

大學

有機化學實驗

• 第八版(修訂再刷) •



國立臺灣大學化學系
中華民國九十八年九月

實驗影片



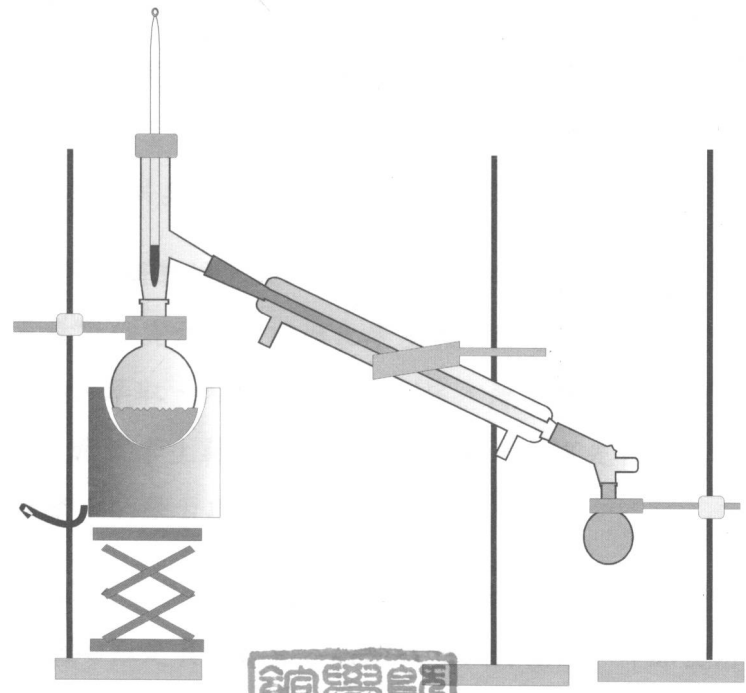
062-73
2012.8

此书附盘在资源建设室

大學

有機化學實驗

第八版修訂再刷



國立臺灣大學化學系

中華民國九十八年九月

國家圖書館出版品預行編目資料

大學有機化學實驗／國立臺灣大學化學系編著
—第八版— 臺北市：臺大出版中心（民95）
166面；21×30公分
ISBN 978-986-00-6496-4（平裝附數位光碟）
1. 有機化學—實驗
347.9 95017593

統一編號 1009502374

大學有機化學實驗 第八版

編著者 國立臺灣大學化學系
責任編輯 楊吉水 蔡蘊明
電話 (02)3366-1650
傳真 (02)2363-6359
網址 www.ch.ntu.edu.tw

有機化學基礎實驗技能暨示範 DVD

影片製作 國立臺灣大學化學系暨教務處教學發展中心
製作總監 蔡蘊明 岳修平
執行製作 佘瑞琳 蘇惠玉
導演拍攝 王郁青 蘇惠玉
操作示範 黃鴻鈞
旁白 李小玲
剪輯美術 蔡怡鈴

出版者 國立臺灣大學出版中心
發行人 李嗣涔
發行所 國立臺灣大學出版中心
電話 (02)2365-9286
傳真 (02)2363-6905
地址 10617 臺北市羅斯福路四段一號
網址 www.press.ntu.edu.tw
出版日期 中華民國九十五年九月
中華民國九十八年九月修訂再刷
定價 新台幣 300 元

