

药学类专业实验教学丛书

有机化学实验与指导

屠树滋 主编 孔荣祖

主审 ● 中国医药科技出版社



药学类专业实验教学丛书

有机化学实验与指导

主 编 屠树滋

副主编 倪沛洲

主 审 孔荣祖

中国医药科技出版社

登记证号：京(075)号

内 容 提 要

本书是根据国家教委颁布的“药学专业课程基本要求”的精神编写的。全书共分四个部分：有机化学实验的一般知识（包括实验室安全、常用玻璃仪器及一些仪器设备的介绍），基本操作实验（包括简单玻璃工操作以及基本操作训练），有机化合物的性质实验（包括元素定性分析及性质实验）和有机化合物的合成实验，并在附录中介绍了实验工具书、参考书和常用试剂的配制等。

本书可供医药院校药学类专业学生和教师使用。

有机化学实验与指导

屠树滋 主编

中国医药科技出版社 出版
(北京海淀区文慧园北路甲22号)
(邮政编码：100088)

北京市卫顺印刷厂 印刷
全国各地新华书店 经销

开本787×1092mm¹/₃₂印张 5³/₄

字数 121 千字 印数 1—5300

1993年10月第1版 1993年10月第1次印刷

ISBN 7-5067-0873-6/R·0778

定价：4.80元

中国药科大学
药学类专业实验教学丛书
编写委员会

主任委员：郑梁元

编委：（以姓氏笔划为序）

王 强	王秋娟	王莉华	方醉敏
刘文英	刘成基	刘静涵	宋学华
陆振达	钱之玉	徐秀兰	高金生
盛以虞	屠树滋	程永宝	蓝琪田

序 言

实验教学是培养药学人才的一个重要方面，在整个教学计划中占有很大的比重，也是当前教学中亟需加强的一环。长期以来，我校在抓好理论教学的同时，积累了较为丰富的指导实验的经验，并形成了比较成熟的、完整的实验教材体系。针对目前实验教学资料较少，迫切需要高质量实验教学用书的情况，我校专门组织了一批长期从事教学、实验工作的教师，根据国家教委颁发的《药学专业课程基本要求》的精神，对16门课程的实验教材进行了修订补充，按课程独立成册，每册基本内容包括实验、实验技术和实验指导三部分。

1. 实验部分 根据科学性、先进性和效益性的原则，收录了比较成熟的，基本技能训练效果比较好，又切合课程基本要求的实验若干个，供各校根据自己的特点和条件选用。每一实验都包括目的要求、实验原理、实验步骤、结果处理等内容。

2. 实验技术部分 介绍了与实验有关的技术，包括仪器的基本原理和构造、正确的使用方法、操作要点等，突出强调操作的规范性。

3. 实验指导部分 概述了每一实验的技能训练重点、实验的关键操作、实验注意事项等。为了进一步开拓学生的思路，对实验前的预习工作和实验后应思考的问题，也都有具体要求。

这套实验教学丛书可作为高等医药院校有关课程的本、专科教学参考用书，也可作为本科药学类专业的实验教材。

由于编写出版整套药学教学实验丛书尚属首次，缺乏经验，在内容选择及编写方法上的不妥之处，在所难免。欢迎从事药学教育的同行们批评赐教。

郑 梁 元

于南京

前 言

“有机化学实验”是医药院校药学类专业重要的专业基础课，我校已把它改为一门独立课程，与课堂讲授分别评分。通过实验教学可对学生进行有机化学实验的基本操作及基本技能的全面训练；验证、巩固和扩大课堂讲授的基本理论及知识；培养学生仔细观察、周密思考、正确分析和认真记录的科学作风；培养学生理论联系实际的科学态度；提高学生分析问题和解决问题的能力。

