

揭阳职业技术学院

化学工程系实训课教案

2025-2026 学年第二学期

讲授课程：有机化学（含实验）（实验）

任课教师：钟小寅

专业班级：应用化工技术（3+证书）251、
分析检验技术（3+证书）251、
石油化工技术 251、
石油化工技术（3+证书）251

计划学时：36

学 生 数：84

实训一 有机化学实训思政教育、安全教育与常用仪器认领、 洗涤和干燥

实训项目教学设计

项目名称	有机化学实训思政教育、安全教育与常用仪器认领、洗涤和干燥		项目编号	1
隶属课程	有机化学实验			
教学目的	1、熟悉有机化学实验室的规则和要求。 2、领取有机实验常用仪器，熟悉其名称、规格及使用注意事项。 3、学习并练习使用常用仪器的洗涤和干燥方法。			
教学学时	3 学时			
教学设计	教学要点	训练要点与要求	训练方法	备注
	实验室思政教育	逐渐培养实事求是、科学严谨的职业素养	教师讲授并举例。	
	实验室规则和安全教育	保证有机化学实验正常进行，保证实验的安全开展，学生必须严格遵守有机化学实验室规则。	教师讲授并举例。	
	有机玻璃仪器的认识	认识接下来课程常规玻璃仪器，尤其是蒸馏整套仪器。	教师讲授并示范，学生实践操作。	
	有机玻璃仪器的认领跟洗涤	根据实验二的装置图认领玻璃仪器并学习洗涤的方法。	教师讲授并示范，学生实践操作。	
	蒸馏装置图的搭建	依照横平竖直的标准搭建蒸馏装置	学生实践操作，教师从旁指导。	
	实验报告的书写	能正确编制报告，画出装置图，实验内容完整、书写正确、清晰。		课后完成
考核方法	实践考核。			
考核标准	1、 实践操作（50分）； 2、 实训报告（40分）； 3、 实验过程及实验结束后良好的工作习惯和卫生习惯（10分）。			
分组要求	2-3 位同学协作操作。			
其它要求				

实训一 有机化学实训思政教育、安全教育与常用仪器认领、洗涤和干燥实训项目教学过程设计

一、实验室规则和思政教育、安全教育

(1) 知识目标：学生通过学习应熟悉与实验室安全相关的法律法规，掌握实验室卫生、消防、水电及个人防护等通用安全知识，掌握涉化类实验室涉及的化学品、气体、压力容器、实验装置、实验废弃物、应急处置等方面的专业安全知识。

(2) 能力目标：学生通过学习应具备涉化类实验装置的安全操作能力、对涉化类实验项目进行风险辨识和评估的能力、迅速应对涉化类安全事故的应急响应能力、参与和协助涉化类实验室安全管理的能力。

(3) 素质目标：学生通过知识学习和能力训练，深刻认识涉化类实验室安全对教学科研活动、环境保护和人员健康的重要影响，具备独立在涉化类实验室开展教学科研活动的安全素养，具备“生命至上、健康第一”的安全首位意识，具备环境保护和可持续发展意识。

(4) 思政目标：学生通过学习应该具备“我的安全我负责，他人安全我有责”的责任感和担当意识，具备“遵守安全规则，追求实事求是”的职业道德和科学精神，以及“坚守安全底线，杜绝违纪违法”的纪律意识和法制观念，具备“个人提升，社会受益”的终身学习理念和总体国家安全观念。

1. 有机化学实验室规则

为了保证有机化学实验正常进行，培养良好的实验方法，并保证实验室的安全，学生必须严格遵守有机化学实验室规则。

(1) 切实做好实验前的准备工作。

(2) 进入实验室时，应熟悉实验室灭火器材，急救药箱的放置地点和使用方法。

(3) 实验时应遵守纪律，保持安静。

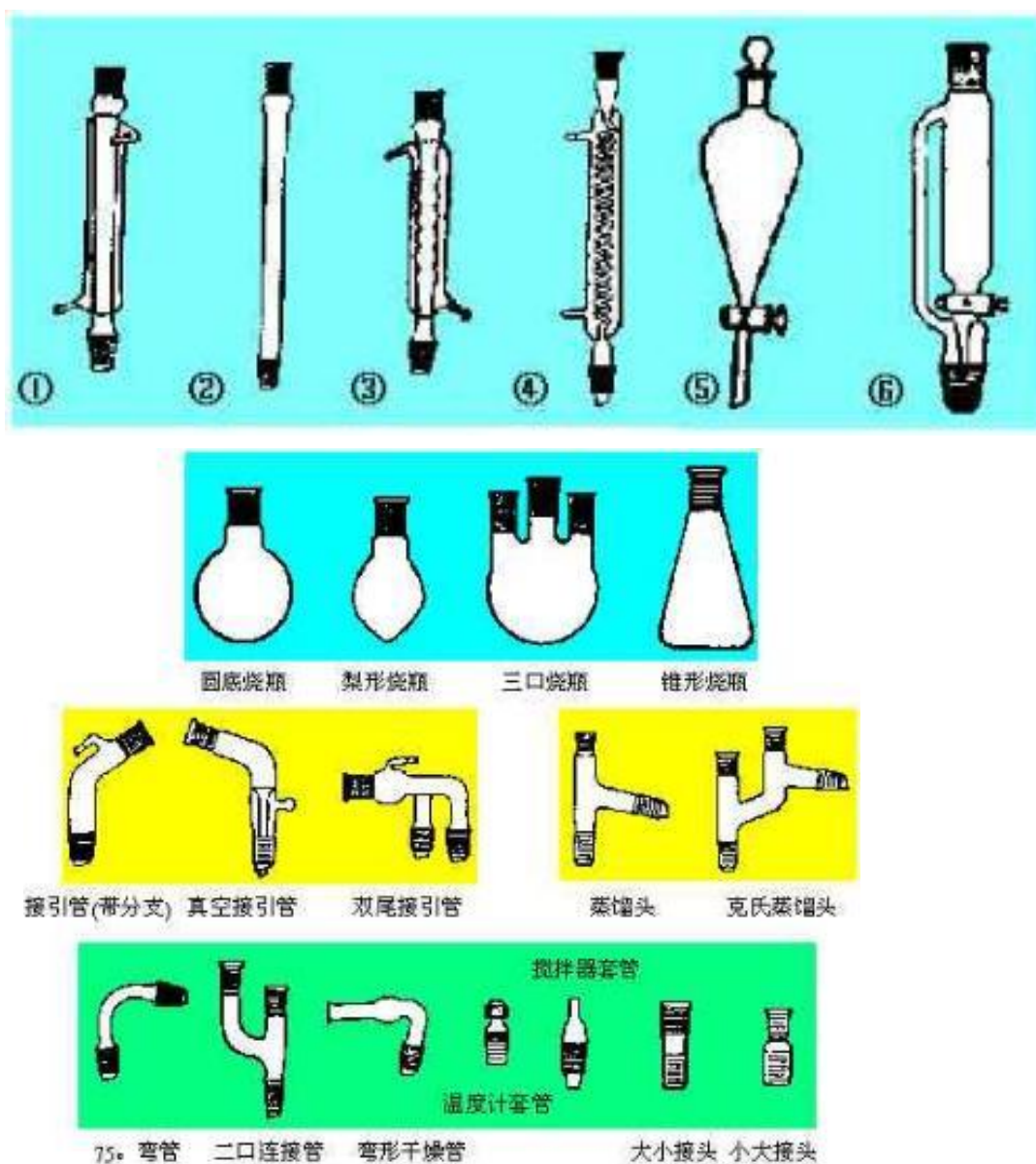
(4) 遵从教师的指导，按照实验教材所规定的步骤、仪器及试剂的规格和用量进行实验。

- (5) 应经常保持实验室的整洁。
- (6) 爱护公共仪器和工具，应在指定地点使用，保持整洁。
- (7) 实验完毕离开实验室时，应把水、电和煤气开关关闭。

2. 有机化学实验室安全知识

由于有机化学实验室所用的药品多数是有毒、可燃有腐蚀性或有爆炸性的，所用的仪器设备大部分是玻璃制品，故在实验室工作，若粗心大意，就易发生事故。必须认识到化学实验室是潜在危险场所，必须经常重视安全问题，提高警惕，严格遵守操作规程，加强安全措施，事故是可以避免的。

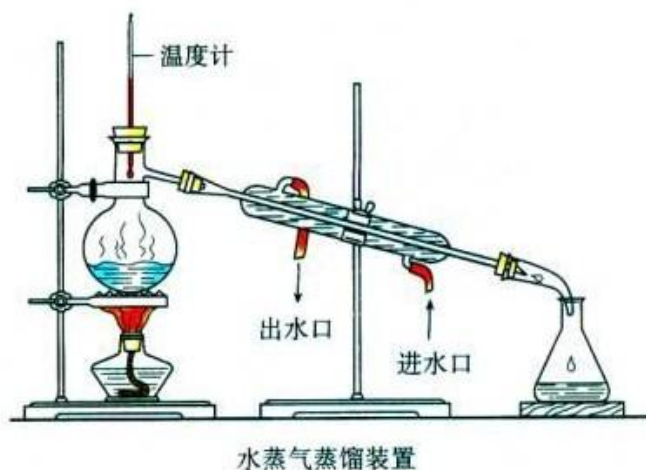
二、有机实验仪器的认识



直形冷凝管 空气冷凝管 球形冷凝管 蛇形冷凝管 分液漏斗 恒压滴液漏斗

三、蒸馏装置的搭建

请从上方选择设备搭建蒸馏装置，须写明每个设备的名称，注明热源，进水和出水方向，须画图。



四、做好数据记录和实验报告

- 1、实验报告的书写应实事求是、独立完成，同学间可互相讨论，但严禁杜撰、修改实验数据或抄袭他人数据和报告。
- 2、目的、原理、过程、结果、分析与讨论应简明详实。
- 3、书写应字迹工整，段落结构层次清楚，文字叙述准确、规范。

