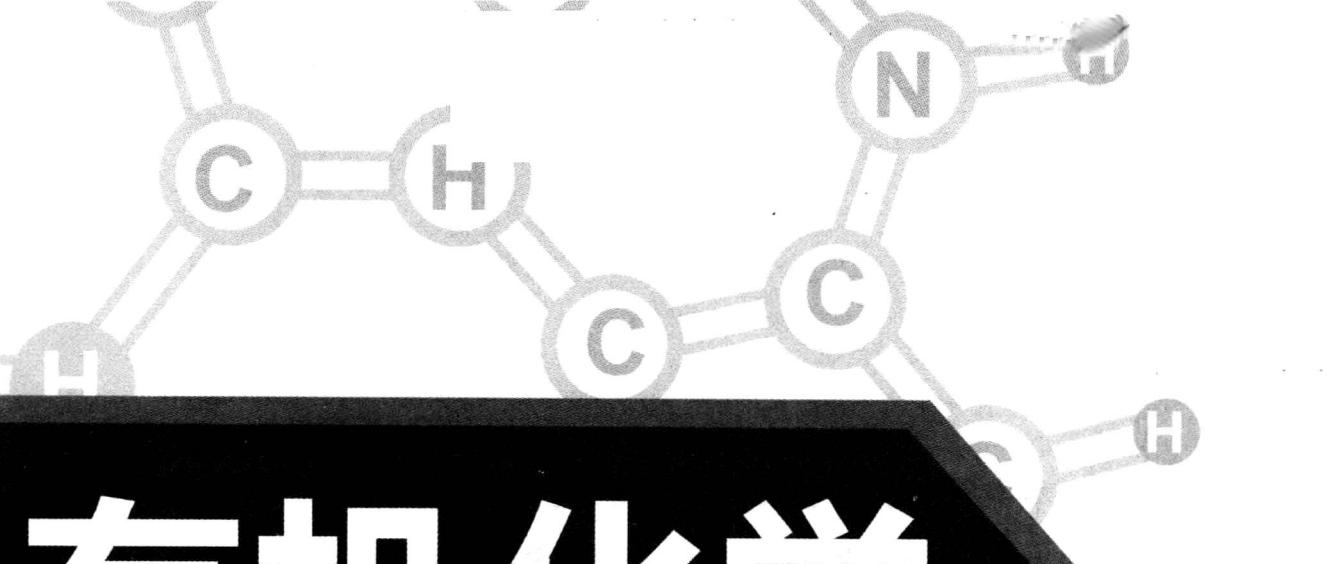


有机化学 实验

主编：曹晨忠

副主编：谢文林 刘汉文

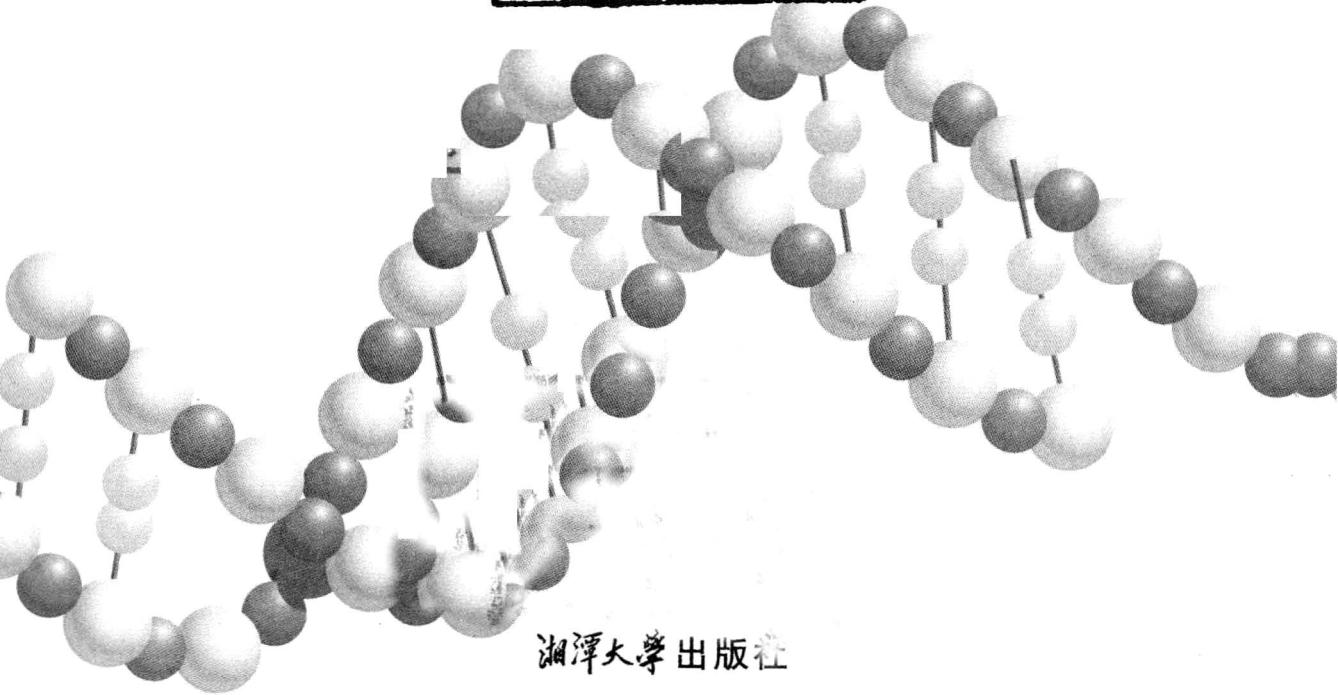
湘潭大学出版社



有机化学 实验

主 审：曹晨忠
主 编：谢文林 刘汉文

参编人员：周再春 唐子龙
成奋民 李玉蓉



湘潭大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验 / 谢文林, 刘汉文主编. — 湘潭: 湘潭大学出版社, 2012.9

