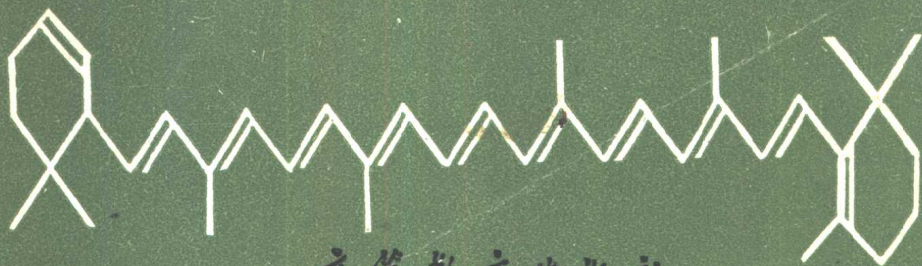


高等学校试用教材

有机化学实验

黄涛 主编



高等教育出版社

高等学校试用教材

有机化学实验

黄涛 主编

封孝华 张治民 朱清爱 王文海

孙铭卿 陶守田 邹健

编

高等教育出版社

内 容 提 要

本书是根据教育部理科化学教材编审委员会于1980年审订的生物系各专业有机化学实验教学大纲编写的。全书共五个部分,即:有机化学实验的一般知识,基本操作,有机化合物的性质实验,合成实验和天然有机物的提取。本书可供综合大学、高等院校生物系使用,亦可供其他高等学校有关专业参考使用。

高等学校试用教材

有机化学实验

黄 涛 主编

张治民 朱清爱 王文海 编
张静卿 陶文田 邹 健

高等教育出版社出版

新华书店北京发行所发行

文字六〇三厂印装

开本 850×1168 1/32 印张11.75 字数280 000

1983年9月第1版 1988年4月第5次印刷

印数 74 271—90 280

ISBN 7-04-001350-9/0·500

定价 2.00 元

前 言

本书是根据1980年8月教育部理科化学教材编审委员会审定的生物系各专业用《有机化学实验》教材大纲编写的。

全书包括五个方面的内容：第一部份为有机化学实验的一般知识；第二部份为基本操作；第三部份为有机化合物的性质实验；第四部份为合成实验；第五部份为天然有机物的提取；最后为附录。第二和第三部份占较多篇幅。基本操作部份简要地介绍了基本原理和注意事项，部份项目中还编写了基本操作的实验内容。由于近年来色谱和波谱技术在有机化学和生物学等方面的应用日益广泛，本书对这方面的知识也作了扼要介绍。波谱技术方面则侧重于谱图的解析。全书共52个实验。

考虑到教材既要适应教学计划的需要，同时让使用本教材的院校有选择的余地和对学生有一定参考价值，因此书中内容较目前教学学时要多一些，各院校可根据需要自行取舍。

在本书编写过程中，武汉大学有机化学教研室和兄弟院校的许多同志给予了很大的支持和帮助。南开大学王积涛教授、汪小兰副教授，南京大学胡宏纹教授和兰州大学刘有成、陈耀祖教授等提出了许多宝贵的建议。教育部于1982年5月31日到6月5日召开了审稿会，由北京大学冉瑞成、南开大学汪小兰、王长凤、南京大学陈伟兴、复旦大学吴家骏、兰州大学陈立民、焦天权、吉林大学张景文、四川大学李聚才、山东大学李次明、中山大学李荣贤、北京师范大学王佩珍、华东师范大学杨琍萍、华中师范学院朱传方、暨南大学汪时中、贵州大学赵献立、武汉师范学院李文玉、湖北中医学

院夏忠英等高等院校的代表组成的审查小组，对本书进行了认真地讨论和评议。高等教育出版社也派同志参加了审稿会。有的院校还提供了参考资料和复核了部份实验、在此谨向他们表示衷心的感谢。

