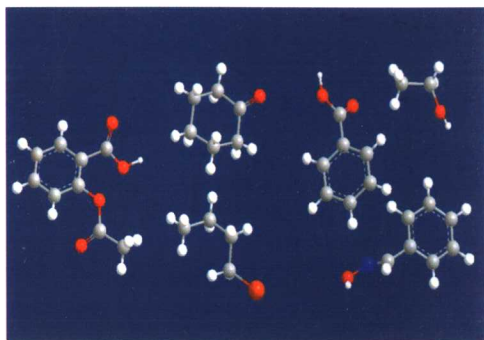




中央民族大学国家“十五”“211工程”建设项目



WEIXING BANWEIXING YOUJIHUA XUE SHIYAN

蓝蓉 王文蜀 编著
惠岑悻 焦玉国

微型半微型有机化学实验

中央民族大学出版社



中央民族大学国家“十五”“211工程”建设项目



蓝 蓉 王文蜀 编著
惠岑悻 焦玉国

微型半微型有机化学实验

中央民族大学出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

微型半微型有机化学实验/蓝蓉等编著. —北京: 中央民族大学出版社, 2006.8

ISBN 7-81108-264-0

I. 微… II. 蓝… III. 有机化学—化学实验—高等学校—教材 IV. 062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 099249 号

微型半微型有机化学实验

编 著 蓝 蓉 王文蜀 惠岑悻 焦玉国

责任编辑 杨 玉

封面设计 马钢工作室

出 版 者 中央民族大学出版社

北京市海淀区中关村南大街 27 号 邮编:100081

电话:68472815(发行部) 传真:68932751(发行部)

68932218(总编室) 68932447(办公室)

发 行 者 全国各地新华书店

印 刷 者 北京宏伟双华印刷有限公司

开 本 880×1230(毫米) 1/32 印张:10.375

字 数 258 千字

印 数 2000 册

版 次 2006 年 8 月第 1 版 2006 年 8 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 7-81108-264-0/O·4

定 价 21.00 元

版权所有 翻印必究

中央民族大学“十五”“211工程”学术出版物编审委员会

主任委员：陈 理

副主任委员：郭卫平

委 员：王锺翰 施正一 牟钟鉴 戴庆厦 杨圣敏 文日焕
刘永佶 李魁正 朱雄全 宋才发 冯金朝 邓小飞

生命与环境科学学院“211工程”项目教材编审委员会

主 任：冯金朝

副主任：周宜君

成 员：（按姓氏笔画排序）

李 威 李 璇 史景熙 刘裕明
杨若明 夏建新 焦玉国 覃筱燕

作者简介

蓝蓉，女，1977年出生，讲师。南开大学理学学士，浙江大学物理化学博士。现为中央民族大学生命与环境科学学院教师。主要从事基础化学教学工作以及民族医药与资源开发中的物理化学研究。

王文蜀，女，1974年出生，讲师。兰州大学理学学士，有机化学博士。

惠岑恂，男，1978年出生，实验师。中央民族大学学士。从事有机化学实验工作。

焦玉国，男，1965年出生，教授。从事有机化学教学与科研工作。

前 言

有机化学是一门实验性的学科。有机化学中的重要反应均来源于实验，同时又为实验所证实，因此，有机化学实验是有机化学教学中不可缺少的一个重要环节。

化学实验微型化、小型化是化学实验的一个发展趋势。随着科学技术的不断发展，化学实验仪器精确程度的不断提高，化学实验中试剂和样品的用量正在逐渐减少，特别是近二三十年来，微型化学实验的蓬勃发展还与人们的生态环境意识有着密不可分的关系。

传统有机化学实验的微型化不仅缩短了实验时间，节约了实验成本，而且可以更科学地发挥试剂和环境资源的效能，使学生更加全面地掌握研究对象的特性及规律，从而有益于培养学生严谨的科学态度和实验技能技巧。微型化学实验不仅有利于培养学生的创新能力、提高教学质量，也有利于师生的身心健康以及培养他们的环保意识和绿色化学理念。因此，发展与推广试剂用量小、环境污染少的微型化学实验是化学教学中的必然趋势。

