



● 高等学校教材

有机化学实验

主编 唐玉海



高等教育出版社
HIGHER EDUCATION PRESS

高等学校教材

有机化学实验

Youji Huaxue Shiyan

主 编 唐玉海

副主编 刘 芸 靳菊情



高等教育出版社·北京
HIGHER EDUCATION PRESS BEIJING

内容简介

本书是根据化学、化工、材料学和医药学各专业教学大纲中有机化学实验课程要求而编写的。全书共选编了50余个实验,内容有:有机化学实验的基本知识、有机化学实验的基本操作、有机化合物的性质、有机化合物的制备、波谱技术和综合实验等六大部分;书末附有附录,列出有机化学实验常用数据表格、试剂的配制和有毒有害化学药品等。本书充分体现了普通高等院校有机化学实验的教学特点,每个实验后均附有注释和思考题。

本书可作为高等院校化学、化工、医药学等专业本科生的有机化学实验课程教材,也可作为从事相关专业科研人员的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/唐玉海主编. —北京:高等教育出版社,2010.2

ISBN 978-7-04-014407-9

I. ①有… II. ①唐… III. ①有机化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①O62-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2010)第016356号

策划编辑 郭新华 责任编辑 张小强 封面设计 于文燕
责任绘图 黄建英 版式设计 王艳红 责任校对 杨雪莲
责任印制 陈伟光

出版发行 高等教育出版社
社 址 北京市西城区德外大街4号
邮政编码 100120
总 机 010-58581000

经 销 蓝色畅想图书发行有限公司
印 刷 北京市鑫霸印务有限公司

开 本 787×960 1/16
印 张 15
字 数 270 000

购书热线 010-58581118
咨询电话 400-810-0598
网 址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>
网上订购 <http://www.landaco.com>
<http://www.landaco.com.cn>
畅想教育 <http://www.widedu.com>

版 次 2010年2月第1版
印 次 2010年2月第1次印刷
定 价 18.10元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换。

版权所有 侵权必究

物料号 14407-00

前 言

“有机化学”是化学、化工、材料学、医药学等专业的重要基础课之一，而有机化学又是以实验为基础的一门学科，“有机化学实验”是有机化学教学中必不可少的重要环节之一，它很强的实践性是有机化学理论课所不能代替的。

多年来，我们一直希望能够编写一本适合化学、化工、医药学等专业使用的《有机化学实验》教材，供普通高等院校使用。本书是根据教育部化学与化工教学指导委员会制订的化学、化工、医药学等专业“有机化学”教学基本要求中“有机化学实验”部分的内容编写而成的。教材在编写时充分考虑当前我国普通高等院校基础课的教学现状，各院校和不同专业对“有机化学实验”的不同要求，对实验内容进行了精选，并对部分内容进行了重组。

本书共分六章，第1章为有机化学实验的基本知识，第2章为有机化学实验的基本操作，第3章为有机化合物的性质，第4章为有机化合物的制备，第5章为波谱技术，第6章为综合实验。全书共50余个实验，每个实验后附有注释和思考题，便于学生预习，掌握关键性操作及实验方法；书后有附录和参考文献供学生查阅和进一步阅读之用。

本书在编写时注意突出以下特点：

1. 在内容上注重有机化学自身专业特点，加强了与生命科学有关的有机化学实验基本操作技能的训练，为学生学习有机化学和后续的与有机化学有关的课程奠定必要的基础；适当加强了有机化合物的性质试验，使有机化学的基本理论得以验证。

2. 强化了有机化合物的制备，目的是培养学生的动手能力，使基本操作技能得到综合训练。

3. 波谱学技术在有机化学中已被广泛应用，为了扩大学生的知识面以及适当反映学科的发展，同时又考虑各学校具体条件，适当安排了该技术的部分内容。

4. 编入了综合实验，希望通过综合性实验培养学生独立地分析问题和解决问题的能力，同时也能将无机化学、分析化学和物理化学部分实验技术与有机化学实验有机地结合起来，使学生的基础化学实验技能进一步提高。

