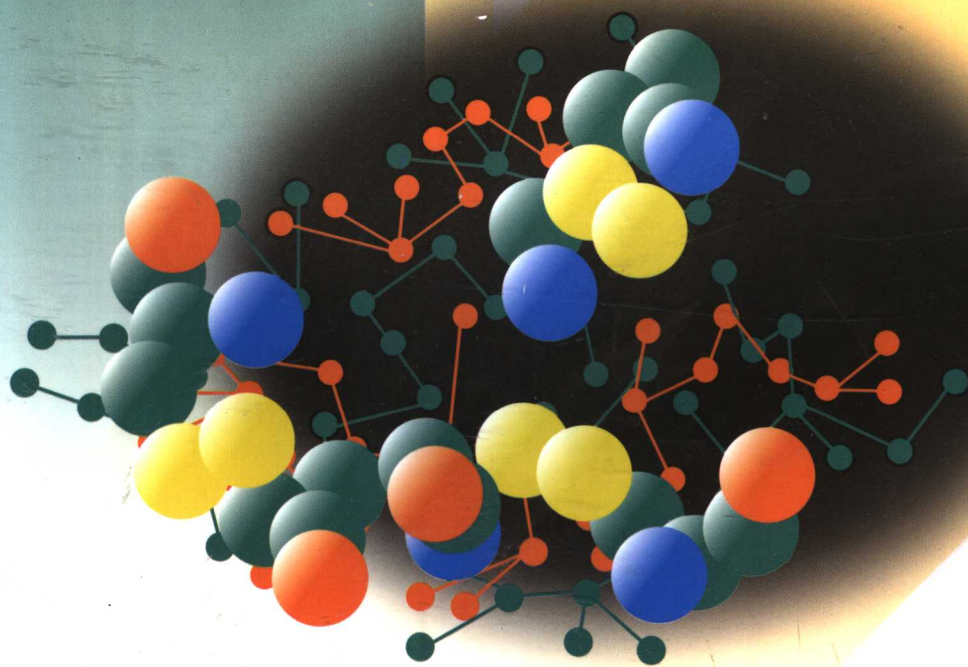


有机化学实验

白日霞 主编



大连海事大学出版社

有机化学实验

白日霞 主编

大连海事大学出版社

© 白日霞 2007

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验 / 白日霞主编. —大连: 大连海事大学出版社, 2007. 12
ISBN 978-7-5632-2114-1

I. 有… II. 白… III. 有机化学—化学实验 IV. Q62-33
中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 190932 号

大连海事大学出版社出版

地址: 大连市凌海路 1 号 邮政编码: 116026 电话: 0411-84728394 传真: 0411-84727996

<http://www.dmupress.com> E-mail: cbs@dmupress.com

大连理工印刷有限公司印装 大连海事大学出版社发行

2007 年 12 月第 1 版 2007 年 12 月第 1 次印刷

幅面尺寸: 185 mm × 260 mm 印张: 9.25

字数: 187 千 印数: 1 ~ 1000 册

责任编辑: 董玉洁 责任校对: 佳欣

封面设计: 王艳 版式设计: 冰清

ISBN 978-7-5632-2114-1 定价: 15.00 元

前 言

传统有机化学实验的教学模式,多以孤立地介绍单个有机化合物的制备方法为中心来组织教学,着重强调的是实验操作技能的训练。以这种模式塑造出来的学生,虽然基本操作技能较扎实,但是综合能力却不强,常常只会“照方配药”而缺少创新意识、创新能力。

本书在编写时,试图摒弃传统教学模式的弊端,力图体现我院多年的实践教学改革的思路 and 做法,即以实践能力、创新能力培养为目标,以学习实验通法为抓手,着力将基本理论学习(基本实验)、综合能力训练(系列实验)、创新精神和科研训练(设计性实验)培养融为一体。

