

JICHUHUAXUESHIXYAN

基础化学实验 I

(有机化学实验模块)

门秀琴
田晓燕

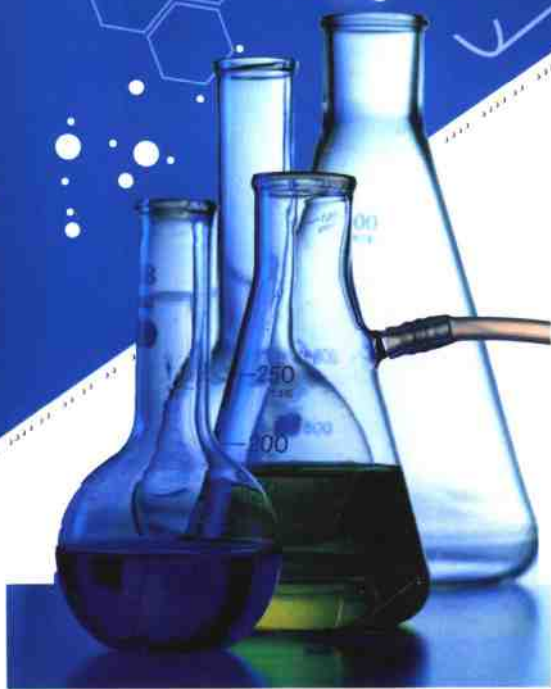
主编

宁夏人民出版社



陈育宁 主编

宁夏大学「十一五」教材建设丛书



基础化学实验 I

(有机化学实验模块)

田晓燕 门秀琴

主编

JICHUHUAXUESHIYAN



宁夏人民教育出版社

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验. 1, 有机化学实验模块 / 门秀琴, 田晓燕主编. —银川: 宁夏人民教育出版社, 2007. 9

(宁夏大学“十一五”教材建设丛书 / 陈育宁主编)

ISBN 978-7-80596-986-2

I. 基… II. ①门…②田… III. ①化学实验 - 高等学校 - 教材②有机化学 - 化学实验 - 高等学校 - 教材 IV. 06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 136167 号

基础化学实验 I (有机化学实验模块) 门秀琴 田晓燕 主编

责任编辑 杨立国 师传岩

装帧设计 郭红霞

责任印制 来学军

印刷 宁夏华地彩色印刷厂

宁夏人民教育出版社 出版发行

地址 银川市北京东路 139 号出版大厦

网址 www.nxcbn.com

电子信箱 nxcbmail@126.com

邮购电话 0951-5044614

开本 787mm × 1092mm 1/16

印张 8.25

字数 160 千

印数 1200 册

版次 2007 年 9 月第 1 版

印次 2007 年 9 月第 1 次印刷

书号 ISBN 978-7-80596-986-2/G·933

定 价 13.00 元

版权所有 翻印必究

序

陈育宁

教材建设是高等学校教学基本建设的重要组成部分,选用和编写高质量的教材,是高校不断提高教学水平、保障教学质量的基础。

为了落实教育部《关于进一步加强高等学校本科教学工作的若干意见》和宁夏大学“十一五”教学工作规划及教材建设的主要任务,更新课程体系,提高教学质量,以适应现代化建设和市场经济的需要,适应培养面向21世纪新型高素质人才的需要,启动宁夏大学“十一五”教材建设工程,编写、出版“宁夏大学‘十一五’教材建设”丛书,是必要和及时的。

这套丛书的编写和出版,必须坚持为我校的教育教学工作服务,要根据我校专业建设、课程建设、生源状况、教学水平及师资力量等实际情况,充分发挥我校学科优势和专业特长,努力使教材建设不断深化,整体水平不断提高;要逐步建立以国家规划教材的使用为重点,特色鲜明的自编教材为补充的学校教材建设与管理体制;要不断扩大教材种类,提高教材质量,探索教材建设与供应新途径,建立教材编写与选用新机制,开拓教材使用与管理新局面。

