

有机化学实验

YOUJI HUAXUE SHIYAN

主编 龙小菊 范宏 姜建辉



天津出版传媒集团

 天津科学技术出版社

有机化学实验

主 编 龙小菊

范 宏

姜建辉

天津出版传媒集团



天津科学技术出版社出版

化学实验

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验 / 龙小菊, 范宏, 姜建辉主编. — 天津: 天津科学技术出版社, 2018.6

ISBN 978-7-5576-0650-3

I. ①有… II. ①龙… ②范… ③姜… III. ①有机化学—化学实验 IV. ①062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 317877 号

责任编辑: 石 崑

责任印制: 兰 毅

天津出版传媒集团

 天津科学技术出版社出版

出版人: 蔡 颢

天津市西康路 35 号 邮编 300051

电话 (022) 23332369 (编辑室)

网址: www.tjkjcs.com.cn

新华书店经销

三河市宏顺兴印刷有限公司印刷

开本 787×1092 1/16 印张 13.5 字数 250 000

2018 年 6 月第 1 版第 1 次印刷

定价: 68.00 元

前言

有机化学学科正在迅猛地发展，目前有机化合物数量已过千万，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。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。

随着有机化学实验技术的不断发展，以及现代分析手段在有机化学领域的广泛使用，本书在参考了大量国内外同类教材的同时，对有机化学实验的学习内容进行了较大的变革，引入无毒化、绿色化、微量化、实用化等概念，以能力培养为主线，以培养读者的实践能力和综合素质为目标，突出创新能力的激发。

本书分为6部分，第1~3章主要讲了有机化学实验基础知识、基本操作和有机化合物物理常数的测定，第4~6章主要是7个鉴定试验、28个合成实验和5个提取实验。每个实验包括实验目的、实验原理、实验药品、实验装置图、实验步骤、注释和思考题等部分。本书介绍比较全面。可满足应用化学、高分子、材料、生物、环境、医学和药学等专业的学习用书。本书具有以下特点。

1. 侧重基本实验技能的培养。每个实验都可以让读者充分得到多项基础实验技能的训练，让读者熟练掌握有机化学实验基本技能。

2. 突出实验实用化原则。我们选取的实验内容尽量和日常生活用品相关联，使化学实验生活化，提高读者的实验兴趣。

3. 激发读者的创新意识培养读者的综合能力。在绿色化学和微量化学的理念下，我们选取了新的实验内容，实验技术，使读者在掌握基本实验技能的基础上，进行思考、设计、创新。

由于编者水平有限，本书不足和疏漏之处在所难免，诚挚希望广大读者提出宝贵修改意见。

编者
2018年6月

目 录

第一章 有机化学实验基本知识	1
第一节 有机化学实验室安全知识	2
第二节 有机化学实验常用仪器和设备	5
第三节 实验预习和实验记录	18
第二章 基本操作实验	25
第一节 有机实验药品的干燥	26
第二节 加热和冷却	32
第三节 回流与搅拌装置	36
第四节 蒸馏、分馏及减压蒸馏	40
第五节 水蒸气蒸馏	49
第六节 萃取	51
第七节 重结晶	56
第八节 升 华	60
第九节 色谱	62
第十节 简单玻璃工操作	70
第三章 有机化合物物理常数测定	75
第一节 有机化合物熔点测定及温度计校正	76
第二节 有机化合物沸点测定	80
第三节 折光率的测定	81
第四节 比旋光度的测定	84
第五节 红外光谱的测定	86

