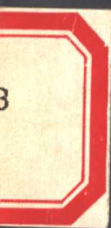




半微量

有机制备实验



半微量有机制备实验

顾炳鸿 编

天津科学技术出版社

责任编辑：张炳祥

半微量有机制备实验

顾炳鸿 编

*

天津科学技术出版社出版

天津市赤峰道130号

天津新华印刷一厂印刷

新华书店天津发行所发行

*

开本787×1092毫米 1/32 印张4.375 字数90 000

1990年2月第1版

1990年2月第1次印刷

印数：1—1 910

ISBN 7-5308-0587-8/O·36 定价：2.75元

前 言

减少有机制备实验中的试剂用量,实行少量、半微量有机化学实验,具有节省原料、节省时间、危险性小、污染性小等优点,同时对培养实验者精细的操作技能和严谨的科学态度也是有益的。

本书共分三部分。第一部分介绍了半微量有机制备仪和由它组装成的经常用于实验的各种装置。第二部分是40个制备实验。其中多数实验曾在1983年10月教育部委托陕西师大召开的“全国高师有机化学实验教学经验交流会”上交流;大多数实验的实验讲义曾在天津师范大学化学系八〇级、八一级和八二级中师班的学生中使用。第三部分是附录。除介绍完成制备实验所必要的有关数表外,还写了一点实验时个人的粗浅体会。

为了能使本书适宜于大专院校学生进行有机半微量实验,在编写中认真考虑了基本操作的应用,实验类型的广泛,实验内容的新颖及仪器装置的实用等问题,其目的在于提高实验教学的质量,加强学生实际能力的培养。但由于本人水平有限,书中不妥和错误之处在所难免,敬请老师和实验者不吝批评指正。

本书在编写和使用过程中曾得到陈云英副教授的帮助及从事实验教学的同志们的支持。书稿完成之际,承蒙南开大

学王积涛教授审阅并推荐，在此一并表示衷心感谢。

顾炳鸿

1997年7月

目 录

前言	(1)
一、仪器和装置	(3)
二、制备实验	(14)
1. 环己烯	(14)
2. 2-甲基-2-己烯	(16)
3. 正溴丁烷	(19)
4. 2-氯-2-甲基丙烷	(22)
5. 氯苯	(24)
6. 电解法制碘仿	(27)
7. 2-甲基-2-己醇	(29)
8. 三苯甲醇	(32)
9. 邻、对硝基苯酚	(36)
10. 对叔丁基苯酚	(39)
11. 2,4-二硝基苯酚	(41)
12. 正丁醚	(43)
13. 苯乙醚	(45)
14. 苄基丁基醚	(46)
15. 环戊酮	(47)
16. 己二酸	(50)
17. 对氨基苯磺酸	(51)
18. 苯甲酸	(53)

19. 苯氧乙酸	(55)
20. 呋喃甲酸	(56)
21. 肉桂酸	(60)
22. 氢化肉桂酸	(63)
23. 邻氨基苯甲酸	(67)
24. 乙酸- β -萘酯	(69)
25. 乙酸正丁酯	(70)
26. 苯甲酸乙酯	(72)
27. 苯甲酸苯酯	(73)
28. 硝基苯	(75)
29. 苯胺	(76)
30. 间硝基苯胺	(79)
31. 乙酰苯胺	(81)
32. 苯甲酰苯胺	(83)
33. 呋喃甲醇和呋喃甲酸	(85)
34. 甲基橙	(87)
35. 偶氮苯的制备及光异构化顺、反偶氮苯 的分离	(89)
36. 对二叔丁基苯	(92)
37. 反- α -萘叉乙酰苯	(94)
38. 反- α -萘叉乙酰苯的加成反应	(96)
39. 黄连素的提取	(98)
40. 咖啡因的提取	(99)
三、附录	(101)
1. 薄层色谱板的制备	(101)
2. (1) 常用元素的原子量表	(102)