微型化的有机化学实验在我国高校中进行研究与实践已有相当长的时间，但在推广中存在不少困难，如有的微型实验仪器有特殊的要求，试验操作稍有不慎，有可能得不到预期的产品；如有的少量产品分离检验比较困难，对于产品纯化的实验技术要求也较高；另外，微型实验中有一些操作与常量的实验不同，有人还担心不能使学生得到完全的实验锻炼等等。本书针对微型化实验中的问题，将微型与半微型相结合，期望能在实践中较好地解

决上述问题。

本书是中央民族大学有机化学教学改革和精品课程建设的一部分,也是国家“十五”规划和“211工程”的重点立项项目。其编写思路是立足于现代教育的前沿,以人为本、塑造绿色化学的环保理念。在实验课程内容上,我们注重继承传统与改革创新相结合,既保留了基本技能训练和经典的合成实验,又将有机化学的一些新理论、新方法、新技术以及新近的科研成果适当地引入教学内容,同时加大了文献知识、光谱知识、综合实验、创新实验、设计实验、新技术实验和研究型实验的分量。其中,部分超声波和微波化学微型实验以及无溶剂研磨实验是我们在教学中经过实践探索和并进行相应改造的新成果。在注意实验分量的基础上,我们还尽量让学生了解学科发展的新进展、新动向,拓宽知识面,并且在本书的最后一章,特别增加了实验室废液处理与试剂纯化的内容。

本书由蓝蓉主编,并编写第二章、第三章、第四章,以及第一章与第五章的部分内容;王文蜀编写第一章、第二章及第五章的部分内容;惠岑悻编写第一章、第四章及第五章部分内容;焦玉国参与编写第四章实验的部分内容;全书由焦玉国教授审阅、定稿。特别感谢北京大学化学与分子工程学院叶蕴华教授对本书提出了宝贵的意见。此外,中央民族大学生命与环境科学学院的杨万政副教授和石莎老师对本书的编写也提供了有益的帮助,2002级化学班的同学们参与了本书的实验工作。

限于编者水平,书中不妥之处在所难免,恳请专家、同行和读者批评指正。

编者

2006年6月于北京

目 录

第一章 微型半微型有机化学实验基础	(1)
第一节 有机化学实验守则.....	(1)
第二节 有机化学实验的安全知识	(2)
第三节 有机化学实验报告	(15)
第四节 化学手册与文献检索	(16)
第五节 有机化学实验基本操作	(31)
第六节 有机化学实验常用设备	(54)
第二章 现代有机化学实验技术	(63)
第一节 色谱分离与鉴别技术	(63)
第二节 紫外 - 可见光谱分析法	(87)
第三节 分子荧光光谱法	(95)
第四节 红外吸收光谱法	(104)
第五节 核磁共振波谱法	(122)
第六节 质谱法	(138)
第三章 有机化合物鉴别与鉴定	(157)
第一节 有机化合物的鉴别	(157)
第二节 有机化合物的鉴定	(160)
第三节 有机化合物的性质实验	(165)
第四章 有机化学操作及合成实验	(186)

实验 1	熔点测定及温度计校正	(186)
实验 2	沸点的测定	(193)
实验 3	简单蒸馏及分馏	(194)
实验 4	水蒸气蒸馏	(200)
实验 5	减压蒸馏	(205)
实验 6	重结晶及过滤	(211)
实验 7	正丁醚的制备	(219)
实验 8	乙酸乙酯的制备	(222)
实验 9	环己酮的制备	(224)
实验 10	正溴丁烷的制备	(227)
实验 11	对氨基苯磺酸的制备	(230)
实验 12	乙酰水杨酸(阿司匹林)的合成	(233)
实验 13	呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	(236)
实验 14	甲基橙	(239)
实验 15	菠菜色素的提取和分离	(242)
实验 16	咖啡因的提取	(246)
实验 17	黄连素的提取	(250)
实验 18	胡椒碱的提取	(253)
实验 19	2, 4 - 二氯苯氧乙酸	(256)
实验 20	透明皂的制备	(261)
实验 21	微波辐射合成正溴丁烷	(263)
实验 22	微波辐射合成乙酰苯胺的制备	(266)
实验 23	微波辐射合成乙酸乙酯的制备	(269)
实验 24	微波辐射合成肉桂酸	(271)
实验 25	微波辐射合成 β -萘甲醚	(274)
实验 26	由苯甲醛经辅酶催化制备安息香	(275)
实验 27	微波辐射合成二苯乙二酮	(278)
实验 28	微波辐射合成苯甲醛肟	(280)