近年来,我校的教育教学工作随着学校规模的不断扩大和办学实力的增强,有了新的发展和提高。2005年,教育部与宁夏回族自治区政府签署协议,共建宁夏大学,为我校加快发展提供了新的机遇。实现学校的发展目标,培养高素质的建设人才,主动服务于国家和地方经济社会发展,是我校面临的重要战略任务。而高层次、高质量的人才培养,必须要求有高水平、高质量的教材建设。为此,本科教育的学科、专业及课程设置,都要作相应的调整。“宁夏大学‘十一五’教材建设”丛书的编写和出版,要适应这一调整,紧紧把握中国高等教育改革与发展的脉搏,与时俱进,面向未来,服务社会;要结合21世纪社会、经济、科技、文化、教育发展的新特点,吸收新成果,解决新问题;要根据素质教育和学分制教学管理的需要,突出适用性和针对性;要在加强基础课、实验课教材编写与出版的同时,不断深化基础理论研究,拓宽教材知识面,努力实现整套教材科学性、系统性、开放性、前瞻性和实践性的有机结合,充分体现起点高、水平高,结构严密、体系科学,观点正确、应用性强的特点。

我们相信,在我校广大教师和科研骨干的努力下,在出版界同仁的支持下,“宁夏大学‘十一五’教材建设”丛书的编写出版,必将提高质量,多出精品,形成特色;必将面向市场,走向社会,服务教学,为宣传宁夏大学,树立宁夏大学学术形象,推动宁夏大学本科教学水平不断提高发挥积极作用。

2005年8月于银川

基础化学实验 I

Contents 目录

第一部分 有机化学实验的一般知识	001
一、有机化学实验的基本原则	003
二、有机化学实验的一般安全知识	003
三、有机化学实验废物的处理	005
四、常用玻璃仪器、实验装置及主要仪器设备 ...	005
五、化学试剂的使用常识	010
六、干燥与干燥剂	011
七、加热与冷却	013
八、实验预习、记录和实验报告	014
九、手册的查阅及有机化学文献	017
第二部分 基本操作技术	019
实验一 熔点的测定	021
实验二 重结晶及过滤	023
实验三 薄层色谱和纸色谱	027
实验四 柱色谱	031
实验五 萃取	033
实验六 蒸馏	038
实验七 简单分馏	043
实验八 水蒸气蒸馏	047

目录 Contents


实验九 减压蒸馏	052
实验十 液体化合物折光率的测定	058
实验十一 红外吸收光谱和核磁共振谱简介	062
第三部分 有机化合物的制备	067
实验十二 环己烯的制备	069
实验十三 正溴丁烷的制备	071
实验十四 苯甲酸乙酯的制备	073
实验十五 Cannizzaro 反应——苯甲醇和苯甲酸的制备	075
实验十六 肉桂酸的制备	077
实验十七 苯乙酮的制备	080
实验十八 乙酰乙酸乙酯的制备	082
实验十九 7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷的制备	084
实验二十 乙酰苯胺的制备	086
实验二十一 乙酰水杨酸的制备	090
实验二十二 8-羟基喹啉的制备	093
实验二十三 油脂的提取	096
实验二十四 香豆素-3-羧酸的制备	098
实验二十五 肉桂酸乙酯的合成及用 $^1\text{H-NMR}$ 鉴定顺反异构	101

基础化学实验 I

基础化学实验 I

Contents 目录

实验二十六 7-羟基-4-甲基香豆素的合成 及结构测定	103
第四部分 微波辐射合成实验	105
实验二十七 微波辐射合成正溴丁烷	108
实验二十八 微波辐射合成苯甲酸乙酯	110
实验二十九 微波辐射合成肉桂酸	112
附 录	114
I 常用有机溶剂沸点、密度表	114
II 常用有机溶剂的纯化	114
III 危险化学药品的使用与保存	117
IV 有机化学实验中常用英文缩写和中英文对照 ...	121
参考书目	122
后记	123



