

# 《大学化学实验—有机化学实验》

## 有机化学实验课程教学大纲

### 一、课程说明

#### (一) 课程名称、所属专业、课程性质、学分

课程名称：大学化学实验—有机化学实验

所属专业：物理院材料化学专业

课程性质：专业基础课

学 分：5 学分（90 学时）

#### (二) 课程简介、目标与任务

**课程简介：**本课程是为物理院材料化学专业二年级学生开设的专业基础课，目的在于传授化学知识和基础化学实验技能、训练科学思想和实验方法、培养科学的精神和工作能力。本课程设置注重科学性、基础性和综合性。

**目标与任务：**化学是一门实践性很强的学科，基础化学实验在培养未来化学工作者的化学学科大学本科教育中，具有特别重要的作用。基础化学实验课程通过基本操作、经典实验、研究式实验、设计实验和文献实验等形式的训练，使学生正确和熟练地掌握化学实验的基本操作；通过学习化学实验的基本知识，使学生加深对化学基础理论和基础知识的理解和掌握，从而培养学生独立工作和独立思考的能力，培养细致观察和记录现象的能力，培养正确归纳和综合处理数据的能力，培养用语言表达实验结果的能力以及一定的组织实验、研究实验的能力，培养学生实事求是、细致严谨的科学态度，使学生形成良好的科学学习习惯及科学的思维方法，从而逐步掌握科学研究的方法。

#### (三) 先修课程与后续相关课程

**先修课程：**无机化学、分析化学、有机化学等。

**后续相关课程：**仪器分析、结构化学、高分子基础、物理化学等。

#### (四) 教材与主要参考书

**教材：**兰州大学化学化工学院大学化学实验中心 编著，大学化学实验—基

基础化学实验 I (上、下册), 兰州大学出版社, 2011。

### 主要参考书:

1. 理科化学专业和应用化学专业教学基本内容, 教育部理科化学教学指导委员会, 大学化学, 1999, 14(2), 9。
2. 武汉大学主编, 分析化学实验(第3版), , 高等教育出版社, 1994。
3. 王清廉、李瀛、高坤编, 有机化学实验, 高等教育出版社, 2010。
4. 刘约权、李贵深主编。实验化学, 高等教育出版社, 1999。
5. 中山大学编, 无机化学实验(第3版), 高等教育出版社, 1994。

## 二、课程内容与安排

### 教学思路:

学生的实验能力可概括为: 基本操作能力、提出问题、分析问题和解决问题的能力、查阅文献能力及总结表达能力。注重基本技能、基本操作的训练, 理论与实验相互验证。

### (一) 实验名称与学时分配

实验一 工业乙醇的蒸馏和沸点的测定 (4 学时)

实验二 萘和乙酰苯胺的重结晶 (4 学时)

实验三 甲醇和水的分馏 (4 学时)

实验四 乙酰乙酸乙酯的减压蒸馏 (4 学时)

实验五 简单有机化合物的薄层色谱和柱色谱 (4 学时)

实验六 正溴丁烷的制备 (7 学时)

实验七 正丁醚的制备 (7 学时)

实验八 环己烯的制备 (7 学时)

实验九 从茶叶中提取咖啡因 (7 学时)

实验十 乙酰基二茂铁的制备 (7 学时)

实验十一 2-硝基-1,3-苯二酚的制备 (7 学时)

实验十二 2-乙基-2-己烯醛的制备 (7 学时)

实验十三 苯甲醇和苯甲酸的制备(7 学时)

实验十四 乙酰乙酸乙酯的制备 (7 学时)

## 实验十五 肉桂酸的制备 (7 学时)

### 考核方式:

实验操作成绩采用逐个实验计分法, 每个实验中预习占 10%, 基本操作占 40%、实验结果、报告占 40%, 纪律、卫生占 10%。

### (二) 实验内容、实验目的难点及注意事项

该课程教学内容包括基本操作训练、分离方法实验、化学反应中各种常数的测定、有机化合物的合成实验。

实验项目	主要内容及实验目的	难点及注意事项
1. 工业乙醇的蒸馏和沸点的测定	<p><b>主要内容:</b> 训练蒸馏仪器的安装与拆卸; 以工业乙醇为对象训练蒸馏操作技术。</p> <p><b>实验目的:</b> 掌握蒸馏装置的仪器安装及操作方法; 了解测定沸点的意义, 学会常量法(即蒸馏法)及微量法测定沸点的原理和方法。</p>	<p><b>难点:</b> 蒸馏仪器的组装与拆卸, 蒸馏操作技术; 沸点的测定。</p> <p><b>注意事项:</b> 蒸馏过程中注意控制水浴温度, 使馏出液的馏出速度为 1~2 滴/秒; 注意馏头、馏分和馏尾的区分; 注意蒸馏装置的稳定性和美观性。</p>
2. 萘和乙酰苯胺的重结晶	<p><b>主要内容:</b> 乙酰苯胺用水重结晶, 萘用 70% 乙醇重结晶。</p> <p><b>实验目的:</b> 掌握重结晶提纯固态有机化合物的原理; 不同溶剂重结晶时的操作方法; 掌握乙酰苯胺和萘的重结晶方法。</p>	<p><b>难点:</b> 重结晶溶剂的选择, 热过滤操作, 回流装置的组装与拆卸。</p> <p><b>注意事项:</b> 注意安全; 加热溶解时要小火, 以防乙酰苯胺或萘形成油滴; 热过滤速度要快; 掌握溶剂的用量; 活性炭绝对不可加到正在沸腾的溶液中。</p>

