

高等学校教学用书



有机化学实验

YOUJI HUAXUE SHIYAN

复旦大学有机化学教研组

人民教育出版社

本书收集了百余个实验，按一般有机化学教科书分类排列次序，从其中可选出若干套系统实验。在每一类化合物前有简单扼要的理论叙述，并尽可能向读者介绍各种合成方法，以供参考。

本书可作为高等学校有机化学实验教学参考书，也可供中等专业学校参考。

簡装本說明

目前850×1168毫米規格紙張較少，本書曾以737×1092毫米規格紙張印刷，定價相應減少20%。希鑒諒。

ZM31/11

有机化学实验

复旦大学有机化学教研组编

人民教育出版社出版 高等学校教学用书编辑组
北京宣武门内大街25号

(北京市书刊出版业营业许可证出字第2号)

中央民族印刷厂印装
北京科技发行所发行
各地新华书店经售

统一书号 13010·863 开本 737×1092 1/32 印张 10¹⁴/₁₆ 插页 1
字数 275,000 印数 00001-25,000 定价(6) 1.90
1960年11月第1版 1960年11月北京第1次印刷

目 录

序言	viii
一 有机化学实验的一般知识	1
1. 实验室的安全	1
2. 普通实验室仪器简介及装置	3
3. 仪器的清洗、干燥和塞子的配置	10
4. 玻璃工作	11
5. 常用有机溶剂的纯化	15
二 基本操作	22
1. 熔点的测定及温度计的校正	22
2. 蒸馏及沸点的测定	28
3. 密度和比重的测定	32
4. 分子量的测定	35
5. 折光率和分子折射度	39
6. 比旋光的测定	44
7. 光谱测定	46
8. 重结晶及过滤	54
9. 干燥及干燥剂的使用	60
10. 萃取	65
11. 升华(分子蒸馏)	71
12. 水蒸汽蒸馏	75
13. 减压蒸馏	77
14. 分馏	80
实验一 分馏柱理论板值的测定	92
15. 层析分析	93
实验二 2,4-二硝基苯胺(苯甲醛及环己酮)的分离	98
实验三 用灯芯式纸上层析检验多种有机酸	101
实验四 应用阳离子交换树脂分离氨基酸	102
16. 气相催化反应	106
实验五 萘的催化脱氢	109
17. 催化加氢(萘)	112

04599

实验六 氢合肉桂酸的制备	117
实验七 1,3-二苯丙酮-[1]的制备	119
18. 高压操作	119
*实验八 N-乙烯咪唑	125
实验九 二乙烯基三胺	126
19. 文献查考	123
三 有机合成	135
1. 脂肪族	135
1. 烃的制备	135
实验十 正辛烷	138
实验十一 环己烯的制备及其性质	139
实验十二 乙炔的制备及其性质	140
2. 醇类的制备	142
实验十三 叔戊醇的制备	144
3. 卤代烷的制备	145
实验十四 1-氯戊烷	148
实验十五 2-氯丁烷	149
实验十六 叔氯丁烷	149
实验十七 溴乙烷	150
实验十八 1-溴丁烷	151
实验十九 氯仿	151
4. 无机酸酯及醚的制备	152
实验二十 正丁醚	154
实验二十一 异戊醚	155
实验二十二 硝基甲烷	155
实验二十三 三丁基磷酸酯	156
5. 醛和酮的制备	157
实验二十四 正丁醛	161
实验二十五 异戊醛	161
实验二十六 片呐醇水合物	163
实验二十七 片呐酮	164
实验二十八 异丙基丙酮	165
6. 羧酸及其衍生物的制备	166
实验二十九 正丁酸	170
实验三十 丁二酸酐	171
实验三十一 乙酸乙酯	172
实验三十二 乙二酸二乙酯	173

