

基础化学（含实训）二 课程教案

实验课学时数：24

适用专业：化妆品技术

任课教师：郑钢勇

实训项目教学设计

实验一 有机化学实验的基本操作与实验室安全教育

项目名称	有机化学实验的基本操作与实验室安全教育	项目编号		
隶属课程	基础化学（含实训）二			
教学目的	1、熟悉有机化学实验室的规则和要求。 2、领取有机化学常用仪器，熟悉其名称、规格及使用注意事项。 3、学习并练习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
	实验室规则和安全教育	保证基础化学实验正常进行，保证实验的安全开展，学生必须严格遵守基础化学实验室规则。	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，尤其是蒸馏整套装置。	教师讲授并示范，学生实践操作。	
	蒸馏装置图的搭建	根据实验二的装置图认领玻璃仪器，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。	
	玻璃仪器的洗涤和干燥	实验用过的玻璃器皿必须立即洗涤。洗涤试剂的选用和干燥方法的选择。	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				

基本内容

一、实验室规则和安全教育

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。

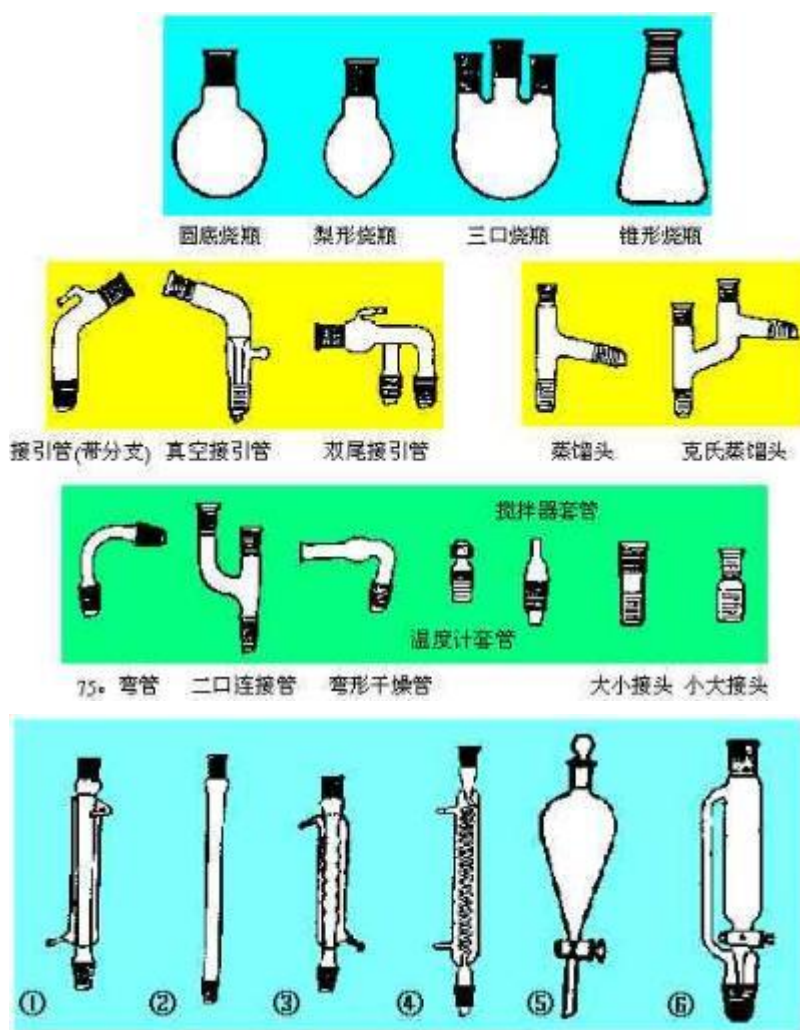
- (1) 切实做好实验前的准备工作。
- (2) 进入实验室时，应熟悉实验室灭火器材，急救药箱的放置地点和使用方法。
- (3) 实验时应遵守纪律，保持安静。

- (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。

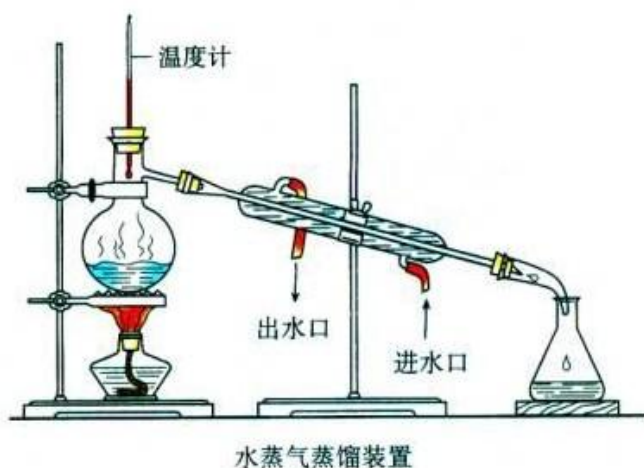
二、有机实验仪器的认识



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

安装仪器时，应选好主要仪器的位置，要以热源为准，先下后上，先左后右，逐个将仪器边固定边组装。拆卸的顺序则与组装相反。拆卸前，应先停止加热，移走加热源，待稍微冷却后，先取下产物，然后再逐个拆掉。拆冷凝管时注意不要将水洒到电热套上。请从上方选择设备搭建蒸馏装置（图2），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、常用玻璃器皿的洗涤和干燥

