



“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材



有机化学实验

(第四版)

兰州大学 编
王清廉 李瀛 高坤 许鹏飞 曹小平 修订

高等教育出版社



“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材



有机化学实验

(第四版)

兰州大学 编

王清廉 李瀛 高坤 许鹏飞 曹小平 修订

高等教育出版社·北京

内容提要

本书为“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材。内容分为有机化学实验的一般知识、有机化学实验基本操作、有机化合物的制备与反应、有机化合物的鉴定和附录五个部分。

与第三版相比,新版内容更加丰富新颖,表述更加严谨、准确。既注重双基训练,又兼顾学科发展趋势;既体现了有机化学实验“基、宽、严”的要求,又展示了“精、新、活”的编写理念。新版增删后的实验数目为 93 个,并更新了部分谱图与图表。教材经过多年的实践与完善,形成了鲜明的特色与风格,具有基础性、通用性、实用性和时代感。

本书可作为综合性大学、师范院校、工科院校化学专业、应用化学专业及相关专业本科生和研究生的有机化学实验教材,也可供从事有机化学和相关专业的研究人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/兰州大学编;王清廉等修订.--4
版.--北京:高等教育出版社,2017.5
ISBN 978-7-04-047519-7

I. ①有… II. ①兰… ②王… 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(2017)第 063577 号

YOUJI HUAXUE SHIYAN

策划编辑 殷 英
插图绘制 杜晓丹

责任编辑 殷 英
—责任校对 刘春萍

封面设计 张 志
责任印制 耿 轩

版式设计 马敬茹

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

印 刷 北京市鑫霸印务有限公司

开 本 787mm×1092mm 1/16

印 张 30.5

字 数 750 千字

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.hepmall.com.cn>

<http://www.hepmall.com>

<http://www.hepmall.cn>

版 次 1978 年 8 月第 1 版

2017 年 5 月第 4 版

印 次 2017 年 5 月第 1 次印刷

定 价 48.80 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 47519-00

第四版前言

本教材自2010年6月再版以来,深受读者的欢迎,并于2014年入选“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材,作者对此深感欣慰。在此期间,科学技术和教学内容都有了新的变化。再接再厉,勇于攀登,精心打造一本高水平的优秀教材,为中国的高等教育事业贡献绵薄之力,是我们的责任和义务,也是本次修订教材的宗旨。

本次修订在原有的基础上,我们力求做到以下几点:一是“精”(数据精确,文字简练);二是“严”(结构严谨,逻辑严密,翔实可靠);三是“新”(反映学科进展前沿知识);四是“活”(文字生动活泼,理论紧扣实验,启发学生思维)。

修订后的教材,保持了原版的体系和特色,篇幅基本不变,在具体内容和细节上,做了必要的变动、补充和增删。

1. 更换了某些毒性高、污染性强、耗时太长及陈旧性的内容,而代之以更具实用性、先进性和趣味性的实验,如“吡咯衍生物杯吡咯的制备”、“乙酰乙酸乙酯酶催化的还原”(不对称合成)、超声化学反应等,并更新了部分波谱图。教材重新增补了“反应动力学”的实验,这是国内外大多数有机化学实验教材都有的内容。

2. 对第三版教材中错漏、冗繁、重复、不规范和不够严谨的表述进行了认真的检查和修订。

3. 鉴于仪器和技术的进步,对“二维核磁共振和双共振技术简介”和“X射线单晶结构分析在有机化学中的应用简介”重新进行了撰写,对“无水无氧操作技术”与“有机化学文献资源简介”等章节进行了重新修订。

4. 对“有机化学实验基本操作”和“有机化合物的鉴定”部分的有关内容也作了必要的修订。

5. 波谱技术部分压缩了理论表述的篇幅,增加了应用和实验操作的内容。

本书由王清廉、李瀛、高坤、许鹏飞、曹小平编写,王清廉承担了本书的主要编写任务和统稿工作。

王为教授和邵永亮高工分别为本书撰写了“二维核磁共振和双共振技术简介”与“X射线单晶结构分析在有机化学中的应用简介”;翟红林教授修订了“有机化学文献资源简介”一节。兰州大学化学化工学院和测试中心的有关人员审阅了“色谱分离技术”及“鉴别结构的波谱方法”,提出了宝贵的意见和建议;田瑄教授对本书的初稿进行了认真的审阅、校对和改正。本书得到了兰州大学教材建设基金的资助;兰州大学化学化工学院和功能有机分子国家重点实验室的领导对本书的再版给予了热情的鼓励和支持;高等教育出版社的编辑为本书的出版付出了辛勤的劳动。在此一并表示衷心的感谢。

