



西安交通大学
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY

物质结构与性质--有机篇实验

(48学时, 1.5学分)

西安交通大学化学实验教学中心



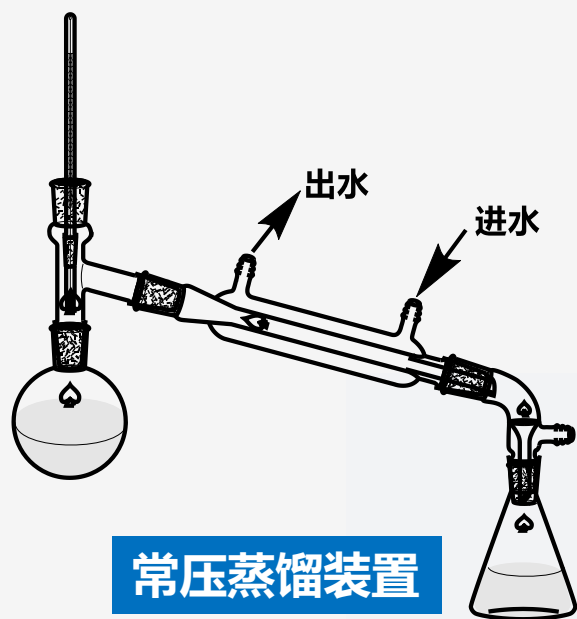


西安交通大学
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY

实验三 液液萃取与沸点测定



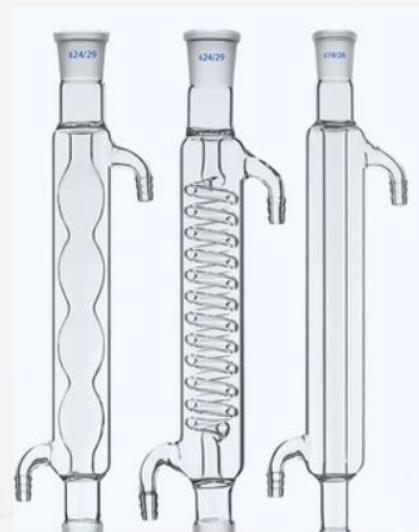
常见玻璃仪器及装置



常压蒸馏装置



蒸馏头



冷凝管



接收管



锥形瓶



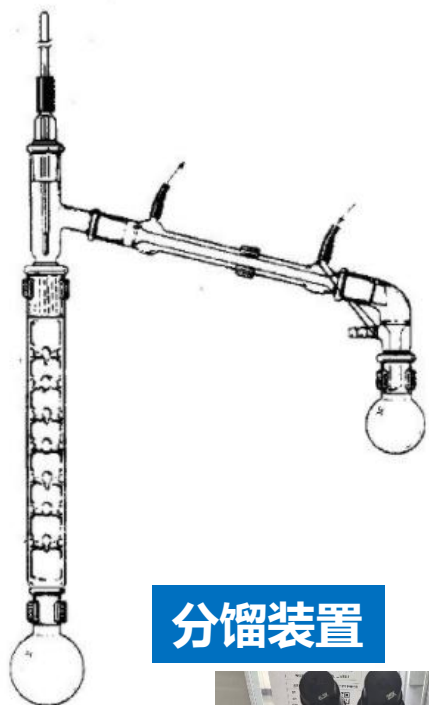
单口圆底烧瓶



电热套



常见玻璃仪器及装置



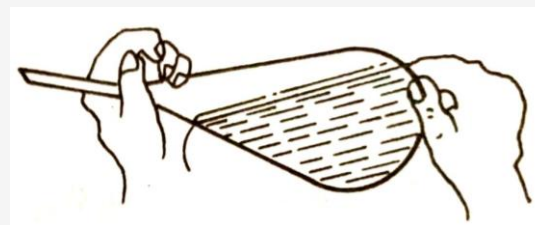
分馏装置



分馏柱



温度计
套管



分液漏斗



SGW X-4B 显微熔点仪



快速气流烘干器



折光仪

阿贝折光仪



常见玻璃仪器及装置



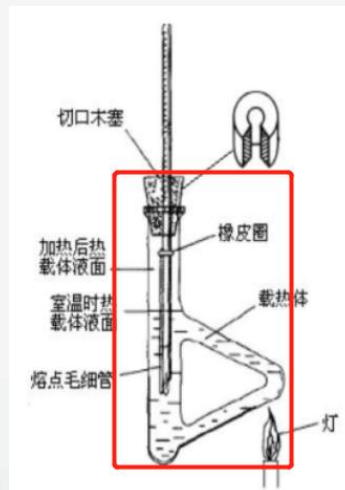
脂肪提取器

脂肪抽出器

- ✓ 高硼硅3.3
- ✓ 耐高温
- ✓ 可定制



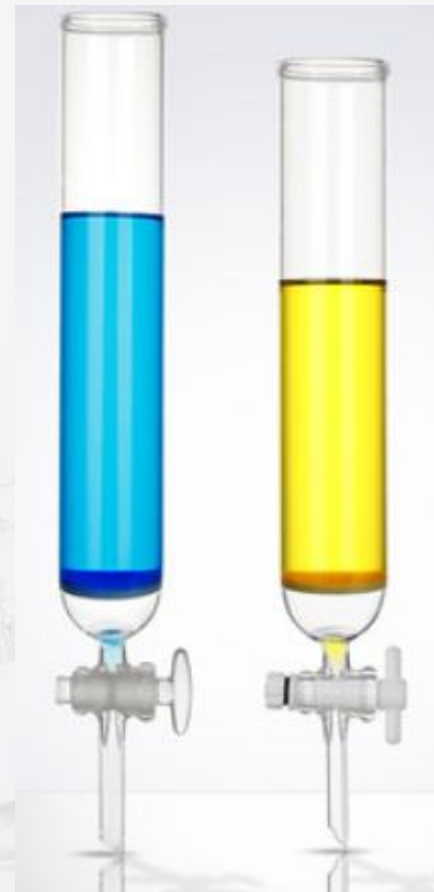
平底烧瓶



B形管



减压过滤装置



层析柱



实验内容:

1. 学习并掌握液液萃取操作;
2. 利用微量法测定有机化合物 (无水乙醇) 的沸点;
3. 常量法测定无水乙醇的沸点并与微量法进行对比。

实验目的:

1. 了解测定沸点的原理及意义;
2. 掌握微量法和常量法测沸点的原理和操作方法。

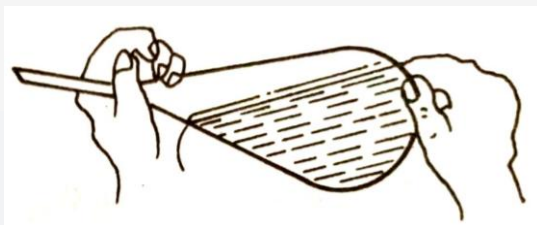


一. 分液漏斗的使用及液液萃取

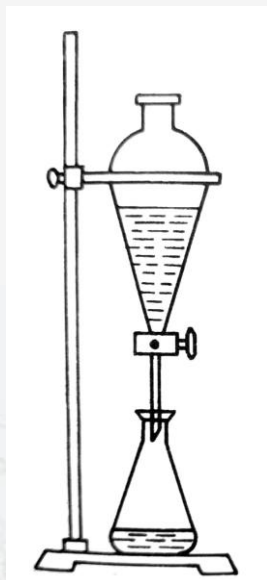
分液漏斗的用途：互不相溶的液体的分离，或用于添加液体试剂。



球形分液漏斗
(用作加液器)



梨形分液漏斗（常用）



分液装置

注意：

- 使用前应**检漏**；
- 在萃取振荡时，应将活塞上的刻槽与漏斗上口侧面的小孔错位并将活塞塞紧；需要排气时，应将漏斗下口**斜向上**，并指向无人处。
- 分液时，先打开活塞或将活塞上的刻槽与漏斗上口侧面的小孔对准，再旋开旋塞放出下层液体，**上层液体从上口倒出**。



- **萃取** (Extraction) 指利用化合物在两种互不相溶（或微溶）的溶剂中溶解度或分配系数的不同，使化合物从一种溶剂内转移到另外一种溶剂中。经过反复多次萃取，将绝大部分的化合物提取出来的方法。

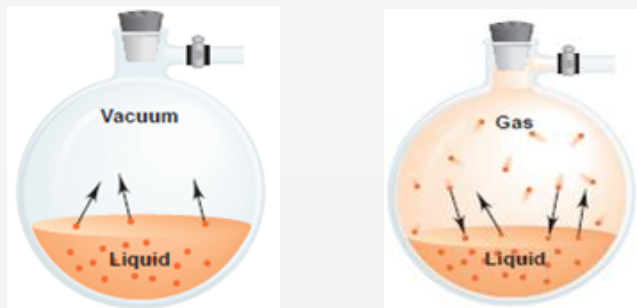
萃取练习：

- 萃取剂：乙酸乙酯
- 溶液：苯酚水溶液
- 检验：5%FeCl₃溶液显色
- 具体步骤：取8-10 mL苯酚水溶液于125 mL分液漏斗中，再加入3-5滴FeCl₃溶液，充分振摇，再加入约5 mL乙酸乙酯，再次充分振摇，观察实验现象并记录。

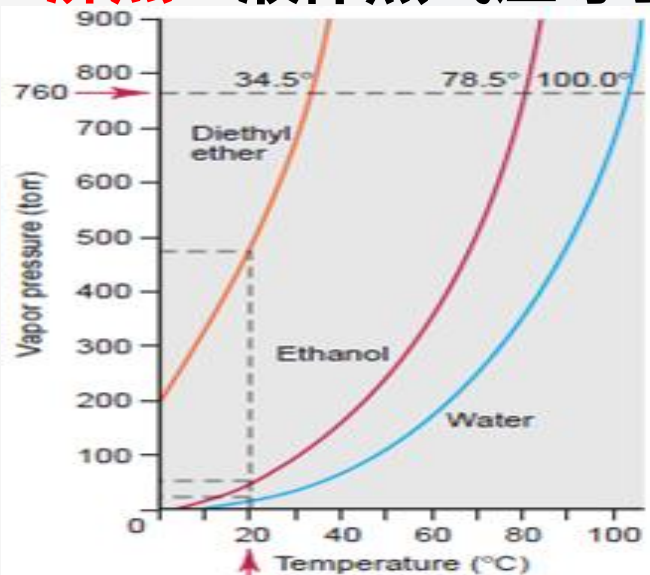


二、沸点测定

当液态物质受热时，由于分子运动使其从液体表面逃逸出来，形成蒸气压。随着温度的升高，蒸气压增大。



沸点：液体蒸气压等于外压时的温度。



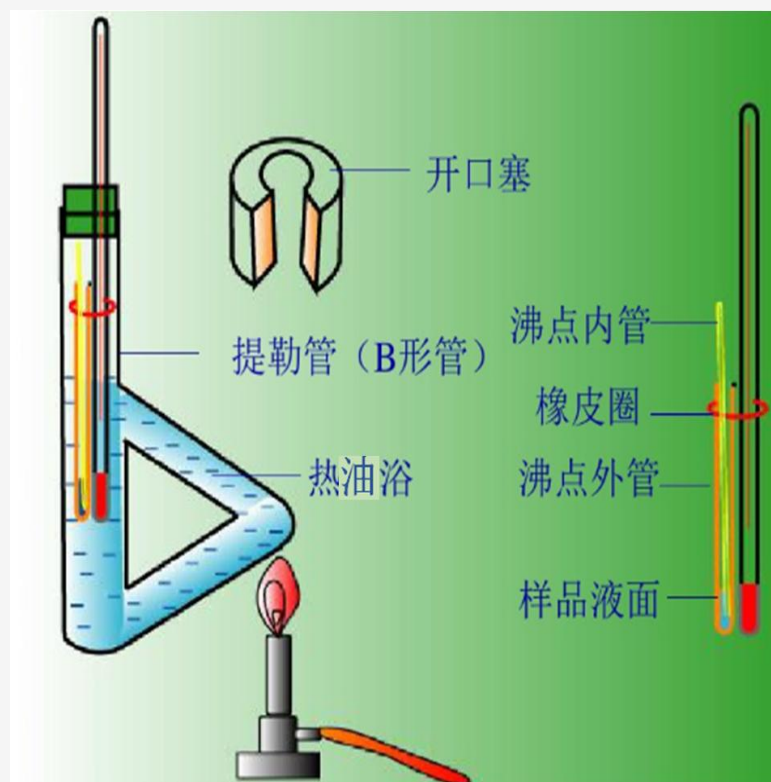
纯净的液体在一定的外压下具有确定的沸点。

反过来，具有固定沸点的液体**不一定**都是纯净物（共沸混合物）。



1.微量法测定无水乙醇的沸点

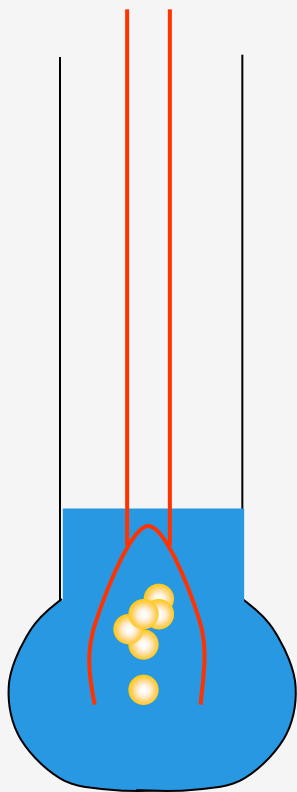
利用沸点测定管测定纯液体有机化合物的沸点。



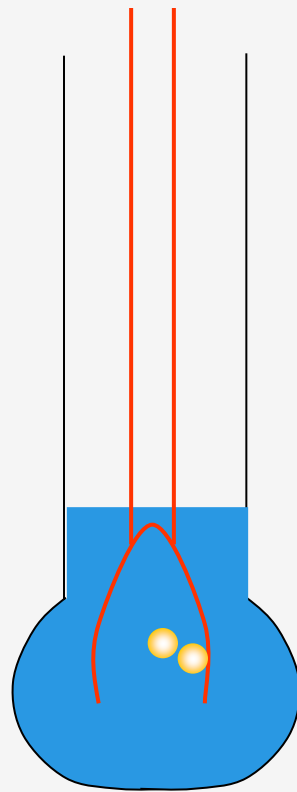
加热至沸点内管（毛细管）中有连续不断的小气泡向外逸出，此时停止加热，使浴温自行降低，气泡逸出速度减慢。观察当**最后一个气泡刚欲缩回至毛细管的瞬间**，此时毛细管内的蒸汽压与外界大气压相等，**记录此时温度，即为样品沸点。**