(一) 玻璃器皿的洗涤

进行化学实验必须使用清洁的玻璃仪器。实验用过的玻璃器皿必须立即洗涤，应该养成习惯。由于污垢的性质在当时是清楚的，用适当的方法进行洗涤是容易办到的。若日子久了，会增加洗涤的困难。

洗涤的一般方法是用水、洗衣粉、去污粉刷洗。刷子是特制的，如瓶刷、烧杯刷、冷凝管刷等，但用腐蚀性洗液时则不用刷子。洗涤玻璃器皿时不应该用砂子，它会擦伤玻璃乃至龟裂。若难于洗净时，则可根据污垢的性质选用适当的洗液进行洗涤。如果是酸性（或碱性）的污垢用碱（或酸性）洗液洗涤；有机污垢用碱液或有机溶剂洗涤。

下面介绍几种常用洗液：

1. 铬酸洗液

这种洗液氧化性很强，对有机污垢破坏力很强。倾去器皿内的水，慢慢倒入洗液，转动器皿，使洗液充分浸润不干净的器壁，数分钟后把洗液倒回洗液瓶中，用自来水冲洗。若壁上粘有少炭化残渣，可加入少量洗液，浸泡一段时间后在小火上加热，直至冒出气泡，炭化残渣可被除去，但当洗液颜色变绿，表示失效应该弃去不能倒回洗液瓶中。不过铬酸洗液废液含有六价铬，这是一种剧毒物质，对环境和人体健康有严重危害。六价铬具有强氧化性，与有机物接触可能引发燃烧或爆炸。此外，铬酸洗液废液中的重金属离子会对水体造成污染，导致水体富营养化和生态系统紊乱，严重影响水质。因此实验室常因其复杂的废液处理而采用其他洗液。

2. 盐酸

用浓盐酸可以洗去附着在器壁上的二氧化锰或碳酸钙等残渣。

3. 碱液和合成洗涤剂

配成浓溶液即可。用以洗涤油脂和一些有机物（如有机酸）。

4. 有机溶剂洗涤液

当胶状或焦油状的有机污垢如用上述方法不能洗去时，可选用丙酮、乙醚、苯浸泡，要加盖免溶剂挥发，或用 NaOH 的乙醇溶液亦可。用有机溶剂作洗涤剂，使用后可回收重复使用。

若用于精制或有机分析用的器皿，除用上述方法处理外，还须用大量蒸馏水冲洗。

器皿是否清洁的标志是：加水倒置，水顺着器壁流下，内壁被水均匀润湿有一层既薄又均的水膜，不挂水珠。

（二）玻璃仪器的干燥

有机化学实验经常都要使用干燥的玻璃仪器，故要养成在每次实验后马上把玻璃仪器洗净和倒置使之干燥的习惯，以便下次实验时使用。干燥玻璃仪器的方法有下列几种：

1. 自然风干

自然风干是指把已洗净的仪器放在干燥架上自然风干，这是常用和简单的方法。但必须注意，若玻璃仪器洗得不够干净时，水珠便不易流下，干燥就会较为缓慢。

2. 烘干

把玻璃器皿顺序从上层往下层放入烘箱烘干，放入烘箱中干燥的玻璃仪器，一般要求不带水珠。器皿口向上，带有磨砂口玻璃塞的仪器，必须取出活塞后，才能烘干，烘箱内的温度保持在 100~105℃，约 0.5h，待烘箱内的温度降至室温时才能取出。切不可把很热的玻璃仪器取出，以免破裂。当烘箱已工作时则不能往上层放入湿的器皿，以免水滴下落，使热的器皿骤冷而破裂。

3. 吹干

有时仪器洗涤后需立即使用，可使用吹干，即用气流干燥器或电吹风把仪器吹干。首先将水尽量沥干后，加入少量丙酮或乙醇摇洗并倾出，先通入冷风吹 1~2min，待大部分溶剂挥发后，吹入热风至完全干燥为止，最后吹入冷风使仪器逐渐冷却。

