Physics

这是一本英文的化学和物理手册,自 1913 年第一次出版到 1988 年已再版 69 次。起初分上下两册,由第 51 版开始变为一册。内容分 A、B、C、D、E、F 共六部,其中 C 部为有机化合物。该部分主要列出了 14 943 个常见的有机化合物名称、别名,分子式、相对分子质量,颜色、结晶形状、比旋光度,熔点、沸点、密度、折光率、溶解度和参考文献等。化合物按其英文名称的字母次序来排列。因此在查阅时,首先要知道化合物的英文名称和归属的类别。衍生物及带有取代基的化合物,大多列在母体化合物目录下。在 C 部有机化合物的物理常数表后,有一个分子式索引(Formula Index),可供检索未知英文名称的化合物。

6. Lange's Handbook of Chemistry. Dean. J. A. 主编, McGraw—Hill Company 出版,1985 年

1934 年第一次出版。该书内容包括数学、综合数据和换算表、原子和分子结构、无机化学、分析化学、电化学、有机化学、光谱学、热力学性质、物理性质及其他共十一章。本书的一大特点是详细地辑录了各学科的一些重要理论和公式,如有关有机化合物沸点计算的经验公式,同时给出了公式的计算实例。

7. Heilbron. I. V. Dictionary of Organic Compound. 5 th Ed. 1982 年

本书收集了常见的有机化合物近 3 万条,连同衍生物在内共约 6 万条。内容为有机化合物的组成、分子式、结构式、来源、形状、物理常数、化合物性质及其衍生物等,并给出了制备这个化合物的主要文献资料。各化合物按名称的英文字母顺序排列。本书自第六版后,每年出一补编,到 1988 年已出了第六补编。该书有中文译本,名为《汉译海氏有机化合物辞典》,有英文名称索引和相应的中文名称。

8. Beilstein's Handbuch der Organischen Chemie(贝耳斯登有机化学大全)

本书分正编和补编,按年顺序陆续出版:

正编(Hauptwerk)共 31 卷,包括了 1910 年 1 月 1 日以前的全部有机化学资料。

第一补编(Erstes)代号 E I 或 I 共 27 卷,包括了 1919 年底以前的文献资料。

第二补编(Zweites Ergänzungswerk)代号 E II 或 II 共 29 卷,包括了 1929 年底以前的文献资料。

第三补编(Drittes Ergänzungswerk)代号 E III 或 III 共 29 卷、31 册,包括了 1930—1949 年底以前的文献资料。

第四补编(Zweites Ergänzungswerk)代号 E IV 或 IV 共 29 卷,包括了 1959 年底以前的文献资料。

第三/四补编:第三补编自第 17 卷起与第四补编合并(17~27),收集了 1930—1959 年之间的文献资料,代号 E III / IV。

本书内容十分丰富,收录了每一个化合物的来源、物理化学性质、生理作用、用途、分析方法等,并附有参考文献可供查考。

在第 29 卷中有正编和第一、第二补编中所包含的物质的分子式索引,在第三/四补编合编的 17~18 合卷中有分子式总索引,它包括了正编和第 I ~ IV 补编的 17 和 18 两卷的化合物。可先从索引中查出分子式,然后在同一分子式条款下,根据化合物的名称查找化合物。其后附有该化合物所在正编和补编中的卷属和页码。

1.7.2 有机合成参考书

1. Organic Synthesis (1921—)

本书主要介绍各种有机化合物的制备方法。

2. Organic Reactions (1951—), Adams R. 主编

3. Reagents for Organic Synthesis. Fieser, L. F. and Fieser, M. 主编

4. Synthetic Method of Organic Chemistry. Alan F. Finch 主编

1.7.3 有关期刊杂志

1. Angewandte Chemie(应用化学), 缩写为 Angew. Chem

1888 年创刊(德文), 由德国化学会主办。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。

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。主要刊载化学学科领域高水平的研究论文和简报。目前每年刊登研究论文 2 000 多篇, 是世界上最具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。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, 由美国化学学会主办。初期为月刊, 1971 年改为双周刊。主要刊登涉及整个有机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合成步骤和实验结果。

5. Tetrahedron(四面体)

英国牛津 Pergamon 出版, 1957 年创刊, 1968 年改为半月刊。

6. Tetrahedron Letters(四面体快报), 简报 TL

英国牛津 Pergamon 出版, 1959 年创刊, 初期不定期出版, 1964 年改为周刊。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

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。1972 年改为现名, 每年出版 18 期。

8. Synthesis(合成)

德国斯图加特 Thieme 出版, 1969 年创刊。

9. 《中国科学》

中国科学院主办, 1950 年创刊, 有中、英文版。1982 年起中、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基础理论方面和其他方面有创造性的研究成果。目前为 SCI 收录刊物。

10. 《化学学报》

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。

11. 《高等学校化学学报》

教育部主办,1964 年创刊,两年后停刊,1980 年复刊。有机化学方面的论文由南开大学化学编辑部负责审理,其他学科的论文由吉林大学负责审理。

12. 《有机化学》

中国化学会主办,1981 年创刊。

1.7.4 化学文摘

提供了发表在杂志、期刊、综述、专利和著作中原始论文的简明摘要。世界上独立发行的重要文摘有德、英、美、苏等国的化学文摘,其中 Chemical Abstracts(美国化学文摘)使用最普遍。

Chemical Abstracts,简称 CA,创刊于 1907 年。每年载发 50 多万条包括 9 000 多种期刊、综述、专利、会议和著作中原始论文的简明摘要。化学文摘每周出版一期,每 6 个月的月末汇集成一卷。1940 年以来,其索引包括了作者、一般主题、化学物质、专利号、环系索引和分子式索引。1956 年以前每 10 年还出版一套 10 年累积索引,目前每 5 年出版一套 5 年累积索引。