

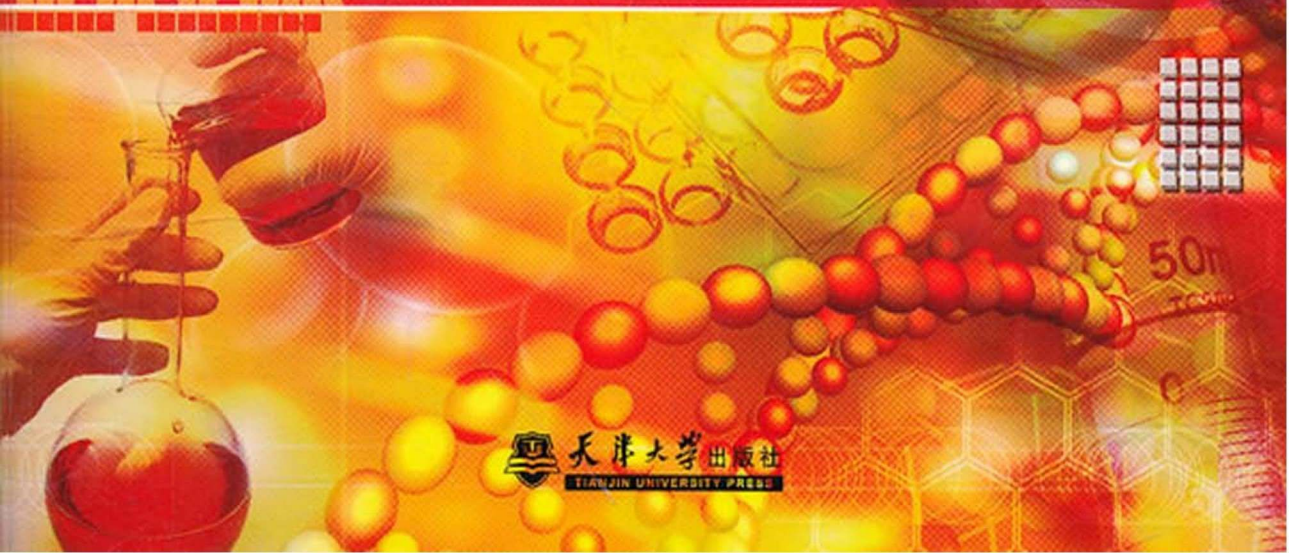


21世纪高职高专“十二五”规划教材

有机化学实验技术

YOUJI HUAXUE SHIYAN JISHU

主编 李文有 张禄梅



天津大学出版社
TIANJIN UNIVERSITY PRESS

21 世纪高职高专“十二五”规划教材

有机化学实验技术

主编 李文有 张禄梅



内 容 提 要

《有机化学实验技术》按照绪论、有机化学实验基础知识、有机化学实验技术、有机化合物物理常数的测定、有机化合物合成制备技术和有机综合实验技术等 6 章进行编写。前 4 章以培养有机实验技术的基本技能为主;后 2 章与有机合成结合起来,提升有机综合实验能力。本书是高职高专化工类专业的通用教材,也可作为有机合成操作人员进行职业技能培训的教材和专业技术人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验技术/李文有,张禄梅主编. —天津:天津大学出版社,2013. 3

21 世纪高职高专“十二五”规划教材

ISBN 978-7-5618-4289-8

I. ①有… II. ①李…②张… III. ①有机化学—化学实验—高等职业教育—教材 IV. ①062—33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 021129 号

出版发行 天津大学出版社
出 版 人 杨欢
地 址 天津市卫津路 92 号天津大学内(邮编:300072)
电 话 发行部:022-27403647 邮购部:022-27402742
网 址 publish.tju.edu.cn
印 刷 河北省昌黎县思锐印刷有限责任公司
经 销 全国各地新华书店
开 本 185mm×260mm
印 张 11
字 数 275 千
版 次 2012 年 3 月第 1 版
印 次 2012 年 3 月第 1 次
定 价 24.00 元

凡购本书,如有缺页、倒页、脱页等质量问题,烦请向我社发行部门联系调换

版权所有 侵权必究

前 言

人才培养模式的改革和创新是目前高等职业教育理论研究的一个热点问题。本书是根据我国高等职业教育的发展和培养目标的要求,为适应有机化学实验技术发展趋势,突出基本实验技术和技术应用能力训练,以满足教学改革的要求编写而成的。