第四章 有机化合物的性质和鉴定.....	93
实验一 醇、酚、醚的性质.....	94
实验二 醛、酮的性质.....	97
实验三 羧酸及其衍生物的性质.....	100
实验四 含氮化合物的性质.....	103
实验五 碳水化合物的性质与鉴定.....	106
实验六 蛋白质的性质与鉴定.....	109
实验七 有机未知物鉴定实验方案设计的要求.....	112
第五章 有机化合物的合成实验.....	115
实验一 环己烯的制备.....	116
实验二 溴乙烷的制备.....	118
实验三 1-溴丁烷的制备.....	120
实验四 1,2-二溴乙烷的制备.....	124
实验五 2-甲基-2-氯丙烷的制备.....	126
实验六 无水乙醇的制备.....	128
实验七 2-甲基-2-丁醇的制备.....	129
实验八 1-苯乙醇的制备.....	132
实验九 三苯甲醇的制备.....	134
实验十 乙醚的制备.....	137
实验十一 正丁醚的制备.....	139
实验十二 苯乙酮的制备.....	141
试验十三 环己酮的制备.....	144
实验十四 己二酸的制备.....	146
实验十五 对硝基苯甲酸的制备.....	148
实验十六 肉桂酸的制备.....	150
试验十七 乙酸乙酯的制备.....	152
实验十八 乙酸正丁酯的制备.....	154
实验十九 苯甲酸乙酯的制备.....	157

实验二十 乙酰乙酸乙酯的制备	159
实验二十一 苯胺的制备	161
实验二十二 乙酰苯胺的制备	163
实验二十三 对氨基苯磺酰胺的制备	165
实验二十四 甲基橙的制备	167
实验二十五 呋喃甲酸和呋喃甲醇的合成	169
实验二十六 肥皂的制备	171
实验二十七 阿司匹林的制备	172
实验二十八 安息香的辅酶合成	174
第六章 天然产物提取分离与鉴定	179
实验一 从茶叶中提取咖啡因	180
实验二 从黄连中提取黄连素	182
实验三 绿色植物叶中天然色素的提取和色谱分离	184
实验四 从橙皮中提取橙油	186
实验五 花生仁中粗脂肪的提取	187
附录 1	190
附录 2	196
附录 3	197
附录 4	199
附录 5	201
附录 6	202

第一章

有机化学实验基本知识

基本要求:

- ☐ 了解有机化学实验室规章制度,掌握有机实验安全常识;
- ☐ 认识和了解有机化学实验常见仪器、设备及使用须知;
- ☐ 了解有机化学实验过程中注意事项、实验记录和报告格式。

《有机化学实验》是一门以操作为基础,理论和实践并重的课程。该课程的主要目的是验证、巩固和加深理解有机化学理论教学内容,同时要求学生掌握合成、分离和验证有机化合物的基本技能,培养学生良好的实验习惯和严谨的工作作风,进而培养学生观察、分析和解决实际问题的能力。

有机化学实验过程中常使用大量的有机试剂,这些有机物大多易燃,甚至具有爆炸性,并且这些试剂大多具有不同程度的毒性。因此,在进入有机化学实验室前,必须要熟悉有机化学实验室的安全知识,掌握有机化学实验室安全守则。同时,了解和掌握有机化学实验室的各种仪器、设备的使用方法和注意事项,这也是进行有机化学实验的必备常识。进行有机化学实验也应注意意外事故的发生,如割伤、烫伤等。

第一节 有机化学实验室安全知识

一、有机化学实验室规则

为了保证实验的顺利进行,培养严谨的科学态度和良好的实验习惯,学生应了解并严格遵守实验室规则。

1. 进入实验室前,做好充分准备。必须做好预习,写好预习报告,明确实验目的,熟悉实验原理,了解实验中所用药品的性质,掌握实验步骤,了解实验过程的关键问题。

2. 实验开始前,仪器的检查。首先检查仪器是否完整无损,再检查仪器是否干净(或干燥),如有污物,应洗净(或干燥)后方可使用。

3. 实验过程中,严格遵守实验规章制度。要严格遵守实验室安全守则与每个实验的安全注意事项,服从教师和实验室工作人员的指导。要严格按照规定称量或量取药品,药品用完后,应盖好瓶盖放回原处。仪器装置安装完毕,待指导教师检查合格后,方可开始实验。实验过程中要经常保持台面和地面的整洁,同时仔细观察实验现象,积极思考问题,严格遵守操作规程,实事求是的做好实验记录。