实验 29	超声波辐射下的苯甲醛歧化反应	(282)
实验 30	三苯甲醇的合成	(284)
实验 31	2-甲基-1-苯基-2-丙醇的合成	(287)
实验 32	苯亚甲基苯乙酮的合成	(289)
 第五章 实验室废液处理与试剂纯化		(291)
第一节	废有机溶剂的回收	(291)
第二节	一些有机废液的处理	(293)
第三节	常用有机溶剂的纯化	(295)
 参考文献		(321)

第一章 微型半微型有机化学实验基础

在本章中，我们将简单介绍微型半微型有机化学实验的有关基础知识。这些必备的基础知识包括有机化学实验守则以及实验前应了解的安全知识，还包括有机化学实验报告的基本格式，实验中遇到有关问题时的常用化学手册查阅与文献检索途径。另外在本章中我们将学习有机化学实验的基本操作技能，包括加热、冷却、萃取、干燥等等。

最后我们还对有机化学实验中常用的一些基本设备作一简单介绍。

第一节 有机化学实验守则

1. 实验前应认真预习实验教材，明确实验目的和基本原理，写出实验步骤、方法（程序、线路）和期待获取的实验现象、数据或其他结果（即预习报告），做到思路清晰，避免手忙脚乱。

2. 按照实验要求，端正、平稳地安装仪器，操作台尽量靠近排气口，及时排除实验中产生的废气。

3. 实验过程中，要认真规范操作，仔细观察，深入思考，认真写好实验中获得的实验现象、数据或其他结果的原始记录，不准大声喧哗，始终保持实验室安静。

4. 对于可能发生的安全隐患要采取严格的防范措施，易燃易爆物品应隔绝火源。实验中严禁吸烟和吃零食。与本次实验不

相干的仪器应装入仪器箱中，实验台面应始终保持整洁有序。

5. 公用实验台面的药品和器械不得随意挪动、带走和丢弃，以免影响其他同学取用。

6. 熟悉实验室环境，了解水、电、煤气的阀门位置及开关方法，掌握灭火、防护和急救的相关知识。

7. 实验教材中规定在实验做过后要回收的药品，都应倒入指定的回收瓶中，贵重药品在每次实验后必须回收，切勿遗弃，剧毒药品实验后的废液必须回收，决不准随意倒入水槽从下水道流走，以免污染环境，有毒废液必须经无毒处理后集中倒入废液贮罐。

8. 遵从教师的指导，做完实验后，应把原始记录交给教师检查，老师认可签字后，方可结束实验，离开实验室。

9. 实验完毕要认真清洗仪器，并把仪器和药物放回原处，废渣废液要按规定妥善处理，保持实验室内的清洁。

10. 要爱护公物，如有损坏仪器及污染药品，必须立即报告老师并且登记，若因不守纪律而造成损耗，要按情节轻重给予批评、处分及照价赔偿。

第二节 有机化学实验的安全知识

微型化学实验因其具有节省试剂用量、缩短实验时间、降低环境污染、能较好地体现“绿色化学”和“环境友好化学”理念等特点，已逐渐成为化学教育界普遍关注的热点。它有利于培养学生严谨的科学态度、细致的实验作风、熟练的实验技能和较强的创新能力。由于微型实验与常量实验所遵循的化学原理和实验规律是相同的，所以无论是常量实验还是微型实验，都将涉及一些共同的有机化学实验的基础知识，比如实验室的安全知识、事

故的预防及处理、危险化学品的使用与保存、实验结果的处理等等。

化学实验室是一个容易发生危险的工作地点，因此，在进入实验室之前，每位同学必须学习有机化学实验室的安全守则和规章制度，树立安全第一的思想，切忌麻痹大意。应充分预习，认真操作，严格遵守实验规则，加强安全管理、树立环保意识，并熟悉实验中用到的药品和仪器的性能，确保人身和实验室的安全，确保顺利地完成实验。

一、一般注意事项

1. 实验开始前，一定要认真阅读实验内容，提前预习，理清实验思路。

2. 一定仔细检查仪器是否正常，掌握正确安装仪器的方法，并弄清水、电、气的管线开关和标记，保持清醒头脑，避免违规操作。

3. 对待所有药品一定要小心仔细。了解实验中使用的药品的性能和有可能引起的危害及相应的注意事项。各种药品都需要妥善保管，不得随意遗弃和丢失。对于实验中的废气、废渣、废液，要按环保规定处理，不能随意排放。有机废液应集中收集处理，尽可能回收利用，树立环境保护意识和绿色化学理念。