本书按照绪论、有机化学实验基础知识、有机化学实验技术、有机化合物物理常数的测定、有机化合物合成制备技术和有机综合实验技术等6章进行编写。前4章以培养有机实验技术的基本技能为主;后2章与有机合成结合起来,提升有机综合实验能力。

本书的第二章、第三章、第六章由李文有老师编写,第一章、第四章、第五章、附录由张禄梅老师编写。全书由李文有统稿。刘吉和老师帮助排版、校稿,许新兵、郭文婷老师对有关内容给予了精心指导,在此致以衷心的感谢。

本书可作为化工专业有机化学实训教材,亦可作为相关专业技术人员的参考用书。由于编者水平有限,书中不妥之处在所难免,敬请读者批评与指正。

编者

2011年10月

目 录

第一章 绪论	1
1.1 实验目的	1
1.2 实验要求	1
1.2.1 实验预习	1
1.2.2 实验操作及注意事项	1
1.2.3 实验记录	1
1.2.4 实验记录示例	2
1.2.5 实验报告	4
1.2.6 试剂的过量百分数、理论产量和产率	7
1.2.7 总结讨论	7
1.3 实验室规则	7
1.4 文献资料	8
第二章 有机化学实验基础知识	9
2.1 有机化学实验基本常识	9
2.1.1 化学实验室内的安全操作知识	9
2.1.2 实验室中意外事故的急救处理知识	10
2.1.3 实验室中一些剧毒、强腐蚀性药品知识	10
2.1.4 防火、灭火常识	12
2.2 化学实验常用玻璃仪器的认知	13
2.2.1 玻璃仪器的名称、规格、用途和注意事项	13
2.2.2 玻璃仪器的洗涤与干燥	16
【技能训练一】 仪器的认领、洗涤和干燥	18
第三章 有机化学实验技术	21
3.1 台秤与电子分析天平、电光分析天平的使用	21
3.1.1 台秤的使用	21
3.1.2 电子分析天平及电光分析天平的使用方法及注意事项	22
【技能训练二】 分析天平称量练习	24
3.2 玻璃工操作和塞子配置	26
【技能训练三】 玻璃管(棒)的加工和塞子的钻孔	26
3.3 常用反应装置	32
3.3.1 回流冷凝装置	32
3.3.2 滴加回流冷凝装置	32
3.3.3 回流分水反应装置	33

3.3.4	滴加蒸出反应装置	33
3.3.5	搅拌反应装置	33
3.3.6	蒸馏装置	34
3.4	重结晶技术	36
3.4.1	溶剂的选择	36
3.4.2	溶解固体	37
3.4.3	趁热过滤	38
3.4.4	结晶	38
3.4.5	减压过滤(抽气过滤)	38
3.4.6	晶体的干燥	39
	【技能训练四】 乙酰苯胺的重结晶	39
3.5	干燥与干燥剂的使用	40
3.5.1	干燥方法概述	40
3.5.2	液体有机化合物的干燥	40
3.5.3	固体有机化合物的干燥	42
3.5.4	气体干燥剂的类型及选择	43
3.6	气体的吸收	43
3.6.1	气体吸收方法	44
3.6.2	气体吸收剂的选择	44
3.7	液体化合物的分离与提纯	44
3.7.1	蒸馏技术	44
	【技能训练五】 蒸馏及沸点的测定	48
3.7.2	分馏技术	49
	【技能训练六】 分馏	49
3.7.3	减压蒸馏技术	51
	【技能训练七】 环己醇的减压蒸馏	52
3.7.4	水蒸气蒸馏技术	53
	【技能训练八】 水蒸气蒸馏操作	57
3.7.5	回流操作技术	59
	【技能训练九】 无水乙醇的制备	59
3.8	固体化合物的分离与提纯	61
3.8.1	过滤技术	61
3.8.2	萃取和洗涤	63
	【技能训练十】 从茶叶中提取咖啡因	64
3.8.3	升华技术	67
	【技能训练十一】 升华	68
3.9	色谱分离技术	69