五、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。

实训项目教学设计

实验二常压蒸馏和沸点的测定

项目名称	工业乙醇的蒸馏及沸点的测定		项目编号	
隶属课程	基础化学（含实训）二			
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学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	实践操作（50分）； 实训报告（40分）； 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				

基本内容

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。

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逸出，液体沸腾。这时的温度称为液体的沸点。

蒸馏是将液体加热到沸腾，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。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，而留在液体中，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），而且恒定温度间隔小（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。首先将所需要的蒸馏装置均准备齐全（如上仪器），先从热源（酒精灯）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（水浴锅）、烧瓶、蒸馏头以及温度计；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，再接上接引管，将接引管通入锥形瓶中，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。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，水浴锅加热。通过水浴加热使烧瓶中的酒精开始沸腾并有液体馏出，开始调整速度，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，并重新换一个锥形瓶来接收馏出液体，并记录下此时的温度。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，放会之前去的地方，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/mi
n
V/ml
T/K
V 总
/ml

五. 问题讨论

1. 常量法蒸馏与微量法测沸点个适用于那些情况？在高原地区蒸馏时，对沸点是否有影响？偏低还是偏高？

答：微量法一般用于现场监控，对数据准确度要求不高，但是可以监控数据的变化，当提供的液体不足以作沸点的常规测定时一般用微量法。常量法一般用于液体足够时的一般测量。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。

实训项目教学设计

实验三 苯甲酸的重结晶及过滤

项目名称	苯甲酸的重结晶及过滤	项目编号		
隶属课程	基础化学（含实训）二			
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				

基本内容

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。

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，热的为饱和溶液，降低温度，溶解度下降，溶液变成过饱和易析出结晶。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. 将被纯化的化合物，在已选好的溶剂中，配制成沸腾或接近沸腾的饱和溶液。（同时准备好热水保温漏斗）

150ml 锥形瓶+3g 粗苯甲酸+60ml 水+n 粒沸石——→加热溶解

2. 将上过热溶液趁热过滤，除去不溶物。

(1) 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) 每次倒入的溶液不要太满，也不要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) 滤纸大小要和布氏漏斗底大小像吻合，不可太大，或太小，滤纸用少量冷水润湿，吸紧。

(5) 停止抽滤时，先拿样、布氏漏斗，再关闭水泵，避免回吸。

3. 将滤液冷却，使结晶析出。

4. 用布氏漏斗抽滤。

5. 洗涤，干燥。

6. 测熔点。

7. 计算回收率。

五、实验装置图

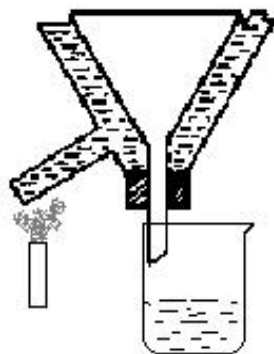


图 1. 重结晶热过滤装置

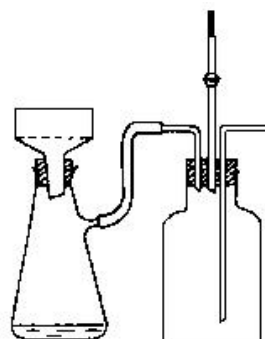


图 2. 抽滤装置

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？

实训项目教学设计

实验四 毛细管法测定苯甲酸的熔点

项目名称	毛细管法测定苯甲酸的熔点	项目编号		
隶属课程	基础化学（含实训）二			
教学目的	1、掌握熔点的概念，理解纯物质熔点特征与杂质对熔点的影响。 2、掌握毛细管法测定固体有机物熔点的原理与操作方法。 3、掌握熔融观察与数据记录，学会熔程的判断。			
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
	苯甲酸熔点测定的原理	蒸馏是分离和提纯液态有机化学物最常用的一种方法。	教师讲授。	
	熔点的定义跟用熔点鉴别有机化合物并判断其纯度	纯的有机物有固定的熔点，混合物的沸点降低沸程变宽。	教师讲授。	
	提勒管装置的搭建	依照横平竖直的标准搭建装置，控制蒸馏的温度和速度，	教师讲授并示范，学生实践操作。	
	测定熔点	注意观察和记录，从开始熔化到完全熔化为液体的温度范围	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				

基本内容

一. 实验目的

- 1、了解毛细管法测定熔点的原理。
- 2、掌握提勒管装置的搭建和熔点操作步骤。
- 3、学会熔点测定的方法。

二. 实验原理

有机化合物熔点通常用毛细管法来测定，实际上测得的是一个熔点范围，即试料从开始熔化到完全熔化为液体的温度范围，纯粹的固态物质通常有固定的熔点。蒸馏是将液体加热到沸腾，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。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。