微量法测沸点装置



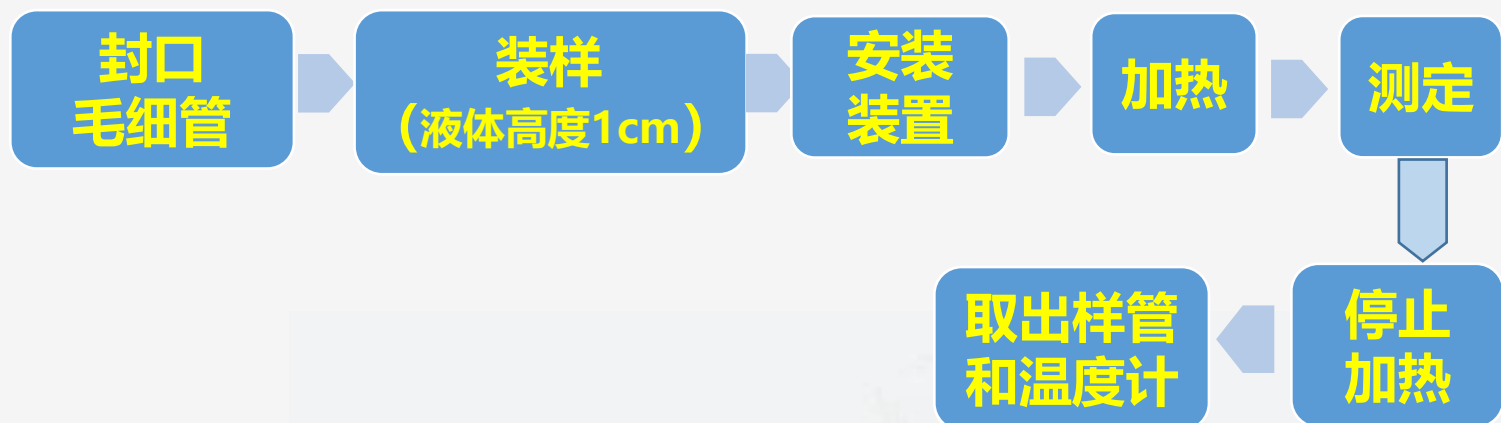


剧烈加热时



沸点测量时

1.微量法测定无水乙醇的沸点



样品：无水乙醇。

要求：测定2次；

注意：1. 装样前检查内、外管是否封好；

2. 石蜡油液面高于叉管口，低于沸点外管口；

3. 用完后热的温度计不要横放在桌面上，以免水银柱断裂。

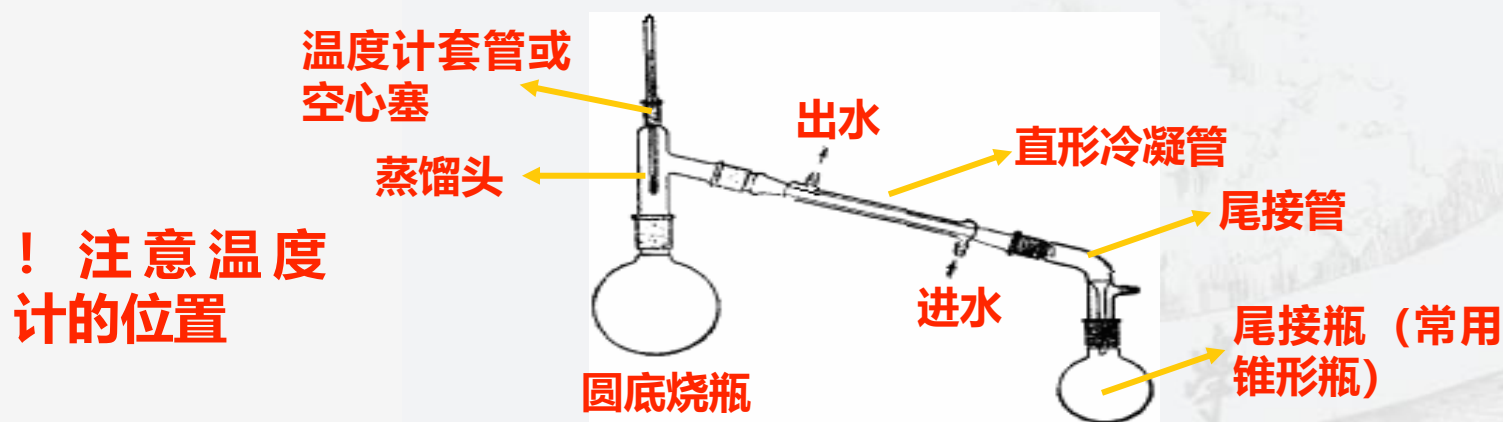
4. 沸点测定结束后B形管中的石蜡切勿倒掉，安装在铁架台上即可。



2.常压蒸馏法测定无水乙醇的沸点

蒸馏：是将液体加热到沸腾变为蒸气，再将蒸气冷凝为液体的操作。在大气压下进行的蒸馏称为常压蒸馏。

通过蒸馏可以测定纯液体有机化合物的沸点。



沸点： T_1 (第一滴馏出时的温度) $\sim T_2$ (液体余2~3mL时的温度)

$$\Delta T(T_2 - T_1) < 1^\circ\text{C} \text{ (纯净物)}$$



2.常压蒸馏法测定无水乙醇的沸点

安装
仪器

20mL,沸
石2~3粒

打开冷
凝水

加热

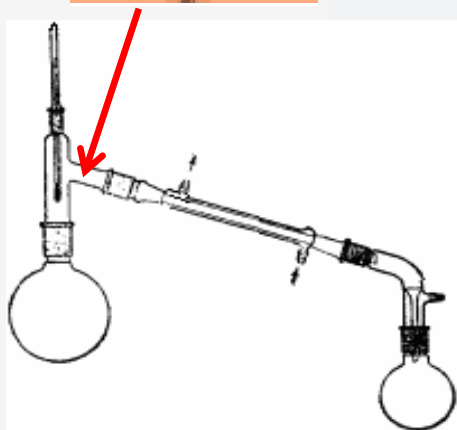
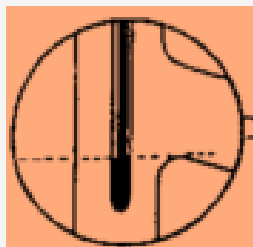
测定

结束

停止
加热

关闭
冷凝水

拆卸仪器



常压蒸馏装置

注意:

- 1.装置搭建应稳定且横平竖直;
- 2.若忘加沸石,需待温度降低后,再添加;
- 3.实验结束后蒸馏出的乙醇需倒入回收瓶。



报告格式

一、实验目的

二、实验原理 (简明、扼要)

三、试剂与仪器

四、实验步骤——推荐用流程图表示

五、实验记录与结论 (画出实验装置示意图, 铅笔+尺子)

沸点	样品	方法	$T_1/^{\circ}\text{C}$	$T_2/^{\circ}\text{C}$	$\Delta T/^{\circ}\text{C}$
	纯乙醇	常量法			
		微量法			

书写工整,
规范图表

六、思考题、分析与讨论



实验仪器

每筐仪器	名称	数量	名称	数量
	50mL锥形瓶	2	蒸馏头	1
	125mL分液漏斗	1	100mL圆底烧瓶	1
	直形冷凝管	1	尾接管	1

试剂架上： 25mL和10mL量筒 各1个/组

实验台上： 3个铁夹、 3个铜十字、 1个铁圈、
3个铁架台 （用完请放在实验台上切勿放到仪器框里以
防打碎玻璃仪器）

实验台柜子里： 1个电热套



实验开始前请务必核对仪器等！！！！





实验手套

**称量纸、实
验废纸等**



**碎玻璃仪器
已用毛细管等
空试剂瓶**





试剂、仪器等整理归位
实验室环境维护需要大家的共同努力!!!



物质结构与性质-有机篇实验室值日表

值日区域	实验台面+边台+窗户边台	试剂架	实验仪器	扫地拖地	授课教师签字
值日事项	清理实验台面+边台整理和擦拭	整理试剂+清理水池+更换垃圾袋	清洗边台等公共区域的仪器，根据清单核对实验仪器，多退少补	清扫地面+拖地	
班级	值日生1	值日生2	值日生3	值日生4	

每组同学整理好试剂、仪器和实验台面
值日生按照条目完成相应区域的值日工作!!!





西安交通大学
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY

实验四 熔点与折光率的测定



实验内容:

1. 学习并掌握熔点及折光率的测定方法;
2. 掌握熔点测定的原理。

实验目的:

1. 了解测定熔点的原理及意义;
2. 掌握熔点和折光率测定的原理和操作方法。

名称	分子量	性状	折光率 (20℃)	比重	沸点 ℃	熔点 ℃
萘	128.18	白色固体		1.162	217.9	80.5
乙醇	46.07	无色液体	1.3611	0.780	78.4	
苯甲酸	122.12	鳞片状或针状结晶		1.2659 (15/4℃)	249	122.13



一、熔点的测定

熔化：化合物受热时由固态转变为液态。

熔点：在一定外压下，当固液两相蒸气压相等，能够平衡共存的温度称为化合物的熔点。

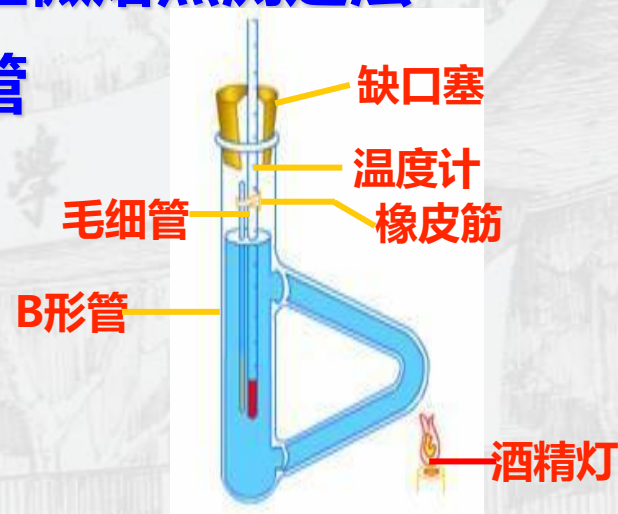
纯净的晶体有机物具有一定的熔点，**熔点距**不超过 1°C ，当有杂质时熔点下降，熔程加宽。

方法：毛细管法，电热熔点仪测定法，显微熔点测定法

仪器：熔点管、温度计、缺口塞、提勒管

加热介质：液体石蜡

测量样品：萘、苯甲酸及混合样品



一、熔点的测定

记录**熔程**（初熔温度-全熔温度）

始熔 T_1 ：观察到有少量液体出现时的温度。

全熔 T_2 ：晶体刚好全部熔化时的温度。

熔程： $T_1 \sim T_2$

熔点距： $\Delta T = T_2 - T_1$

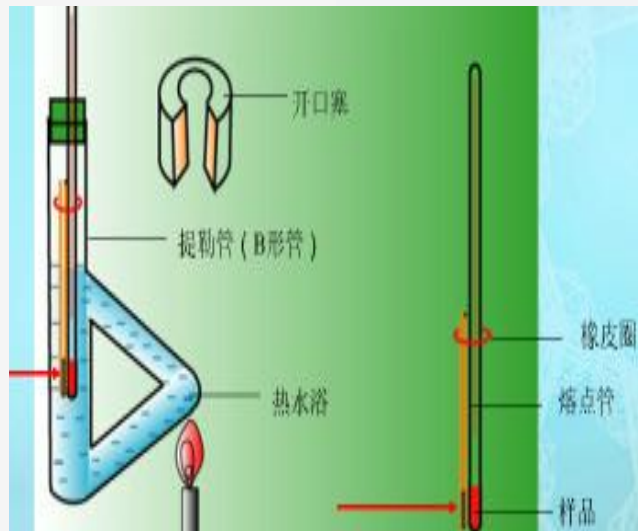
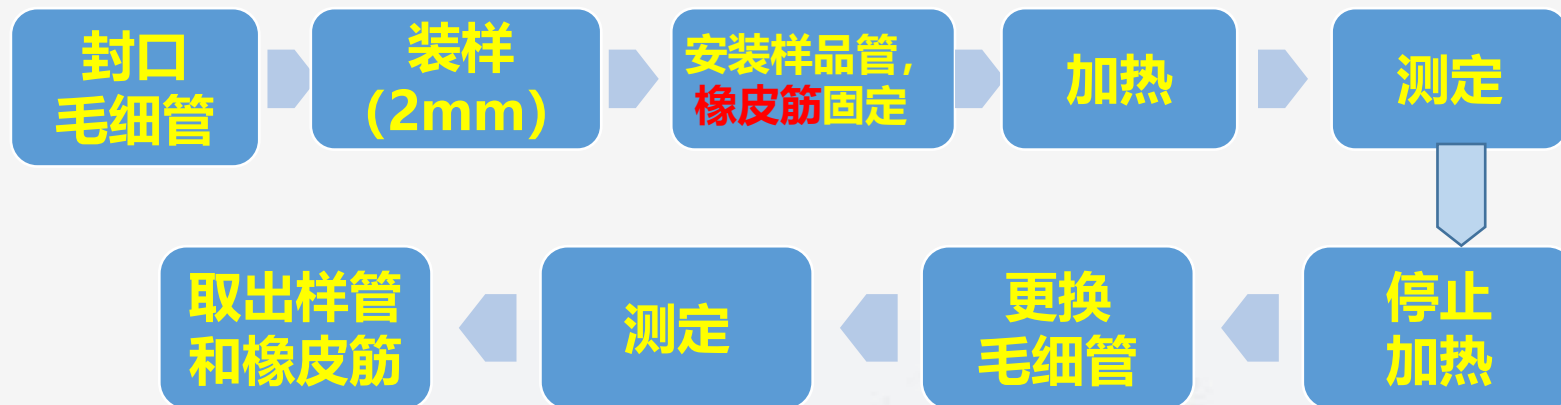
纯净物： $\Delta T < 1^\circ\text{C}$