本书参考了国内外有机化学教材的有关内容,谨表谢意。

由于作者水平和时间有限,疏漏、错误和不妥之处在所难免,恳望读者不吝赐教。

编者

2016年9月于兰州

第三版前言

由兰州大学王清廉、沈凤嘉修订的《有机化学实验》再版以来,与第一版一样,继续被读者广泛采用和受到好评。该书第二版从1994年到2009年,已先后28次印刷,发行数量超过30万册。此期间有机化学实验的教学内容已经发生了较大变化,现代波谱手段在有机化学领域中更加广泛地应用,教学仪器、设备不断更新和完善,半微量、微量实验已成为国内外化学教育及研究领域关注的热点,创新型人才的培养受到普遍重视。为适应科学技术发展和实验教学改革的趋势,我们广泛参阅了近年来国内外出版的有机化学实验教材,通过教学实践,对《有机化学实验》(第二版)一书进行了修订和增补。修订后的教材保持了原书的体系和特色,具体内容做了修订、增补和调整,使之更具时代感和适用性。

半微量和微量实验的研究和推广正在受到普遍的关注,成为未来实验教学的发展趋势。它有利于减少环境污染,体现了“绿色化学”的时代特色。试剂用量少,降低了教学成本,安全省时,能更好地体现当代实验技术的水平,但难度也随之提高,对实验教学的指导和学生的实验技能都提出了更高的要求。考虑到本教材的读者和使用院校的现状,教材中安排的大多数制备实验由常量变为以小量和半微量为主,即固体和液体产物分别保持在1g和5g左右。我们认为,常规的操作训练仍然是基本和必须掌握的,实验的有效性对树立学生的学习信心也是至关重要的。教材中专门安排“微量制备”一节并在相关部分加入或并列了微量制备,以适应不同院校的需要。在基本操作部分对微量固体和液体的分离提纯技术,如重结晶、蒸馏、萃取、升华、柱色谱、蒸发等都做了较为详细的叙述,以适应实验教学改革的发展趋势。

教材中第一部分增加了“化学试剂的取用和转移”,并对“实验室的安全,事故的预防、处理与急救”、“有机化学实验常用仪器、设备和应用范围”和“手册的查阅和有机化学文献简介”等有关内容做了修订。

第二部分“有机化学实验基本操作”比第二版更为翔实,更新了有关内容并增补了新的技能,增加和更新了必要的数据、图表和插图,测试仪器也以介绍当前流行、常用的为主。鉴于色谱技术已成为分离鉴定有机化合物的主要手段,书中除对传统的薄层色谱、柱色谱、纸色谱和气相色谱作了修订外,还较详细地介绍了高效液相色谱。增补了“无水无氧操作技术”及微量物质的提纯技术等有关内容。相关训练的思考题的数量也比过去有所增加,旨在提高学生解决实际问题的能力。波谱技术部分增加了质谱、碳谱、二维核磁共振及相关技术,以及X射线单晶结构分析在有机化学中的应用等内容,力求使本书不仅成为一本教科书,而且成为一本从事有机化学研究工作者手头的工具书和参考书。

第三部分“有机化合物的制备与反应”在保持原来体系安排的基础上进行了增补和调整,增加了一些新实验。实验数量由原来的75个增加到96个,以适应不同院校的需要,也可为研究生的实验训练提供选做内容。书中删去了一些开设较少的实验,如乙醚、乙醇的生物合成,1-苄基叔戊醇的制备与脱水等。新增加的实验大多数是近年来国内外教材普遍采用的,有典型性、实用

II 第三版前言

性和趣味性的化合物,如甲基叔丁基醚、樟脑的还原,鲁米诺、乙酸葡萄糖酯、辣椒红素的提取等。教材中删去了原来耗时和难度较大的动力学测定,改为更为简单易行的 S_N1 和 S_N2 活性比较和速率控制与平衡控制实验。教材在聚合反应中增加了加成聚合的各种实验方法,以适应化学学科融入大学学科的发展趋势。书中对波谱技术一章重新进行了修订,谱图数量由原来的 70 多张增加到 100 多张,并用新的分辨率更高的图谱代替了原来的图谱,以提高学生利用图谱鉴别化合物的能力。鉴于微波辐射制备已成为新的合成方法,书中增加了微波辐射合成一节及相关的实验内容。我们对新增加的实验均进行了认真的复核。

第四部分“有机化合物的鉴定”新增加了芳烃类、羧酸衍生物和氨基酸及蛋白质的鉴定,附录部分也修订了有关内容。

本书由王清廉、李瀛、高坤、许鹏飞和曹小平共同修订,王清廉负责全书的统稿。高等教育出版社的编辑同志对本书的出版付出了大量的心血和帮助;第二版的作者沈凤嘉教授对本书的再版给予了热情的鼓励和支持;二维核磁共振及相关技术和 X 射线单晶结构分析在有机化学中的应用简介分别由杨立和王欣教授撰稿;本版承蒙吉林大学刘在群教授认真仔细审阅,指出了疏漏之处,提出了宝贵的意见和建议,对此一并表示衷心的感谢。