实训二 工业乙醇的蒸馏及沸点的测定

实训项目教学设计

项目名称	工业乙醇的蒸馏及沸点的测定		项目编号	2
隶属课程	有机化学实验			
教学目的	1、了解蒸馏提纯液体有机物的原理、用途。 2、掌握蒸馏提纯液体有机物的操作步骤。 3、了解沸点测定的方法和意义。			
教学学时	3 学时			
教学设计	教学要点	训练要点与要求	训练方法	备注
	蒸馏操作在有机实验的应用	蒸馏是分离和提纯液态有机化合物最常用的一种方法。	教师讲授。	
	沸点的定义跟应用沸点鉴别有机化合物并判断其纯度	纯的有机物有固定的沸点,混合物的沸点降低沸程变宽。	教师讲授。	
	乙醇的蒸馏	依照横平竖直的标准搭建蒸馏装置,控制蒸馏的温度和速度,	教师讲授并示范,学生实践操作。	
	测定沸点	注意观察和记录,记录这部分液体开始馏出到最后一滴时的温度计的读数	教师讲授并示范,学生实践操作。	
	实验报告的书写	能正确编制报告,画出装置图,实验内容完整、书写正确、清晰。		课后完成
考核方法	实践考核。			
考核标准	1、 实践操作 (50 分) ; 2、 实训报告 (40 分) ; 3、 实验过程及实验结束后良好的工作习惯和卫生习惯 (10 分) 。			
分组要求	2-3 位同学协作操作。			
其它要求				

实训二 工业乙醇的蒸馏及沸点的测定

实训项目教学过程设计

一. 实验目的

- 1、了解蒸馏提纯液体有机物的原理、用途。
- 2、掌握蒸馏提纯液体有机物的操作步骤。
- 3、了解沸点测定的方法和意义。

二. 实验原理

蒸馏是分离和提纯液体有机物质的最常用方法之一

沸点：液体加热时蒸汽压就随着温度升高而加大，当液体的蒸汽压增大到与外压相等时，会有大量气泡从液体内逸出，液体沸腾，这时的温度称为液体的沸点。

蒸馏：将液体加热到沸腾，使液体变为蒸汽，然后使蒸汽冷却再凝结为液体，这两个过程的联合操作叫蒸馏。

因为组成液体混合物的各组分的沸点不同，当加热时，低沸点物质就易挥发，变成气态，高沸点物质不易挥发汽化，而留在液体内，这样，我们就能把沸点差别较大（至少 30℃ 以上）的两种以上混合液体分开，以达到纯化的目的。同时，利用蒸馏法，可以测定液体有机物的纯度，每一种纯的液体有机物质，在平常状况下，都有恒定的沸点（恒沸混合物除外），而且恒定温度间隙小（纯粹液体的沸程一般不超过 1-2℃）；当有杂质存在，则沸点会有变化（有时升高，有时降低，根据杂质温度高低二变化），而且沸点的范围也会加大。

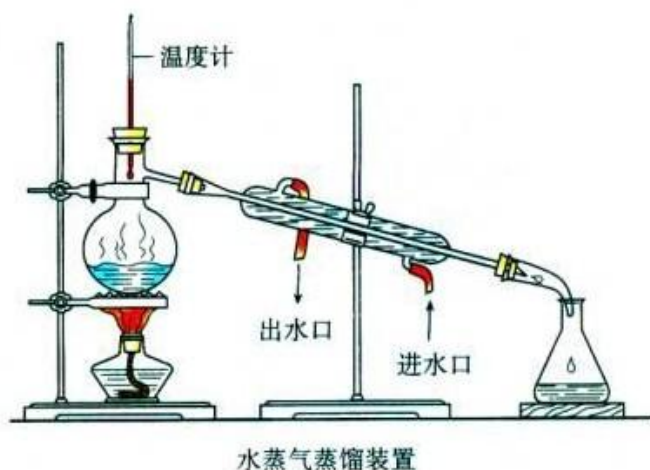
沸点相近的有机物，蒸汽压也近于相等。因此，不能用蒸馏法分离，可用分馏法分离；对于沸点高、受热易分解的物质，可用减压蒸馏或水蒸气蒸馏来分离提纯。

三. 实验步骤

1、加料：清洗所有蒸馏装置，并用量筒量取 80ml 工业酒精装入烧瓶中，再放入 2-3 颗沸石。

2、安装蒸馏装置。

参考下图，将所需要的蒸馏装置均准备齐全。



先从热源（电热套）处开始，然后“由下而上，由左到右”。在一铁架台上，依次由下往上安放热源（电热套+升降台）、烧瓶、蒸馏头以及温度计（水银球上缘与蒸馏瓶支管接口下缘齐平）。

再从左到右接上冷凝管，用另一个铁架台将冷凝管中间夹住以固定，再接上接液管，将接液管通入锥形瓶中，在冷凝管上接上两根胶管，下端接到水源上，上端放入水槽中（出水口向上）。

整个装置要求准确端正，无论从正面还是侧面观察，全套仪器中各个仪器的轴线都要在同一水平面内；所有的铁夹和铁架都应尽可能整齐地放在仪器的背部。

3、加热蒸馏。

接通冷凝水，通过电热套加热。最初宜用小火，后慢慢增大火力，液体开始沸腾，温度计读数略有上升。

当温度计读数急剧上升时适当降低加热温度，让水银球上液滴和蒸汽达到平衡（水银球保持挂有冷凝液滴），此时温度即为馏出液沸点。

增大火力，使烧瓶中的酒精开始沸腾并有液体馏出，调节蒸馏速度，使液体馏出速度为每秒钟 1-2 滴为宜，当速度趋于平衡时，用计时器开始计时，此时，重新换一个锥形瓶接收馏出液体，并记录下此时的温度。

当瓶内少量液体，不再产生馏出液，温度计读数突然下降时停止加热，结束蒸馏。

4、称量及计算产率

称量所收集馏分的质量或量其体积，计算产率。

通过观察锥形瓶中馏出液体的体积，当差不多达到有 2ml 时，再换上另一个锥形瓶收集，并记录下此时的时间以及蒸馏气体的温度，用量筒量出换下来的馏出液体的体积并记录。就这样反复收集记录，待到烧瓶中的工业酒精差不多蒸馏完全，灭掉酒精灯，停止实验。

4、将所用的蒸馏仪器拆下来，用水洗干净，放回之前拿的地方，注意别将玻璃仪器弄坏。再将实验桌面打理干净。

四. 数据记录及其处理

乙醇的蒸馏数据记录

t/min
V/ml
T/K
V 总/ml

五. 问题讨论

1. 在高原地区蒸馏时，对沸点是否有影响？偏低还是偏高？

答：在高原地区沸点会受一定影响，使沸点偏低。

2. 为什么蒸馏时要加沸石？若加热时发现未加沸石，为什么一定要冷却后才能补加？

答：加沸石防止暴沸。如果不冷却就加入沸石，会引起严重的暴沸，部分液体会冲出瓶外，如是易燃物，可能引起火灾。

3. 如果液体有一恒定沸点，能否认为是纯物质？液体中含有水分，一般引起沸点上升还是下降？

答：不能。一些混合物也有恒定的沸点，比如一些盐的水溶液，乙醇水溶液等。液体中含有水分，其沸点一般会下降。根据道尔顿分压定律，当不溶于水的有机物与水混合在一起时，整个体系的蒸汽压 $P = P_{H_2O} + P$ ，此时混合物各组分的总压大于和等于外界大气压，混合物开始沸腾，这时的温度必小于任一组分的沸点。

实训三 苯甲酸的重结晶及过滤

实训项目教学设计

项目名称	苯甲酸的重结晶及过滤		项目编号	3
隶属课程	有机化学实验			
教学目的	1、了解重结晶提纯固体有机化合物的原理和意义； 2、掌握重结晶的基本操作；			
教学学时	3 学时			
教学设计	教学要点	训练要点与要求	训练方法	备注
	重结晶的应用	重结晶是分离提纯纯固体化合物的一种重要的、常用的分离方法	教师讲授。	
	重结晶的原理	利用混合物中各组分在某种溶剂中溶解度不同或在同一溶剂中不同温度时的溶解度不同而使它们相互分离。	教师讲授。	
	重结晶过程	配制沸腾饱和溶液,稍冷后用活性炭脱色,热过滤,室温下静置结晶。抽滤收集结晶	教师讲授并示范,学生实践操作。	
	称重计算回收率	跟样品对比,称重计算回收率	教师讲授并示范,学生实践操作。	
	实验报告的书写	能正确编制报告,画出装置图,实验内容完整、书写正确、清晰。		课后完成
考核方法	实践考核。			
考核标准	1、 实践操作 (50 分) ; 2、 实训报告 (40 分) ; 3、 实验过程及实验结束后良好的工作习惯和卫生习惯 (10 分) 。			
分组要求	2-3 位同学协作操作。			
其它要求				

