

928721

全国高等师范专科学校教材



# 有机化学实验

谷亨杰 (主编) 周锦成 丁金昌 编



高等教育出版社

全国高等师范专科学校教材

# 有机化学实验

谷亨杰(主编) 周锦成 丁金昌编

高等教育出版社

## 内 容 提 要

本书系根据国家教委师范司1989年颁发的二年制高等师范专科学校有机化学实验教学大纲的要求而编写的。全书共34个实验。本书能充分体现师专的教学特点,每个实验后有实验作业、习题和思考题,同时对实验的规范操作和做好实验的关键作了详细的注释;有机制备实验后附有同类型的替代实验,各校可根据不同的条件,自行选择;为了联系实际,便于开展化学课外活动,选做实验中编有各类实用化学品配制的内容。

本书作为二年制师专化学专业的有机化学实验教材。它也可供三年制师专化生专业、生化专业和教育学院、函授学院以及中学教师进修培训的有关专业使用。

全国高等师范专科学校教材

### 有机化学实验

谷亨杰(主编) 周锦成 王金崑编

\*

高等教育出版社出版

新华书店总店北京科技发行所发行

高等教育出版社激光照排技术部照排

化学工业出版社印刷厂印装

\*

开本 850×1168 1/32 印张 9.625 字数 250 000

1991 年 4 月第 1 版 1991 年 4 月第 1 次印刷

印数 0 001—5 335

ISBN7-04-002699-6/O·1024

定价 3.50 元

## 前 言

根据 1988 年 7 月国家教委师范司在长春召开的全国二年制师专教材编写出版规划工作会议的精神,按照 1989 年国家教委师范司颁发的二年制师专有机化学实验教学大纲的要求,我们编写了这本有机化学实验教材。

本书包含(1)有机化学实验的一般知识;(2)基本操作训练;(3)有机化合物的性质和制备;(4)选做实验等四部分,共 34 个实验。第一部分,除了常规内容外,还写了有机物分离、提纯的一般原则和方法,常用有机溶剂和溶剂的选用等内容。化学手册的查阅方法是通过几个具体例子加以说明,学生比较容易掌握。第二部分,基本操作训练是培养学生独立实验能力的重要环节,由于学时限制,除少数单独安排外,多数结合在制备实验中进行。第三部分,有机物的性质和制备,采取混合编排,便于与有机化学理论课的讲授次序对应,同步安排。制备实验的选题,既考虑到基本操作的反复训练,又能使学生较多地接触各种不同的反应类型。药品用量以常量为主,同时也安排了一些“小量”和半微量的合成实验,以缩短实验时间,节约试剂费用,提高实验水平。部分用时少的“小量”合成实验,则结合在性质实验中进行。性质实验不仅可以验证和巩固学到的有机化学知识,而且又是中学演示实验的主要内容,所以分量予以适当增加。为了扩大学生眼界,了解现代合成方法和实验技术的新发展,在第四部分选做实验中,我们编了卡宾反应、相转移催化反应、有机电化学反应和有机光化学反应等。为了联系实际,便于开展化学课外活动,我们还试编了 7 个实用化学品的配制实验,各校可根据实际需要,选做其中部分内容。

书末附录中有多种表格、数据,供查阅。此外,还有性质实

EAB02/64

验试剂一览表，为实验员准备实验提供方便。

本书实验经过长期教学实践的验证，内容可靠。编写时力求做到安排合理、文字通顺、充分体现师专这个层次的教学特点。不仅讲清反应原理、操作要点，而且对实验的规范操作和成败关键都作了详细的注释。实验后附有实验作业、思考题和习题，以培养学生综合运用知识和独立解决实际问题的能力。考虑到目前全国师专实验室条件不同，在制备实验后，另编了同类型的替代实验，供各校选用。

本书在编写过程中，始终得到杭州大学有机合成博士导师黄宪教授的热情指导和帮助，写成后黄宪教授又仔细地审阅了全部书稿，并提出许多宝贵的建议和修改意见，对此，编者表示衷心的感谢。

限于编者水平，书中错误和不妥之处，请使用本书的师生随时指正。

编者  
于温州师院  
1990.8.

