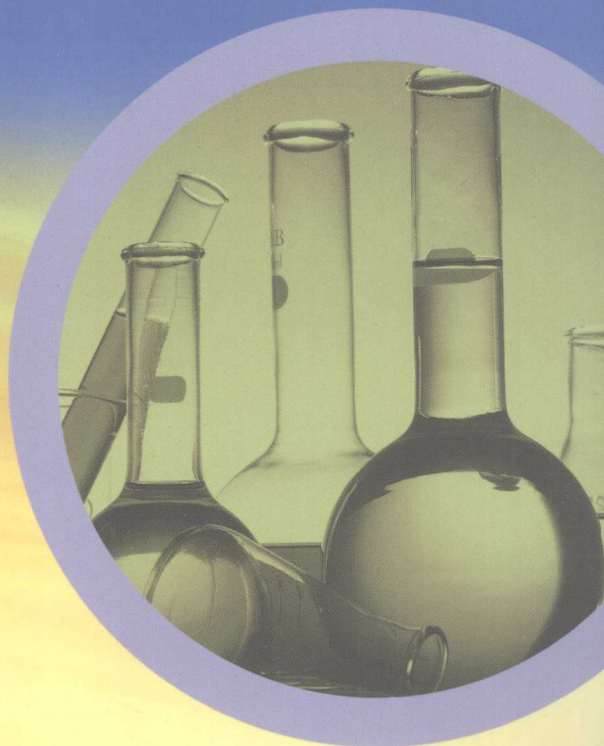




全国高等农林院校“十一五”规划教材

有机化学实验

高 岩 洪 波 主编



 中国农业出版社

全国高等农林院校“十一五”规划教材

有机化学实验

高岩 洪波 主编

中国农业出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验/高岩, 洪波主编. —北京: 中国农业出版社, 2007. 7

全国高等农林院校“十一五”规划教材

ISBN 978-7-109-11664-1

I. 有… II. ①高…②洪… III. 有机化学-化学实验-高等学校-教材 IV. 062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2007) 第 083088 号

中国农业出版社出版

(北京市朝阳区农展馆北路 2 号)

(邮政编码 100026)

责任编辑 曾丹霞

北京智力达印刷有限公司印刷 新华书店北京发行所发行

2007 年 7 月第 1 版 2007 年 7 月北京第 1 次印刷

开本: 720mm×960mm 1/16 印张: 15

字数: 263 千字

定价: 21.00 元 (含光盘)

(凡本版图书出现印刷、装订错误, 请向出版社发行部调换)

主 编 高 岩 洪 波

副主编 杨雨东 黄长干 刘日月

参 编 邹连春 赵青山 赵淑杰 刘文丛

朱 鹤 崔 薇 关 松 赵李霞

郑月辉 刘金华 王俊涛 赵桂平

前 言

“创新是一个民族的灵魂，是一个国家兴旺发达的不竭动力。”如何培养创新精神，怎样增强学生实践能力，这正是人才培养模式改革中的重点。本教材是根据高等农林院校面向 21 世纪化学系列课程有机化学实验教学大纲的要求，以及培养高素质、具有创新能力的现代化农林科技人才的需要编写的。

有机化学实验的基本知识和基本操作是有机化学实验的重要组成部分，是学生进行综合实验、设计实验和研究实验的基础，因此本教材对其实验方法和基本操作要点做了较为详尽的介绍。为了加强基本操作的严格训练，加深学生对实验原理和操作要点的理解和实践，本教材在基本操作章节后单独编写了有机化学基本操作的实验内容，并在有机化合物的制备和天然产物的提取等综合性实验中进行应用。制备实验和天然有机化合物的提取实验的编选原则是选择重要的、有代表性的典型有机反应和类型，以及与农业科学紧密相关的生物碱、植物色素和油脂等的提取，同时兼顾到迅速发展的有机化学新理论、新反应和新技术。近代仪器的发展给分离和鉴定有机化合物的结构提供了迅速、方便、准确获得结果的可能，已成为农林院校学生必须掌握的手段，为此，我们在本教材中选编了气相色谱、高效液相色谱、紫外与可见光谱和红外光谱等内容。但是仪器分析不能代替化学方法，要有效解决问题必须把仪器的使用和化学方法相结合，所以我们也较系统地介绍了有机化合物和元素的化学定性鉴定方法。微型化学实验是 20 世纪 90 年代以来在我国许多院校相继开展研究，并逐步在教学中推广应用的一门绿色化学实验技术，本教材将部分院校在有机化学微型实验方面的研究成果列在实验内容中。本教材中的综合实验、设计实验和研究性实验，有利于学生对本门课程教学内容的全面了解和掌握，有利于增强学生分析和解决问题的能力以及创新精神的培养，同时也适当照顾了学生个人兴趣的发展。为了便于学生课前预习，掌握有机化学实验内容，部分实验制作了多媒体教学辅导课件，并以光盘的形式附在书后。