尊重智慧財產權 • 請勿翻製

序言

本書是臺大化學系為非化學系所開設的有機化學實驗教材，由本系有機化學教學組教師合作編撰而成。初版印行於民國七十五年九月，經試用兩年後，於七十七年、八十二年及八十六年分別修訂過三次，雖然如此，錯誤及書寫不清楚之處仍在所難免。第五版發行之後我們仍持續不斷的修改，並加入新的以及汰換老舊的實驗。民國九十三年，由本系蔡蘊明教授以其多年教學經驗，針對有機實驗基礎技能與原理部分，加入更詳細的解說，希望學生對實驗技巧能有更好的掌握；同時，參考國立編譯館主編，教育部公告的『化學命名原則』、『化學名詞』及『化學術語名詞』三本書之最新版本，及依據國立編譯館之「學術名詞資訊網」(<http://terms.nict.gov.tw/>)，修訂相關名詞之中文譯名；楊美惠名譽教授細心地為我們校閱，而完成第七版的修訂，並正式交由臺大出版中心出版發行。九十五年修訂第八版，新增了「實驗二十四：縮合反應」與「實驗二十五：感光高分子材料的製備與應用」二項實驗。今九十七學年度再由有機教學組楊吉水教授指導有機組助教：梁智凱、林于紘、劉維民、賴榮億、王振宇、施俊樂等人，改進實驗步驟、修訂各章節的圖片與文字、新增習題與書末名詞索引等，特別在此致謝。

本書附由本系蔡蘊明教授、余瑞琳講師與本校教務處教學發展中心數位媒體組岳修平教授負責製作完成的「有機化學基礎實驗技能暨示範」光碟。其中包含：簡單蒸餾、分餾、萃取、再結晶、熔點測定、薄層層析及管柱層析七項常用有機基礎實驗技能，希望學生藉此多媒體示範教材，能事先自我正確學習有機實驗基礎技能，增進學生的學習興趣與學習成效。

這份教材歷經這麼多年的不斷評估與改善，雖不敢言完美無缺，但其中包含了本系同仁無數的心血是真，更有各屆助教之大力協助。外界使用本教材者日眾，更使我們覺得責任重大，同時也希望全國的使用者能不吝提供寶貴意見，俾使下一次的版本能更臻完美，我們對教材的改進是永無止盡的。

國立臺灣大學化學系系主任



謹誌

民國九十八年九月

有機實驗學生項知

1. 修習實驗及請假規定：

- (1) 未修「有機化學」課程者，不得先修實驗。
- (2) 學生需於開始上課二週內，填妥本書所附「學生實驗室安全守則暨上課證」交予助教。
- (3) 實驗課應準時到實驗室報到，以聽取實驗注意事項。
- (4) 實驗課遲到 20 分鐘者以曠課一次論並扣總分 10 分，實驗中途不得任意離開。
- (5) 實驗課除病假外，一律事先出具相關證明，經助教同意後始可請假，未請假而無故未到者以曠課論，曠課三次該學期實驗需重新修習。
- (6) 曠課或請假後，由助教安排於當週至其他實驗班補作實驗。

2. 實驗評分標準：

- (1) 實驗精神（態度）佔 40%
- (2) 預習報告佔 10%
- (3) 實驗紀錄佔 20%
- (3) 實驗結果報告佔 30%

3. 預習報告：

實驗前應充份預習瞭解實驗內容，並完成預習報告之書寫，按照規定繳交（遵循第一堂課助教之相關規範）；預習報告內容包括：

- (1) 目的：簡述當次實驗之目的
- (2) 原理：簡述實驗所應用之原理及化學反應式。
- (3) 藥品：進行化學實驗需清楚瞭解所使用藥品的物理與化學性質及是否具有危害性。課前應查閱相關工具書之資料，例如：The Merck Index 或物質安全資料表（Material Safety Data Sheet, MSDS）。
- (4) 實驗步驟：以簡單清楚的流程圖表示。

4. 實驗紀錄：

實驗課程中應詳細記錄：實驗實際進行條件、反應過程顏色、沉澱、吸熱放熱等變化，實驗結束時交予助教確認並簽名。

5. 實驗報告：

- (1) 實驗課後，應儘速處理實驗數據之計算處理，詳細列出計算過程、數據結果、誤差檢討及問題與討論，完成實驗結果報告。
- (2) 實驗預習報告、實驗紀錄及實驗結果報告均應書寫於 A4 單線本，依序整理裝訂成為一份完整的實驗報告，並於第一頁書寫姓名及組別，下次實驗課前交與助教批閱。
- (3) 每位學生均應各自繳交一份實驗報告，不得二人合交一份報告。遲交報告者每遲一天扣該報告成績 10 分至 0 分為止。

