

高职高专
教材

有机化学实验

◎ 周志高 编



化学工业出版社
教材出版中心

(京) 新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验/周志高编. —北京: 化学工业出版社,
2000

高职高专教材

ISBN 7-5025-3070-3

I. 有… II. 周… III. 有机化学—化学实验—高等教
育: 技术教育—教材 IV. 062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2000) 第 79761 号

有机化学实验

周志高 编

责任编辑: 梁虹

责任校对: 顾淑云

封面设计: 田彦文

*

化学工业出版社 出版发行
教材出版中心

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

发行电话: (010) 64982530

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

北京市彩桥印刷厂印刷

北京市彩桥印刷厂装订

开本 850 毫米×1168 毫米 1/32 印张 5 1/2 字数 140 千字

2001 年 1 月第 1 版 2003 年 8 月北京第 4 次印刷

ISBN 7-5025-3070-3/G·793

定 价: 10.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

前 言

《有机化学实验》是有机化学课程的一个重要组成部分,实验教学对于人才的综合素质培养有着重要的意义。通过有机化学实验的学习,可以加深对有机化学基本理论与概念的理解,进一步熟悉各类有机化合物的性质,掌握有机化学实验的基本操作与单元操作的技能,学习预防与处置化学实验事故的方法,包括正确使用与处置化学危险品的方法。

本书的主要内容为有机化学实验基础知识,基本操作与有机合成实验等三部分。有机化学基本操作实验结合在有机合成实验中进行。为了使初学者牢固地掌握有机化学实验基本操作技能,特将其中七个基本操作单独安排实验。对于熔点、沸点与折射率实验,列有相应的国家标准(GB)可供参考。14个有机合成实验中,均附有产品的理化性质,标准红外光谱图,安全提示,实验操作步骤的详细注解说明以及拓宽初学者合成思路的其他制备方法。在各个合成实验的课前预习作业中,有填写化合物的理化性质、投料量与投料摩尔比以及填空完成流程图等作业,以利于加深对实验原理的理解,保障实验的顺利进行。书后还有常用数据等附录,表格索引和化合物索引,便于读者查阅。

本书为化学、生物化工、石油化工、医药、化纤、纺织、轻工、材料、环保等专业用实验教材,也可供师范、农、林等其他专业的教学人员以及化工、轻工等工厂的生产技术人员或技术工人参考。

承蒙天津大学高鸿宾教授审阅本书的初稿,提出许多有益的建议,在本书的编写过程中,也得到他的帮助,在此表示衷心的感谢。

编者

内 容 提 要

全书由有机化学实验基础知识、基本操作实验(13个)、有机合成实验(14个)等三部分内容组成,书末附有附录(包括索引)。书中阐述了有机化学实验的原理、方法、操作经验及各种实用技术,列有充足的数据、图表、插图、注解及参考文献,引用相应的国家标准与化学物质登记号。有机合成实验还附有预习作业——填写数据与流程图可供练习,以提高学习效果。本书内容新颖,联系实际紧密,信息量大,可读性强。

本书是化学、生物化工、石油化工、医药、化纤、纺织、轻工、材料、环保等专业用实验教材,也可供师范、农、林等院校的师生以及相应专业的生产或工艺研究人员参考。

目 录

第1章 有机化学实验基础知识	1
1.1 有机化学实验的地位、目的、重要性与学习方法	1
1.1.1 有机化学实验与理论教学的关系	1
1.1.2 有机化学实验的目的	1
1.1.3 有机化学实验的重要性	2
1.1.4 有机化学实验的学习方法	2
1.2 有机化学实验常用玻璃仪器	2
1.2.1 普通玻璃仪器	3
1.2.2 标准磨口玻璃仪器	5
1.2.3 玻璃仪器的干燥	9
1.2.4 磨口玻璃仪器的保养	10
1.2.5 仪器的装配	11
1.3 化学试剂	12
1.3.1 化学试剂纯度的分类和规格	12
1.3.2 化学试剂的使用	13
1.3.3 化学危险品的分类	14
1.3.4 化学药品的贮藏	14
1.3.5 化学危险品的申购与运输	15
1.4 实验室事故的预防与处理	15
1.4.1 防止玻璃的伤害	16
1.4.2 预防化学药品的灼伤与急救	16
1.4.3 防火与灭火	17
1.4.4 防止爆炸	18
1.4.5 安全用电	19
1.4.6 防止中毒	20
1.5 有机化学实验记录与实验报告	20
1.5.1 有机化学实验记录	20