本书所选内容对某一专业来说可能略多，目的在于使得使用本书的院校有选择余地，各校各专业可根据自己的学时数和培养目标、实验室条件等

自行取舍。

本书可作为化学、化工、医药学等专业的有机化学实验课的教材,也可作为有机化学实验教学参考书。

全书由西安交通大学(排名不分先后)唐玉海、刘芸、靳菊情、王丽娟、许昭、刘养浩,吉林大学李平亚,广西医科大学龙盛京,兰州大学陈麒,三峡大学袁丁,首都医科大学李珺,山西医科大学卞伟,内蒙古医学院王建华、山西长治医学院秦志强等九所高等学校同仁们共同编写。由唐玉海任主编,刘芸、靳菊情任副主编。本书的出版得到了西安交通大学理学院的经费支持。此外,还得到高等教育出版社、参编各高校的领导和同行的大力支持与帮助。西安交通大学2009级硕士生葛红丽、宋翠翠为本书的打印、校稿做了大量的工作,在此一并表示衷心的感谢。

虽然编者对本书的出版做了大量的工作,但由于水平有限,书中难免有疏漏和不妥之处,敬请读者不吝指正。

编 者

2009年9月

郑重声明

高等教育出版社依法对本书享有专有出版权。任何未经许可的复制、销售行为均违反《中华人民共和国著作权法》，其为人将承担相应的民事责任和行政责任，构成犯罪的，将被依法追究刑事责任。为了维护市场秩序，保护读者的合法权益，避免读者误用盗版书造成不良后果，我社将配合行政执法部门和司法机关对违法犯罪的单位和个人给予严厉打击。社会各界人士如发现上述侵权行为，希望及时举报，本社将奖励举报有功人员。

反盗版举报电话：(010) 58581897/58581896/58581879

传 真：(010) 82086060

E - mail：dd@hep.com.cn

通信地址：北京市西城区德外大街4号

高等教育出版社打击盗版办公室

邮 编：100120

购书请拨打电话：(010)58581118

教材编写委员会成员

主 编 唐玉海

副主编 刘 芸 靳菊情

编 者(按姓氏笔画为序)

卞 伟	王丽娟	王建华	龙盛京
许 昭	刘 芸	刘养浩	李平亚
李 珺	陈 麒	秦志强	袁 丁
唐玉海	靳菊情		

目 录

第 1 章 有机化学实验的基本知识	1
1. 实验室规则	1
2. 实验室安全知识	1
2.1 事故的预防	1
2.2 事故的处理	2
3. 实验室常用仪器和装置	2
3.1 普通仪器	2
3.2 标准磨口仪器	10
3.3 有机反应中常用的装置	11
4. 玻璃器皿的洗涤和保养	18
4.1 玻璃器皿的洗涤	18
4.2 玻璃器皿的干燥	19
4.3 常用仪器的保养	19
5. 有机化学实验的加热和冷却	20
5.1 加热	20
5.2 冷却	22
6. 实验预习、记录、报告的基本要求	22
6.1 实验预习	22
6.2 实验记录	23
6.3 实验报告的基本要求	23
第 2 章 有机化学实验的基本操作	25
实验 1 塞子的钻孔和简单玻璃制品的制作	25
实验 2 熔点的测定	30
实验 3 蒸馏操作	34
I 常压蒸馏和沸点的测定	34
II 水蒸气蒸馏	38
III 减压蒸馏	41
实验 4 重结晶及过滤操作	45
实验 5 旋光度和折射率的测定	50