(2) 常用的酸和碱	(103)
(3) 常用溶剂的物理常数	(103)
3. 主要基本操作一览表	(105)
4. 主要基团的红外特征吸收峰	(109)
5. 核磁共振谱中质子的化学位移	(122)
6. 红外光谱、核磁共振谱和薄层色谱一览	(127)
7. 介绍两种常用实验仪器	(128)
8. 有机化学实验基本操作点滴	(128)

前 言

减少有机制备实验中的试剂用量,实行少量、半微量有机化学实验,具有节省原料、节省时间、危险性小、污染性小等优点,同时对培养实验者精细的操作技能和严谨的科学态度也是有益的。

本书共分三部分。第一部分介绍了半微量有机制备仪和由它组装成的经常用于实验的各种装置。第二部分是40个制备实验。其中多数实验曾在1983年10月教育部委托陕西师大召开的“全国高师有机化学实验教学经验交流会”上交流;大多数实验的实验讲义曾在天津师范大学化学系八〇级、八一级和八二级中师班的学生中使用。第三部分是附录。除介绍完成制备实验所必要的有关数表外,还写了一点实验时个人的粗浅体会。

为了能使本书适宜于大专院校学生进行有机半微量实验,在编写中认真考虑了基本操作的应用,实验类型的广泛,实验内容的新颖及仪器装置的实用等问题,其目的在于提高实验教学的质量,加强学生实际能力的培养。但由于本人水平有限,书中不妥和错误之处在所难免,敬请老师和实验者不吝批评指正。

本书在编写和使用过程中曾得到陈云英副教授的帮助及从事实验教学的同志们的支持。书稿完成之际,承蒙南开大

学王积涛教授审阅并推荐，在此一并表示衷心感谢。

顾炳鸿

1987年7月

一、仪器和装置

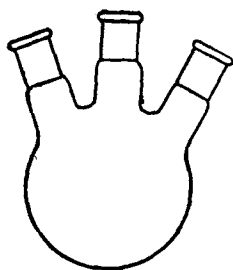
进行半微量有机制备实验，必须有一套合适的仪器。这种仪器与常量实验仪器相比，应该具有小、巧、全、廉的特点。所谓“小”，是指容积小，规格小，一般使用10—25毫升的仪器（如三角瓶、圆底烧瓶等），标准口径一般为14*；所谓“巧”，就是通过一定数量的仪器可以巧妙地组装成多种装置，实验者必须具有精巧的操作技能，才可使实验顺利进行；所谓“全”，是指仪器种类齐全，包括全部制备实验所需的仪器，通过这套仪器的使用，实验者能获得有机制备实验全面的训练；所谓“廉”，就是仪器价格便宜。作为教学仪器，因使用量大，只有价廉，才有可能获得更大范围的推广使用价值。现以天津玻璃仪器厂生产的“T₃₂型半微量有机制备仪”为例，介绍常用的装置。

“T₃₂型半微量有机制备仪”仪器单

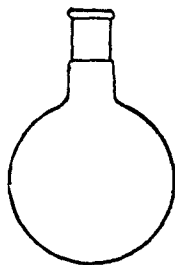
编 号	名 称	规 格	数 量	备 注
1	圆底烧瓶	25ml/14	3	
2	圆底烧瓶	50ml/19	1	
3	三口圆底烧瓶	50ml/19×14×14	1	
4	锥形烧瓶	10ml/14	2	
5	锥形烧瓶	25ml/14	2	

续

编 号	名 称	规 格	数 量	备 注
6	空气冷凝管	150mm/14×14	1	
7	直形冷凝管	120mm/14×14	1	
8	克氏蒸馏头	14×4	1	
9	蒸馏头	14×3	1	
10	恒压滴液漏斗	25ml/14×14	1	玻塞
11	真空接管	14×14	1	
12	三叉燕尾管	14×4	1	
13	导气管	14	1	
14	空心塞	14	4	
15	抽气瓶	50ml/14	1	
16	抽气试管	10ml/14	1	
17	吸滤漏斗	40mm/14	1	
18	U形干燥管	14	1	
19	螺帽接头	14	2	
20	桶形分液漏斗	25ml/14×14	1	
21	油水分离器	14×14	1	带节门
22	多孔玻板提取器		1	
23	带勾A形接头	14×19	1	
24	A形接头	14×19	1	
合 计	品种22	24种规格	32	