4. 实验结束后,整理实验台。应及时将仪器洗净,并放入指定的位置,实验垃圾等应放入废物桶中,不得丢入水槽或扔在地上。废酸、酸性反应残液应倒入指定容器中。

5. 实验完毕,整理实验资料。要及时整理实验记录,写出完整的实验报告,按时交给教师审阅。

二、有机化学实验室安全守则

有机化学实验中常会用到易燃、易爆物质,如操作不慎极易引起各种危险。因此,进入实验室前应了解并严格遵守实验室安全守则。

1. 装置检查。实验开始前,应检查实验装置是否正确、稳妥与严密,常压操作时,切勿造成密闭系统,否则可能会发生爆炸事故。

2. 危险药品要小心。使用易燃物质,应尽可能远离热源。对易爆炸固体的残渣,必须小心销毁(如用盐酸或硝酸分解重金属快化物)。使用腐蚀性药品如苯酚,切勿接触皮肤;实验药品均不得入口,有毒药品如重铬酸钾、四氯化碳等,使用时不得接触伤口。

3. 药品不得随意丢弃。实验时,称量过多的药品要倒入指定容器,不能随便倒入下水道,以免污染环境。

4. 装配仪器要小心。装配仪器时,若塞孔过紧,一定不要勉强塞入,以免将手戳伤。玻璃管插入塞孔时,要抹少量水(或甘油),操作时两手要靠近,应旋转插入而不要压入,

否则会将手戳伤。

5. 注意防电。使用电器设备时,要防止触电。实验完毕,要必须首先切断电源,再进行后续操作。

三、实验室事故预防及处理

在有机化学实验中,经常会用到有机试剂和溶剂,这些物质大多数都易燃、易爆,而且具有一定的毒性。因此,防火、防爆、防中毒已成为有机化学实验中的重要问题。同时,还应注意安全用电,防止割伤和灼伤事故的发生。

1. 火灾预防及处理

引起着火的原因很多,如用敞口容器加热低沸点的溶剂,加热方法不正确等,均可引起着火。为了防止着火,实验中应注意以下几点。

(1) 不能用敞口容器加热或放置易燃、易挥发的化学药品。应根据实验要求和物质的特性,选择正确的加热方法。如对沸点低于 80℃ 的液体,在蒸馏时,应采用水浴,不能直接加热;油浴加热时应防止冷水滴入热油中,同时防止油蒸汽着火。

(2) 尽量防止或减少易燃气体(氢气、乙炔等)外逸。处理和使用易燃物时,应远离明火,注意室内通风,及时将蒸汽排出。

(3) 易燃、易挥发的废物以及金属钾和钠等易爆金属,不得倒入废液缸和垃圾桶中,应设置专门容器回收处理,不得倒入水池中,以免引起爆炸。

(4) 对乙醚、异丙醚、四氢呋喃及其他醚类吸收空气中氧,容易形成不稳定的过氧化物,受热或摩擦极易爆炸,使用时应注意。

(5) 实验室不得存放大量易燃、易挥发性物质。

实验室一旦发生着火,应沉着、镇静、迅速及时地采取正确措施。首先,应立即切断电源,移走易燃物。然后,根据易燃物的性质和火势采取适当的方法进行扑救。有机物着火不能用水扑救,因为一般有机物不溶于水或遇水可能发生更强烈的反应而引起更大的事故。小火可用湿布或石棉布盖熄,火势较大时,应用灭火器扑救。地面或桌面着火时,还可用砂子扑救,但油浴装置着火不宜使用砂子扑救。身上着火时,应就近在地上打滚(速度不要太快)将火焰扑灭。千万不要在实验室内乱跑,以免造成更大的火灾。

