

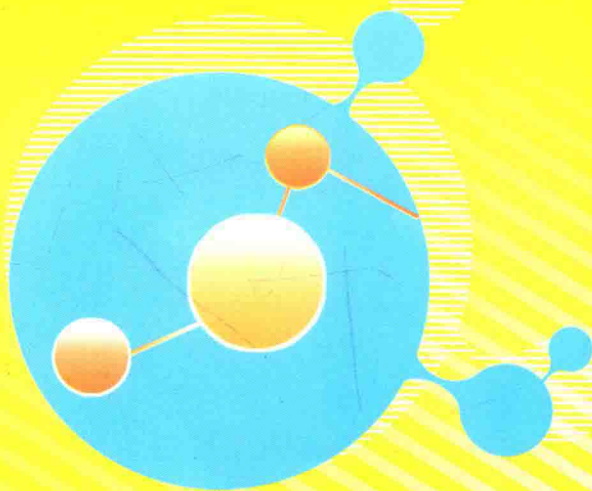


普通高等教育农业部“十二五”规划教材
全国高等农林院校“十二五”规划教材

有机化学实验

Organic chemistry experiment

黄长干 徐翠莲◎主编



 中国农业出版社

普通高等教育农业部“十二五”规划教材
全国高等农林院校“十二五”规划教材

有机化学实验

黄长干 徐翠莲 主编



中国农业出版社 ◀

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验 / 黄长干, 徐翠莲主编. —北京:
中国农业出版社, 2013. 7

普通高等教育农业部“十二五”规划教材 全国高等
农林院校“十二五”规划教材

ISBN 978-7-109-17941-7

I. ①有… II. ①黄… ②徐… 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 (2013) 第 124211 号

中国农业出版社出版

(北京市朝阳区农展馆北路 2 号)

(邮政编码 100125)

策划编辑 曾丹霞

文字编辑 曾丹霞

北京中兴印刷有限公司印刷 新华书店北京发行所发行

2013 年 7 月第 1 版 2013 年 7 月北京第 1 次印刷

开本: 720mm×960mm 1/16 印张: 9.75

字数: 160 千字

定价: 18.50 元

(凡本版图书出现印刷、装订错误, 请向出版社发行部调换)

主 编 黄长干 徐翠莲

副主编 白靖文 褚明杰

熊万明

参 编 万郑凯 邓昌晞

甘小平 刘长相

刘春红 沈 玥

陈金珠 吴苏琴

聂旭亮 黄建平

彭大勇

前 言

为了适应新世纪农业科学的发展和高等农林院校教育的需要,使学生能更加系统地掌握有机化学理论知识,了解当代科研成果,学会使用新的实验仪器、工具和实验手段,全面培养学生的自学能力和独立思维能力,从而提高学生的整体素质,我们精心设计编写了这本《有机化学实验》。

本书的特点是系统性与适用性相结合。编者对各实验内容力求做到原理叙述通俗易懂,操作切实可行,并且采用常规常量法与微型微量法相结合的方法。本书编排新颖,图文并茂。

本书主要包括七个部分,结合农业院校学科特点,共选编了 31 个实验,可供高等农林院校农、林、水产、食品、生物等相关专业使用,也可作为函授生、农业科技工作者的参考用书。

参加本书编写的有安徽农业大学褚明杰、甘小平(实验一、四、十一、二十二、第一部分之五),东北农业大学白靖文、刘春红、沈玥(实验二、三、二十一、二十三、二十四、二十六、二十七),河南农业大学徐翠莲、万郑凯(实验十三、十五、十七、十八、十九、二十五)以及江西农业大学黄长干、熊万明、陈金珠、吴苏琴、邓昌晞、聂旭亮、