ISBN 978-7-81128-440-9

I. ①有… II. ①谢… ②刘… 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 (2012) 第 216446 号

责任编辑: 王亚兰

封面设计: 罗志义

出版发行: 湘潭大学出版社

社址: 湖南省湘潭市 湘潭大学出版大楼

电话(传真): 0731-58298966 邮编: 411105

网址: <http://xtup.xtu.edu.cn>

印刷: 国防科技大学印刷厂

经销: 湖南省新华书店

开本: 787×1092 1/16

印张: 11.25

字数: 274 千字

版次: 2012 年 9 月第 1 版 2012 年 9 月第 1 次印刷

书号: ISBN 978-7-81128-440-9

定价: 22.00 元

本书得到了以下项目的支持,编者深表感谢!

- 湖南省普通高等学校“有机化学课群教学团队”
- 湖南省普通高等学校“有机化学精品课程”
- 国家级特色专业“化学”
- 湖南省“十二五”重点学科“化学”

前　言

有机化学实验经长期发展,已形成了独立的教学体系。实验课的任务不仅是验证、巩固和加深课堂所学的理论知识,更重要的是培养学生实验操作、综合分析和解决问题的能力;培养学生积极思维、勇于实践、敢于探索、不怕挫折的科学精神;使学生养成严肃认真、实事求是的科学态度和细致严谨的工作作风,逐步掌握科学研究方法;增强学生的创新能力和实践能力,以提高学生的综合素质。在有限的教学时间内,如何使学生能够系统地学习、掌握有机化学实验技术知识,合理设置教学内容是关键。我们经过多年的教学实践,结合学生的学习情况以及有机化学教学团队的教学、科研情况,在湖南科技大学《有机化学实验讲义》的基础上,对实验内容进行适度调整、对某些实验方法进行适当的改进,最后汇编成此教材。

本书包括有机化学实验基本知识、基本操作技术、色谱分离技术、波谱分析技术、基本操作实验、合成和制备实验、设计与创新性实验及附录等内容,共计 36 个实验,其中基本操作实验 4 个,合成与制备实验 22 个,天然有机化合物的提取实验 2 个,设计与创新性实验 8 个。实验内容从基本操作训练开始,由易到难,从简到繁。先通过一步完成的简单合成实验训练学生合成实验的基本技能,继而开设多步合成实验,使他们能够根据所查阅文献资料进行设计并完成相关实验。每个合成实验都涉及产物的合成和分离纯化等内容,以培养学生的综合创新能力。

通过本课程的学习,学生应该能够熟练掌握有机化学实验中的基本操作技能和常规合成方法、合成步骤及合成思路,并初步具有独立设计实验的能力,为今后从事有机化学研究或相关工作打下扎实的基础。

本书可作为高等学校化学教育、化工、应用化学、环境化学、材料化学、生物、药学、农学和林学等多个学科专业的有机化学实验教材,也可供从事化学化工研究的科研人员参考。

本教材既包含我们有机化学教学团队多年来教学及研究成果的部分内容,同时也参考了兄弟院校某些实验内容,在此谨表谢意。

限于编者水平,本书疏漏和错误之处在所难免,恳望读者不吝赐教。

编　者
2012 年 7 月

目 录

第1章 有机化学实验室和有机化学实验综合介绍

1.1 有机化学实验室的注意事项及规则	(1)
1.2 有机化学实验室安全知识	(2)
1.3 有机化学实验室常用的仪器和装置	(5)
1.4 常用玻璃器皿的洗涤和保养	(13)
1.5 实验预习、实验记录和实验报告的基本要求	(15)
1.6 有机化学实验参考资料	(18)

第2章 有机化学实验技术

2.1 化学试剂的称量、计量和转移	(21)
2.2 常用反应装置的加热和冷却	(23)
2.3 干燥与干燥剂	(26)
2.4 搅拌与搅拌器	(30)
2.5 熔点的测定	(31)
2.6 蒸馏和沸点的测定	(35)
2.7 分馏	(37)
2.8 减压蒸馏	(42)
2.9 水蒸气蒸馏	(47)
2.10 萃取	(50)
2.11 液态有机化合物折光率的测定	(54)
2.12 重结晶提纯法	(57)
2.13 升华	(62)
2.14 旋光度的测定	(63)
2.15 色谱法	(65)
2.16 有机化合物红外光谱的测定	(74)
2.17 核磁共振氢谱的测定	(78)

第3章 有机化学实验

实验1 蒸馏	(82)
实验2 分馏	(84)
实验3 熔点和沸点的测定	(86)
实验4 无水乙醇的制备和折光率的测定	(89)
实验5 环己烯的制备	(93)