2. 玻璃割伤预防及处理

有机实验中主要使用玻璃仪器,使用时,最基本的原则是:不能对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。需要用玻璃管和塞子和连接装置时,用力处不要离塞子太远,尤其是插入温度计时,要特别小心。

发生割伤后,应将伤口处的玻璃碎片取出,再用生理盐水将伤口洗净,涂上红药水,用纱布包好伤口。若割破静(动)脉血管,流血不止时,应先止血,具体方法是:在伤口上方约 5~10 cm 处用绷带扎紧或用双手掐住,然后再进行处理或送往医院。

3. 酸、碱灼伤及处理

当使用酸液或碱液时应使容器与试剂瓶互相倾斜,缓慢倾倒,以防洒到手上。当有酸或碱液灼伤皮肤时,应立即用大量水冲洗。酸液灼伤则用 1% 碳酸氢钠溶液洗,碱液灼伤则用 1% 硼酸溶液或 2% 醋酸溶液洗,最后都再用水洗,在灼伤处涂上药用凡士林。酸液或碱液溅入眼内,处理方法同上,并及时去医院就诊。

4. 烫伤

轻者涂少量甘油或硼酸凡士林,重者涂以烫伤膏等,情况严重的需马上去医院就诊。

四、实验室常备急救用具

为预防实验室火灾、人身安全等问题的发生,有机化学实验室需常备一些急救用具,具体如下。

1. 消防器材:泡沫灭火器、四氯化碳灭火器、二氧化碳灭火器、石棉布、黄沙等。
2. 急救药箱:碘附、甘油、凡士林、烫伤药膏、70% 酒精、3% 过氧化氢、1% 醋酸溶液、1% 硼酸溶液、1% 碳酸氢钠溶液、绷带、纱布、棉花签、药棉、橡皮膏、医用镊子、剪刀等。

五、有机化学药品常识

1. 易燃化学药品

- (1) 可燃气体。包括甲烷、一氯乙烷、煤气、氢气、硫化氢、乙胺等。
- (2) 易燃液体。易燃液体分为三个等级,汽油、丙酮、乙醚、环氧乙烷等属于一级易燃液体,甲醇、乙醇、二甲苯、吡啶等属于二级易燃液体,煤油、柴油等属于三级易燃液体。
- (3) 易燃固体。包括硫黄、红磷、硝化纤维等。
- (4) 易自燃物质。黄磷等。
- (5) 遇水易燃物质。金属钾、钠及电石和锌粉等。

2. 易爆化学药品

易爆化学药品一般在空气中或遇到外界条件变化后不稳定的化学药品,常为实验中采用的氧化剂,在运输、保存、使用过程中要了解其性质,以防危险事故的发生。易爆化学品按危险程度可分为三个等级:一级易爆品为与水或有机物极易引起爆炸的物质,如氯酸钾、高氯酸、过氧化钠等;二级易爆品为遇热或日晒后方能引起爆炸的物质,如高锰酸钾、过氧化氢等;三级易爆品为遇高温或与酸作用后引起爆炸的,如硝酸铅、重铬酸钾等。

另外在保存或运输化学药品时,要严禁将易爆化学品与还原性或易燃性药品一起储存或运输,以防发生爆炸事故。

3. 化学药品的毒性

(1) 致癌药品。包括:亚硝胺、联苯胺及其盐、对氨基偶氮苯、氯甲基甲醚、氯乙烯、间苯二酚等。

(2) 剧毒药品。包括:六氯苯、氰化钠、氢氟酸、氯化汞、有机砷化合物、有机磷化合物、有机硼化合物、乙腈等;