**第一部分 有机化学实验的
一般知识**



有机化学实验是一门以实验为基础的学科,随着新的实验技术不断出现,这门实验课程正在向用量少、效率高、绿色化的方向发展。通过有机化学实验课程的学习,能够使學生掌握有机实验的基本原理,基本操作,有机化合物的合成、分离、鉴定的一般方法;加深对有机理论知识的理解,培养学生养成“预习(包括文献查阅)-准备-实验-记录-总结”的实验习惯,以及严谨的科学态度和良好的实践能力。

一、有机化学实验的基本原则

为使有机实验有条不紊、安全地进行,必须遵守以下规则:

1. 牢固树立“安全第一”的思想。熟悉实验室的安全规则,学会正确使用水、电、煤气、通风橱、灭火器等,了解实验事故的一般处理方法;做好实验的预习工作,了解所用药品的危害性及安全操作方法;按操作规程,小心使用有关实验仪器和设备,若有问题立即停止使用或报告指导老师。

2. 实验前,认真清点、检查玻璃仪器;实验中,安全合理地使用玻璃仪器;实验后,洗净并妥善保管玻璃仪器,尤其应学会玻璃仪器的洗涤方法。

3. 实验时,要保持实验室和桌面的清洁,认真操作,遵守实验纪律,严格按照实验中所规定的实验步骤、试剂规格及用量来进行。若要改变,需经教师同意方可进行。

4. 实验药品使用前,应仔细阅读标签,按需取用,避免浪费;取完药品后要迅速盖上瓶塞,放回原处,避免搞错瓶塞,污染药品。

5. 整个实验操作中要集中注意力,避免大声喧哗,不要在实验室吃东西,看其他书籍,听广播,以及进行与实验无关的活动。

6. 实验中,废酸、废渣、玻璃碎片、废纸、火柴梗等均应倒入废液缸中,不得倒入水槽中,防止腐蚀或堵塞下水道。反应后的有毒残渣、废液及可回收溶剂等均应倒入专用回收瓶中,以便处理。

7. 最后离开实验室者,应检查水、电、煤气、通风橱、门窗等是否关好。

二、有机化学实验的一般安全知识

有机化学实验很大程度上是由玻璃仪器、实验试剂和电气设备等组成,如果操作不当,会对人体和环境造成危害。有机化学试验中使用的大多数试剂往往具有易燃、易爆、易挥发、易腐蚀、毒性高等特点,玻璃仪器和电气设备使用不当亦可发生

意外事故。因此,有机化学实验室是一个具有潜在高危险性的场所。

1. 防火

实验操作要规范,实验装置要正确。对易燃、易爆、易挥发的实验药品要远离明火,不可随意丢弃,实验后应专门回收。若一旦发生火灾,应先切断电源、煤气,移去易燃易爆试剂,再采取其他适当方法灭火,如用灭火器、石棉网或黄沙覆盖,水冲等。

2. 防爆

仪器安装要正确。常压蒸馏及回流时,整个系统不能密闭,必须经常检查仪器装置各部分有无堵塞现象;减压蒸馏时,应事先检查玻璃仪器是否能承受系统的压力;反应过于猛烈,要根据不同情况采取迅速降温或控制加料速度。

有些有机物遇氧化剂会发生猛烈的爆炸或燃烧,操作或存放应格外小心。

3. 防中毒

绝大多数有机实验试剂都有不同程度的毒性,对有刺激性或者产生有毒气体的实验,应尽量安排在通风橱中进行,或采用气体吸收装置。有毒或有较强腐蚀性的药品应严格按操作规程进行,不能用手直接拿或接触这类化学药品,不得入口或接触伤口,也不可随便倒入下水道。实验中若发现有头晕、头痛等不良症状,应立即转移到空气新鲜的地方休息,严重者立即送医院。