实验 6 乙苯的制备	(95)
实验 7 溴乙烷的制备	(97)
实验 8 1-溴丁烷的制备	(99)
实验 9 环己醇的制备	(101)
实验 10 2-甲基-2-丁醇的制备	(104)
实验 11 1-苯乙醇的制备	(106)
实验 12 甲基叔丁基醚的制备	(108)
实验 13 苯基正丁基醚的制备	(110)
实验 14 乙醚的制备	(112)
实验 15 苯乙酮的制备	(114)
实验 16 环己酮及环己酮肟的制备	(116)
实验 17 己二酸的制备	(118)
实验 18 肉桂酸的制备	(120)
实验 19 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	(122)
实验 20 苯甲酸的制备	(124)
实验 21 乙酸乙酯的制备	(126)
实验 22 乙酸正丁酯的制备	(128)
实验 23 邻苯二甲酸二丁酯的制备	(130)
实验 24 乙酰乙酸乙酯的制备	(132)
实验 25 乙酰苯胺的制备及重结晶提纯	(134)
实验 26 甲基橙的制备	(137)
实验 27 从茶叶中提取儿茶素和咖啡因	(140)
实验 28 从槐花米中提取芦丁	(144)
实验 29 乙酰水杨酸——阿司匹林的制备(微波合成)	(146)
实验 30 局部麻醉剂——苯佐卡因的制备(对氨基苯甲酸乙酯)	(148)
实验 31 己内酰胺的制备	(150)
实验 32 3-苯甲酰基吲哚-2-酮的合成	(152)
实验 33 四苯基卟啉 ^[1] 的制备	(154)
实验 34 2,2-二氯苯并[1,3]二氧噁茂的制备和应用	(156)
实验 35 水杨醛缩苯胺席夫碱的制备	(158)
实验 36 2,4-二苯基-2,4 戊二醇的制备	(160)
 附录	(162)
 参考文献	(172)

第1章 有机化学实验室和有机化学实验 综合介绍

有机化学实验教学的目的和任务是使学生掌握有机化学实验的基本操作技术,培养学生能以小量规模正确地进行制备实验和性质实验、分离和鉴定制备产品的能力;了解红外光谱等仪器的使用;培养能写出合格的实验报告、初步查阅文献的能力,培养良好的实验工作方法和工作习惯以及实事求是和严谨的科学态度。为此,首先介绍有机化学实验的一般知识,在进行有机化学实验之前,应当认真学习和领会。

1.1 有机化学实验室的注意事项及规则

(1)实验前认真预习,了解实验目的、原理、步骤及实验过程中可能出现的问题、应该注意的事项,写出预习报告。

(2)进入实验室应穿实验服,禁止穿拖鞋、背心等裸露皮肤的服装;不得将食物、饮品带入实验室。

(3)进入实验室应了解实验室的环境,熟悉灭火器材、急救药箱的放置地点和使用方法。严格遵守实验室的安全守则和每个具体实验操作中的安全注意事项。若发生意外事故应及时报告,在教师指导下,采取应急措施,妥善处理。

(4)必须遵守实验室的各项制度,听从教师和实验工作人员的指导。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;在实验过程中保持室内安静;未经教师许可,不得擅自离开实验岗位。

(5)应经常保持实验室的整洁。在整个实验过程中,应保持实验台面和仪器的整洁,严禁把废酸、废碱等废液和固体倒入水槽。废酸和废碱应分别倒入指定的容器中;废溶剂要倒入指定的密封容器中统一处理。严防水银及毒物流失污染实验室,破损的温度计不能随意丢弃。

(6)爱护仪器和工具,并保持整洁。节约用水、电,严格控制化学试剂的用量。实验过程中如损坏仪器要办理登记换领手续,并按规定予以赔偿。

(7)实事求是地记录实验数据与结果,不得任意修改、伪造或抄袭他人实验结果。实验结束时,需将实验记录交指导教师审阅、签字。

(8)值日生负责清扫实验室,关好水、电,并关好门窗。经检查合格后方可离开实验室。

1.2 有机化学实验室安全知识

由于有机化学实验所用的药品多数是有毒、可燃、有腐蚀性或爆炸性的，所用的仪器大部分是玻璃制品。所以，在有机实验中工作，若粗心大意，就容易发生事故，如割伤、烧伤，乃至中毒、火灾或爆炸等。因此，必须意识到实验室是潜在危险场所。然而，只要我们重视安全问题，提高警惕，实验时严格遵守操作规程，事故是可以避免的。下面介绍实验室的安全守则和实验室事故的预防和处理。

1.2.1 实验室安全守则

- (1) 实验开始前应检查仪器是否完整无损，装置是否正确，在征得指导老师同意之后，才可进行实验。
- (2) 实验进行时，不得离开岗位，要注意反应进行的情况、装置有无漏气和破裂等现象。
- (3) 当进行有可能发生危险的实验时，要根据实验情况采取必要安全措施，如戴防护眼镜、面罩或橡皮手套等，但不能戴隐形眼镜。
- (4) 使用易燃、易爆药品时，应远离火源。实验试剂不得入口。严禁在实验室内吸烟或吃食物。实验结束后要细心洗手。
- (5) 熟悉安全用具如灭火器材、砂箱以及急救药箱的放置地点和使用方法，并妥善爱护。安全用具和急救药品不准挪作他用。