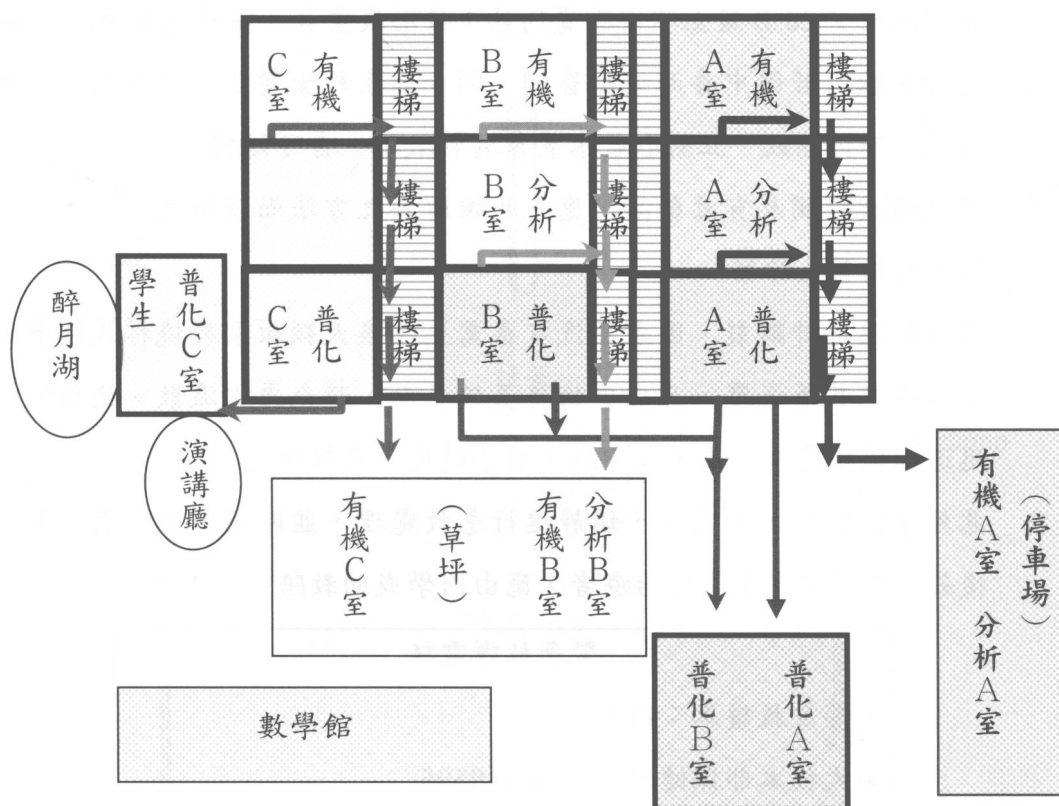
6. 實驗安全規定

- (1) 實驗室為嚴肅工作之場所，為維護大家的安全，不得於實驗室內嘻笑怒罵、抽煙、喝飲料、吃東西及嚼口香糖，並且行動電話應關機。
- (2) 實驗課必戴框式眼鏡保護眼睛（安全眼鏡、近視眼鏡或平光眼鏡均可，最好是安全眼鏡，禁戴隱形眼鏡及太陽眼鏡）。實驗中不可取下眼鏡，每取下一次，扣總分 5 分。
- (3) 實驗課需穿全棉質實驗衣、著長褲及束紮長髮，以免髮膚觸及藥品。
- (4) 實驗課應穿包腳鞋，不得穿拖鞋或涼鞋，以免碎玻璃刺傷腳。
- (5) 未依安全規定穿實驗衣或戴框式眼鏡者，請離開實驗室，不准進行實驗，該堂課以曠課一次論。
- (6) 依照實驗課本用量拿取藥品，以免浪費而增加環境污染。
- (7) 學生需熟悉實驗室中各種安全設施之位置及使用方法。如：滅火器、滅火砂、滅火毯、化學吸附劑、沖眼及緊急沖水設備、急救箱等等。同時瞭解安全逃生門位置與實驗室緊急疏散動線，如附圖 1。
- (8) 不可用書本或紙張擋風或墊高加熱裝置，以避免著火。
- (9) 學生不得自行調高烘箱溫度，避免溫度過高造成燙傷。
- (10) 不可從實驗室中攜出任何儀器設備及藥品。
- (11) 實驗中遇有意外事件發生，應迅速、鎮靜地處理，並立刻報告助教。
- (12) 實驗結束後必須清理實驗桌並將儀器歸位，同時洗淨雙手方可離去。離開後若經檢查實驗桌不清潔者，每次扣總分 5 分。

7. 實驗廢棄物處理：

- (1) 固體廢棄物（玻璃、紙屑、火柴等）不得丟入水槽內，以免水管阻塞。

- (2) 破碎玻璃器皿應置於特定之回收紙箱內，避免清理工作人員割傷。
 - (3) 使用玻璃棒攪拌溶液，不可將溫度計當攪拌棒使用。
 - (4) 若水銀溫度計破損（汞蒸氣有毒）應報告助教特別處理。