本教材共分 7 章：第一章有机化学实验基本知识（洪波编写），第二章

有机化合物物理性质及其测定方法（高岩编写），第三章有机化合物的分离、提纯及结构鉴定（高岩、黄长干、赵青山编写），第四章有机化合物的制备（洪波、邹连春编写），第五章天然有机化合物的提取（赵淑杰、高岩编写），第六章有机化合物的定性鉴定（杨雨东编写），第七章综合实验、设计实验和研究性实验（高岩、刘文丛编写）。附录由朱鹤、刘日月、崔薇编写，有机化学实验多媒体教学辅导课件由杨雨东、赵桂平、郑月辉制作完成，关松、刘金华、赵李霞、王俊涛参与了本教材的部分编写工作。本教材旨在使学生全面系统地了解有机化学实验知识，掌握有机化学实验技能，培养学生实事求是的科学态度，良好的科学素养和分析问题、解决问题的能力，为此，本教材在编写上力求以实验教科书为准则而不是单纯作为实验教材。

参加本教材编写工作的教师都是长期从事有机化学实验教学的教师，他们来自于吉林农业大学、吉林大学、江西农业大学、东北农业大学和黑龙江八一农垦大学，本教材最后由高岩、洪波定稿。本教材在编写过程中得到了吉林农业大学教务处的大力帮助，我们在编写过程中还参考了很多国内外化学实验教材和化学文献资料，在此深表感谢。

由于编写时间仓促和我们的水平有限，难免有错误及不妥之处，敬请专家和读者批评指正。

编 者

2007. 4

内 容 简 介

本教材是根据高等农林院校面向 21 世纪化学系列课程有机化学实验教学大纲的要求,以及培养高素质、具有创新能力的现代化农林科技人才的需要编写的。全书共分 7 章:第一章有机化学实验基本知识,第二章有机化合物物理性质及其测定方法,第三章有机化合物的分离、提纯及结构鉴定,第四章有机化合物的制备,第五章天然有机化合物的提取,第六章有机化合物的定性鉴定,第七章综合实验、设计实验和研究性实验。为了便于学生课前预习,掌握有机化学实验内容,部分实验制作了多媒体教学辅导课件,并以光盘的形式附在书后。

本教材旨在使学生全面系统地了解有机化学实验知识,掌握有机化学实验技能,培养学生实事求是的科学态度,良好的科学素养和分析问题、解决问题的能力。

本教材可作为农、林、水产高等院校各专业的教科书,也可供其他专业和农林科技工作者参考。

目 录

前言

第一章 有机化学实验基本知识	1
一、有机化学实验及其分类	1
二、有机化学实验室规则及安全知识	2
三、有机化学实验常用的仪器	6
四、有机化学实验中的常识性技能	15
五、实验预习、记录和实验报告	22
六、有机化学实验常用参考书和工具书简介	23
七、有机化学微型实验简介	24
第二章 有机化合物物理性质及其测定方法	25
一、熔点的测定	25
实验一 熔点的测定	31
二、沸点的测定	32
三、液体化合物折射率的测定	34
实验二 阿贝折射仪测量工业乙醇的纯度	37
四、旋光度的测定	38
实验三 碳水化合物旋光度的测定	40
第三章 有机化合物的分离、提纯及结构鉴定	42
一、普通蒸馏	42
二、分馏	46
实验四 工业乙醇的蒸馏与分馏	48
三、水蒸气蒸馏	49
实验五 从橙皮中提取柠檬烯	53
四、减压蒸馏	54
五、重结晶和过滤	58