参加本书编写和实验校核工作的有黄涛(主编)、封孝华、张治民、朱清爱、王文海、张静卿、陶文田、邹键。全书插图由邹键同志绘制。刘幼年、蒋素芳参加了部份实验工作。

由于我们的水平有限，时间仓促，错误和不足之处在所难免，敬请读者批评指正。

编者于武昌珞珈山

一九八三年六月

实验守则

有机化学是一门实验性很强的学科，学习有机化学必须做好有机化学实验。为了保证实验的正常进行和养成良好的实验习惯和作风，要求学生必须遵守下列规则：

1. 实验前必须认真预习有关实验的全部内容，并做好预习笔记和安排，通过预习，明确实验目的和要求及实验的基本原理、步骤和有关的操作技术，熟悉实验所需的药品、仪器和装置，了解实验中的注意事项。

2. 做好一切准备工作后方能开始实验。

3. 必须遵守实验室的纪律和各项规章制度。实验中不大声说笑、不擅离实验岗位、不乱拿乱放、不将公物带出实验室、借用公物应自觉归还，损坏东西要如实登记，出了问题必须及时报告。

4. 实验进行中，必须严格按操作规程进行操作。仔细观察、积极思考、及时准确、实事求是地做好实验记录。

5. 遵从教师和实验室工作人员的指导，若有疑难问题或发生意外事故必须立即报请教师及时解决和处理。

6. 应自始至终注意实验室的整洁。做到桌面、地面、水槽和仪器四净。

7. 公用仪器、药品和工具，应在指定地点使用，用后立即归还原处并保持其整洁。节约水、电、煤气和药品。严格控制药品的规格和用量。

8. 实验完毕，必须及时做好后处理工作(包括清洗仪器、处理

废物、检查安全等)将记录(合成实验要上交产品)交教师审阅。待教师签字后方可离开实验室。

9. 每次实验后,必须尽快地认真地写出实验报告。

目 录

实验守则	1
第一部分 有机化学实验的一般知识	1
一、实验室的安全	1
(一)实验时的一般注意事项	1
(二)实验中事故的预防、处理和急救	2
二、有机化学实验常用仪器、用具和设备	6
(一)玻璃仪器	6
(二)金属用具	9
(三)主要仪器设备	9
三、仪器的清洗和干燥	11
(一)仪器的清洗	11
(二)仪器的干燥	12
四、有机化学实验的一般装置	12
(一)一般装置的简介	12
(二)仪器的选择	27
(三)塞子的处理	29
(四)仪器的装配	30
五、实验药品的准备	32
(一)药品规格的选定	32
(二)常用有机试剂的纯化	32
六、实验预习、记录和实验报告	40
(一)实验预习	40
(二)实验记录	41
(三)实验报告	41
七、辞典和手册	44

(一)化工辞典	44
(二)理化手册	44
(三)海氏辞典	45
(四)试剂手册	46
(五)Merck索引	46
第二部分 基本操作	47
一、简单玻璃工	47
实验1 简单玻璃工操作	52
二、加热和冷却	53
三、蒸馏和沸点测定	56
四、简单分馏	60
五、水蒸汽蒸馏	63
六、减压蒸馏	65
七、熔点测定及温度计校正	68
实验2 熔点、沸点的测定	75
八、升华	76
九、重结晶及过滤	80
实验3 重结晶和蒸馏	89
十、萃取	92
十一、干燥	99
十二、色谱法	109
实验4 柱色谱	124
实验5 薄层色谱	126
十三、折光率的测定	128
十四、旋光度的测定	132
十五、波谱技术简介(核磁共振谱、红外光谱、紫外光谱)	134
第三部分 有机化合物性质实验	164
一、有机元素定性分析	164
实验6 钠熔法鉴定氮、硫、卤素	165
实验7 氧瓶法鉴定氮、硫、氟、磷	169