(3) 有机试剂。常用有机试剂根据对人体危害程度,分为无毒、低毒和有毒三种类型。其中无毒试剂主要指长时间使用对人体无毒害作用的试剂,包括戊烷、石油醚、乙烷、乙醇、乙酸、乙酸乙酯等,还有些物质虽有剧毒性,但由于挥发性较低,也可以认为是无毒的,包括乙二醇、丁二醇、邻苯二甲酸二丁酯等;低毒试剂指对人体有一定程度的毒害作用,但短时间内没有重大危险的试剂,包括甲苯、二甲苯、环己烷、乙酸丙酯、丁醇、三氯乙烯、环氧乙烷、石油脑、四氢化萘、硝基乙烷等;有毒试剂指短时间接触就会对人体产生危害的试剂,包括苯、二硫化碳、四氯化碳、甲醇、乙醛、硝基苯、氯苯、硫酸二甲酯、吡啶等。

第二节 有机化学实验常用仪器和设备

了解实验所用仪器及设备的性能、正确使用的方法和如何保养,是对每一个实验者最起码的要求,本节主要介绍有机化学试验中常用的玻璃、金属及电器设备。

一、玻璃仪器

玻璃仪器一般是由软质或硬质玻璃制作而成的。软质玻璃价格便宜,但耐温、耐腐蚀性较差。因此,一般用它制作的仪器不耐温,如普通漏斗、量筒、吸滤瓶、干燥器等。硬质玻璃具有较好的耐温和耐腐蚀性,制成的仪器可在温度变化较大的情况下使用,如烧瓶、烧杯、冷凝管等。

有机实验玻璃仪器按其口塞是否标准及磨口,分为普通仪器及标准磨口仪器两类。标准磨口仪器由于可以相互连接,使用即省时方便又严密安全,它将逐渐代替同类普通仪器。使用玻璃仪器皆应轻拿轻放,容易滑动的仪器(如圆底烧瓶),不要重叠放置,以免打破。

1. 普通仪器

普通玻璃仪器是有机化学实验中最常用的器皿,常见普通玻璃仪器如图1所示。除试管、烧杯等少数玻璃仪器外,一般都不能直接用火加热。锥形瓶不耐压,不能作减压用。厚壁玻璃器皿(如抽滤瓶)不耐热,故不能加热。广口容器(如烧杯)不能贮放易挥发的有机溶剂。

带磨口活塞的玻璃器皿用过洗净后,在活塞与磨口间应垫上纸片,以防粘住。如已粘住可在磨口四周涂上润滑剂或有机溶剂后用电吹风吹热风,或用水煮后再用木块轻敲塞子,使之松开。

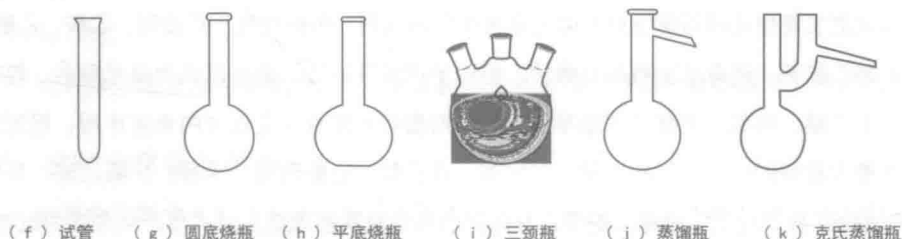
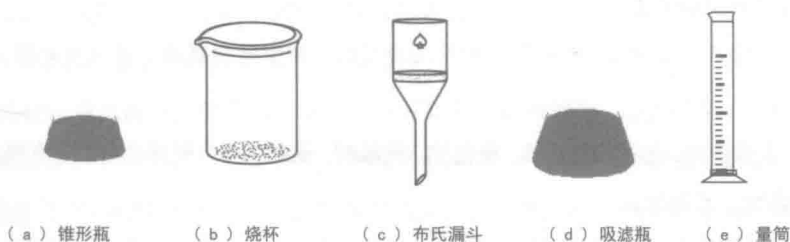