# 目 录

## 第一部分 有机化学实验的一般知识

- §1 有机化学实验的目的 .....( 1 )
- §2 有机化学实验规则 .....( 2 )
- §3 有机化学实验室安全知识 .....( 3 )
- §4 有机化学实验的常用仪器和设备 .....( 5 )
- §5 有机物的分离、提纯的一般原则和方法 .....( 17 )
- §6 常用有机溶剂和有机溶剂的选用 .....( 19 )
- §7 实验预习、记录和实验报告 .....( 23 )
- §8 常用化学手册和主要参考书 .....( 29 )

## 第二部分 基本操作训练

- 实验一 实验始业教育 仪器的认领和洗涤 .....( 33 )
- 实验二 玻璃管的加工和塞子的钻孔 .....( 38 )
- 实验三 熔点的测定 .....( 44 )
  - 附：微量熔点测定仪 .....( 52 )
- 实验四 蒸馏及沸点的测定 .....( 54 )
- 实验五 重结晶提纯法 .....( 62 )
  - 附：固体有机物的干燥 .....( 70 )
- 实验六 薄层色谱 .....( 72 )
- 实验七 水蒸气蒸馏 .....( 78 )
- 实验八 减压蒸馏 .....( 85 )

## 第三部分 有机化合物的性质和制备

- 实验九 有机物元素定性分析 .....( 96 )

实验十	烷烃的性质和甲烷的实验室制备	(101)
实验十一	不饱和烃的性质和乙烯、乙炔的制备	(106)
	附: 洗气瓶的用法	(114)
实验十二	芳香烃的性质	(116)
实验十三	卤代烃的性质	(120)
实验十四	1-溴丁烷的制备(亲核取代反应)	(123)
	替代实验 溴乙烷的制备	(126)
	附(一): 产率的计算	(129)
	附(二): 液体的干燥	(131)
实验十五	醇、酚、醚的性质和酚酞的制取 (缩合反应)	(133)
实验十六	乙醚的制备(脱水反应)	(141)
	替代实验 正丁醚的制备	(144)
	附: 分液漏斗和滴液漏斗的用法	(147)
实验十七	格氏试剂和三苯甲醇的制备 (亲核加成反应)	(150)
	附: 证明碳正离子、碳游离基存在的实验	(156)
实验十八	醛、酮的性质和酚醛树脂的制取 (缩聚反应)	(157)
实验十九	苯乙酮的制备(傅-克反应)	(164)
	替代实验 对二叔丁基苯的制备	(167)
	附: 萃取	(170)
实验二十	羧酸及其衍生物的性质和肥皂的制取 (皂化反应)	(172)
实验二十一	乙酸乙酯的制备(酯化反应)	(181)
	替代实验 乙酸异戊酯的制备	(183)
实验二十二	对硝基苯甲酸的制备(氧化反应)	(185)
	替代实验 己二酸的制备	(187)

实验二十三	硝基苯的制备(硝化反应,半微量法) …	(190)
	替代实验 邻、对硝基苯酚的制备 ……	(196)
实验二十四	胺的性质和甲基橙的制取 (重氮化、偶联反应) ……………	(200)
实验二十五	碳水化合物的性质和硝化纤维的制取 …	(205)
	附:旋光仪的用法 ……………	(212)
实验二十六	氨基酸和蛋白质的性质 ……………	(215)

#### 第四部分 选做实验

实验二十七	脲醛树脂的制备(缩聚反应) ……………	(223)
实验二十八	从茶叶中提取咖啡因 ……………	(227)
实验二十九	7.7- 二氯二环[4.1.0] 庚烷的制备 (卡宾反应,相转移催化) ……………	(232)
实验三十	苯片呐醇的制备(光化学反应) ……………	(235)
实验三十一	碘仿的制备(有机电化学反应) ……………	(238)
实验三十二	石油的催化裂化和煤、木材的干馏 ……	(240)
实验三十三	敌敌畏的制备(分子重排反应) ……………	(244)
实验三十四	实用化学品的配制 ……………	(246)

#### 附 录

附录一	性质实验需用试剂一览表(供实验员参考) …	(270)
附录二	常用试剂的配制 ……………	(272)
附录三	酸、碱溶液的配制 ……………	(275)
附录四	常用指示剂和试纸 ……………	(277)
附录五	化学试剂的规格和贮藏 ……………	(278)
附录六	化学药品的毒性 ……………	(281)
附录七	常用酸、碱溶液的密度和浓度 ……………	(285)
附录八	有机弱酸、弱碱在水中的离解常数(25℃) …	(286)
附录九	常见恒沸混合物的组成和恒沸点 ……………	(289)



附录十	热浴用的液体介质 .....	(290)
附录十一	冷浴用的冰-盐混合物 .....	(290)
附录十二	几种仪器玻璃的化学成分及性质 .....	(291)
附录十三	常用法定计量单位 .....	(292)
附录十四	学生实验仪器单 .....	(297)
附录十五	常用元素原子量表 .....	(299)