I	旋光度的测定	50
II	折射率的测定	53
实验 6	萃取和升华的基本操作	57
实验 7	无水乙醇的制备	62
实验 8	色谱法	65
I	柱色谱法	66
II	纸色谱法	71
III	薄层色谱法	74
实验 9	电泳	79
I	琼脂电泳	80
II	纸电泳	83
III	醋酸纤维膜电泳	85
第 3 章	有机化合物的性质	89
实验 10	有机元素的定性分析	89
实验 11	脂肪烃、芳香烃、卤代烃的性质	93
实验 12	醇和酚的性质	97
实验 13	醛和酮的性质	101
实验 14	羧酸、取代羧酸和羧酸衍生物的性质	105
实验 15	胺类化合物的性质	110
实验 16	某些杂环化合物、生物碱及甾族化合物的性质	115
实验 17	糖类化合物的性质	118
实验 18	蛋白质的性质	123
第 4 章	有机化合物的制备	128
实验 19	环己烯的制备	128
实验 20	卤代烃的制备	130
I	正溴丁烷的制备	130
II	溴苯的制备	133
实验 21	2-甲基-2-己醇的制备	135
实验 22	酮的制备	138
I	环戊酮的制备	138
II	苯乙酮的制备	139
实验 23	羧酸及其衍生物的制备	142
I	对硝基苯甲酸的制备	142
II	乙酸乙酯的制备	144

III	乙酸异戊酯的制备	146
IV	乙酰乙酸乙酯的制备	147
V	乙酰水杨酸的制备	150
VI	乙酰苯胺的制备	152
实验 24	芳香硝基化合物和芳香胺的制备	155
I	硝基苯的制备	155
II	邻硝基苯酚和对硝基苯酚的制备	157
III	苯胺的制备	159
实验 25	甲基橙的制备	161
实验 26	其他化学产品的制备反应	165
I	Diels - Alder 环加成反应	165
II	Cannizzaro 反应	169
III	Hofmann 降解反应	171
第 5 章	波谱技术	174
实验 27	紫外分光光度计的使用	174
实验 28	红外分光光度计的使用	180
第 6 章	综合实验	186
实验 29	对氨基苯磺酰胺(磺胺)的制备	186
实验 30	从茶叶中提取咖啡因	192
实验 31	槐花米中芦丁的提取分离及结构修饰	195
实验 32	番茄红素和 β -胡萝卜素的提取分离及含量测定	199
实验 33	维生素 D 的高效液相色谱法提纯和含量测定	202
实验 34	高效液相色谱法定量测定饲料中三聚氰胺含量	205
附录		208
附录 I	常用溶剂的物理常数	208
附录 II	普通有机溶剂沸点和密度	209
附录 III	乙醇水溶液的密度及体积分数	210
附录 IV	常用干燥剂的性能与应用范围	211
附录 V	常用试剂的配制	213
附录 VI	常见的毒性、危险性化学物质	217
附录 VII	常见的致癌化学物质	219
附录 VIII	某些有机化合物的红外光谱	223
参考文献		227

第 1 章

有机化学实验的基本知识

有机化学是化学、化工、材料学、医学、药学等专业的重要基础课之一。有机化学是以实验为基础的一门科学,重视和学好有机化学实验是学好有机化学的前提和基础。本章介绍有关有机化学实验的一些基本知识。

1. 实验室规则

为了保证有机化学实验的正常进行,培养学生良好的实验习惯、严谨的科学态度,达到预期的教学目的,学生必须遵守如下规则:

- (1) 遵守实验室的各项制度,服从教师指导,尊重实验室工作人员。
- (2) 实验中应保持安静和良好秩序,认真操作、仔细观察和如实记录。为了保证安全,未经教师允许不得任意改变药品用量和实验内容,也不得擅自离开实验室。
- (3) 保持实验室整洁。整个实验过程中应保持桌面、水槽和地面的整洁。
- (4) 爱护公物。公用仪器、药品、器材应在指定地点使用,或用后及时放回原处。仪器若有损坏要按制度赔偿。要节约药品、水、电及消耗性物品。
- (5) 实验完毕,及时做好实验后清理工作;清洗、整理仪器,检查安全,上交实验报告,经教师允许方可离开实验室。
- (6) 学生轮流值日。值日生要负责整理公用物品,打扫实验室,检查水、电、火是否关闭,最后关闭门窗。