实验六 乙酰苯胺的重结晶	64
六、升华	65
七、萃取	67
八、干燥和干燥剂的使用	72
九、色谱法	78
实验七 氨基酸的纸上层析	80
实验八 薄层色谱分离菠菜叶色素	90
十、气相色谱法	92
十一、高效液相色谱	99
十二、毛细管电泳	101
十三、紫外与可见光谱	102
实验九 咖啡因和偶氮苯的紫外光谱	110
十四、红外光谱	111
第四章 有机化合物的制备	118
实验十 1-溴丁烷的制备	118
实验十一 无水乙醇的制备	120
实验十二 2-甲基-2-己醇的制备	121
实验十三 乙酸乙酯的制备	123
实验十四 乙酸异戊酯的制备	125
实验十五 乙酰苯胺的制备	127
实验十六 苯乙酮的制备	128
实验十七 己二酸的制备	130
实验十八 肉桂酸的制备	131
实验十九 碘仿的制备	132
实验二十 2,4-二氯苯氧乙酸的制备	133
实验二十一 乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备	135
实验二十二 <i>N,N</i> -二乙基-间甲苯甲酰胺的制备	137
实验二十三 乙酰乙酸乙酯的制备	139
实验二十四 甲基橙的制备	140
第五章 天然有机化合物的提取	143
实验二十五 茶叶中咖啡因的提取及其性质	143
实验二十六 烟草中烟碱的提取和烟碱的性质	148
实验二十七 红辣椒中色素的提取	151
实验二十八 奶粉中酪蛋白、乳糖和脂肪的分离	154

实验二十九 胆汁中胆红素的提取	156
实验三十 黑胡椒中胡椒碱的提取	158
实验三十一 黄连中黄连素的提取	160
实验三十二 高粱壳中红色素的提取	162
实验三十三 从果皮中提取果胶	163
第六章 有机化合物的定性鉴定	165
实验三十四 有机化合物元素定性分析	165
实验三十五 烃类有机化合物的性质	169
实验三十六 官能团有机化合物的性质	173
实验三十七 碳水化合物的性质	178
实验三十八 氨基酸和蛋白质的性质	181
实验三十九 杂环化合物的性质	183
实验四十 有机化合物中水分的测定	185
第七章 综合实验、设计实验和研究性实验	189
一、综合实验	189
实验四十一 乙酰水杨酸的合成、鉴定与含量的测定	189
实验四十二 肉桂油的提取和鉴定	193
实验四十三 油料作物中粗脂肪的提取及油脂的性质	197
二、设计实验	199
实验四十四 非那西汀的制备	199
实验四十五 聚酰胺(尼龙)的制备	200
实验四十六 桔萜油的提取、分离和鉴定	201
实验四十七 未知液的鉴定	202
三、研究性实验	203
实验四十八 苯佐卡因和普鲁卡因的制备	203
实验四十九 从胆结石中提取胆甾醇	203
附录	205
附录1 常用元素相对原子质量表	205
附录2 HPLC 常用溶剂的性质	206
附录3 常用有机化合物缩写	206
附录4 一些常用化学物质的毒性和易燃性	209
附录5 常用有机溶剂和试剂的纯化	210
附录6 常用化学试剂的级别	213

附录 7 常见的致癌化学物质	214
附录 8 常用试剂(液)的配制	217
附录 9 常用有机溶剂沸点、密度表	219
附录 10 常用有机溶剂的沸点和折射率	219
附录 11 常用酸碱溶液密度及浓度组成表	220
附录 12 水的蒸气压力表(0~100 °C)	224
附录 13 与化学及有机化学有关的网址	225
主要参考文献	227

第一章 有机化学实验基本知识

有机化学教学包括有机化学理论教学和有机化学实验教学两部分，二者相辅相成、相互促进。有机化学实验是有机化学理论知识的应用与验证，是对理论知识的深化和形象化。正是在大量实验研究的基础上，建立了有机化学理论，形成了有机化学学科，而且，有机化学的发展是同有机化合物的实验研究紧密相连的。因此，有机化学实验与有机化学理论是相互配合的，是有机化学教学的重要组成部分。