4. 一定要注意观察实验现象，认真思考，如实记录，并经常注意反应是否正常，有无碎裂和漏气的情况，及时排除各种事故隐患。

5. 一定要穿着合理（穿工作服），必要时采用防护措施进行操作，如戴防护手套、眼镜、面罩等，有的实验应在通风橱内进行。

6. 在进行常压蒸馏、回流和一般的化学反应时，禁止用密闭体系操作，一定要保持反应体系与大气相连通。

7. 一定要熟悉灭火消防器材的存放位置和正确的使用方法。
8. 实验结束后, 一定要关闭所有的水、电、气及实验室门窗, 防止其他意外事故的发生。
9. 严禁在实验室中吸烟、喝水和吃食物。
10. 严禁吸入和品尝药品。
11. 严禁在实验室内大声喧哗或奔跑, 影响他人做实验。
12. 严禁做未经批准的实验。

二、事故的预防、处理和急救

1. 割伤

做实验时, 手被碎玻璃割伤是很常见的事。造成的割伤原因很多, 如装配仪器时用力过猛或装配不当, 装配仪器时用力处远离连接部位, 仪器口径不合而勉强连接, 玻璃折断面未烧圆滑、有棱角等因素都会造成割伤。预防被玻璃割伤, 必须相应地注意以下几点: 正确使用操作技术, 注意仪器的配套, 玻璃管(棒)切割后, 断面应在火上烧熔以消除棱角。

如果不慎发生割伤事故, 需要及时处理。首先要用清水冲洗伤口, 除去残留的化学药品和玻璃碴, 然后再涂上红药水, 撒上止血粉用纱布包扎好。如伤口较大或割破了主血管, 则应用力按住主血管, 防止大出血, 及时送医院治疗。

2. 着火

有机溶剂、气体和一些易挥发物都很容易着火。操作时必须注意, 不能用烧杯或敞口容器盛装易燃物直接加热, 应根据实验要求及易燃烧物的特点选择热源, 注意远离明火; 注意室内通风, 及时排出室内的有机物蒸气, 尽量防止或减少易燃的气体外逸; 不要将易燃及易挥发物倒入废液缸内, 要专门对其进行回收处理, 或将少量的倒入水槽用水冲走; 不要在实验室存放大量易燃物, 注意防止煤气管道、阀门漏气。

具体防火注意事项如下：

(1) 在操作易燃溶剂时，应远离火源，切勿将易燃溶剂放在敞口容器内用明火加热或放在密闭容器中加热。

(2) 在进行易燃物质实验时，应先将酒精等易燃物质搬开。

(3) 蒸馏易燃物质时，装置不能漏气，接受器支管应与橡皮管相连，使余气通往水槽或室外。

(4) 回流或蒸馏液体时应放沸石，不要用火直接加热烧瓶，而应根据液体沸点高低使用石棉网、油浴、沙浴或水浴，且冷凝水要保持畅通。

(5) 切勿将易燃溶剂倒入废液缸中，更不能将敞口容器放易燃液体。倾倒易燃液体时应远离火源，最好在通风橱中进行。

(6) 油浴加热时，应绝对避免水滴溅入热油之中。

(7) 酒精灯用毕应立即盖火。避免使用灯颈已破损的酒精灯。切忌斜持一只酒精灯到另一只酒精灯上去接火。

实验室如果发生了火灾事故，应沉着镇静、及时采取措施，防止火势扩大。首先，立即熄灭附近所有的火源，切断电源，移开未着火的易燃物。然后，根据易燃物的性质和火势设法扑灭。但不可将燃烧物抱着往外跑，因为跑动时空气流通更快，火会烧得更猛。常用的灭火措施有以下几种，使用时要根据火势的强弱、燃烧物的性质、周围环境和现有条件等进行选择。

(1) 石棉布：适用于小火。用石棉布盖上以隔绝空气，就能灭火。如果火很小，用湿抹布或石棉板盖上即可。

(2) 干沙土：沙土一般装于沙箱或沙袋内，只要抛撒在着火物体上就可灭火。适用于不能用水扑救的燃烧，且应该用干沙土，但对火势很猛、面积很大的火焰欠佳。

(3) 水：是常用的救火物质。它能使燃烧物的温度下降，但由于溶剂与水不相溶，比水轻，水浇上去后，溶剂会漂在水面上，扩散开来继续燃烧，故一般有机物着火不适宜用水灭火。只