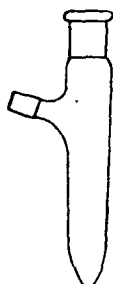
圆底三口烧瓶



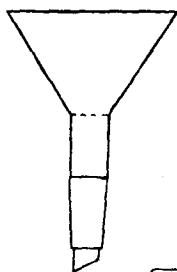
圆底烧瓶



锥形烧瓶



抽气试管



吸滤漏斗



U形干燥管



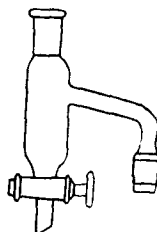
桶形分液漏斗



带勾A形接头



多孔玻璃板提取器



油水分离器



A形接头

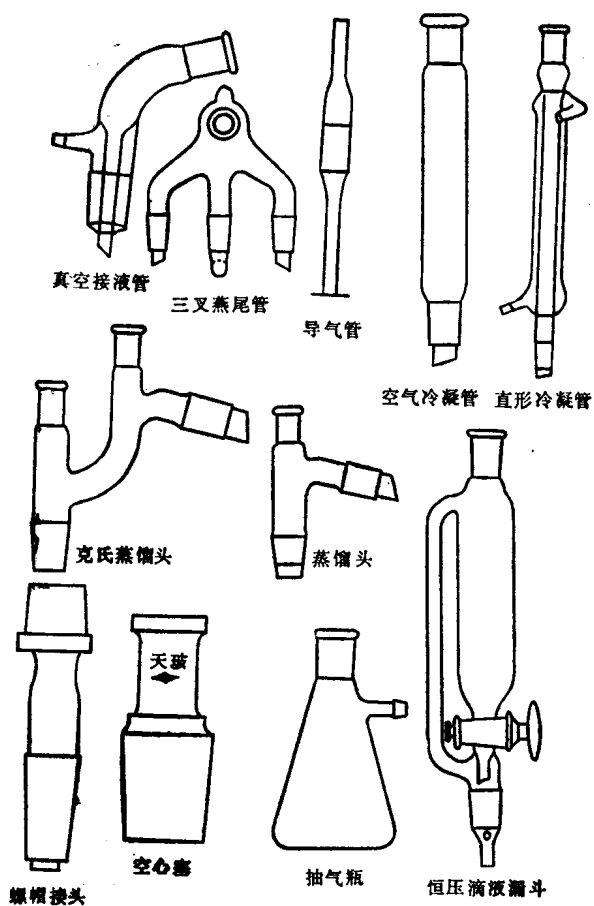


图 1-1 T₃₂型半微量有机制备仪

(“T₃₂型半微量有机制备仪”由天津玻璃仪器厂出品, 该厂营业部: 天津市和平区和平路198号, 电话70.1018)

1. 反应装置

进行有机反应时的常用典型装置如图1-2、1-3、1-4、1-5。

(1) 回流装置 在室温下有些反应速度很慢或难于进行,为了使反应尽快地进行,常常需要使反应物质较长时间保持沸腾.在这种情况下,就需要回流装置,使蒸汽不断地在冷凝管内冷凝而返回反应器中,以防止反应瓶中的物质逃逸损失.如图1-2.

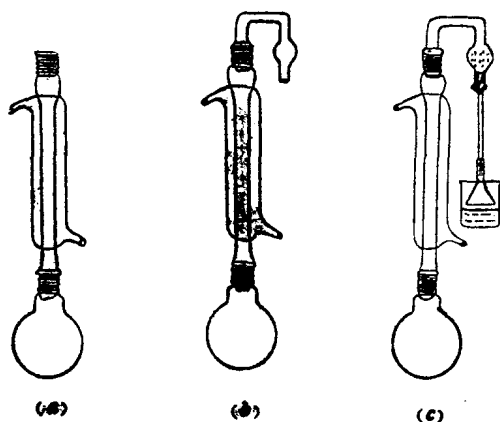


图 1-2 回流装置

(2) 回流、滴加装置 有些反应进行剧烈,如将反应物质一次加入,会使反应失去控制.在这种情况下,可采用带有滴液漏斗的回流装置如图1-3(a)、(b).必要时也可用温度计指示反应进行的温度以及用磁力搅拌器进行搅拌.如图1-3(c).有些反应滴加的试剂必须伸于反应液内部,并且需