1.5.2 有机化学实验报告	22
第2章 有机化学实验的基本操作	24
2.1 加热与冷却	24
2.1.1 加热	24
2.1.2 冷却与冷却剂	25
2.2 干燥与干燥剂	27
2.2.1 气体的干燥	27
2.2.2 液体的干燥	28
2.2.3 固体的干燥	30
2.3 过滤	32
2.3.1 过滤介质	32
2.3.2 减压过滤	34
2.3.3 热过滤	36
2.4 萃取和洗涤	38
2.4.1 原理	38
2.4.2 操作	40
2.5 重结晶——基本操作实验之一	42
2.5.1 原理	43
2.5.2 装置与操作	43
2.5.3 实验	45
2.6 升华	46
2.6.1 原理	47
2.6.2 装置与操作	47
2.7 熔点的测定——基本操作实验之二	48
2.7.1 原理	48
2.7.2 装置与操作	49
2.7.3 玻璃温度计的校正	52
2.7.4 实验	53
2.8 蒸馏——基本操作实验之三	54
2.8.1 原理	55
2.8.2 装置与操作	56
2.8.3 实验	58
2.9 分馏——基本操作实验之四	59

2.9.1	原理	59
2.9.2	装置与操作	60
2.9.3	实验	61
2.10	水蒸气蒸馏——基本操作实验之五	61
2.10.1	原理	62
2.10.2	装置与操作	63
2.10.3	实验	65
2.11	减压蒸馏——基本操作实验之六	66
2.11.1	原理	66
2.11.2	装置与操作	66
2.11.3	实验	70
2.12	折射率测定——基本操作实验之七	71
2.12.1	原理	71
2.12.2	装置与操作	72
2.12.3	实验	73
2.13	红外吸收光谱	74
2.13.1	原理	74
2.13.2	有机化合物的红外吸收特征频率	76
2.13.3	红外光谱测试样品的准备	77
2.13.4	有机化合物的红外光谱图解析	78
第3章	有机合成实验	80
3.1	如何学习有机合成实验	80
3.1.1	深刻理解实验的反应原理	80
3.1.2	掌握安装与使用实验中的反应装置	80
3.1.3	熟悉有机合成反应的主要反应条件	80
3.1.4	后处理——分离提纯	82
3.1.5	反应产物的结构确认	82
3.2	有机化合物的制备	82
3.2.1	1-溴丁烷	82
3.2.2	乙醚	88
3.2.3	环己烯	94
3.2.4	乙酸乙酯	98
3.2.5	乙酸正戊酯	103

3.2.6	乙酰苯胺	107
3.2.7	季戊四醇	111
3.2.8	对甲基苯磺酸钠	116
3.2.9	己二酸	120
3.2.10	苯甲酸和苯甲醇	123
3.2.11	双酚 A	129
3.2.12	对硝基苯胺	133
3.2.13	间硝基苯胺	138
3.2.14	间硝基苯酚	143
附录		149
附录 1 常用元素相对原子质量表(1993)		149
附录 2 常用酸碱溶液的相对密度和浓度		149
附录 3 不同温度时水的饱和蒸气压		153
参考文献		154

第1章 有机化学实验基础知识

1.1 有机化学实验的地位、目的、重要性与学习方法

1.1.1 有机化学实验与理论教学的关系

有机化学课程的教学内容包括有机化学理论教学和实验教学两个不可分割的部分。它们处于并重的地位，是相辅相成、相互促进、相互推动的关系。有机化学实验课可视为有机化学理论知识教学的一个应用与验证过程，是理论知识的一个形象化与深化的过程。只“掌握”有机化学理论教学的一些内容，若不重视或没有接受过有机化学实验的训练，则其“掌握”的有机化学知识显然是抽象的，难以具备处理或解决实际问题的能力。显然，过多地减少有机化学实验的教学时数与内容，不能真正学到有机化学实验的重要基础知识与实验技能，不利于人才的培养，应加以防止。因此，有机化学的理论教学与实验教学时数应当有一个恰当的，合理的比例。