本书的基本构架以典型的有机反应为主线,将反应、合成、分离、提纯、物性测试等环节串联成一体。

本书引入了通法学习,在实验通法中还附有反应实例和参考文献,这不仅仅是为了展现实验通法的通用性和应用范围,更主要的还是为了拓宽学生的视野。

几年的教改实践表明,这种知识、能力、素质协调培养的教学改革不仅有利于学生学习和掌握有机反应的基本理论和实验技能,更有利于培养学生分析问题和解决问题的能力,尤其是有助于诱导学生进行发散性思维,唤起他们的创新意识。就选材的角度而言,主要从现代性、综合性、应用性及趣味性等方面来考虑。多数实验以反应原理、实验通法、方案设计、合成实验、分离提纯等内容为主要教学环节,环环相扣,融成一体,借以加强实验教学的综合训练,淡化其验证性色彩。其中,有些实验既可以作为单元反应实验的教学内容,又可作为多步合成实验教学中的一个环节,这样不仅节省了药品消耗,缩短了教学时间,而且更增添了实验教学的研究性和探索性,书中所选择的合成产物多数都具有实际应用价值,并取得很好的效果。

限于编者的水平,书中可能会有不妥之处,敬请读者随时提出批评、指正。

编 者

2007年6月于大连

目 录

第一部分 有机化学实验应急要诀

1.1 应急要诀	(3)
----------------	-----

第二部分 有机化学实验基本技术

2.1 常用玻璃仪器及实验装置	(7)
2.1.1 玻璃仪器	(7)
2.1.2 常用仪器装置	(9)
2.1.3 注意事项	(11)
2.2 蒸馏	(11)
2.2.1 实验原理	(12)
2.2.2 实验方法	(12)
2.2.3 注意事项	(13)
2.3 分馏	(14)
2.3.1 实验原理	(14)
2.3.2 实验方法	(14)
2.3.3 注意事项	(15)
2.4 水蒸气蒸馏	(15)
2.4.1 实验原理	(15)
2.4.2 实验方法	(16)
2.4.3 注意事项	(17)
2.5 减压蒸馏	(17)
2.5.1 实验原理	(17)
2.5.2 实验方法	(18)
2.5.3 注意事项	(20)
2.6 熔点测定	(21)
2.6.1 实验原理	(22)
2.6.2 实验方法	(22)
2.6.3 注意事项	(23)
2.7 沸点测定	(23)
2.7.1 实验原理	(23)
2.7.2 实验方法	(24)
2.7.3 注意事项	(24)
2.8 重结晶	(25)
2.8.1 实验原理	(25)

2.8.2 实验方法	(25)
2.8.3 注意事项	(26)
2.9 萃取	(26)
2.9.1 实验原理	(27)
2.9.2 实验方法	(27)
2.9.3 注意事项	(28)
2.10 升华	(29)
2.10.1 实验原理	(29)
2.10.2 实验方法	(29)
2.10.3 注意事项	(30)
2.11 色谱法	(30)
2.11.1 实验原理	(31)
2.11.2 实验方法	(31)
2.11.3 注意事项	(33)
2.12 折光率的测定	(35)
2.12.1 实验原理	(35)
2.12.2 实验方法	(36)
2.12.3 注意事项	(36)
2.13 旋光度的测定	(37)
2.13.1 实验原理	(37)
2.13.2 实验方法	(38)
2.13.3 注意事项	(38)
2.14 红外光谱	(39)
2.14.1 实验原理	(39)
2.14.2 实验方法	(39)
2.14.3 注意事项	(40)
2.15 核磁共振谱	(40)
2.15.1 实验原理	(41)
2.15.2 实验方法	(42)
2.15.3 注意事项	(42)
2.16 无水无氧操作技术	(42)
2.16.1 实验原理	(43)
2.16.2 实验方法	(43)
2.16.3 注意事项	(45)
2.17 加热、制冷及干燥技术	(46)
2.17.1 加热方法	(46)
2.17.2 制冷方法	(47)
2.17.3 干燥方法	(48)
2.17.4 注意事项	(48)

