

大学基础化学实验丛书

有机化学 实验

Experiments in
Organic Chemistry

林桂汕 段文贵 张淑琼 编



华东理工大学出版社
EAST CHINA UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY PRESS

大学基础化学实验丛书

有机化学 实验

Experiments in
Organic Chemistry

林桂汕 段文贵 张淑琼 编



华东理工大学出版社
EAST CHINA UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY PRESS

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/林桂汕 段文贵 张淑琼编. —上海:
华东理工大学出版社, 2005. 8 (2008. 5重印)

(大学基础化学实验丛书)

ISBN 978-7-5628-1725-3

I. 有... II. ①林... ②段... ③张... III. 有机化学
—化学实验—高等学校—教材 IV. O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2004)第 079543 号

大学基础化学实验丛书

有机化学实验

Experiments in Organic Chemistry

林桂汕 段文贵 张淑琼 编

责任编辑/陈新征

封面设计/王晓迪

责任校对/金慧娟

出版发行/华东理工大学出版社

地 址: 上海市梅陇路 130 号, 200237

电 话: (021) 64250306 (营销部)

传 真: (021) 64252707

网 址: www.hdlgpress.com.cn

印 刷/上海展强印刷有限公司

开 本/787×960 1/16

印 张/7

字 数/102 千字

版 次/2005 年 8 月第 1 版

印 次/2008 年 5 月第 2 次

印 数/6051-8070 册

书 号/ISBN 978-7-5628-1725-3/O·143

定 价/13.50 元

内 容 提 要

本书共分4部分。①有机经学实验的一般知识。内容包括安全知识、常用仪器介绍、常用装置介绍及文献检索技术等。②基本操作和简单分析方法。内容包括简单蒸馏、减压蒸馏、水蒸气蒸馏、重结晶、升华、沸点、熔点测定、折射率测定、薄层色谱、简单玻璃加工等。③合成技术及天然产物提取。内容包括验证性实验、多步合成实验、设计性实验及天然产物提取。④综合习题。书末还附有一些常用数据表及有关知识。

全书内容按照从基础性实验到综合性实验,再到设计性实验的顺序编排,符合实验教学情况。本书可作为综合性大学化学、化工及相关专业的有机化学实验教材,也可供从事化学实验室工作或从事化学研究工作的人员参考。

序

广西大学化学实验中心组织编写的大学基础化学实验丛书,是一套由《无机化学实验》、《有机化学实验》、《分析化学实验》、《物理化学实验》组成的四大基础化学实验教材。它是广西大学化学化工学院化学系从事基础实验教学的教师,在实验教学经验积累的基础上,以使用多年的四大基础化学实验讲义为蓝本,经过修改与补充编写而成的。这套丛书中的综合实验融合了化学系教师科研成果的部分内容,因而颇具特色。

化学实验教学的改革在全国开展得如火如荼,改革的焦点在于通过实验提高学生的基本实验技能,培养学生的综合创新能力。基础化学实验正是培养学生基本实验技能的主要训练平台。

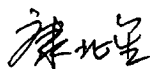
广西大学化学实验中心作为一个校级的公共基础实验平台,面对全校七个学院,为化学、化工、轻工、资源与环境、林学、农业科学、动物科学、生命科学、临床医学等多个学科专业的本科生开设基础化学实验。学生的人数多,面对的学科专业也多,在这种情况下通过四大基础化学实验完成基本实验技能的训练,颇具有挑战性,要牢牢地把握住实验技能训练的共性规律才能实现上述这一目的。该中心经过多年的教学实践,从容地应对了上述的挑战。现把精心策划和思考的四大基础化学实验讲义进行修改,编写成书作为系列实验教材进行出版。这不仅有利于该中心的实验教学,而且对其他兄弟院校的实验教学也有一定借鉴的意义。

选择一些编者所实践过的科研课题和研究方法,经过适当的简化,构成基础化学实验中的综合性实验,是一种值得提倡的做法。这是本套丛书的另一个特点。因为只有这样,才能使教学实验体系得到发展与更新,从