1.1.2 有机化学实验的目的

有机化学实验教学是有机化学教学的一个重要的组成部分，实验教学对于人才综合素质的培养有重要的意义。它的主要目的是：

- (1) 深入理解有机化学基本理论与概念；
- (2) 进一步熟悉各类有机化合物的重要性质；
- (3) 掌握有机化合物一些基本操作技能与若干单元操作的实验技能；
- (4) 学习预防与处置化学实验事故的方法，以及正确使用与处置教学中所涉及的一些化学危险品；
- (5) 培养实验者的化学实验的工作能力，养成良好的实验作风与习惯；
- (6) 学习有机化学的科学研究的工作方法，培养严谨的科学精神。

1.1.3 有机化学实验的重要性

有机化学学科正在迅猛地发展,目前有机化合物数目已达数百万种,其中有相当数量是人工合成的。虽然不同的有机化合物的制备要采用不同的合成路线、不同的方法,但是常常会用到有机化学实验基本操作技术和有机合成单元操作反应,例如,蒸馏、分馏、水蒸气蒸馏、减压蒸馏、结晶、层析、硝化、卤化、磺化、酯化、乙酰化等。在结构测试方面,常用红外光谱、紫外光谱、核磁共振谱、质谱等技术。

化工新产品的开发与应用、工业三废处理、生产技术攻关、安全生产、火灾与爆炸事故的分析等,均与有机化学理论知识和实验知识的应用有关。所以,有机化学实验知识,在化工的科研与生产,安全工程等方面均有广阔的应用前景。

1.1.4 有机化学实验的学习方法

(1) 认真预习,完成作业

结合理论教学和实验教材的相关内容,完成实验项目中的预习内容,把实验记录中的反应装置图做好。如能进一步阅读书中所列参考文献,深入了解有关实验内容,则实验前的准备工作较为充分。

(2) 认真操作,仔细观察,详细记录,一丝不苟

实验者要亲手完成每项操作,逐步提高实验技能。不要请人代劳,自己成为“实验旁观者”。要仔细观察与比较实验现象,并作如实的记录。实验时间有时较长,要始终如一地认真完成全部实验工作。

(3) 写好实验报告

撰写实验报告是实验教学的最后一个环节。写好实验报告是对实验深化认识的过程,也是对今后撰写科学论文的初步训练。关于如何写好报告,详见1.5节内容。

1.2 有机化学实验常用玻璃仪器

有机化学实验室进行实验教学所用的仪器,主要是玻璃仪器,其中有普通的玻璃仪器和标准磨口玻璃仪器,可以在不同的场合与时间使用。对于常用玻璃仪器,实验者应熟知其名称与功能,并学会正确使用、清洗、干燥与保管方法。