 - (5) 應回收處理之重金屬或有機溶劑廢液，必得收集後倒入指定之廢液回收桶內，不得傾倒於水槽。
 - (6) 多餘之酸鹼液應先予以中和或加水稀釋後再倒掉，以避免腐蝕水槽、排水管及污染環境。
8. 輪值的值日生工作：
- (1) 協助分發當日使用之器材或藥品。
 - (2) 實驗結束後清理公共區域、黑板、天平與講桌、打掃實驗室與走廊，處理垃圾並清點當日所分發之器材與藥品。



附圖 1 學生實驗室防災疏散路線圖

實驗時意外事件之處理

1. 若遇酒精燈倒翻而著火，即速覆以潮濕抹布火自熄滅。
2. 若酸、鹼或腐蝕性藥品濺入眼中，當先用水沖洗至少 20 分鐘；情形嚴重者，經急救處理後再轉送醫院治療。
3. 若遇強酸或強鹼觸及皮膚，應先用大量清水沖洗；情形嚴重者，經急救處理後再轉送醫院治療。
4. 皮膚若被小刀或玻璃割傷，宜先取出玻璃屑，用清水洗滌傷處，塗上優碘藥水，然後用貼布包裹之。嚴重割傷者，於取出玻璃屑後以消毒紗布塊壓住傷口加壓止血，並儘速至醫院治療。
5. 皮膚若被火灼燙傷，應遵守「沖、脫、泡、蓋、送」原則處理，立以大量水沖洗至少 20 分鐘至不再感覺灼熱；情形嚴重者，須續送至醫院治療。
6. 進行實驗時若因中毒而突然昏倒，則令該生靜坐凳上，頭俯向下，用冷水噴灑。若仍無效，立刻取氨水置鼻處刺激之，當可甦醒。
7. 若誤嗅或誤觸及有毒藥品，應先明瞭解毒之方法而消解之；如不能自己處理，當請醫生診察。
8. 若水銀溫度計斷裂，因汞蒸汽有毒需先收集大顆粒汞於燒杯或培養皿中，加水降低其蒸汽壓，且以重物覆蓋於表面，避免再次流散。殘留散粒汞粒迅速加硫粉覆蓋，使生成 HgS ，數小時後，可掃除之。
9. 意外事件發生，應迅速、鎮靜進行急救處理，並即刻報告助教；緊急處理後若需至醫務室或醫院治療者，應由同學或助教陪同。