熔点测定可以**判断**固体物的**纯度**，**鉴别**不同的**有机化合物**。

混合物熔点测定值可以用来判断两种固体物质是否相同。



毛细管法测定固体有机物的熔点



样品：纯苯甲酸、纯萘、混合物
(**研细、装实**)。

要求：纯品粗测1次、精测2次。

注意：毛细管封口不能弯曲。



二. 折光率的测定

折光率是用阿贝折光仪来进行测定的，其工作原理为光的折射现象

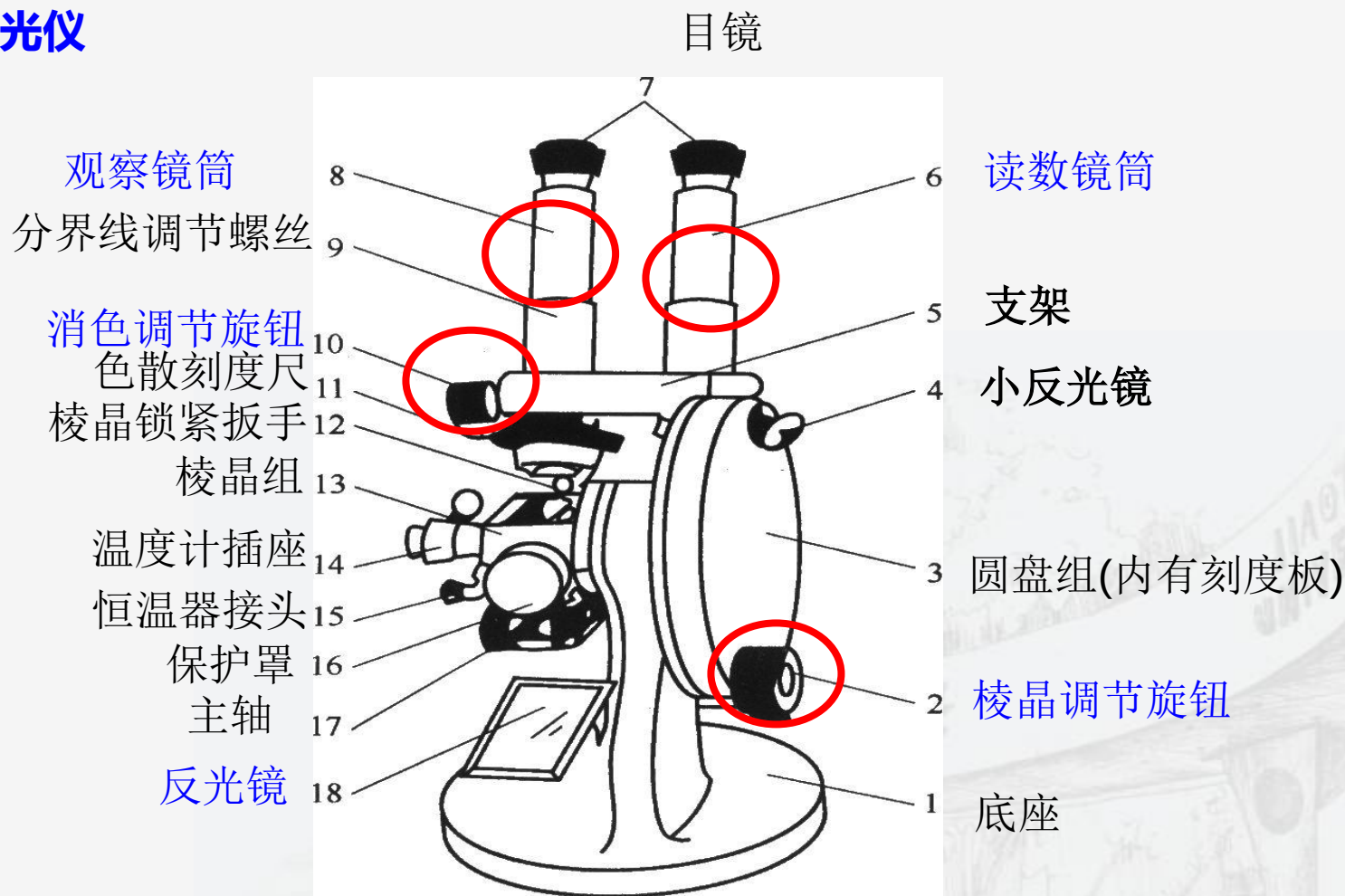
光线从一个介质进入另一介质时，在两相界面处传播方向会发生改变（即折射现象）。某介质的折光率定义为光从真空进入该介质时的入射角和折射角的正弦之比。

$$\frac{\sin \alpha_1}{\sin \alpha_2} = n$$

当入射角为 90° 时， $\sin \alpha_1 = 1$ ，折射角达到最大值（也称临界角，用 β_0 表示），因此 $n = 1/\sin \beta_0$



阿贝折光仪

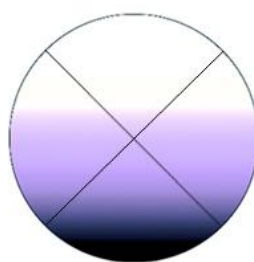


二. 折光率的测定

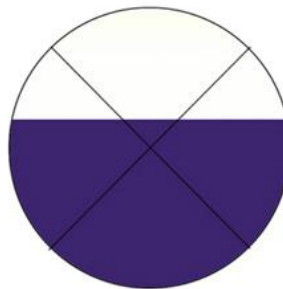
用途：用于测定有机物的折光率。折光率是有机化合物的重要物理常数之一。通过折光率的测定可对未知有机物进行鉴定。

测定：

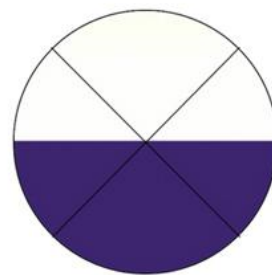
- ① 加样
- ② 对光
- ③ 粗调
- ④ 消色散
- ⑤ 精调
- ⑥ 读数
- ⑦ 记录样液温度
- ⑧ 仪器清洗



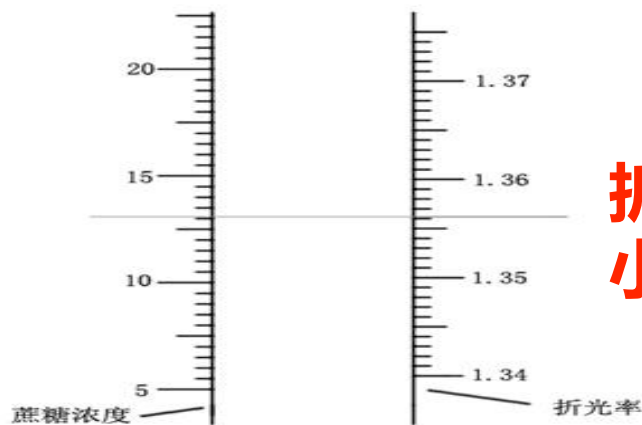
未调节右边旋钮前
在右边目镜看到的图象
此时颜色是散的



调节右边旋钮直到出现
有明显的分界线为止



调节左边旋钮使分界线
经过交叉点为止并在左
边目镜中读数



实验测得折光率为： $1.356 + 0.001 \times 1/5 = 1.3562$

**折光率读数为
小数点后4位**



注意:

- 1) 测样前, 应用少量**乙醇**或**丙酮****冲洗**磨砂棱镜面, 并用擦镜纸朝同一方向把镜面擦干;
- 2) 待测样品用滴管快速加在进光棱镜的磨砂面上, 样品应**覆盖磨砂面**且要均匀无气泡, 加样后立即锁紧棱镜手柄。测定结果应保留**四位小数**;
- 3) 严禁腐蚀性液体, 如强酸、强碱、氟化物等接触棱镜镜面。

折光率练习:

- 测定无水乙醇和去离子水的折光率, 并记录实验数据



报告格式

一、实验目的

二、实验原理 (简明、扼要)

三、试剂与仪器

四、实验步骤——推荐用流程图表示

五、实验记录与结论 (画出实验装置示意图, 铅笔+尺子)

熔点	样品	粗测 $T/^{\circ}\text{C}$	$\Delta T/^{\circ}\text{C}$	$T_1/^{\circ}\text{C}$	$\Delta T_1/^{\circ}\text{C}$	$T_2/^{\circ}\text{C}$	$\Delta T_2/^{\circ}\text{C}$	熔点仪 测定
	萘							
	苯甲酸							
	混合物							

折光率	样品	折光率
	无水乙醇	
	去离子水	

书写工整,
图表规范

六、思考题、分析与讨论



特别强调：

- 1、边台共用仪器试剂用完应**立即放回**
- 2、B形管中的**石蜡无需处理**，B形管直接固定在铁架台上即可，**石蜡应为澄清透明**，若变浑浊泛白等，可能有水混入，此时，将石蜡倒入废液桶，重新添加石蜡
- 3、表面皿研磨的固体，实验结束后，剩余固体倒入**废液桶**，并清洗表面皿
- 4、使用完的毛细管请扔到**通风橱里的蓝色危险废弃物筐**里，禁止扔进水槽
- 5、不会使用的仪器问老师和同学，严禁乱扭等





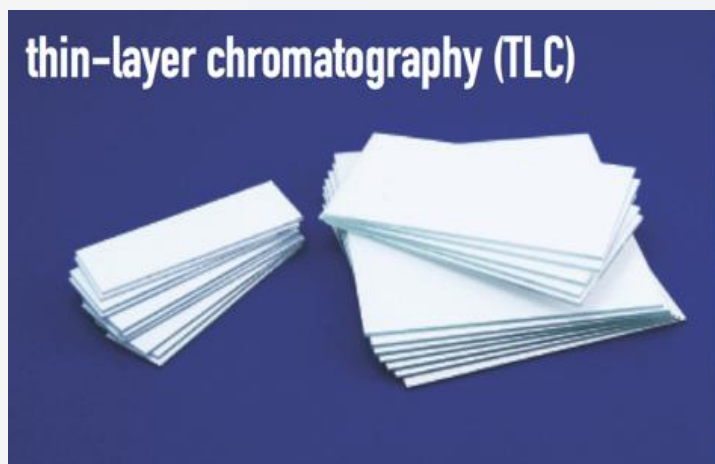
西安交通大学
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY

实验五 薄层色谱和柱色谱



一、 实验目的

1. 了解色谱法的分离原理及分类
2. 掌握薄层色谱和柱色谱的操作要点。



二、实验原理

色谱法也称为层析法，是一种物理或物理化学的**分离分析**方法。它利用混合物中各组分在两相间**分配系数**的差别，当溶质在两相间作相对移动时，各组分在两相间进行多次分配，从而使各组分得以分离。

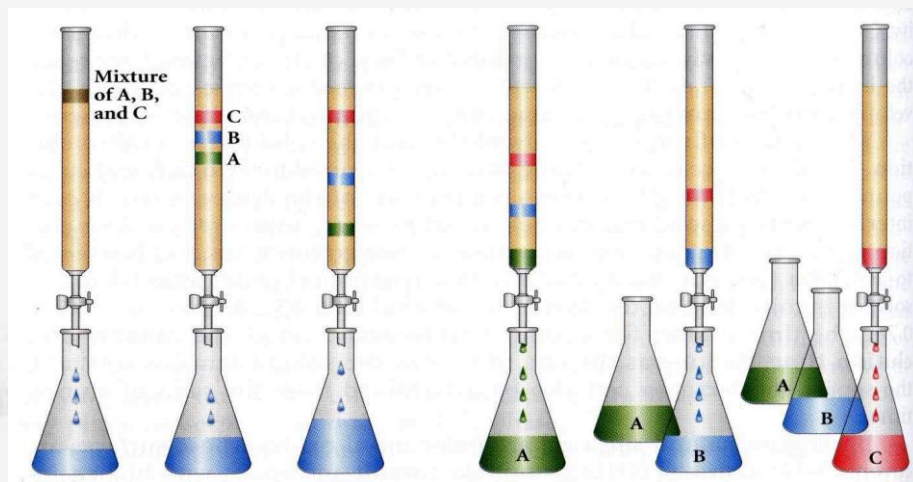
类型（按分离机理分类）：

**吸附色谱、分配色谱、
离子交换色谱、凝胶色谱**

分离： 固定相、流动相

吸附色谱过程： 吸附-解吸-再吸附-再解吸

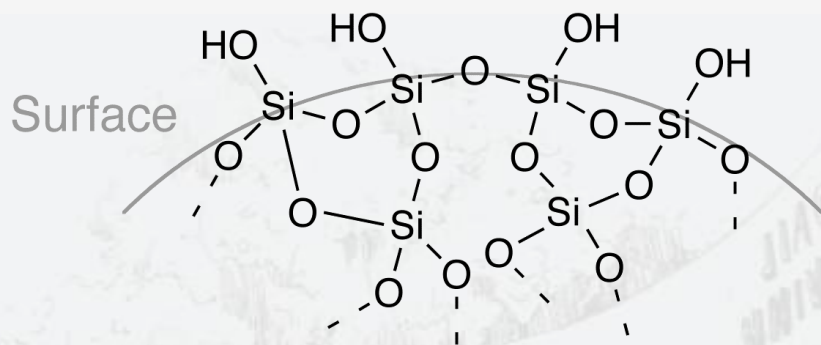
特点： 仪器简单、操作简便、分析速度快、效率高、结果直观。



1.薄层色谱法 (主要用于微量分析)