图 1-1 常用普通玻璃仪器

2. 标准磨口仪器

有机化学实验使用磨口仪器,可省去配塞子、钻孔等多项操作,也能免去反应物或产物被软木塞或橡皮塞所玷污,比普通玻璃仪器使用方便。

标准磨口玻璃仪器口径的大小,通常用数字编号来表示,该数字是指磨口最大端直径的毫米整数。常用的有 10, 14, 19, 24, 29, 34, 40, 50 等。有时也用两组数字来表示,另一组数字表示磨口的长度。例如 14/30,表示此磨口直径最大处为 14mm,磨口长度为 30mm。相同编号的磨口、磨塞可以紧密连接。当两个玻璃仪器因磨口编号不同无法直接连接时,可借助不同编号的磨口接头(或称大小头、转接口等)使之连接。

通常以整数表示磨口系列的编号,它与实际磨口锥体大端直径略有差别,表 1-1 列出了磨口的编号与大端直径的对照。

表 1-1 常用磨口仪器口径尺寸

编 号	10	14	19	24	29	34	40
大端直径 / mm	10.0	14.5	18.8	24.0	29.2	34.5	40.0

实验室最使用的常量仪器一般是 19 号的磨口仪器,半微量实验中采用的是 14 号的磨口仪器,微量实验中采用的是 10 号磨口仪器。常用的磨口玻璃仪器有圆底烧瓶、三口瓶、蒸馏头、冷凝器、接收管等,具体如下。

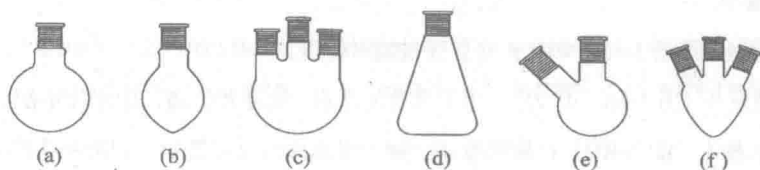
(1) 烧瓶

① 圆底烧瓶 (图 1-2(a))：能耐热和承受反应物 (或溶液) 沸腾以后所发生的冲击震动。在有机化合物的合成和蒸馏实验中最常使用，也常用作减压蒸馏的接收器。

② 梨形烧瓶 (图 1-2(b))：性能和用途与圆底烧瓶相似。它的特点是在合成少量有机化合物时在烧瓶内保持较高的液面，蒸馏时残留在烧瓶中的液体少。

③ 三口烧瓶 (图 1-2(c))：最常用于需要进行搅拌的实验中。中间瓶口装搅拌器，两个侧口装回流冷凝管和滴液漏斗或温度计等。

④ 锥形烧瓶 (图 1-2(d))：常用于有机溶剂进行重结晶的操作，或有固体产物生成的合成实验中，因为生成的固体物容易从锥形烧瓶中取出来。通常也用作常压蒸馏实验的接受器，但不能用作减压蒸馏实验的接受器。



(a) 圆底烧瓶 (b) 梨形烧瓶 (c) 三口烧瓶 (d) 锥形烧瓶 (e) 二口烧瓶 (f) 梨形三口烧瓶

图 1-2 烧瓶

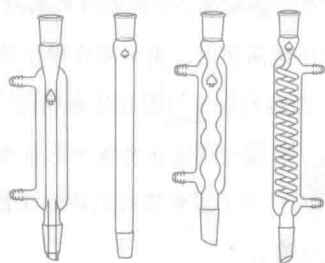
(2) 冷凝管

① 直形冷凝管 (图 1-3(a))：适用于蒸馏实验，蒸馏物质的沸点在 140°C 以下，但超过 140°C 时，冷凝管往往会在内管和外管的接合处炸裂。

② 空气冷凝管 (图 1-3(b))：当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 (图 1-3(c))：其内管的冷却面积较大，对蒸气的冷凝有较好的效果，适用于加热回流的实验。

④ 蛇形冷凝管 (图 1-3(d))。



(a) (b) (c) (d)