我们根据多年教学实践的经验，为了使学生牢固地掌握有机化学基本操作技能，把一部分重要的基本操作单独安排了实验，其余的一些操作结合合成实验进行。有机化合物的性质实验主要是使学生熟悉各种官能团的化学性质，从感性上了解有机化合物的性质与其化学结构的关系，为区别、鉴定及分离化合物提供依据。在选编合成实验时，首先考虑到有机反应类型的重要性与代表性，同时也兼顾到一些新的、发展迅速的合成方法和实验技术。在合成实验中注意到了基本操作的重复次数，以使學生能牢固、熟练地掌握操作技能。在每个实验中，还编入了实验指导部分，其中的“注意事项”针对性地解答了“实验方法”中的〔 〕部分。便于学生预习及进一步深入思考。书中合成实验的试剂与原料的用量可根据具体条件酌情减少。书后附录介绍了一些有机化学方面的手册、辞典和实验参考书，还介绍了常用试剂的配制方法及实验报告格式。

本书可供医药院校药学类专业学生及教师使用，各校可根据具体情况选用有关内容。

本实验教材是教学经验的集体总结，在编写过程中得到了本教研室全体同志的关心与支持，具体参加编写和实验校核工作的有屠树滋、倪沛洲、丁文玉、王礼琛、徐小燕、陆军农和芦金荣。

由于我们的水平有限，书中不当之处恳请读者及时批评指正。

编者

1993 8.

目 录

第一部分 有机化学实验的一般知识

一、实验室规则	(1)
二、实验室的安全	(2)
三、实验常用仪器和设备	(6)
四、产率的计算	(25)
五、常用有机溶剂及纯化	(26)

第二部分 基本操作实验

实验一 简单玻璃工操作	(33)
实验二 有机化合物的熔点和沸点的测定	(38)
实验三 重结晶	(45)
实验四 常压蒸馏	(55)
实验五 简单分馏	(60)
实验六 水蒸气蒸馏	(64)
实验七 减压蒸馏	(69)
实验八 萃取	(75)

第三部分 有机化合物的性质实验

实验九 元素定性分析	(80)
实验十 脂肪烃和卤烃的性质试验	(84)
实验十一 醇类和酚类的性质试验	(88)
实验十二 醛类和酮类的性质试验	(91)
实验十三 羧酸及其衍生物的性质试验	(95)
实验十四 胺类的性质试验	(98)

实验十五	糖类的性质试验	(101)
------	---------	-------

第四部分 有机化合物的合成实验

实验十六	溴乙烷的制备	(104)
实验十七	环己烯的制备	(107)
实验十八	乙酰苯胺的制备	(109)
实验十九	乙酸乙酯的制备	(111)
实验二十	乙酰乙酸乙酯的制备	(115)
实验二十一	溴苯的制备	(118)
实验二十二	苯甲酸乙酯的制备	(122)
实验二十三	三苯甲醇的制备	(125)
实验二十四	2-硝基-1,3-苯二酚的制备	(129)
实验二十五	呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	(132)
实验二十六	喹啉的制备	(135)
实验二十七	二苯羟乙酸的制备	(139)
实验二十八	亚苄基乙酰苯的制备及其与溴的 反应	(145)
实验二十九	环己酮肟的贝克曼重排	(148)
实验三十	7,7-二氯双环[4,1,0]庚烷的制备 ——相转移法	(151)
实验三十一	甲基红的制备	(154)
实验三十二	二苯甲酮的制备	(157)
实验三十三	尼可刹米的制备	(160)
实验三十四	樟脑的还原反应	(163)

附 录

一、工具书及实验参考书的初步介绍	(166)
二、试剂的配制	(168)
三、实验报告格式	(170)

第一部分 有机化学实验的 一般知识

一、实验室规则

为了确保实验的正常进行和培养学生良好的实验习惯与工作作风，要求学生必须遵守下列规则。

1. 实验前认真预习有关实验的全部内容，做好预习报告。通过预习明确实验目的要求、基本原理、操作步骤和有关的操作技术，了解实验所需的原料、试剂、仪器和装置，并充分考虑如何防止可能发生的事故和一旦发生事故时采用的处理措施。

