

有机化学实验教程

YOUJI HUAXUE SHIYAN JIAOCHENG

杨毅 李明慧 ©主编



大连理工大学出版社

© 杨 毅,李明慧 2003

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验教程 / 杨毅,李明慧主编. —大连: 大连理工大学出版社, 2003.8

ISBN 7-5611-2376-0

I. 有… II. ①杨… ②李… III. 有机化学—高等学校—自学参考资料 IV. O65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2003)第 062609 号

大连理工大学出版社出版

地址:大连市凌水河 邮政编码:116024

电话:0411-4708842 传真:0411-4701466 邮购:0411-4707961

E-mail: dutp@mail.dlptt.ln.cn URL: <http://www.dutp.cn>

大连理工印刷有限公司印刷 大连理工大学出版社发行

幅面尺寸: 140mm × 203mm 印张: 8.5 字数: 228 千字

印数: 1 ~ 2 550

2003 年 8 月第 1 版

2003 年 8 月第 1 次印刷

责任编辑: 赵 静

责任校对: 王 义

封面设计: 宋 蕾

定 价: 28.00 元(共两册)

前 言

本书是根据 1995 年《高等工业学校有机化学课程教学基本要求》，结合轻工院校特点和当前教学改革的发展趋势，经多年教学实践，反复修改编写而成的。

本书编写的宗旨是：以培养学生的实验操作能力、综合分析问题和解决问题能力为目的，使本教材既符合“课程教学基本要求”，又体现轻工院校特点和专业培养目标；既有重要的、有代表性的经典实验方法，又适当引入近代的方法和新技术，强化综合性系列实验和设计性实验；既要内容精练，又要适当拓宽知识面。力求使本教材成为一本内容精、适用性强的好教材。

全书主要内容包括五个方面：有机化学实验的基本知识、基本操作、制备实验、天然有机化合物的提取和附录。根据教学实验情况，本教材的内容安排是：

1. 将制备实验和性质实验有机结合，即把有机化合物的性质实验作为合成实验产品的定性检验方法。

2. 在制备实验中，将选取的 28 个实验分为基本实验、多步骤合成实验和设计性实验，从而将课内教学和实验室开放结合起来，并将科研成果——固体酸催化合成有机酸酯引入教材中。在组织教学时，各实验既可独立安排，也可以采用多步骤合成加以实施。

3. 在本书的附录中，列出了本书所用到的有机、无机化合物的物理常数，以增强教材的实用性。

本书由杨毅、李明慧同志主编。

参加编写的人员如下:杨毅编写第1章、第4章、实验十、十五、二十六、二十八及部分附录;李明慧编写第2章、实验五、七、八、十四、十八;安庆大编写实验四、二十、二十五、三十二、三十三;王井编写实验六、九、十一、十三、十七;林晓波编写实验一、二、十二、十六、三十、三十一;杨大伟编写实验十九、二十一、二十二、二十三、二十四、二十九、附录IX;朴红善编写实验三、二十七、附录VII、VIII。此外,刘丽同志参加了部分实验的校核工作。

此外,大连理工大学袁履冰教授审阅了全书,并提出许多宝贵意见,在此表示衷心的感谢。

本书在编写过程中得到了大连轻工业学院有机化学教研室各位教师和实验室人员的大力支持。编者再次向关心和支持本书编写工作的同仁表示衷心的感谢。

由于水平有限,书中不妥和错误之处在所难免,敬希读者不吝赐教。

编 者

2003.8

目 录

第 1 章 有机化学实验基本知识	1
1.1 有机化学实验的目的与要求	1
1.2 实验室的安全	2
1.3 实验室常用的工具、仪器和设备	8
1.4 仪器的清洗和干燥	18
1.5 仪器的连接与装配	20
1.6 实验的预习、记录及实验报告	35
1.7 手册的查阅及有机化学文献简介	41
第 2 章 有机化学实验基本操作	47
2.1 简单玻璃工操作	47
2.2 加热与冷却	50
2.3 蒸 馏	53
2.4 分 馏	58
2.5 水蒸气蒸馏	61
2.6 减压蒸馏	65
2.7 萃取与洗涤	69
2.8 干 燥	72
2.9 重结晶和过滤	77
2.10 升 华	83
2.11 熔点测定及温度计校正	85