緊急救護電話

火警及救護車：119

台大校本部保健中心：3366-9595

三軍總醫院急診室：2365-9055 轉 0 轉急診室

台大醫院急診室：2312-3456 轉 2642

榮總毒藥物諮詢中心：2875-7525

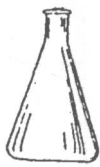
常用器材圖解



燒杯
beaker



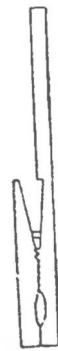
圓底瓶
round-bottom flask
with glass joint



錐形瓶
flask



試管
test tube



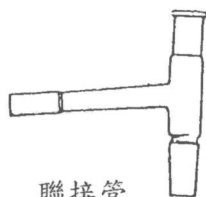
試管夾
test tube clamp



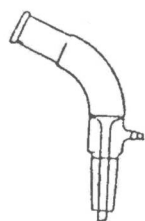
滴管
dropper



量筒
graduated cylinder



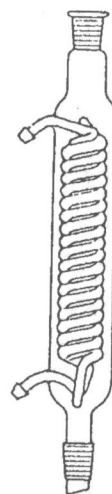
聯接管
adaptor



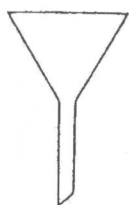
聯接管
vacuum adapter



冷凝管
condensor



冷凝管
condensor



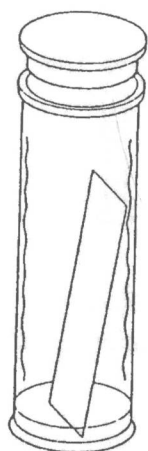
漏斗
funnel



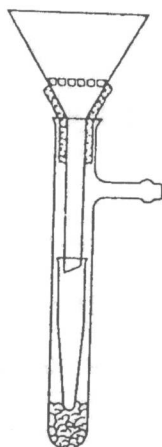
分液漏斗
separatory funnel



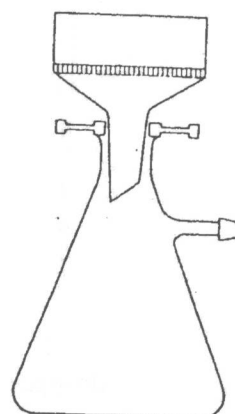
藥勺
spatula



層析展開瓶
development jar
for chromatography



赫氏漏斗及抽氣試管
Hirsch funnel and
suction tube



布氏漏斗及抽氣瓶
Büchner funnel and
suction flask

(第一學期)

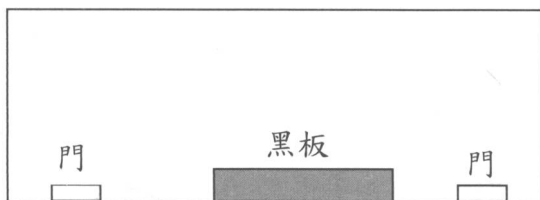
§學生實驗室安全守則暨上課證§

相片
黏貼處

請確實閱讀下述安全守則，並圈畫出正確答案。

貼妥相片及簽名後交給任課助教。

1. 我在實驗課中，一定（會，不會）穿實驗衣，並配戴（隱形眼鏡，框式眼鏡）以保護眼睛，並保證絕不戴（隱形眼鏡，框式眼鏡）。
2. 我（不會，會）用手直接觸摸或用鼻子直接嗅聞任何化學藥品。
3. 請標記出實驗室中（A）滅火器、（B）滅火毯、（C）洗眼器、（D）緊急沖洗設備、（E）急救包、（F）化學吸附劑之位置。



簽名：_____ 手機：_____

學號：_____ 組別：_____

日期：_____年_____月_____日

緊急聯絡人姓名：_____

緊急聯絡人電話：_____

(第二學期)