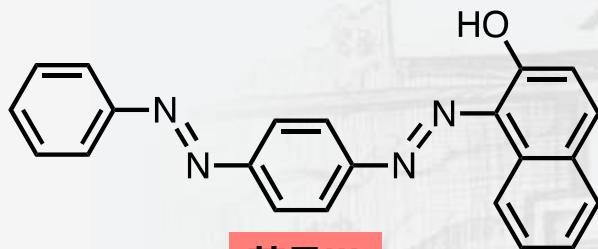


薄层色谱，或称薄层层析 (thin-layer chromatography)，是以涂布于支持板上的支持物作为固定相，以合适的溶剂为流动相，对混合样品进行分离、鉴定和定量的一种层析分离技术。

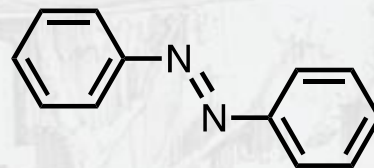


展开剂： (环己烷：甲苯：乙酸乙酯) = 40 : 10 : 1

样 品：



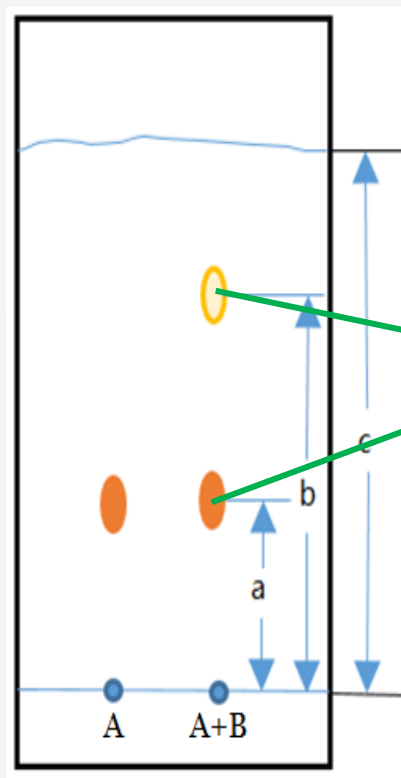
苏丹III



偶氮苯



R_f 值计算



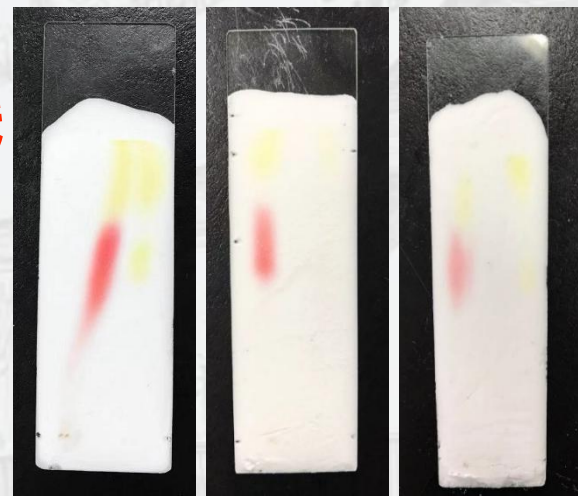
展开剂前沿

展开斑点中心

点样基线

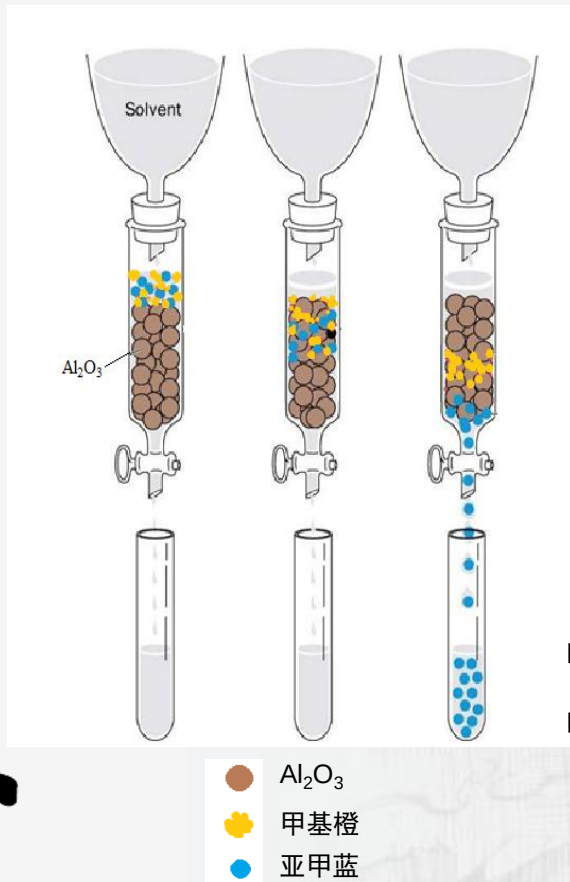
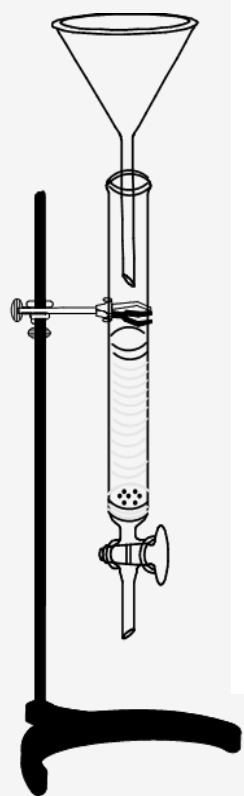
$$R_f(A) = \frac{a}{c}$$

$$R_f(B) = \frac{b}{c}$$



2. 柱色谱法

柱层析操作时，先在圆柱管中填充不溶性基质，形成一个固定相。将样品加到柱子上，用特殊溶剂洗脱，溶剂组成流动相。在样品从柱子上洗脱下来的过程中，根据样品混合物中各组分在固定相和流动相中分配系数不同，经多次反复分配将组分分离。



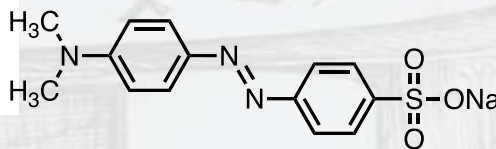
固定相：中性 Al_2O_3 (10g)

流动相（洗脱剂）：

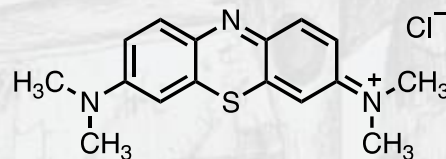
1) 70%乙醇

2) $\text{HAc}:\text{H}_2\text{O}=1:1$

样品：甲基橙+亚甲蓝



甲基橙



亚甲蓝

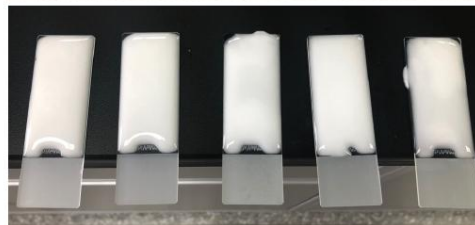
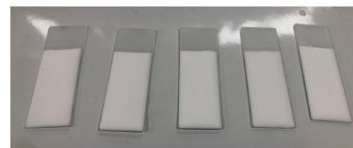
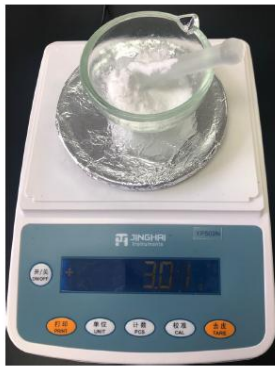


三、 实验内容

1.薄层色谱法

铺板

活化



说明：3g硅胶+10mL去离子水快速混合均匀；每组6块玻璃板铺板平整；活化105 °C/30 min；实验完毕硅胶板上的硅胶刮到指定的容器内并清洗干净玻璃板



1.薄层色谱法

点样

展开

定位

计算 R_f

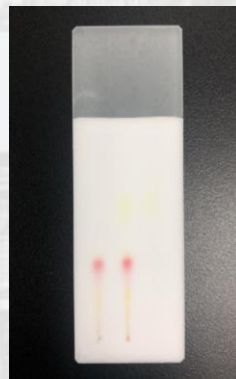
在硅胶板一端1cm处点样；
点样轻；
斑点小；
样管不混用。

混合样

苏丹III 偶氮苯



注意：
点样线在液面以上；
不移动；
不跑出。



注意：
标前沿（距硅胶板顶端约2cm）；
找重心；
测距离。

$$R_{fa} = \frac{a}{c}$$

$$R_{fb} = \frac{b}{c}$$

薄层色谱注意事项

- 1) 点样要轻、不划破薄板；
- 2) 展开剂约2mL；
- 3) 展开时间约8min；
- 4) 用完勿用水洗层析缸。



2.柱色谱法

装柱



加样



洗脱



收集

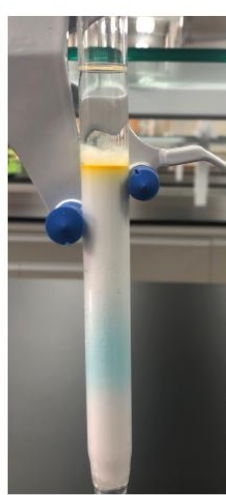
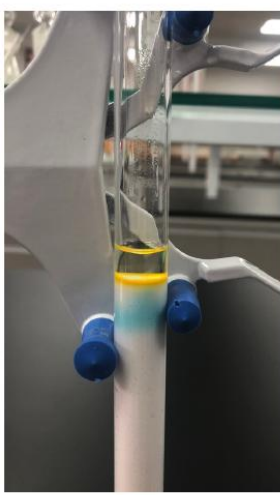
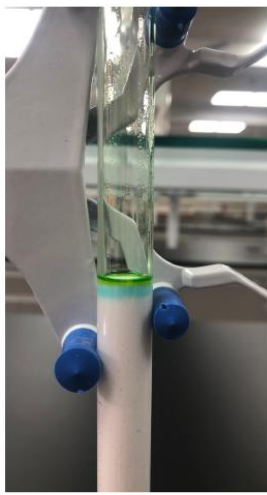
10g中性 Al_2O_3
干法装柱；轻
敲柱壁；紧密
均匀；表面平
整；加入70%
乙醇洗脱柱体。

滴加10滴样；
少量70%乙醇
洗柱。

70%乙醇
洗脱亚甲基蓝，

乙酸/水溶液
洗脱甲基橙

蓝色醇液；
(亚甲基蓝)
红色酸液。
(甲基橙)



注意事项

- 1.展开剂、乙醇洗脱亚甲蓝溶液、乙酸水溶液洗脱甲基橙溶液倒入**废液桶**；中性氧化铝填料和硅胶倒入边台回收盆中；
- 2.点样所用的**毛细管**弃置于**蓝色废弃物箱中**，切勿弃置于水槽中或垃圾桶内；
- 3.硅胶玻璃板使用完毕后务必清洗干净放回托盘中；
- 4.层析柱使用完毕**洗净**后放置在气流烘干器上干燥；
- 5.展开剂的挥发性较强，请打开通风橱风机通风；**展开缸**理论上不用清洗，若清洗用乙醇**勿用水**。





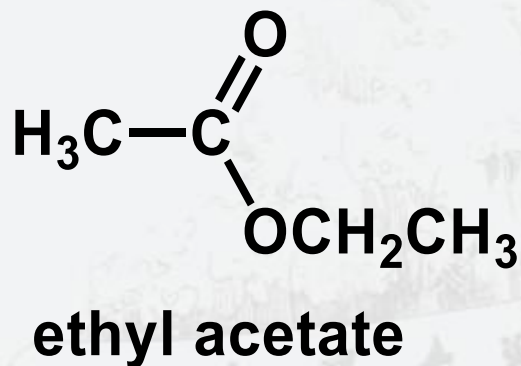
西安交通大学
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY

实验六 乙酸乙酯的合成实验



一、实验目的

1. 掌握乙酸乙酯的合成原理与方法；
2. 进一步练习、掌握液体产品的纯化方法；
3. 进一步练习折光率的测定方法。

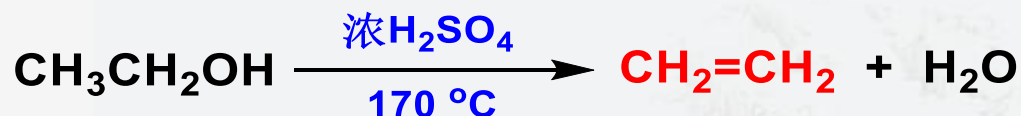
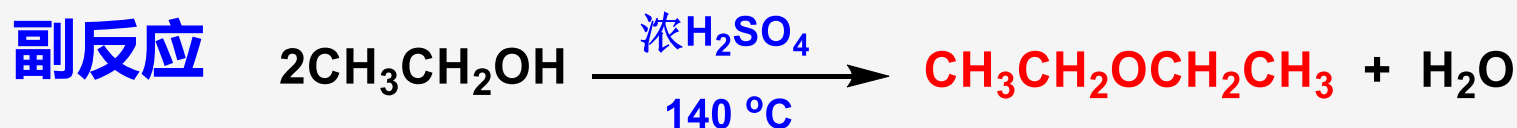
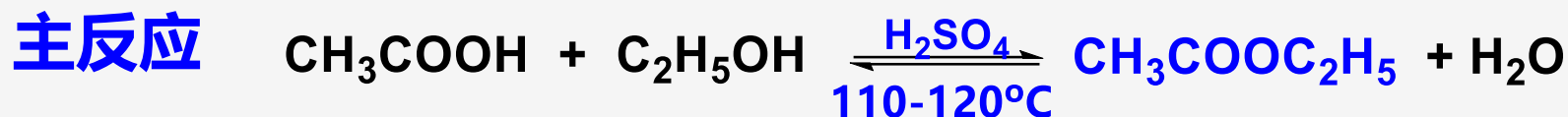