# 第一部分 有机化学实验的一般知识

## §1 有机化学实验的目的

有机化学是一门以实验为基础的学科。许多有机化学的理论和规律是从实验中总结出来的，同时又依据实验的结果对它的好坏作出评价，所以有机化学实验在整个有机化学教学中占有极其重要的地位。

有机化学实验是二年制师专化学专业独立开设的一门必修基础课。它的教学主要目的是通过实验实践，要求学生：

1. 熟悉有机化学实验的一般知识，掌握有机化学实验的基本操作技能，培养独立实验能力。

2. 通过性质试验，验证各类常见有机物的主要性质和鉴定方法，丰富学生的感性知识，巩固和加深有机化学的基本知识。

3. 通过合成实验学会一些重要有机物的制备、分离和提纯方法，加深对典型有机反应的理解。

4. 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、查阅化学手册以及设计演示实验的初步能力。

5. 养成实事求是的科学态度和良好的实验习惯，培养分析问题和解决问题的能力。

培养中学化学教师，实验课更为重要。因为化学实验是化学教学的基础，教师实验技能的高低直接影响到教学效果的好坏和年青一代动手能力的培养，实验教学的作用是理论学习和生产劳动所不能代替的。因此，必须十分重视实验课的教学，努力提高实验课的质量。

## §2 有机化学实验规则

为了保证有机化学实验的顺利进行，学生做实验时必须遵守下列规则：

1. 认真预习 实验前要认真预习实验教材，复习有机化学教材中的有关章节，明确实验目的和要求，弄清原理和操作步骤，了解实验的关键及注意事项，订出实验计划并初步预测实验结果，做到心中有数。动手做实验前还应检查实验用品是否齐全，装置是否正确稳妥。

2. 规范操作 实验时要听从老师指导，尊重实验室工作人员的工作，规范操作，仔细观察。要积极独立思考，及时、如实地在专用本子上记录观察到的现象并做出科学的解释。如遇实验结果和理论不符，应分析原因或重做实验，得出正确结论，努力提高分析、推理和联想的思维能力。

3. 注意安全 学生进实验室要穿实验服，严格遵守安全守则，弄清水、电、煤气开关、通风设备、灭火器材、救护用品的配备情况和安放地点，并能正确使用。使用易燃易爆或剧毒药品，要特别提高警惕，千万不能麻痹大意。更改实验步骤或试剂用量，须征得指导老师同意。如遇意外事故，应立即报告老师采取适当措施，妥善处理。

4. 保持整洁 要保持实验室的安静、整洁。不得在实验室谈笑或高声喧哗，不得在实验室内、外闲游。仪器、药品应摆得井然有序，使用仪器器材或取用药品后，要立即恢复原状，送还原处。装置要求规范、美观；废酸、废碱应倒入废液缸，严禁倒入水槽；废纸、火柴梗、碎玻璃等固体废物应丢入废物箱，不得扔在地上或丢入水槽。实验完毕，要将仪器洗净，放入柜内，揩净实验台和试剂架并关闭水、电、煤气开关。值日生要切实负责整理公用器材，打扫实验室，倒净废液缸。离开实验室前，应检查水、电、煤气的开关，关好窗户。

5. 厉行节约 爱护实验室各种仪器和设备，节约药品和其它

易耗品，节约水、电、煤气。不得将仪器和药品携出室外它用。损坏仪器要填写仪器破损单，经指导老师签署意见后，凭原物向管理室换取新仪器。

6. 写好报告 实验课后应按实验记录和数据独立完成实验报告，不得拼凑或抄袭他人数据。书写实验报告要求条理清楚，结论明确，字迹端正，绘图规范并按时交指导老师批改。

### §3 有机化学实验室安全知识

有机化学实验总用水、用电、用火，而且有机化学试剂多数有毒，易燃。因此，为了保证实验正常进行，学生必须掌握实验室的安全知识，自觉遵守安全守则。

#### 一、实验室安全守则

1. 实验开始前应检查仪器是否完整无损，装置是否正确稳妥；实验进行时不得擅离岗位，要经常注意反应情况是否正常，装置有无漏气、破裂等现象；常压下进行蒸馏、回流操作，整个系统必须和大气相通，否则可能会发生爆炸。

2. 做可能发生危险的实验，应有防护措施，并戴上安全眼镜、面罩、橡皮手套。

3. 在实验室不准贮放大量的易燃物。乙醚、丙酮、乙酸乙酯、汽油、酒精和苯等是有机实验室常用的易挥发、易燃烧的有机溶剂，使用时应远离火源，特别要注意邻座同学是否在使用明火。加热时不能使用广口容器，也不能采用密闭系统，应该用热水浴或蒸汽浴并加回流装置，严禁使用明火直接加热。