4. 防化学灼伤

强酸、强碱和溴等化学药品接触皮肤均可引起灼伤,使用时应十分小心。一旦发生这类情况应立即先用大量清水冲洗,再用如下方法处理。

酸灼伤:眼睛灼伤用 1% NaHCO_3 溶液清洗;皮肤灼伤用 5% NaHCO_3 溶液清洗。

碱灼伤:眼睛灼伤用 1% 硼酸溶液清洗;皮肤灼伤用 1%~2% 醋酸溶液清洗。

溴灼伤:立即用酒精冲洗,再涂上甘油或敷上烫伤膏。

伤势严重者急救后速去医院。

5. 防割伤或烫伤

在玻璃仪器的使用和玻璃工操作中,常因操作不当而发生割伤或烫伤现象。

割伤:先要取出玻璃碎片,用蒸馏水或双氧水清洗伤口,涂上红药水,再用纱布包扎;若伤较大,则应先压紧血管急送医院。

烫伤或被火烧伤:轻伤可用苦味酸饱和溶液洗涤后涂以硼酸凡士林或烫伤膏。重者送医院。



6. 安全用电

使用电器时,应防止人体和电器导电部位接触,不能用湿手接触电源插头;如发现电器有漏电、打火花等现象时,立即断开电源检修。实验结束后,应及时断开电源插头。

三、有机化学实验废物的处理

在有机化学实验中或实验结束后往往会产生各种固体、液体等废物,为提倡环境保护,遵守国家环保法规,减少对环境的危害,可采取如下处理方法:

1. 所有实验废物应按固体、液体,有害、无害等分类收集于不同的容器中,对一些难处理的有害废物可送环保部门专门处理。
2. 少量的酸(如盐酸、硫酸、硝酸等)或碱(如氢氧化钠、氢氧化钾等)在倒入下水道之前必须被中和,并用水稀释。
3. 有机溶剂必须倒入贴有标签的回收容器中,并存放在通风橱内。
4. 对无害的固体废物,如滤纸、碎玻璃、软木塞、氧化铝、硅胶、干燥剂等可直接倒入普通废物箱中,不应与其他有害物质相混;对有害的固体废物应放在贴有标签的广口瓶中。
5. 对能与水发生剧烈反应的化学品,处理之前要用适当方法在通风橱内分解。
6. 对可能致癌的物质,处理起来应格外小心,避免与皮肤接触。