一、有机化学实验及其分类

(一) 有机化学实验的任务和教学目标

1. 有机化学实验的主要任务

- (1) 加深对有机化学理论知识的理解和认识。
- (2) 掌握有机化学实验的基本操作技能。
- (3) 学习在实验室中合成、分离纯化和鉴定有机化合物的常用方法和基本操作技术。
- (4) 使学生养成良好的实验习惯，培养学生分析和解决实验中所遇到问题的能力，以及对待实验的科学态度和严谨作风。

2. 有机化学实验的教学目标

- (1) 验证、巩固和加深理解有机化学理论教学的内容，提高综合运用所学知识的能力。
- (2) 验证和研究物质的化学性质和变化规律，掌握性质的鉴定方法和操作技术。
- (3) 掌握在实验室里合成、分离提纯有机化合物的常用方法和基本操作技术。
- (4) 培养良好的实验习惯和科学严谨的工作作风，以及观察问题、分析问题、解决问题的能力 and 一定的创新能力。

(二) 有机化学实验的分类

有机化学实验有多种不同的分类方法，从实验目的的角度，可将其分为四

种类型,分别是有机分析实验、有机合成实验、分离纯化实验和理论探讨性实验。

第一类有机分析实验又可分为常数测定实验、化合物性质实验、元素定性分析实验、元素定量分析实验和波谱实验。其中化合物性质实验、元素定性分析实验和元素定量分析实验中有化学反应发生,但都不以获取反应产物为目的。化合物性质实验和元素定性分析实验是通过观察化学反应所伴随的现象而得出结论,如颜色的变化、沉淀的生成等。元素定量分析实验和波谱实验的操作要求严格,一般为专业课实验。

第二类为有机合成实验,通过化学反应获取反应产物。

第三类为分离纯化实验,一般是从化学反应得到的反应混合物中获得其中的某种成分,一般不发生化学变化。

第四类是理论探讨性实验,如对反应动力学、反应机理、催化机理和反应过渡态的研究等。

在一次具体有机化学实验中常常涉及两类或三类实验,例如,通过有机合成实验得到的是产物、副产物、未反应的原料、溶剂、催化剂等的混合物,需进行分离纯化实验得到纯净的产物,最后还需通过适当的有机分析实验来鉴定产物,确定化合物结构。

二、有机化学实验室规则及安全知识

(一) 有机化学实验室规则

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,养成良好的实验习惯和工作作风,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。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,熟悉实验所需药品、仪器和装置,了解实验的注意事项。

(2) 实验前应检查仪器是否完好无损,如有损坏,及时向老师报告。

(3) 必须遵守实验室的纪律和各项规章制度。实验中不大声喧哗,不擅离实验岗位,不乱拿乱放,不将公物带出实验室,损坏东西要如实登记。

(4) 实验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) 自始至终注意实验室的整洁。

(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整洁。节约水、电、煤气,严格控制药品的用量。

(8) 实验完毕,必须及时清洗仪器、处理废物、检查安全等。将实验结果交教师审阅,待教师签字后方可离开实验室。

(9) 每次实验后,必须尽快、认真地写好实验报告。

(10) 轮流值日,值日生负责整理公用仪器,打扫实验室卫生,清倒废物,并协助实验室工作人员检查和关好水、电、煤气及门窗。

(二) 有机化学实验室的安全知识

有机化学实验所用的试剂多是一些有毒、易燃、易爆的药品,如易燃的乙醚、丙酮、乙醇等,有毒的苯肼、硝基苯、氰化物等,有腐蚀性的浓硫酸、浓盐酸、浓硝酸、溴等,这些药品使用不当,很可能造成中毒、着火、爆炸等事故。为了避免事故的发生,必须提高安全意识,熟悉和掌握各种仪器、药品的性能、用途和注意事项等,一旦发生事故,还应掌握事故的处理方法,一般应注意以下几方面:

(1) 实验前,应认真地进行实验预习,仔细检查仪器是否完整无损,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、碎裂和反应是否正常进行等。

(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) 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) 严禁在实验室内吃东西和吸烟。

