



全国普通高等院校工科化学规划精品教材



有机化学 实验

✦ 郭书好 主编

YOUJI HUAXUE
SHIYAN



华中科技大学出版社
<http://www.hustp.com>

全国普通高等院校工科化学规划精品教材

有机化学实验

主 编 郭书好

副主编 唐 渝 王 涛 周 静

曾向潮 尚雪亚 郑燕升

参编人员(按姓氏笔划排列)

王 涛 陈传兵 肖芙蓉 何建峰

张金梅 李熙灿 李毅群 尚雪亚

周 静 郑燕升 郭书好 徐石海

顾承志 唐 渝 曾向潮

华中科技大学出版社

中国·武汉

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/郭书好 主编. —武汉:华中科技大学出版社,2008年8月
ISBN 978-7-5609-4707-5

I. 有… II. 郭… III. 有机化学-化学实验-高等学校-教材 IV. O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 102144 号

有机化学实验

郭书好 主编

策划编辑:陈培斌

封面设计:刘 卉

责任编辑:陈培斌

责任校对:祝 菲

责任监印:周治超

出版发行:华中科技大学出版社(中国·武汉)

武昌喻家山 邮编:430074 电话:(027)87557437

录 排:华中科技大学惠友文印中心

印 刷:湖北恒泰印务有限公司

开本:710mm×1000mm 1/16

印张:14.5

字数:243 000

版次:2008年8月第1版

印次:2008年8月第1次印刷

定价:25.80元(含1 CD)

ISBN 978-7-5609-4707-5/O·455

(本书若有印装质量问题,请向出版社发行部调换)

前 言

《有机化学实验》是在郭书好主编《有机化学实验》(第二版)立体化教材基础上,应华中科技大学出版社的提议并在其协调下,根据 21 世纪我国高等教育培养目标的要求,由全国 5 所院校改编而成。这次编写本着重基础,突出综合性,增强绿色化学理念的原则并综合各有关院校的成果和经验,使实验内容更全面,且较精练,以满足工科化学各专业的需要。全书包括有机化学实验的一般知识,基础实验,综合性、设计性实验,有机化学实验课件(光盘)和附录等五部分。

本书有如下特色:实验与指导书合并出版,基础实验均附实验指导;有机实验课件(光盘)与实验教材配套,以利于学生自主学习;重基础,突出综合性、设计性实验,注意联系实际,重视环保意识,加强综合利用,减少消耗,以利于培养学生的创新意识和提高学生的学习兴趣。

有机化学实验由暨南大学等 5 所院校共同改编。参加编写的教师有暨南大学郭书好、唐渝、曾向潮、张金梅、李毅群、徐石海;广州中医药大学王涛、何建峰、李熙灿、陈传兵;新疆石河子大学周静、顾承志、肖芙蓉;郑州轻工业学院尚雪亚;广西工学院郑燕升等。全书(含光盘)由郭书好、唐渝、张金梅、曾向潮、王涛校核,最后由郭书好修改定稿。

本书出版得到暨南大学、生命科技学院及化学系有关领导、华中科技大学出版社等的关心和支持,在此表示衷心感谢!

限于编者水平,书中缺点和错误难以避免,敬请指正。

编 者

2008 年 5 月于广州

内 容 提 要

《有机化学实验》是全国普通高等院校工科化学规划精品教材。全书包括有机化学实验的一般知识,基础实验,综合性、设计性实验,有机化学实验课件和附录等五部分。基础实验均配有实验指导。有机实验的一般知识,基础实验中的基本操作实验,性质实验及若干合成、提取实验配有实验课件(光盘),有利于学生自主学习,适应于开放实验。