3.9.1	薄层色谱	70
3.9.2	柱色谱	71
3.9.3	纸色谱	72
3.9.4	气相色谱	73
3.9.5	高效液相色谱	74
	【技能训练十二】 菠菜色素的提取和分离	77
第四章 有机化合物物理常数的测定		80
4.1	熔点的测定	80
	【技能训练十三】 熔点的测定	80
4.2	沸点的测定	82
	【技能训练十四】 沸点的测定	82
4.3	折射率的测定	84
4.3.1	阿贝折射仪的构造	84
4.3.2	阿贝折射仪的使用方法	84
4.3.3	阿贝折射仪的使用步骤	85
4.3.4	阿贝折射仪的使用注意事项	85
4.3.5	阿贝折射仪的校正和保养	86
4.4	旋光度的测定	86
4.4.1	旋光现象和旋光度	86
4.4.2	旋光仪的构造及工作原理	86
4.4.3	旋光仪的使用方法	87
4.4.4	使用注意事项	88
4.4.5	影响旋光度的因素	88
4.4.6	自动指示旋光仪结构及测试原理	89
	【技能训练十五】 旋光度的测定	89
4.5	相对密度的测定	91
4.5.1	密度	91
4.5.2	相对密度	91
第五章 有机化合物合成制备技术		93
5.1	烃类	93
	【实验技术一】 环己烯的制备	93
5.2	卤代烃	95
	【实验技术二】 溴乙烷的制备及折射率的测定	96
	【实验技术三】 1-溴丁烷的制备	97
5.3	醇	99
	【实验技术四】 2-甲基-2-丁醇的制备	100
	【实验技术五】 三苯甲醇的制备	101

5.4 醚	103
【实验技术六】 乙醚的制备	103
【实验技术七】 正丁醚的制备	105
5.5 醛和酮	106
【实验技术八】 苯甲醛的制备	106
【实验技术九】 环己酮的制备	107
5.6 羧酸	109
【实验技术十】 己二酸的制备(KMnO₄ 氧化法)	109
5.7 羧酸衍生物	110
【实验技术十一】 丁二酸酐的制备	111
【实验技术十二】 乙酸乙酯的制备	112
【实验技术十三】 乙酰乙酸乙酯的制备	113
【实验技术十四】 乙酰苯胺的制备	116
5.8 硝基化合物	119
【实验技术十五】 硝基苯的制备	119
5.9 胺	121
【实验技术十六】 对氯邻硝基苯胺的制备(硝化)	121
5.10 重氮盐及其反应产物	122
【实验技术十七】 甲基橙的制备	123
5.11 杂环化合物	126
【实验技术十八】 8-羟基喹啉的制备	126
5.12 糖类化合物	127
【实验技术十九】 五乙酸葡萄糖酯的制备	128
5.13 缩合反应	129
【实验技术二十】 肉桂酸的制备(Perkin 反应)	130
5.14 坎尼扎罗反应	132
【实验技术二十一】 苯甲醇和苯甲酸的制备	132
5.15 霍夫曼酰胺降级反应	134
【实验技术二十二】 邻氨基苯甲酸的制备	134
5.16 天然产物的提取	136
【实验技术二十三】 从黄连中提取黄连素	137
第六章 有机综合实验技术	139
6.1 混合物分离技术	139
【实验技术二十四】 三组分混合物分离	139
6.2 有机化合物的分离提纯与鉴定	140
【实验技术二十五】 粗萘的提纯	140
【实验技术二十六】 乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备	142

【实验技术二十七】 八角茴香的水蒸气蒸馏·····	144
【实验技术二十八】 肉桂酸的制备(Kalnin 法)·····	146
【实验技术二十九】 有机物元素定性分析·····	147
【实验技术三十】 肥皂的制备·····	149
【实验技术三十一】 冷饮品的制备·····	151
【实验技术三十二】 己内酰胺的制备·····	152
【实验技术三十三】 苯甲酸的制备·····	154
【实验技术三十四】 从红辣椒中分离红色素·····	155
附录·····	158
附录一 国际单位制·····	158
附录二 相对原子质量四位数表·····	159
附录三 常用有机溶剂的沸点、相对密度表·····	160
附录四 有机化合物的密度·····	160
附录五 20℃下乙醇—水溶液的密度·····	161
附录六 乙醇—水溶液的混合体积与浓度的关系·····	161
附录七 常用化学信息网址资料·····	161
参考文献·····	163

第一章 绪 论

1.1 实验目的

- (1) 让学生在进入化学实验之前认真学习和领会化学实验的一般知识。
- (2) 认识实验中可能用到的玻璃仪器的名称及用途。
- (3) 使学生了解化学实验的基本实验方法和实验技术,学会通用仪器的操作,培养学生的动手能力。
- (4) 通过实验操作、现象观察和数据处理,锻炼学生分析和解决问题的能力。
- (5) 加深对化学基本原理的理解,给学生提供理论联系实际和理论应用于实践的机会。
- (6) 培养学生勤奋学习、求真、求实、勤俭节约的优良品德和科学精神。