(7) 熟练使用实验室中的各种安全用具。

(三) 有机化学实验室常见事故的预防和处置

1. 火灾的预防和处理 实验室中常用到各种火源和电器,而且所用的药品很多都易燃易爆,在实验过程中可能由于不慎造成失火,所以要掌握一些基本的防火原则。

- (1) 实验室不得存放大量易燃、易挥发性物质,如乙醚等。
- (2) 实验之前检查火源和电源是否完好,煤气管道是否漏气。
- (3) 处理和使用易燃物时要远离火源。
- (4) 不能用敞口容器加热和放置易燃、易挥发的化学药品。
- (5) 蒸馏易燃有机物的时候,保证装置不漏气不封闭,出来的尾气出口要远离火源或引到室外。

(6) 易燃和易挥发物不得倒入废液缸内,量大的要专门回收处理,量少的可倒入水槽用水冲走,与水有猛烈反应者除外,如金属钠残渣要用乙醇销毁。

实验室如果发生了着火事故,应沉着冷静及时地采取措施,控制事故的扩大。发现失火,首先要关掉煤气,拉下电闸,并且把附近的火源和易燃物移开。水在大多数情况下不能用来扑灭有机物着火,因为一般有机物的密度比水小,泼水后火焰不但不熄灭,反而会漂浮在水面上继续燃烧,并随着水流蔓延。

地面或桌面着火,如火势不大,可用淋湿的抹布或沙子灭火;如果是小器皿内着火,马上用沙袋、玻璃板、石棉板、金属板等覆盖,可使其立即熄灭;油类着火要用沙子或灭火器,还可以撒上干燥的固体碳酸氢钠粉末;衣服着火,不要惊慌地到处乱跑,着火者可就地滚动,压灭火焰,同时用水冲淋,使火彻底熄灭。

实验室要常备灭火器,如:二氧化碳灭火器、四氯化碳灭火器、干粉灭火器和泡沫灭火器等。二氧化碳灭火器是有机化学实验室最常用的灭火器,灭火器内储放压缩的二氧化碳,使用时,一手提灭火器,一手握住喷二氧化碳的喇叭筒的把手,打开开关,二氧化碳即可喷出。二氧化碳灭火器灭火后的危害小,常用于扑灭油脂、电器及其他贵重物品着火。四氯化碳灭火器常用于扑灭电器着火,但不能用于通风不好的环境,这是因为四氯化碳在高温时能产生剧毒的光气,与金属钠接触时还会爆炸。泡沫灭火器不能用于扑灭电器着火,因为泡沫能导电,而且泡沫灭火器会喷出大量的硫酸氢钠和氢氧化铝,污染严重,给后处理带来麻烦。另外,不管采用哪一种灭火器,都是从外围向中心灭火。

2. 爆炸的预防 实验中对易爆的药品使用不当、仪器堵塞、装配不当、减压蒸馏使用不耐压的仪器、反应过于剧烈难以控制等都有可能引起爆炸。为了防止爆炸事故,应注意以下几点:

- (1) 使用易燃易爆物品时要特别小心,应严格按操作规程操作。如过氧化物、芳香族多硝基化合物等,在受热或受到碰撞时,均会发生爆炸;含过氧化物的乙醚在蒸馏时,也有爆炸的危险;乙醇和浓硝酸混合在一起,会引起极强

烈的爆炸。

(2) 仪器安装不正确或操作不当时,也可能引起爆炸。如蒸馏装置,不能形成封闭体系,要与大气相通,减压蒸馏时不能使用不耐压的仪器等。而且,不论是常压蒸馏还是减压蒸馏,均不能将液体蒸干,以免局部过热或产生过氧化物而发生爆炸。

(3) 不能把废液桶当作垃圾箱,应分别将垃圾投入废纸箱或专门容器内。不要将燃着的火柴梗丢在废液桶内,以免使里面可能倒入的有机药品遇火剧烈反应而爆炸。易燃有机液体不能倾倒在废液桶内,应回收在专设的有盖容器内。钠、钾碎片以及易燃、易爆的其他物质,不能投入废液桶内,要进行专门处置。废液缸要及时清洗。

3. 中毒的预防和处理 化学药品大多具有不同程度的毒性,主要是通过呼吸道和皮肤接触有毒物品而对人体造成危害。在实验中,要防止中毒,应切实做到以下几点:

(1) 称量任何药品都应使用工具,不能用手直接接触剧毒药品。每次实验之后都要立即洗手。任何药品不能用嘴尝。

(2) 进行产生有毒或有腐蚀性气体的实验时,应在通风橱内操作,实验中头部不能伸入橱内。

(3) 为了防止误服化学药品而中毒,严禁将食品带入实验室。

中毒的处理:

(1) 接触药品时可能使有毒的物质渗进皮肤,应立即用酒精擦洗,然后用肥皂和水清洗。

(2) 不慎误服毒品,如未咽下应马上吐出,用大量水漱口,若是已经吞下,要根据不同情况处理,如吞下强酸,要先饮大量水,再服用氢氧化铝膏、牛奶,不要吃呕吐剂;如吞下强碱,先饮大量水,然后服用醋、酸果汁、牛奶,不要吃呕吐剂;如吞下刺激物或其他毒品,先服用牛奶,再服用硫酸镁溶液催吐,然后送至医院。

(3) 吸入毒气中毒,要将中毒者移至室外,揭开衣领及纽扣,如果吸入氯气和溴气,可用碳酸氢钠溶液漱口,必要时做人工呼吸并送医院治疗。

4. 割伤的预防和处理 有机实验中经常使用玻璃仪器,装配仪器时不能用力过猛或装配不当。玻璃管(棒)切割后,截断面锋利,应在火上熔光。将玻璃管或温度计插入塞子或橡皮管时,应检查塞孔大小是否合适,并涂点水或甘油润滑后,用布裹住逐渐旋转而入,同时握玻璃管的手应靠近塞子,否则会使玻璃管碎裂而割伤。

发生割伤事故要及时处理,取出伤口内的玻璃后,用水洗净伤口,若伤势

不重,涂以碘酒或红汞药水,或用创可贴贴上。若伤势较重,则在伤口上部约10 cm处,用绷带扎紧,减慢流血,压迫止血,立即送医院治疗。

5. 灼伤的预防和处理 皮肤接触了高温、低温和腐蚀性物质时,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。

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。

(1) 若是受了轻微的火伤或被热水烫伤,可在伤口上涂一些烫伤软膏,重伤应立即送医院治疗。

(2) 如果是化学药品灼伤,则先用大量水洗伤口,然后根据接触药品不同分别处理。

酸灼伤:用水洗后,用1%的碳酸氢钠溶液洗涤,再用水冲洗后涂上凡士林。

碱灼伤:用水洗后,用1%~2%饱和硼酸钠或醋酸溶液洗涤,再用水冲洗后涂上凡士林。

如果酸、碱不慎溅入眼中,则要先将眼睛周围的酸、碱抹去,用橡胶管套上水龙头用慢水对准眼睛冲洗,若为酸液,则再用1%的碳酸氢钠溶液冲洗,若为碱液,则再用1%的硼酸溶液冲洗,然后马上到医院就诊。

溴灼伤:应立即用大量的水冲洗,再用酒精擦洗或用2%的硫代硫酸钠溶液洗至灼伤处呈白色,然后涂上甘油并加以按摩。

6. 用电安全 进入实验室后,首先应了解水、电、煤气的开关位置在何处,而且要掌握它们的使用方法。在实验中,应先将电器设备上的插头与插座连接好后,再打开电源开关。不能用湿手或手握湿物去插入或拔出插头。使用电器前,应检查线路连接是否正确,电器内外要保持干燥,不能有水或其他溶剂。实验做完后,应先关掉电源,再拔插头。

7. 实验室常用急救药箱

(1) 绷带、白纱布、棉花、止血膏、医用镊子、剪刀、橡皮管。

(2) 医用凡士林、玉树油、烫伤油膏、消毒剂、碘酒、紫药水、红药水、酒精、甘油。

(3) 1%及5%的碳酸氢钠溶液、2%醋酸溶液、1%硼酸溶液、药用蓖麻油、磺胺药粉等。

三、有机化学实验常用的仪器

熟悉有机化学实验需要经常用到的仪器是对实验者的基本要求。现将有机化学实验中比较常见的玻璃仪器和其他一些主要仪器设备分别介绍如下。