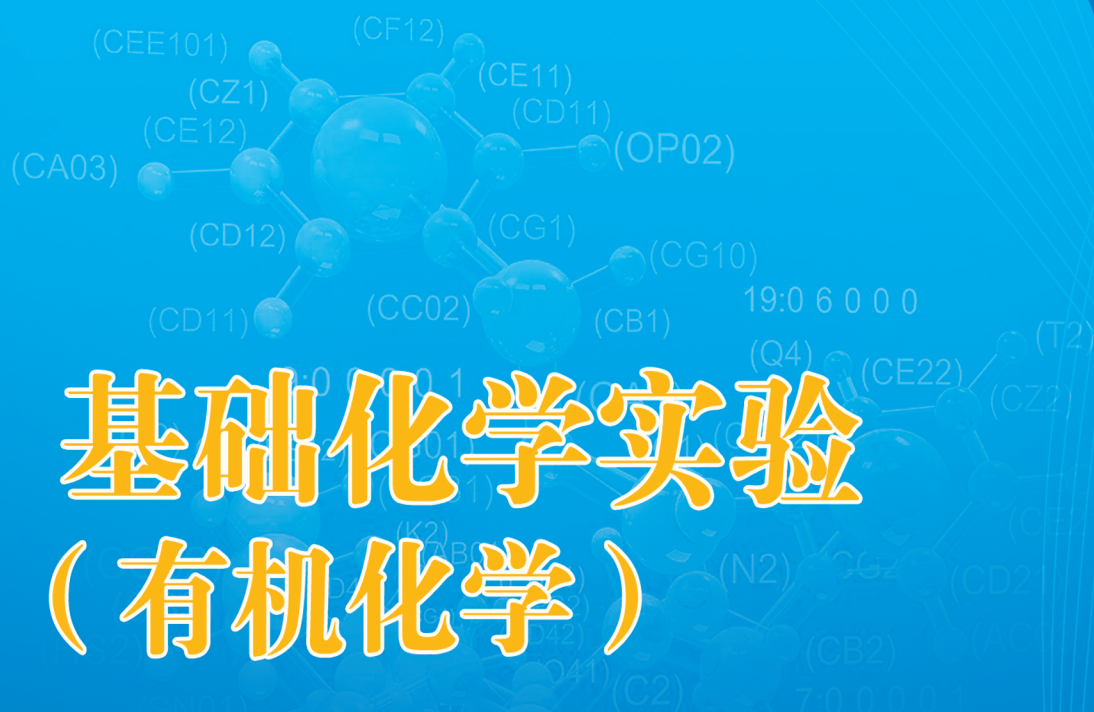




JI CHU HUA XUE SHI YAN (YOU JI HUA XUE)

祁晓津 张康龙 主 编

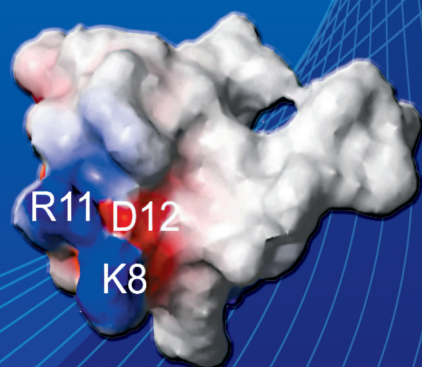
JI CHU HUA XUE SHI YAN
(YOU JI HUA XUE)

JI CHU HUA XUE SHI YAN
(YOU JI HUA XUE)

JI CHU HUA XUE SHI YAN
(YOU JI HUA XUE)



黄河出版传媒集团
宁夏人民出版社



基础化学实验 (有机化学)

JI CHU HUA XUE SHI YAN
(YOU JI HUA XUE)