2. 实验室安全知识

为了预防事故,保证实验正常进行,实验时必须高度重视安全操作,熟悉一般安全常识并切实遵守实验室安全守则。

2.1 事故的预防

- (1) 在操作易燃易爆的液体(如乙醚、乙醇、丙酮、苯、汽油和石油醚等)和气

体(如氢气、乙炔等)时要远离火源,禁止将易燃溶剂放在敞口容器内或直接在明火上加热。

(2) 回流或蒸馏液体时,应该先放入数粒沸石或素烧瓷片,防止过热暴沸。若加热后发现忘记放入沸石时,必须停止加热,待液体冷却后再补加。

(3) 蒸馏装置必须正确安装,防止堵塞,特别是蒸馏易燃物质时切勿漏气并禁止明火加热,严禁将醚类化合物蒸干。

(4) 减压蒸馏时,不得使用平底烧瓶或薄壁烧瓶,以防负压过大,引起烧瓶破裂而发生爆炸;所以胶塞不宜过小,否则易被吸入瓶内。

(5) 金属钠等易燃品不应久置空气中,切下的金属钠或含有金属钠的残渣一定要及时处理,严禁将其倾入水槽或废液缸内。

(6) 切勿敲击或重压易爆的固体如乙炔的金属盐、干燥的重氮盐、多硝基化合物等,其残留物不准乱丢。

(7) 对有毒药品的取用应加倍小心,用完后要妥为保管,切勿乱放。在反应过程中可能生成有毒、有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行,或开启排风装置及时排除有毒、有腐蚀性的气体,使用过的器皿应及时清洗。

(8) 不能用湿手触摸电器或手握湿物安装插头。为了防止触电,电气设备的金属外壳应接地线。实验完毕应先切断电源,再拆卸装置。

2.2 事故的处理

实验中若遇事故,应报告教师并立即采取以下措施做好处理:

(1) 实验室如发生失火事故,要保持冷静,不能惊慌失措。应立即熄灭附近火源并移去易燃物品。同时,根据不同的起火原因采取不同的灭火措施,如用沙、毛毡、石棉布、灭火器灭火。无论使用哪一种灭火器材,都应从火的四周向中心扑灭火焰。

(2) 玻璃切割伤是最常见的事故,伤口内若有玻璃碎片,须先取出,然后抹上红汞并包扎。

(3) 药品灼伤应立即用大量水冲洗,再用药水洗涤,如酸灼伤皮肤可用 $0.6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 碳酸氢钠溶液洗涤;碱灼伤皮肤可用饱和硼酸溶液或 $0.15 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 醋酸溶液洗涤。

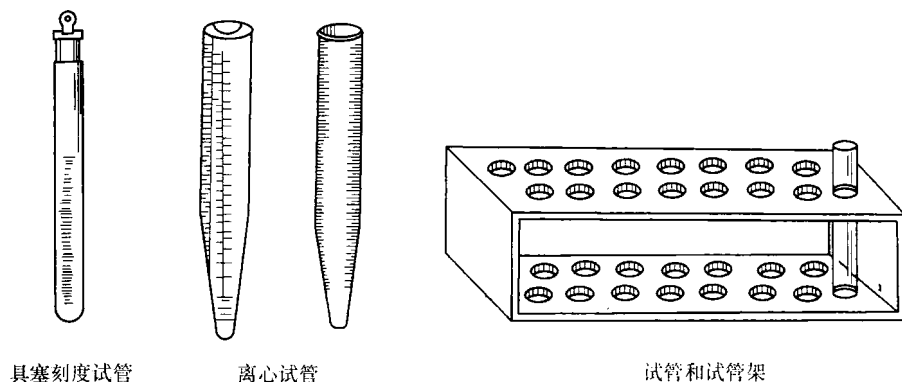
对较严重的烧伤、割伤、灼伤或中毒者,经简单处理后应立即送医院诊治。

3. 实验室常用仪器和装置

3.1 普通仪器

(1) 试管

试管分硬质试管、软质试管、普通试管,还有具塞刻度试管和离心试管,平时置于试管架上(如图 1-1 所示)。硬质试管可直接用火加热;离心试管用于半微量分析,放在离心机中借离心作用分离溶液和沉淀。