■ 有机化学实验

而有利于凸显实验基本方法和技能的重要性与现实性。

本套丛书的使用对象是多个学科专业的学生,在专业要求上既要兼顾化学与应用化学专业,又要兼顾其他专业,在强调与关注实验基本方法和技能之共性方面做得较好。相信本套丛书会受到广大师生的欢迎,取得预期的效果。



2005 年 8 月于康乐园

前言

在有限的教学时间内,如何使学生能够系统地学习、掌握有机化学实验技术知识,合理设置教学内容是关键。我们经过多年的教学实践,结合学生的学习情况,多次对教学内容进行调整,最后汇编成此教材。

本教材内容包括有机实验中常用的基本操作方法、简单分析方法、常见的合成技术以及天然物提取方法等。实验内容从基本操作训练开始,由易到难,先训练学生能够根据步骤完成实验,再使其能进一步完成多步实验,最后让他们能够根据查阅文献资料进行设计并完成实验。每个合成实验都体现了合成、分离提纯、产物分析的过程,符合实际生产过程。

通过本课程的学习,学生应该能够熟练掌握有机化学实验中的基本操作技能和常规合成方法、合成步骤及合成思路,并初步具有独立设计实验的能力,为今后从事有机化学研究或相关工作打下扎实的基础。

本教材由广西大学化学化工学院的林桂汕老师主笔,参加编写工作的老师还有段文贵、张淑琼、岑波、周红、周敏、赖刚等。限于编者水平,本教材中难免存在不妥之处,敬请读者指正。

编 者

2005 年 8 月

目 录

■ 第一章 有机化学实验的一般知识	1
第一节 实验室的安全与实验室事故的预防和处理	1
一、火灾、爆炸、中毒及触电事故的预防	1
二、事故的处理和急救	2
第二节 有机化学实验常用仪器	3
一、玻璃仪器	3
二、其他仪器	5
第三节 有机化学实验常用装置图	6
一、蒸馏装置	6
二、简单分馏	8
三、回流装置	8
四、气体吸收装置	9
五、搅拌装置	10
六、脂肪提取仪	11
第四节 实验预习、记录和实验报告	11
一、实验预习	11
二、实验记录	12
三、实验报告	12
第五节 查阅化学文献	16
一、工具书	16
二、化学文摘	18

■ 有机化学实验	
三、网络资源	19
■ 第二章 基本操作和简单分析方法	21
第一节 简单蒸馏、沸点测定	21
一、实验原理	21
二、实验操作	23
三、注意事项	26
四、思考题	26
第二节 简单分馏	27
一、实验原理	27
二、实验操作	28
三、注意事项	30
四、思考题	30
第三节 简单玻璃加工	31
第四节 重结晶	32
一、实验原理	33
二、实验操作	33
三、思考题	33
第五节 水蒸气蒸馏	34
一、实验原理	34
二、实验操作	36
三、注意事项	37
第六节 减压蒸馏	37
一、实验原理	38
二、实验操作	39
三、注意事项	42
四、思考题	43
第七节 升华	43
一、实验原理	43
二、实验操作	45

..... 目 录

三、思考题	45
第八节 熔点测定	45
一、实验原理	45
二、实验操作	46
第九节 折射率测定	48
一、实验原理	48
二、实验操作	49
三、注意事项	52
第十节 薄层色谱	53
一、基本原理	53
二、薄层色谱	54
三、实验操作	57
四、思考题	57
第十一节 有机化学实验的基本装置训练	57
第三章 合成技术及天然产物提取	59
第一节 验证性实验	59
实验一 环己烯的制备	59
实验二 环己酮的制备	62
实验三 2-硝基-1,3-苯二酚的制备	64
实验四 乙酸乙酯的制备	67
实验五 二苯酮的制备	70
实验六 从茶叶中提取咖啡因	72
第二节 连续性实验	74
实验七 从正丁醇经正溴丁烷制备 2-甲基-2-己醇	74
实验八 从苯甲醛经苯甲酸制备苯甲酸乙酯	82
第三节 设计性实验	87
第四章 综合习题	88