第三部分 有机化合物合成通法

3.1 卤代反应	(53)
3.1.1 卤代反应原理	(53)
3.1.2 芳烃溴化实验通法	(53)
3.1.3 实验 对-溴乙酰苯胺的制备	(54)
3.2 磺化反应	(55)
3.2.1 磺化反应原理	(55)
3.2.2 芳烃氯磺化实验通法	(56)
3.2.3 芳烃磺化实验通法	(57)
3.2.4 实验 邻-甲苯磺酰氯和对-甲苯磺酰氯的制备	(57)
3.3 硝化反应	(59)
3.3.1 芳烃硝化实验通法	(59)
3.3.2 实验 邻-硝基苯酚和对-硝基苯酚的制备	(60)
3.4 傅-克反应实验通法	(62)
3.4.1 傅-克反应原理法	(62)
3.4.2 烷基化实验通法	(63)
3.4.3 酰基化实验通法	(63)
3.4.4 实验 二苯甲酮的制备(酰基化法)	(64)
3.4.5 实验 二苯甲酮的制备(烷基化法)	(65)
3.5 氧化反应	(66)
3.5.1 氧化反应原理	(66)
3.5.2 高锰酸钾氧化实验通法	(68)
3.5.3 实验 烟酸(抗糙皮病药物)的制备	(68)
3.6 还原反应	(69)
3.6.1 羰基还原实验通法(黄鸣龙还原法)	(69)
3.6.2 硝基芳烃铁屑还原实验通法	(70)
3.7 威廉逊反应	(70)
3.7.1 威廉逊反应实验原理	(70)
3.7.2 威廉逊反应实验通法	(71)
3.7.3 实验 甲基叔丁基醚(无铅汽油抗震剂)的制备	(72)
3.8 酯化反应	(73)
3.8.1 酯化反应实验通法	(73)
3.8.2 实验 乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备	(74)
3.9 格氏反应	(75)
3.9.1 格氏反应基本原理	(75)
3.9.2 格氏反应通法	(76)
3.10 斯克劳普反应	(77)
3.10.1 斯克劳普反应实验通法	(78)

3.10.2 实验 喹啉的制备	(78)
3.11 珀金反应	(80)
3.11.1 珀金反应原理	(80)
3.11.2 珀金反应实验通法	(81)
3.11.3 实验 肉桂酸的制备	(81)
3.12 鲁卡特反应	(83)
3.12.1 鲁卡特反应基本原理	(83)
3.12.2 鲁卡特反应实验通法	(83)
3.12.3 实验 (±)- α -苯乙胺	(84)
3.13 外消旋体的拆分	(85)
3.13.1 实验 (±)- α -苯乙胺的拆分	(86)
3.14 天然产物的提取	(87)
3.14.1 实验 从红辣椒中分离红色素	(88)
3.14.2 实验 从毛发中提取胱氨酸	(89)
3.15 金属有机化合物合成	(91)
3.15.1 实验 环戊二烯基钠的制备	(91)

第四部分 有机化学基本实验

4.1 环己烯的制备	(95)
4.2 苯甲醇的制备	(96)
4.3 正丁醚的制备	(97)
4.4 正丁醛的制备	(98)
4.5 苯乙酮的制备	(99)
4.6 己二酸的制备	(101)
4.7 乙酸正丁酯的制备	(102)
4.8 3-丁酮酸乙酯的制备	(103)
4.9 环己酮的制备	(104)

第五部分 有机化学系列实验

5.1 系列实验一	(109)
5.1.1 溴乙烷的制备	(109)
5.1.2 苯乙醚的制备	(110)
5.2 系列实验二	(111)
5.2.1 溴苯的制取	(111)
5.2.2 三苯甲醇的制备	(112)
5.3 系列实验三	(114)
5.3.1 硝基苯的制备	(114)
5.3.2 苯胺的制备	(116)
5.3.3 乙酰苯胺的制备	(118)

5.4 系列实验四	(119)
5.4.1 乙酸乙酯的制备	(119)
5.4.2 1-溴丁烷的制备	(121)
5.4.3 乙酰乙酸乙酯的制备	(122)
5.4.4 正丁基乙酰乙酸乙酯和 α -庚酮的制备	(123)