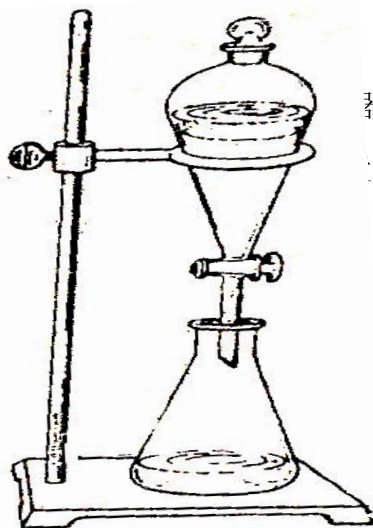
沸点相近的有机物，蒸汽压也近于相等。因此，不能用蒸馏法分离，可用分馏法分离；对于沸点高、受热易分解的物质，可用减压蒸馏或水蒸气蒸馏来分离提纯。

三. 实验步骤

1. 向熔点管填装样品

样品粉末要研细，取少许研细干燥的待测样品于表面皿上，并聚成一堆。将熔点管开口向下插入样品中，然后将熔点管开口向上轻轻在桌面上敲击，使样品进入熔点管，再取约 40cm 的干净玻璃管垂直台面上，把熔点管上端自由落下，重复几次使样品填装紧密均匀，以达到测熔点时传热迅速均匀的目的。样品高度约 2-3mm。装好后去除沾在熔点管外的样品，以免沾污热浴。一次熔点测定一般同时装好 4 根熔点管。对于易升华或易吸潮的物质，装好后立即把毛细管口用小火熔封。

2. 按图要求装置提勒装置



器

的加热浴液。加热温度在 140℃ 以下时，选用液体石蜡或甘油。温度较高时，因硫酸具有较强的腐蚀性，所以操作时应注意安全。向 b 形管中装入样品，然后将温度计插入 b 形管中，然后固定在铁架台上；毛细管底部应位于温度计水银球中部，用橡皮圈固定，橡皮圈不能浸入浴液；用 b 形管时，温度计的水银球应处

(1) 粗测

若未知物的熔点，应先粗测一次。粗测加热可稍快，升温速率约 5-6℃/min。到样品熔化，记录熔点的近似值。

(2) 精确测定

测定前，先待热浴温度降至熔点约 30℃ 以下，换一根样品管，慢慢加热，一开始 5℃/min，当达到熔点下约 15℃ 时，以 1-2℃/min 升温，接近熔点时，以 0.2-0.3℃/min 升温，当毛细管中样品开始塌落和有湿润现象，出现下滴液体时，表明样品已开始熔化，为始熔，记下温度，继续微热，至成透明液体，记下温度为全熔。

①熔点测定至少要进行 2 次，2 次的的数据应一致。每次测定必须用新装样品的毛细管，不可用已测过熔点的样品管。对于未知熔点的测定，可先以快速加热粗测，然后待浴液冷却至熔点以下约 30℃左右时，再做精密的测定。

②通常在熔程为 0.5-1.0℃时化合物则被认为是纯物质。

四. 注意事项

1. 装试料时熔点管的下落方向必须与桌面垂直，否则熔点管极易折断。
2. 记录熔点时要记录开始熔化和完全熔化的温度。不可记录这两个温度的平均值。
3. 测定熔点时，要用校正过的温度计。

五. 实验记录

苯甲酸刚熔化时的温度 $t_1 = \underline{\hspace{2cm}}$ °C

熔化完全的温度 $t_2 = \underline{\hspace{2cm}}$ °C

熔程: $t_2 - t_1$

判断是否纯净物。

实训项目教学设计

实验五 乙酸乙酯的制备

项目名称	乙酸乙酯的制备	项目编号		
隶属课程	基础化学（含实训）二			
教学目的	1、掌握实验室制备乙酸乙酯的原理和方法。 2、熟练掌握加热、回流、蒸馏等基本实验操作技能。 3、能够正确组装和拆卸实验装置，并理解各部件的作用。			
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
	制备乙酸乙酯的原理	乙酸和乙醇生成乙酸乙酯是可逆反应，通过用过量乙醇，同时蒸出产物乙酸乙酯和水，推动平衡正向移动。同时要维持温度在 110~120℃降低副产物的产生。	教师讲授。	
	回流和蒸馏装置的搭建	依照横平竖直的标准搭建蒸馏装置，控制滴加速度和馏出速度大约一致。	教师讲授并示范，学生实践操作。	
	产品的后处理	馏出液中加入饱和碳酸钠溶液(约 9mL)，将产物中混杂的酸性物质除去，需用 pH 试纸检验呈中性	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				