1.2.1 普通玻璃仪器

在有机化学实验中,常用的普通玻璃仪器如图 1-1 所示。图中一些在无机化学实验中已使用过的仪器,不再赘述。现重点做以下介绍。

(3) 圆底烧瓶:盛装液体。可进行加热、冷却、蒸馏、水蒸气蒸馏等操作。

(5) 三口烧瓶:盛装液体。可进行加热、冷却、蒸馏、水蒸气蒸馏。尤其适合于作有机合成的反应器,中间口安装机械搅拌器,其余两个口可装温度计、滴液漏斗等。

(7) 蒸馏烧瓶:盛装液体。用于蒸馏操作。

(8) 克氏蒸馏烧瓶:盛装液体。用于减压蒸馏操作。

(9) 抽滤瓶:用于减压过滤操作。

(11) 布氏漏斗:用于减压过滤操作,与抽滤瓶配套,组成减压过滤操作系统。

(13) 分液漏斗:用于分离密度不同的两相(或多相)液体混合物,应用在洗涤或萃取操作中。

(14) 滴液漏斗:用于滴加液体。注意仪器构造上与分液漏斗的差别及功能上的差别。

(15) 直形冷凝管:蒸馏操作用。

(16) 球形冷凝管:因其冷却面积比直形冷凝管大,常用于回流操作。

(17) 空气冷凝管:蒸馏操作用。在液体沸点 $>140^{\circ}\text{C}$ 进行蒸馏操作时,应选用空气冷凝管。

(18)、(19) 接液管:(18) 接液管用于蒸馏、分馏、水蒸气蒸馏操作。(19) 接液管用于减压蒸馏操作,接液管的支管连接抽真空系统。

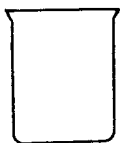
(20) Y 形管:用作有机合成反应装置中的加料管。适宜于同时加入两种不同的物料。有时一个管口还可插入温度计以测量反应温度。

(21) 熔点测定管:用于测定固体物质的熔点。

(22) 分水器:用于将有机反应中生成的水不断地分离出去。安装在有机反应装置中。



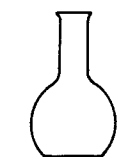
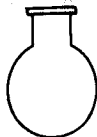
(1) 试管



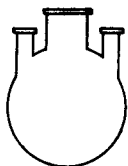
(2) 烧杯



(3) 圆底烧瓶



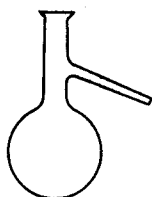
(4) 平底烧瓶



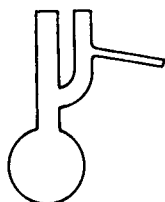
(5) 三口烧瓶



(6) 锥形瓶



(7) 蒸馏烧瓶



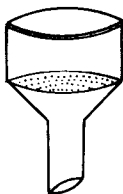
(8) 克氏蒸馏烧瓶



(9) 抽滤瓶



(10) 抽滤管



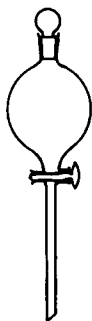
(11) 布氏漏斗



(12) 热水漏斗



(13) 分液漏斗



(14) 滴液漏斗

(15) 直形
冷凝管(16) 球形
冷凝管(17) 空气
冷凝管

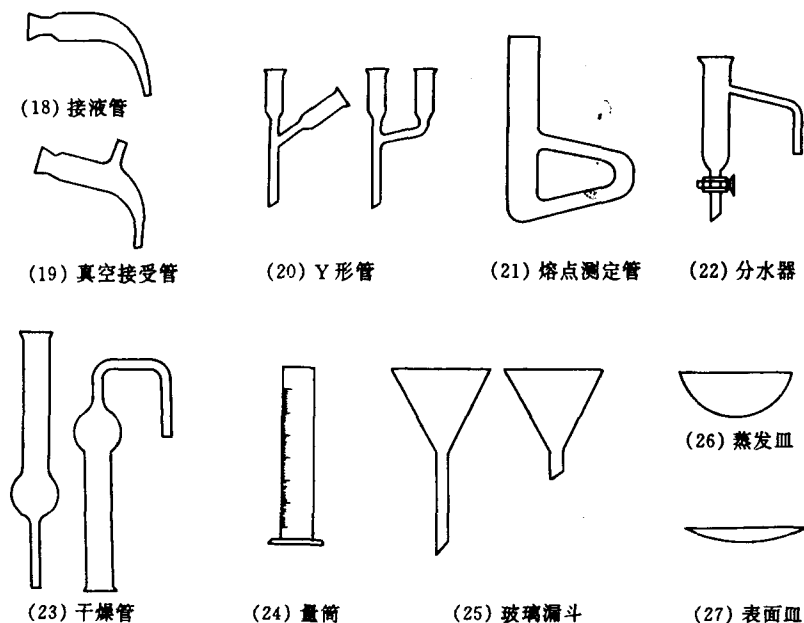


图 1-1 普通玻璃仪器

(23) 干燥管：内装干燥剂。用于防止外界空气中的潮气进入反应体系。

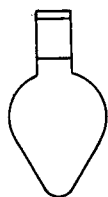
1.2.2 标准磨口玻璃仪器

目前在有机化学实验中广泛使用的标准磨口玻璃仪器，因为可以使用同一编号的磨口标准，所以仪器的互换性、通用性强，安装与拆卸方便，仪器的利用率高。利用不多的器件，可组合成多种功能的实验装置，提高工作效率，节省时间。同时还可避免因使用橡皮塞（或软木塞）而引起的污染反应体系的弊病。