本书可供工科化学及其他理工、师范等相关专业不同层次的学生使用,也可供有关工作人员参考。

目 录

第 1 章 有机化学实验的一般知识	(1)
1.1 实验室规则	(1)
1.2 实验室的安全	(1)
1.2.1 着火事故的预防及处理	(2)
1.2.2 爆炸事故的预防	(2)
1.2.3 割伤、烫伤、灼伤的预防及处理	(3)
1.2.4 中毒的预防及处理	(3)
1.2.5 “三废”处理	(4)
1.2.6 安全用电	(5)
1.3 有机化学实验室的常用仪器、装置和设备	(5)
1.3.1 普通玻璃仪器	(5)
1.3.2 磨口玻璃仪器	(5)
1.3.3 常用金属用具	(6)
1.3.4 有机实验的常用装置	(6)
1.3.5 其他仪器设备	(13)
1.4 玻璃仪器的洗涤和干燥	(16)
1.4.1 玻璃仪器的洗涤	(16)
1.4.2 玻璃仪器的干燥	(16)
1.5 磨口玻璃仪器的保养	(17)
1.6 实验预习、实验报告的基本要求及示例	(18)
1.6.1 实验预习及实验记录	(18)
1.6.2 实验报告	(19)
第 2 章 基础实验	(23)
2.1 基本操作实验	(23)
实验 1 简单玻璃工操作	(23)
实验 2 回收乙醇的蒸馏及乙醇折光率的测定	(26)
实验 3 熔点及沸点(微量法)测定	(31)
实验 4 重结晶	(35)
实验 5 萃取——绿色植物叶色素的提取	(40)
实验 6 薄层色谱	(43)

实验 7	柱色谱	(47)
实验 8	石油醚的纯化与干燥	(50)
实验 9	水蒸气蒸馏	(53)
实验 10	减压蒸馏	(55)
实验 11	旋光度的测定	(58)
实验 12	有机化合物波谱鉴定简介	(60)
2.2	提取与合成实验	(71)
实验 13	环己烯的制备与分馏	(71)
实验 14	2-甲基-2-氯丙烷的制备	(74)
实验 15	正溴丁烷的制备	(76)
实验 16	正丁醚的制备	(79)
实验 17	苯乙醚的制备	(81)
实验 18	2-硝基-1,3-苯二酚的合成	(83)
实验 19	食品抗氧化剂 TBHQ 的合成	(86)
实验 20	相转移催化法合成苯甲醇	(88)
实验 21	三苯甲醇的制备	(90)
实验 22	苯乙酮的制备	(92)
实验 23	邻硝基苯酚和对硝基苯酚的制备	(95)
实验 24	辛烯醛的制备	(97)
实验 25	环戊酮的制备	(99)
实验 26	呋喃甲酸和呋喃甲醇的制备	(101)
实验 27	双酚 A 的制备	(103)
实验 28	肉桂酸的制备	(104)
实验 29	己二酸的制备	(107)
实验 30	对硝基苯甲酸的制备	(109)
实验 31	生长素 2,4-D 的制备	(111)
实验 32	羧酸酯的制备	(113)
实验 33	乙酸乙酯的制备	(115)
实验 34	丁二酸二丁酯的制备	(118)
实验 35	丁二酸酐的制备	(120)
实验 36	蒎与马来酸酐的双烯合成	(122)
实验 37	内型-降冰片烯-顺-5,6-二羧酸酐的制备	(123)
实验 38	邻氨基苯甲酸的制备	(126)
实验 39	乙酰苯胺的制备	(129)
实验 40	丙烯酰胺的制备	(132)