2. 实验时应保持安静，精神要集中，操作要认真，并要如实地作好实验记录。实验中途不得擅自离开实验室。

3. 遵从教师的指导，严格按照操作步骤进行实验。学生若有新的见解或建议，如要改变实验步骤和试剂用量等，须先征得教师同意然后再实施。如果发生意外事故，应立即报告教师及时处理。

4. 在实验过程中，要保持实验室及台面整洁，废物与回收溶剂等应放到指定的地方，不得乱丢乱倒。

5. 公用仪器、原料、试剂和工具应在指定的地点使用，用后立即放回原处。严格控制原料、试剂的用量。破损仪器应及时报损补充，按规定赔偿。

6. 实验完毕后必须将所用的仪器洗涤干净,放置整齐,进行安全检查。做好这一切后征得教师同意方可离开实验室。

7. 值日生负责门窗玻璃、桌面、地面及水槽的清洁工作,以及整理公用原料、试剂和器材,清除垃圾,检查水、电、煤气安全,最后关好门窗。

二、实验室的安全

有机化学实验所用原料、试剂种类繁多,经常要使用易燃溶剂(如乙醚、石油醚、乙醇、丙酮、苯、甲苯和乙酸乙酯等)、易燃易爆的气体 and 固体(如氢气、煤气、乙炔、金属钠和苦味酸等)、有毒化学品(如氰化钠、硝基苯、光气、氯气、苯、硫化氢和硫酸二甲酯等)和有腐蚀性的化学品(氯磺酸、浓硫酸、浓硝酸、浓盐酸、溴和强碱等)。如使用不当就有可能发生着火、中毒、烧伤、爆炸等事故。实验中所用仪器大部分是玻璃仪器,还经常使用电器设备,如处理不当也会发生事故。因此要求实验者具有实验的基本知识并严格执行操作规程,同时还要有适当的预防措施。