实验三十三	乙酰胺	174
实验三十四	反丁烯二酸	174
实验三十五	己二酸	175
7.	酸的制备	176
实验三十六	甲酸盐酸盐	179
8.	乙酰乙酸乙酯及丙二酸二乙酯合成法(附邻乙酰乙酯合成法)	180
实验三十七	乙酰乙酸乙酯	184
实验三十八	正己酸	185
9.	芳香族	186
1.	烃的制备(附定位法则)	190
实验三十九	乙苯	191
2.	硝基化合物的制备	192
实验四十	间二硝基苯	195
实验四十一	邻硝基苯酚和对-硝基苯酚	196
实验四十二	3,5-二硝基苯甲酸	198
3.	卤代芳烃	199
实验四十三	溴苯	203
实验四十四	氯苯	204
实验四十五	2,4-二硝基氟苯	206
实验四十六	对-溴二甲基苯胺	207
4.	芳香族磺酸化合物	208
实验四十七	β -萘磺酸钠	210
实验四十八	对-氨基苯磺酸	211
5.	芳香胺及其衍生物	212
实验四十九	对甲-苯胺	220
实验五十	间-硝基苯胺	221
实验五十一	邻-硝基苯胺	221
实验五十二	对-硝基苯胺	223
实验五十三	乙酰苯胺	224
实验五十四	邻-氨基苯酚	225
实验五十五	联苯胺	225
6.	重氮盐及重氮染料	227
实验五十六	对-氯甲苯	231
实验五十七	对-硝基苯胺	232
实验五十八	甲基橙	233
7.	芳香族羰基化合物	235
实验五十九	β -萘酚	239
实验六十	α -萘甲酚	240

实验六十一	苯甲醇	2
实验六十二	三苯甲醇	24
8.	芳香族醛、酮、醌	24
实验六十三	水杨醛	2
实验六十四	苯乙酮	2
实验六十五	邻-苯甲酰苯甲酸	2
实验六十六	二苯醌	251
实验六十七	对-苯醌	252
实验六十八	蒽醌	253
9.	羧酸及其衍生物的制备	255
实验六十九	对-硝基苯甲酸	261
实验七十	肉桂酸	262
实验七十一	苯甲酸乙酯	26
实验七十二	肉桂酸乙酯	263
实验七十三	对-硝基苯甲酰胺	26
11.	其他(杂环、有机试剂、染料、药物等)	265
实验七十四	呋喃甲醇及呋喃甲酸	26
实验七十五	8-羟基喹啉	26
实验七十六	苦味唑酮酸	26
实验七十七	二氢茚二酮-[2,3](靛红)	26
实验七十八	苯腈噻唑	26
实验七十九	苯基噁唑	271
实验八十	α -萘乙酸	272
实验八十一	2,4-滴	273
实验八十二	甲基硫氧嘧啶(肥猪粉)	27
实验八十三	磺酰胍	27
实验八十四	安替比林	27
实验八十五	炔醇的制备	277
实验八十六	乙烯基辛基醚	278
IV.	高分子化合物	278
实验八十七	苯乙烯	282
实验八十八	苯乙烯的珠状聚合	283
实验八十九	聚甲基丙烯酸甲酯的降解	284
实验九十	聚甲基丙烯酸甲酯	284
实验九十一	聚硫橡胶	285
实验九十二	酚醛树脂	285
实验九十三	硅油	28
V.	元素有机化合物	287

实验九十四	甲基三乙氧基硅烷	290
实验九十五	甲基苯基二乙氧基硅烷	291
实验九十六	四苯基铅	291
实验九十七	磷酸丁酯	292
VI.	酶在有机合成上的应用	292
实验九十八	D-核酞酸的制备	295
实验九十九	1-磷酸-葡萄糖的酶合成	297
四	有机分析	300
1.	元素定性分析	300
2.	元素定量分析	304
3.	功能团的定性试验和衍生物的制备	310
	附录	329
I.	元素原子量简表(附表1)	329
II.	常用酸碱溶液密度及百分组成表	330
	盐酸(附表2)	330
	硫酸(附表3)	330
	硝酸(附表4)	331
	醋酸(附表5)	332
	氢溴酸(附表6)	333
	氢碘酸(附表7)	333
	发烟硫酸(附表8)	333
	氢氧化铵(附表9)	334
	氢氧化钠(附表10)	334
	氢氧化钾(附表11)	335
	碳酸钠(附表12)	336
III.	常用有机溶剂沸点密度表(附表13)	336
IV.	1毫升潮湿氮气的重量,毫克(附表14)	(插页)
V.	苯四氯化碳折光率与塔板值关系表(附表15)	337
VI.	参考资料	338