1.2.2 实验室事故的预防

1. 火灾的预防

在有机化学实验中，常使用苯、酒精、石油醚、乙醚和丙酮等易挥发、易燃烧的溶剂，操作不慎，易引起着火事故。为了防止事故的发生，必须随时注意以下几点：

- (1) 在实验前应仔细检查仪器，要求操作正确、规范。
- (2) 在操作和处理易挥发、易燃烧的溶剂时要特别注意远离火源。
- (3) 勿将易燃液体放在敞口容器中(如烧杯)明火加热。
- (4) 在进行易燃物质实验时，应养成先将酒精一类的易燃的物质搬开的习惯。
- (5) 蒸馏装置不能漏气，如发现漏气时，应立即停止加热，检查原因。在蒸馏低沸点易燃液体时应注意将尾气导入下水道或通风管。
- (6) 实验室里不许贮放大量易燃物。当处理大量的可燃性液体时，应在通风橱或在指定地方进行，室内应无火源。
- (7) 不得把燃着或者带有火星的火柴梗或纸条等乱抛乱掷，也不得丢入废物缸中。否则，会发生危险。

2. 爆炸的预防

在有机化学实验里一般预防爆炸的措施如下：

- (1) 蒸馏装置必须正确，不能造成密闭体系，应使装置与大气相连通，减压蒸馏时，要用圆底烧瓶作接收器，不可用三角烧瓶。否则，易发生爆炸。
- (2) 切勿使易燃易爆的气体接近火源，有机溶剂如醚类和汽油等的蒸气与空气相混时极

其危险,可能会由一个热的表面或者一个火星、电火花而引起爆炸。

(3)使用乙醚等醚类时,必须检查有无过氧化物存在,如果发现有过氧化物存在时,应立即用硫酸亚铁除去过氧化物,才能使用,除去乙醚中过氧化物的方法详见附录2。同时使用乙醚时应在通风较好的地方或通风橱内进行。

(4)对于易爆炸的固体,如重金属乙炔化合物、苦味酸金属盐、三硝基甲苯等都不能重压或撞击,以免引起爆炸,对于这些危险的残渣,必须小心销毁。例如,重金属乙炔化合物可用浓盐酸或浓硝酸使其分解,重氮化合物可配制成水溶液后略微加热;芳香族多硝基化合物不宜在烘箱内干燥。乙醇和浓硝酸混合在一起,会引起极强烈的爆炸。

(5)卤代烷勿与金属钠接触,这将发生反应导致剧烈爆炸。钠屑需放在指定的地方。

3. 中毒的预防

(1)剧毒药品应妥善保管,不许乱放,实验中所用的剧毒物质应由专人负责收发,并向使用毒物者提出必须遵守的操作规范。实验后的有毒残渣必须作妥善而有效地处理,不准乱丢。

(2)有些剧毒物质会渗入皮肤,因此,接触这些物质时必须戴手套,操作后应立即洗手,切勿让毒品沾及五官或伤口。例如,氯化钠沾及伤口就会随血液循环至全身,严重的会造成中毒死亡事故。

(3)在反应过程中可能生成有毒或有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行,使用后的器皿应及时清洗。在使用通风橱时,实验开始后不要把头伸进橱内。

(4)在实验过程中破损了温度计,水银(汞)洒在地上应马上收集,再撒上硫磺粉遮盖,使其生成硫化汞后,再做处理。

4. 触电的预防

使用电器时,应防止人体与电器导电部分直接接触,不能湿手握湿的物体接触电插头。为了防止触电,装置和设备的金属外壳等都应连接地线,实验后应切断电源,再将连接电源插头拔下。

1.2.3 实验室事故的处理和急救

1. 火灾的处理

(1)实验室一旦发生着火事故,应首先关闭电源,然后迅速把周围易燃物移开。向火源撒沙子或石棉布覆盖火源。有机溶剂燃烧时,正确使用灭火器,在大多数情况下,严禁用水灭火。

(2)在失火初期,不能用口吹,必须使用灭火器、毛毡等。若火势小,可用数层湿布把着火的仪器包裹起来。如在小器皿内着火(如烧杯或烧瓶内),可盖上石棉板或瓷片等,使之隔绝空气而灭火,绝不能用嘴吹。

(3)衣服着火时,决不要奔跑,应立刻用石棉布覆盖着火处或赶紧把衣服脱下;若火势较大,应一面呼救,同时立刻卧地打滚,或到安全喷淋头下喷淋灭火。

(4)如果油类着火,要用砂或灭火器灭火,也可撒上干燥的固体碳酸氢钠粉末。

(5)如果电器着火,应立即切断电源,然后才用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器灭火。

注意:四氯化碳蒸气有毒,在空气不流通的地方使用有危险!因为这些灭火剂不导电,不会使人触电。切忌用水和泡沫灭火器,因为水能导电,会使人触电甚至死亡。

总之,当失火时,应根据起火的原因和火场周围的情况,采取不同的方法灭火。无论使用哪种灭火器材,都应从火的四周开始向中心扑灭,把灭火器的喷出口对准火焰的底部。在抢救过程中切勿犹豫。

2. 玻璃割伤的处理

玻璃割伤是常见的事故,受伤后要仔细观察是否有碎粒,如有,应先把伤口处的玻璃碎粒取出,若伤势不重,先进行简单的急救处理,如涂上万花油、络合碘消毒液等,再用纱布或创可贴包扎;若伤口严重、流血不止,可在伤口上部约10 cm处用纱布扎紧,减慢流血,压迫止血,并立即到医院就诊。