(一) 实验时的一般注意事项

(1) 实验开始前应检查仪器是否完整无损,装置是否正确稳妥,在征得指导教师同意后开始进行实验。

(2) 实验进行中不得随便离开,并要经常注意反应进行的情况和装置有无漏气、破裂等。

(3) 在进行有可能发生危险的实验时,要根据具体情况采取必要的安全措施,如戴防护眼镜、面罩、手套等。对反应中产生的有害气体要按规定处理。

(4) 实验中所用的易燃、易爆、有毒物品不得随意散失、

丢弃。实验室内严禁吸烟、饮食。

(5) 熟悉安全用具如灭火器材及急救药箱的放置地点及使用方法。

(二) 实验中事故的预防

1. 着火的预防

(1) 切勿将易燃溶剂放在广口容器内(如烧杯内)直火加热。

(2) 尽量防止或减少易燃物的气体外逸。当处理大量的易燃性液体时,应在通风橱中或在指定的地方进行,且室内应严禁有明火。

(3) 不得将易燃溶剂倒入废液缸内,量大的溶剂要专门回收,少量的可倒入水槽用水冲走(与水有强烈反应者除外)。

(4) 使用酒精灯时应用火柴引火,不可用另外的酒精灯的火焰直接引火。

(5) 用油浴加热蒸馏或回流时,切勿使冷凝用水溅入热油浴中,以免使油外溅到热源上而起火。

(6) 防止煤气管、阀漏气。

2. 爆炸事故的预防

(1) 常压操作时切勿在密闭系统内进行加热反应,在反应进行过程中要经常注意仪器装置的各部分有无堵塞现象。

(2) 减压蒸馏时不得使用机械强度不大的仪器(如锥形瓶、平底烧瓶、薄壁玻璃仪器等),要仔细检查仪器有无破损和裂缝。

(3) 使用易燃易爆的气体如氢气、乙炔等时,应保持室内空气流通,严禁明火,并防止一切火花的产生。

(4) 对于易爆炸的固体如重氮盐、乙炔化物、三硝基甲苯

等，不能重压或撞击，以免引起爆炸。

(5) 避免金属钠与水、卤代烷直接接触，以免因剧烈反应而发生爆炸。

3. 中毒事故的预防

(1) 对有毒物品应认真操作、妥善保管。实验后的有毒残渣必须及时按要求处理，不许乱放。

(2) 有些有毒物质会渗入皮肤，因此使用时必须戴橡皮手套，操作后应立即洗手。切勿让有毒物沾及五官或伤口。

(3) 使用有毒试剂或反应过程中产生有毒气体或液体的实验，应在通风橱中进行。有时也可用气体吸收装置（见图 1-12）以除去反应中所生成的有毒气体。

(4) 对沾染过有毒物质的仪器和用具，用毕后应立即处理消除其毒性。

4. 触电事故的预防

(1) 电器装置与设备的金属外壳应与地线连接，使用前应先检查其外壳是否漏电。

(2) 使用电器时应防止人体与电器导电部分直接接触，不能用湿的手或手握的湿物接触这些部分。

(3) 电器设备用毕后应立即拔去电源，以防发生事故。

5. 玻璃割伤事故的预防

(1) 玻璃管（棒）切割后断面应在火上烧熔以消除棱角。

(2) 将玻璃管（棒）或温度计插入塞中时，应先检查塞孔大小是否合适，玻璃是否光滑，并涂些甘油等润滑剂，然后慢慢旋转插入。握玻璃管（棒）或温度计的手应靠近塞子，防止玻管折断而割伤皮肤。

(三) 实验中事故的处理

1. 着火事故的处理

实验室如果发生着火事故，切勿惊慌失措，应沉着镇静及时采取措施，控制事故的扩大。如少量有机溶媒着火火势很小，可立即用湿抹布、石棉布、黄沙等覆盖火源，使其隔绝空气灭火。如火势较大，首先立即熄灭附近所有火源、关闭煤气、切断电源、移开附近未着火的易燃物。然后根据易燃物的性质设法灭火。

(1) 二氧化碳灭火器 二氧化碳灭火器是有机实验室中最常用的一种灭火器材，用以扑灭有机物及电器设备的着火。其钢筒内装有压缩的液态二氧化碳，使用时打开开关，二氧化碳气体即会喷出。使用时应一手提灭火器，一手应握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上。因喷出的二氧化碳压力突然降低，温度也骤降，若手直接握在喇叭筒上易被冻伤。

(2) 泡沫灭火器 电器着火不能用泡沫灭火器来灭火，因灭火液体易导电引起触电事故，而且后处理较麻烦。只在火势较大时才应用。

(3) 四氯化碳灭火器 四氯化碳灭火器用以扑灭电器或电器附近的火。但不能在狭小和通风不良的实验室中应用。因为四氯化碳易在高温下生成剧毒的光气；此外四氯化碳与金属钠接触易发生爆炸，因此一般也不使用四氯化碳灭火器。

油浴和有机溶剂着火时绝对不能用水来灭火，因为这样反而会使火焰蔓延开。若衣服着火，切勿奔跑，应用厚的外衣包裹使火熄灭。较严重者应躺在地上打滚或用防火毯紧紧包住，直至火熄灭。亦可打开自来水龙头用大量水冲淋熄灭。烧伤严重者应急送医疗单位。