二、 烃.....	174
实验 8 烷烃的性质.....	175
实验 9 乙烯的制备及性质.....	176
实验 10 乙炔的制备和性质.....	178
实验 11 芳香烃的性质.....	180
三、 卤代烃.....	181
实验 12 卤代烃的取代反应.....	182
四、 醇、酚、醚.....	186
实验 13 醇和硫醇的化学性质.....	186
实验 14 酚和醚的化学性质.....	190
五、 醛和酮.....	198
实验 15 醛、酮的化学性质.....	199
六、 羧酸与取代羧酸.....	206
实验 16 羧酸与取代羧酸的化学性质.....	207
七、 羧酸衍生物.....	213
实验 17 羧酸衍生物的化学性质.....	213
八、 胺和酰胺.....	217
实验 18 胺和酰胺的化学性质.....	218
九、 脂类化合物.....	225
实验 19 粗脂肪的提取.....	227
实验 20 脂类化合物的化学性质.....	229
十、 糖类化合物.....	232
实验 21 糖的化学性质.....	233
实验 22 葡萄糖旋光性及变旋现象.....	242
十一、 氨基酸及蛋白质.....	244
实验 23 氨基酸及蛋白质的化学性质.....	245
实验 24 蛋白质等电点的测定和两性反应.....	253
实验 25 氨基酸的纸上层析.....	256
十二、 萜类和甾体.....	257
实验 26 萜和甾体的化学性质.....	258
十三、 杂环化合物.....	260

实验 27 杂环的化学性质	261
十四、生物碱	263
实验 28 生物碱的化学性质	263
十五、制备衍生物	266
实验 29 制备衍生物的实例	267
第四部分 合成实验	272
一、卤代烃的制备	272
实验 30 正溴丁烷	273
实验 31 溴苯	275
二、醚的制备	278
实验 32 正丁醚	279
三、醇的制备	281
实验 33 2-甲基-2-己醇	283
实验 34 三苯甲醇	285
四、酮的制备	288
实验 35 环己酮	290
实验 36 苯乙酮	291
五、羧酸的制备	294
实验 37 正丁酸	295
实验 38 苯甲酸	297
六、羧酸酯的制备	298
实验 39 乙酸丁酯	300
实验 40 葡萄糖酯的制备(糖的酯化及异构化)	300
实验 41 乙酰水杨酸(阿斯匹林)	304
七、芳香族硝基化合物的制备	305
实验 42 邻-硝基苯酚和对-硝基苯酚	306
八、芳香胺及其衍生物的制备	309
实验 43 苯胺	311
实验 44 乙酰苯胺	314
九、重氮化反应及其应用	316
实验 45 甲基橙	318

十、坎尼查罗反应.....	322
实验 46 苯甲醇和苯甲酸	322
实验 47 呋喃甲醇和呋喃甲酸	324
十一、克莱森酯缩合反应.....	326
实验 48 乙酰乙酸乙酯	328
第五部分 天然有机化合物的提取.....	331
实验 49 从茶叶中提取咖啡碱	332
实验 50 从槐花米中提取芦丁	334
实验 51 从黄连中提取黄连素	336
实验 52 从黑胡椒中提取胡椒碱	338
附录一 核磁共振谱和红外光谱数据表.....	341
附录二 试剂的配制.....	344
附录三 元素原子量及酸碱溶液密度和百分组成.....	350
附录四 水的蒸气压力表(0~100°C).....	356
附录五 部分共沸混合物.....	357
附录六 常见化学物质毒性和易燃性.....	359
参考资料.....	363

第一部分 有机化学实验的一般知识

一、实验室的安全

有机化学实验中,经常使用易燃溶剂,如乙醚、乙醇、丙酮、苯和石油醚等;使用有毒药品,如氰化物、硝基苯和某些有机磷化物等;易燃易爆气体或药品,如氢气、乙炔和干燥的苦味酸(2,4,6-三硝基苯酚)等;有腐蚀性的药品,如浓硫酸、浓盐酸、浓硝酸、烧碱、溴和氯磺酸等。所有这些药品,如使用不当,就有可能发生着火、爆炸、烧伤或中毒等事故。同时,进行有机化学实验,一般所使用的仪器大都是玻璃制品,如不注意,容易发生破损,从而引起各种事故。此外,在使用煤气和电器设备时,如处理不当,也会发生各种事故。因此,进行有机化学实验时,必须注意安全。