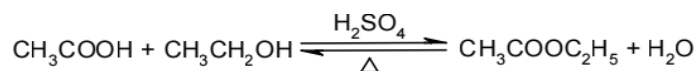
基本内容

一、实验目的

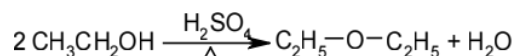
1. 掌握实验室制备乙酸乙酯的原理和方法。
2. 熟练掌握加热、回流、蒸馏等基本实验操作技能。
3. 能够正确组装和拆卸实验装置，并理解各部件的作用。
5. 培养严谨的科学态度、良好的实验习惯和安全意识。

二、实验原理

主反应：



副反应:



酯化反应是可逆的，为了使反应向有利于生成酯的方向移动，通常采用过量的羧酸或醇，或者除去反应中生成的醋或水，或者两者同时采用。为了提高乙酸乙酯的产量，本实验采用加入过量乙醇及不断把反应中生成的乙酸乙酯和水蒸出的方法。

乙酸乙酯的制备实验中，采用醋酸过量的做法是否合适的。实验室制法中理论上是可行的，过量的醋酸可以避免形成恒沸物：醋酸过量可以避免乙醇和乙酸乙酯形成恒沸物，这样不会影响产物的蒸馏。但在实际工业生产中一般不考虑，因为醋酸的成本远高于乙酸，且醋酸过量，酸性条件下，生成的乙酸乙酯会水解，降低产率。因此，在实验室里一般采用乙醇过量的办法。

三、仪器与药品

1.药品

95%乙醇20 mL（16 g，0.33 mol）、冰醋酸11.7 mL（13 g，0.22 mol）、浓硫酸、饱和碳酸钠水溶液

2.仪器

电热套、100 ml三口瓶、刺形分馏柱、200℃温度计、温度计套管*2、蒸馏头、直型冷凝管、尾接管、锥形瓶、分液漏斗、20ml量筒、PH试纸、玻璃棒

3.主要试剂及物理性质

名称	分子量	熔点	沸点	外观
乙酸	60.05g/mol	16.6℃	118.1℃	无色透明液体或晶体（低温），有刺激性酸味。 无色透明易挥发液体，有特殊芳香。 无色透明易挥发液体，有水果香氛
乙醇	46.07g/mol	-144.1℃	78.37℃	
乙酸乙酯	88.11g/mol	-83.6℃	77.1℃	

四、实验步骤

1.酯化

搭建回流装置如图 5-1。先称量 16g 无水乙醇到滴液漏斗，放大约 5ml 到三口烧瓶，加入沸石，再称 14g 乙酸入滴液漏斗混匀。再大约量取 3ml 浓硫酸倒入三口烧瓶。装好仪器后，在滴液漏斗中缓慢滴入乙酸和乙醇的混合液，用电热套以较低的电压进行加热，使溶液保持微沸 110~120℃，这时蒸馏管口应有液体流出，再自滴液漏斗慢慢滴入其余的混合液(25~30min)，控制滴加速度和馏出速度大约一致，并维持反应温度在 110~120℃。(温度不宜过高，否则会增加副产品之醚的含量。控制滴加速度，太快会使醋酸和乙醇来不及作用而被蒸出。滴加完毕后，继续加热，直至温度升高到 130℃不再有馏出液为止。

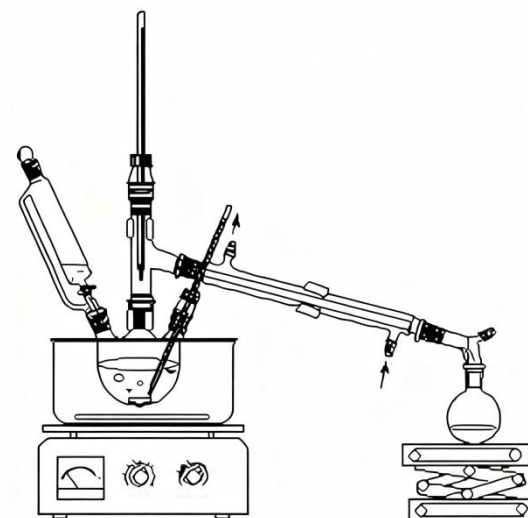


图 5-1 回流装置图

2.产品的后处理

此时馏出液中含有乙酸乙酯及少量乙醇、乙醚、水和醋酸。在摇动下，慢慢向粗产物中加入饱和碳酸钠溶液(约 9mL)，将产物中混杂的酸性物质除去，至无二氧化碳气体逸出，酯层对 pH 试纸试验呈中性。

3.该中性混合液使用封口膜封好，写好标签，下个实训项目精制。

六、注意事项

1. 酯化反应所用仪器必须无水，包括量取乙醇和冰醋酸的量筒也要干燥。
2. 加热之前一定将反应混合物混合均匀，否则容易炭化。
3. 用碳酸钠饱和水溶液洗涤有机相时有二氧化碳产生，注意充分搅拌至无二氧化碳气体逸出。
4. 反应和蒸馏时不要忘记加沸石。