气 味：微带果香的酒香

溶解性：微溶于水，溶于醇、酮、醚、氯仿等有机溶剂



二、乙酸乙酯合成原理



名称	分子量	性状	折光率 (20℃)	比重	沸点 ℃	溶解度: g/100mL溶剂		
						水	醇	醚
冰醋酸	60.05	无色液体	1.3714	1.049	118.1	∞	∞	∞
乙醇	46.07	无色液体	1.3611	0.780	78.4	∞	∞	∞
乙酸乙酯	88.10	无色液体	1.3723	0.905	77.2	8.3	∞	∞
乙醚	74.12	无色液体	1.3526	0.71378	34.51	7.5	∞	∞
乙烯	28.06	无色气体		0.61	-103.9	不溶	微溶	溶



三、实验装置

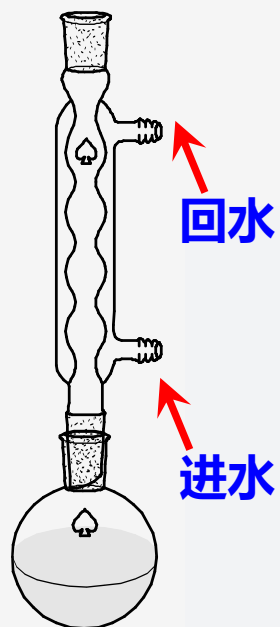


图1 回流装置

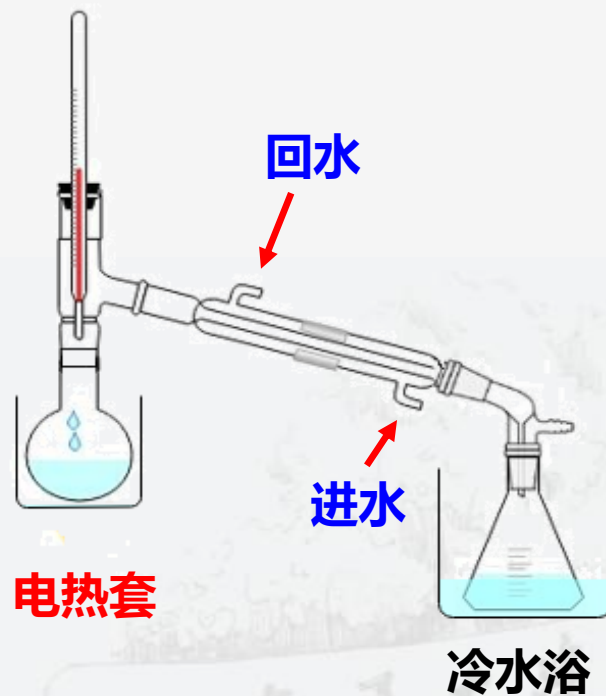


图2 蒸馏装置

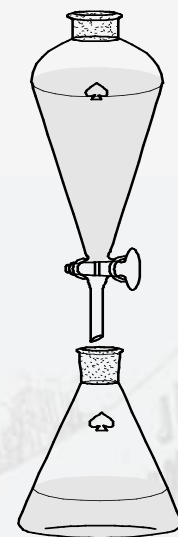


图3 分液装置

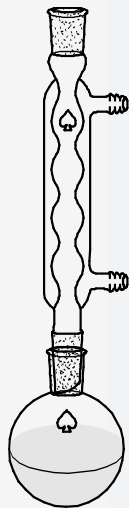


四、实验步骤

1. 制备

准备工作：在气流干燥器上烘干10 mL
和25 mL量筒、1个锥形瓶

无水乙醇(20 mL)
浓硫酸(10 mL)
冰醋酸(12 mL)
2~3粒沸石



摇匀, Δ

回流30 min
加热包200 °C

液体稍冷后, 蒸馏

馏出液 (约20 mL)

粗制样品



四、实验步骤

2. 纯化



注意事项

- 1、浓硫酸在取用时应注意安全**佩戴橡胶手套**；其作用是：催化剂、吸水剂；量取浓硫酸后的**量筒清洗干净**放在气流烘干器上**烘干后**再放回试剂架。
- 2、加样顺序是选取**乙醇**，再加**浓硫酸**，最后加**乙酸**。为了防止加浓硫酸时产生的热量导致液体迸溅，应当边加边振荡。等混合液冷却后再加入乙酸。
- 3、回流时**勿忘加沸石**，以免暴沸。回流改蒸馏装置后，**需再添加沸石**。
- 4、饱和 Na_2CO_3 的作用除了中和酸外，还可降低乙酸乙酯的溶解度，有利于溶液分层，析出乙酸乙酯。
- 5、实验结束产物乙酸乙酯应倒入边台**回收瓶**中。



实验安全预案

1. 取浓 H_2SO_4 时需戴橡胶手套（每排中央台配一副，公用），取用后需清洗手套，如感到手部灼热及时用大量清水冲洗。
2. 将浓 H_2SO_4 加入醇时放出大量热，可用自来水降温，如发生玻璃器皿破裂，及时用水冲洗，注意保护手部皮肤。
3. 回流装置改蒸馏装置，注意防止烫伤，等装置温度降下来再拆卸安装。
4. 在回流或蒸馏时有机试剂泄露，应先关闭加热套电源，迅速查找原因，如着火可用湿抹布覆盖灭火。
5. 用碳酸钠清洗样品时可能放出大量气体，分液漏斗注意放气，防止分液漏斗内部压力过大而产生危险。



实验仪器清单

每筐仪器	名称	数量	名称	数量
	50 mL锥形瓶	2	蒸馏头	1
	125 mL分液漏斗	1	100 mL圆底 烧瓶	1
	直形冷凝管	1	尾接管	1
	500 mL烧杯	1	球形冷凝管	1





西安交通大学
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY

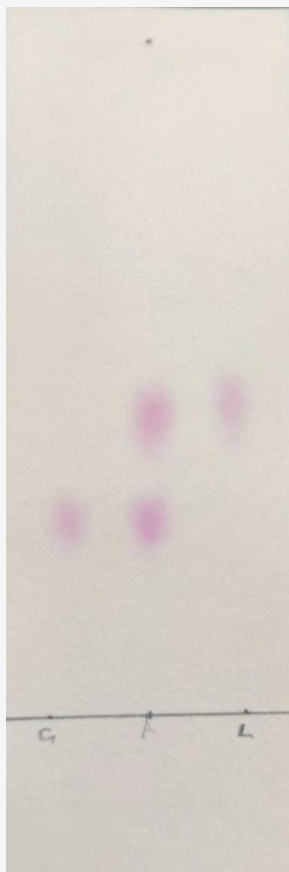
实验七

纸色谱法分离氨基酸与指纹显色



一、实验目的

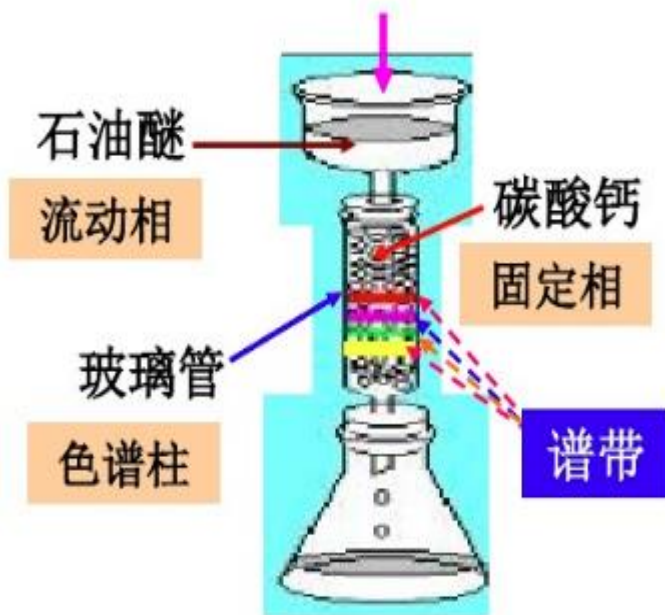
1. 掌握纸色谱法分离氨基酸的原理和方法；
2. 探索指纹显色方法。



二、实验原理-色谱法起源和分类

1906年由俄国植物学家Tswett创立

将植物色素的石油醚浸取液通过填充有碳酸钙的玻璃管，再用石油醚自上而下淋洗，由于**不同色素向下移动的速度不同**，最后色素中**各组分互相分离**，形成不同颜色的谱带。



色谱法的简单分类

流动相与固定相不同

流动相

固定相

类型

液体

固体

液-固色谱

液体

液体

液-液色谱

气体

固体

气-固色谱

气体

液体

气-液色谱

超临界流体

液相色谱 (LC)

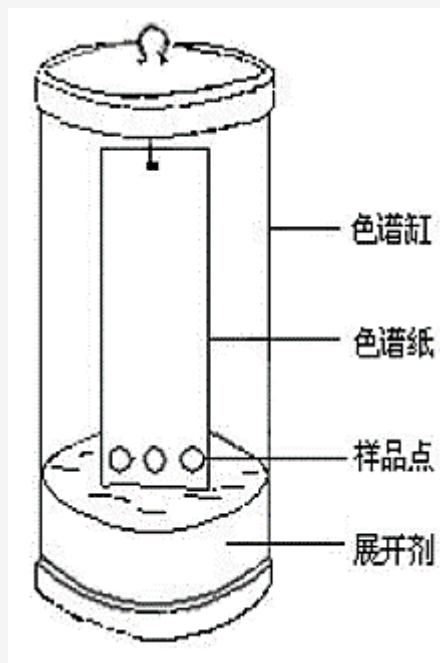
气相色谱 (GC)

超临界流体色谱 (SFC)



实验原理-纸色谱

纸色谱法：属于**液-液**分配色谱，利用混合物中各组分在固定相和流动相中的分配比不同而进行分离的一种微量分离方法。

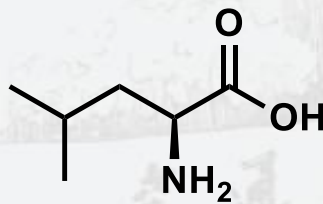


载体：滤纸

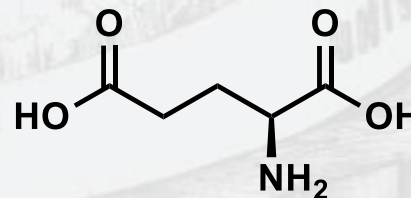
固定相：滤纸上吸附的水

流动相(展开剂)：乙醇：乙酸：水 = 6:1:2

样品：亮氨酸、谷氨酸、混合样品



亮氨酸



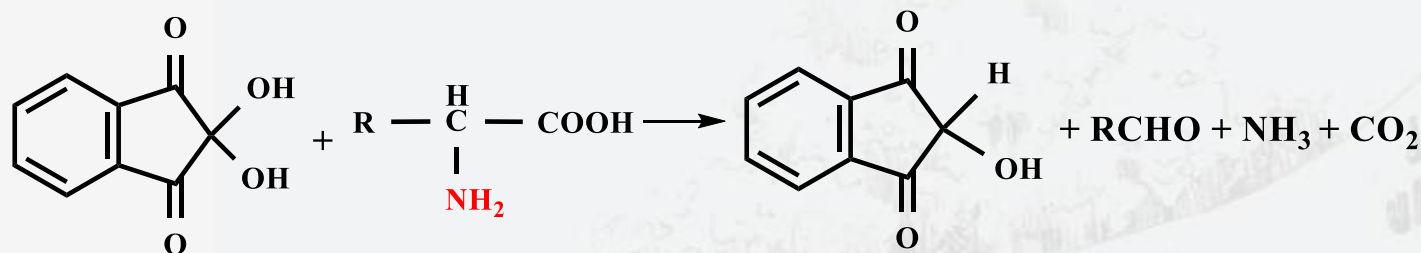
谷氨酸

注意：试验结束后，展开剂须倒入回收瓶，且勿用水清洗层析缸。
试验结束后，回形针铁钩要回收，请勿丢弃！



实验原理-茚三酮反应

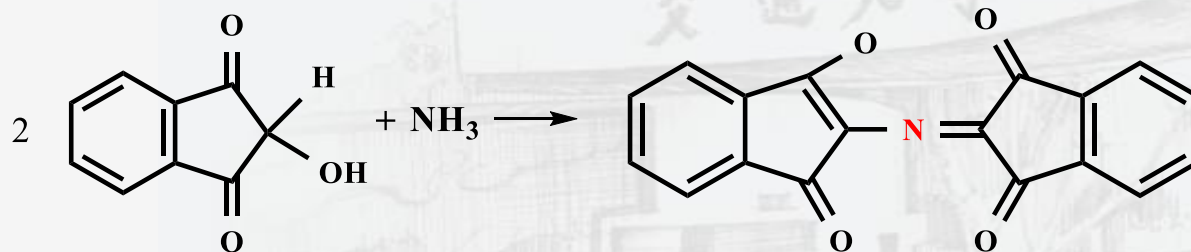
茚三酮反应是指在加热条件及弱酸环境下,除天冬氨酸和茚三酮作用生成棕色物质,脯氨酸或羟脯氨酸与茚三酮作用生成黄色物质外,所有的 α -氨基酸及一切蛋白质均能与茚三酮反应生成蓝紫色物质。该反应分两步进行:首先,氨基酸被氧化产生 CO_2 、 NH_3 和醛,茚三酮被还原成还原型茚三酮;随后,还原型茚三酮与另一个水合茚三酮分子和氨缩合生成有色物质,反应的适宜pH为5-7。



水合茚三酮

氨基酸

茚三酮 (还原型)



蓝色或紫色化合物



三、实验操作-纸色谱法

展开剂饱和：预先倒入一定量的展开剂，液面**约高**1.5cm（量取约90mL）。

标记

取**长**层析滤纸(**手指不要触碰纸面**)，用铅笔在滤纸一端画一横线,距底端约1.5cm，均匀标记点样点(谷、混合、亮)，在纸条另一端**标记姓名**并用铁钩预先扎孔,便于悬挂