刘长相、黄建平、彭大勇(编写其余内容)等老师。
最后由黄长干、徐翠莲审稿、定稿。

本书的编写和出版得到了各编者所在学校领导和有机化学教研室老师的大力支持,同时也引用了其他学者的相关著述,在此表示衷心的感谢。

由于编者水平有限,书中不妥之处,敬请批评指正。

编 者

2013年5月

目 录

前言

第一部分 有机化学实验的基础知识	1
一、有机化学实验室规则	1
二、有机化学实验室的安全知识	2
三、常用玻璃仪器简介及玻璃加工	5
四、有机化学反应实施方法	12
五、计算机在有机化学实验中的应用	18
六、实验预习、记录与实验报告	21
第二部分 有机化学实验的基本操作	23
一、蒸馏	23
二、萃取	29
三、升华	32
四、重结晶	34
五、色谱法	36
实验一 普通蒸馏和分馏	39
实验二 纸色谱法鉴定氨基酸	41
实验三 熔点和沸点测定	42
实验四 重结晶提纯苯甲酸	46
实验五 折射率的测定	48
实验六 旋光度的测定	52
实验七 柱层析分离 β -胡萝卜素	56
第三部分 有机化合物的性质实验	58
实验八 有机化合物的元素定性分析	58

实验九 有机化合物官能团性质实验	61
实验十 糖及蛋白质的性质实验	67
第四部分 有机化合物的制备	71
实验十一 环己烯的制备	71
实验十二 正溴丁烷的制备	73
实验十三 正丁醚的制备	75
实验十四 2-甲基-2-己醇的制备	77
实验十五 苯亚甲基苯乙酮的制备	79
实验十六 乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备	81
实验十七 香豆素-3-羧酸的制备	84
实验十八 扁桃酸的制备	86
实验十九 2,4-二氯苯氧乙酸	88
实验二十 肉桂酸的制备	90
实验二十一 己二酸的制备	92
实验二十二 乙酸乙酯的合成	94
实验二十三 乙酸丁酯的制备	97
实验二十四 乙酰苯胺的制备	99
实验二十五 三乙基苄基氯化铵的合成	101
第五部分 天然有机化合物的提取	103
实验二十六 从茶叶中提取咖啡碱	103
实验二十七 从烟草中提取烟碱	105
实验二十八 油料作物中油脂的提取和油脂的性质	107
实验二十九 从橘皮中提取果胶	110
实验三十 食用色素辣椒红素的提取及鉴定	111
第六部分 开放实验	114
实验三十一 有机化合物的分离、提纯与鉴别	114
第七部分 综合性设计实验	118
附录	125
附录一 常见元素的相对原子质量	125

附录二 酸碱指示剂的配制	126
附录三 乙醇水溶液的浓度与密度表	126
附录四 水的饱和蒸汽压表	127
附录五 溶液的配制	128
附录六 常用浓酸、浓碱的密度和浓度	130
附录七 常用酸碱溶液浓度与密度表	130
附录八 常见的共沸混合物	133
附录九 常用有机溶剂的沸点和折射率	134
附录十 常见糖类及其衍生物的比旋光度 $[\alpha]_D^{20}$	134
附录十一 常见氨基酸的比旋光度 $[\alpha]_D^{20}$	135
附录十二 易燃、易爆、有毒、致癌物质	135
附录十三 溶剂的纯化	137
 主要参考文献	 143

第一部分

有机化学实验的基础知识

一、有机化学实验室规则

有机化学是一门实验性很强的学科，实验在有机化学的学习中占有重要的地位。有机化学实验教学的目的是不仅是训练学生掌握有机化学实验的基本技能和基础知识，而且也是为了培养学生理论与实际相联系的作风，使学生能够验证有机化学中所学的理论，锻炼解决实验中所遇到问题的思维和动手能力。为了保证实验的正常进行、养成良好的实验习惯及培养严谨的科学态度，学生必须遵守下列实验室规则：

(1) 学生在进入实验室前必须认真阅读本部分(有机化学实验的基础知识)和附录十二(易燃、易爆、有毒、致癌物质)。了解实验室的安全、事故的预防和处理、常用药品的性质和仪器设备的应用范围。预习有关的实验内容，做好预习笔记。通过预习，要明确实验目的和要求，了解实验的基本原理，清楚实验所需药品的性质和仪器装置的使用方法，牢记实验操作中的注意事项。

(2) 进入实验室后，必须遵守实验室的纪律和各项规章制度。实验中不要大声喧哗，不乱拿乱放仪器药品，不将公物带出实验室，借用公物要自觉归还，损坏东西要如实登记，出了问题要及时报告。