实训三 苯甲酸的重结晶及过滤

实训项目教学过程设计

一、实验目的

- 1、了解重结晶提纯固体有机化合物的原理和意义；
- 2、掌握重结晶的基本操作；

二、实验原理

从有机合成反应分离出来的固体粗产物往往含有未反应的原料、副产物及杂质，必须加以分离纯化，重结晶是分离提纯固体化合物的一种重要的、常用的分离方法之一。

适用范围：它适用于产品与杂质性质差别较大、产品中杂质含量小于 5 % 的体系。

原理：利用混合物中各组份在某种溶剂中溶解度不同或在同一溶剂中不同温度时的溶解度不同而使它们相互分离。

固体有机物在溶剂中的溶解度随温度的变化易改变，通常温度升高，溶解度增大；反之，则溶解度降低。当热溶液为饱和溶液时，降低温度，溶解度下降，溶液变成过饱和而易析出结晶。利用溶剂对被提纯化合物及杂质的溶解度的不同，以达到分离纯化的目的。

三、仪器、药品

粗苯甲酸、循环水真空泵、恒温水浴锅、热水保温漏斗、玻璃漏斗、玻璃棒、表面皿、抽滤瓶、布氏漏斗、酒精灯、滤纸、量筒、刮刀、沸石

四、实验步骤

1. 饱和溶液配制

取适量的粗苯甲酸，溶于水中，配制成沸腾或接近沸腾的饱和溶液。

250ml 锥形瓶+3g 粗苯甲酸+80ml 水+几粒沸石 → 加热溶解

溶解后可再补加 15-20ml 水，总用水量为 110ml 左右。

2. 脱色

停止加热，稍冷后向溶液中加入适量活性炭（半勺），搅拌散开，重新加热至沸 5min 左右。

3. 将上述热溶液趁热过滤，除去不溶物。

3.1 常压过滤法

（1）将玻璃漏斗放于漏斗热夹套中。在漏斗里放一张叠好的折叠滤纸，并用少量热水润湿，将上述热溶液尽快地倾入热水漏斗中。

(2) 每次倒入的溶液不能太满，也不能等溶液全部滤完后再加。

(3) 过滤过程中要不停地向夹套补充热水，以保持溶液的温度便于过滤。所有溶液过滤完毕后，用少量热水洗涤锥形瓶和滤纸，用表面皿将盛滤液的瓶盖好。

(4) 滤纸大小要和漏斗底大小相吻合，不可太大，或太小，滤纸用少量冷水润湿，吸紧。

3.2 减压过滤法

(1) 提前将布氏漏斗于热水中预热。

(2) 将圆形滤纸放入已预热布氏漏斗中，装好抽滤装置。

(3) 以数滴水润湿滤纸，抽气使滤纸紧贴漏斗底。

(4) 开启气泵，将热溶液倒入漏斗进行过滤。不要倒太装，不能等溶液全部滤完再加。

(5) 停止抽滤时，先取出样品和布氏漏斗，再关闭水泵，避免回吸。得滤液。

4. 将滤液自然冷却，使结晶析出。

5. 用布氏漏斗对已结晶滤液进行抽滤。可加少量冷水洗涤抽滤 1-2 次。

6. 将结晶转移到表面皿或滤纸上，80°C以下干燥。

7. 收集干燥结晶体，称重，计算回收率。

五、实验装置图

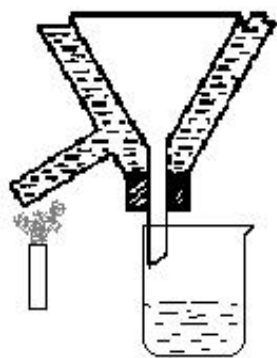


图 1. 重结晶热过滤装置

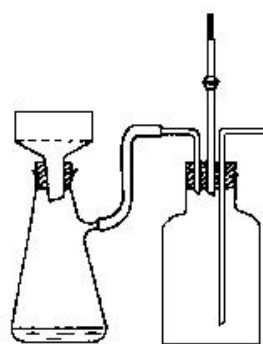


图 2. 抽滤装置

六、注意事项

1. 在热过滤时，整个操作过程要迅速，否则漏斗一凉，结晶在滤纸上和漏斗颈部析出，操作将无法进行。

2. 洗涤用的溶剂量应尽量少，以避免晶体大量溶解损失。

3. 用活性炭脱色时，不要把活性炭加入正在沸腾的溶液中。

4. 滤纸不应大于布氏漏斗的底面。

5. 停止抽滤时先将抽滤瓶与抽滤泵间连接的橡皮管拆开，或者将安全瓶上的活塞打开与大气相通，再关闭泵，防止水倒流入抽滤瓶内。

七、思考题

1. 简述重结晶过程及各步骤的目的。

2. 加活性炭脱色应注意哪些问题？

3. 如何选择重结晶溶剂？

实验四 毛细管法测定苯甲酸的熔点

实训项目教学设计

项目名称	毛细管法测定苯甲酸的熔点		项目编号	4
隶属课程	有机化学实验			
教学目的	1、了解熔点测定的基本原理和意义 2、掌握熔点测定的基本方法			
教学学时	3 学时			
教学设计	教学要点	训练要点与要求	训练方法	备注
	熔点的定义跟在有机化学实验中的应用	在一定温度下，固液两相达到平衡，此时的温度即为该化合物的熔点。利用测定熔点，可以鉴别未知化合物，还可以判断被测化合物的纯度	教师讲授。	
	样品的装填	需用借助一支长玻璃管，毛细管在管内自由下落，使样品装填紧密，以便热源传递均匀	教师讲授并示范，学生实践操作。	
	熔点测定装置	使用提勒管，管内装入熔点液，上方装温度计，使样品与温度计红头同一条直线	教师讲授并示范，学生实践操作。	
	熔点测定	酒精灯加热，控制温度，观察样品熔融情况，记录始熔和全熔的温度，确定熔程	教师讲授并示范，学生实践操作。	
	实验报告的书写	能正确编制报告，画出装置图，实验内容完整、书写正确、清晰。		课后完成
考核方法	实践考核。			
考核标准	1、 实践操作（50分）； 2、 实训报告（40分）； 3、 实验过程及实验结束后良好的工作习惯和卫生习惯（10分）。			
分组要求	2-3 位同学协作操作。			
其它要求				

实验四 毛细管法测定苯甲酸的熔点

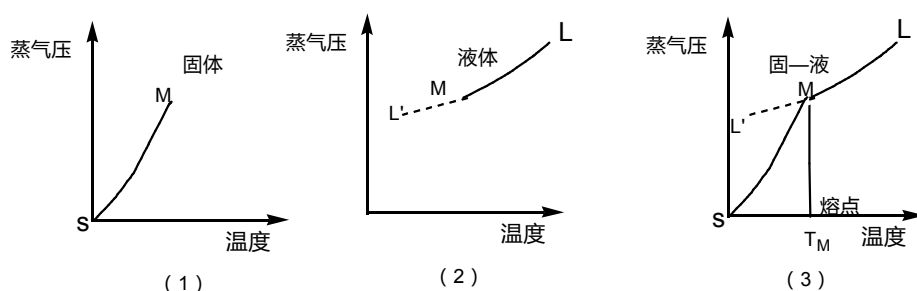
实训项目教学过程设计

一、实验目的

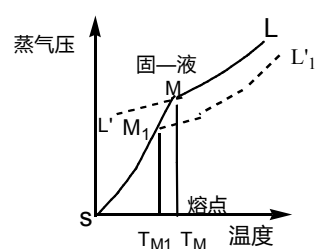
- 1、了解熔点测定的基本原理和意义
- 2、掌握熔点测定的基本方法

二、实验原理

晶体化合物的固液两态在大气压力下平衡时的温度称为该化合物的熔点。纯粹的固体有机化合物一般都有固定的熔点，即在一定的压力下，固液两态之间的变化是非常敏锐的，自初熔至全熔（熔点范围称为熔程），温度不超过 $0.5-1^{\circ}\text{C}$ 。如果该物质含有杂质，则其熔点往往较纯粹者低，且熔程较长。故测定熔点对于鉴定纯粹有机物和定性判断固体化合物的纯度具有很大价值。



物质的温度与蒸气压曲线图



如果在一定的温度和压力下，将某物质的固液两相置于同一容器中，将可能发生三种情况：固相迅速转化为液相；液相迅速转化为固相；固相液相同时并存。

上图（1）表示该物质固体的蒸气压随温度升高而增大的曲线；

上图（2）表示该物质液体的蒸气压随温度升高而增大的曲线；

上图（3）表示（1）与（2）的加合，由于固相的蒸气压随温度变化的速率较相应的液相大，最后两曲线相交于M处（只能在此温度时），此时固液两相同时并存，它所对应

的温度 T_M 即为该物质的熔点。

上图 (4) 当含杂质时 (假定两者不形成固溶体), 根据拉乌耳 (Raoult) 定律可知, 在一定的压力和温度条件下, 在溶剂中增加溶质, 导致溶剂蒸气分压降低 (图中 $M_1L'_1$), 固液两相交点 M_1 即代表含有杂质化合物达到熔点时的固液相平衡共存点, T_{M1} 为含杂质时的熔点, 显然, 此时的熔点较纯粹者低。