本书参考了兄弟院校和国外教材的一些内容,谨表谢意。由于作者水平有限,疏漏欠妥之处在所难免,恳请读者批评指正。

编者 于兰州

2009 年 12 月

第二版前言

由兰州大学、复旦大学化学系有机化学教研室编写的《有机化学实验》一书出版以来,一直被各校广泛采用并受到普遍好评。该书于1987年获国家教委优秀教材一等奖,发行量已超过25万册。鉴于近年来新反应,新技术和新合成方法的不断涌现,以及现代分析手段在有机化学领域中的广泛应用,有机化学实验教学的内容已经发生了较大变化,教学仪器及设备也在不断更新与完善。根据近年来教学改革的实践和使用该教材的学校所反映出的意见和要求,参考近期国内外出版的同类教材,我们对原书进行了修订。修订后的教材基本保持了原书的体系与特色,内容则做了较大的变动与补充,并对原书一些欠准确之处进行了纠正。

本书第一至三部分的内容在原书的基础上选择了理论和实际上必需的有机化学基本知识和基本操作。理论叙述尽量简明实用,偏重实验方法的讨论,对操作步骤均给予详尽说明,指出学生易出现的错误和问题,希望使学生的基本操作训练能够切实得到加强,并强调了安全操作在实验室工作中的重要性。考虑到目前大多数学校教学安排的实际情况,基本操作训练的大部分内容分别安排在相应的章节中,以使学生对操作原理和操作要点做深入了解并获得较深的印象,避免了本书第一版编排上的前后脱节,并作为有机化学实验最初阶段训练的主要内容。

第四部分是合成与制备实验。与原书相比,制备实验的数目由46个增加至75个。合成实验的编选原则,首先是考虑到重要的、有代表性的、典型的有机反应与类型,并兼顾到有机化学出现的新理论、新反应和新技术,其次考虑到安全和减少环境污染,以及药品与试剂是否易得,时间安排是否恰当,是否有利于加强学生的基本操作训练及科学方法的培养等诸方面,同时考虑到实验的趣味性与实用性。本书保留了原书经实践证明是行之有效的大多数实验,并对近年来在教学实践中采用的新实验及改进的合成方法与技术给予了特别关注。编选的实验数量较大,是为了适应不同培养目标(教学和科学研究人才培养基地、化学专业和应化专业等)的特殊要求。

合成与制备实验由三部分组成。第一部分是基本的化学转化,包括了一些典型的反应类型与化合物类型,以传统的训练内容为主。目的是使学生掌握与熟悉基本的操作技术和典型的制备方法。同一制备实验,有些安排了两种不同的实验方法,有利于学生进行对比,并提高他们的兴趣。

基本化学转化之后安排了几组多步骤合成实验,如磺胺药、局部麻醉剂苯佐卡因及苯偶姻的辅酶合成与转化等,使学生在掌握了最基本的操作技术和完成一定数量的典型制备之后,向着合成较复杂的分子方面跨进一步。

考虑到学科发展的趋势,制备与合成的第三部分选编了一些难度较大的新的合成方法与实验技术。如 Wittig 反应、烯胺在合成中的应用、光化学反应、相转移反应、催化氢化、旋光拆分,有机活性中间体及反应动力学的测定等。这部分内容可根据实际情况加以选用,也可穿插在有关部分。

文献实验在本部分最后一节提出,并列出了一些可供选择的例子。

II 第二版前言

根据实验独立设课的原则,对各类化合物及典型反应的制备方法均进行了适当的讨论,力求使本书成为实验教科书而不是单纯地作为实验教材。考虑目前国内化学实验教学的实际状况,实验步骤的叙述和注释较为详细,这对保证实验的有效结果和教学质量是必要的。

作为一门基础课实验,基本操作的训练与合成实验仍然以常量为主。为了节约药品和时间,提高对实验操作的要求,本书缩小了大多数实验的制备规模。固体产物一般保持2 g左右,液体产物5~10 mL,并选用了个别半微量实验。考虑到目前试剂价格的不断上涨,除多步骤合成外,本书收集的合成实验能成龙配套,即前面实验的产物作为后面实验的原料,总共可组合21套(见附录VI)。教师在组织实验内容时可单独安排,也可采用多步骤合成加以实施。

由于波谱技术已成为鉴定有机化合物的主要手段,本书对典型的化合物大多附有NMR和IR谱图,谱图数量由原书不到10个增加到70多个,希望能结合制备实验给学生提供更多的训练机会,提高他们解析谱图和通过波谱鉴定有机化合物的能力。

尽管仪器分析已成为鉴别有机化合物最重要的手段,但化学分析作为一种简单易行的方法是不可缺少的,并且是仪器分析无法完全代替的。本书的第五部分较系统地介绍了有机化合物的定性鉴定,增加了系统鉴定方面的内容,并对部分官能团的定性分析内容做了修改。

本书所列实验内容均进行过认真的复核,制备实验的产率是中等程度的学生所能达到的。

本书由王清廉、沈凤嘉修订,具体分工如下:王清廉编写第一至三部分基本操作训练实验内容,第四部分、第五部分和附录。沈凤嘉编写了第一至三部分除基本操作训练实验外的内容,本书的仪器装置图由吴海涛同志绘制。