■ 有机化学实验	
■ 附 录	93
附录 I 实验中基本操作一览表	93
附录 II 常用干燥剂的性能与适用范围	94
附录 III 实验室规则	95
附录 IV 实验安排	97
附录 V 玻璃仪器清单	99
■ 参考文献	100

第一章

有机化学实验的一般知识

学习要求

掌握有机化学实验中事故的预防、处理及急救的方法。认识有机化学实验常用的仪器和常用的装置图。掌握有机化学实验预习报告、记录及实验报告的要求。学习如何查阅文献资料。

第一节 实验室的安全与实验室事故的预防和处理

在有机化学实验过程中,经常要使用易燃溶剂,如乙醇、乙醚、苯和丙酮等;易燃易爆的气体或其他易燃易爆的药品,如乙炔、氢气和金属有机试剂等;有毒药品,如氰化钠、硝基苯、甲醇和某些有机磷化合物等;有腐蚀性的药品,如浓硫酸、氯磺酸、浓硝酸、浓盐酸、烧碱及溴等。这些药品如果使用不当,就有可能产生着火、爆炸、烧伤、中毒等事故。此外,玻璃器皿、煤气、电器设备等使用或处理不当也会产生事故。为此,我们在进行实验之前,必须充分了解每个实验中潜在的安全问题,以便在实验过程中加以注意,做到早预防、早准备,从而避免事故的发生。下面介绍一些在有机化学实验过程中可能发生事故的预防、处理及急救的方法。

一、火灾、爆炸、中毒及触电事故的预防

1. 防火的基本原则是使火源尽可能远离易燃物,尽量不用明火直接加热。

2. 有些化合物遇到氧化剂时会发生猛烈爆炸或燃烧,操作时应特别小心。存放药品时应将氯酸钾、过氧化物、浓硝酸等强氧化剂和有机药品分

开存放。

3. 开启贮有挥发性液体的瓶塞时,必须先冷却,然后在通风橱内进行开启。

4. 有些有机物质会渗入皮肤,因此接触固体或液体有机物质时,必须戴橡皮手套,操作后立即洗手。

5. 在进行有毒或有腐蚀性气体散发的实验时,应在通风橱内进行。使用后的器皿应及时清洗。

二、事故的处理和急救

1. 火灾

如果发生火灾,必须保持沉着镇静,不必惊慌失措,应立即采取各种相应措施,以减少事故损失。首先,应立即熄灭附近所有火源,切断电源,并移开附近的易燃物质。少量溶剂(几毫升,周围无其他易燃物)着火,可任其烧完;锥形瓶内溶剂着火可用石棉网或湿布盖灭;小火可用湿布或黄砂盖灭;火较大时,应根据具体情况采用灭火器(干粉灭火器、四氯化碳灭火器、二氧化碳灭火器、泡沫灭火器)灭火。无论用何种灭火器,皆应从火的四周开始向中心扑灭。