(3) 实验操作要严格按照操作规程进行。实验进行时要思想集中、操作认真、不得擅自离开。同时仔细观察实验现象、积极思考，及时准确、实事求是地做好实验记录。

(4) 听从教师和实验室工作人员的指导，注意安全。若有疑难问题或发生意外事故时，要镇静、及时地采取应急措施，同时必须报告指导老师。

(5) 实验中和实验后都要保持实验室的整洁。实验时做到桌面、地面、水

槽和仪器“四净”。实验完毕，必须及时做好整理工作。清洗仪器并放到指定位置，处理废物，检查安全，做好记录并交给教师。待教师签字后方可离开实验室。

(6)尽可能做到节约。严格控制药品的用量，节约水、电等。

(7)做好值日工作。轮到值日的同学要负责整理好公用仪器和药品，打扫实验室，清理废物桶，并检查和关好水、电及门窗。

(8)写好实验报告。每次做完实验，必须认真写好实验报告，并交给指导老师。

二、有机化学实验室的安全知识

在有机化学实验中，经常使用易燃试剂(如乙醚、丙酮、乙醇、苯、乙炔和苦味酸等)，有毒试剂(如甲醇、硝基苯、氰化钠和某些有机磷化合物等)，有腐蚀性的试剂(如浓硫酸、浓盐酸、浓硝酸、溴和烧碱等)。这些药品若使用不当或不加小心，很可能发生着火、烧伤、爆炸、中毒等事故。此外，玻璃仪器、煤气、电气设备等使用不当或处理不当也会发生事故。因此，为了防止意外事故的发生，使实验顺利进行，要求学生除了严格按照规程操作外，还必须熟悉各种仪器、药品的性能和一般事故的处理等实验室安全知识。

(一) 实验时注意事项

(1)实验开始前，应认真进行预习，掌握实验操作；仔细检查仪器是否完整，仪器装置是否正确、平稳。

(2)熟悉实验室内水、电、煤气的开关，了解试剂和仪器的性能。

(3)实验中所用的药品，不得随意散失、遗弃，使用后必须放回原位。对反应中产生的有毒气体以及实验中产生的废液，应按规定处理。

(4)实验过程中，不得擅离岗位。实验室内严禁吸烟、饮食。

(5)熟悉使用各种安全用具(如灭火器、急救箱等)。

(6)实验进行中，要认真观察、思考，如实记录实验情况。

(7)进行有危险性的实验时应使用防护眼罩、面罩和手套等防护用具。

(二) 事故的预防和处理

1. 火灾 为避免发生火灾，必须注意以下方面：

对易挥发和易燃物，切勿乱倒，应专门回收处理。处理易燃试剂时，应该

远离火源，不能用烧杯等广口容器盛易燃溶剂，更不能用明火直接加热。实验室不得存放大量易燃物。仔细检查实验装置、煤气管道是否破损漏气。

实验室如果发生着火事故，应沉着镇静及时采取措施。首先，应立即关闭煤气，切断电源，熄灭附近所有火源，迅速移开周围易燃物，再用沙或石棉布将火盖熄。一般情况下严禁用水灭火。衣服着火时，应立即用石棉布或厚外衣盖熄。火势较大时，应根据具体情况选用合适的灭火器材进行灭火。实验室常备灭火器有下面三种：

二氧化碳灭火器。主要用于扑灭油脂、电器及其他贵重物品着火。

四氯化碳灭火器。主要用于扑灭电器内或电器附近着火。使用此灭火器时要注意，四氯化碳在高温下生成剧毒的光气，且与钠接触会发生爆炸，故不能在狭小和通风不良的实验室中使用。

泡沫灭火器。内含发泡剂的碳酸氢钠溶液和硫酸铝溶液。使用时，有液体伴随大量的二氧化碳泡沫喷出，因泡沫能导电，注意不能用于电器灭火。

不论使用何种灭火器灭火，都应从火的四周开始向中心灭火。

2. 爆炸 实验中，违章使用易燃易爆物，或仪器堵塞、安装不当及化学反应剧烈等均能引起爆炸。为了防止爆炸事故的发生，应严格注意下面几点：

某些化合物如过氧化物、干燥的金属炔化物等，受热或剧烈振动易发生爆炸，使用时必须严格按操作规程进行。

如果仪器装置不正确，也可能会引起爆炸。因此，常压操作时，安装仪器的全套装置必须与大气相通，不能形成密闭体系。减压或加压操作时，注意仪器装置能否承受其压力，装置安装完毕后，应做空白实验，实验中应随时注意体系压力的变化。