3. 药品的灼伤处理

(1) 酸灼伤

皮肤上——立即用大量清水冲洗,然后用5%的碳酸氢钠溶液洗涤,再涂上油膏,并包扎好。

眼睛上——抹去溅在眼睛外面的酸,用水冲洗,用洗眼杯或将橡皮套套上水龙头用慢水对准眼睛冲洗后,再到医院就诊,或者再用稀碳酸氢钠溶液洗涤,最后滴入少许蓖麻油。

(2) 碱灼伤

皮肤上——先用水冲洗,然后用饱和硼酸溶液或1%醋酸溶液洗涤,涂上油膏,并包扎好。

眼睛上——抹去溅在眼睛外面的碱,用水冲洗,再用饱和硼酸溶液洗涤后,滴入蓖麻油。

衣服上——依次用水洗,然后用1%醋酸溶液洗涤,再用稀氨水中和多余的醋酸,后用清水冲洗。

(3) 溴灼伤

当溴弄到皮肤上时,应立即用水冲洗,涂上甘油,敷上烫伤油膏,将伤处包好。如眼睛受到溴的蒸气刺激,暂时不能睁开时,可对着盛有酒精的瓶口注视片刻。

上述各种急救法,仅为暂时减轻疼痛的措施。若伤势较重,在急救之后,应速送医院诊治。

(4) 烫伤

轻伤者涂以玉树油或鞣酸油膏,重伤者涂以烫伤油膏后即送医院诊治。

5. 中毒处理

溅入口中而尚未咽下的毒物应立即吐出来,用大量的水冲洗口腔;如已吞下时,应根据毒物的性质服解毒剂,并立即送医院急救。

(1) 腐蚀性毒物 对于强酸,先饮大量的水,再服氢氧化铝膏、鸡蛋白;对于强碱,也要先饮大量的水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白。不论酸或碱中毒都需灌注牛奶,不要吃呕吐剂。

(2) 刺激性及神经性中毒 先服用牛奶或鸡蛋白使之缓和,再服用硫酸铜溶液(约30 g溶于一杯水中)催吐,有时也可以用手指伸喉部催吐后,立即到医院就诊。

(3) 吸入气体中毒 将中毒者移至室外,解开衣领及纽扣,吸入少量氯气或溴蒸气者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

1.2.4 急救用具

消防器材:泡沫灭火器、四氯化碳灭火器(弹)、二氧化碳灭火器、砂、石棉布、毛毡、棉胎

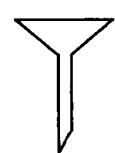
和淋浴用的水龙头。

急救药箱：碘酒、双氧水、饱和硼酸溶液、1%醋酸溶液、5%碳酸氢钠溶液、70%酒精、玉树油、烫伤油膏、万花油、药用蓖麻油、硼酸膏或凡士林、磺胺药粉、洗眼杯、消毒棉花、纱布、胶布、绷带、剪刀、镊子、橡皮管等。

1.3 有机化学实验室常用的仪器和装置

1.3.1 有机化学实验室常用普通玻璃仪器

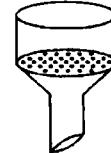
图1-1是有机化学实验室常用普通玻璃仪器图。在无机化学实验中用过的烧杯、试管等均从略。