1.2 实验要求

1.2.1 实验预习

在实验之前要进行充分的预习和准备。预习时除了反复阅读实验内容、领会实验原理外,学生在做实验之前必须仔细阅读实验书中有关的实验及基础知识,明确本次实验中测定什么量、最终求算什么量、用什么实验方法、使用什么仪器、控制什么实验条件,同时要了解有关实验步骤和注意事项,并在此基础上,将实验目的、操作步骤、记录表和实验时注意事项写在预习笔记本上。

进入实验室后不要急于动手做实验,首先要对照卡片核对仪器,看是否完好,发现问题及时向指导教师提出,然后对照仪器进一步预习,并接受教师的提问、讲解,在教师指导下进行实验准备工作。

1.2.2 实验操作及注意事项

经指导教师同意方可接通仪器电源进行实验。仪器的使用要严格按照规定的操作规程进行,不可盲目行动。对于实验操作步骤,通过预习应心中有数,严禁“抓中药”式的操作,看一下书,动一动手。实验过程中要仔细观察实验现象,发现异常现象应仔细查明原因,或请教指导教师帮助分析处理。实验结果必须经教师检查,数据不合格的应及时返工重做,直至获得满意结果为止。要养成良好的记录习惯,实验数据应随时记录在预习笔记本上,记录数据要实事求是,详细准确,且注意整洁清楚,不得任意涂改,同时尽量采用表格形式。实验完毕,经指导教师同意后,方可离开实验室。

1.2.3 实验记录

每名学生都必须准备一本实验记录本,并编上页码,不能用活页本或零星纸张代替。不准撕下记录本的任何一页。如果写错了,可以用笔勾掉,但不得涂抹或用橡皮擦掉。文字要

简练明确,书写整齐,字迹清楚。写好实验记录是从事科学实验的一项重要训练。

在实验过程中,学生必须养成一边做实验一边直接在记录本上进行记录的习惯,不允许事后凭记忆补写,或以零星纸条暂记再转抄。记录的内容包括实验的全部过程,如加入药品的数量,仪器装置,每一步操作的时间、内容和所观察到的现象(包括温度、颜色、体积或质量的数据等)。记录要求实事求是,准确反映真实的情况,特别是当观察到的现象和预期的不同以及操作步骤与教材的规定不一致时,要按照实际情况记录清楚,以便作为总结讨论的依据。其他各项,如实验过程中的一些准备工作、现象解释、称量数据以及其他备忘事项,可以记在备注栏内。应该牢记,实验记录是原始资料,任何科学工作者都必须重视。

1.2.4 实验记录示例

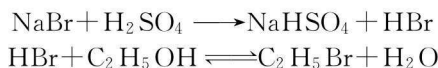
溴乙烷的制备

【实验目的】

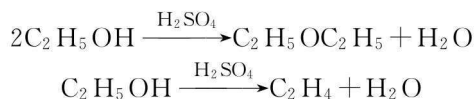
- (1)学习由醇制备溴代烷的原理和方法。
- (2)学习蒸馏装置和分液漏斗的使用方法。

【实验原理】

主反应:



副反应:



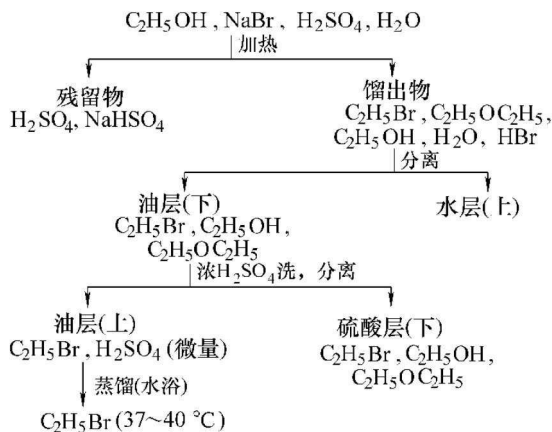
【物理常数】

物质名称	相对分子质量	相对密度	熔点/°C	沸点/°C	溶解度/(g/100 g 溶剂)
乙醇	46	0.79	-117.3	78.4	水中∞
溴化钠	103				水中 79.5(0°C)
硫酸	98	1.83	10.38	340(分解)	水中∞
溴乙烷	109	1.46	-118.6	38.4	水中 1.06(0°C), 醇中∞
硫酸氢钠	120				水中 50(0°C), 100(100°C)
乙醚	74	0.71	-116	34.6	水中 7.5(20°C), 醇中∞
乙烯	28		-169	-103.7	