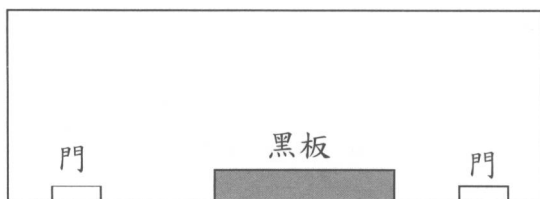
§學生實驗室安全守則暨上課證§

相片
黏貼處

請確實閱讀下述安全守則，並圈畫出正確答案。

貼妥相片及簽名後交給任課助教。

1. 我在實驗課中，一定（會，不會）穿實驗衣，並配戴（隱形眼鏡，框式眼鏡）以保護眼睛，並保證絕不戴（隱形眼鏡，框式眼鏡）。
2. 我（不會，會）用手直接觸摸或用鼻子直接嗅聞任何化學藥品。
3. 請標記出實驗室中（A）滅火器、（B）滅火毯、（C）洗眼器、（D）緊急沖洗設備、（E）急救包、（F）化學吸附劑之位置。



簽名：_____ 手機：_____

學號：_____ 組別：_____

日期：_____年_____月_____日

緊急聯絡人姓名：_____

緊急聯絡人電話：_____

目 錄

有機實驗學生須知	i
實驗意外事件之處理	iv
常用器材圖解	v
學生實驗室安全守則暨上課證	vii
實驗 一 熔點測定	1
實驗 二 再結晶	7
實驗 三 蒸餾	17
實驗 四 分餾	29
實驗 五 酒精發酵及分餾	39
實驗 六 萃取	43
實驗 七 咖啡因的萃取	49
實驗 八 層析法 (一)	53
實驗 九 層析法 (二)	65
實驗 十 烯類和烷類	69
實驗 十一 聚苯乙烯合成	73
實驗 十二 氯烷之製備及性質	77
實驗 十三 醇類之性質及反應	81
實驗 十四 醚類之製備	87
實驗 十五 紅外線光譜	91
實驗 十六 環己酮之製備	97
實驗 十七 醛酮類之羰基特性反應	101
實驗 十八 狄耳士-阿德爾反應	107
實驗 十九 苯衍生物側鏈之氧化反應	111
實驗 二十 阿司匹靈之製備及其性質反應	115
實驗 二十一 酚類之性質及反應	119
實驗 二十二 苯胺及衍生物之製備	125
實驗 二十三 重氮染料之合成	133
實驗 二十四 縮合反應	139
實驗 二十五 感光高分子材料的製備與應用	145
補充實驗一 蒸汽蒸餾	151
索引	155

實驗一 熔點測定

一、目的：學習熔點的測定，進而辨認一化合物的純度與構造。

二、原理：熔點是一個純固體物質的重要物理特性，當純的固體在熔解時，開始熔解時之溫度與完全熔解時之溫度差異不會超過 1°C ，測熔點所需的試樣量不多，通常少於一毫克。熔點的測定有三項重要性。第一是如果化合物為已知，則可利用熔點來確定其結構。第二是若化合物為非已知的，則它的熔點測定將有助於日後別人合成同一化合物之鑑定，第三是可利用熔點上下之溫差來判斷其純度。不純的物質其熔點上下之溫差較大，利用再結晶或昇華的技巧，可以將固體純化，純化後通常熔點會上升，而且上下之溫差會減小。例如，某固體測得熔點是 $120\sim 124^{\circ}\text{C}$ ，則此物不純，再結晶後熔點變為 $125\sim 125.5^{\circ}\text{C}$ ，此時應為一純的固體物質。

由圖 1-1 所示的相圖來做說明，例如一個組成為 75%X 與 25%Y 之固體混合物加熱時，在共熔點(eutectic point)的溫度時，會開始熔解一直到 M