具塞刻度试管

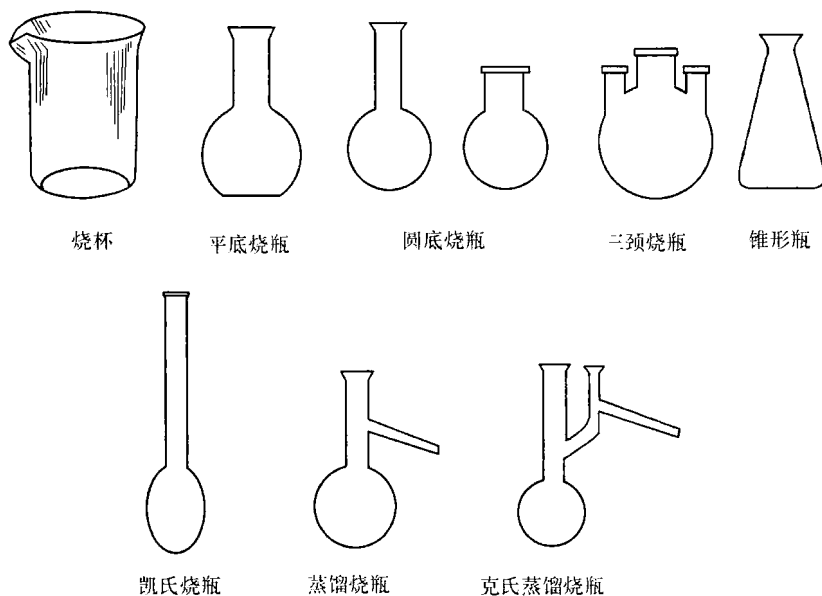
离心试管

试管和试管架

图 1-1 各种试管

(2) 烧杯和烧瓶

各种烧杯和烧瓶如图 1-2 所示。



烧杯

平底烧瓶

圆底烧瓶

三颈烧瓶

锥形瓶

凯氏烧瓶

蒸馏烧瓶

克氏蒸馏烧瓶

图 1-2 烧杯及各种烧瓶

烧杯或烧瓶的加热应在石棉网上、水浴中或油浴中进行。烧杯和平底烧瓶适于配制和贮存溶液,但不能用于减压实验。圆底烧瓶能耐热及耐反应物(或溶

液)沸腾后的冲击振动。短颈圆底烧瓶,瓶口结实,常用于有机合成。凯氏(Kjeldahl)烧瓶用于消化分解有机物质。水蒸气蒸馏通常使用长颈圆底烧瓶。锥形瓶常用于滴定以及进行有机溶剂重结晶的操作,结晶物易于取出;也常用作常压蒸馏的接收器;但切不可用作减压蒸馏的接收器。三颈烧瓶适用于需要搅拌的实验,中间口装搅拌器,两侧口装温度计和冷凝器等。蒸馏烧瓶用于蒸馏。克氏(Claisen)蒸馏烧瓶最常用于减压蒸馏,正口安装毛细管,带支管的侧口插温度计。