2. 试剂灼伤的处理

(1) 酸灼伤 皮肤灼伤可立即用大量水冲洗，然后用5%

碳酸氢钠溶液洗涤。眼睛灼伤可立即用生理盐水洗，或将干净橡皮管接上水龙头用细水流小心对准眼睛冲洗，然后再用1%碳酸氢钠溶液洗涤。

(2) 碱灼伤 皮肤灼伤可先用水冲洗，再用硼酸溶液或1%醋酸溶液洗涤。眼睛灼伤立即用生理盐水洗，再用1%硼酸溶液洗。

(3) 溴灼伤 应立即用酒精洗涤，再涂上甘油。亦可立即用2%硫代硫酸钠溶液洗至伤处呈白色，然后涂甘油。

3. 中毒的处理

将吸入气体中毒者移至室外，解开衣领及钮扣。如吸入少量氯气或溴可用碳酸氢钠溶液漱口，严重者立即送医疗单位。

4. 烫伤的处理

轻者涂烫伤油膏，重者涂烫伤油膏后立即送医疗单位。

5. 玻璃割伤的处理

受伤后要仔细观察伤口有无玻璃碎粒，若伤口不大可先用蒸馏水洗再撒上止血粉然后包扎好。如伤口较大应先做止血处理（如扎止血带或按紧主血管）以防止大量出血，然后急送医疗单位。

三、实验常用仪器和设备

(一) 玻璃仪器

1. 常用普通玻璃仪器

实验室常用的玻璃仪器如图 1-1 所示。

2. 标准磨口玻璃仪器

标准磨口玻璃仪器如图 1-2 所示。有机化学实验中常用

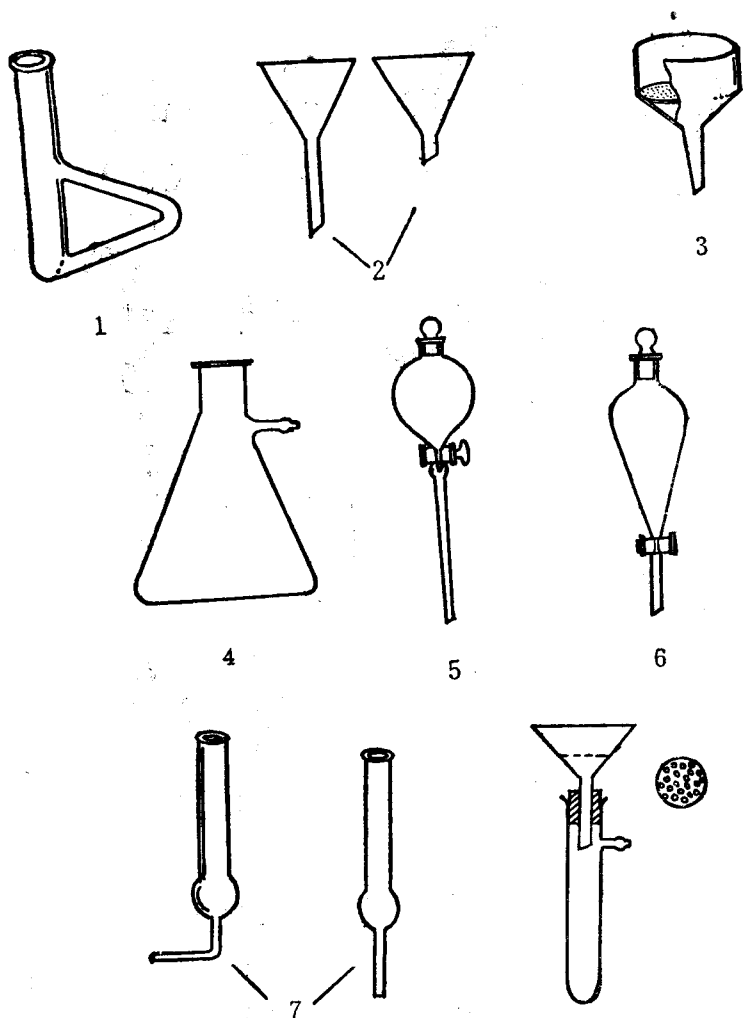


图 1-1 普通玻璃仪器

1. 提勒熔点管；2. 长颈、短颈玻璃漏斗；3. 布氏漏斗；
4. 抽滤瓶；5. 滴液漏斗；6. 分液漏斗；7. 干燥管；
8. 抽滤管和抽滤漏斗