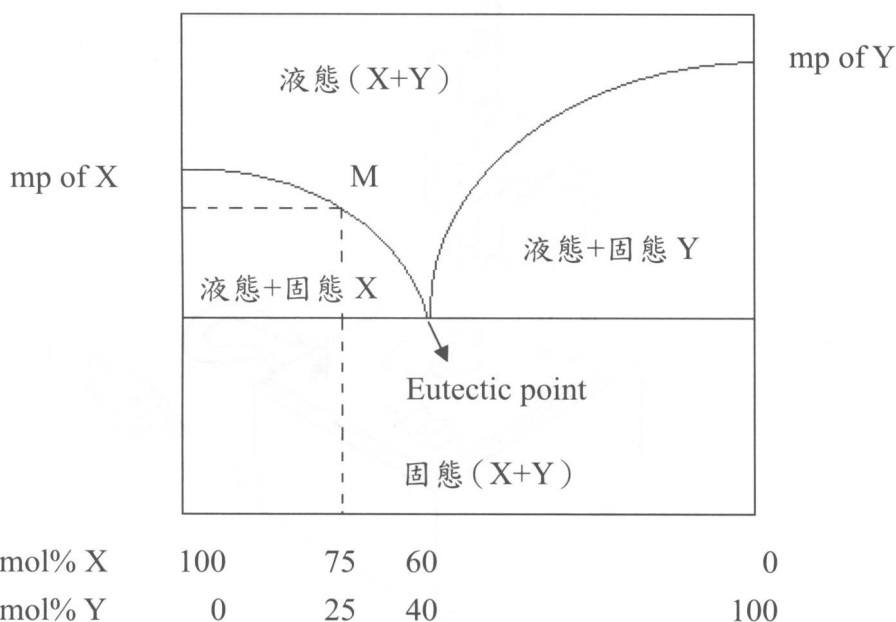


圖 1-1 固體混合物 X 與 Y 的熔點組成圖

點為止，不過在實際的操作上，真正的共熔點很難測定。因為真正的共熔點是當很少量的固體開始溶解的溫度，因此通常觀察到的都比實際為高，只有當 X 與 Y 的組成剛好是共熔點的組成時，才會有很敏銳的熔點，但是碰上這種狀況的機率很小，因此，一個固體混合物的熔點通常會涵蓋較寬廣的溫度範圍。

不同的物質也可能具有相同的熔點，這種狀況可以用混熔法來確認某固體究竟是何種化合物，或辨明其是否為某一成份，此法即是將該固體與另一相同熔點的已知物適量混合後，測定其熔點，如果發生改變，則知二者必不相同。