2.12 折光率测定	91
2.13 薄层色谱、柱色谱和纸色谱	93
2.14 气相色谱	102
2.15 红外光谱	106
2.16 核磁共振谱	118

第3章 有机化合物制备实验

第一部分 基本实验

实验一 环己烯的制备	127
实验二 正溴丁烷的制备	129
实验三 2-甲基-2-己醇的制备	132
实验四 苯乙酮的制备	136
实验五 乙酸正丁酯的制备	139
实验六 邻苯二甲酸二丁酯的制备	142
实验七 乙酰苯胺的制备	145
实验八 乙酰水杨酸的制备	148
实验九 香豆素的制备	152
实验十 异辛烯醛的制备	154
实验十一 双酚 A 的制备	156
实验十二 对甲苯磺酸钠的制备	158
实验十三 甲基橙的制备	160
实验十四 苯甲醇和苯甲酸的制备	162

第二部分 系列实验(多步骤合成实验)

系列实验一 正丁基苯基醚的制备	166
实验十五 正丁基苯基醚的制备	166
系列实验二 环戊酮的制备	169
实验十六 己二酸的制备	169

实验十七	环戊酮的制备	171
系列实验三	β -丁酮酸乙酯的制备	173
实验十八	乙酸乙酯的制备	173
实验十九	β -丁酮酸乙酯的制备	175
系列实验四	肉桂酸乙酯的制备	178
实验二十	肉桂酸的制备	178
实验二十一	肉桂酸乙酯的制备	180
系列实验五	对氨基苯甲酸乙酯的制备	181
实验二十二	对硝基苯甲酸的制备	182
实验二十三	对氨基苯甲酸的制备	184
实验二十四	对氨基苯甲酸乙酯的制备	186
系列实验六	溴化四乙铵的制备	188
实验二十五	溴乙烷的制备	188
实验二十六	溴化四乙铵的制备	190
系列实验七	7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷的制备	191
实验二十七	7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷的制备	192

第三部分 设计性实验

实验二十八	用固体酸催化合成脂肪酸酯和芳香族羧酸酯	194
实验二十九	文献实验	195
第4章	天然有机化合物的提取	196
实验三十	从菠菜中提取叶绿素	196
实验三十一	从黑胡椒中提取胡椒碱	198
实验三十二	从茶叶中提取咖啡因	200
实验三十三	从烟叶中提取烟碱	202

附录	203
附录 I 常用元素相对原子质量表	203
附录 II 化学试剂纯度与分级	203
附录 III 常用酸碱相对密度和组成表	204
附录 IV 常用有机溶剂沸点、密度表	208
附录 V 水的饱和蒸气压表	209
附录 VI 略字表	210
附录 VII 常用无机化合物物理常数表	212
附录 VIII 常用有机化合物物理常数表	222
附录 IX 恒沸混合物	254
参考文献	264

第1章 有机化学实验基本知识

1.1 有机化学实验的目的与要求

有机化学实验是化学学科的一个重要组成部分,是一门理论联系实际的实践性课程。它经过长期的发展和实践,现已形成了独立的教学体系,其教学的主要目的是:

- 1.较全面、系统地对学生进行有机化学实验基本操作技能的训练。
- 2.验证、巩固和加深课堂所学的有机化学基础理论知识。
- 3.学会正确观察实验现象、合理处理数据、准确描绘仪器装置简图、撰写实验报告、查阅化学手册及设计实验。培养学生独立工作及分析问题和解决问题的能力。
- 4.培养学生理论联系实际、实事求是、严肃认真的科学态度和严谨的工作作风。

为达到上述目的,要求学生必须努力做到:

- 1.实验前充分预习,了解并掌握每个实验的目的、原理及操作中的注意事项,写出预习报告。
- 2.合理地安排好实验全过程的工作程序,有效地利用时间,在规定学时内完成每个实验。
- 3.在实验过程中,要仔细观察实验现象,认真、仔细地做好实验记录。
- 4.实事求是地撰写实验报告,对实验中出现的各种现象做出合理的、有自己见解的解释。

1.2 实验室的安全

有机化学实验室所用的药品大多数是易燃、易爆、有毒的,因此,在有机化学实验室中若粗心大意就可能发生事故。但是,实验者只要能严格遵守操作规程,加强安全防范,就可以避免事故的发生,使实验得以顺利进行。这就要求我们必须熟悉一般的安全知识。

1.2.1 实验室的安全规则

1. 必须熟悉实验室配备的安全用具、灭火器材、砂箱及急救箱等放置的地点、使用方法,并注意爱护,不得移作它用或挪动存放位置。

2. 实验开始前应检查仪器是否完整无损,装置是否正确,经指导教师检查同意后方可进行实验。

3. 实验进行时不得擅自离岗位,要随时注意反应过程中有无异常现象发生及装置有无漏气、破裂等现象;如有应及时报告,以便及时处理。常压下进行蒸馏、回流操作,务必保证整个系统与大气相通,以防爆炸事故发生。

4. 进行有可能发生危险的实验时,应有必要的安全防护措施,如戴防护眼镜、面罩、手套等。

5. 实验过程中的污水、污物、残渣等应放入指定地点,不得随意丢弃,更不得丢入水槽;废液应倒入废液缸中。

6. 实验结束后应将所用仪器洗刷干净,放置整齐。

7. 实验室内严禁吸烟及饮食。实验结束后应洗手,关闭好水、电、气开关后方可离开实验室。

1.2.2 实验室药品使用规则

1. 不论做性质实验还是合成实验,均必须严格按所规定的药品剂量进行实验,不得随意改动,以免影响实验效果,甚至导致实验事故的发生。

2. 在量取药品时应注意:

(1) 用滴管(或移液管)吸取液体药品时,滴管一定要洁净,以免

污染药品。

(2) 固体药品应用洁净、干燥的药匙取用, 用后应将药匙擦拭干净。

(3) 量取药品时, 如若过量, 其过量部分可供他人使用, 不可随意丢弃, 更不可倒入原试剂瓶中, 以免污染药品。

(4) 取完药品后应立即盖好瓶盖, 放回原处。

(5) 公用药品必须在指定地点使用, 不可挪为己用。

3. 在实验过程中, 未经教师允许不得擅自量取药品重做实验。

4. 使用有毒、强腐蚀性等药品时, 必须严格按有关规定操作。

1.2.3 事故的预防、处理和急救

1. 事故的预防

(1) 割伤的预防

割伤一般是由玻璃仪器的装配或操作不当造成的。因此, 预防玻璃割伤应注意以下几点:

a. 玻璃管(棒)切割后, 其断面应在火上烧平滑。

b. 仪器的口径与塞子口径应相符, 切忌勉强连接或插入。

c. 按要求正确地进行仪器装配, 如图 1-1 所示。

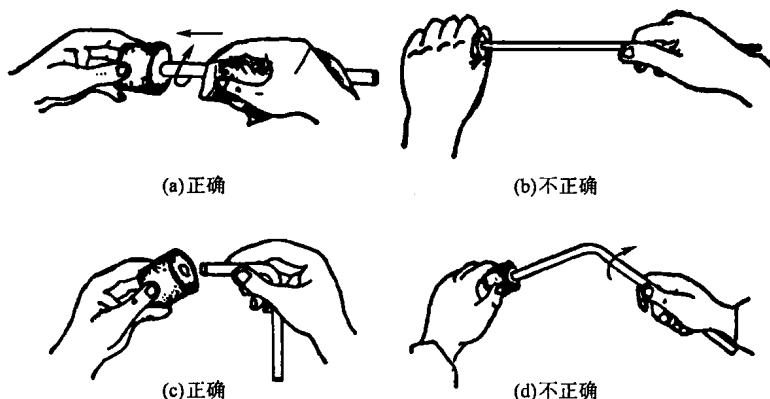


图 1-1 玻璃管插入塞子

(2) 火灾的预防

有机化合物多数都易燃。因此,着火是有机化学实验的常见事故。为防止火灾事故的发生,应注意以下几点:

a. 不能用敞口容器盛装易燃物;加热易燃物时应根据易燃物的特点及实验要求正确选用热源,且注意远离明火。

b. 蒸馏易燃、低沸点有机物时,装置不能漏气,如发现漏气立即停止加热,查明原因,经妥善处理后方可重新加热。

c. 易燃、易挥发物不得倒入废液缸中。若量少且不与水反应,可倒入水槽中用水冲掉;若量大则必须单独回收处理。

d. 正确使用酒精灯、酒精喷灯和煤气灯。

e. 实验室内不宜大量存放乙醚、乙醇、丙酮等易燃物。

(3) 爆炸的预防

为防止爆炸事故的发生,通常应注意以下几点:

a. 常压操作时,切勿在密闭系统内进行加热或反应。在反应过程中应随时注意检查仪器装置的各部分有无堵塞现象。

b. 减压蒸馏时,不得使用机械强度差的仪器(如锥形瓶、平底烧瓶、薄壁试管等)。必要时可戴上防护面罩或护目镜。

c. 易燃有机溶剂(特别是低沸点易燃溶剂)在室温下即具有较大的蒸气压。空气中易燃有机溶剂的蒸气达到某一极限时,遇明火即会发生燃烧爆炸。因此,实验室内应保持空气畅通,量取易燃溶剂时应远离火源,最好在通风橱中进行。某些常用易燃溶剂蒸气爆炸极限如表 1-1 所示。

表 1-1 常用易燃溶剂蒸气爆炸极限

名称	沸点/℃	闪点/℃	爆炸极限/%(体积)
甲 醇	64.65	11	6.72 ~ 36.50
乙 醇	78.3	12	3.28 ~ 18.95
乙 醚	34.6	-45	1.85 ~ 36.5
丙 酮	56.5	-17.5	2.55 ~ 12.80
苯	80.1	-11	1.41 ~ 7.10

d. 某些易燃、易爆气体在空气中达到某一极限时,遇到明火即会

发生爆炸燃烧,因此在使用时不但要保持良好的通风,严禁明火,而且还应防止一切火花的产生,如因敲击、鞋钉摩擦、静电摩擦、电器开关等产生的火花。某些易燃气体的爆炸极限如表 1-2 所示。

表 1-2 某些易燃气体的爆炸极限

气 体	空气中的含量/%(体积)
氢 气	4 ~ 74
一氧化碳	12.50 ~ 74.20
氨	15 ~ 27
甲 烷	4.5 ~ 13.1
乙 炔	2.5 ~ 80

e. 有些类型的化合物(如干燥的重氮盐、叠氮化物、硝酸酯、多硝基化合物等)具有爆炸性,使用时必须严守操作规程;有些有机物(如乙醚)久置后可能生成易爆炸的过氧化物,须经特殊处理后方可使用。

f. 存放药品时应将氧化剂(如浓硝酸、氯酸钾、过氧化物等)与有机药品分开存放,以免发生爆炸或燃烧。

(4)中毒的预防

a. 有毒药品应妥善保管,不许乱放。剧毒药品应有专人负责收发,并向使用者提出必须遵守的操作规程。实验后的有毒残渣必须作妥善、有效的处理,不得乱丢。

b. 接触有毒物质时必须戴橡皮手套,操作后应立即洗手,切勿让毒品沾及五官或伤口。

c. 反应过程中可能生成有毒或腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行,实验开始后不得把头伸入通风橱内。使用后的器具应及时清洗。