【计算】

物质名称	实际用量	理论量	过量	理论产量
乙醇(95%)	8 g(10 mL, 0.165 mol)	0.126 mol	31%	
NaBr	13 g(0.126 mol)			
浓硫酸(98%)	19 mL(0.32 mol)	0.126 mol	154%	
C ₂ H ₅ Br		0.126 mol		13.7 g

【实验流程】



【仪器装置】

仪器装置见图 1-1。

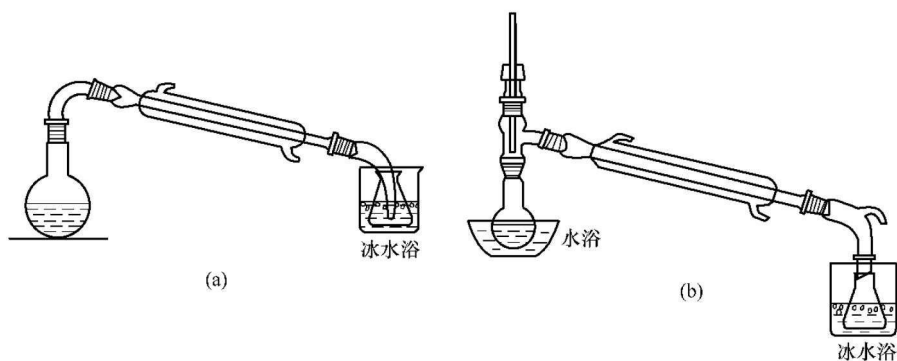


图 1-1 溴乙烷的制备
(a)反应装置;(b)蒸馏装置

【实验记录】

时 间	步 骤	现 象	备 注
8:30	安装反应装置(见图 1-1(a))		接收器中盛 20 mL 水,用冰水冷却
8:45	在烧瓶中加入 13 g 溴化钠,然后加入 9 mL 水,振荡使其溶解	固体呈碎粒块,未全溶	
8:55	再加入 10 mL 95%乙醇,混合均匀		
9:00	振荡下逐渐滴加 19 mL 浓硫酸,同时用水浴冷却	放热	
9:10	加入三粒沸石开始加热		
9:20		出现大量细泡沫	
9:25		冷凝管中有馏出液,乳白色油状物沉在水底	
10:15		固体消失	
10:25	停止加热	馏出液中已无油滴,瓶中残留物冷却成无色晶体	用试管盛少量水试验,是 NaHSO_4

续表

时 间	步 骤	现 象	备 注
10:30	用分液漏斗分出油层		油层 8 mL
10:35	油层用冰水冷却,滴加 5 mL 浓硫酸,振荡后静置	油层(上)变透明	
10:50	分去下层硫酸		
11:05	安装好蒸馏装置(见图 1-1(b))		
11:10	水浴加热,蒸馏油层		接收瓶 53.0 g
11:18		38 °C 时开始有馏出液	接收瓶+溴乙烷 63.0 g
11:33		39.5 °C 时蒸完	溴乙烷 10.0 g

【日期】

2011 年 3 月 14 日。

【产物】

溴乙烷。它是无色透明液体,沸程 38~39.5 °C,产量 10 g,产率 73%。

【讨论】

本次实验的产物在产量和质量方面基本合格。加浓硫酸洗涤时发热,表明粗产物中乙醚、乙醇或水分过多。这可能是反应时加热太猛,使副反应增加的缘故。另外,也可能由于从水中分出粗油层时,带了一点水过来。溴乙烷沸点很低,硫酸洗涤时发热使一部分产物挥发损失。