第六部分 有机化学设计性实验

6.1 设计性实验总体要求	(129)
6.2 双酚 A 的合成	(129)
6.3 茚叉丙酮的合成	(130)
6.4 乙酰基二茂铁的合成	(131)
6.5 Diels-Alder 的环加成反应	(131)
6.6 西佛碱及其铜配合物的合成	(132)
6.7 以甲苯为原料的三步合成	(133)
6.8 苯甲酸乙酯的制备	(134)
参考文献	(135)

第一部分

有机化学实验应急要诀

1.1 应急要诀

- 如果出现危险,应立刻报告指导教师或直接报警。
- 如果着火,切勿惊慌。当衣服着火时,可用浸湿的工作服将着火部位裹起来,或者直接用水冲淋;如果烧杯或烧瓶中的试剂着火,首先应关闭火源,然后用石棉网或湿抹布覆盖瓶口将火熄灭。若遇大火,就要使用灭火器。
- 如果烫伤,可涂抹烫伤油膏,如兰油烃油膏。
- 如果酸灼伤,立刻用水冲洗,然后用 1% 碳酸氢钠水溶液洗涤,经水冲洗后涂上凡士林。
- 如果碱灼伤,立刻用水冲洗,然后用 1% 硼酸水溶液洗涤,经水冲洗后涂上凡士林。
- 如果溴灼伤,立刻用水冲洗,然后用酒精擦洗,再涂上甘油轻轻按摩。
- 如果试剂溅入眼睛,立刻用水冲洗。
- 如果割伤,将伤口处异物(如玻璃屑)取出,用水冲洗伤口,涂上红汞药水后用纱布包扎。伤势严重者应马上送医院就医。
- 在使用贴有危险品警示图标 of 药品和试剂时,要特别小心谨慎。常见危险品警示图标如下:



强氧化剂



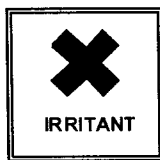
易燃物质



有毒物质



腐蚀性物质



刺激性物质



有害物质

第二部分

有机化学实验基本技术

2.1 常用玻璃仪器及实验装置

在有机化学实验中经常会用到一些玻璃仪器及实验装置,熟悉这些仪器、装置及其维护方法是十分必要的。

2.1.1 玻璃仪器

常用的玻璃仪器分为两类,普通玻璃仪器和标准磨口仪器。

标准磨口,顾名思义,接口部位的尺寸大小都是统一的,即标准化的。例如,14 口、19 口、24 口指的就是磨口的最大端直径分别为 14 mm、19 mm 和 24 mm。只要是相同尺寸的标准磨口,相互之间便可以装配吻合。对不同尺寸的磨口仪器,还可以通过相应尺寸的大小磨口接头使之相互连接。

在使用标准磨口仪器的过程中应该注意,装配时要对齐,不可用力过猛,以免破裂。一般情况下,磨口处不必涂润滑剂。若作减压蒸馏时,应适当地涂抹真空脂。实验结束后应及时拆卸仪器,以免黏结难卸。常用标准磨口仪器及其他玻璃仪器见图 2-1 ~ 图 2-3。