若遇到反应过于剧烈，致使某些化合物因受热分解，体系热量和气体体积剧增而发生爆炸，通常可用冷冻、控制加料等措施缓和反应。

3. 中毒 化学药品大多有毒，因此在实验中要注意以下几点，以防止中毒：

不能用手直接接触药品，特别是剧毒药品。使用完毕，应将药品严密封存，并立即洗手。

进行可能产生有毒或腐蚀性气体的实验时，应在通风橱内操作，也可用气体吸收装置吸收有毒气体。

所有沾染过有毒物质的器皿，实验完毕后，要立即进行消毒处理和清洗。

此外，装配仪器时，注意不要用力过猛；所用玻璃断面应烧熔，消除棱角，防止割伤；应避免皮肤直接接触高温和腐蚀性药品，以免灼伤。

(三) 急救处理

1. 玻璃割伤 若玻璃割伤为轻伤,应立即挤出污血,用消毒过的镊子取出玻璃碎片,再用蒸馏水洗净伤口,涂上碘酒或红药水,最后用绷带包扎或贴上创可贴。如果伤口较大,应立即用绷带扎紧伤口上部(靠近心脏的一边),以防止大量出血,急送医院治疗。若玻璃碎片入眼中,应用镊子移去,或者在盆中用清水冲洗,切勿用手揉动,然后送医院治疗。

2. 烫伤 若为轻伤,应在伤处涂玉树油或蓝油烃油膏;重伤者,涂以烫伤药膏后立即送医院治疗。

3. 灼伤 灼伤后应立即用大量水冲洗患处,再根据具体情况,选用下列方法处理,然后立即送往医院。

(1)酸、碱液或溴入眼中 若为酸液,水洗后用1%碳酸氢钠溶液冲洗;若为碱液,水洗后用1%硼酸溶液冲洗;对于溴液,则在水洗后用1%碳酸氢钠溶液冲洗,最后再用水冲洗。

(2)皮肤被酸、碱或溴液灼伤 若为酸液,水洗后用3%~5%碳酸氢钠溶液冲洗;若为碱液,水洗后用1%醋酸冲洗。最后均再用水冲洗,涂上烫伤油膏。若为溴液,用石油醚或酒精擦洗,再用2%硫代硫酸钠溶液洗至伤处呈白色,然后涂上甘油按摩。

(3)钠灼伤 可见的小块用镊子移去,其余与碱伤处理相同。

4. 中毒 化学药品大都具有不同程度的毒性,如果溅入口中尚未咽下应立即吐出,再用大量水冲洗口腔。如果已吞下或者不小心皮肤、呼吸道接触到有毒药品,则应视具体情况进行处理,并立即送医院。

(1)腐蚀性毒物 不论强酸或强碱,都应先饮用大量的温开水。对酸,再服氢氧化铝胶、鸡蛋白;对碱,则服用醋、酸果汁或鸡蛋白。不论酸或碱中毒,都要灌注牛奶,不要吃呕吐剂。

(2)刺激性及神经性毒物 可先服牛奶或鸡蛋白缓解,再用约30g硫酸镁溶于一杯水中服用催吐。也可用手指按压舌根促使呕吐,随即送医院。

(3)有毒气体 先将中毒者移到室外,解开衣领和纽扣。对吸入少量氯气或溴者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

为了及时处理事故,实验室中应备有急救药箱。箱内应置有下列物品:

① 绷带、白纱布、创可贴或止血膏、橡皮管、药棉或脱脂棉花、医用镊子、剪刀等。

② 玉树油或蓝油烃油膏、獾油、医用凡士林、碘酒、紫药水、酒精、磺

胺药物、甘油和橡皮膏等。

③ 1%及 3%~5%的碳酸氢钠溶液、2%的硫代硫酸钠溶液、2%的醋酸溶液、1%的硼酸溶液和硫酸镁等。

三、常用玻璃仪器简介及玻璃加工

有机化学所用的仪器多为玻璃仪器，一般可分为普通玻璃仪器和标准磨口仪器等。

(一) 普通玻璃仪器(图 1-1)

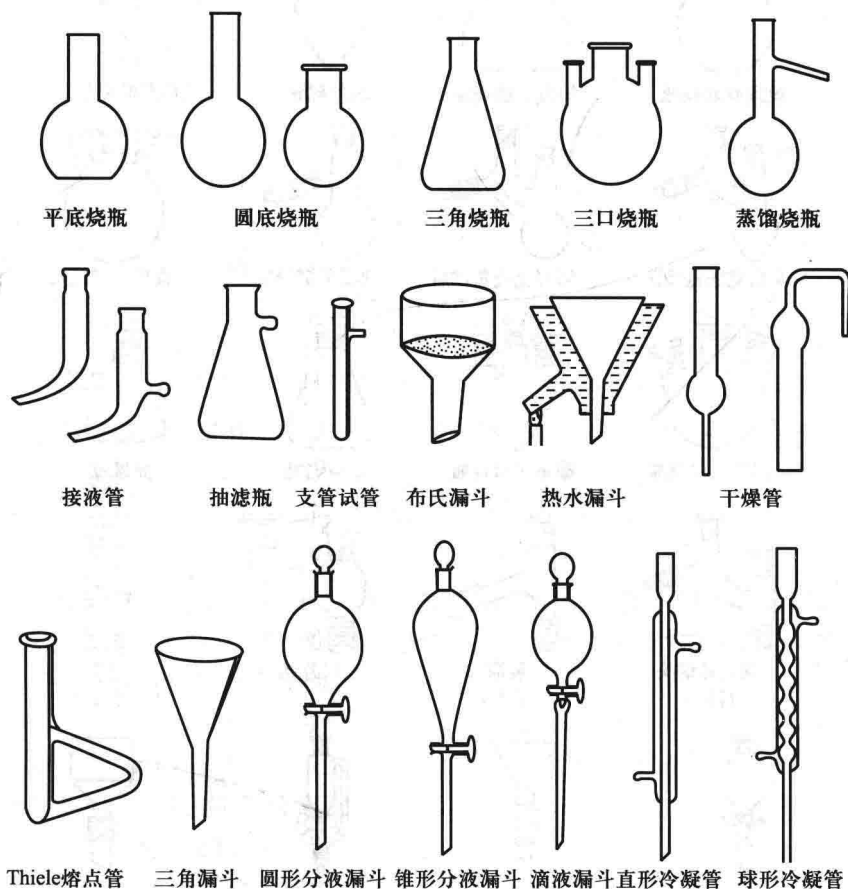


图 1-1 有机化学实验用普通玻璃仪器

使用玻璃仪器时,要轻拿轻放。除试管、烧杯和各种烧瓶外,其他玻璃器皿均不能用火直接加热。注意:厚壁器皿(如抽滤瓶)均不能加热;有刻度的计量容器(如量筒)不能高温烘烤;锥形瓶不能用于减压系统;带活塞的玻璃仪器用过洗净后,应在活塞与磨口之间垫上纸片,以防黏着;温度计不得用于测量超过其刻度范围的温度,也不得作为搅拌棒使用,使用后应缓缓冷却,切勿立即用冷水冲洗,以免炸裂。

(二) 标准磨口仪器(图 1-2)