三、实验设备与药品

仪器: ①提勒管 (b 形管); ②200℃温度计; ③熔点管、长玻璃管 (60cm); ④表面皿 (中号)、锉刀、切口软木塞、胶塞、橡皮圈⑤酒精灯

药品: 苯甲酸; 液体石蜡 (热载体); 工业酒精

四、实验步骤

1. 熔点管

将直径 1-1.5mm, 长约 60-70mm, 一端封闭的毛细管, 作熔点管。

可自己制作, 也可是成品。

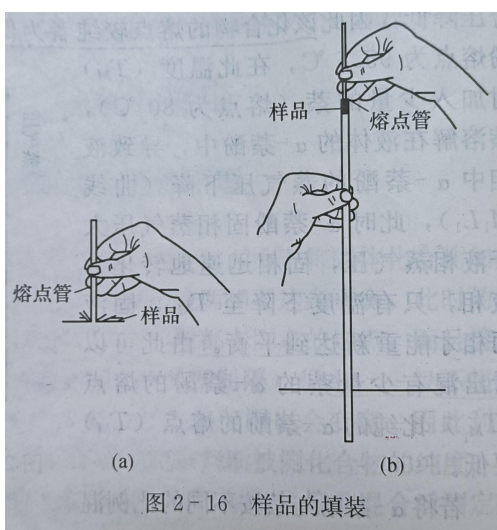
(2) 样品填装

将少量干燥待测的样品置于干净的表面皿上, 用玻璃研棒研细成粉末状;

堆成绿豆大的小堆, 将熔点管的开口端插入堆中数次, 使样品即被挤入熔点管内;

将熔点管的开口端朝上, 竖立投入一支立于桌面的长约40cm的玻璃管内, 让其自由落下, 使粉末样品医落入熔点管底部;

重复几次, 直到装入样品的高度约3mm为止。



(3) 熔点测定装置

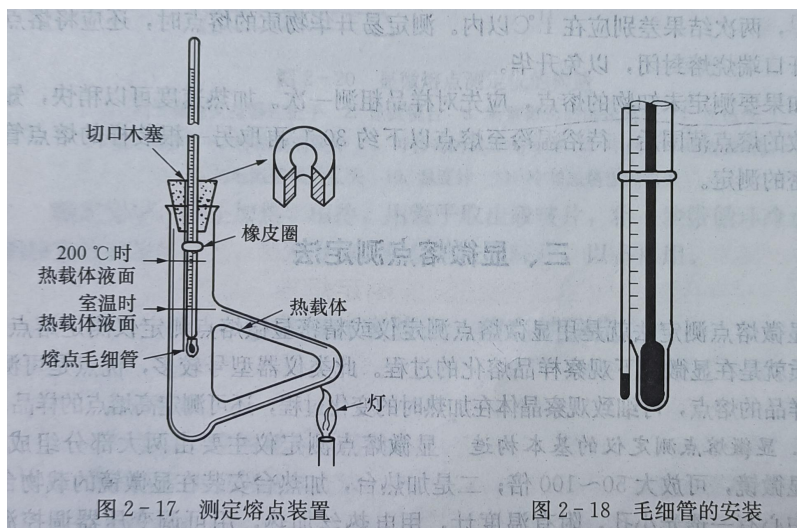
将提勒管固定在铁架台上, 管内注入浴液液体石蜡, 液体高出上侧管处即可 (注意不

可太高!) ;

管口装上缺口软木塞;

将填装好样品的熔点管固定在温度计的一侧, 让样品柱紧贴在温度计水银球的中央部位, 如图所示;

用缺口塞子将温度计固定好, 使温度计及样品管垂直悬浸在液体石蜡中, 温度计的水银球应处在提勒管两侧管的中间部位, 不与管壁接触, 样品柱面对观察应。



(4) 熔点测定

用小火缓缓加热油浴。开始, 升温速度可以快一些, 每分钟控制在 5°C 左右。当距离熔点 10°C – 15°C 时, 将火焰调小, 控制每分钟升温在 1°C – 2°C ;

越靠近熔点, 升温速度应越慢, 控制在每分钟升温 0.2°C – 0.3°C ;

仔细观察熔点管内样品的变化情况和温度计读数, 记录下样品开始塌落并有液相产生时 (初熔) 和样品完全变为液体时 (全熔) 的温度读数, 即为该样品的熔点范围或熔程。

五、数据记录

测定样品	熔点 ($^{\circ}\text{C}$)			
	重复 1	重复 2	重复 3	
苯甲酸 (实验三产品)	122–123 (122.4 $^{\circ}\text{C}$)			

苯甲酸（分析纯）	122-123 (122.4℃)			
----------	---------------------	--	--	--

六、注意事项

1. 样品要研细、装实，使热量传导迅速均匀。样品高度 2-3mm，沾附于管外粉末必须擦去，以免污染加热浴液。
2. 控制升温速度，开始稍快，当传热液温度距离该化合物熔点约 10℃时，调整火焰上升速度为 1-2℃/min，愈接近熔点，升温速度愈慢，使 0.2-0.3/min。

七、讨论题

1. 测定熔点时产生误差的因素有哪些？
2. 两个样品的熔点相同，能否确定它们是同一种物质？
3. 测定熔点时，下列情况对实验结果有何影响？
 - (1) 加热过快
 - (2) 样品中有杂质
 - (3) 熔点管太厚
 - (4) 熔点管不干净
 - (5) 温度计未校正
4. 若样品研磨的不细，对装样品有什么影响？对测定有机物的熔点数据是否可靠？
5. 加热的快慢为什么会影响熔点？在什么情况下加热可以快一些，而在什么情况下加热则要慢一些？

实验五 环己烯的制备

实训项目教学设计

项目名称	环己烯的制备		项目编号	5
隶属课程	有机化学实验			
教学目的	1、学习用环己醇制取环己烯的原理和方法； 2、学习分馏的基本操作技能。 3、学习干燥液体的方法。 4、基本掌握使用分液漏斗洗涤液体的基本操作。			
教学学时	3 学时			
教学设计	教学要点	训练要点与要求	训练方法	备注
	醇的脱水制备烯烃	环醇脱水可制备烯烃,所用催化剂为高浓度磷酸必须控制反应条件和反应温度。	教师讲授。	
	环己烯的制备	环己醇在酸性条件下脱水反应生成环己烯,反应在沸水浴中进行,需控制馏出速度	教师讲授并示范,学生实践操作。	
	环己烯的精制	重蒸粗产品	教师讲授并示范,学生实践操作。	
	称重及计算产率	称重计算产率,需根据反应物质量算出理论产率	教师讲授并示范,学生实践操作。	
	实验报告的书写	能正确编制报告,画出装置图,实验内容完整、书写正确、清晰。		课后完成
考核方法	实践考核。			
考核标准	1、 实践操作 (50 分) ; 2、 实训报告 (40 分) ; 3、 实验过程及实验结束后良好的工作习惯和卫生习惯 (10 分) 。			
分组要求	2-3 位同学协作操作。			
其它要求				

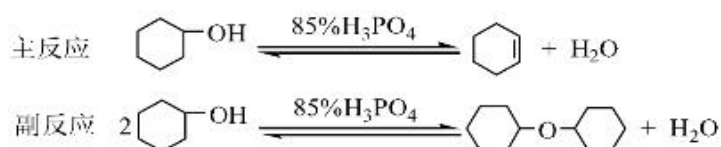
实验五 环己烯的制备

实训项目教学过程设计

一、实验目的

- 1、学习用环己醇制取环己烯的原理和方法；
- 2、学习分馏的基本操作技能。
- 3、学习干燥液体的方法。
- 4、基本掌握使用分液漏斗洗涤液体的基本操作。

二、实验原理



反应为可逆反应，本实验采用的措施是：边反应边蒸出反应生成的环己烯和水形成的二元共沸物（沸点 70.8℃，含水 10%）。但是原料环己醇也能和水形成二元共沸物（沸点 97.8℃，含水 80%）。为了使产物以共沸物的形式蒸出反应体系，而又不夹带原料环己醇，本实验采用分馏装置，并控制柱顶温度不超过 90℃。

反应采用 85%的磷酸为催化剂，而不用浓硫酸作催化剂，是因为磷酸氧化能力较硫酸弱得多，减少了氧化副反应。

分馏的原理就是让上升的蒸汽和下降的冷凝液在分馏柱中进行多次热交换，相当于在分馏柱中进行多次蒸馏，从而使低沸点的物质不断上升、被蒸出；高沸点的物质不断地被冷凝、下降、流回加热容器中；结果将沸点不同的物质分离。

三、实验药品

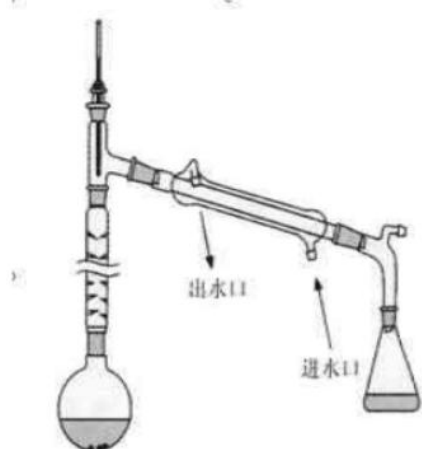
环己醇：9.6g 或 10ml (0.096mol)

磷酸（85%）：5ml 饱和氯化钠溶液、无水氯化钙

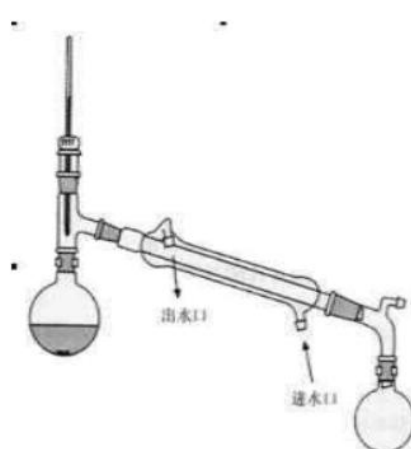
物理常数

化合物名称	分子量	性状	比重	熔点/°C	沸点/°C	折光率 n	溶解度		
							水	乙醇	乙醚
环己醇	100.16	晶体或液体	0.9624	25.2	161	1.461	略溶	溶	溶
环己烯	82.14	液体	0.810	-103.7	83.3	1.4450	难溶	易溶	易溶