要观察滴加速度，如制备乙醚、乙酸乙酯等，可以采用图1-3(d)的装置。

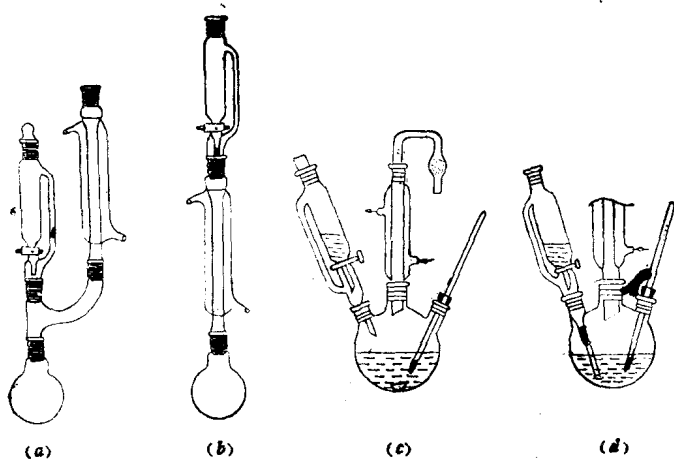


图 1-3 回流滴加装置

(3) 回流分水装置 进行某些可逆平衡性质的反应时，为了使正向反应进行到底，可将反应产物之一不断从反应混合物体系中除去。常用的有回流分水装置，如图1-4。回流下来的蒸气冷凝液进入油水分离器后分层，有机层自动流回反应瓶，而生成的水可以从油水分离器中放出去，这样可使某些生成水的可逆反应进行到底。

还有一些反应产物能够单独或形成共沸物不断从反应混合物体系中蒸出去。这时可采用滴加和蒸出的反应装置。如图1-5。

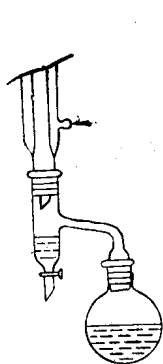


图 1-4 回流分水装置

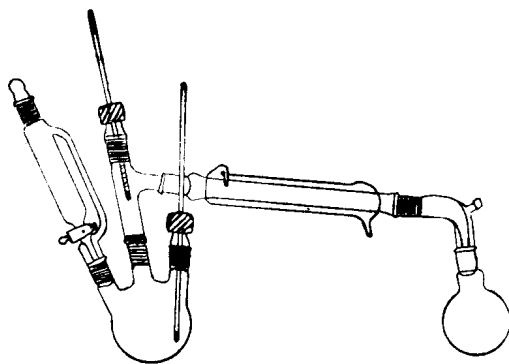


图 1-5 滴加和蒸出装置

2. 蒸馏装置

蒸馏是分离和提纯液态有机化合物的最常用的重要方法之一，常用的装置有：

(1) 普通蒸馏装置，如图1-6 用于分离各组分沸点相差较大（如相差 30°C ）的液态混合物。

(2) 分馏装置，如图1-7（分馏柱用内装1—1.5厘米长的细玻璃管的空气冷凝管代替，能满足普通实验的要求），用于分离各组分沸点相差不太大的液态混合物。

(3) 水蒸汽蒸馏装置 水蒸汽蒸馏也是用来提纯或分离有机物质的一种方法，将水蒸汽通入不溶或难溶于水但有一定挥发性的有机物质中，该有机物则可在低于 100°C 的温度下，随着水蒸汽一起蒸馏出来。其装置如图1-8。

(4) 减压蒸馏装置 很多有机化合物在常压下蒸馏往