2. 割伤

取出伤口中的玻璃或固体物,用蒸馏水洗净后贴上创可贴或进行包扎;大伤口应先按紧主血管以防止大量出血,并马上送医院治疗。

3. 烫伤

轻伤可涂抹玉树油或鞣酸油膏,重伤涂以烫伤油膏后送医院。

4. 试剂灼伤

酸 立即用大量水冲洗(注意,在使用水龙头时,应使用水压较小的水龙头,下同),再用 3%~5% 碳酸氢钠溶液洗,最后再用水洗。严重时消毒,擦干后涂烫伤油膏。

碱 立即用大量水冲洗,再以 1%~2% 硼酸液洗,最后再用水洗。严重时消毒,擦干后涂烫伤油膏。

溴 立即用大量水冲洗,再用酒精擦至无溴液存在为止,然后涂上甘油或烫伤油膏。

钠 先将可见的小块钠用镊子移去,然后立即用大量水冲洗,再以1%~2%硼酸液洗,最后再用水洗。严重时要消毒,擦干后涂烫伤油膏。

5. 试剂或异物溅入眼内

任何情况下都要先洗涤,急救后送医院。

酸 用大量水洗(最好使用洗眼器冲洗,下同),再用1%碳酸氢钠溶液冲洗。

碱 用大量水洗,再用1%硼酸溶液洗。

溴 用大量水洗,再用1%碳酸氢钠溶液洗。

玻璃 用镊子移去碎玻璃,然后在盆中用水洗,切勿用手揉动。

6. 中毒

溅入口中尚未咽下者应立即吐出,再用大量水冲洗口腔。如已吞下,应根据毒物性质给以解毒剂,并立即送医院。

腐蚀性毒物 对于强酸,应先饮大量水,然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白;对于强碱,也应先饮用大量水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白。不论酸或碱中毒,皆应再灌注牛奶,不要吃呕吐剂。

刺激剂及神经性毒物 先饮用大量的牛奶或鸡蛋白使之立即冲淡和缓解,再用一大勺硫酸镁(约30 g)溶于一杯水中催吐。有时也可用手指伸入喉部促使呕吐,然后立即送医院。

吸入有毒气体中毒者,立即将中毒者移至室外,解开衣领及钮扣。然后根据吸入有毒气体的类别给予处理。例如:吸入少量氯气或溴者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

第二节 有机化学实验常用仪器

一、玻璃仪器

在有机化学实验中,我们会用到一套标准磨口玻璃仪器(图1-1)及其他玻璃仪器(图1-2)。使用玻璃仪器时,应轻拿轻放。

使用标准磨口仪器时, 必须注意以下几点。

1. 磨口处必须洁净, 若粘有固体杂物, 会使磨口对接不严密, 导致漏气。
2. 用后应拆卸洗净, 否则若长期放置, 磨口的连接处常会粘牢, 难以拆分。
3. 一般用途的磨口无需涂润滑剂, 以免玷污反应物或产物。若反应中有强碱, 则应涂润滑剂, 以免磨口连接处因碱腐蚀粘牢而无法拆分。减压蒸馏时, 磨口应涂真空脂, 以免漏气。
4. 安装标准仪器装置时, 应注意安装正确、整齐、稳妥, 松紧适度, 使磨口连接处不受歪斜的应力, 否则易将仪器折断。特别是在加热时, 应更加注意, 因为仪器受热, 应力更大。