有当燃烧物与水互溶，或用水不造成其他危险时方可用水灭火。在溶剂着火时，先用泡沫灭火器把火扑灭，再用水降温是有效的救火方法。

(4) 泡沫灭火器：是实验室常用的灭火器材。使用时，把灭火器倒过来，将火喷灭。由于灭火时可以生成二氧化碳及泡沫，故可使燃烧物与空气隔绝而灭火，效果较好，适用于除电流起火以外的灭火。

(5) 二氧化碳灭火器：二氧化碳灭火器灭火后的危害小，特别适用于油脂、电器及其他较贵重的仪器着火时灭火。它是在小钢瓶中装入液态二氧化碳，使用时，一手提灭火器，一手握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上（不能手握喇叭筒，以免冻伤），打开开关，二氧化碳即可喷出以灭火。工厂和实验室都很适用，它不损坏仪器，不留残渣，对于通电的仪器也可使用。但应注意，金属镁燃烧不可使用二氧化碳灭火。

(6) 四氯化碳灭火器：四氯化碳沸点较低，喷出来后形成沉重而惰性的蒸气掩盖在燃烧物体周围，使燃烧物与空气隔绝而灭火。它不导电，适于扑灭带电物体的火灾。但应注意，四氯化碳在高温时会分解出有毒气体，因此在不通风的地方最好不用。另外在有钠、钾等金属存在时也不能使用，否则有引起爆炸的危险。

实验室常用的灭火器有二氧化碳灭火器及四氯化碳和泡沫灭火器等，不管用哪一种灭火器都是从火的周围开始向中心灭火。必须指出，四氯化碳和泡沫灭火器虽然都具有较好的灭火性能，但由于前者可生成剧毒的光气、污染严重，后者在后处理方面比较麻烦，因此，一般只有在不得已的情况下才会使用。除了以上几种常用的灭火器外，近年来还出现了多种新型的高效能灭火器。如 1211 灭火器，它是在钢瓶内装入氟—氯—溴甲烷作为灭火剂，灭火效率很高；又如干粉灭火器是将二氧化碳和一种干粉

剂配合起来使用，灭火速度很快。

(7) 水蒸气：在有水蒸气的地方可把水蒸气对着火场喷，也能达到隔绝空气发挥灭火的作用。

(8) 石墨粉：当钾、钠或锂着火时，不能用水，泡沫、二氧化碳、四氯化碳等灭火器灭火，应采用石墨粉扑灭。

(9) 电路或电器着火时，扑救的关键首先是要切断电源，防止事态扩大。其次用四氯化碳和二氧化碳灭火器灭火。

在着火和救火时，若发生衣服着火，千万不要乱跑，这会导致空气的迅速流动而加剧燃烧。正确的做法是，立即躺在地上滚动，一方面可压熄身上的火苗，另一方面也可避免火烧到头部。同时应立即脱下衣服，如果符合用水灭火的原则，应该立即用大量水进行灭火。

3. 爆炸

在进行化学实验时，由于一些药品与其他物质反应过于猛烈，仪器堵塞、装配不当或选用不耐压的仪器，违章使用易燃易爆物等原因都有可能引起爆炸。为了防止爆炸事故的发生，在使用易燃易爆物时，应特别小心，严格按操作规程办事或根据不同情况采取冷冻和控制加料速度，必要时还可设置防爆屏等等。常压操作时，要经常检查仪器装置的各部分有无堵塞现象，切勿在封闭系统内进行加热或反应。减压蒸馏时，不使用机械强度小的仪器（如锥形瓶、平底烧瓶、薄壁试管等），必要时，要戴上防护面罩或防护眼镜。

4. 中毒

化学药品大多具有不同程度的毒性，因此，要尽量在通风橱中使用，应尽可能避免有机物蒸气扩散到实验室内，处理有毒或腐蚀性物质时，还应戴上防护用品，在实验完毕后应立即采取适当方法处理沾染有毒物质的仪器和用具，破坏或消除其毒性；称量任何药品都应使用工具，不得用手直接接触，避免药品直接