2. 事故的处理和急救

(1)割伤的处理

如果不慎发生割伤事故应及时处理,先取出伤口处的玻璃碎片或固体物。若伤口不大,用蒸馏水洗净伤口后,涂上红药水,撒上消炎止血粉,用纱布包扎好伤口或敷上创可贴药膏;若伤口较大,应先

按紧主血管或在伤口上下 10 cm 处用纱布扎紧,以防止大量出血,并立即送医院治疗。

(2) 火灾的处理

实验室一旦发生火灾,应沉着、及时、有秩序地进行灭火。一般应采取如下措施:

首先,立即关闭煤气,熄灭附近所有火源,切断电源,搬开附近的易燃物质,然后,根据易燃物的性质及火势情况设法灭火。

地面或实验台面着火,若火势不大,可用湿抹布或砂子盖熄;反应瓶内有机物着火,可用石棉布(网、板)或湿抹布盖住瓶口,火即熄灭。

如果衣服着火,切勿奔跑,应就近卧倒,在地上打滚,盖上石棉布之类的东西,使之与空气隔绝而灭火。

如果油类着火,要用砂或灭火器灭火;也可撒上干燥的固体碳酸钠或碳酸氢钠粉末,即可灭火。

如果电器着火,在切断电源后用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火,切忌用水或泡沫灭火器去灭火,以免发生触电。

使用灭火器时应注意以下几点:

a. 因四氯化碳在高温时会产生剧毒的光气,故在空气不流通的地方不能使用四氯化碳灭火器。

b. 二氧化碳灭火器是有机实验室中最常用的一种灭火器,使用时应一手提灭火器,一手握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上,不能将手握在喇叭筒上,以免冻伤。

c. 泡沫灭火器因喷出大量的硫酸氢钠、氢氧化铝等,给以后处理带来麻烦,因此,除非大火,一般不用这种灭火器。

d. 无论使用哪种灭火器,均应从火的周围开始向中心灭火。

(3) 烫伤的处理

轻者涂以玉树油或鞣酸油膏,重者涂以烫伤油膏(如兰油烃等)后立即送医院治疗。

(4) 药品灼伤的处理

a. 酸灼伤

皮肤上——立即用大量水冲洗,再用 3% ~ 5% 碳酸氢钠溶液洗,最后用水洗。严重时要消毒,拭干后涂上烫伤油膏,将伤口包扎好后送医院治疗。

眼睛内——立即用大量水冲洗,再用 1% 碳酸氢钠溶液冲洗,最后再用水冲洗,然后滴入少许蓖麻油。

b. 碱灼伤

皮肤上——立即用大量水冲洗,再用 1% 醋酸溶液或 1% 硼酸溶液冲洗,最后再用水冲洗,涂上烫伤油膏。

眼睛内——立即用大量水冲洗,再用 1% 硼酸溶液冲洗,最后再用水冲洗,滴入少许蓖麻油。

c. 溴灼伤

皮肤上——立即用大量水冲洗,再用酒精擦至无溴液存在为止,最后涂上甘油或烫伤油膏。

眼睛内——按酸液溅入眼中方法处理。若眼睛受溴蒸气刺激暂不能睁开时,可对着盛有氯仿或酒精的瓶内注视片刻。

(5) 中毒的急救处理

毒物溅入口中应立即吐出,并用大量水冲洗口腔。若已吞下,应根据毒物性质给以解毒剂,并立即送医院治疗。

腐蚀性毒物:强酸、强碱中毒,均需先饮用大量水。若为强酸则服用氢氧化铝膏、鸡蛋清,若为强碱则服用醋、酸果汁、鸡蛋清。不论酸或碱中毒皆须再灌注牛奶,不能服用呕吐剂。

刺激性及神经性中毒:先服用牛奶或鸡蛋清使之冲淡和缓解,再服用硫酸镁溶液(约 30 g 溶于一杯水中)催吐。有时也可用手指伸入喉部促使呕吐,然后送医院治疗。

吸入气体中毒:将中毒者移至空气新鲜处休息,解开衣服和纽扣。如出现较严重症状,立即送医院治疗。若吸入少量氯气或溴者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