(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

(3) 漏斗

① 普通漏斗 (图 1-4(a、b))：在普通过滤时使用。

② 分液漏斗 (图 1-4(c、d、e))：用于液体的萃取、洗涤和分离，有时也可用于滴加试剂。

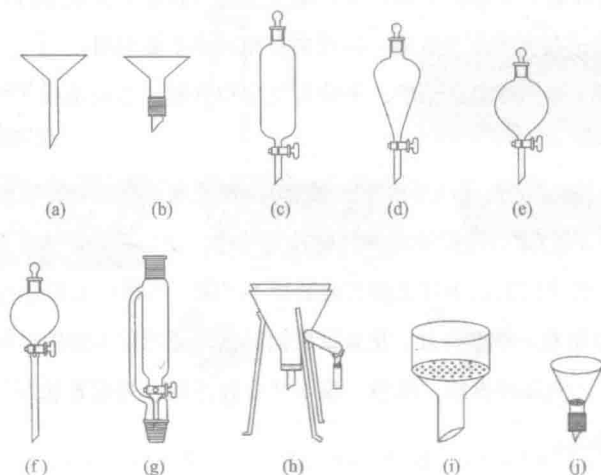
③ 滴液漏斗 (图 1-4(f))：能把液体一滴一滴地加入反应器中。即使漏斗的下端浸没在液面下，也能够明显地看到滴加的快慢。

④ 恒压滴液漏斗 (图 1-4(g))：用于合成反应实验的液体加料操作，也可用于简单的连续萃取操作。

⑤ 保温漏斗 (图 1-4(h))：也称热滤漏斗，用于需要保温的过滤。它是在普通漏斗的外面装上一个铜质的外壳，外壳与漏斗之间装水，用煤气灯加热侧面的支管，以保持所需要的温度。

⑥ 布氏漏斗 (图 1-4(i))：是瓷质的多孔板漏斗，在减压过滤时使用。

⑦ 小型多孔板漏斗 (图 1-4(j))：用于减压过滤少量物质。

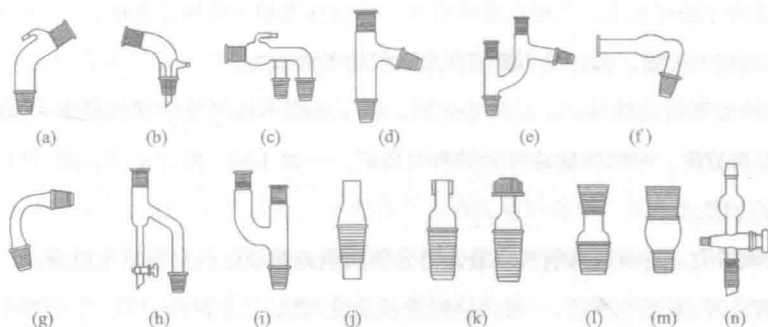


(a) 长颈漏斗; (b) 带磨口漏斗; (c) 筒形分液漏斗; (d) 梨形分液漏斗; (e) 圆形分液漏斗;
(f) 滴液漏斗; (g) 恒压滴液漏斗; (h) 保温漏斗; (i) 布氏漏斗; (j) 小型多孔板漏斗

图 1-4 漏斗

(4) 其他仪器

这些仪器多数用于各种仪器连接。



(a) 接管; (b) 真空接管; (c) 双头接管; (d) 蒸馏头; (e) 克氏蒸馏头; (f) 弯形干燥管; (g) 75° 弯管;
(h) 分水器; (i) 二口连接管; (j) 搅拌套管; (k) 螺口接头; (l) 大小接头; (m) 小大接头; (n) 二通旋塞。

图 1-5 其他磨口玻璃仪器

3. 玻璃仪器使用注意事项

(1) 玻璃仪器使用时, 应轻拿轻放, 以防摔裂或破碎。

(2) 不能用明火直接加热玻璃仪器, 加热时应垫石棉垫, 不能用高温加热不耐温的玻璃仪器, 如吸滤瓶、普通漏斗、量筒等。