有机过氧化物，苦味酸金属盐等，受热或撞击，均会爆炸，用时特别小心。乙炔银、乙炔亚铜等金属炔化物干燥时受到撞击，立即爆炸，要及时用浓盐酸或硝酸使它分解、销毁。

4. 实验药品不得入口。取用有毒药品如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷化物、汞化物、氰化物、四氯化碳、三氯乙烯等更须小心，不得接触伤口(氰化钠沾及伤口会随血液循环全身，严重的可以

致死),也不能随便倒入下水道,污染环境。严格地说绝大多数药品都有一定的毒性,因此严禁在实验室内饮食、吸烟。实验完毕要认真洗手。

5. 在反应过程中可能生成有毒或有腐蚀性、刺激性气体的实验应在通风橱内进行,使用过的器皿应及时清洗。

6. 不能用湿手去使用电器或手握湿物去拿插头。为了防止触电,电器设备的金属外壳应接地线。实验完毕应先切断电源,再拆卸装置。

7. 熟悉安全用品如灭火器材、砂箱以及急救药箱的放置地点和使用方法。安全用品要妥加保护,不准移作它用。

## 二、实验室意外事故的处理和急救

1. 起火 要保持冷静,不能惊慌失措。首先应尽快扑灭火源并移开附近的易燃物质。少量有机溶剂着火,可用湿布、黄砂扑灭,不可用水。细口容器内溶剂或油浴着火,可用湿布或石棉网盖熄。若火势较大,则使用泡沫灭火器。电器设备着火,应先拉开电闸、切断电源,再用四氯化碳灭火器(通风不良的小实验室忌用,因为四氯化碳在高温时生成剧毒的光气)或二氧化碳灭火器灭火。不管用哪一种灭火器,都应从火周围开始向火中心扑灭。

衣服着火时,切勿惊慌,应赶快脱下衣服或用石棉布、厚外套覆盖着火处,切忌在实验室内乱跑。情况危急时可就地卧倒打滚,盖上毛毯,或用水冲淋,使火熄灭。

2. 玻璃割伤 伤口内若有玻璃碎片,须先取出,然后抹上紫药水并包扎伤口。

3. 烫伤 轻者涂以烫伤油膏如兰油烃等。

4. 酸液或碱液溅入眼中 应立即用大量水冲洗,然后相应地再用1%碳酸氢钠溶液或1%硼酸溶液洗,最后用水洗。如溅在皮肤上,除上述处理外还要涂上药用凡士林。

5. 皮肤被溴灼伤 立刻用大量水冲洗,继而用石油醚或酒精

擦洗，再用2% 硫代硫酸钠溶液洗，然后加甘油按摩，再敷上烫伤油膏。

6. 触电 首先应切断电源，必要时进行人工呼吸。

7. 酸、碱入口 先用大量水漱口，再饮大量水稀释。酸中毒可服用氢氧化铝凝胶和鸡蛋清，碱中毒则服用食醋和鸡蛋清。然后都饮牛奶，不要服催吐剂。有毒药品入口，先把5 ~ 10 cm<sup>3</sup> 稀硫酸铜溶液加入一杯温开水中，内服后用手指挖咽喉，促使呕吐，然后立即送医院。

8. 吸入少量氯气或溴蒸气 可用稀碳酸氢钠溶液漱口，然后吸入少量酒精蒸气，并到室外空气流通处休息。

中毒患者或其它伤势较重者，经初步处理后应立即送医院急救。

### 三、急救器材和药品

1. 消防器材 泡沫灭火器、四氯化碳灭火器、二氧化碳灭火器、防火毛毯、黄砂等。

2. 急救药箱 内备碘酒，紫药水，甘油，凡士林，烫伤油膏(如兰油烃等)，70% 酒精，3% 双氧水，1% 醋酸溶液，1% 硼酸溶液，1% 碳酸氢钠溶液，饱和碳酸氢钠溶液，绷带，纱布，药棉，棉花签，橡皮膏，镊子，剪刀等。