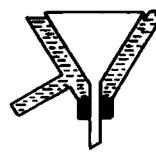
(1)长颈漏斗



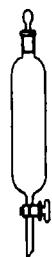
(2)小型多孔板漏斗



(3)布氏漏斗



(4)热水漏斗



(5)筒形分液漏斗



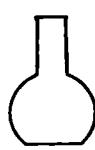
(6)梨形分液漏斗



(7)圆形分液漏斗



(8)滴液漏斗



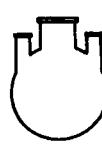
(9)平底烧瓶



(10)长颈圆底烧瓶



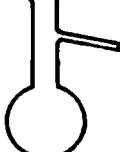
(11)短颈圆底烧瓶



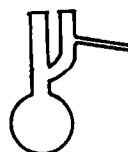
(12)三颈烧瓶



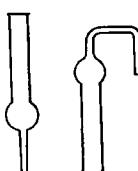
(13)三角烧瓶



(14)蒸馏烧瓶



(15)克氏蒸馏烧瓶



(16)干燥管

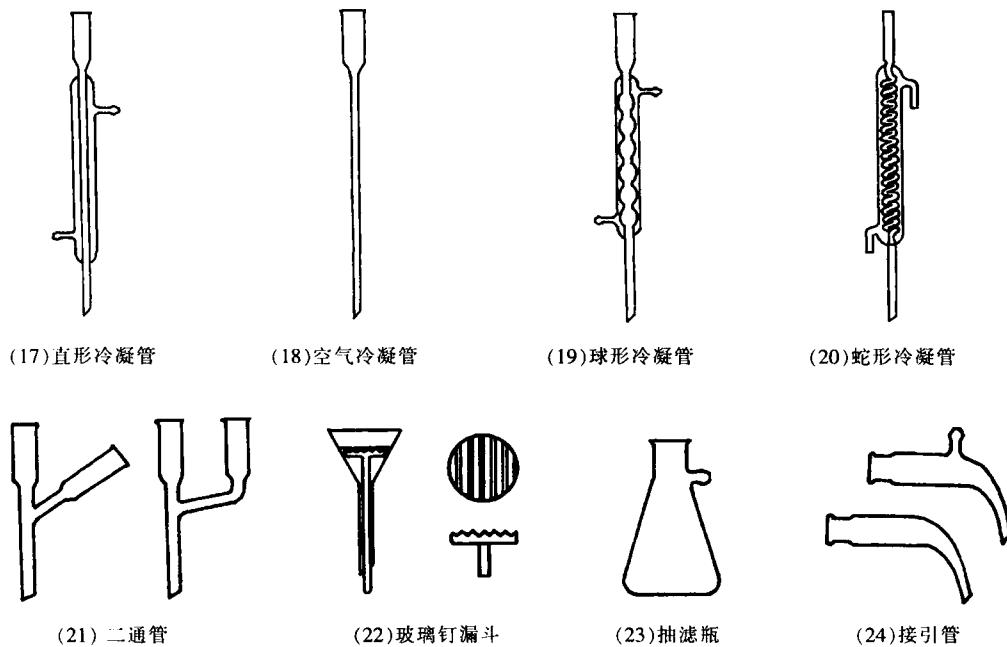


图 1-1 有机化学实验室制备用的普通玻璃仪器图

1.3.2 有机化学实验室常用标准接口玻璃仪器

1. 标准接口玻璃仪器

标准接口玻璃仪器是具有标准磨口或磨塞的玻璃仪器。由于口塞尺寸的标准化、系统化, 磨砂密合, 凡属于同类规格的接口, 均可任意互换, 各部件能组装成各种配套仪器。当不同类型规格的部件无法直接组装时, 可用变径接头使之连接起来。使用标准接口玻璃仪器既可免去配塞子的麻烦手续, 又能避免反应物或产物被塞子沾污的危险; 口塞磨砂性能良好, 使密合性可达较高的真空度, 对蒸馏尤其是减压蒸馏有利, 对于毒物或挥发性液体的实验较为安全。