点样

在标记好的点样点上，用毛细管点样(**约1-2次**)，斑点宜**小而圆**；注意毛细管切勿混用。

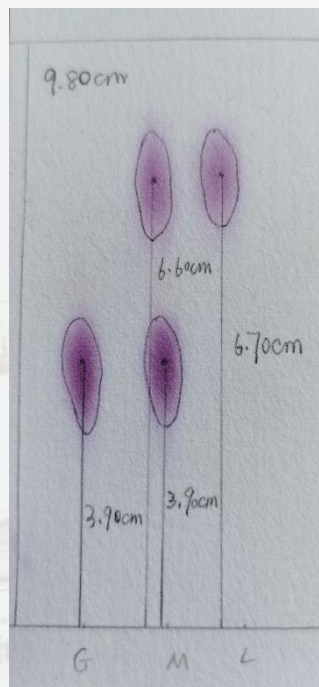
展开

将滤纸悬挂于层析缸中。**注意：**悬挂滤纸时，不要用手**污染**滤纸；展开过程中不能**移动**层析缸。(标记线位置**须高于展开剂高度**)

显色

取出层析纸后，用铅笔**标记**溶剂前沿，再悬挂于烘箱中(85℃)烘干10min，取出，浸入茚三酮乙醇溶液显色，再次烘干，直到出现紫色斑点，用铅笔勾画出**斑点轮廓**。

计算 R_f



计算各个斑点的 R_f 值。



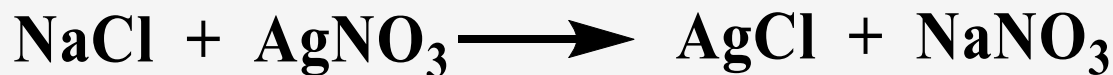
四、注意事项

1. 烘箱门虚掩，不要关闭，以防高温条件下乙醇闪爆。
2. 展开剂用量筒量取约90mL。
3. 茚三酮溶液在实验室后方长边台上。显色时务必小心操作，可以自行准备手套佩戴，避免溶液接触皮肤。转移湿润滤纸的过程中避免溶液滴落至地面。
4. 选择长滤纸做色谱实验。

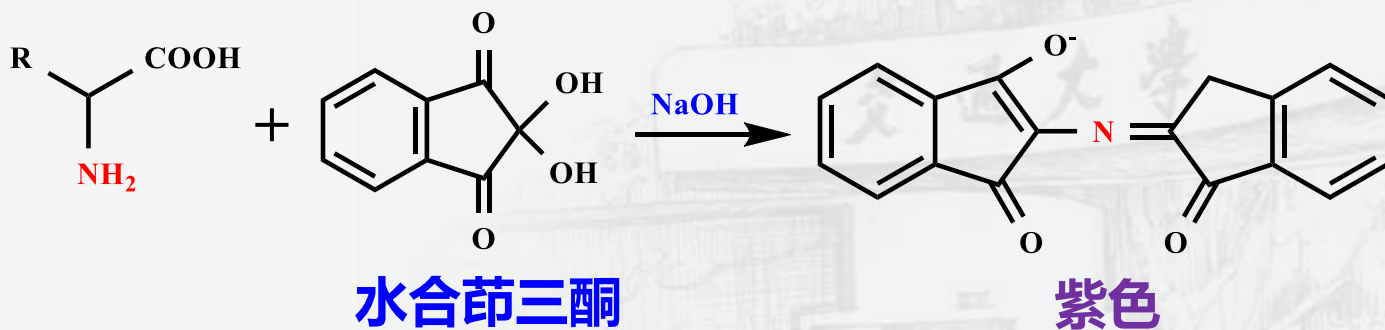


五、指纹显色探索

硝酸银溶液法：指纹汗液中含有相对较多的氯离子，向指纹印上喷硝酸银溶液，就会生成氯化银。再经过日光照射，氯化银吸收紫外光，可分解出细微的银粒，从而显示出棕黑色的指纹。



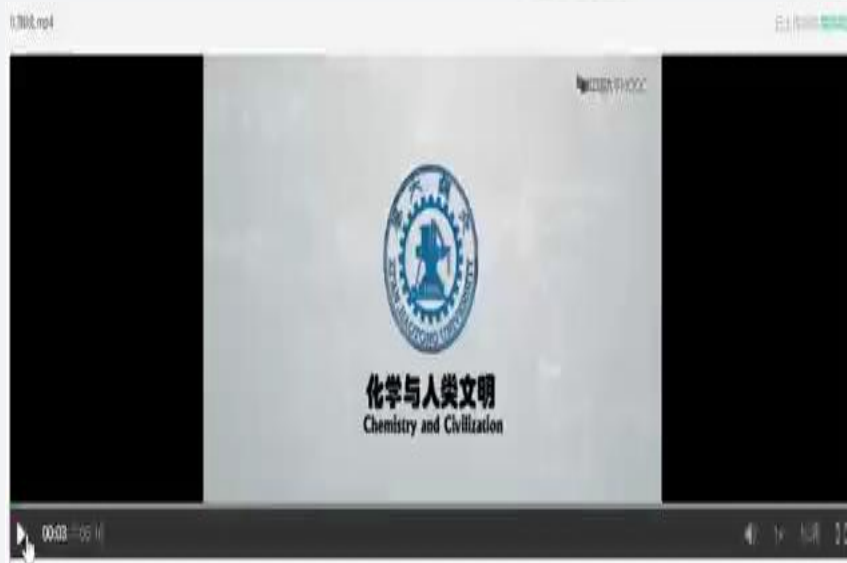
茚三酮显色法：氨基酸可与茚三酮反应产生紫色物质。因指纹印中含有多种氨基酸，故可用茚三酮能检测出指纹。



实验方案:

配制 AgNO_3 溶液: 1g AgNO_3 /100mL溶液 (水或乙醇), 醋酸调节pH值??。

茚三酮乙醇溶液: 2.5g茚三酮, 500mL95%乙醇, 醋酸调节pH值约为5左右。



纸色谱法分离氨基酸与指纹显色

- 一、实验目的
- 二、实验原理
- 三、试剂及仪器
- 四、实验操作——用流程图表示
- 五、实验装置图、结果及结论

1. 绘制纸色谱法实验装置图，标注色谱条件。
2. 将纸色谱图谱剪裁后，贴在报告本上。
3. 计算纸色谱中显色斑点的 R_f 值，给出实验结论。
4. 描述指纹显色实验现象，给出实验结论。

- 六、分析与讨论





西安交通大学
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY

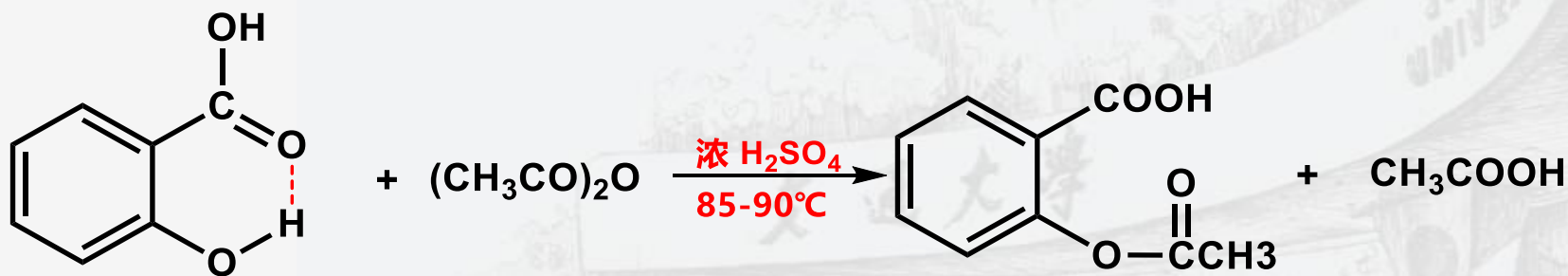
实验八 阿司匹林的制备



一、实验目的

1. 掌握酚羟基乙酰化反应的原理和乙酰水杨酸的制备方法；
2. 掌握固体物质提纯方法---- 重结晶、减压过滤的操作技术。

二、实验原理



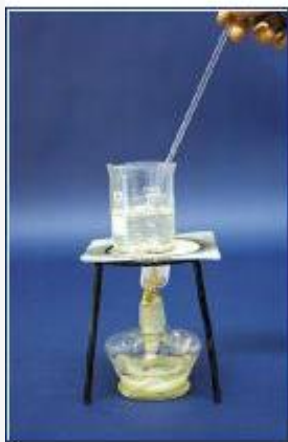
水杨酸

乙酰水杨酸 (阿司匹林)



重结晶

重结晶是纯化固体有机化合物的重要方法之一。它是利用在不同温度下被提纯物质与杂质在同一溶剂中的溶解性能差异，将杂质分离出去的提纯方法。



减压过滤，可以快速将结晶与母液分离。

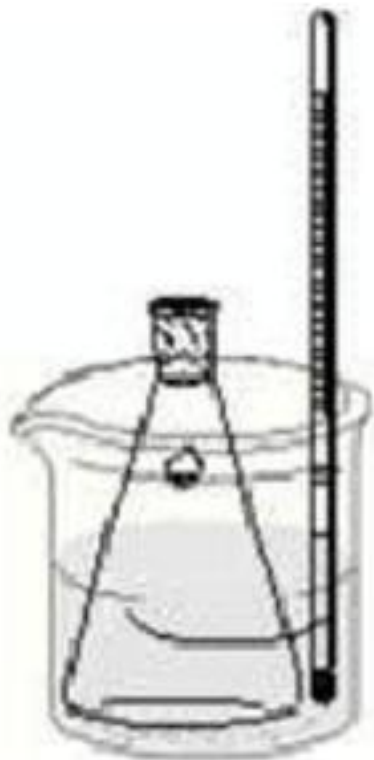


三、物理常数

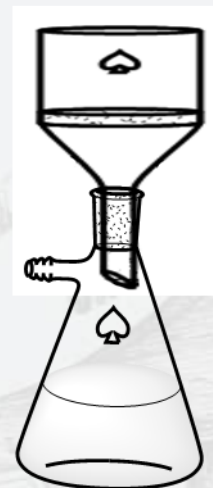
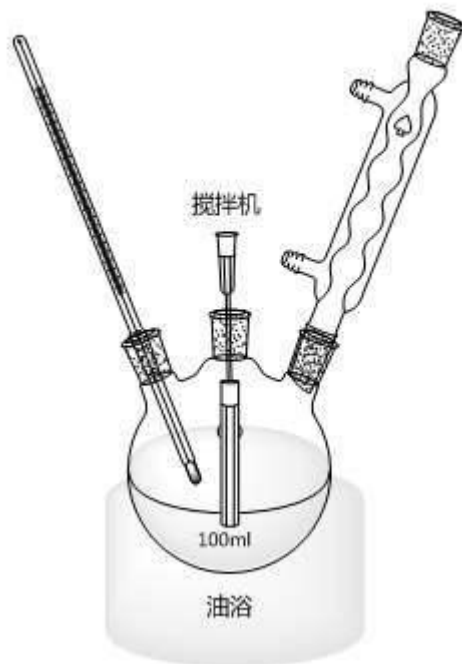
名称	分子量	性状	熔点	沸点	密度	折光率	溶解度		
							水	乙醇	乙醚
水杨酸 Salicylic acid	138.0	白色结晶性粉末， 无臭	157-159	211℃/2.67kPa			溶	易溶	易溶
乙酸酐 Acetic anhydride	102.09	无色液体易燃有醋 酸味	-73.1	138.6	1.0820	1.39006	易溶	溶	易溶
乙酰水杨酸 Acetylsalicylic acid	180.16	白色针状结晶	135~140	125 ¹⁹			微溶	易溶	溶



四、实验装置



1. 阿司匹林的
制备实验装置



五、实验步骤

1. 150mL干燥的锥形瓶中依次加入2g水杨酸和5mL乙酸酐，振摇下滴加**5滴浓硫酸**。
 2. 在70℃~80℃水浴上加热5-10min。
 3. 静置冷却至室温，倒入50mL冷水，冰水中冷却，若无结晶，用玻璃棒摩擦器壁，至乙酰水杨酸晶体完全析出。
 4. 抽滤，再用10mL冰水连续洗涤晶体两次。
-
5. 将粗品转移至150mL烧杯中，搅拌下缓慢加入25mL饱和 NaHCO_3 ，至无 CO_2 气泡产生。
 6. 抽滤，5-10mL水洗涤漏斗，合并滤液。
 7. 另一小烧杯中放入3-4mL浓盐酸和10mL水，将上述滤液倒入此盐酸溶液中，搅拌，即有乙酸水杨酸沉淀析出。
 8. 冰水冷却，至结晶完全，抽滤，少量冰水洗涤，干燥，称重。
 9. 用1% FeCl_3 检验阿司匹林的纯度。



六、注意事项

1. 锥形瓶必须干燥。
2. 乙酸酐对眼睛有刺激，需注意防护；
3. 反应温度不宜过高，应控制在 $70 \sim 80^{\circ}\text{C}$ ，否则将增加副产物的生成，如水杨酰水杨酸酯，乙酰水杨酰水杨酸酯，乙酰水杨酸酐等。
4. 洗涤时注意水的用量。





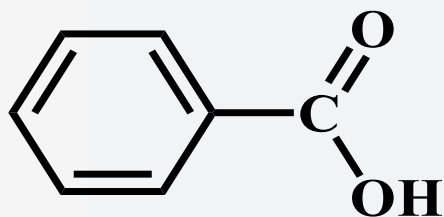
西安交通大学
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY