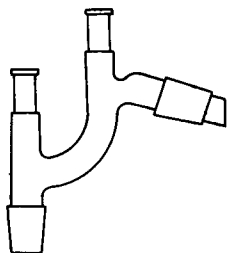
1.2.2.1 常用的标准磨口玻璃仪器

在有机化学实验室中，常用的标准磨口玻璃仪器见图 1-2。

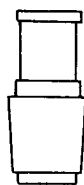
图中在标准磨口玻璃仪器中，没有蒸馏烧瓶与克氏蒸馏烧瓶。可以用蒸馏头(7)与烧瓶(1)或(4)组装成蒸馏烧瓶，用(2)分馏头与(1)或



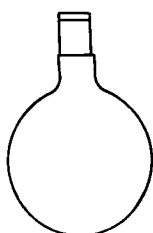
(1) 梨形烧瓶



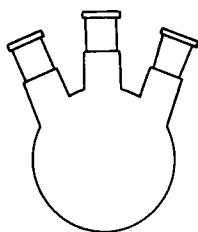
(2) 分馏头



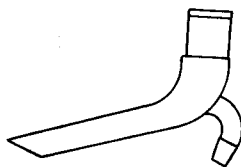
(3) 大小接头



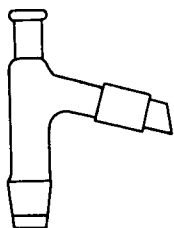
(4) 短颈圆底烧瓶



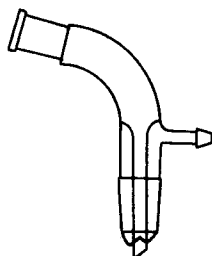
(5) 斜三颈烧瓶



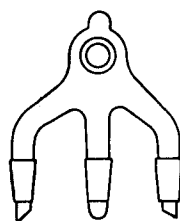
(6) 接受管(具小嘴)



(7) 蒸馏头



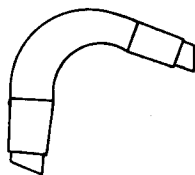
(8) 真空接受管



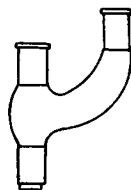
(9) 三叉接受管



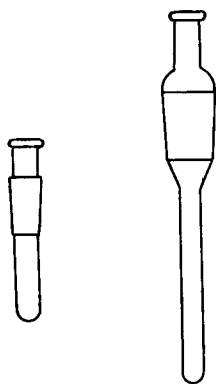
(10) 弯形干燥管



(11) 蒸馏弯头 75°



(12) 二口接管



(13) 温度计套管



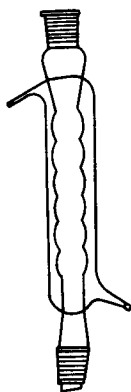
(14) 螺口接头



(15) 搅拌器套管



(16) 直形冷凝管



(17) 球形冷凝管



(18) 空气冷凝管



(19) 韦氏分馏柱

图 1-2 常用标准磨口玻璃仪器

(4) 烧瓶组装成克氏蒸馏烧瓶。

把温度计套管(13)与(2)、(5)组合,在套管(13)内注入传热介

质——液体石蜡，将温度计放入(13)管内，可间接测量温度(温度计的读数，经过换算后才是实际温度)。用螺口接头(14)代替(13)，可直接测量温度。

大小头接口(3)的功能是可以将不同磨口编号的仪器连接在一起。其磨口部位的外磨面与磨口的内磨面，具有不同的磨口编号，适当配置不同磨口规格的接口，可以组合装配不同磨口编号的玻璃仪器，以适合反应的需要。