一 有机化学实验的一般知識

1. 实验室的安全

进行化学实验操作很容易引起各种事故，但其中大多数是可以预防的，因此只要实验者随时提高警惕，加强使国家财产免受损失的责任感，那么就一定可以很有效的维护实验室的安全，正常地进行实验。下面是在实验中应该引起高度警惕的注意事项：

(一) 实验室的一般注意事项

(1) 实验开始时应该检查仪器是否完整无损，装置是否正确；一切都装妥后再开始实验。

(2) 实验进行时不可擅自离开，并应经常注意仪器有无漏气、碎裂，反应是否进行得正常等情况。

(3) 将玻璃管插入塞中时，应用布裹住并旋转而入，防止折断而割伤，有时可在塞孔中涂些甘油助其滑入。

(4) 认为可能发生危险的实验，在操作时应该用眼罩、面罩、防护板等设备。

(5) 实验室的安全用具如灭火器、砂桶等应妥加爱护，急救药品不准改作他用。

(6) 在实验时要做到整齐、清洁；保持水槽、仪器、桌面、地上四洁，桌上不放无用的仪器或药品。

(7) 离开实验室时应将水、电、煤气关妥。

(二) 火灾的预防

(1) 操作易燃溶剂时，应远离火源，蒸馏易燃药品时切勿漏气，余气的出口应远离火源，最好用橡皮管通往室外。

(2) 回流或蒸餾溶剂时应放沸石防止爆沸而冲出。若在加热后发现未放沸石, 則应待其冷却后再放, 不可在热时加入。不要用火焰直接加热燒瓶, 要用水浴、油浴或石棉网; 冷凝水要保持暢通。

(3) 发现涌煤气时应立即熄灭火源, 打开窗戶, 并用嗅覺或肥皂水檢查漏气的地方。

(三) 爆炸的預防

(1) 易燃易爆气体, 如氫气、乙炔等切勿接近火源。在操作时要保持室内空气暢通, 并应防止一切火星的发生, 如由于敲击或馬达炭刷所发生的火花等。

(2) 对于易炸的固体, 如乙炔的金属盐, 苦味酸的金属盐, 三硝基甲苯等均勿敲击或重压, 以免引起爆炸, 其殘渣不准乱丢。

(3) 常压操作时应使全套装置有一定的地方通向大气, 高压操作时(如高压釜)应經常注意压力表有无超过安全負荷。

(四) 中毒的預防

(1) 有毒藥品应妥为保管, 不准乱放, 其殘渣不准乱丢。

(2) 操作毒品后即洗手(最好戴上手套)。

(3) 切勿让毒品沾及五官或創口, 例如氰化鈉沾及創口后就会随血液循环全身; 中毒身死。

(4) 在实验过程中, 有毒气或腐蝕性气体发生时, 应在通风柜中操作。

(五) 急救的知識

(1) 割伤: 取出伤口中的玻璃或固体物, 用蒸餾水洗后涂上紅药水; 大伤口則先按紧主血管, 急送医疗单位。

(2) 火伤: 輕伤涂以硼酸凡士林, 重伤送医疗单位。

(3) 試剂灼伤:

酸: 立即用大量水洗, 然后用 3% 碳酸氫鈉溶液蘸洗。

碱: 立即用大量水洗, 然后用 10% 醋酸溶液蘸洗。

溴：立即敷以多量的甘油加以按摩，然后搽去多量的甘油，照灼伤一样处理。

(4) 试剂溅入眼中：立即用大量水冲洗，再用3%碳酸氢钠溶液洗（若系酸入眼）或用饱和的硼酸水溶液洗（若系碱入眼），最后再用水洗。

最后再就实验室中最常见的事故列述如下，应予特别注意：

(1) 在蒸馏或回流加热开始后，发现未放沸石，未等溶液冷下就补放沸石，结果溶液冲出瓶外，有时因而引起火灾。

(2) 蒸馏易燃物时，冷凝器忘记通水，结果大量蒸汽逸出引起火灾。

(3) 蒸馏易燃物时塞子漏气引起火灾。

(4) 用热水漏斗过滤时，火未熄灭即行过滤，结果使引燃溶剂着火燃烧。

(5) 用三角瓶作减压蒸馏的受器结果炸裂。

(6) 减压蒸馏结束后，放气太快，使压力计冲破。

(7) 金属钠残渣随意乱丢，遇水引起燃烧或爆炸。

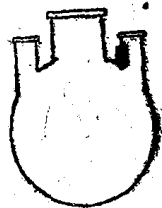
2. 普通實驗室儀器簡介及裝置



(a) 平底燒瓶



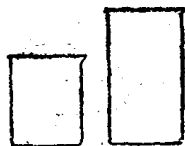
(b) 圓底燒瓶



(c) 三頸瓶



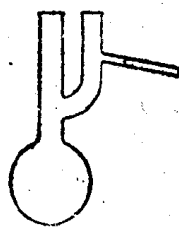
(d) 三角燒瓶



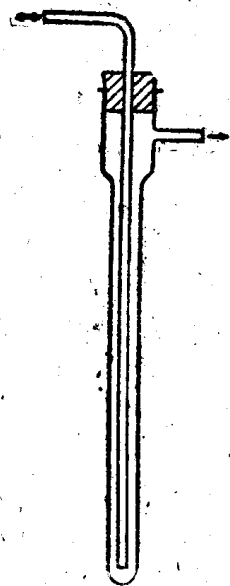
(e) 燒杯



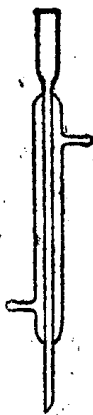
(f) 蒸馏瓶