实验 41	偶氮苯的光化异构化和鉴定	(133)
实验 42	反式肉桂酸的光化二聚	(135)
实验 43	酸性橙 II (2 号橙) 染料的合成和织物的染色	(136)
实验 44	7,7-二氯二环[4.1.0]庚烷的制备	(140)
实验 45	乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备	(141)
实验 46	五乙酸葡萄糖酯的制备	(143)
实验 47	8-羟基喹啉的制备	(146)
实验 48	巴比妥酸的制备	(149)
实验 49	2-氨基-1,3,4-噻二唑的制备	(151)
实验 50	从茶叶中提取咖啡因与升华	(153)
实验 51	用酸醇法从黄檗中提取黄连素	(156)
2.3	性质实验	(158)
实验 52	脂肪烃和芳香烃的性质	(158)
实验 53	卤代烃及醇、酚、醚的性质	(160)
实验 54	醛、酮、羧酸及其衍生物的性质	(163)
实验 55	胺及氨基酸的性质	(167)
实验 56	糖的性质鉴定	(169)
第 3 章	综合性、设计性实验	(173)
实验 57	三组分(甲苯、苯胺、苯甲酸)混合物的分离	(173)
实验 58	有机化合物的鉴别实验	(174)
实验 59	用甘蔗渣制备 CMC-Na	(174)
实验 60	对氯苯氧乙酸的制备	(175)
实验 61	乙酸冰片酯的制备	(176)
实验 62	植物生长调节剂——ACC 的合成	(177)
实验 63	(±)-1,1'-联-2-萘酚的合成和拆分	(178)
实验 64	苦杏仁酸的合成和拆分	(182)
实验 65	乙酰乙酸乙酯的合成	(184)
实验 66	从红辣椒中提取、分离红色素	(186)
实验 67	紫罗兰酮的合成	(189)
实验 68	用苯甲醛合成 1,4-二苯基-1,3-丁二烯	(191)
I	肉桂醛的制备	(191)
II	1,4-二苯基-1,3-丁二烯(简称 DPB)的制备	(192)
实验 69	合成苯亚甲基苯乙酮	(193)
I	苯乙酮的制备	(193)
II	苯亚甲基苯乙酮的制备	(193)

实验 70	合成二苯基羟乙酸	(194)
I	安息香的辅酶合成	(194)
II	二苯基乙二酮的合成	(197)
III	二苯基羟乙酸的合成	(198)
实验 71	合成己内酰胺	(199)
I	环己酮的制备	(199)
II	环己酮肟的制备	(201)
III	己内酰胺的制备	(202)
附录	(204)
附录 A	常用元素相对原子质量简表	(204)
附录 B	与水形成的二元共沸物	(204)
附录 C	常用酸碱溶液密度及组成	(205)
附录 D	常用有机溶剂的沸点和密度	(207)
附录 E	有机化合物手册中常见的英文缩写(部分)	(208)
附录 F	部分常见化学物质的毒性	(208)
附录 G	各种气体和蒸气在空气中的爆炸极限(可燃性极限) ...	(210)
附录 H	常用法定计算单位	(210)
附录 I	常用试剂的配制和纯化	(213)
附录 J	有机化学常用辞典、手册和实验参考书	(221)

有机化学实验课件(光盘)

1. 有机化学实验常用仪器设备
2. 玻璃仪器的清洗和干燥
3. 加热器具及选用
4. 常用有机合成装置
5. 蒸馏
6. 溶解和热过滤
7. 结晶
8. 固体产品的干燥
9. 萃取
10. 旋光度的测定
11. 卤代烃与硝酸银乙醇溶液作用
12. 醇与卢卡氏试剂作用
13. 碘仿反应
14. α -萘酚试验

-
15. 吐伦试验
 16. 本尼迪特试验
 17. 成脲试验
 18. 斐林试验
 19. 氨基酸与茚三酮作用
 20. 微型有机化学实验——双烯合成
 21. 薄层板的涂布
 22. 薄层色谱法的操作及应用
 23. 样品液的制备
 24. 双波长薄层扫描法概述
 25. 薄层扫描定量分析示例
 26. 甘蔗制糖及综合利用