各种事故的发生往往是由于不熟悉仪器,药品的性能,未按操作规程进行实验或思想麻痹大意所引起的。只要实验前充分预习,实验中认真操作,加强安全措施,事故是可以避免的。为了防止事故和发生事故后做好及时处理,学生对实验室安全知识应有所了解,并切实遵守。

(一) 实验时的一般注意事项

1. 实验开始前,应按照要求认真地进行实验预习,安排好实验,仔细检查好仪器是否完整无损,装置是否正确稳妥。

2. 实验中必须做到熟悉药品和仪器的性能及装配要点。弄清实验室内水、电、煤气的管线开关和各种钢瓶的标记,切忌弄错,

绝对禁止违章操作。

3. 实验进行时,要仔细观察,认真思考,如实记录实验情况,经常注意仪器有无漏气、碎裂和进行反应是否正常等。

4. 凡可能发生危险的实验,应采取必要的防护措施,如使用防护眼镜、面罩、手套等。

5. 实验进行中,各种药品不得散失或丢弃,反应中所产生的有害气体必须按规定进行处理,以免污染环境。

6. 严禁在实验室内吸烟、饮食。

7. 正确地使用玻璃管、棒和温度计。

8. 熟悉使用各种安全用具及有关材料。

(二) 实验中事故的预防、处理和急救。

1. 割伤

造成割伤者,一般有下列几种情况:

(1) 装配仪器时用力过猛或装配不当;

(2) 装配仪器用力处远离连接部位,如图 1.1 中(b)、(d);

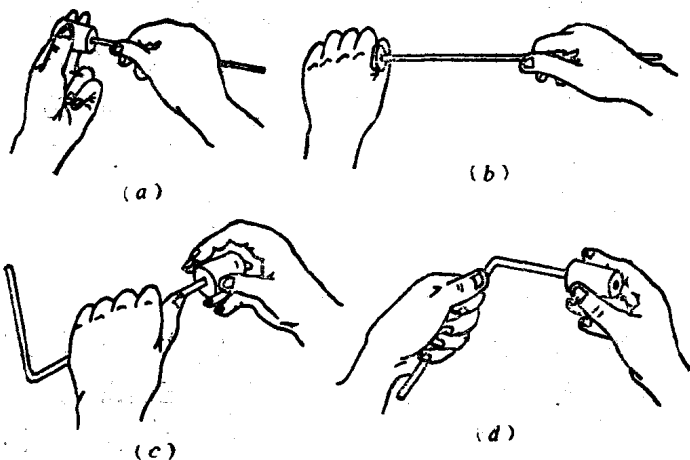


图 1.1 玻璃管的插入

- (3) 仪器口径不合而勉强连接;
- (4) 玻璃折断面未烧圆滑,有棱角。

预防玻璃割伤,要注意以下几点:

- (1) 玻璃管(棒)切割后,断面应在火上烧熔以消除棱角;
- (2) 注意仪器的配套;
- (3) 按要求正确地装配仪器。

如果不慎,发生割伤事故要及时处理,先将伤口处的玻璃碎片取出。若伤口不大,用蒸馏水洗净伤口,再涂上红药水,撒上止血粉用纱布包扎好。伤口较大或割破了主血管,则应用力按住主血管,防止大出血,及时送医院治疗。

2. 着火

预防着火要注意以下几点:

(1) 不能用烧杯或敞口容器盛装易燃物,加热时,应根据实验要求及易燃物的特点选择热源,注意远离明火。

(2) 尽量防止或减少易燃物的气体外逸,倾倒时要灭火源,且注意室内通风,及时排出室内的有机物蒸气。

(3) 易燃及易挥发物,不得倒入废液缸内。大量的要专门回收处理;少量的可倒入水槽用水冲走(与水有猛烈反应者除外,金属钠残渣要用乙醇销毁)。

(4) 实验室不准存放大量易燃物。

(5) 防止煤气管、阀漏气。

实验室如果发生了着火事故,应沉着镇静及时地采取措施,控制事故的扩大。首先,立即熄灭附近所有火源,切断电源,移开未着火的易燃物。然后,根据易燃物的性质和火势设法扑灭。