兰州大学化学系有机化学教研室的蒋继宗、焦天权、蔡关兴、顾尚香、李瀛、曹小平、高坤、张炜、虞亚川、涂思龙等及编者参加了本书实验的复核工作,为本书的编写付出了辛勤的劳动。我们也感谢使用过本书第一版的历届学生,他们的实践和建议使本书得以不断完善。

南开大学、南京大学、四川大学、西北大学、郑州大学等院校的代表参加了本书的审稿,南开大学唐士雄教授担任主审,他们为本书的修订与完善提出了许多宝贵的建议。兰州大学张自义教授以及高等教育出版社对本书的编写给予了热情的指导和鼓励。在此,一并向他们表示衷心的感谢。

本书参考了兄弟院校某些实验内容,谨表谢意。

限于编者水平,本书疏漏和谬误之处在所难免,恳望读者不吝赐教。

编者

一九九二年十月

第一版编者的话

本书是根据一九七七年十月高等学校理科化学类教材会议制定的《有机化学实验》教材编写大纲编写的。供综合大学化学系有机化学基础课实验使用,也可供高等师范院校及其他院校有关专业参考选用。主要内容包括四个方面:有机化学实验的一般知识、基本操作、合成实验和性质试验。

为了使学生牢固地掌握有机化学基本操作技术,一部分重要的基本操作单独安排了实验。

大部分操作结合合成实验进行。各校在根据具体情况选择合成实验时,应考虑使学生在必须掌握的基本操作方面有多次练习的机会,同时兼顾反应类型。

由于近年来色谱技术(柱色谱、薄层色谱、气相色谱)和波谱技术(紫外光谱、红外光谱、核磁共振谱)等在有机化学实验中的广泛应用,因此本书中列入了这两个方面的内容,并在部分实验中增加了光谱解析的思考题。这两部分内容在安排实验时可根据实际情况参考选用。

为了培养学生独立工作能力,本书安排了文献实验。所谓文献实验就是学生在接到题目后,在教师指导下找寻资料,选择合成方法或步骤,进行实验操作,写出工作报告的实验。具体文献实验的题目由各校自己确定。

本书还简单介绍了一些有机化学方面的手册、字典、实验参考书、文献、文摘及其查阅方法,并在最后附有元素原子量、常用酸碱密度、百分组成等附表及常用有机溶剂的纯化方法,以供学生学习和查阅参考。

在本书编写过程中得到了各兄弟院校的鼓励和支持,特别是北京大学、南开大学、南京大学、吉林大学、中山大学、四川大学、北京师范大学等校的同志们向我们提供了他们的工作经验和实验步骤,对此我们衷心地表示感谢。

参加本书编写工作的有兰州大学沈凤嘉、蒋继宗、王清廉和复旦大学吴世晖、谷珉珉、黄乃聚、姚子鹏、张生勇等同志,刘子馨、何慧珠同志参加了本书的绘图工作。

本书初稿于一九七八年五月二十九日至六月六日在苏州召开的《有机化学实验》审稿会上进行了讨论。与会代表对本书提出了许多宝贵的修改意见。全书最后由沈凤嘉、吴世晖等同志整理定稿。

由于时间仓促和我们的水平有限,错误及不妥之处定然不少,请读者批评指正。

兰州大学
复旦大学 化学系有机化学教研室

一九七八年六月

目 录

第 1 部分 有机化学实验的一般知识

1.1 实验须知	1	1.6.1 回流装置	26
1.2 实验室的安全、事故的预防、处理与急救	2	1.6.2 蒸馏装置	26
1.2.1 着火	2	1.6.3 气体吸收装置	26
1.2.2 爆炸	3	1.6.4 搅拌装置	28
1.2.3 中毒	4	1.6.5 微量反应装置	30
1.2.4 灼伤	5	1.6.6 仪器装置方法	30
1.2.5 割伤	6	1.7 仪器的清洗、干燥和塞子的配置	31
1.2.6 实验室常用急救药品	7	1.7.1 仪器的清洗	31
1.3 实验预习、记录和实验报告	7	1.7.2 仪器的干燥	32
1.3.1 实验预习	7	1.7.3 塞子的配置与钻孔	32
1.3.2 实验记录	7	1.8 化学试剂的取用和转移	33
1.3.3 实验报告	8	1.8.1 化学试剂的规格	33
1.4 实验产率的计算	11	1.8.2 化学试剂的称量	34
1.5 有机化学实验常用仪器、设备和应用范围	12	1.8.3 液体试剂的量取和转移	34
1.5.1 玻璃仪器	12	1.8.4 微量液体试剂的计量和转移	34
1.5.2 金属用具	16	1.9 无水无氧操作技术	37
1.5.3 常用电器与设备	17	1.10 有机化学文献资源简介	42
1.5.4 其他仪器设备	19	1.10.1 常用工具书	43
1.6 有机化学实验常用装置	25	1.10.2 常用期刊文献	45
		1.10.3 化学文摘	46
		1.10.4 网络资源	47