<p>3. 甲醇与水的分馏</p>	<p><b>主要内容:</b> 甲醇和水的混合物进行分馏, 收集不同温度区间的馏分, 绘制分馏曲线。</p> <p><b>实验目的:</b> 了解分馏的原理和意义; 掌握实验室里分馏的基本操作方法。</p>	<p><b>难点:</b> 简单分馏的原理; 蒸馏与分馏的区别; 分馏仪器的安装与拆卸。</p> <p><b>注意事项:</b> 液体沸腾后要注意调节浴温, 使蒸气慢慢上升; 控制浴温使蒸出液体的速度为每 2~3s 1 滴; 控制回流比为 4:1—9:1 之间; 分馏速度要适当防止溢沸或液泛等。</p>
<p>4. 乙酰乙酸乙酯的减压蒸馏</p>	<p><b>主要内容:</b> 讲解减压蒸馏的原理、装置, 对粗乙酰乙酸乙酯进行减压蒸馏分离</p> <p><b>实验目的:</b> 学习减压蒸馏减压蒸馏的原理; 认识减压蒸馏的主要仪器和设备; 学习减压蒸馏乙酰乙酸乙酯装置具体操作。</p>	<p><b>难点:</b> 减压蒸馏仪器的组装, 减压蒸馏的操作顺序, 毛细管的控制, 油泵的使用。</p> <p><b>注意事项:</b> 整个系统的连接管路应尽量粗和短; 加热升温前, 应检查减压蒸馏装置的气密性; 注意操作的顺序, 先减压后升温, 操作完毕先停止加热后停止减压。</p>
<p>5. 简单有机化合物的薄层色谱和柱色谱分离</p>	<p><b>主要内容:</b> 利用薄层色谱分离偶氮苯和苏丹 III, 计算各物质的 <math>R_f</math> 值; 利用柱色谱分离荧光黄和碱性湖蓝 BB。</p> <p><b>实验目的:</b> 掌握薄层色谱和柱色谱的原理及其操作方法。</p>	<p><b>难点:</b> 薄层色谱和柱色谱的原理; 柱色谱操作。</p> <p><b>注意事项:</b> 注意点样时样品之间的距离、样品与下沿的距离、溶剂前沿、点样的直径等; 色谱柱的安装; 柱色谱分离样品时的加样、洗脱等步骤顺序。</p>

<p>6. 正溴丁烷的制备</p>	<p><b>主要内容:</b> 正丁醇与浓硫酸和溴化钠混合后加热回流, 得到正溴丁烷粗品。粗产品经洗涤、纯化、干燥、蒸馏后根据产物沸点和折光率鉴定纯度。</p> <p><b>实验目的:</b> 掌握由醇制备卤代烃的原理和操作; 掌握液体化合物的分离提纯方法; 掌握液体有机化合物的干燥, 其中包括干燥剂的选择、用量及使用方法。</p>	<p><b>难点:</b> 掌握由醇制备卤代烃的原理掌握萃取、洗涤、常压蒸馏等操作。干燥剂的选择、用量及使用方法。</p> <p><b>注意事项:</b> 粗产物蒸馏时终点的判断, 防止温度过高炸裂温度计。</p>
<p>7. 正丁醚的制备</p>	<p><b>主要内容:</b> 正丁醇在浓硫酸催化下反应制得正丁醚粗品, 然后经萃取、洗涤、干燥、蒸馏得到正丁醚, 并计算产率。</p> <p><b>实验目的:</b> 掌握醇的分子间脱水制备单纯醚的原理和方法; 掌握水分离器使用等实验操作。</p>	<p><b>难点:</b> 水分离器使用实验操作。</p> <p><b>注意事项:</b> 反应终点的判断。</p>
<p>8. 环己烯的制备</p>	<p><b>主要内容:</b> 环己醇发生消去反应得到粗环己烯; 粗产品经洗涤、萃取、干燥、蒸馏后用折光鉴定纯度。</p> <p><b>实验目的:</b> 掌握醇在浓硫酸催化下脱水制备烯的原理及方法, 加深对有机制备反应中可逆反应移向的理解; 掌握蒸馏、分馏、分液、液体干燥等实验技术; 掌握折光仪的使用方法。</p>	<p><b>难点:</b> 酸催化下的消去反应; 分离、萃取、常压蒸馏和干燥操作。</p> <p><b>注意事项:</b> 浓硫酸的作用及正确用法; 反应温度及回流比的控制; 干燥剂的选取、用量及干燥效能。</p>
<p>9. 茶叶中咖啡因的提取</p>	<p><b>主要内容:</b> 溶剂萃取茶叶, 然后过滤得到萃取液, 蒸出溶剂, 在蒸发皿中拌入生石灰, 在上罩一内含有许多小孔的滤纸的长颈漏斗, 砂浴升华得到咖啡因。</p> <p><b>实验目的:</b> 掌握利用连续萃取装置索氏萃取器从茶叶中提取咖啡因的方法; 掌握升华技术。</p>	<p><b>难点:</b> 升华操作技术。</p> <p><b>注意事项:</b> 石灰加入量及升华前干燥程度的控制。</p>