簡介實驗室常用的熔點測定器。圖 1-2 所示為 Melt-Temp 裝置，包括一個由電熱的鋁金屬容器，可放入三根毛細管，並可加熱到 500 °C。

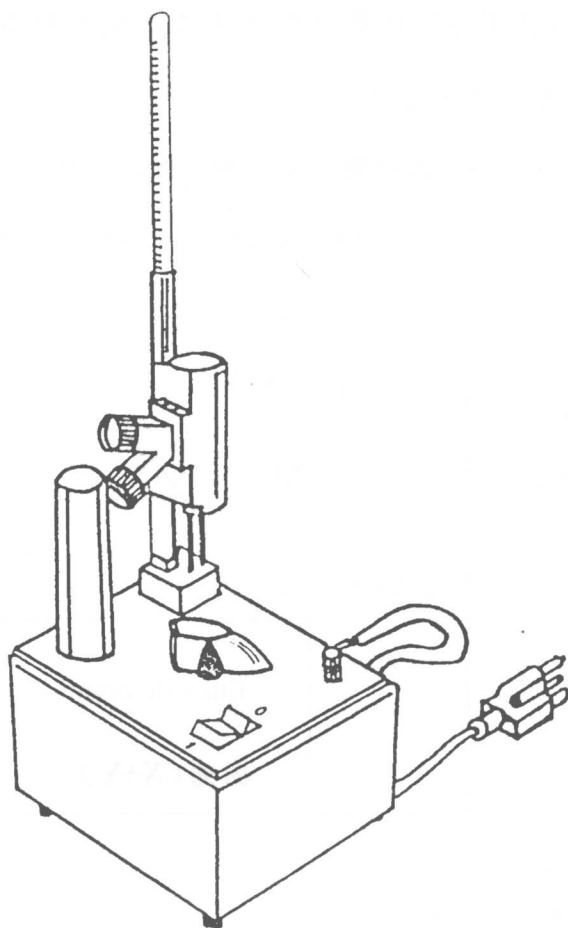


圖 1-2 Melt-Temp 熔點測定裝置

測熔點所需試樣的裝填方法如下：將乾燥的試樣在錶玻璃上或秤量紙上用藥杓壓成粉狀，將粉末弄成一堆，然後取一枝一端封口的毛細管，以開口端插入粉末堆中，將毛細管封口的一端在堅硬的表面上重敲，使在開口端的試樣落入底端。要不然，取一 2 英尺長的玻璃管，一端放置在堅硬的表面上，將毛細管自上端放入，如此重覆數次。毛細管中的試樣，不要超過 2-3 毫米 (mm) 高。

在熔點的量度上，溫度計的準確與否，會對量度有影響，最好能校正溫度計，溫度計的校正，因普化實驗做過，在此不再贅述。實際上最重要的是加熱的速度，通常在熔點附近時加熱速度不應超過每分鐘 1°C ，原因是希望加熱器傳熱到試樣與汞球的速率一樣，如此才不致造成誤差。一般在開始測熔點時，以每分鐘升高 $3\sim 4^{\circ}\text{C}$ 的速度加熱，直到在熔點以下 $3\sim 4^{\circ}\text{C}$ 時改為每分鐘 2°C ，在低於熔點 $2\sim 4^{\circ}\text{C}$ 時，再減為每分鐘升高 1°C 甚或更慢。某些固體的真實熔點，因其先分解而不能測得，通常以觀察到的分解溫度(產生氣泡或顏色變深)當做熔點，但必須註明。另外，對於易昇華的固體在測熔點時，毛細管的兩端都須封閉。

三、藥品：苯甲酸 (benzoic acid); 桂皮酸 (cinnamic acid); 乙醯苯胺 (acetanilide); 苯甲酸/桂皮酸混合物 (5:1)。

四、儀器：熔點測定裝置(圖 1-2); 溫度計; 毛細管。

五、實驗步驟：

(一) 已知物熔點的測定

1. 從取藥處直接用毛細管的開放端直接取樣，再緊密地裝入毛細管封閉的一端中高約 2 mm (註 1)。
2. 使用 Melt-Temp 熔點測定器 (註 2)。

3. 以每分鐘升高 2°C 為原則，緩慢加熱以測定熔點。記錄試樣開始熔化（指管壁有液滴開始流下來）至完全變成澄清液體的溫度範圍（若熔點已知，可將其快速加熱至低於熔點約 20°C 之溫度，然後緩緩加熱）。

（二）未知物熔點的測定

1. 第一次快速加熱，大略地測得其熔點的範圍。
2. 仿照第（一）部份的步驟，以此新裝填好了的毛細管，精確地測定試樣之熔點。

（三）熔點下降的觀察

1. 取少許約等量的兩種試藥至於秤量紙上，均勻混合後，緊密地裝入毛細管中，高約 2 mm 。若是有由準備室所提供之苯甲酸/桂皮酸（5：1）試樣，則可直接取用，裝入毛細管中測熔點。
2. 仿照第（一）部份之步驟，觀察混合物溶解時的溫度範圍。

注意：

測不同物質之熔點，宜自熔點低者開始測起，比較節省時間。

註 1：試樣裝入毛細管後，可適當地在桌面上敲數下（或將毛細管投入長玻璃管利用重力自然落下數次）使緊密。若試樣為易昇華的固體，則毛細管兩端均應封閉。

註 2：Melt-Temp 熔點測定器，如圖 1-2，包括一個由電熱鋁金屬容器，可放入三根毛細管。