(g) 克氏蒸馏瓶



(h) 半微量冷凝管



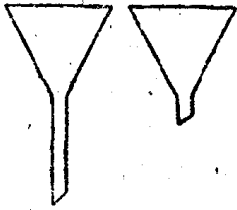
(i) 直形冷凝管



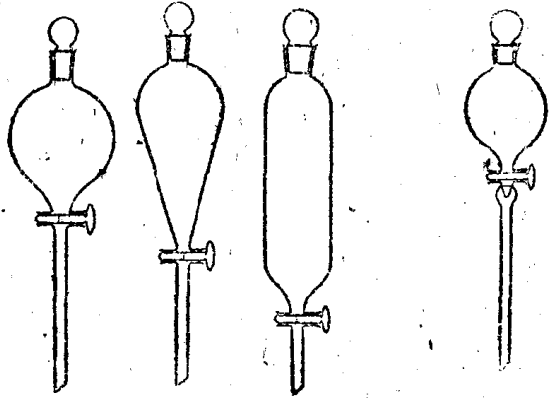
(j) 球形冷凝管



(k) 空气冷凝管

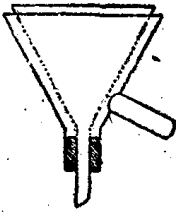


(l) 玻璃漏斗

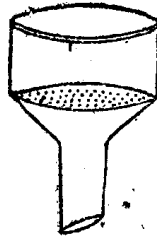


(m) 分液漏斗

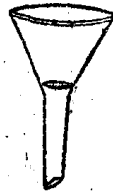
(n) 滴液漏斗



(o) 热水漏斗



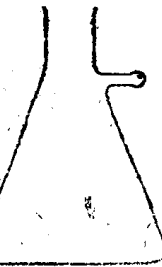
(p) 布氏漏斗



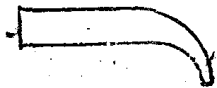
(q) 希氏漏斗



(r) 玻璃釘漏斗



(s) 过滤瓶



(t) 接液管

图1 普通实验仪器

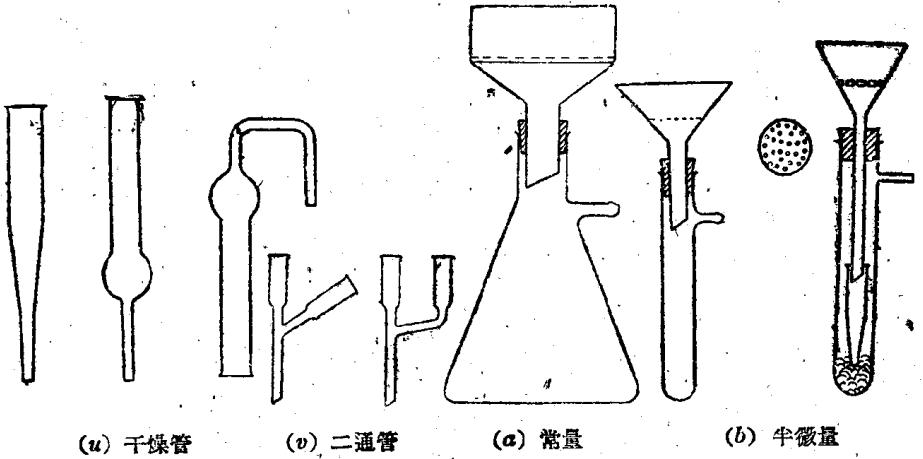


图2 抽气过滤装置

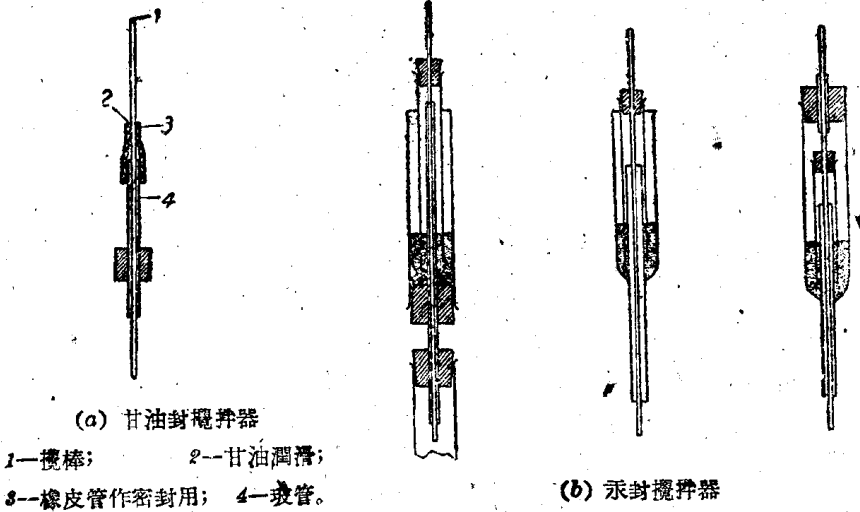


图3 搅拌器装置

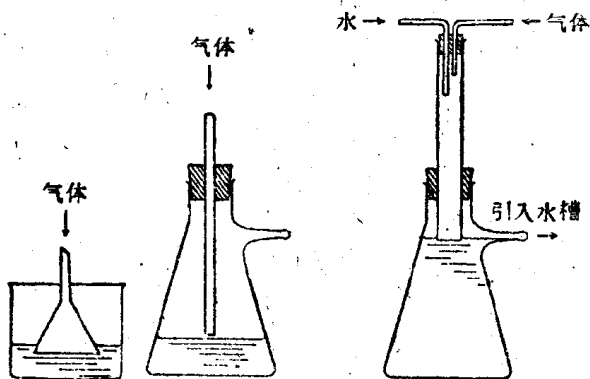
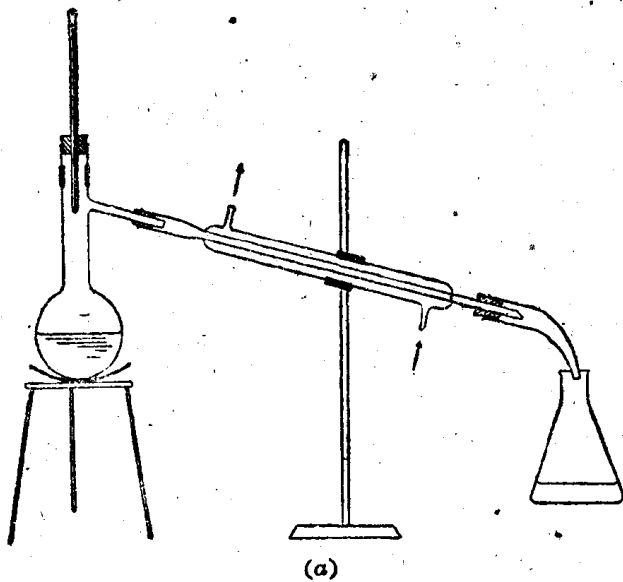
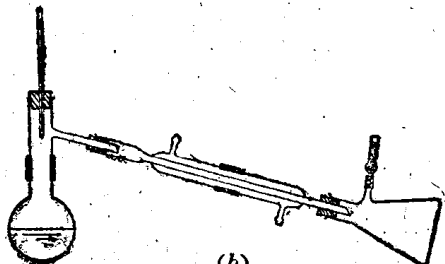