(一) 标准磨口玻璃仪器

图 1-1 为几种标准磨口玻璃仪器。

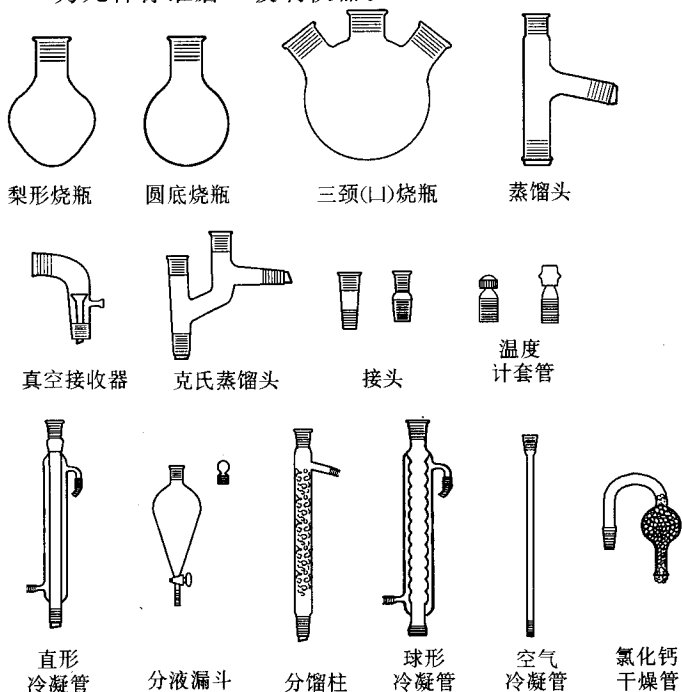


图 1-1 标准磨口玻璃仪器

(二) 其他玻璃仪器

其他玻璃仪器如图 1-2 所示。

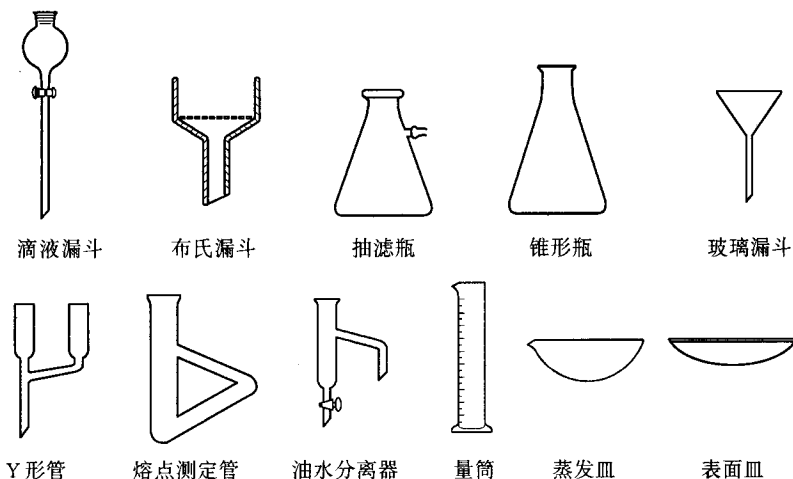


图 1-2 其他玻璃仪器

二、其他仪器

1. 电吹风

实验室中使用的电吹风可吹冷风和热风,供干燥玻璃仪器之用。

2. 电热套

电热套(图 1-3)是有机化学实验中一种简便、安全的加热装置,由于它不是明火,因此不易引起着火,热效率也高。有些电热套的功率在一定范围内可调。

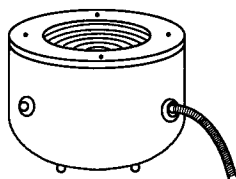


图 1-3 电热套

3. 电动搅拌器

电动搅拌器在有机化学实验中作搅拌用。一般适用于油水等溶液或固-液反应中。由于功率较小,不适用于搅拌过于黏稠的物料。

4. 磁力搅拌器

由一根以玻璃或塑料密封的软铁和可旋转的磁铁组成。磁铁旋转时,使磁场发生变化,容器内的磁棒也随之旋转,从而达到搅拌目的。一般适

用于量少的液体反应的搅拌。通常的磁力搅拌器都带有加热和调速控温装置。

5. 烘箱

用于干燥或烘干无腐蚀性、加热时不分解的物品。挥发性易燃物或刚用酒精、丙酮等淋洗过的玻璃仪器切勿放入箱内,以免发生爆炸。

6. 气流干燥器

用于烘干玻璃仪器,其有冷风档和热风档。使用时将洗净甩干的仪器挂在它的风柱上,开启热风档,可在数分钟内烘干。

第三节 有机化学实验常用装置图

一、蒸馏装置

蒸馏是分离两种以上沸点相差较大的液体或除去有机溶剂的常用方法,图 1-4 至图 1-10 是几种常用的蒸馏装置。

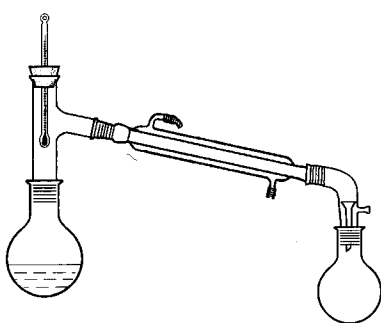


图 1-4 简单蒸馏装置

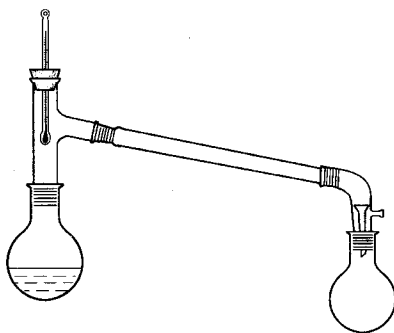


图 1-5 沸点较高液体的蒸馏装置