第 2 部分 有机化学实验基本操作

2.1 简单玻璃工操作	49	2.1.5 玻璃管(棒)的弯曲	51
2.1.1 玻璃管的洁净和切割	49	2.2 加热和冷却	53
2.1.2 拉玻璃管	49	2.2.1 加热	53
2.1.3 拉制熔点管、沸点管、点样管及玻璃沸石	50	2.2.2 冷却	55
2.1.4 玻璃钉的制备	51	2.3 干燥和干燥剂	56
		2.3.1 基本原理	56

II 目录

2.3.2 液体有机化合物的干燥	57	2.7 萃取	115
2.3.3 固体有机化合物的干燥	60	2.8 色谱分离技术	123
2.3.4 气体的干燥	62	2.8.1 薄层色谱	124
2.4 有机化合物物理常数测定	62	2.8.2 柱色谱	135
2.4.1 熔点测定及温度计校正	62	2.8.3 纸色谱	144
2.4.2 沸点及其测定	70	2.8.4 气相色谱	146
2.4.3 液体化合物折射率的测定	72	2.8.5 高效液相色谱	154
2.4.4 相对密度及其测定	74	2.9 鉴别结构的波谱方法	162
2.4.5 旋光度及其测定	75	2.9.1 红外光谱	162
2.5 固体有机化合物的分离与提纯	78	2.9.2 核磁共振谱	169
2.5.1 重结晶	78	2.9.3 二维核磁共振和双共振技术 简介	180
2.5.2 升华	89	2.9.4 紫外与可见光谱	183
2.6 液体有机化合物的分离与提纯	92	2.9.5 质谱	188
2.6.1 常压蒸馏	92	2.9.6 X 射线单晶结构分析在有机 化学中的应用简介	196
2.6.2 分馏	97		
2.6.3 减压蒸馏	104		
2.6.4 水蒸气蒸馏	111		

第3部分 有机化合物的制备与反应

3.1 烯烃的制备	198	实验十四 甲基叔丁基醚	231
实验一 环己烯	199	3.6 脂肪族醛和酮的制备	233
3.2 卤代烃的制备	202	实验十五 环己酮	234
实验二 溴乙烷	204	3.7 羧酸的制备	237
实验三 正溴丁烷	206	实验十六 己二酸	239
实验四 叔丁基氯	209	实验十七 对硝基苯甲酸	241
实验五 1,2-二溴乙烷	210	3.8 羧酸酯的制备 酯化反应	242
实验六 溴苯	212	实验十八 乙酸乙酯	244
3.3 卤代烃 S_N1/S_N2 反应活性的 比较	214	实验十九 乙酸异戊酯	246
实验七 卤代烃 S_N1/S_N2 的反应活性 ..	215	实验二十 苯甲酸乙酯	249
3.4 醇的制备 Grignard 反应	217	实验二十一 乙酰水杨酸	251
实验八 2-甲基-2-己醇	219	实验二十二 邻苯二甲酸二丁酯	254
实验九 三苯甲醇	221	实验二十三 五乙酸葡萄糖酯	256
实验十 二苯甲醇	223	3.9 Friedel-Crafts 反应	257
实验十一 樟脑的还原	225	实验二十四 苯乙酮	259
3.5 醚的制备 Williamson 反应	226	实验二十五 二苯酮	261
实验十二 正丁醚	228	实验二十六 乙酰二茂铁	263
实验十三 苯乙醚	229	实验二十七 2-叔丁基对苯二酚	266
		3.10 芳香族硝基化合物	267