接受管(6)与(8)的差异在于，(6)用于普通蒸馏，(8)用于减压蒸馏操作，其尾部具有突出支管，可连接真空泵抽真空用。

1.2.2.2 标准磨口玻璃仪器的磨口规格

标准磨口玻璃仪器的各连接部分，均按统一标准制造，因此具有标准化、通用化和系列化的特点。表 1-1 是教学常用标准磨口玻璃仪器的磨口规格。

表 1-1 磨口规格

编 号	10	12	14	19	24
磨口锥体大端直径/mm	10.0	12.5	14.5	18.8	24.0

1.2.2.3 玻璃仪器的清洗

化学实验用的玻璃仪器，在实验结束后应立即清洗。久置不洗会使污物牢固地粘附在玻璃表面，造成事后清洗的困难。实验者应养成及时清洗、干燥玻璃仪器的好习惯。

玻璃仪器的清洗方法应根据所进行实验的性质、污物量或污染程度而定。最常用的方法是用毛刷沾少许洗衣粉或去污粉轻擦玻璃仪器的内外，再用水淋洗干净即可。要注意毛刷的顶部，若已经秃了，露出铁丝，需及时更换。因为用秃毛刷清洗仪器，戳穿烧瓶、烧杯、试管等仪器之事时有发生。

对于粘性或焦油状残迹等，用一般方法不容易清洗干净，可用少量有机溶剂（可以是单一或者是混合溶剂）浸泡一段时间，浸泡时间的长短，视粘着物溶解情况而定。待粘着物溶解后，再将溶剂倒回有

盖的溶剂回收瓶内，然后再用清水冲洗干净。丙酮、乙醚、乙醇、氯仿、二氯乙烷等是常用的有机溶剂。其中前三种易燃，在使用时应远离明火，注意操作的安全性。

对于难洗的酸性粘着物或焦性物质，可用稀碱溶液煮洗，其用量以盖没粘着物为宜。待粘着物溶解后，倒出稀碱溶液，玻璃仪器用水冲洗干净。以同样方法，可用稀硫酸溶液清洗碱性残留物。

用洗涤剂清洗玻璃仪器，可以代替重铬酸钾和浓硫酸配制成的铬酸洗液。使用洗涤剂清洗可消除在配制与使用铬酸洗液时带来的危险性。

1.2.3 玻璃仪器的干燥

在玻璃仪器经过认真清洗后，都要进行干燥处理，使待用的玻璃仪器时时处于干燥、清洁的状态。这是因为许多有机反应都要求在无水溶剂中进行，若从反应容器或其他器具中混入水分，将导致实验的失败。

1.2.3.1 自然干燥

将经过清洗后的玻璃仪器倒置，或者倒插在木质玻璃仪器架上，让其自然干燥，可供下次实验时用。但对于一些有机反应（如格利雅试剂的制备）必须是绝对无水的，所以必须进行下面的烘干处理。

1.2.3.2 烘箱干燥

用电烘箱（或鼓风电烘箱）进行干燥是经常采用的一种干燥方法。将经过1.2.3.1节处理的玻璃仪器，或将经过清洗后的玻璃仪器倒置流去表面水珠后，再送入烘箱内干燥。注意，不能将有刻度的容量仪器如量筒、量杯、容量瓶、移液管、滴定管进入烘箱内烘干，也不能将吸滤瓶等厚壁器皿进行烘干。有磨口的玻璃仪器如滴液漏斗、分液漏斗等，应将磨口塞、活塞取下，将其油脂擦去并经洗净后再烘干，因漏斗的活塞不能互换，烘干时不要配错。

在从电烘箱中取出玻璃仪器时，应待烘箱温度自然下降后取出。如因急用，在烘箱温度较高时取出玻璃仪器时，应将玻璃仪器在石棉网上放置，慢慢冷却至室温。不要将温度较高的玻璃仪器与铁质器皿等冷物体直接接触，以免损坏玻璃器皿。