四、常用玻璃仪器、实验装置及主要仪器设备

(一)常用玻璃仪器及其使用。

1. 常用玻璃仪器



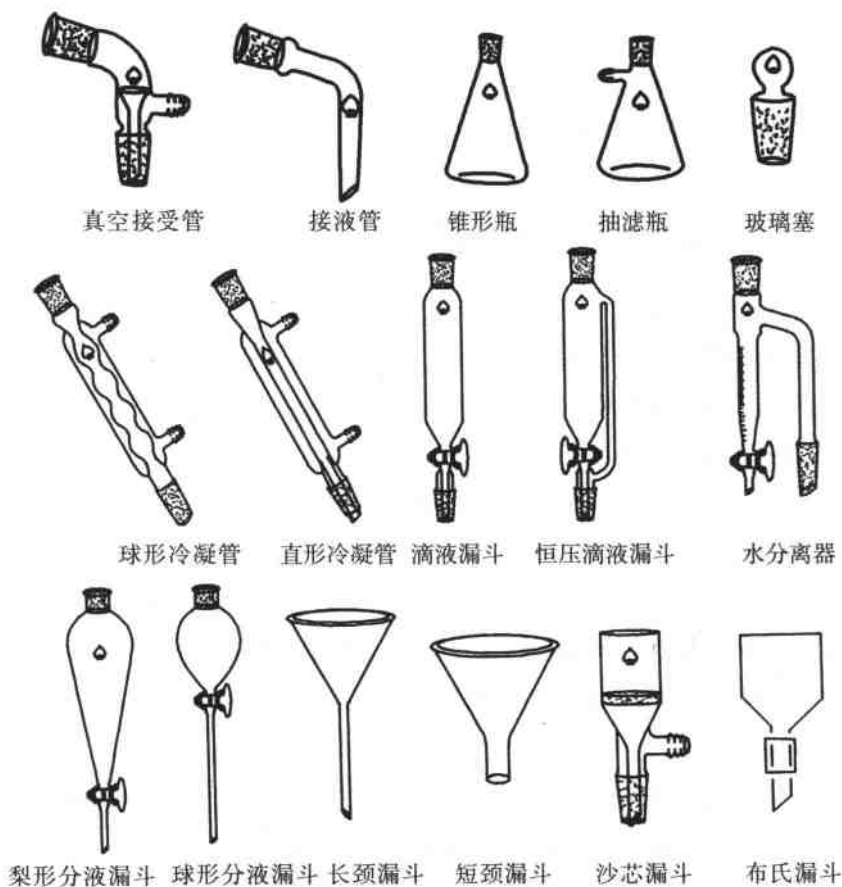


图 1-1 常用玻璃仪器

2. 使用玻璃仪器的注意事项

- (1) 使用时要轻拿轻放, 以免弄碎。
- (2) 磨口处必须洗净。若附有固体则易使磨口对接不紧密导致漏气, 甚至损坏磨口。
- (3) 使用磨口仪器一般不需涂润滑剂。若反应中有强碱, 则应涂润滑剂, 否则磨口连接处会因强碱腐蚀粘牢而无法拆卸。
- (4) 除烧杯、烧瓶和试管外, 其他玻璃仪器均不能用火直接加热。
- (5) 锥形瓶、平底烧瓶不耐压, 不能用于减压蒸馏。
- (6) 带活塞的玻璃器皿用过后, 在活塞与磨口之间垫上纸片, 以防粘连而打不开。



(7)温度计的水银球玻璃壁很薄,易碎,使用时应小心。不能将温度计当搅棒使用;温度计使用后先冷却后冲洗,以免破裂;测量范围不得超出温度计刻度范围。

(8)温度计若不慎摔碎,应立即将撒落的水银用硫磺粉覆盖,并把温度计插入盛有硫磺的容器中。

3. 玻璃仪器的清洗

玻璃仪器使用完毕后应立即清洗,一般的清洗方法是将玻璃仪器和毛刷淋湿,蘸取肥皂粉或洗涤剂洗刷玻璃仪器的内外壁,除去污染物后用水冲洗;当洁净度要求很高时,可依次用洗涤剂、蒸馏水清洗;也可用超声清洗仪清洗。

必须反对盲目使用各种化学试剂或有机溶剂来清洗玻璃仪器,这样不仅造成浪费,而且可能带来危险,对环境造成危害。

4. 玻璃仪器的干燥

干燥玻璃仪器的方法通常有:

自然干燥法:将仪器倒置,使水自然流下,晾干。

烘干法:将仪器口朝上放入烘箱内烘干;也可用气流干燥器烘干或用电吹风吹干。

使用有机溶剂助干燥:急用时可用有机溶剂助干,即用少量95%的乙醇或丙酮荡涤,把溶剂倒至回收瓶中,然后用电吹风吹干。

(二) 常用的实验装置

1. 常用的实验装置

(1) 回流装置

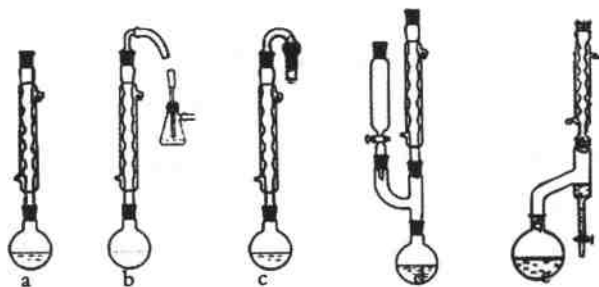


图 1-2 回流装置

注: a.常用的回流装置;b.反应中生成气体的回流装置;c.可以隔绝潮气的回流装置;d.可以同时滴加的回流装置;e.带水分离器的回流装置。



(2) 蒸馏装置。

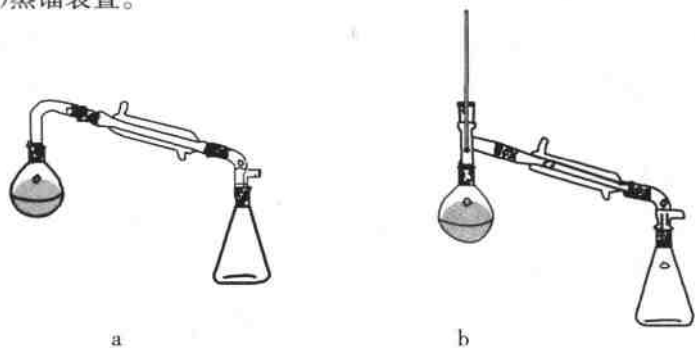


图 1-3 蒸馏装置

(3) 搅拌装置

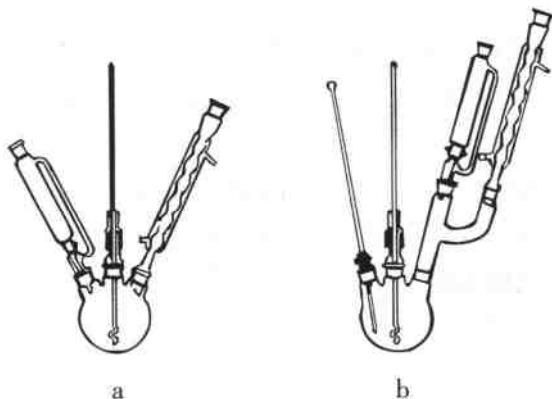


图 1-4 搅拌装置

注：a. 可以同时进行搅拌、回流和自滴液漏斗加入液体的实验装置

b. 可以同时进行搅拌、回流、自滴液漏斗加入液体和测温的实验装置

2. 安装实验装置的注意事项

(1) 所用玻璃仪器和配件要洗干净, 大小合适。

(2) 搭建实验装置时应按照从热源开始, 从下往上、从左到右的原则, 逐个装配。

(3) 拆卸时, 则按从右到左, 从上到下的原则, 逐个拆除。

(4)常压下进行的反应装置,应保持与大气相通,不能密封。

(5)实验装置要求做到严密、整齐、稳妥、端正,磨口连接处要呈一条直线。

(三)主要仪器设备

1. 烘箱

实验室一般使用的是恒温鼓风干燥箱,主要是用来干燥玻璃仪器或烘干无腐蚀性、热稳定性比较好的药品。使用时应注意温度的调节与控制。干燥玻璃仪器时应先沥干再放入烘箱,并依从上到下的顺序放置,温度一般控制在 $100^{\circ}\text{C}\sim 110^{\circ}\text{C}$,而且干湿仪器要分开。

2. 电动搅拌器

电动搅拌器在有机化学实验中用得比较多,一般适用于非均相反应。使用时应注意接上地线,不能超负荷。轴承应每学期加一次润滑油,要经常保持电动搅拌器的清洁干燥,还要防潮、防腐蚀。

3. 磁力搅拌器

它是通过磁场的不断旋转变换来带动容器内磁转子的旋转,从而达到搅拌的目的。一般都有控制转速和加热的装置,在反应物料较少、加热温度不高的情况下使用磁力搅拌器尤为合适。

4. 电加热套(或叫电热帽)

电加热套是用玻璃纤维包裹着电热丝来织成帽状的一种加热器。适用于加热和蒸馏易燃有机物。加热温度用调压变压器控制,最高加热温度可达 400°C 左右,是有机实验中一种简便、安全的加热装置。电热套的容积一般与烧瓶的容积相匹配,从 50mL 起,各种规格均有。电热套主要用于作回流加热的热源。

5. 旋转蒸发仪

旋转蒸发仪的主要部件有由电机带动的可旋转的蒸发器(圆底烧瓶)、冷凝器和接收器。可以在常压或减压下操作,可一次进料,也可分批吸入蒸发料液。由于蒸发器的不断旋转,不加沸石也不会暴沸。蒸发器旋转时,会使料液附于瓶壁形成薄膜,蒸发面大大增加,加快了蒸发速率。因此,旋转蒸发器是浓缩溶液、回收溶剂的理想装置。

6. 调压变压器

通过调节电压来调节电路的加热温度或电动搅拌器的转动速度的一种控制器。