四、实验装置



分馏装置图



蒸馏装置图

五、实验步骤

1.加料。在干燥的 50ml 圆底烧瓶中加入 10.4ml (10g) 环己醇和 5ml 85%的磷酸，再加几粒沸石，充分震荡烧瓶，使混合均匀（如不匀，加热过程中可能会局部碳化使溶液变黑）。

2.分馏设备安装。然后在烧瓶上装接一个分馏柱，分馏柱支管连接直形冷凝管，用 100ml 小锥形瓶作为接受器，置于冷水浴（冰水浴）中。

3.分馏。

将烧瓶置于电热套或石棉网上，用小火加热混合物至沸腾。

控制分馏柱顶部温度不得超过 90°C，可见环己烯和水的混合蒸汽被蒸出。

至无液体蒸出时，可提高加热温度，当烧瓶中只剩下很少量的残渣并出现阵阵白雾时，停止加热，过程约需 40min。烧瓶稍冷后应立即清洗（可加丙酮），若到室温则不易清洗干净。

实验注意事项

● 反应终点的判断可参考以下几个参数：

- (1) 反应进行40min左右。
- (2) 分馏出的环己烯和水的共沸物达到理论计算量。
- (3) 反应烧瓶中出现白雾。
- (4) 柱顶温度下降后又升到85℃以上。

4.分离纯化。

向装有分馏物的锥形瓶加入固体氯化钠进行饱和盐析（或加入等体积饱和氯化钠溶液），摇匀；加入 2-3ml 5%的碳酸钠溶液以中和微量的酸，摇匀。

将混合液转移入分液漏斗，静置分层，放下层水层，将上层粗产物有机相移至干燥的小锥形瓶，加入适量无水氯化钙，摇晃震荡进行干燥，直到液体变为澄清透明。

过滤收集粗产物。量取体积，与理论产值比较计算产率。

5.蒸馏。

将干燥的粗产物滤入干燥的 30ml 蒸馏烧瓶中，加入几粒沸石，在水浴中加热，收集 81~85℃馏分。称量（产量 4.5~5.5g）。

六、思考题

1、为什么蒸馏粗环己烯的装置要完全干燥？

答:因为环己烯可以和水形成二元共沸物，如果蒸馏装置没有充分干燥而带水，在蒸馏时则可能因形成共沸物使前馏份增多而降低产率。

2、在粗制的环己烯中，加入精盐使水层饱和的目的是什么？

答：饱和食盐水具有干燥功能；饱和食盐水具有去乳化功能，在分液漏斗中使混合物分层更明显

3、用简单的化学方法证明最后得到的产品是环己烯。

答：1.取少量产品，向其中滴加溴的四氯化碳溶液，若溴的红棕色消失，说明产品是环己烯。

2.取少量产品，向其中滴加冷的稀高锰酸钾碱性溶液，若高锰酸钾的紫色消失，说明产品是环己烯。

实验六、七 薄层板的制备、菠菜叶中叶绿素、胡萝卜素、 叶黄素的提取

实训项目教学设计

项目名称	薄层板的制备、菠菜叶中叶绿素、胡萝卜素、叶黄素的提取		项目编号	6、7
隶属课程	有机化学实验			
教学目的	1、了解提取法的基本原理 2、掌握绿叶色素的甲醇提取法			
教学学时	3 学时			
教学设计	教学要点	训练要点与要求	训练方法	备注
	菠菜各色素成分	叶绿素（绿）、胡萝卜素（橙）和叶黄素（黄）等多种天然色素。	教师讲授。	
	色素的萃取分离	菠菜叶研碎，用甲醇萃取，抽滤保留滤液，再用石油醚-甲醇混合液萃取两次，合并抽滤后的滤液。	教师讲授并示范，学生实践操作。	
	洗涤干燥	萃取液转入分液漏斗，用水洗涤两次，分去水层除去甲醇。洗涤时要轻轻旋荡，防止产生乳化。石油醚层用无水硫酸钠干燥后转入烧瓶。	教师讲授并示范，学生实践操作。	
	浓缩	在水浴中蒸到石油醚体积剩 1mL 左右。	教师讲授并示范，学生实践操作。	
	实验报告的书写	能正确编制报告，画出装置图，实验内容完整、书写正确、清晰。		课后完成
考核方法	实践考核。			
考核标准	1. 实践操作（50分）； 2. 实训报告（40分）； 3. 实验过程及实验结束后良好的工作习惯和卫生习惯（10分）。			
分组要求	1.2-3 位同学协作操作。			

实验六、七 薄层板的制备、菠菜叶中叶绿素、胡萝卜素、叶黄素的提取

一、实验目的

- 1、了解提取法的基本原理。
- 2、掌握绿叶色素的甲醇提取法。

二、实验原理

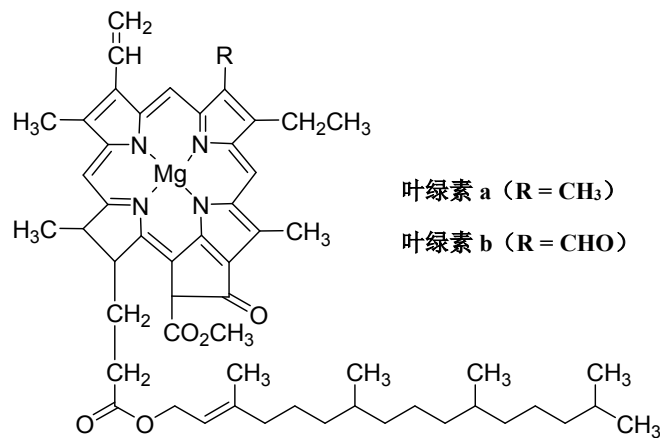
1、叶绿素简介

绿色植物如菠菜叶中含有叶绿素（绿）、胡萝卜素（橙）和叶黄素（黄）等多种天然色素。它们在把光能转变为化学能的光和作用中起着重要作用。本实验从菠菜中提取上述各色素，并通过薄层层析进行分离。

叶绿素存在两种结构相似的形式——叶绿素 a ($C_{55}H_{72}O_5N_4Mg$) 以及叶绿素 b ($C_{55}H_{70}O_6N_4Mg$)，其差别仅是 a 中一个甲基被 b 中的甲酰基所取代。它们都是吡咯衍生物与金属镁的络合物，是植物进行光合作用所必需的催化剂。植物中叶绿素 a 的含量通常是 b 的 3 倍。尽管叶绿素分子中含有一些极性基团，但大的烃基结构使它易溶于醚、石油醚等一些非极性的溶剂。

胡萝卜素 ($C_{40}H_{56}$) 是具有长链结构的共轭多烯。它有三种异构体，即 α -、 β -和 γ -胡萝卜素，其中 β -异构体含量最多，也最重要。在生物体内， β -异构体受酶催化氧化即形成维生素 A。目前 β -胡萝卜素已可进行工业生产，可作为维生素 A 使用，也可作为食品工业中的色素。

叶黄素 ($C_{40}H_{56}O_2$) 是胡萝卜素的羟基衍生物，它在绿叶中的含量通常是胡萝卜素的两倍。与胡萝卜素相比，叶黄素较易溶于醇而在石油醚中溶解度较小。



本实验利用有机溶剂将菠菜中的色素浸提出来，利用薄层层析法将色素分离出来，根据各色素的颜色、分子极性与 R_f 值的关系、吸收光谱、荧光对分离出的色素进行鉴定归属，讨论结构对 R_f 值、吸收光谱的影响。

三、主要试剂及仪器

新鲜脱水菠菜、石油醚、乙醇、丙酮、乙酸乙酯、硅胶（柱层析用）、层析柱、层析板、层析缸、剪刀、研钵、烧杯、天平、点样毛细管、锥形瓶、玻璃棒、洗耳球、布氏漏斗、滤纸、梨形分液漏斗、点样瓶、紫外灯。

四、实验步骤

色素的提取：

1. 萃取与分离

称取 20 克洗净后用纸巾或滤纸吸干新鲜的菠菜叶，用剪刀剪碎，放在研钵中，加入 20ml 甲醇，在研钵中研磨约 5min，然后用布氏漏斗抽滤菠菜汁，保留滤液。

将菠菜渣放回研钵，每次用 20mL 3:2 (体积比) 的石油醚-甲醇混合液萃取两次，每次需加以研磨并且抽滤。

2. 洗涤、干燥

合并三次深绿色萃取液，转入分液漏斗，每次用 10mL 水洗涤两次，以除去萃取液中的甲醇。洗涤时要轻轻旋荡，以防止产生乳化。弃去水-甲醇层，石油醚层在上口倒出，用无水硫酸钠干燥后，过滤，收集滤液，作为下次课的样品。