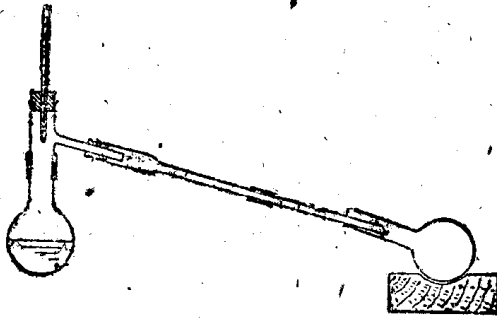
图4 气体洗涤装置



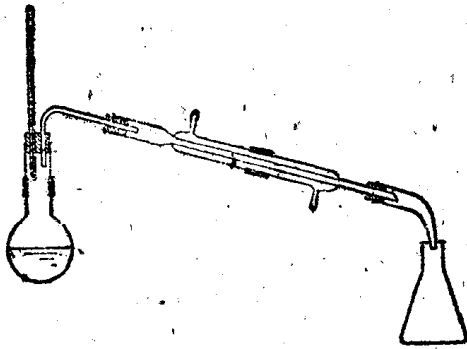
(a)



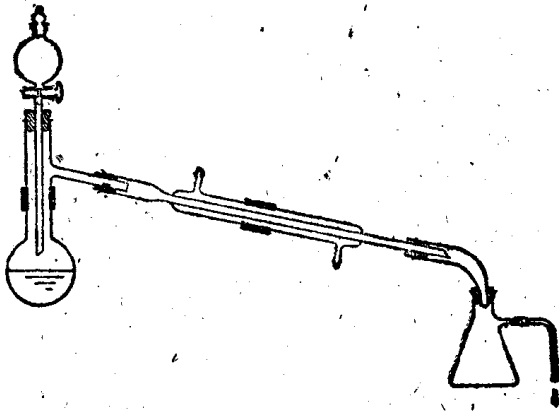
(b)



(c)



(d)



(e)