实验十 苯甲酸的合成实验

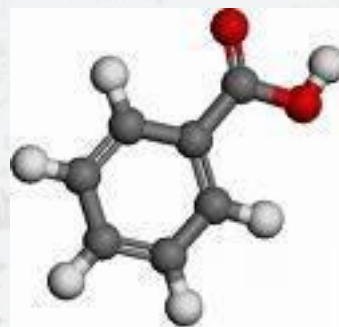
少年班《有机化学实验》教学组

一、实验目的

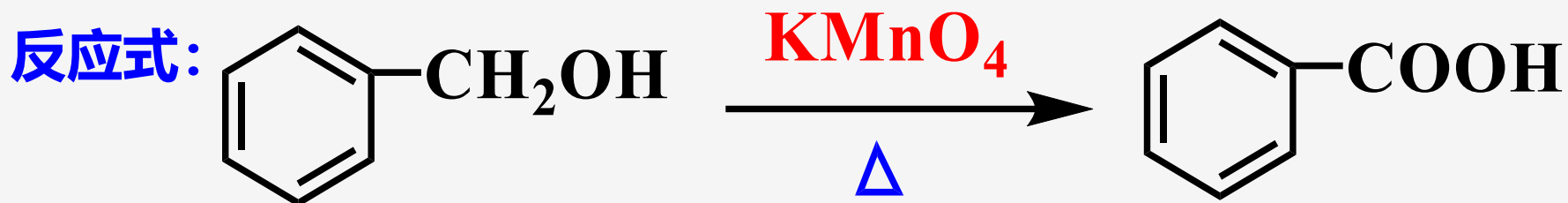
1. 掌握苯甲酸的合成原理与方法；
2. 掌握固体产品的纯化方法；
3. 练习熔点测定与红外光谱的表征方法。



benzoic acid



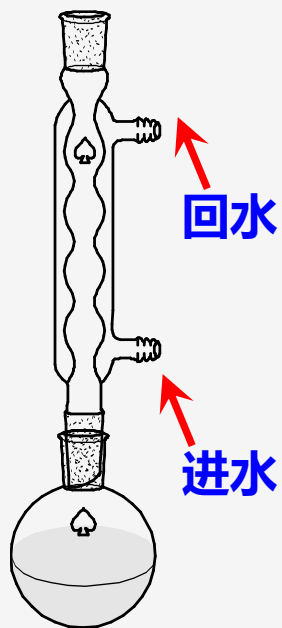
二、苯甲酸合成原理



名称	分子量	性状	比重 g/cm^3	熔点 $^{\circ}\text{C}$	沸点 $^{\circ}\text{C}$	溶解性	试剂使用危险来源
高锰酸钾	158.034	黑紫色结晶	2.7	240		溶于水、碱液，微溶于甲醇、丙酮、硫酸。	与某些有机物或易氧化物接触，易发生爆炸，与乙醚、硫酸、硫磺、双氧水等接触会发生爆炸；遇甘油立即分解而强烈燃烧。
苯甲醇	108.13	无色透明液体	1.04	-15	204.7	微溶于水，与乙醇、乙醚、氯仿等混溶	具有麻醉作用，对眼、上呼吸道、皮肤有刺激作用。摄入引起头痛、恶心、呕吐、胃肠道刺激、惊厥、昏迷。
苯甲酸	122.12	白色针状或鳞片状结晶	1.2659	122.13 (100 $^{\circ}\text{C}$ 以上会升华)	249.2	微溶于冷水、己烷，溶于热水、乙醇、乙醚、氯仿、苯、二硫化碳和松节油等	蒸气有很强的刺激性，吸入后易引起咳嗽。



三、实验装置与仪器



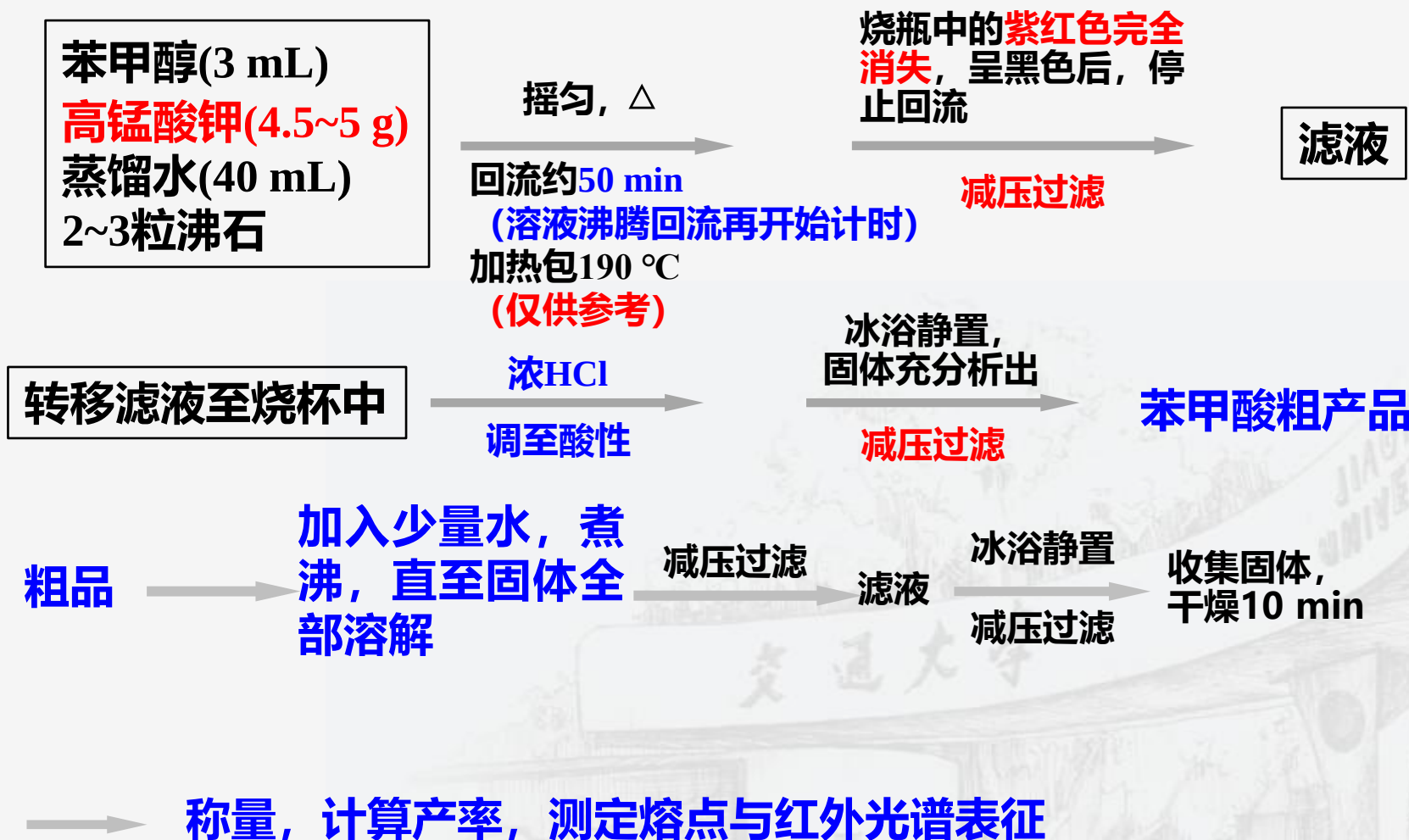
回流装置

每筐 仪器	名称	数量	名称	数量
	100 mL圆底烧瓶	1	球形冷凝管	1
	250 mL烧杯	1	表面皿	1
	100 mL烧杯	1		

公用仪器：抽滤瓶、布氏漏斗、橡胶垫圈、
玻璃棒等



四、实验步骤 磁力搅拌



注意事项

- 1、高锰酸钾在取用时应注意安全。
- 2、第一次减压过滤后的滤渣，收集至回收瓶中，切勿乱扔。
- 3、回流时勿忘加沸石，以免暴沸。过滤后，需分离沸石与滤渣。
- 4、滴加浓盐酸时，要小心取用。
- 5、测定红外光谱时，每班选取2-3份样品表征。



- 一、实验目的
- 二、实验原理
- 三、实验试剂与装置
- 四、实验步骤——用流程图表示
- 五、实验数据与现象

性状、熔点

计算产率，红外光谱表征及图谱解析

- 六、讨论分析





西安交通大学
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY

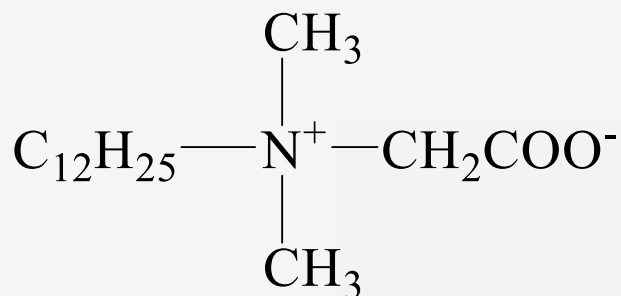
实验十一

两性表面活性剂BS-12的合成与应用



一、实验目的

1. 了解两性表面活性剂的结构特点；
2. 掌握甜菜碱型两性表面活性剂的合成方法。



十二烷基二甲基甜菜碱 (BS-12)



洗手液主要成分组成

(1)去污成分

去污成分是为提供去污作用和丰富的泡沫，主要是阴离子表面活性剂以及少量的非离子和两性离子表面活性剂。阴离子表面活性剂有皂、十二烷基硫酸钠、Q-烯烃磺酸盐、脂肪醇聚氧乙烯醚硫酸盐、Q-磺基脂肪酸脂、月桂酰肌氨酸盐和单油酸酰胺磺基琥珀酸二钠等。皂和十二烷基硫酸钠是最早使用于洗手液的表面活性剂，由于他们各自的缺陷如较强的脱脂性，皂的高pH 值及低的抗硬水性能形成的钙皂，已较少使用了。

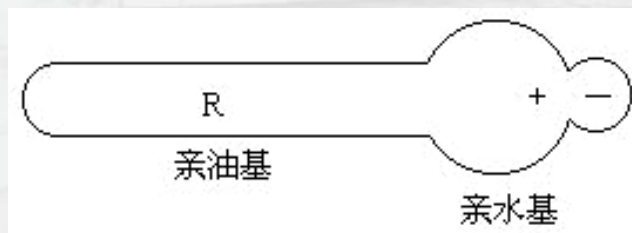
非离子表面活性剂一般较少在洗手液中使用，少量的加入可以增进去污作用和提高泡沫的稳定性，如椰油酸二乙醇酰胺，其中烷基糖苷的加入可以降低表面活性剂的对皮肤的刺激。少量的两性离子加入有利于发泡和泡沫的持久，甜菜碱和氧化胺。



二、实验原理

两性表面活性剂是指分子结构中，亲水基包含阳离子、阴离子和非离子中两种及两种以上的表面活性剂。

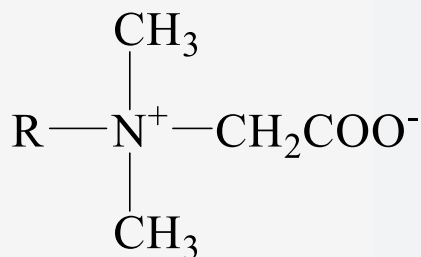
两性离子型表面活性剂（zwitterionic surfactants）则是指分子结构中同时存在被桥链（碳氟链/碳氢链等）连接的一个或多个正、负电荷中心（或偶极中心）的表面活性剂，其中，**正电荷中心显碱性**，相应的碱性基多为胺基或季铵基；负电荷中心则常显酸性，酸性基往往是羧基、磺酸基或磷酸基等。



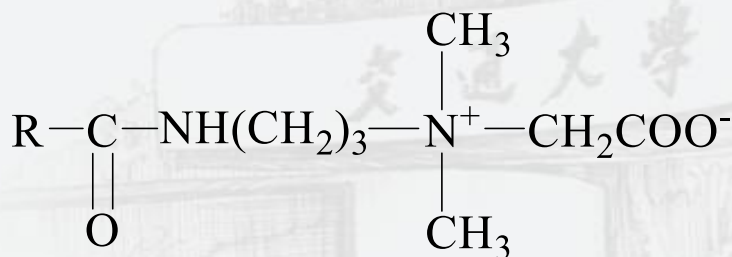
二、实验原理

按亲水基中阴阳离子结构的种类，可将两性离子性表面活性剂分为以下几类：

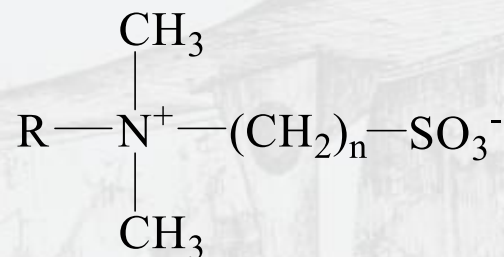
1、甜菜碱性：甜菜碱型表面活性剂（Betaine type surfactant）是由季铵盐型阳离子部分和羧酸盐型阴离子部分所构成，其性能较氨基酸型两性表面活性剂为优良，它的制备方法一般由脂肪叔胺与氯乙酸钠反应而成。



烷基甜菜碱



烷基酰胺甜菜碱

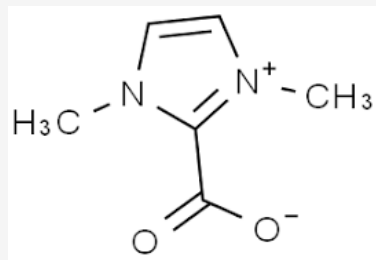


磺酸甜菜碱

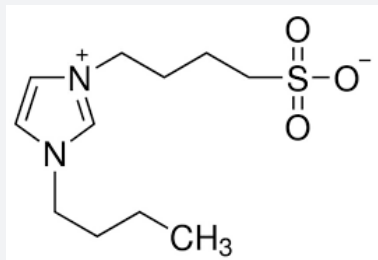


二、实验原理

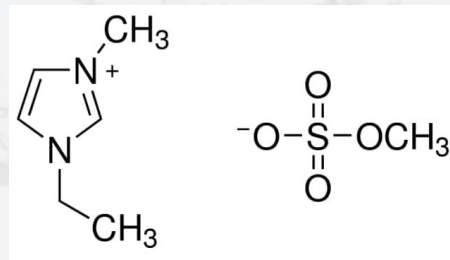
2、咪唑啉性：咪唑啉型表面活性剂其分子中同时含有阴、阳两种离子基，是改良型和平衡型的两性表面活性剂。其性质温和，有良好的去污，起泡和乳化性能，尤其以极低的毒性、对皮肤和眼睛的刺激性极小，发泡性很好。