七、思考题

1. 酯化反应有什么特点？在实验中如何创造条件促使酯化反应尽量向生成物方向进行？
2. 本实验若采用醋酸过量的做法是否合适？为什么？

实训项目教学设计

实验六 乙酸乙酯的精制

项目名称	乙酸乙酯的精制	项目编号		
隶属课程	基础化学（含实训）二			
教学目的	1、了解乙酸乙酯制备粗产品的杂质类型及其去除方法。 2、掌握液体有机化合物制备的后处理方法和精制。 3、学会产率的计算。			
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
	杂质处理方式和洗涤的顺序	粗乙酸乙酯含乙醇、乙醚等杂质，需先经碳酸钠洗涤减少酯损失，再用饱和食盐水洗涤避免沉淀，最后用饱和氯化钙洗涤除乙醇，生成络合物。	教师讲授。	
	分液漏斗的使用和分液的收集	掌握分液漏斗使用，注意每次需收集的分液及其出口	教师讲授并示范，学生实践操作。	
	产品重蒸完成精制	无水硫酸镁干燥，水浴重蒸，收集73~78℃馏分，完成精制	教师讲授并示范，学生实践操作。	
	产率的计算	称量精制后产物、计算产率，能分析实验误差	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				

基本内容

一、实验目的

1. 了解乙酸乙酯制备粗产品的杂质类型及其去除方法。
2. 掌握液体有机化合物制备的后处理方法和精制。
3. 掌握分液漏斗的使用。
4. 学会产率的计算，并能分析实验过程中产生误差的原因。建立系统思维和统筹规划的能力，明白在解决复杂问题（无论是科学问题还是工程、社会问题）时，必须具备前瞻性布局和流程优化的意识，学会从全局出

发把握关键细节。

二、实验原理

在制备实验中的馏出液除了酯和水外，还含有少量未反应的乙醇和乙酸，也含有副产物乙醚。上次实验采用碱除去其中的酸得到的中性溶液。

用饱和氯化钙除去未反应的醇。氯化钙能除乙醇，原因是乙醇可以和氯化钙反应生成微溶于水的 $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ，原理是与乙醇反应生成络合物。

当有机层用碳酸钠洗过后，若紧接着就用氯化钙溶液洗涤，有可能产生絮状碳酸钙沉淀，使进一步分离变成困难，故在两步操作间必须用水洗一下。由于乙酸乙酯在水中有一定的溶解度(每 17 份水溶解 1 份乙酸乙酯)，为了尽可能减少由此而造成的损失，所以实际上用饱和食盐水来进行水洗。采用饱和食盐水代替水对有机物进行洗涤，减少在水中有一定溶解度的有机溶剂在水中溶解，是提高水洗效能的常用方法。

后处理结束的粗产品进行重蒸，收集纯乙酸乙酯的沸点为 77.06°C 的馏分，舍去在 77.06°C 以前的馏分，因为乙酸乙酯与水或醇形成二元或三元共沸物的组成及沸点如表 1 所示。

表 6-1 乙酸乙酯与水或醇形成二元或三元共沸物的组成及沸点

沸点/ $^\circ\text{C}$	共沸物组成/%		
	乙酸乙酯	乙醇	水
70.2	82.6	8.4	9.0
70.4	91.9	--	8.1
71.8	69.0	31.0	--

三、仪器与药品

1.药品

饱和氯化钙水溶液、饱和氯化钠水溶液、无水硫酸镁

2.仪器

分液漏斗、烧杯、20ml 量筒、玻璃棒、50mL 圆底烧瓶、蒸馏头、直型冷凝管、尾接管、锥形瓶；水浴锅

四、实验步骤

1.产品的后处理

在馏出液中除了酯和水外，还含有少量未反应的乙醇和乙酸，也含有副产物乙醚。上次实验采用碱除去其中的酸得到的中性溶液。将该中性混合液移入分液漏斗，充分振摇(注意及时放气)后静置，分去下层水相。酯层先用 9mL 饱和氯化钠溶液洗涤^[1]，再每次用 10m 饱和氯化钙溶液^[2]洗涤两次。弃去下层液，酯层自漏斗上口倒入干燥的锥形瓶中，用无水硫酸镁干燥^[3]，抽滤或倾倒^[4]。