第 1 章

有机化学实验的一般知识

1.1 实验室规则

有机化学实验是有机化学学科的基础,是学习有机化学的一个重要方面。为了保证实验的顺利进行,培养良好的实验习惯和工作作风,必须遵守下列实验室规则。

(1) 实验前要做好一切准备工作,预习有关内容,完成预习报告,做到心中有数。

(2) 在实验室内不得穿拖鞋或凉鞋,应穿实验工作服以保护身体,必要时戴防护眼镜。

(3) 在实验室内应遵守秩序,保持安静,实验时要集中精神,认真操作,仔细观察,要善于独立思考并如实做好实验记录,不得擅自离开。

(4) 听从教师指导,注意安全,严格按照操作规程进行实验。如发生意外事故,应立即报请指导教师,及时处理。

(5) 要爱护公物,公用器材用完擦(洗)净后放回原处。公用药品用完应立即加盖,避免吸潮或污染。注意节约水、电和实验试剂,损坏仪器要及时报损补齐。

(6) 不得将有毒药品、试剂带出实验室。

(7) 完成实验后,应保持仪器、桌面、地面、水槽的整洁,然后检查水、电、煤气、气瓶是否关好,经教师检查同意后方能离去。

1.2 实验室的安全

在进行有机化学实验操作时,要接触各种化学试剂、使用多种电器设备和玻璃仪器、用到明火并处理废弃物等,而有机试剂大多易燃、易爆、有毒,如使用不当,易引起着火、中毒事故。为了保障学生顺利地完成任务并在将来工作时具有一定的预防与处理事故的知识与能力,在实验课内,教师介绍事故的预防与处理的常识是十分必要的。实验事故的预防及处理首先是指对于可能发生的事故采取防范措施,同时还应清楚在事故发生后,如何正确、迅速、果断地处置,以控制、消灭事

故,使损失减少至最小限度。

需要强调指出的是,应当以预防为主,把事故消灭在萌芽状态。所以,在本书各个实验中,均有安全提示的内容。学生在进入实验室之前,应仔细阅读,做好预防准备工作。

1.2.1 着火事故的预防及处理

实验室使用的有机溶剂大多是易燃的,着火是有机实验室里较易发生的事故,必须充分注意,预防事故的发生。

(1) 正确使用酒精灯、酒精喷灯和电热设备,严格检查各种不安全因素,发现问题及时处理。

(2) 不能使用烧杯或敞口容器盛装易燃物,加热时,应根据实验要求和易燃物的特点选择热源;蒸馏乙醚、丙酮等低沸点易燃液体时,必须远离明火。

(3) 使用金属钠时应谨慎,不能将其与水接触;含有钠残渣的废物不得倾倒入水槽或废物缸内,应用乙醇处理。

(4) 实验室不要存放大量易燃物,实验台面不准摆放易燃物。

(5) 如发生着火,必须保持镇静,不要慌张,及时采取措施,防止事故扩大。首先关闭电源、切断火源,移开未着火的易燃物,然后根据易燃物的性质和火势采用不同的方法扑灭:① 容器内着火,可用石棉网、湿布盖灭,绝不要用口去吹;② 打翻容器着火,可用大块湿布、麻袋或沙扑灭,再用灭火器扑灭,千万不要用水冲;③ 衣服着火可用麻袋裹灭,或赶快卧倒在地上滚灭,切勿乱跑;④ 轻微烧伤可涂万花油或烧伤油膏,若受伤较重,迅速送往医院治疗。

1.2.2 爆炸事故的预防

爆炸的破坏力极大,为了防止爆炸事故的发生,应特别注意以下几点。

(1) 乙醚应放置在阴凉远离明火处,放置稍久的乙醚,使用前必须检查是否有过氧化物形成,若有,应除去过氧化物再进行蒸馏,否则蒸馏时会发生剧烈爆炸。

(2) 在空气未除尽前,切勿点燃氢气、乙烯或乙炔等气体。

(3) 金属钠、钾遇水易燃烧、爆炸,使用时应特别小心。

(4) 在进行蒸馏、分馏或回流等操作时,要检查整个装置是否与大气连通,不能是密闭系统;在进行减压蒸馏时,要检查所用容器的质量,器壁过薄、器皿有裂痕等在减压时易发生爆炸。所以,在进行减压蒸馏时,要有安全保护装置。

此外,有机药品中还有其他易燃易爆物质,如苦味酸、三硝基甲苯、叠氮化物、雷酸银等,使用时应多加注意。总之,必须先了解实验物质的性能,然后进行操作,切不可大意。

1.2.3 割伤、烫伤、灼伤的预防及处理

1. 割伤

玻璃仪器使用不当造成破损时,碎片易割伤皮肉。如使用带锋利边沿的玻璃管、用橡皮管连接玻璃管、将玻璃管或温度计插入软木塞或橡皮塞等,由于操作不当易引起割伤。若被割伤,应先把伤口处的玻璃屑取出,涂上碘酒,再用消毒纱布包扎。严重割伤时,应送医院处理。