五、思考与讨论

1. 提取过程中应注意哪些方面？

实验八 菠菜叶中叶绿素、胡萝卜素、叶黄素的分离

实训项目教学设计

项目名称	菠菜叶中叶绿素、胡萝卜素、叶黄素的分离		项目编号	8
隶属课程	有机化学实验			
教学目的	1、掌握薄层层析的基本操作 2、掌握绿叶色素的薄层层析分离技术			
教学学时	3 学时			
教学设计	教学要点	训练要点与要求	训练方法	备注
	色谱原理	色谱法利用混合物中各组分在某一物质中的吸附或溶解性能（即分配）的不同，或其它亲和作用性能的差异，使混合物的溶液流经该种物质，进行反复的吸附或分配等作用，从而将各组分分开。	教师讲授。	
	薄层层析	把处理好的萃取液点样在层析板上，在石油醚-乙酸乙酯的混合液做展开剂的带动下在层析缸里展开。待展开剂上升到规定高度，取出层析板，晾干，做标记，计算 Rf 值	教师讲授并示范，学生实践操作。	
	实验报告的书写	能正确编制报告，画出装置图，实验内容完整、书写正确、清晰。		课后完成
考核方法	实践考核。			
考核标准	4. 实践操作（50分）； 5. 实训报告（40分）； 6. 实验过程及实验结束后良好的工作习惯和卫生习惯（10分）。			
分组要求	1.2-3 位同学协作操作。			

实验八 菠菜叶中叶绿素、胡萝卜素、叶黄素的分离

一、实验目的

- 1、掌握薄层层析的基本操作
- 2、掌握绿叶色素的薄层层析分离技术

二、实验原理

1、色谱原理

色谱法利用混合物中各组分在某一物质中的吸附或溶解性能（即分配）的不同，或其它亲和作用性能的差异，使混合物的溶液流经该种物质，进行反复的吸附或分配等作用，从而将各组分分开。

薄层色谱属于固-液吸附层析的类型。通常是把吸附剂放在玻璃板上成为一个薄层，作为固定相，以有机溶剂作为流动相。实验时，把要分离的混合物滴在薄层板的一端，用适当的溶剂展开。当溶剂流经吸附剂时，由于各物质被吸附的强弱不同，就以不同的速率随着溶剂移动。展开一定时间后，让溶剂停止流动，混合物中各组分就停留在薄层板上显示出一个个色斑的色谱图。若各组分无色，可喷洒一定的显色剂使之显色。

混合物中各物质在薄板上随溶剂移动的相对距离称为比移值（ R_f 值）。

$$R_f = \frac{\text{溶质最高浓度中心至原点中心的距离}}{\text{溶剂前沿至原点中心的距离}}$$

如图 1 中：

$$R_f(\text{化合物1}) = \frac{3.0\text{cm}}{12\text{cm}} = 0.25$$

$$R_f(\text{化合物2}) = \frac{8.4\text{cm}}{12\text{cm}} = 0.70$$

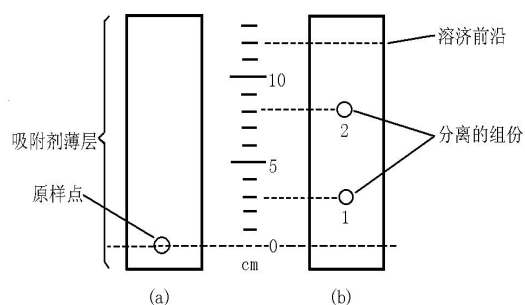


图 1 薄层色谱效果图 (a) 原板, (b) 已展开层析板

在一定条件下，各物质具有一定的 R_f 值。不同物质在相同条件下，具有不同的 R_f 值。因此，可利用 R_f 值对物质进行定性鉴定。但物质的 R_f 值常因吸附剂的种类和活性、薄层的

厚度、展开剂及温度等的不同而异。所以在鉴定样品时，常用已知成分作对照试验，在同一个薄层板上进行层析，然后通过 R_f 值的比较，对物质作定性鉴定。根据斑点的面积大小和颜色的深浅的标准物的对照下还可进行定量。

化合物的吸附性与其极性成正比，化合物分子中含有极性较大的基团时吸附性也较强。展开剂（溶剂）的极性越大，则对化合物的洗脱力越大，则 R_f 越大（如果样品在溶剂中有一定的溶解度）。

本实验利用有机溶剂将菠菜中的色素浸提出来，利用薄层层析法将色素分离出来，根据各色素的颜色、分子极性与 R_f 值的关系对分离出的色素进行鉴定归属，讨论结构对 R_f 值、吸收光谱的影响。

三、主要试剂及仪器

新鲜脱水菠菜、石油醚、乙醇、丙酮、乙酸乙酯、硅胶（柱层析用）、层析柱、层析板、层析缸、剪刀、研钵、烧杯、天平、点样毛细管、锥形瓶、玻璃棒、洗耳球、布氏漏斗、滤纸、梨形分液漏斗、点样瓶、紫外灯。

四、实验步骤

1、薄层层析

将上述的萃取液用毛细管点在硅胶 G 的预制板上，小心放入预先加好选定展开剂石油醚-乙酸乙酯（3：2）的层析缸中，待展开剂上升至规定高度时，取出层析板在空气中晾干，用铅笔做出标记，测量各色斑及溶剂前沿到原点的距离，并计算比移值 R_f 。

五、实验数据记录

溶剂前沿至原点中心的距离/cm:

菠菜叶片色素色谱分析数据

编号	颜色	溶质的最高浓度中心至 原点中心的距离	R_f 值
1			
2			
3			
4			
5			

六、思考与讨论

1. 薄层的展开为什么要在密闭容器中？
2. 点样时如样品斑点过大有什么坏处？若将样品斑点浸入展开剂中会有什么后果？
4. 常用的薄层色谱的显色剂有哪些？

【操作要点及注意事项】

- 1、叶黄素易溶于醇而在石油醚中溶解度小，从嫩绿菠菜得到的提取液中，叶黄素含量很少，不容易看到明显黄色色斑。

实验九、十 己二酸的制备、精炼

实训项目教学设计

项目名称	己二酸的制备、精炼		项目编号	9、10
隶属课程	有机化学实验			
教学目的	1、了解制备羧酸的常用方法---氧化法及其特点和反应条件 2、掌握固体化合物的提纯方法---重结晶法			
教学学时	3 学时			
教学设计	教学要点	训练要点与要求	训练方法	备注
	氧化法制备羧酸	醇和醛等氧化可制备羧酸,所用氧化剂高锰酸钾,氧化反应式放热反应,必须控制反应条件和反应温度。	教师讲授。	
	己二酸的制备	环己醇在碱性条件下与高锰酸钾反应生成己二酸,反应在沸水浴中进行,需控制滴加速度	教师讲授并示范,学生实践操作。	
	己二酸的精制	热抽滤混合物,盐酸酸化,加热浓缩,活性炭脱色,冷却析出结晶,抽滤得到粗产品	教师讲授并示范,学生实践操作。	
	称重及计算产率	称重计算产率,需根据反应物质量算出理论产率	教师讲授并示范,学生实践操作。	
	实验报告的书写	能正确编制报告,画出装置图,实验内容完整、书写正确、清晰。		课后完成
考核方法	实践考核。			
考核标准	4、 实践操作 (50 分) ; 5、 实训报告 (40 分) ; 6、 实验过程及实验结束后良好的工作习惯和卫生习惯 (10 分) 。			
分组要求	2-3 位同学协作操作。			
其它要求				

实验九、十 己二酸的制备、精炼

实训项目教学过程设计

一、实验目的

1. 学习环己醇氧化制备己二酸的原理和了解由醇氧化制备羧酸的常用方法。
2. 巩固浓缩、过滤、重结晶等基本操作。
3. 巩固固体的干燥。
4. 懂得滴加原料、测量反应温度、有毒气体吸收装置的应用。

二、实验原理

制备羧酸最常用的方法是烯、醇、醛等的氧化法。常用的氧化剂有硝酸、重铬酸钾(钠)的硫酸溶液、高锰酸钾、过氧化氢及过氧乙酸等。但其中用硝酸为氧化剂反应非常剧烈,伴有大量二氧化氮毒气放出,既危险又污染环境。因而本实验采用环己醇在高锰酸钾的酸性条件发生氧化反应,然后酸化得到己二酸。

三、实验试剂及仪器

仪器:烧杯(250ml、800ml各1个)、温度计(1支)、吸滤瓶(1个)、布氏漏斗(1个)、250mL三颈烧瓶、循环水多用真空泵。

药品:环己醇 2g 2.1ml (0.02mol); 高锰酸钾 6g (0.038 mol); 0.3mol·L⁻¹ NaOH; 亚硫酸氢钠、浓盐酸、活性炭

四、物理常数

化合物名称	分子量	性状	比重	熔点℃	沸点℃	折光率n	溶解度		
							水	乙醇	乙醚
环己醇	100.16	液体 或 晶体	0.96 24	25.2	161	1.461	3.5 ²⁰	可溶	可溶
高锰酸钾	158.04	斜方 晶体	2.70 3	240 分解	—	—	1.83 ⁰ 32.75	难溶	不溶
己二酸	146.14	单斜 晶棱 柱体	1.36 0	151	265 10mmHg	—	100 ¹⁰⁰	易溶	0.6 ¹⁵

五、实验步骤

(一) 己二酸的制备

1. 在 250ml 烧杯中加入 7.5mL 10% 氢氧化钠溶液和 75mL 水，插入温度计。
2. 边搅拌边加入 9g 高锰酸钾，至溶解。
3. 用滴管慢慢加入 3mL 环己醇，控制滴加速度（3-4 滴/秒），维持温度在 45℃ 左右。
4. 沸水浴加热 8min，至反应完成产生二氧化锰棕色沉淀。二氧化锰胶体受热后产生凝胶作用而沉淀。
5. 用玻璃棒蘸一滴反应液点到滤纸上做点滴实验，如出现紫色环，加少量固体亚硫酸氢钠至无紫色环出现为止。