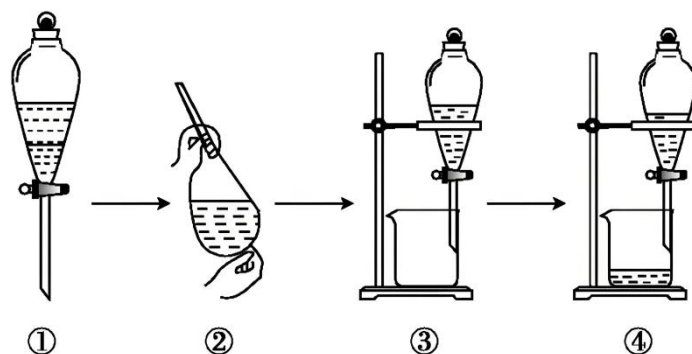


图 6-1 分液漏斗操作装置

2.产品的重蒸

将干燥好的粗乙酸乙酯滤入 50mL 干燥的圆底瓶中，加入沸石后在水浴上进行蒸馏^[5]，用已知质量的烧瓶收集 73~78 °C 馏分^[6]。

3.称重及计算产率

将干燥抽滤得到的/蒸馏得到的乙酸乙酯称量质量，并计算产率。乙酸乙酯的产量为 10~12 g。

五、实验数据及处理

乙酸乙酯	数据
理论产量	
实际产量	
产率	

六、注意事项

[1]当有机层用碳酸钠洗过后，若紧接着就用氯化钙溶液洗涤，有可能产生絮状碳酸钙沉淀，使进一步分离变成困难，故在两步操作间必须用水洗一下。由于乙酸乙酯在水中有一定的溶解度(每 17 份水溶解 1 份乙酸乙酯)，为了尽可能减少由此而造成的损失，所以实际上用饱和食盐水来进行水洗。

[2]用饱和氯化钙除去未反应的醇。氯化钙能除乙醇，原因是乙醇可以和氯化钙反应生成微溶于水的 $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ，原理是与乙醇反应生成络合物。

[3]由于水与乙醇、乙酸乙酯形成二元或三元共沸物，故在未干燥前已是清亮透明的溶液，因此，不能以产品是否透明作为是否干燥好的标准，应以干燥剂加入后吸水情况而定，并放置 30min，其间要不时摇动。若洗涤不净或干燥不够时，会使沸点降低，影响产率。

[4]有机相干燥要彻底，不要把干燥剂转移到蒸馏烧瓶中。

[5]正确进行蒸馏操作，温度计的位置影响馏出液测定的温度，温度计水银球的上沿与蒸馏头下沿持平。

[6]纯乙酸乙酯的 b.p.为 77.06°C。乙酸乙酯与水或醇形成二元或三元共沸物的组成及沸点如表 1 所示。因此，有机层中的乙醇不除净或干燥不够时，由于形成低沸点共沸混合物，从而影响酯的产率。

七、思考题

1. 蒸出的粗乙酸乙酯中主要有哪些杂质？如何除去？

2. 为什么要用饱和氯化钠溶液和饱和氯化钙溶液洗涤？如果先用饱和氯化钙溶液洗涤，可以吗？为什么？

实训项目教学设计

实验七 从茶叶中提取咖啡因

项目名称	从茶叶中提取咖啡因	项目编号		
隶属课程	基础化学（含实训）二			
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，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	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				

基本内容

一、实验目的

- 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

二、茶叶的组成

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。

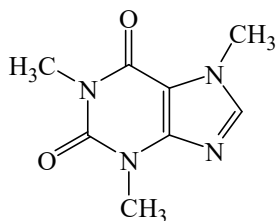
三、咖啡因的用途及性质

咖啡因具有刺激心脏、兴奋大脑神经和利尿等作用，因此可用作中枢神经兴奋药。它也是复方阿司匹林等药物的组分之一。

咖啡因易溶于氯仿（12.5%），水（2%）及乙醇（2%）等。含结晶水的咖啡因为无色针状晶体，在 100℃时即失去结晶水，并开始升华，在 120℃升华显著，178℃升华很快。

其他名称：咖啡碱；茶素；Chffeine, Thein; Guaranina, Methyl; Thtobromine。

咖啡因是一种生物碱，为嘌呤的衍生物，化学名称是 1, 3, 7-三甲基-2, 6-二氧嘌呤，其构造式为：

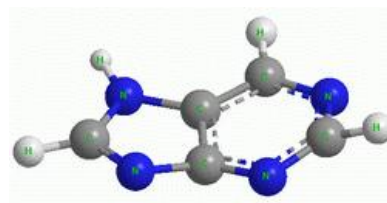
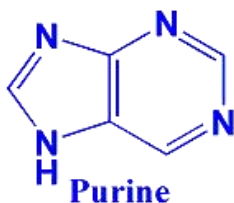


咖啡因

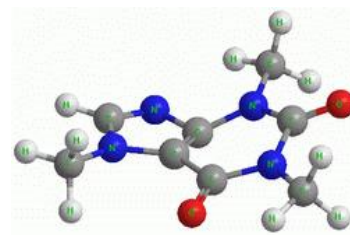
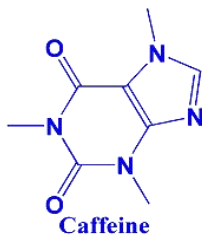
1, 3, 7-三甲基-2, 6-二氧嘌呤