1.2.5 实验报告

学生应独立完成实验报告,并在下次实验前及时送指导教师批阅。

实验报告的内容包括实验目的、实验原理(包括反应式)、仪器及药品(包括主要试剂的规格和用量)、实验装置(以简图表示,有时可用方块图表示)、实验步骤、数据处理、结果讨论和思考题等。数据处理应有原始数据记录表和计算结果记录表(有时二者可合二为一),需要计算的数据必须列出算式,对于多组数据,可列出其中一组数据的算式。实验报告的数据处理不仅包括计算,有时也包括列表格、作图,还应有必要的文字叙述。例如“所得数据列入××表”、“由表中数据作××~××图”等,以便使写出的报告更加清晰、明了,逻辑性强,便于批阅和留作以后参考。结果讨论应包括对实验现象的分析解释、查阅文献的情况、对实验结果误差的定性分析或定量计算、对实验的改进意见和做实验的心得体会等,这是锻炼学生分析问题的重要一环,应予以重视。

一、物理化学量的测定实验报告格式示例

实验名称:醋酸解离常数的测定

姓名_____ 班级_____ 实验时间_____

第_____ 室_____ 号位 指导教师_____

【实验目的】

(略)

【实验原理】

(略)

【实验步骤】

(略)

【实验结果及数据处理】室温____℃; pH 计编号____; 醋酸(CH₃COOH)标准溶液浓度____ mol·L⁻¹

实验编号	c(CH ₃ COOH)/(mol·L ⁻¹)	pH 值	c(H ⁺)/(mol·L ⁻¹)	K _a [⊖] (CH ₃ COOH)
1				
2				
3				
4				

$$\bar{K}_a^{\ominus}(\text{CH}_3\text{COOH}) = \frac{\sum K_a^{\ominus}(\text{CH}_3\text{COOH})}{n} =$$

【问题与讨论】

(略)

二、有机制备实验报告格式示例

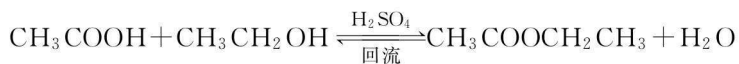
实验名称: 乙酸乙酯的制备

姓名_____ 班级_____ 实验时间_____

第_____ 室_____ 号位 指导教师_____

【实验目的】

- (1) 了解由有机酸合成酯的一般原理及方法。
- (2) 掌握蒸馏、分液漏斗的使用等操作方法。

【实验原理】**【仪器及药品】**

1. 仪器

阿贝折射仪、电热套、标准磨口仪。

2. 药品

无水乙醇(4.75 mL)、冰醋酸(3 mL)、浓硫酸(1.25 mL)、饱和 Na₂CO₃ 溶液、饱和食盐水(2.5 mL)、饱和氯化钙溶液(2.5 mL)、无水硫酸镁。**【实验装置】**

实验装置见图 1-2。

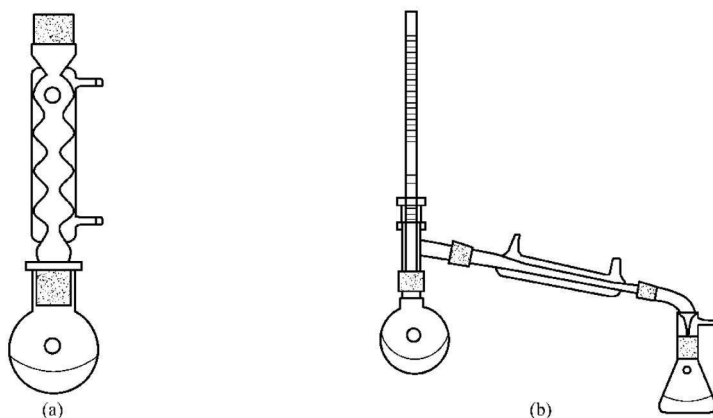


图 1-2 乙酸乙酯的制备
(a)回流装置;(b)蒸馏装置

【实验步骤流程】

1. 粗产物的制备

(略)

2. 分离提纯

(略)