实验二十八 邻硝基苯酚和对硝基 苯酚	268	1,2-对苯二醌	321
实验二十九 2-硝基-1,3-苯二酚	270	实验五十一 3,6-氧桥-1,2,3,6- 四氢苯-1,2-二甲酸酐	322
实验三十 3-硝基邻苯二甲酸	272	3.21 Hofmann 和 Beckmann 重排	323
实验三十一 对硝基溴苯	273	实验五十二 邻氨基苯甲酸	324
3.11 芳香族硝基化合物的还原	275	实验五十三 ϵ -己内酰胺	326
实验三十二 苯胺	276	3.22 多步骤有机合成	328
实验三十三 间硝基苯胺	278	[系列一] 磺胺药物	328
实验三十四 偶氮苯	281	实验五十四 乙酰苯胺	329
3.12 羟醛缩合 Claisen-Schmidt 反应	282	实验五十五 对氨基苯磺酰胺	332
实验三十五 二苯亚甲基丙酮(1,5-二苯- 1,4-戊二烯-3-酮)	283	[系列二] 局部麻醉剂	335
实验三十六 苯亚甲基苯乙酮	284	实验五十六 对氨基苯甲酸	336
3.13 乙酰乙酸乙酯的制备、性质及在 合成中的应用	286	实验五十七 对氨基苯甲酸乙酯	338
实验三十七 乙酰乙酸乙酯	287	[系列三] 安息香的辅酶合成及其 转化	340
实验三十八 2-庚酮	290	实验五十八 安息香的辅酶合成	342
3.14 重氮盐及其反应	292	实验五十九 二苯乙二酮	344
实验三十九 对氯甲苯(或邻氯甲苯)	293	实验六十 二苯乙醇酸	345
实验四十 间硝基苯酚	296	实验六十一 5,5-二苯基乙内酰脲	347
3.15 染料与偶氮化合物	297	3.23 光化学反应	349
实验四十一 甲基橙	298	实验六十二 偶氮苯的光化异构化	349
实验四十二 直接染料——橙 II	300	实验六十三 苯频哪醇和苯频哪酮	350
3.16 Perkin 反应	301	实验六十四 鲁米诺与化学发光	353
实验四十三 肉桂酸	302	3.24 Wittig 反应	355
实验四十四 香豆素-3-羧酸	304	实验六十五 反-1,2-二苯乙烯	356
3.17 Cannizzaro 反应	306	3.25 卡宾的反应和相转移催化剂	359
实验四十五 苯甲醇和苯甲酸	307	实验六十六 7,7-二氯双环[4.1.0] 庚烷	361
实验四十六 呋喃甲醇与呋喃甲酸	310	实验六十七 扁桃酸	363
3.18 Skraup 反应	313	3.26 苯炔的制备和反应	364
实验四十七 8-羟基喹啉	314	实验六十八 三蝶烯	365
3.19 吡咯衍生物杯吡咯的制备	315	3.27 催化氢化	367
实验四十八 环己烷杯[4]吡咯	316	实验六十九 氢化肉桂酸	368
3.20 Diels-Alder 反应	318	3.28 外消旋化合物的拆分	370
实验四十九 内型双环[2.2.1]-2- 庚烯-5,6-二羧酸酐	319	实验七十 外消旋苦杏仁酸的拆分	371
实验五十 [3,6]-亚甲基-4-环己烯-		实验七十一 α -苯乙胺制备 Leuchart 反应	373
		实验七十二 外消旋 α -苯乙胺的	

IV 目录

拆分	375	实验八十三 聚己内酰胺	402
3.29 动力学与热力学控制	377	3.35 微波辐射合成实验	403
实验七十三 环己酮、呋喃甲醛与 氨基脲的竞争反应	377	实验八十四 对氨基苯磺酸	405
3.30 反应动力学	380	实验八十五 苯甲酸乙酯	407
实验七十四 叔丁基氯的水解	381	实验八十六 外消旋 1,1'-联-2- 萘酚	407
3.31 烯炔与溴亲电加成反应的立体 化学	383	3.36 超声化学反应	409
实验七十五 溴对反式肉桂酸加成的 立体化学	384	实验八十七 苯亚甲基苯乙酮的超声 制备	409
3.32 天然产物的提取	385	3.37 微型有机制备实验	410
实验七十六 从茶叶中提取咖啡因	386	实验八十八 间二硝基苯	410
实验七十七 菠菜色素的提取和分离	389	实验八十九 马尿酸	411
实验七十八 从烟叶中提取烟碱	391	实验九十 对溴乙酰苯胺	413
实验七十九 从红辣椒中提取红色素	393	3.38 文献实验	413
实验八十 从中药黄连中提取黄连素	394	实验九十一 <i>N,N</i> -二乙基间甲苯甲酰 胺的制备	414
3.33 植物生长调节剂	396	实验九十二 乙酰乙酸乙酯酶催化的 还原	416
实验八十一 2,4-二氯苯氧乙酸	397	实验九十三 紫罗兰酮的制备	417
3.34 聚合反应	398		
实验八十二 聚苯乙烯	399		

第4部分 有机化合物的鉴定

4.1 未知物鉴定的一般步骤和初步 观察	419	4.4.3 卤代烃的鉴定	429
4.1.1 未知物鉴定的一般步骤	419	4.4.4 醇的鉴定	429
4.1.2 未知物的初步观察	420	4.4.5 酚的鉴定	431
4.2 元素定性分析	421	4.4.6 醛和酮的鉴别	432
4.2.1 钠熔法	421	4.4.7 胺的鉴定	435
4.2.2 氮、硫和卤素的鉴定	422	4.4.8 羧酸的鉴定	438
4.3 溶解度试验	423	4.4.9 羧酸衍生物的鉴定	438
4.4 官能团的鉴定和衍生物的制备	425	4.4.10 糖类的鉴定	441
4.4.1 烷、烯、炔的鉴定	426	4.4.11 氨基酸及蛋白质的鉴定	444
4.4.2 芳香烃的鉴定	427	4.5 近代光谱分析法	446
4.4.3 卤代烃的鉴定	429		
4.4.4 醇的鉴定	429		
4.4.5 酚的鉴定	431		
4.4.6 醛和酮的鉴别	432		
4.4.7 胺的鉴定	435		
4.4.8 羧酸的鉴定	438		
4.4.9 羧酸衍生物的鉴定	438		
4.4.10 糖类的鉴定	441		
4.4.11 氨基酸及蛋白质的鉴定	444		