2. 烫伤

在基本操作实验中,常有烫伤事故发生,操作时应多加注意。轻伤者,可涂万花油或烧伤油膏。

3. 灼伤

实验时,使用强酸、强碱、溴等,若不注意,可能会造成灼伤事故。因此,取用有腐蚀性的化学药品时,应小心操作,如有可能,应戴橡胶手套和防护眼镜。

发生灼伤时,要根据不同的灼伤情况采取不同的处理方法。

(1) 被酸、碱灼伤时,应立即用大量清水冲洗,然后,酸灼伤用3%~5%的碳酸氢钠溶液洗,碱灼伤用2%的乙酸溶液洗,最后再用水冲洗;严重灼伤者要消毒灼伤面,并涂上抗生素软膏,送医院治疗。

(2) 被溴灼伤时,应立即用大量清水冲洗,再用酒精擦至无溴液存在,然后涂上甘油或烧伤油膏。

此外,除金属钠以外的任何药品溅入眼内,都要立即用大量清水冲洗,酸溅入时,再用1%的碳酸氢钠溶液冲洗;如还未恢复正常,应立即送医院治疗。

1.2.4 中毒的预防及处理

实验室里的中毒事故主要是由于吸入有毒气体或吞服有毒物质所引起的,有些毒物也可能从割伤或灼伤的皮肤渗入体内,一般应注意以下几点。

(1) 任何药品都不得入口,严禁在实验室内进食。

(2) 使用有毒药品时,不要沾到皮肤上,特别是有伤口的地方,如手上沾染过药品,应用肥皂或洗手液和冷水洗涤,不可用热水,以免皮肤上的毛孔扩张,反而使药品更容易渗入,也不可用有机溶剂洗手;待用的有毒或有刺激性气味的药品,应放在通风橱内。

(3) 如打破水银温度计、压力计,应及时报告,尽可能设法回收,残留物可用三氯化铁溶液或硫黄粉处理。

(4) 在进行有毒或有刺激性气体散发的实验时,应当在通风橱内进行。

一旦发现中毒或过敏现象,应立即送医院治疗。

1.2.5 “三废”处理

有机化合物多为易挥发、易燃、易爆、有毒的物质，在有机实验中又常产生废气、废液和废渣(通称“三废”)。如不养成良好习惯，对“三废”乱弃、乱倒、乱扔，轻则堵塞下水道，重则腐蚀水管，污染环境，影响身体健康。因此，必须学会对实验过程产生的“三废”进行必要的处理。

1. 废气处理

1) 溶液吸收法

溶液吸收法是用适当的液体吸收剂处理气体混合物，除去其中有害气体的方法。常用的液体吸收剂有水、碱性溶液、酸性溶液、氧化剂溶液和有机溶液，它们可用于净化含有 SO_2 、 NO_x 、 HCl 、 Cl_2 、 NH_3 、汞蒸气、酸雾、沥青烟和各种有机物蒸气的废气。

2) 固体吸收法

固体吸收法是使废气与固体吸收剂接触，废气中的污染物(吸收质)吸附在固体表面从而被分离出来。此法主要用于净化废气中低浓度的污染物质。常用的吸附剂有活性炭、浸渍活性氧化铝、分子筛等，可选择性用于芳香烃、甲醇、乙醇、甲醛、氯仿、四氯化碳、胺(氨)类物质及 CO 、 CO_2 、 H_2S 等。

2. 废水(液)处理

1) 中和法

对于酸含量小于 3%~5% 的酸性废水或碱含量小于 1%~3% 的碱性废水，常采用中和法处理。无硫化物的酸性废水，可用浓度相当的碱性废水中和；含重金属离子较多的酸性废水，可通过加入碱性试剂(如 NaOH 、 Na_2CO_3) 进行中和。

2) 萃取法

采用与水不互溶但能良好溶解污染物的萃取剂，使其与废水充分混合，提取污染物，达到净化废水的目的。例如，含酚废水就可采用二甲苯作萃取剂。

3) 燃烧

对于可燃的废液，且燃烧时不产生有毒气体，又不造成危险(如爆炸等)，可采用燃烧方法。

4) 氧化还原法

在废水中溶解的有机物，可通过化学反应将其氧化或还原成无害物质或易从水中分离去除的形态。常用的氧化剂主要是漂白粉，可用于含酚废水等的处理。常用的还原剂有 FeSO_4 等，可用于除去废水中的汞。