(二) 己二酸的精制

1. 抽滤

趁热抽滤反应混合物，滤渣二氧化锰用少量热水洗涤 3 次（每次 5-10mL），合并滤液和洗涤液，转入干净烧杯。

2. 酸化

加 6mL 浓盐酸（酸化处理利于产物的析出）

3. 浓缩

加热浓缩至 15mL 左右。加热不要过猛，以防液体外溅。

4. 脱色

加入少量活性炭，加热煮沸 2min。

5. 抽滤

趁热抽滤，冷却后析出白色结晶；再抽滤得白色己二酸晶体粗产物。

(三) 称重及计算产率

纯己二酸为白色棱状结晶，m. p. 152℃， d_4^{24} 1.366，b. p. 330.5℃（分解）。

	步骤	现象	注释
1	在 300ml 烧杯中加入 5ml10%NaOH 溶液、8.5g 研细的 KMnO_4 粉末、50ml 水，搅拌，溶解，插入温度计，在水浴中加热到 40°C ，滴加 2.1ml 环己醇并搅拌，控制滴加速度 3~4 滴每秒，温度在 $40\sim 50^\circ\text{C}$	得到紫红色的溶液 加热过程中由紫色变为土褐色	加 NaOH 是为了在碱性条件下，最终得到的是 MnO_2 (Mn^{+})，容易除去。控制滴加速度是为了防止温度过高使碳键大部分断裂。
2	滴加完后继续搅拌 2min，在电热套上小火加热 5min 左右。	溶液微沸，颜色为褐色，有沉淀。	沉淀是 MnO_2
3	用玻璃棒蘸一滴反应混合物点到滤纸上做点滴实验	滤纸上有棕色的一点及一圆形水环，水环上无紫色	证明反应完全
4	趁热抽滤混合物，并用少量热水洗涤滤饼 3 次，滤液转入 150ml 干净的烧杯中，加 4ml 浓 HCl，浓缩至 20ml 左右	烧杯内壁有很多白色粉末	加浓 HCl 使溶液酸化，有利于己二酸的析出
5	冷却、结晶、抽滤、干燥、称重	得到了白色粉末	由于冷却时，把内壁上的粉末用玻璃棒洗到溶液中，且是骤冷，故无晶形
6	拆洗仪器		

六、仪器安装要点

在安装电动搅拌装置时应做到：

1. 搅拌器的轴与搅拌棒在同一直线上。
2. 先用手试验搅拌棒转动是否灵活，再以低转速开动搅拌器，试验运转情况。
3. 搅拌棒下端位于液面以下，以离烧杯底部 3~5mm 为宜。
4. 温度计应与搅拌棒平行且伸入液面以下。

七、注意事项

1. 环己醇在较低温度下为针状晶体，熔化时为粘稠液体，不易倒净。因此量取后可用少量水荡洗量筒，一并加入滴液漏斗中，这样既可减少器壁粘附损失，也因少量水的存在而降低环己醇的熔点，避免在滴加过程中结晶堵塞滴液漏斗。

2. 本反应强烈放热，环己醇切不可一次加入过多，否则反应太剧烈，可能引起爆炸。
3. 注意装置不要漏气；亦不能装成密闭系统。
4. 环己醇的滴加速度和反应温度的控制是实验成败的关键。

八、思考题

1、在实验过程中为什么必须控制反应温度和环己醇的滴加速度？

答案：因为该反应为放热反应，控制好反应温度和环己醇的滴加速度，其目的均在于反应能在一个较为理想的条件下进行，若反应温度太高，产物中可能会有其他副产物生成（碳键断裂，形成羧酸）温度太低，又阻碍了反应的进行。

2.为什么有些实验在加入最后一个反应物前要预热，而开始滴加时却又不能滴加的太快？反应开始反而可以适当的加快加料速度，原因何在？

答案：预热是为了提供一个适宜的反应条件；

反应开始时速度较慢，若滴加速度过快，会使环己醇积聚，反应进行过程中又释放出大量的热量，不利于得到单一产物；反应开始后，反应速度较快，可以适当的加快滴加的速度，此时环己醇能及时反应。

实验十一 从茶叶中提取咖啡因

实训项目教学设计

项目名称	从茶叶中提取咖啡因		项目编号	11
隶属课程	有机化学实验			
教学目的	1、了解从茶叶中提取咖啡因的原理和方法 2、通过从茶叶中提取咖啡因，了解从天然产物中提取生物碱的全过程 3、掌握用索氏提取器进行固液萃取的原理和操作方法			
教学学时	3 学时			
教学设计	教学要点	训练要点与要求	训练方法	备注
	索氏提取器的原理和应用	脂肪提取器是利用溶剂回流和虹吸原理，使固体物质连续不断地为纯溶剂所萃取的仪器。需根据所提取物质选择相溶的溶剂。	教师讲授。	
	提取	装好索氏提取器，称取 10g 干茶叶放入滤纸筒，用线绳包扎严实紧密，放入提取器中，圆底烧瓶用 95%乙醇做抽取剂，水浴加热回流提取，大概 5-6 次的过程。	教师讲授并示范，学生实践操作。	
	浓缩与结晶	撤去提取器和冷凝管，继续加热蒸发大部分乙醇，剩下 10mL 左右的残液倒入蒸发皿中，加入生石灰，蒸汽浴加热至干燥粉状。	教师讲授并示范，学生实践操作。	
	实验报告的书写	能正确编制报告，实验内容完整、书写正确、清晰。		课后完成
考核方法	实践考核。			
考核标准	1. 实践操作（50 分）； 2. 实训报告（40 分）； 3. 实验过程及实验结束后良好的工作习惯和卫生习惯（10 分）。			
分组要求	2-3 位同学协作操作。			
其它要求				

实验十一 从茶叶中提取咖啡因

一、实验目的

- 1、学习生物碱提取的原理和方法，了解咖啡因的一般性质。
- 2、进一步熟悉萃取、蒸馏、升华等的基本操作。

二、实验原理

1、茶叶中含有多种生物碱，其中主要成分为咖啡因（又名咖啡碱 Caffeine）约占 1%—5%）、少量的茶碱和可可碱，它们的结构如下：



此外还含有丹宁、色素、纤维素和蛋白质等。

2、咖啡因的学名为 1, 3, 7-三甲基-2, 6-二氧嘌呤，它是具有绢丝光泽的无色针状结晶，含一个结晶水，在 100℃时失去结晶水开始升华，在 178℃可升华为针状晶体，无水物的熔点为 235℃，是弱碱性物质，味苦。易溶于热水（约 80℃）、乙醇、丙酮、二氯甲烷、氯仿，难溶于石油醚。

3、可可豆碱学名为 3, 7-三甲基-2, 6-二氧嘌呤，在茶叶中约含 0.05%，无色针状晶体，味苦，290℃升华，熔点为 342—343℃。能溶于热水，难溶于冷水乙醇，不溶于乙醚。

4、茶碱的学名为 1, 3-三甲基-2, 6-二氧嘌呤，是可可豆碱的同分异构体，白色微小粉末结晶，味苦。熔点 273℃，易溶于沸水，微溶于冷水、乙醇。

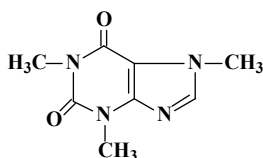
5、茶叶中的生物碱对人体具有一定程度的药理功能。咖啡因有强心作用，可兴奋神经中枢。咖啡碱、茶碱和可可碱可用提取法或合成法获得。本实验是用提取法从茶叶中提取的。

【主要试剂及物理性质】

名称	分子量	熔点/℃	沸点/℃	外观
咖啡因	194.19	237	178	白色针状或粉状固体
乙醇	46	-114.1	78.3	无色液体

生石灰粉	56	2572	2850	白色粉末
------	----	------	------	------

咖啡因是存在于茶叶、咖啡、可可以及某些植物中的生物碱之一，化学名称为1, 3, 7-三甲基-2, 6-二氧嘌呤，为嘌呤衍生物，呈弱碱性，常以盐或游离状态存在，能溶于氯仿、丙酮、乙醇和水。



咖啡因是一种重要的医药工业原料，具有兴奋神经中枢，消除疲劳，减弱酒精、烟碱、吗啡等物质的毒害，增加肾脏血流量，利尿和强身等作用。茶叶是人类最佳的天然保健饮料，干茶叶中的咖啡因含量按重量计约可达2~5%，另外还含有纤维素及11~12%的单宁酸。目前从茶叶中提取天然咖啡因的主要方法有：水提法、醇提法、升华法、有机溶媒提取法及超声波震荡提取法等。本实验中采用95%乙醇在索氏提取器中连续抽提茶叶中的咖啡因，将不溶于乙醇的纤维素和蛋白质分离。萃取液中除了咖啡因外，还有叶绿素、单宁及其水解物等。蒸除溶剂后，在粗咖啡因中拌入石灰，与单宁等酸性物质反应生成钙盐，而游离的咖啡因可以通过升华法纯化。

索氏提取器 (Soxhlet extractor)是实验室常用的一种有效的溶剂回流提取装置。它具有许多优点：

- 1、连续回流提取，节省溶剂；
- 2、提取连贯，无中间反复滤过带来的损失；
- 3、既能提取，又能浓缩提取液，回收溶剂；
- 4、提取较完全，实验重复性好。适合于提取中药亲脂性强、加热不易变化的成分。

三、仪器试剂

茶叶，95%乙醇，生石灰，索氏提取装置，酒精灯、蒸发皿，玻璃漏斗。

四、实验步骤

1、提取

称取6g干茶叶末，放入索氏提取器的滤纸套筒中，加入适量的95%乙醇，在圆底烧瓶中再加入一定量的乙醇（约占烧瓶容积的一半）。用水浴加热，连续提取直至提取液颜色较浅为止，一般连续抽提1.5小时（虹吸7~8次），待冷凝液刚刚虹吸下去后，立即停止加