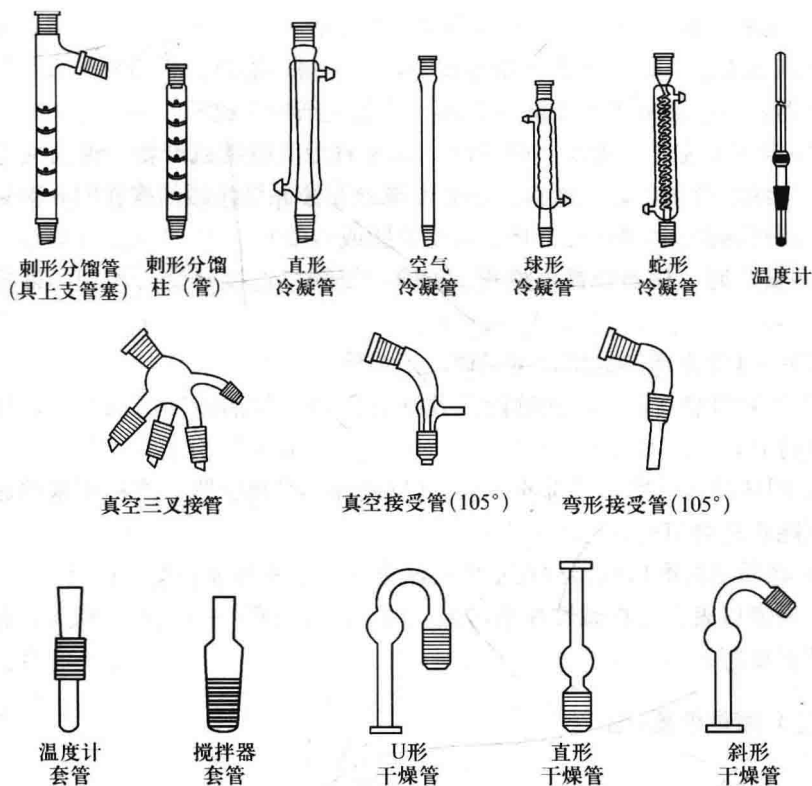


图 1-2 有机化学实验用标准磨口玻璃仪器

标准磨口仪器是带有标准内磨口的玻璃仪器，相同编号的标准内外磨口可以互相严密连接。标准磨口是根据国际通用的技术标准制造的，国内已经普遍生产和使用。现在常用的是锥形标准磨口，磨口部分的锥度为 $1:10$ ，即轴向长度 $H=10\text{ mm}$ ，锥体大端的直径与小端直径之差 $D-d=1\text{ mm}$ 。

由于玻璃仪器的容量及用途不同，标准磨口的大小也不同。通常以整数数字表示磨口的系列编号，这个数字是锥体大端直径(以毫米表示)的最接近的整数。下面是常用的标准磨口系列：

编号：	10	12	14	19	24	29	34
大端直径/mm：	10.0	12.5	14.5	18.8	24.4	29.2	34.5

有时也用 D/H 两个数字表示磨口的规格，如 $14/23$ ，即大端直径为 14 mm ，锥体长度为 23 mm 。

使用磨口仪器时必须注意以下几点：

(1) 磨口处必须洁净，不得粘有固体杂物，否则，对接不紧密，甚至损害磨口。

(2) 用后立即拆卸冲洗, 各部件须分开存放。洗涤磨口时, 可用合成洗衣粉或洗涤剂洗刷。避免用去污粉等擦洗, 以免损坏磨口。带活塞或塞子的磨口玻璃仪器, 活塞或塞子不能随意调换, 应垫上纸片存放。

(3) 常压下使用, 无需涂润滑油, 以免沾污反应物或产物。但反应中有强碱时, 应涂润滑剂, 以免磨口连接处受碱液腐蚀黏结。减压操作时, 磨口处应涂上一层薄薄的润滑脂(凡士林、真空油脂或硅脂)。

(4) 安装时, 仪器装置要整齐、正确, 使磨口连接处受力均匀, 以免折断仪器。

(5) 一旦发生磨口黏结, 可采取以下措施:

① 将磨口竖立, 往上面缝隙滴几滴甘油, 待甘油慢慢渗入磨口, 最终可使磨口打开;

② 用热风对着磨口外部吹一会儿(仅使外部受热膨胀, 内部还未热起来), 再试试能否将磨口打开;

③ 将黏结的磨口仪器放在水中逐渐煮沸, 常常也能将磨口打开。

如果磨口表面已被碱性物质腐蚀, 由于产生硅酸钠一类黏结物质, 黏结的磨口就很难打开。

(三) 微型仪器(图 1-3)



图 1-3 国产微型化学制备玻璃仪器示意图