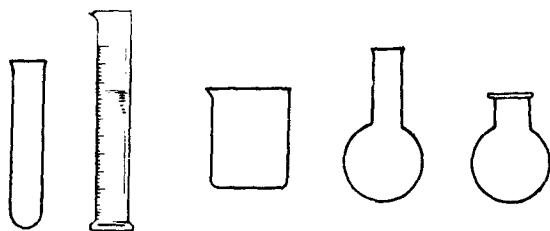
## §4 有机化学实验的常用仪器和设备

### 一、普通玻璃仪器

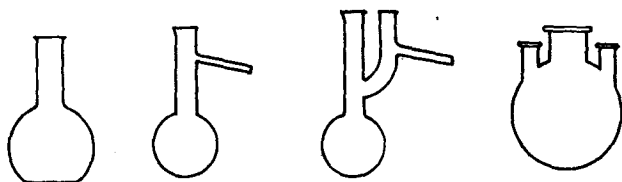
常见的普通玻璃仪器如图1。

化学实验用的玻璃仪器一般由钾玻璃制成。使用时要轻拿轻放。除试管、烧杯和各种烧瓶外，不能用灯焰直接加热(烧杯、烧瓶加热要垫石棉网)。厚壁玻璃仪器如吸滤瓶，耐压不耐热，不能加热。平底烧瓶、锥形瓶不耐压，不能用于减压系统。广口瓶用于盛固体药品，不能贮放有机试液。温度计不能当玻棒使用，带旋塞的玻璃仪器长时间不用，要在旋塞和磨口之间衬垫一张小

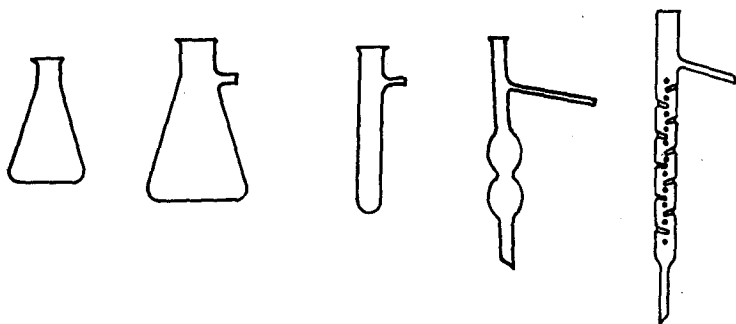
纸条，以防粘住。如已粘住，可在塞子四周滴上机油，再用电吹风加热或微火慢慢加热，待外层玻璃受热膨胀，而内部旋塞还未膨胀时，用



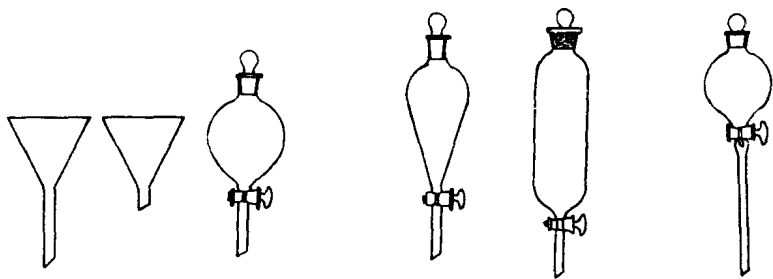
试管      量筒      烧杯      圆底烧瓶



平底烧瓶      蒸馏烧瓶      克氏蒸馏烧瓶      三颈瓶



锥形瓶      吸滤瓶      具支试管      双球分馏柱      刺形分馏柱



玻璃漏斗

圆形分液漏斗

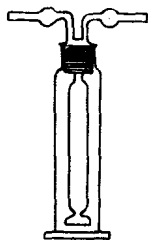
梨形分液漏斗

圆筒形分液漏斗

滴液漏斗



洗气瓶  
(直管式)



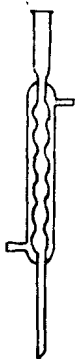
洗气瓶  
(多孔式)



气体干燥塔



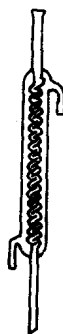
空气冷凝管



球形冷凝管



直形冷凝管



蛇形冷凝管

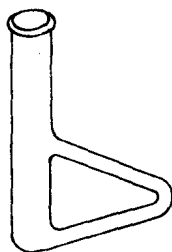
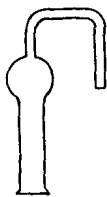




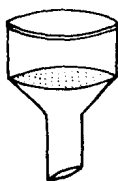
指形冷凝管



干燥管



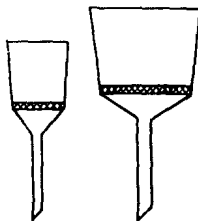
熔点测定管  
(Thiele 管)



布氏漏斗



热水漏斗



砂芯漏斗



接液管



真空接液管



二口连接管

图1 普通玻璃仪器

手旋转或用木板轻敲塞子，使之松开。如果是碱性物质或尘土使旋塞粘住，可将仪器放在水中煮沸后，再用木板敲打，但不可用