祁晓津 张康龙 主 编

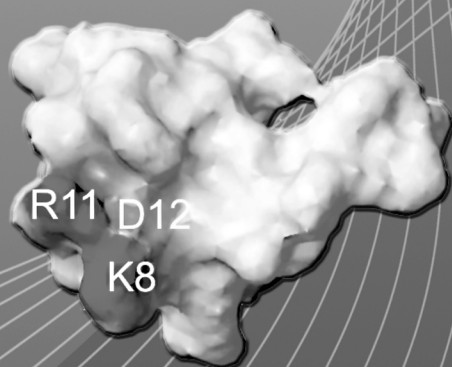
JI CHU HUA XUE SHI YAN
(YOU JI HUA XUE)

JI CHU HUA XUE SHI YAN
(YOU JI HUA XUE)

JI CHU HUA XUE SHI YAN
(YOU JI HUA XUE)



黄河出版传媒集团
宁夏人民出版社



图书在版编目 (CIP) 数据

基础化学实验 (有机化学) / 祁晓津, 张康龙 主编.
—银川: 宁夏人民出版社, 2011. 11
ISBN 978-7-227-04914-2

I. ①基… II. ①祁…②张… 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. ①06-3

中国版本图书馆CIP数据核字 (2011) 第259484号

基础化学实验 (有机化学)

祁晓津 张康龙 主编

责任编辑 贺飞雁

封面设计 张 梅

责任印制 李宗妮

黄河出版传媒集团
宁夏人民出版社

出版发行

地 址 银川市北京东路139号出版大厦 (750001)

网 址 <http://www.yrpubm.com>

网上书店 <http://www.hh-book.com>

电子信箱 renminshe@yrpubm.com

邮购电话 0951-5044614

经 销 全国新华书店

印刷装订 宁夏书宏印刷有限公司

开 本 880 mm×1230mm 1/32 印 张 4.5 字 数 120 千

印刷委托书号 (宁) 0005073 印 数 500册

版 次 2011年11月第1版 印 次 2011年11月第1次印刷

书 号 ISBN 978-7-227-04914-2/0·8

定 价 28.00元

版权所有 侵权必究

前言

本书是中国矿业大学银川学院“十二五”教材建设规划教材,根据学院“3+1”人才培养模式创新与改革的要求,为转变教育观念、提高教学质量,适应社会发展和区域经济建设的新要求,适应独立学院应用型人才培养的需要,编写、出版适合中国矿业大学银川学院教学需要的基础化学实验教材是必要的。

本书的编写是根据应用型人才培养的实际需求,结合独立学院专业建设、课程建设、生源状况、教学水平、师资力量等实际情况,探索编写适合实验教学需要的教材。本书内容编排上分为有机化学实验的基本知识、有机化学实验的基本操作、有机化合物的分离与提纯、有机化合物的制备与反应、天然产物的提取 5 个部分,以利于对学生分阶段分层次地进行培养和训练。在实验内容安排上,紧扣有机化学的学科特点,力求做到循序渐进的原则,实验原理的介绍过程由详细到简单;实验步骤由陈述注入到启发引导;基本操作训练由容易到复杂;实验内容由简单到综合,由基本操作到实际应用。

为了使学生能受到初步科学研究的训练和提高分析问题、解决问题的能力,本书增加了天然产物的提取。为适合采用本教材的学生学习,本书实验容量适中,难度适宜,重视对学生思维方法的培养和基本实验技能的训练。

本书编著过程中得到了宁夏自治区教学名师、硕士生导师刘利军教授的启示和大力支持,刘教授为本书的编著倾注了大量心血,她的支持和帮助为本书的内容设置起了积极作用。同时,本书承蒙李东教授的审阅,并提出了许多宝贵的修改意见,在此表示衷心的感谢!