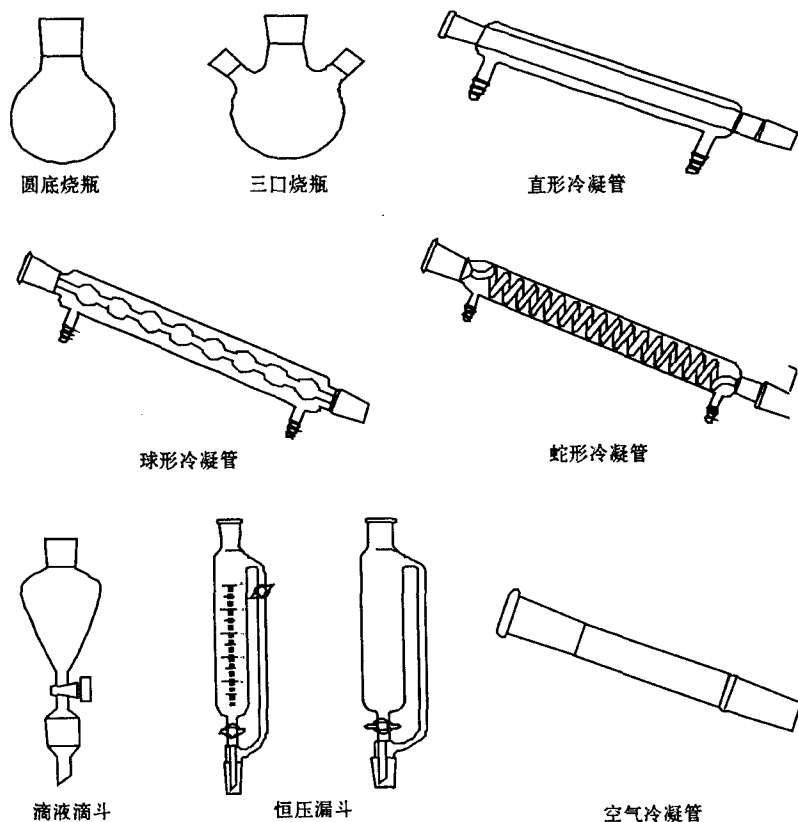


图 2-1 常用标准磨口仪器

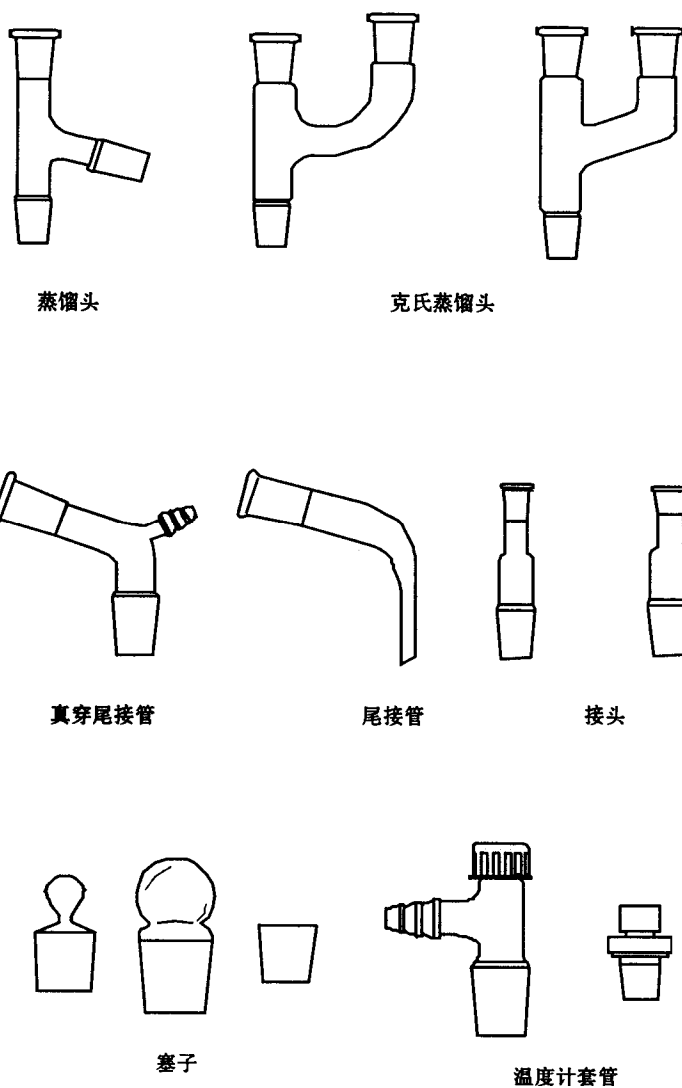


图 2-2 常用标准磨口仪器