热。

2、浓缩

稍冷后，改成蒸馏装置，把提取液中的大部分乙醇蒸出。

3、结晶

趁热将瓶中的残留液倒入蒸发皿中，加入2~3g生石灰粉末，搅成糊状。将蒸发皿放在一盛有沸水的烧杯上，不断搅拌，并压碎块状物，用蒸气浴蒸干，使成粉末状。最后将蒸发皿放在石棉网上用小火陪烧片刻，使水分全部除去。

注释：

[1]滤纸筒大小既要紧贴瓶壁又要方便取放，其高度不得超过虹吸管，滤纸包茶叶末时要严防漏出而堵塞虹吸管，滤纸筒上面折成凹形，以保证回流液均匀浸润被萃取液，提高抽提效率。

[2]瓶中乙醇不能蒸得太干，否则残液很黏，不容易倒出，且损失很大。

[3]生石灰的作用：吸水、中和作用，除去部分酸性杂质。

五、思考题

1. 滤纸筒中装茶叶的高度为什么不能超过虹吸管？为什么茶叶末不可漏出滤纸筒？
2. 索氏提取法和一般的浸泡萃取比较有什么优势？
3. 本实验中，生石灰的作用是什么？

实验十二 从茶叶中提取咖啡因——升华结晶

实训项目教学设计

项目名称	从茶叶中提取咖啡因 升华结晶		项目编号	12
隶属课程	有机化学实验			
教学目的	1、了解从茶叶中提取咖啡因的原理和方法 2、通过从茶叶中提取咖啡因，了解从天然产物中提取生物碱的全过程 3、掌握升华的原理和利用升华进行固体有机化合物提纯的操作方法。			
教学学时	3 学时			
教学设计	教学要点	训练要点与要求	训练方法	备注
	升华的原理	将具有较高蒸气压的固体物质不经熔融直接变成蒸气，蒸气遇冷后又变成固体的过程。升华的物质需在其熔点具有相当高的蒸气压。升华是纯化固体有机物的一种方法。	教师讲授。	
	升华	干燥的粗咖啡因晶体放入蒸发皿，上面盖上刺有小孔的圆形滤纸，取一支孔径合适的三角漏斗罩在滤纸上，用酒精灯小火加热，蒸气会在漏斗内壁和滤纸上结晶，收集晶体，再用大火加热，进行第二次升华，合并二次产物。	教师讲授并示范，学生实践操作。	
	实验报告的书写	能正确编制报告，实验内容完整、书写正确、清晰。		课后完成
考核方法	实践考核。			
考核标准	1. 实践操作（50分）； 2. 实训报告（40分）； 3. 实验过程及实验结束后良好的工作习惯和卫生习惯（10分）。			
分组要求	2-3 位同学协作操作。			
其它要求				

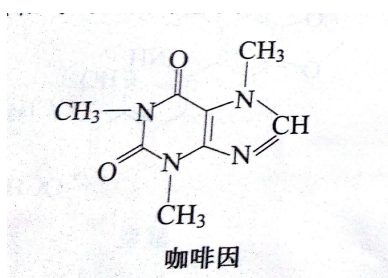
实验十二 从茶叶中提取咖啡因——升华结晶

一、实验目的

- 1、掌握升华的原理。
- 2、进一步熟悉萃取、蒸馏、升华等的基本操作。

二、实验原理

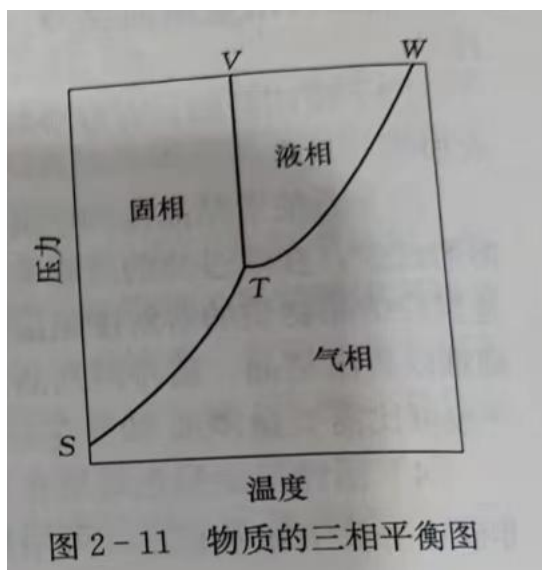
咖啡因是一种重要的生物碱，是弱碱性化合物，能溶于氯仿、水、乙醇等，易溶于热水，利用其溶解性可将其从茶叶中提取出。咖啡因化学名称为 1,3,7-三甲基 2,6-二氧嘌呤，分子式为 $C_8H_{10}N_4O_2$ ，化学结构为：



含结晶水的咖啡因是无色针状结晶，味苦。在 100°C 时失去结晶水，并开始升华，升温到 $120\sim 178^{\circ}\text{C}$ 时迅速升华。无水咖啡因的熔点为 $235\sim 237^{\circ}\text{C}$ 。根据咖啡因的溶解性能和易升华的特点，实验室常用的提取咖啡因的方法是用索式提取器提取，然后浓缩，升华得到咖啡因晶体。粗咖啡因中还含有其他一些生物碱和杂质(如单宁酸等)，可利用升华法进一步提纯。

升华指的是物质从固态直接变为气态的过程，实际就是物质吸热直接变为气态的过程。可以升华的物质往往在固态时具有相当高的蒸气压，当加热时，在一定的大气压强下，固体物质的蒸气压与外压相等，不但在固体表面，而且在其内部也发生了升华，作用很剧烈。因此固体不经过液态而直接气化，同样，该蒸气受到冷却而直接冷凝成固体。

为了了解升华的基本原理，必须研究物质的固态、液态和气态与温度和压力的关系，即三相平衡图(图 2-11)。



图中 ST 表示固相与气相平衡时固体的蒸气压曲线, TW 是液相与气相平衡时液体的蒸气压曲线, TV 曲线表示固相与液相平衡时温度和压力的关系曲线。ST、TW、TV 三条曲线在 T 点相交, T 点为三相点, 在三相点固、液、气三相处于平衡状态。一个物质的熔点是指固、液两相在大气压下处于平衡状态时的温度。三相点 T 时的压力是固、液、气三相处于平衡时的蒸气压。所以三相点的温度和正常的熔点有些差别, 但这种差别很小, 通常只是几分之一度。

在三相点以下, 物质只有固、气两相, 在此范围内降低温度, 蒸气不经过液态直接变为固态, 若升高温度, 固态也不经过液态而直接变成蒸气。因此一般的升华操作应在三相点温度以下进行。不同的物质有不同的三相点, 即它们在固态、液态和气态相互处于平衡状态时的温度和压力各不相同。有的化合物如樟脑、萘等在三相点以下的蒸气压很高, 因而汽化速率很快, 就可以容易地从固态直接变为气态, 且此物质蒸气压随温度降低而下降非常显著, 稍降低温度即能由蒸气直接转变成固态, 通常采用常压升华方法来纯化。有的化合物如萘等在三相点时的平衡蒸气压较低, 常压升华往往得不到满意的结果。为了提高收率, 可在减压下升华, 也可以将化合物加热至熔点以上, 使其具有较高的蒸气压, 同时通入空气或惰性气体带出蒸气, 加快蒸发速度。

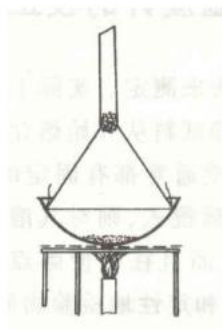
能用升华法纯化的固体物质必须满足下列条件:

- ①被纯化的固体物质在其熔点以下具有相当高的蒸气压。
- ②杂质的蒸气压与被纯化的固体有机物的蒸气压之间有显著的差异。

对称性高且极性较低的固体物质, 结晶之间引力低, 并且在熔点以下往往具有较高的蒸气压, 因此这类物质常采用升华的方法来提纯。

三、仪器试剂

生石灰，索氏提取装置，酒精灯、蒸发皿，玻璃漏斗。



四、实验步骤

4、升华 将一张刺有许多小孔且孔刺向上的滤纸覆盖在蒸发皿上，滤纸上罩一个大小合适的玻璃漏斗，漏斗颈部塞一小团疏松的棉花，用酒精灯隔着石棉网小心加热，逐渐升温，咖啡因蒸气在漏斗内壁和滤纸上结晶。当滤纸上出现大量白色结晶时，暂停加热，让其自然冷却至100℃左右。小心取下漏斗，揭开滤纸，用小刀将滤纸和漏斗上的咖啡因结晶刮下。

5、再升华 将蒸发皿中的残渣搅拌后，重新罩上滤纸和漏斗，用较大的火焰加热，进行第二次升华。合并两次升华得到的咖啡因。纯净的咖啡因为白色针状结晶。

6、称重，计算咖啡因在茶叶中的含量。

注释：

[4]如果留有少量水分，将会在升华时带来烟雾，污染器皿，且影响咖啡因的质量。整个升华过程，始终应小火间接加热，否则咖啡因会损失。（**升华的关键在于控温，往年经验：最好是酒精灯的火焰尖温度刚好触碰石棉网，缓缓加热10-15min**）

[4]在升华的过程中，须严格控制加热温度，温度太高，会使产物碳化发黄，甚至变成碳黑。

五、思考题

4. 升华前，如果水分不去掉，大火加热时将会出现什么情况？
5. 升华操作有哪些关键技术？