【实验记录】

日期 年 月 日

时 间	步 骤	现 象	备 注
8:30	安装反应装置(见图 1-2(a))		
8:40	在烧瓶中加入 4.75 mL 无水乙醇和 3 mL 冰醋酸,再缓慢小心地加入 1.25 mL 浓硫酸,混匀后,加入 1~2 粒沸石,加热回流 0.5 h	加热回流	混匀
9:15	停止加热,冷却		
9:20	将回流装置改装成蒸馏装置(如图 1-2(b)所示)	放热	
9:35	安装好蒸馏装置,水浴加热,蒸馏油层		
9:40		冷凝管中有馏出液	
10:30	蒸出生成的乙酸乙酯,馏出液约为反应物总体积的 1/2 时停止		馏出液约为反应物总体积的 1/2 时停止
10:35	(1)在馏出液中加入饱和 Na_2CO_3 溶液,不断振荡,直至无 CO_2 产生,在分液漏斗中分去水层	冒气泡	分液漏斗中分去水层
10:50	(2)将有机层用 2.5 mL 饱和食盐水洗涤,分去水层	分层现象	分液,分去水层
11:05	(3)将有机层用 2.5 mL 饱和氯化钙溶液洗涤,分去水层	分层现象	分液,分去水层
11:15	(4)将有机层用水洗涤,再分去水层	分层现象	分液,分去水层
11:25	(5)将有机层转入一只干燥的三角烧瓶中,用无水硫酸镁干燥		干燥
11:35	(6)进行蒸馏,收集 73~78 °C 馏分。称重,计算产率。测定其折光率		称量: 接收瓶 $m_1 =$ 接收瓶+乙酸乙酯 $m_2 =$ 乙酸乙酯 $m_2 - m_1 =$

【产物】

乙酸乙酯。它是无色透明液体。

【数据处理】

(计算产率)

【问题与讨论】

(略)

【总结】

本次实验的产物在产量和质量方面基本合格。

实验操作中应注意如下事项。

(1)乙醇为低沸点易燃物质,操作时必须注意安全。

(2)分离提纯时,洗涤的顺序不能颠倒,否则会分离带来困难。

(3)每一次洗涤时,都应注意分去水层后,再加第二种洗涤试剂。

(4)乙酸乙酯和水能形成恒沸物,用无水硫酸镁干燥时一定要干燥完全,蒸馏装置中的仪器必须事先干燥。

1.2.6 试剂的过量百分数、理论产量和产率

在进行一个合成实验时,通常并不是完全按照反应方程式所要求的比例投入各原料,而是增加某原料的用量。究竟过量使用哪一种物质,要根据其价格是否低廉、反应完成后是否容易去除或回收、能否引起副反应等情况来决定。

计算时,首先要根据反应方程式找出哪一种原料的相对用量最少,以它为基准计算其他原料的过量百分数。产物的理论产量是假定这个作为基准的原料全部转变为产物时所得到的产量。由于有机反应常常不能进行完全,有副反应,同时操作中有部分损失,产物的实际产量总比理论产量低。通常将实际产量与理论产量的百分比称为产率。产率的高低是评价一个实验方法以及考核实验者的一个重要指标。

1.2.7 总结讨论

做完实验以后,除了整理报告,写出产物的产量、产率、状态和实际测得的物性(如沸程、熔程等数据)以及回答指定的问题外,还要根据实际情况就产物的质量和数量、实验过程中出现的问题等进行讨论,以总结经验教训。这是把直接的感性认识提高到理性思维的必要步骤,也是科学实验中不可缺少的一环。

1.3 实验室规则

实验室规则是人们长期从事化学实验工作的总结,它是保持良好环境和工作秩序、防止意外事故、做好实验的重要前提,也是培养学生优良素质的重要措施。实验室的一般规则如下。

(1)实验时应遵守操作规则,遵守一切安全措施,保证实验安全进行。

(2)遵守纪律,不迟到、不早退,保持室内安静,不大声谈笑,不到处乱走,不许在实验室内嬉闹及搞恶作剧。

(3)使用水、电、煤气、药品试剂等都应本着节约的原则。

(4)未经老师允许不得乱动精密仪器,使用时要爱护仪器。如发现仪器损坏,应立即报告指导教师并追查原因。

(5)随时注意室内整洁卫生,火柴杆、纸张等废物只能丢入废物缸内,不能随地乱丢,更不能丢入水槽,以免堵塞。实验完毕要将玻璃仪器洗净,把实验桌打扫干净,公用仪器、试剂药品等都要整理整齐。

(6)实验时要集中注意力,认真操作,仔细观察,积极思考,实验数据要及时、如实、详细地记录在预习报告本上,不得涂改和伪造,如有记错可在原数据上画一杠,再在旁边记下正确值。

(7)实验结束后,由同学轮流值日,负责打扫整理实验室,检查水、煤气、门窗是否关好,电闸是否拉掉,以保证实验室的安全。

1.4 文献资料

关于有机化学实验的文献资料非常丰富,主要有如下项目。

- (1)工具书。
- (2)参考书。
- (3)期刊。
- (4)化学文摘。
- (5)网上资源。