标准接口玻璃仪器, 均按国际通用的技术标准制造的。当某个部件损坏时, 可以单独选购。

标准接口玻璃仪器的每个部件在其口塞的上或下显著部位均具有烤印的白色标志, 表明规格。常用的有 10、12、14、16、19、24、29、34、40 等。

表 1-1 是标准接口玻璃仪器编号与大端直径。

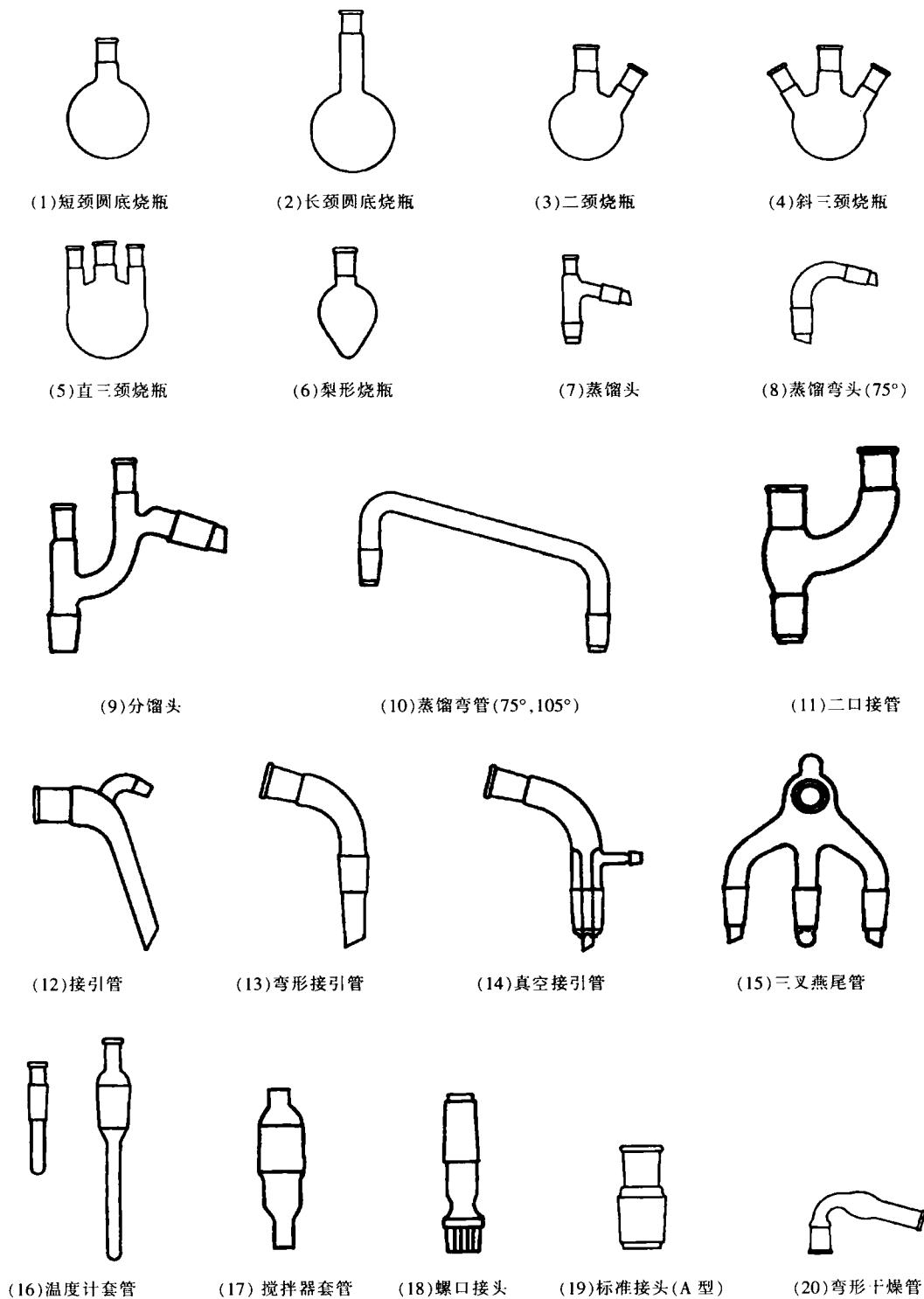
表 1-1 标准接口玻璃仪器编号与大端直径

编号	10	12	14	16	19	24	29	34	40
大端直径/ mm	10	12.5	14.5	16	18.8	24	29.2	34.5	40

有的标准接口玻璃仪器有两个数字, 如 10/30, 这表示磨口大端的直径为 10 mm, 磨口的高度为 30 mm。

2. 标准接口玻璃仪器简介

图 1-2 为有机化学实验室制备用的标准接口玻璃仪器图



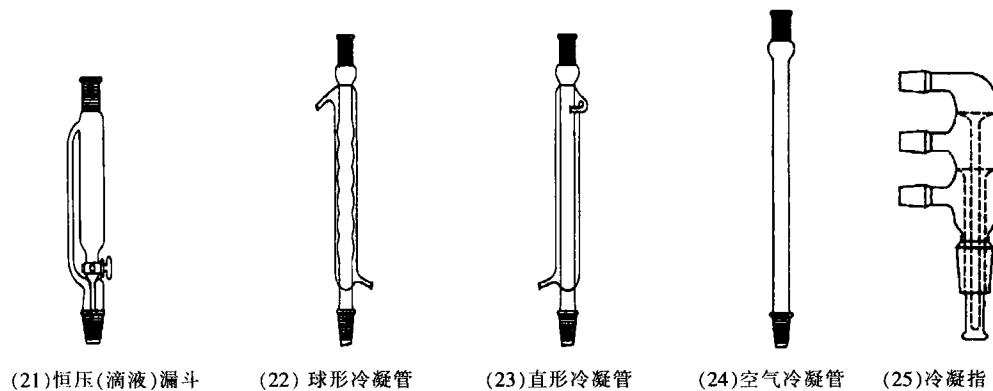


图 1-2 有机化学实验室制备用的标准接口玻璃仪器图

3. 使用标准接口玻璃仪器注意事项

(1) 必须保持磨口表面清洁,特别是不能沾有固体杂质,否则磨口不能紧密连接。硬质沙粒还会给磨口表面造成永久性的损伤,破坏磨口的严密性。

(2) 标准口塞应经常保持清洁,使用前宜用软布揩拭干净,但不能附上棉絮。

(3) 使用前在磨砂口塞表面涂以少量真空脂或凡士林,以增强磨砂接口的密合性,避免磨面的相互磨损,同时也便于接口的装拆。使用完毕必须立即拆卸、洗净。各个部件分开存放,否则磨口的连接处会发生黏结,难于拆开。

(4) 装配时,把磨口和磨塞轻微地对旋连接,不宜用力过猛,不能装得太紧,只要达到润滑密闭要求即可。

(5) 装拆时应注意相对角度,不能在角度偏差时进行硬性装拆。否则,极易造成破损。

(6) 磨口套管和磨塞应该是同种玻璃制成的,迫不得已时,才用膨胀系数较大磨口套管。

(7) 只要正确遵循使用规则,磨口很少会打不开。一旦发生黏结,可采取以下措施:

① 将磨口竖立,往上面缝隙间滴几滴甘油。如果甘油能慢慢地渗入磨口,最终能使连接处松开。

② 用热风吹,用热毛巾包裹,或在教师指导下小心地用灯焰烘烤磨口的外部几秒钟(仅使外部受热膨胀,内部还未热起来),再试着将磨口打开。

③ 将黏结的磨口仪器放在水中逐渐煮沸,常常也能使磨口打开。

④ 用木板沿磨口轴线方向轻轻地敲外磨口的边缘,振动也会使磨口松开。如果磨口表面已被碱性物质腐蚀,黏结的磨口就很难打开了。

1.3.3 有机化学实验室常用装置

有机化学实验室常用装置如图 1-3~图 1-15 所示。

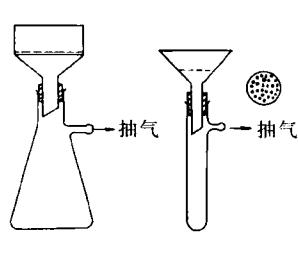


图 1-3 抽气过滤装置

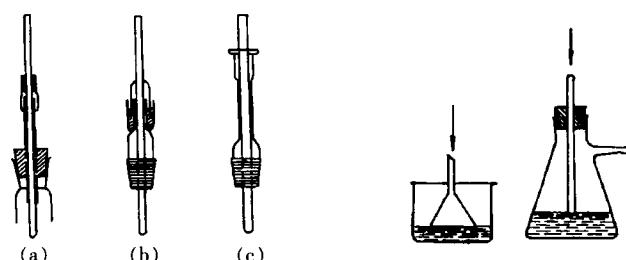


图 1-4 搅拌密封装置示例

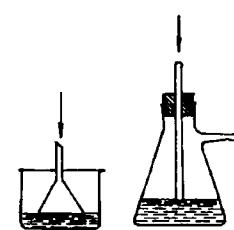


图 1-5 气体吸收装置示例

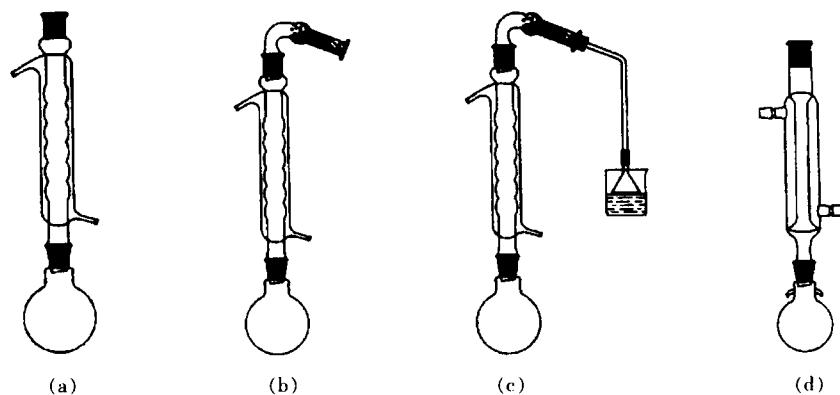


图 1-6 回流冷凝装置

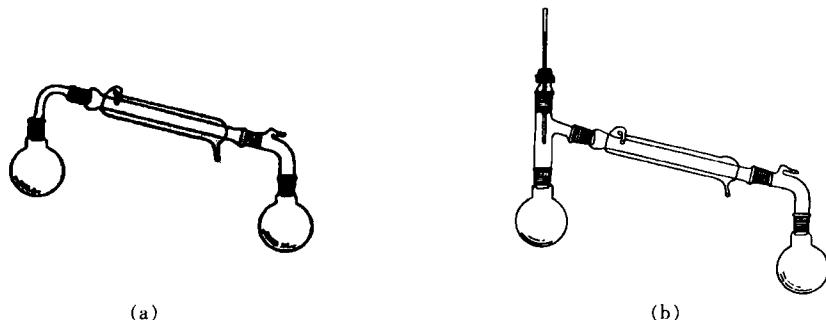


图 1-7 普通蒸馏装置(标准接口仪器)

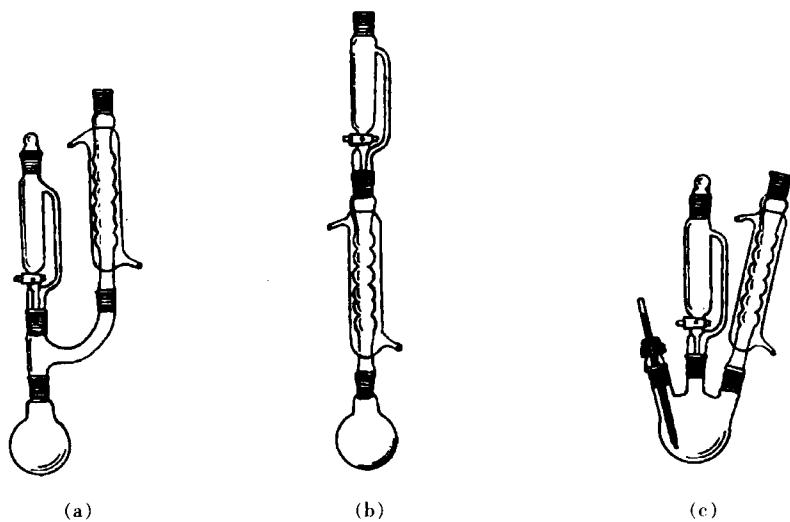


图 1-8 回流滴加装置(标准接口仪器)

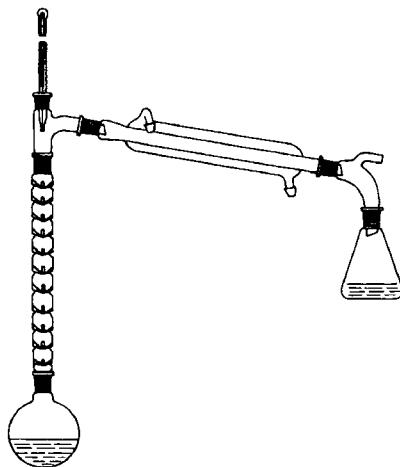


图 1-9 分馏装置

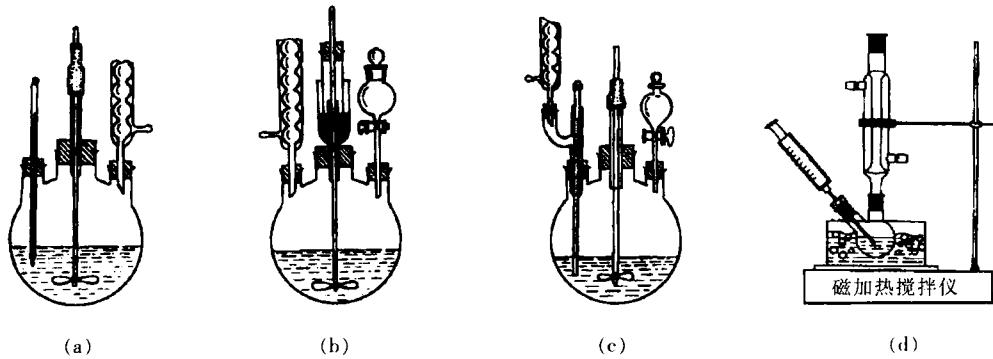


图 1-10 实验室常用的机械搅拌装置和磁力搅拌装置