3. 急救用具

为处理事故需要,实验室应备有急救箱,内置以下物品:

(1) 绷带、纱布、脱脂棉、橡皮膏、洗眼杯、医用镊子、剪刀、乳胶管。

(2) 医用凡士林、玉树油和鞣酸油膏、烫伤油膏、药用酒精、药用甘油、创可贴。

(3) 碳酸氢钠溶液(1%和3%~5%)、醋酸溶液(1%)、硼酸溶液(1%)、红汞、碘酒、龙胆紫。

1.3 实验室常用的工具、仪器和设备

1.3.1 玻璃仪器

化学实验室所用玻璃仪器一般都是由钾玻璃制成。常用的有普通玻璃仪器和标准磨口玻璃仪器。

一、常用玻璃仪器的用途简介

1. 烧瓶(图 1-2)

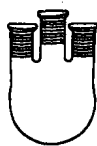
(1) 圆底烧瓶(a): 耐热、耐压和抗反应物(或溶液)沸腾后发生的冲击震动。主要用于有机化合物的合成和蒸馏实验,也可用做减压蒸馏的接收器。



(a) 圆底烧瓶



(b) 梨形烧瓶



(c) 三口烧瓶



(d) 锥形烧瓶

图 1-2 烧瓶

(2) 梨形烧瓶(b): 性能和用途与圆底烧瓶相似。其优点是在进行少量合成时可使烧瓶内保持较高的液面,蒸馏时烧瓶中的残留液少。

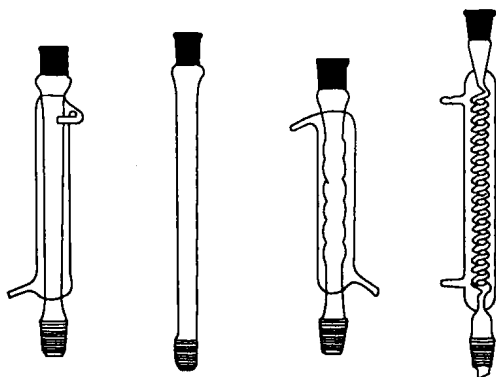
(3) 三口烧瓶(c): 常用于需要进行搅拌的实验,中间瓶口装搅拌

器,两个侧口装回流冷凝管、温度计或滴液漏斗等。

(4)锥形烧瓶(又称三角烧瓶)(d):常用于重结晶操作或有固体产物生成的合成实验,因为生成的结晶物易从锥形烧瓶中取出来。锥形烧瓶还可用作常压蒸馏实验的接收器,但不能用作减压蒸馏实验的接收器。

2. 冷凝管(图 1-3)

(1)直形冷凝管(a):主要用于被蒸馏物质的沸点在 140°C 以下的蒸馏冷凝操作,使用时需在夹套中通水冷却。但在沸点超过 140°C 时,冷凝管往往会在内、外管接合处炸裂。



(a)直形冷凝管 (b)空气冷凝管 (c)球形冷凝管 (d)蛇形冷凝管

图 1-3 冷凝管

(2)空气冷凝管(b):适用于高沸点物质的冷凝,当被蒸馏物质的沸点高于 140°C 时,常用它代替通冷却水的直形冷凝管。

(3)球形冷凝管(c):其内管冷却面积较大,对蒸气的冷凝效果好,适用于加热回流的实验,故又称回流冷凝管。

无球形冷凝管时,可用直形冷凝管代替。但球形冷凝管却不能代替直形冷凝管,因为冷凝液不能及时流出,甚至还可能凝固在球的凹处而难以回收。

(4)蛇形冷凝管(d):因蒸气在管内流经的距离长,故特别适用于