(3) 容量仪器

各种容量仪器如图 1-3 所示。

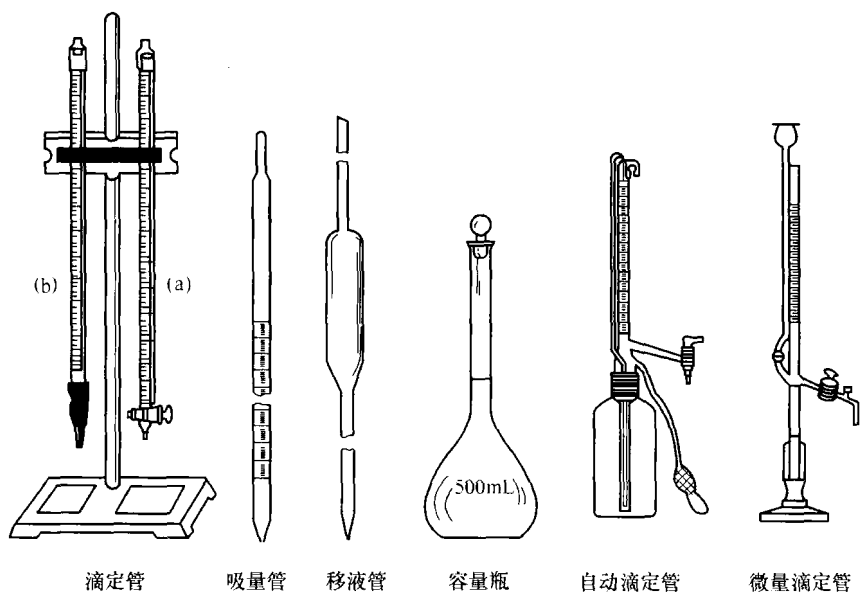


图 1-3 容量仪器

(a)酸式滴定管;(b)碱式滴定管

在容量分析中,准确量取液体体积时可用吸量管、移液管和滴定管;做微量或半微量分析用微量吸量管或微量滴定管;若滴定液需隔绝空气时,可用自动滴定管;吸取一定量液体时用移液管或吸量管。准确配制一定浓度的溶液时常用容量瓶。

(4) 冷凝管

各种冷凝管如图 1-4 所示。

直形冷凝管用于蒸馏沸点在 140°C 以下的物质,在套管内通冷却水;超过 140°C 时,要用空气冷凝管;球形冷凝管的冷却面积较大,冷凝效果较好,适用于加热回流;冷却效果更好的是蛇形冷凝管。