其结构式与茶碱，可可碱类似：

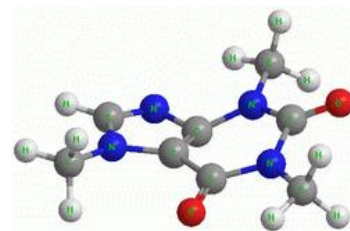
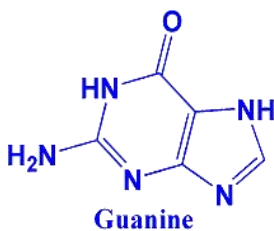
嘌呤 (Purine)



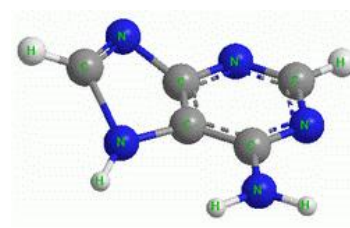
咖啡因 (Caffeine)



茶碱 (Guanine)



可可碱 (Adenine)



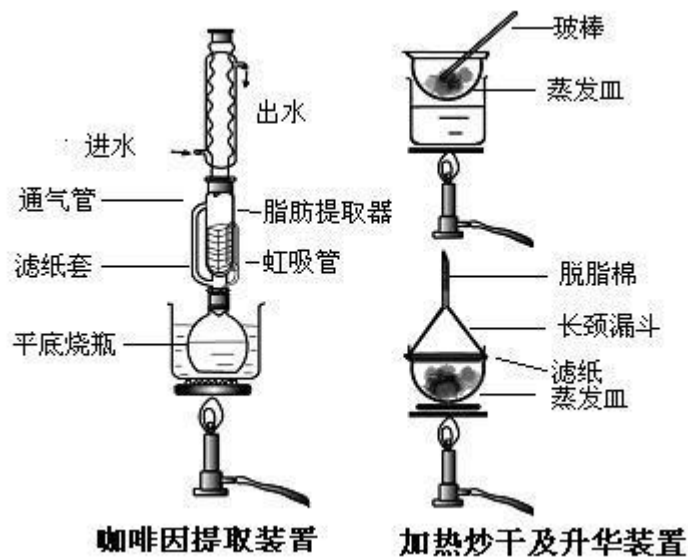
四、实验原理

为了提取茶叶中的咖啡因，可用适当的溶剂（如乙醇等）在索氏提取器中连续萃取，然后蒸去溶剂，即得粗咖啡因。粗咖啡因中还含有其它一些生物碱和杂质（如单宁酸）等，加入生石灰，是单宁酸和生石灰反应生成钙盐，使咖啡因游离出来，再利用升华法进一步提纯。

五、仪器与药品

Soxhlet (索氏) 提纯器、蒸发皿、漏斗、蒸馏烧瓶、冷凝管、接尾管、三角瓶、酒精灯、500ml 烧杯、三角架、铁圈、铁夹、温度计、石棉网、滤纸、线、棉花、茶叶、乙醇、生石灰

六、实验装置图



七、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。

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。

八、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？

九、实验安全注意事项

- 1、注意用电安全。
- 2、严格按实验方法操作，防止玻璃仪器割伤，注意安全。

实训项目教学设计

实验八 咖啡因的升华

项目名称	咖啡因的升华	项目编号		
隶属课程	基础化学（含实训）二			
教学目的	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。			
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。	教师讲授。	
	结晶	把残液倒入蒸发皿中,加入生石灰,蒸汽浴加热至干燥粉状。焙烧至水分全部除去。	教师讲授并示范,学生实践操作。	
	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	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				

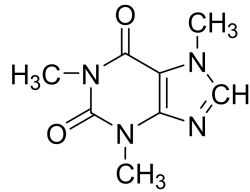
基本内容

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。
- 3、深化团队协作与有效沟通的协同意识,实验涉及多步骤协作(如蒸馏、升华等),需要小组成员分工明确、紧密配合、及时沟通。

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:



咖啡因

含结晶水的咖啡因是无色针状结晶，味苦。在 100℃时失去结晶水，并开始升华，升温到 120~178℃时迅速升华。无水咖啡因的熔点为 235~237℃。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。

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、仪器及试剂

- 1、主要仪器：滤纸，回形针，酒精灯、蒸发皿，玻璃漏斗；
- 2、主要试剂：生石灰。

四、实验步骤

1、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焙烧片刻，使水分全部除去。

2、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。

3、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。

4、称重 计算咖啡因在茶叶中的含量。

注释：

[1]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）

[2]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？