3. 废渣处理

废渣主要采用掩埋法。有毒的废渣必须先进行化学处理后深埋在远离居民区的指定地点，以免毒物溶于地下水而混入饮水中。

此外,对于一些难以处理的有害废物可报送环保部门专门处理。

1.2.6 安全用电

实验室安全用电是为了防止电器起火和防止实验者发生触电事故,保障人身、财产安全和实验的顺利进行。

实验指导者应了解实验室电源的最大负荷,计算实验过程中所用的电器全部同时打开时,是否有超载现象;实验时要观察电源是否发热、发烫,是否有糊味气体散发和实验室内是否有电气材料老化现象。若发现异常现象,应立即切断电源,请人抢修,不能拖延,以免发生意外。

1.3 有机化学实验室的常用仪器、装置和设备

1.3.1 普通玻璃仪器

常用的玻璃仪器如图 1-1 所示。使用玻璃仪器皆应轻拿轻放,除少数仪器(如试管等)外,都不能直接用火加热。锥形瓶不耐压,不能用于减压。厚壁玻璃器皿(如抽滤瓶等)不耐热,不能加热。广口容器(如烧杯等)不能用来储放有机溶剂。带活塞的玻璃器皿用过洗涤后,在活塞与磨口间应垫上纸片,以防粘住。此外,不能将温度计用做搅拌棒,也不能用来测量超过刻度范围的温度。温度计使用后要缓慢冷却,不可立即用冷水冲洗,以免温度计因温度骤然变化而炸裂。玻璃仪器用完后都要及时清洗、晾干。

1.3.2 磨口玻璃仪器

在有机实验室中,还常用到带有标准磨口的玻璃仪器(图 1-2)。这种仪器具有标准化、通用化、系列化的特点。仪器和仪器之间进行组合时,相同编号的标准磨口可以相互连接,编号不同的仪器可借助不同编号的磨口接头使其相互连接。

由于玻璃仪器容量大小及用途不一,故有不同编号的标准磨口。通常应用的标准磨口有 10、14、19、24、29、34、40、50 等多种。这里的编号数字是指磨口最大端的直径(以毫米为单位)。有的磨口玻璃仪器也常用两个数字表示磨口大小,例如 14/30 则表示此磨口处直径为 14 mm,磨口长度为 30 mm。

使用标准磨口玻璃仪器须注意以下几点:

(1) 磨口必须干净,不得粘有固体物质,否则会使磨口对接不紧密,甚至损坏磨口。

(2) 用完后要立即拆卸洗净,否则磨口的连接处会粘牢,很难拆开。洗涤时宜用洗衣粉,不要用去污粉,以免损坏磨口。

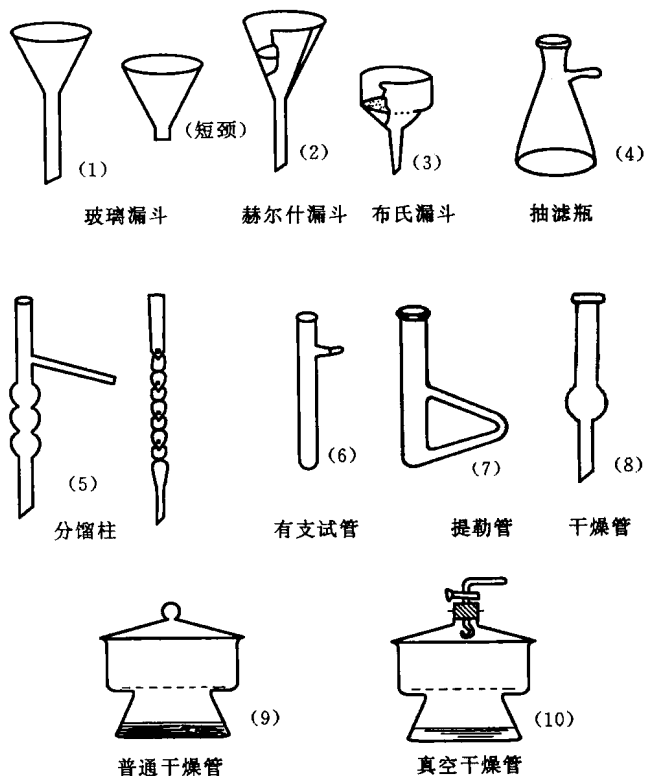


图 1-1 普通玻璃仪器

(3) 一般使用时,磨口无须涂润滑剂,以免污染反应物或产物。若反应中有强碱,则应涂润滑剂,以免磨口连接处因受碱腐蚀而粘住,无法拆开。

(4) 安装磨口仪器时,应注意整齐、正确,使磨口连接处不受歪斜的应力,否则仪器易破裂。

1.3.3 常用金属用具

有机实验中常用的金属用具具有铁架、铁夹、铁圈、三脚架、水浴锅、镊子、剪刀、圆锉刀、压塞机(图 1-25)、水蒸气发生器(图 1-14A)、打孔器、三角锉刀、煤气灯、不锈钢刮刀和升降台等。

1.3.4 有机实验的常用装置

常用的仪器装置如图 1-3 至图 1-16 所示。

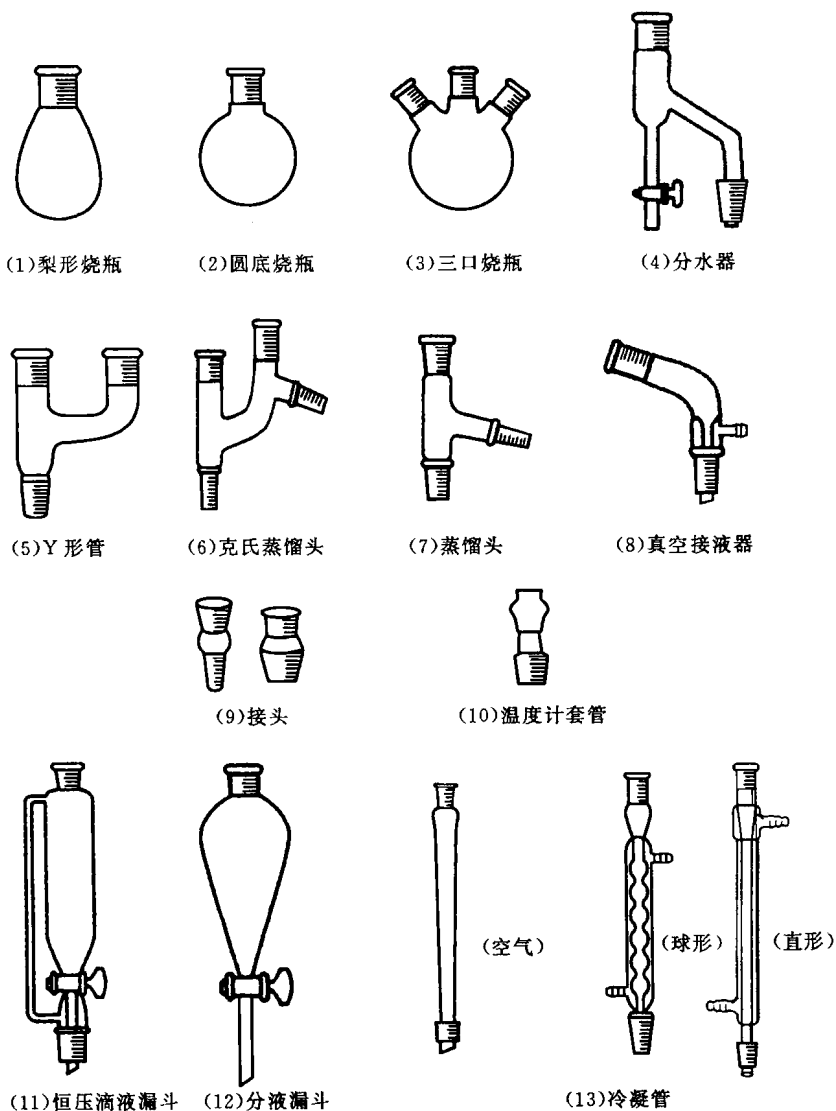


图 1-2 标准磨口玻璃仪器