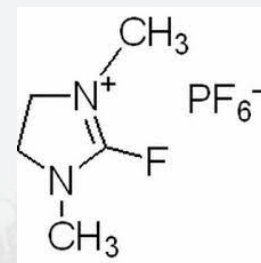
羧酸型咪唑啉



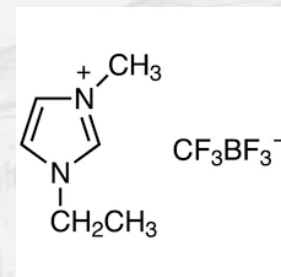
磺酸型咪唑啉



硫酸型咪唑啉



磷酸型咪唑啉



有机硼型咪唑啉



二、实验原理

3、氨基酸型：氨基酸型表面活性剂是一类**可再生生物质**来源的新型绿色环保表面活性剂。氨基酸型表面活性剂不仅生物质原料来源广泛，毒副作用小，性能温和，刺激性小且生物降解性好，生产工艺绿色化，而且其良好的乳化、润湿、增溶、分散、起泡等性能在当下备受人们的关注，被逐渐应用于洗涤、个人护理和食品工业等诸多领域。



α -亚氨基型

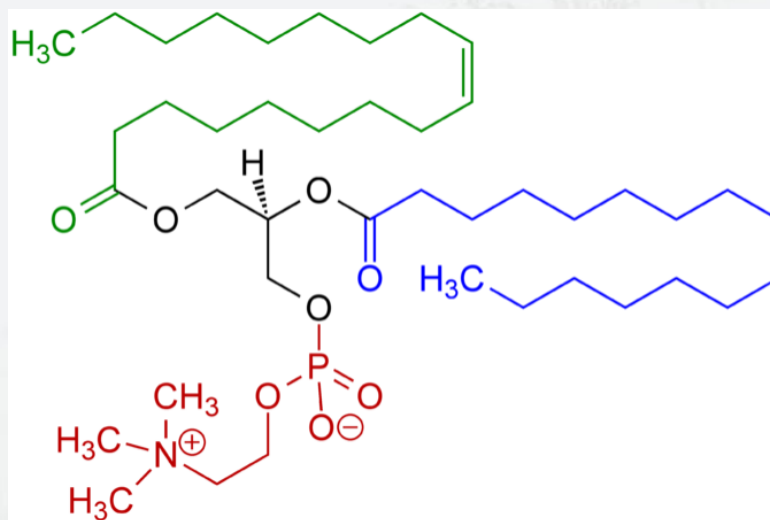


β -胺基丙酸型



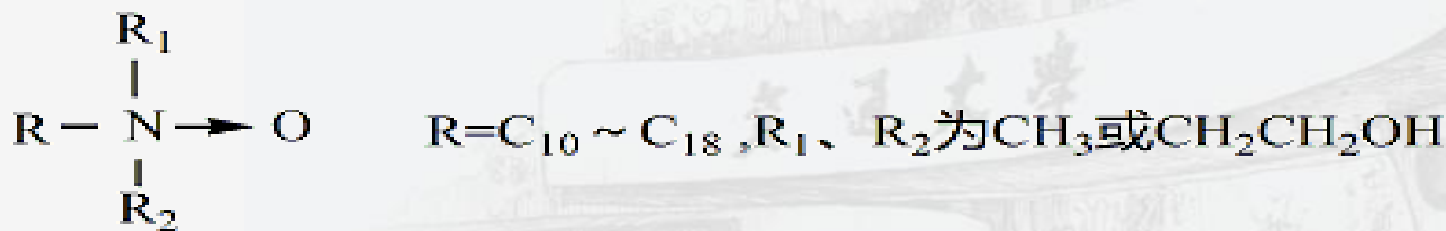
二、实验原理

4、卵磷脂型：卵磷脂是一种耐受性很好的**非毒性表面活性剂**。卵磷脂已经获得美国食品与药品管理局的批准，属于「普遍公认安全」级，适合于人类使用。「卵磷脂是细胞膜不可分割的组成部分，可以得到彻底代谢，因此实际上对于人类来说没有毒性。其他乳化剂则只能通过肾脏排泄。」



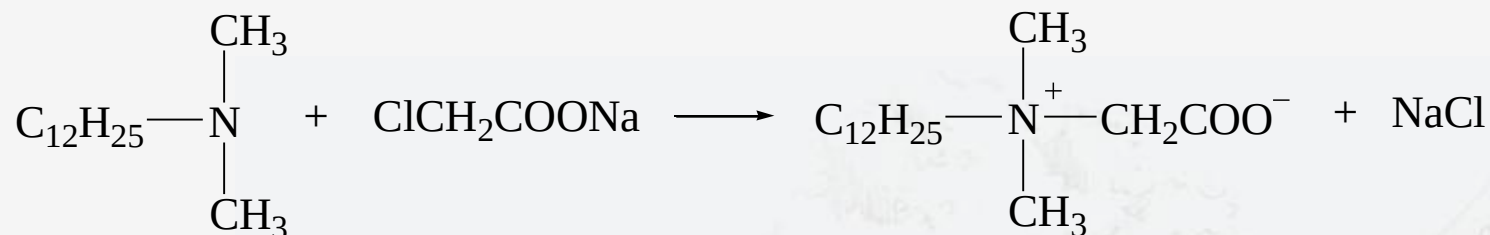
二、实验原理

5、氧化胺型：它在中性和碱性溶液中显示出非离子特性，在酸性介质中呈阳离子性，是一种多功能弱阳离子表面活性剂。这类原料除了具有改善浴露肤感外，还有调节浴露黏度、发泡力以及降低阴、阳离子活性剂的刺激性，因而在皂基及表面活性剂型浴用品中广泛应用。



二、实验原理

本实验中的十二烷基二甲基甜菜碱是通过**N,N-二甲基十二烷基胺与氯乙酸钠**反应而制备，具体反应式如下：



十二烷基二甲基甜菜碱（BS-12）为无色或浅黄色透明液体，在酸性介质中呈阳离子性，在碱性介质中呈阴离子性。具有优良的稳定性，对皮肤刺激性低，生物降解性好，具有优良的去污杀菌、柔软性，抗静电性、耐硬水性和防锈性。常用于配制香波、儿童清洁剂，也可用作纤维、织物柔软剂和抗静电剂等。



三、仪器及试剂

仪 器

100 mL圆底烧瓶
磁力搅拌器
玻璃水浴
球形冷凝管
磁子

试 剂

N,N-二甲基十二烷基胺
氯乙酸钠
50% 乙醇
浓盐酸
十二烷基苯磺酸钠
香精



四、实验内容

十二烷基二甲基甜菜碱的合成

- 向100mL单口圆底烧瓶中依次加入5 g N,N-二甲基十二烷基胺, 3 g 氯乙酸钠和15 mL 50%乙醇溶液。加热至70 °C, 并在此温度下回流至反应液变成透明, 进一步反应50 min后结束反应。
- 反应液冷却后, 在搅拌下滴加浓盐酸 (~16 mL), 直至反应瓶中液体呈乳状且不再消失为止。 (浓盐酸在通风橱中滴加)
- 待十二烷基二甲基甜菜碱(BS-12)结晶析出后过滤。用10 mL无水乙醇洗涤滤饼2次, 干燥5-10分钟后, 称重计算产率 (盐酸盐产物理论产量7.22g)。



四、实验内容

洗涤剂的配制（用来洗涤玻璃仪器）

液体洗涤剂主要由水、表面活性剂、助洗剂、增稠剂、香精、色素等构成。本实验可自行设计配方。现以配制约50 g产品为例：

按配方要求**分别称取**约**0.6 g**十二烷基甜菜碱和十二烷基苯磺酸钠（约1:1），加入50 mL去离子水，搅拌使原料全部溶解后，加入一滴香精，搅拌均匀即可。



注意事项:

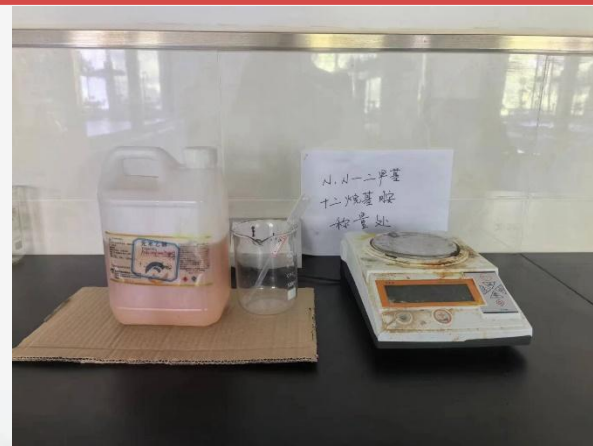
- 1、实验过程中浓盐酸加入量必须充足，否则不会出现固体
- 2、磁力搅拌器在使用过程中，温度计探头应放入水面以下，以监测温度
- 3、玻璃水浴在使用过程中应注意安全，防止滑落
- 4、配制的洗涤剂统一回收，用于实验仪器的洗涤
- 5、磁子务必清洗干净后放回边台，切勿倒至废液桶

每筐仪器	名称	数量	名称	数量
	100 mL圆底烧瓶	1	球形冷凝管	1
	250 mL烧杯	1		



注意事项:

公共区域



N,N-二甲基十二烷基胺油性且黏度较大，请在指定位置称量；若洒请用纸巾擦拭干净

- 1、抽滤前检查水泵是否有水，若无，先加水**
- 2、抽滤三件套公用，用完及时清洗；切勿拿到自己实验台位而影响他人使用**



注意事项:



垃圾桶:
实验手套、
称量纸、滤纸等
严禁扔碎玻璃和生活垃圾



危险废固箱: 只放碎玻璃!!!
严禁扔实验手套、称量纸、滤纸等



废液按类倒入有机
无机废液桶**严禁向**
废液桶中扔实验手
套、称量纸、滤纸
等





西安交通大学
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY

实验十二 咖啡因提取与纯化实验





一、实验原理

二、实验步骤

三、思考题

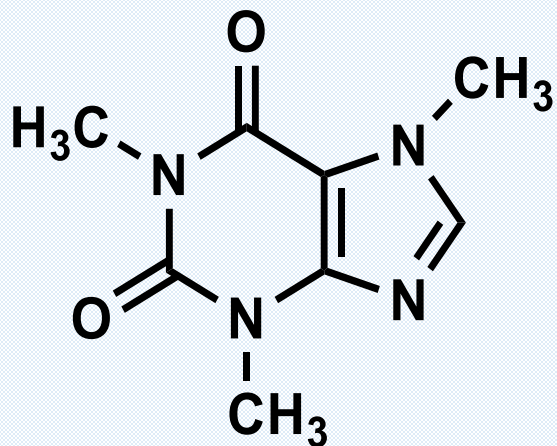


一、实验原理

液-固萃取：液-固萃取是从固体混合物中萃取所需物质，是利用固体物质在溶剂中的溶解度不同达到分离、提纯的目的。

升华：升华是在固态具有相当高蒸气压的物质，受热到温度低于其熔点时，直接气化；气化后的蒸气遇冷凝结成固体的过程。

咖啡因：1, 3, 7-三甲基-2, 6-二氧嘌呤



- 具有刺激心脏、兴奋大脑神经和利尿等作用，也是复方阿司匹林（APC）等药物的组分之一。
- 具成瘾性，长期大剂量摄入会损害肝、肾等内脏器官。



茶叶中含有咖啡因，约占1-5%，另外还含有11-12%的丹宁酸（鞣酸），0.6%的色素、纤维素、蛋白质等。

物理性质

溶解度：4.55g/100mL 乙醇（60℃）

熔点：238℃；升华温度：178℃

为了提取茶叶中的咖啡因，可用适当的溶剂（**乙醇**）在**索氏提取器**连续**萃取**，再浓缩，可得到含有咖啡因的混合液。因混合液中含有其它一些生物碱和杂质（单宁酸），继续利用咖啡因的较易升华的特点进一步分离提纯（**升华法**）。



二、实验步骤

样品准备

称取茶叶
10g, 剪碎,
滤纸包裹。
**纸筒高度低
于虹吸管。**

萃取

组装仪器,
加入 100
mL 95%
乙醇, 回
流提取,
虹吸2-3次,
停止加热。

浓缩

取出茶叶包,
利用索氏提
取器蒸去大
部分乙醇,
停止加热。
稍冷, 将浓
缩液转入蒸
发皿中。

炒干

加入生石
灰, 拌匀
成糊状,
先蒸去残
余溶剂,
再进一步
炒干 (墨
绿色),
准备升华。
**(注意: 防
止着火)。**

升华

搭好升华
装置, 控
温升华,
观察结果,
收集咖啡
因。

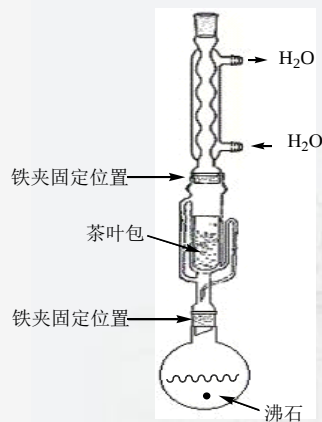


图1.索氏提取装置



图2.升华装置



三、注意事项

- 1、注意蒸馏时，烧瓶内不能装得太满，以防爆溢；
- 2、样品纸筒应低于虹吸管，有利于溶剂充分润湿样品；
- 3、由于咖啡碱溶于水，在升华前务必蒸干水分；
- 4、滤纸刺孔，孔径大，排列紧密、均匀，用时孔刺朝上；
- 5、在升华时，样品要受热均匀，宜小火加热，有利于结晶。





西安交通大学
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY

谢谢各位同学！