附 录

I. 常用元素相对原子质量表 (附表1)	451	II. 常用酸碱溶液相对密度及组成表 (附表2~附表13)	451
-------------------------------	-----	--	-----

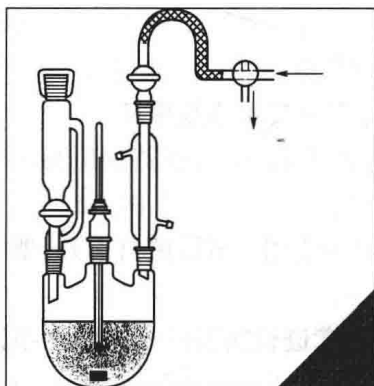
III. 常用有机溶剂沸点、相对密度表 (附表 14)	457	V. 压力换算表(附表 16)	458
IV. 水的蒸气压表(0~100℃) (附表 15)	457	VI. 常用有机溶剂的纯化	458
参考书目	469	VII. 有机化学文献和手册中常用的英文 缩写	464

3.1 实验预习

1. 预习目的：了解有机化合物的性质、用途、制备方法、物理常数、安全事项等。

2. 预习内容：认真阅读教材中有关章节，了解实验原理、操作步骤、注意事项等。

3. 预习要求：能够独立完成实验预习报告，并能回答教师提出的问题。



第 1 部分

有机化学实验的一般知识

1.1 实验须知

有机化学实验是化学学科重要的基础课,其教学目的是培养学生掌握有机化学的基本技能和基础知识,验证和加深对有机化学的基本理论、有机化合物和有机反应的理解,把抽象的书本知识变为生动有趣充满魅力的现实;培养学生正确选择有机化合物的合成、分离与鉴定的方法。同时,也是培养学生创新思维 and 创新能力,理论联系实际、实事求是、细致严谨的科学态度与良好的工作作风的重要环节。

安全实验是化学实验的基本要求。实验前,学生必须阅读本书第一部分 1.2 实验室的安全、事故的预防、处理与急救。掌握实验室安全及急救常识,熟悉实验室水、电、燃气的开关和阀门,以及消防器材、洗眼器、紧急淋浴器的位置和使用方法,熟悉实验室安全出口和紧急情况下的逃生路线。

学生在领取实验仪器后,应对照清单仔细核查。特别要注意玻璃仪器有无星状裂痕,分液漏斗旋塞及塞子是否配套合适。经检查完整无损后签名,将清单交指导教师或教辅人员保存。

进入实验前必须认真预习有关实验内容,明确实验目的、要求、原理和方法,理清实验思路,了解实验中使用药品的性质和有可能引起的危害及注意事项,写出预习报告。

实验过程应专心致志,养成仔细观察和及时记录的良好习惯,如实记录观察到的现象和有关数据。记录本不得使用活页本,应按顺序编号,不能撕页缺号。实验结束后应将记录本和贴有标签的样品瓶交指导教师签字和核查。

实验台面应保持清洁和有序。不是立即要用的仪器,应放置在实验柜内,待用的仪器,也应整齐放置,使用过的仪器应及时清洗。实验中产生的废液、废渣及回收溶剂应按照环保部门的政策法规和规定处理。除少量水溶性溶剂外,不溶于水的溶剂绝不允许倒入水槽,而应倒入指定的回收瓶中。废酸和废碱需经中和后方能倒入下水道。固体残渣及丢弃的滤纸,应置于指定的回收容器或废物桶。有异臭或有毒物质的操作必须在通风橱内进行。

进入实验室应穿实验服,不得穿拖鞋、短裤、裙子及裸露皮肤的服装。必须戴合格的防护眼

镜或护目镜。

不允许一个人单独在实验室工作;不允许做未经指导教师许可的实验。

为了保证实验的正常进行和培养良好的实验作风,学生必须遵守下列实验室规则:

(1) 实验前做好一切准备工作,检查仪器是否完好无损,装置是否正确,电器线路接地是否良好。

(2) 实验中应保持安静和遵守秩序。实验进行时要精力集中,认真操作,不得擅自离开,要安排好实验时间,按时结束实验。

(3) 遵从教师和实验室工作人员的指导,严格按照操作规程和要求进行实验。发生意外事故时,要保持镇静,及时采取应急措施,并立即报告指导教师。

(4) 保持实验室整洁。实验时做到桌面、地面、水槽、仪器四净。实验完毕后应将实验台整理干净,关闭所用水、电和燃气。

(5) 爱护公用仪器。公用仪器、工具及药品用后立即归还原处。节约水、电、燃气及消耗性药品,严格量取规定的药品用量。

(6) 轮流值日。值日生的职责为整理公用仪器,打扫实验室,清倒废物桶,并协助实验室管理人员检查和关好水、电、燃气阀门及门、窗。

1.2 实验室的安全、事故的预防、处理与急救

保护人身的安全是化学实验的头等大事。在有机化学实验中,经常要使用易燃溶剂,如乙醚、乙醇、丙酮和甲苯等;易燃易爆的气体和药品,如燃气、氢气、乙炔和金属有机试剂等;有毒药品,如氰化钠、硝基苯、甲醇和某些有机磷化合物等;有腐蚀性的药品,如氯磺酸、浓硫酸、浓硝酸、浓盐酸、烧碱及溴等,这些药品若使用不当,就有可能产生着火、爆炸、烧伤或中毒等事故;玻璃器皿和电器设备的使用或处理不当,也会产生割伤或触电事故。此外,急于求成,粗枝大叶,漫不经心,手忙脚乱,也是造成事故的原因。认真预习和了解所做实验中用到的物品和仪器的性能、用途、可能出现的问题及预防措施,严格执行操作规程,胆大心细,有条不紊,就能有效地维护人身和实验室的安全,确保实验的顺利进行。下列事项应引起高度重视,并予以切实执行。

1.2.1 着火

着火是有机化学实验中常见的事故,预防着火要注意以下几点:

(1) 防火的基本原则是使火源与溶剂尽可能远离,尽量不用明火直接加热。盛有易燃有机溶剂的容器不得靠近火源,数量较多的易燃有机溶剂应放在危险药品橱内。

(2) 尽量防止或减少易燃气体的外逸,并注意室内通风,及时排除室内的有机化合物蒸气。

(3) 不能用烧杯或敞口容器盛装易燃液体,加热时要根据实验要求及易燃物的特点选择合适的热源,注意远离明火。

(4) 回流或蒸馏液体时应放沸石,以防溶液因过热暴沸而冲出。若在加热后发现未放沸石,则应停止加热,待稍冷后再放,否则在过热液体中放入沸石会导致液体突然沸腾,冲出瓶外而引

起火灾。蒸馏易燃溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)的装置,要防止漏气,接引管支管应与橡胶管相连,使余气口通往水槽或室外。

(5) 易燃及易挥发物,不得倒入废物桶内。与水有剧烈反应的金属钠的残液要用乙醇销毁。

(6) 防止实验室燃气阀门或管道漏气。注意实验进行时装置和仪器有无漏气及破裂发生。

一旦发生了着火事故,应沉着镇静,切勿惊慌失措,及时采取措施,控制事故扩大。首先,立即关闭附近所有火源,切断电源,移去未着火的易燃物,然后根据易燃物的性质及火势的大小设法扑灭。最初短暂时间内的行动往往决定事态后续的发展。

地面或桌面着火,如火势不大,可用淋湿的抹布灭掉;反应瓶内有机化合物着火,可用石棉板或抹布盖住瓶口,即可熄灭;衣服着火时,切勿在实验室乱跑,用抹布等将着火部位包起来,或打开就近的自来水开关用水冲淋熄灭,较严重时应就地卧倒,以免火焰烧向头部,用灭火毯等把着火部位包起来,或在地上打滚以熄灭火焰。

火势较大时,在报火警的同时,应视情况采用下列灭火器材:

二氧化碳灭火器 有机化学实验室中最常用的一种灭火器,它的钢筒内装有压缩的液态二氧化碳,使用时打开开关,二氧化碳气体即会喷出,用以扑灭有机化合物及电器设备着火。使用时应注意,一手提灭火器,一手应握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上。因喷出的二氧化碳压力骤然降低,温度也骤降,手若握在喇叭筒上易被冻伤。

干粉灭火器 干粉灭火器内充装的是干粉灭火剂,由具有灭火效能的无机盐和少量的添加剂经干燥、粉碎、混合而成微细固体粉末组成。将灭火器提到距火源适当距离后,先上下颠倒几次,使筒内的干粉松动,然后让喷嘴对准燃烧最猛烈处,拔去保险销,压下压把,灭火剂便会喷出灭火。

干沙、灭火毯和石棉布也是实验室常用的灭火器材。

实验室常用的灭火器及其适用范围见表 1.2.1。

表 1.2.1 实验室常用的灭火器及其适用范围

灭火器类型	药液成分	适用范围
水基型泡沫灭火器	AFFF 水成膜泡沫灭火剂和氮气	适用于石油及石油产品等非水溶性物质的着火
二氧化碳灭火器	液态 CO ₂	适用于扑灭电器设备、小范围油类及忌水的化学物品的着火
干粉灭火器	主要成分是碳酸氢钠等盐类物质与适量的润滑剂和防潮剂	扑救油类、可燃性气体、电器设备、精密仪器、图书文件和遇水易燃物品的初起火灾
洁净气体灭火器	七氟丙烷、三氟甲烷	特别适用于扑灭油类、有机溶剂、精密仪器、高压电气设备的着火

1.2.2 爆炸

实验时,仪器装配不当造成堵塞,减压蒸馏使用不耐压的仪器;违章处理或使用易爆物如过