图5 蒸馏装置

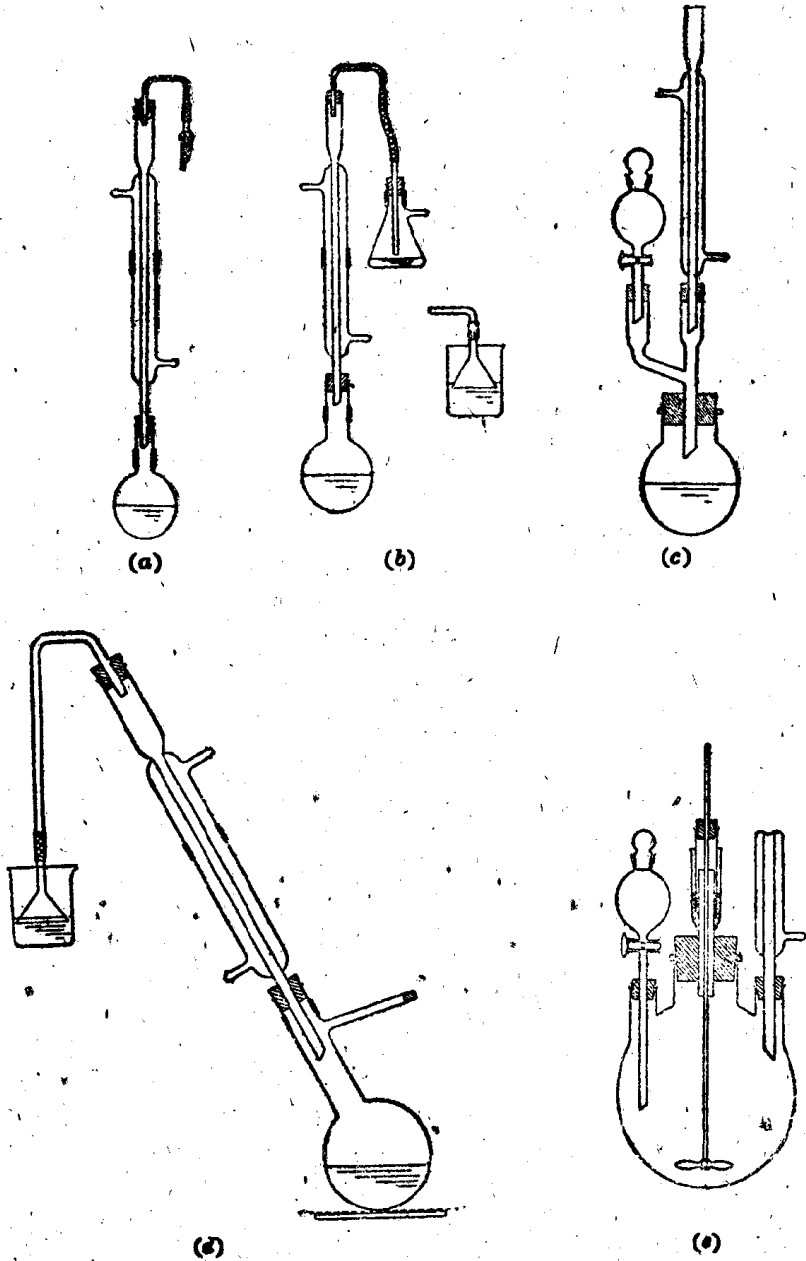


图6 蒸馏装置。

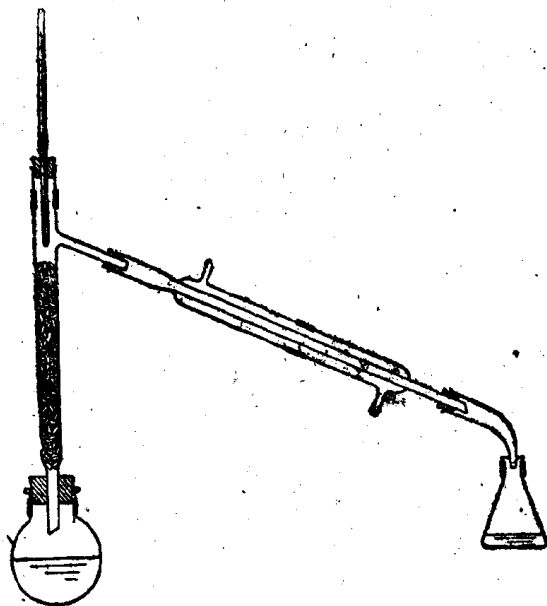


图7 简单分馏装置。

3. 仪器的清洗、干燥和塞子的配置

在进行实验前必须将仪器洗净，以免将杂质带入反应物中。玻璃仪器的洗涤，一般是用去污粉擦洗。仪器经用去污粉擦洗后，如果仍有少许污物，则可再用清洁液洗涤。清洁液的配法如下：在250毫升烧杯中溶解重铬酸钠5克于5毫升水中，然后在搅拌下缓缓加入100毫升浓硫酸，加完后温度升高至约 $70-80^{\circ}$ 。待其冷至约 40° 后，移置贮瓶中备用。仪器经上述手续洗涤后，不会再留有可觉察的污物，可满意地用于有机操作。但如用于精制产品，或供有机分析用的仪器，则最后还得用蒸馏水淋洗以除去由洗涤水所带来的杂质。在每次实验结束后必需将所有仪器洗净。