常用的灭火剂有二氧化碳、四氯化碳和泡沫灭火剂等。干砂和石棉布也是实验室经济、常用的灭火材料。

二氧化碳灭火器是有机化学实验室最常用的灭火器。灭火器

内贮放压缩的二氧化碳。使用时，一手提灭火器，一手应握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上(不能手握喇叭筒，以免冻伤)打开开关，二氧化碳即可喷出。这种灭火器、灭火后的危害小，特别适用于油脂、电器及其它较贵重的仪器着火时灭火。

四氯化碳和泡沫灭火器，虽然也都具有比较好的灭火效能，但由于存在一些问题，如四氯化碳在高温下能生成剧毒的光气，而且与金属钠接触会发生爆炸，泡沫灭火器喷出大量的硫酸氢钠、氢氧化铝污染严重，给后处理带来麻烦，因此，除不得已时是不用这两种灭火器的。

不管用哪一种灭火器都是从火的周围开始向中心扑灭。

水在大多数场合下不能用来扑灭有机物的着火。因为一般有机物都比水轻，泼水后，火不但不熄，反而漂浮在水面燃烧，火随水流促其蔓延。

地面或桌面着火，如火势不大，可用淋湿的抹布来灭火；反应瓶内有机物的着火，可用石棉板盖住瓶口，火即熄灭；身上着火时，切勿在实验室内乱跑，应就近卧倒，用石棉布等把着火部位包起来，或在地上滚动以灭火焰。

3. 爆炸

实验时，仪器堵塞或装配不当；减压蒸馏使用不耐压的仪器；违章使用易爆物，以及反应过于猛烈，难以控制都有可能引起爆炸。为了防止爆炸事故，应注意以下几点：

(1) 常压操作时，切勿在封闭系统内进行加热或反应，在反应进行时，必须经常检查仪器装置的各部分有无堵塞现象。

(2) 减压蒸馏时，不得使用机械强度不大的仪器(如锥瓶、平底烧瓶、薄壁试管等)。必要时，要戴上防护面罩或防护眼镜。

(3) 使用易燃易爆物(如氢气、乙炔和过氧化物)或遇水易燃烧爆炸的物质(如钠、钾等)时，应特别小心，严格按操作规程办事。

(4) 反应过于猛烈，要根据不同情况采取冷冻和控制加料速度等。干燥的重氮盐受振动易爆炸，一般应现合成随即使用。

(5) 必要时可设置防爆屏。

4. 中毒

化学药品大多具有不同程度的毒性，产生中毒的主要原因是皮肤或呼吸道接触有毒药品所引起的。在实验中，要防止中毒，切实做到以下几点：

(1) 药品不要沾在皮肤上，尤其是极毒的药品。实验完毕后应立即洗手。称量任何药品都应使用工具，不得用手直接接触。

(2) 处理有毒或腐蚀性物质时，应在通风柜中进行，并戴上防护用品，尽可能避免有机物蒸气扩散在实验室内。

(3) 对沾染过有毒物质的仪器和用具，实验完毕应立即采取适当方法处理以破坏或消除其毒性。

一般药品溅到手上，通常是用水和乙醇洗去。实验时若有中毒特征，应到空气新鲜的地方休息，最好平卧，出现其它较严重的症状，如斑点、头昏、呕吐、瞳孔放大时应及时送往医院。

5. 灼伤

皮肤接触了高温，如热的物体、火焰、蒸气，低温，如固体二氧化碳、液体氮和腐蚀性物质，如强酸、强碱、溴等都会造成灼伤。因此，实验时，要避免皮肤与上述能引起灼伤的物质接触。取用有腐蚀性化学药品时，应戴上橡皮手套和防护眼镜。

实验中发生灼伤，要根据不同的灼伤情况分别采取不同的处理方法。

被酸或碱灼伤时，应立即用大量水冲洗；酸用1%碳酸钠冲洗；碱则用1%硼酸溶液冲洗。最后再用水冲洗。严重者要消毒灼伤面，并涂上软膏，送医院就医。

被溴灼伤时，应立即用2%硫代硫酸钠溶液洗至伤处呈白色，