10. 乙酰基二茂铁的制备	<p><b>主要内容:</b> 二茂铁与乙酸酐在磷酸催化下合成乙酰基二茂铁。粗产物经过中和、冰水浴冷却, 抽滤得到产物, 并经过重结晶提纯。</p> <p><b>实验目的:</b> 通过制备乙酰基二茂铁的制备, 掌握 Friedel-Crafts 酰基化法制备芳酮的原理及方法; 掌握带有滴液、电磁搅拌、干燥管等装置的安装; 掌握冰水浴、酸碱中和、抽滤、重结晶等操作。学会熔点仪的使用。</p>	<p><b>难点:</b> 电磁搅拌、恒温水浴操作。旋转蒸发仪操作、有机化合物重结晶操作。熔点仪的使用。进一步熟悉薄板层析及 Rf 值的计算。</p> <p><b>注意事项:</b> 注意温度不可太高, 太高容易烧焦, 不但产率低, 而且不易分离提纯。注意安全。</p>
11. 2-硝基-1,3-苯二酚的制备	<p><b>主要内容:</b> 研细的间苯二酚与浓硫酸反应进行磺化, 然后降温进行硝化反应, 再经过水蒸汽蒸馏得到红色固体产品。</p> <p><b>实验目的:</b> 掌握芳环上取代反应定位规律的应用; 巩固水蒸汽蒸馏的操作技术。</p>	<p><b>难点:</b> 反应初期温度的控制。</p> <p><b>注意事项:</b> 防止水蒸气蒸馏时过热冲出。</p>
12. 2-乙基-2-己烯醛的制备	<p><b>主要内容:</b> 稀碱催化下丁醛发生羟醛缩合反应, 然后粗产物经分液漏斗分离、洗涤, 干燥、过滤, 减压蒸馏得到产物。</p> <p><b>实验目的:</b> 掌握 2-乙基-2-己烯醛的制备, 熟悉羟醛缩合反应的一般原理及其在有机合成中的应用; 进一步掌握搅拌、滴加、控温、萃取、干燥以及减压蒸馏操作技术。</p>	<p><b>难点:</b> 羟醛缩合反应的一般原理, 搅拌及减压蒸馏。</p> <p><b>注意事项:</b> 产物对人有过敏作用, 不要直接接触皮肤。</p>
13. 苯甲醇与苯甲酸的制备	<p><b>主要内容:</b> 苯甲醛与高浓氢氧化钾溶液经过强力振摇、放置两周后的固体糊状物, 经过水溶, 萃取分离, 干燥蒸馏等得到苯甲醇。液体部分经酸化、过滤、重结晶得到苯甲酸。</p> <p><b>实验目的:</b> 掌握由苯甲醛制备苯甲醇和苯甲酸的原理及方法, 加深对 Cannizzaro 反应的理解; 本实验得一个固体和一个液体化合物, 掌握固体和液体化合物常用的分离纯化方法。</p>	<p><b>难点:</b> 苯甲醛制备苯甲醇和苯甲酸的原理及方法, 固体和液体化合物常用的分离纯化方法。</p> <p><b>注意事项:</b> 蒸馏乙醚后, 在蒸馏苯甲醇时, 放掉冷凝管中的水。</p>

14. 乙酰乙酸乙酯的制备	<p><b>主要内容:</b> 手工制备钠砂, 然后加入乙酸乙酯回流至钠砂消失, 经酸化、分液、干燥、水浴蒸出过量乙酸乙酯后, 减压整出产品, 并测折光率检验纯度。</p> <p><b>实验目的:</b> 掌握由乙酸乙酯在催化剂存在下通过 Claisen 酯缩合反应制备乙酰乙酸乙酯的原理和方法; 掌握减压蒸馏的原理及方法。</p>	<p><b>难点:</b> Claisen 酯缩合反应原理。钠砂的制备。减压蒸馏操作。</p> <p><b>注意事项:</b> 金属钠的取用安全。</p>
15. 肉桂酸的制备	<p><b>主要内容:</b> 苯甲醛与醋酸酐在碱催化下加热回流, 制得肉桂酸粗品。然后进行水蒸汽蒸馏和重结晶提纯。</p> <p><b>实验目的:</b> 掌握 Perkin 反应制备肉桂酸的原理和方法; 熟练掌握水蒸汽蒸馏、回流、重结晶等基本操作; 学习羧基的测定方法。</p>	<p><b>难点:</b> 熟练掌握水蒸汽蒸馏操作, 学习羧基的测定方法。</p> <p><b>注意事项:</b> 重结晶时水量控制、pH 控制及活性炭加入量控制。</p>

制定人: 陈保华

审定人: 樊妍欣

批准人: 梁永民

日期: 2016 年 11 月