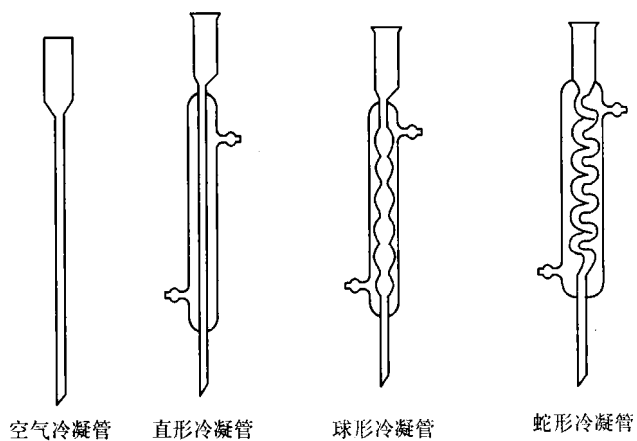


图 1-4 各种冷凝管

(5) 漏斗

各种漏斗如图 1-5 所示。

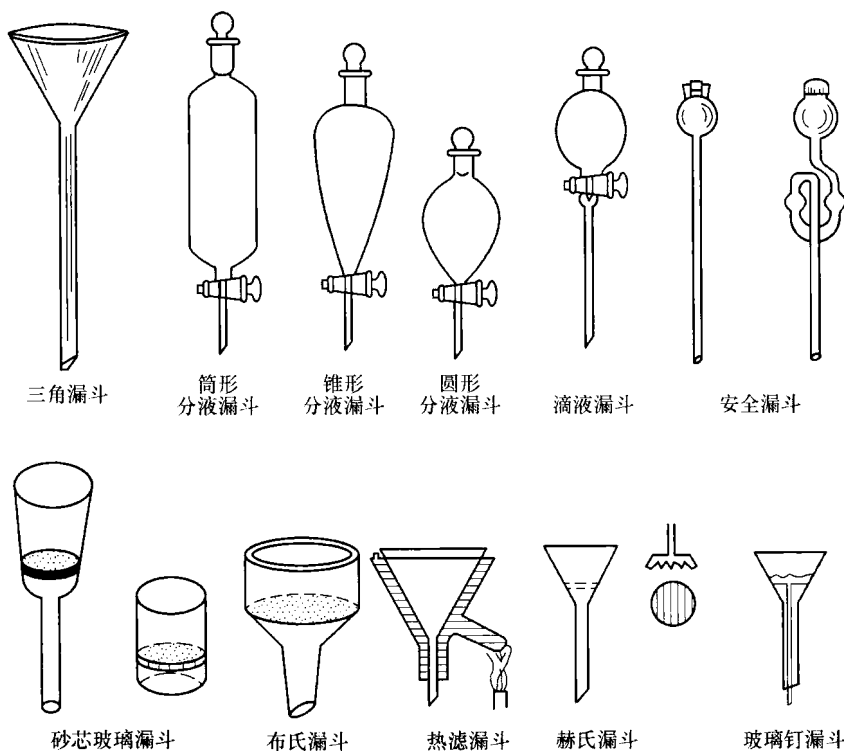


图 1-5 各种漏斗

普通过滤时用三角漏斗；分液漏斗常用于液体的液体的萃取、洗涤、分离，有时也可用于滴加试剂；滴液漏斗便于将液体逐滴加入，即使漏斗的下端浸入液面下，也能看清滴加的速度；安全漏斗便于随时加入液体，常用于气体的制备。

热滤漏斗用于保温过滤，它是在普通漏斗的外面装上一个铜质外壳，外壳与漏斗之间装热水(或加热)，使之保温。布氏漏斗是瓷质多孔板漏斗，在减压抽滤时使用；若减压过滤少量物质可用赫氏漏斗或玻璃钉漏斗。砂芯玻璃漏斗用于过滤具有强氧化性或强酸性的物质，但不是用于过滤碱性溶液。

(6) 试剂瓶

各种试剂瓶如图 1-6 所示。



图 1-6 试剂瓶

广口瓶装固体药品；细口瓶装液体试剂；细口瓶上附有滴管的叫做点滴瓶。凡见光分解的药品应装在棕色试剂瓶中。

(7) 瓷器皿

各种瓷器皿如图 1-7 所示。

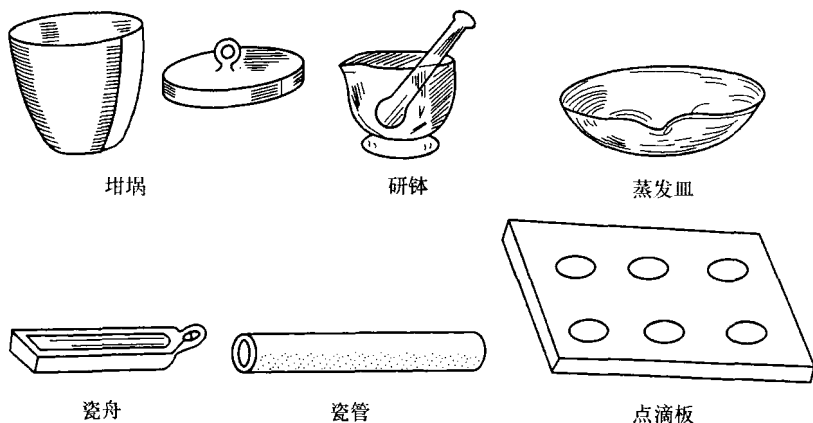


图 1-7 各种瓷器皿

坩埚在定量分析中灼烧沉淀及高温处理样品；瓷管(燃烧管)用于高温燃烧法测定碳、氢、硫等元素；常将准确称量的样品置于瓷舟中，在瓷质燃烧管中高温灼烧；蒸发皿用于蒸发液体；用于点滴实验的叫点滴板，常用于定性点滴实验；研钵用于研磨固体物质。

(8) 金属器具

各种金属器具如图 1-8 所示。



图 1-8 各种常用金属器具

燃烧勺用于检验物质的可燃性；水浴锅用于间接加热；坩埚夹专用于夹取坩埚及蒸发皿，瓷舟等；三角架、铁架台、烧瓶夹、万能夹、自由夹、双凹夹等均用于固定容器；螺旋夹、弹簧夹用于夹紧橡皮管。