本书编著工作由祁晓津(有机化学实验的基本操作、有机化合物的分离与提纯 2 个部分)和张康龙(有机化学实验的基本知识、有机化合物的制备与反应、天然产物的提取、附录 4 个部分)完成。本书由祁晓津统稿。

限于水平,书中不妥之处恳请广大读者批评指正。

编 者

2011 年 9 月

目 录

第一部分 有机化学实验的基本知识

一、实验室规则	001
二、安全知识及废物处理	002
三、有机化学实验常用的仪器、设备和应用范围	005
四、常用的实验装置	010
五、化学试剂的使用常识	012
六、实验预习、记录和实验报告	013

第二部分 有机化学实验的基本操作

一、化学实验基本操作中的注意事项	017
二、简单玻璃工操作	018
三、物质熔点的测定	020
四、液体化合物折光率的测定	025
五、加热和冷却	030

六、干燥与干燥剂	031
----------------	-----

第三部分 有机化合物的分离与提纯

一、固体有机化合物的分离与提纯	036
二、液体有机化合物的分离与提纯	045
三、色谱分馏法	072

第四部分 有机化合物的制备与反应

一、环己烯的制备	083
二、溴乙烷的制备	086
三、Cannizzaro 反应	088
四、正丁醚的制备	093
五、肉桂酸的制备	095
六、乙酰苯胺的制备	098
七、乙酰乙酸乙酯的制备	102
八、己二酸的微量制备	105

第五部分 天然产物的提取

一、从柑橘皮中提取橙油	107
二、从麻黄草中提取麻黄碱	109
三、从茶叶中提取咖啡因	112
四、从丁香中提取丁香酚	114

附录

附录 1 有机化学实验中常用试剂的配制	117
附录 2 有机溶剂沸点、密度表	121
附录 3 常用有机溶剂的纯化	122
附录 4 常用洗涤剂的配制	127
附录 5 危险化学品的使用和保存	129
附录 6 有机化学实验中常用英文缩写和中文对照	135

参考文献	137
------------	-----

第一部分 有机化学实验的基本知识

有机化学是化学、化工、制药、材料等专业的重要基础课之一,有机化学实验则是这门课的前提和基础。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,使学生能够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。同时,也是培养学生创新思维和创新能力的重要环节。

一、实验室规则

为培养学生养成良好的工作习惯,掌握基本实验方法,并能有效地维护人身和实验室的安全,确保实验的顺利进行,学生必须严格遵守下列实验室规则:

1. 做好实验前的一切准备工作。学生在本课程开始时,必须

认真地阅读第一章有机化学实验的一般知识,掌握有机实验室安全知识,并做好预习。每次实验前必须写出可行的实验预习报告,明确实验目的、原理和方法,理清实验思路。

2. 进入实验室时,应熟悉实验室水、电、燃气的阀门以及灭火器材放置地点和使用方法。若有意外事故发生,要及时采取应急措施,并立即报请指导教师进一步处理。

3. 实验前做好一切准备工作,检查仪器是否完好无损,装置是否安装正确。

4. 实验中应保持安静,操作要认真,观察要细致,积极思考,如实记录观察到的现象和相关数据。不得擅自离开岗位,要统筹安排时间,按时结束。

5. 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,不得倒入水槽中堵塞或腐蚀下水道。反应后的有毒残渣、废液及回收溶剂等均应倒入专用回收瓶中,以便处理。

6. 要爱护公物、公用仪器和试剂须在指定地点使用并保持整洁,用后立即归还原处。节约水、电、煤气和药品。

7. 值日生离开实验室时,应检查水、电、煤气、通风橱、门窗等是否关好。

二、安全知识及废物处理

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、环境造成伤害。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潜在的高危险性的场所。

1. 安全知识

(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,如灭火器、石棉网、黄沙覆盖,或用水冲等。

(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;减压蒸馏时,应事先检查玻璃仪器是否能承受系统的压力;若在加热后发现未加入沸石,应停止加热,冷却后再补加;冷凝水要保持畅通。

有些有机物与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排在通风橱,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。实验中发现有头晕、头痛等中毒症状,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用大量清水冲洗,再用如下方法处理:

①酸灼伤:眼睛灼伤用 1%NaHCO₃ 溶液清洗;皮肤灼伤用 5%NaHCO₃ 溶液清洗。

②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。

③溴灼伤:立即用酒精冲洗,冲洗之后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。

①割伤:先要取出玻璃片,用蒸馏水或双氧水清洗伤口,涂上红药水,再用纱布包扎;若伤势重,应在伤口上方用纱布包扎,急送医院。

②烫伤或被火烧伤:轻伤可用苦味酸饱和溶液洗涤,清洗之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。

2. 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,避免与手接触。

三、有机化学实验常用的仪器、设备和应用范围

1. 常用玻璃仪器及使用注意事项

(1)常用的玻璃仪器



圆底烧瓶



锥形瓶



三口烧瓶



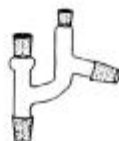
尾接管



真空尾接管



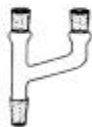
蒸馏头



克氏蒸馏头



蒸馏弯头



二口管(Y形管)



水分离器



恒压滴液漏斗



直形冷凝管



图 1-1 常用的玻璃仪器图

(2)使用标准口玻璃仪器的注意事项

①磨口必须洁净:若有固体物,则磨口对接不密导致漏气;若杂物很硬,则更会损坏磨口。

②用后应立即拆卸洗净,特别是经过高温加热的磨口仪器。一旦停止反应,应先移去火源,然后立即活动磨口处,否则若长期放置,磨口的连接处常会粘牢,不易拆开。

③磨口仪器使用时,一般不需要涂润滑剂,以免沾污反应物或产物。但是,如果反应中有强碱,则要涂润滑剂,防止磨口连接处因碱腐蚀粘牢而无法拆开。

④安装标准磨口玻璃仪器装置时,应注意要整齐、正确,使磨口连接处不受歪斜的应力,否则容易将仪器折断。

2. 玻璃仪器的洗涤、干燥及保养使用

(1) 玻璃仪器的洗涤

玻璃仪器用毕后立即清洗,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。器皿是否清洁的标志是:加水倒置,水顺着器壁流下,内壁被均匀湿润着一层薄的水膜,且不挂水珠。

(2) 玻璃仪器的干燥

干燥玻璃仪器的方法一般有下列三种:

①自然干燥法:将仪器倒置,使水自然流下、晾干。

②烘干法:将仪器放入烘箱内烘干(仪器口朝上),也可用气流干燥器烘干或用电吹风吹干。

③使用有机溶剂助干燥:急用时可用有机溶剂助干,用少量 95% 乙醇或丙酮荡涤,把溶剂倒至回收瓶中,然后用电吹风吹干。

(3) 常用仪器的保养

①使用时要轻拿轻放,以免弄碎。

②磨口处必须洗净。若附有固体则磨口对接不紧密,导致漏气,甚至损坏磨口。

③一般使用磨口仪器不需涂润滑剂。若反应中有强碱,则应涂润滑剂,否则磨口连接处因强碱腐蚀粘牢而无法拆卸。

④除烧杯、烧瓶和试管外,均不能用火直接加热。

⑤锥形、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覆盖,随温度计插入盛有硫磺的容器中。

3. 常用设备的使用及维护

(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,温度一般控制在 $100^{\circ}\text{C} \sim 110^{\circ}\text{C}$,而且干、湿仪器应分开。

(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。轴承每学期加一次润滑油,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

磁力搅拌器是通过磁场的不断旋转变化来带动容器内磁转子随之旋转,从而达到搅拌的目的。一般都有控制转速和加热的装置。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(即电热帽)

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。

电加热和蒸馏易燃有机物时,由于它不是明火,因而具有不

易引起着火的优点,热效率也高。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。电热套主要用于回流加热的热源。

(5) 旋转蒸发仪

旋转蒸发仪(如图 1-2)是由电机带动可旋转的蒸发器(圆底烧瓶)、冷凝器和接收器组成。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,可免加沸石而不会暴沸。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。



图 1-2 旋转蒸发仪

(6) 气流烘干机

气流烘干机是借助热空气将玻璃仪器烘干的一种设备(如图 1-3),其特点是快速方便。将玻璃仪器插入风管上,5~10 分钟后仪器即可烘干。



图 1-3 气流烘干机

(7) 循环水式真空泵

循环水式真空泵是以