

高等学校教材

有机化学实验

► 周志高 蒋鹏举 主编



化学工业出版社

教材出版中心

高等学校教材

有机化学实验

周志高 蒋鹏举 主编



化学工业出版社
教材出版中心

· 北京 ·

(京)新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验/周志高, 蒋鹏举主编. —北京: 化学工业出版社, 2004. 10
高等学校教材
ISBN 7-5025-5767-9

I. 有… II. ①周…②蒋… 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 (2004) 第 107734 号

高等学校教材

有机化学实验

周志高 蒋鹏举 主编

责任编辑: 陈有华 宋林青

责任校对: 顾淑云 战河红

封面设计: 于剑凝

*

化学工业出版社 出版发行
教材出版中心

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

发行电话: (010) 64982530

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

北京市彩桥印刷厂印刷

三河市前程装订厂装订

开本 787mm×1092mm 1/16 印张 16 1/4 字数 386 千字

2005 年 1 月第 1 版 2005 年 1 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-5767-9/G · 1537

定 价: 27.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

《有机化学实验》编委会

主 编 周志高 蒋鹏举

副 主 编 范崇光 王茂元 何建玲

主 审 高鸿宾

委 员 (以下按姓氏笔画排序)

王新龙 朱广军 华万森 刘 卉 杨绪杰

李晓瑄 张跃华 陈 松 林雪梅

前 言

自 1850 年有机化学学科诞生以来,有机化学已发展成兴旺发达的、庞大的家族,在迄今已知的 2000 万种化合物中,绝大多数是有机化合物。这是前人留给我们的巨大的宝贵财富。须知,这其中每个成员(无论是天然产物,还是人工合成的有机化合物)的问世,都无不经历过艰苦而复杂的实验过程:一步又一步的合成(或分离、提取),一系列的结构测试与表征,有的是异地合作,有的是跨国联合,有的是经过数载的奋斗,才得以成功,方可登记在册。有机化学实验技术是这个大家族的奠基石,是有机化学赖以生存与发展的生命线。同样,其他学科或别的行业要使用某有机化合物,也必须熟悉其理化性质及使用相应的有机化学实验技术。所以,有机化学实验技术无论是对有机化学学科本身的发展,还是在其他领域的应用或推广,都显得十分重要。读者在学习有机化学时,要特别重视学好有机化学实验。

化学与化学工业(包括有机化学与有机化学工业)在推动文明社会的进步方面,做出了巨大贡献。但是,也给环境带来了严重的负面影响,人类赖以生存的环境不断恶化。为了保护环境,拯救地球,必须走可持续发展的道路,推行“绿色化学”战略研究计划。2002 年中国政府发布了 72 号主席令《中华人民共和国清洁生产促进法》,这是中国化学工业发展的方向。

有机化学学科包括的有机合成化学、有机化学实验技术都将面临着新的发展机遇,一些经典有机合成反应将面临技术或方法上的重大改进。在有机化学实验教学方面,我们应如何顺应这种变化与发展呢?重要的是,教材的内容应贴近社会的生产,贴近科学研究,贴近社会生活。教材应反映社会的进步与发展。我们编著的《有机化学实验》教材,摒弃了“照方抓药”式的学习方法,提倡“学习与研究设计结合,从设计实验的视角出发,重视基础训练,抓住有机化学实验的核心问题,强化综合实验教学,把握实验的全过程”。

全书共分 6 章。内容包括:有机化学实验基础知识、有机化学实验基本操作、有机合成实验、综合实验(多步合成实验)、天然产物的提取和高分子合成。

本书有如下特点。

1. 重视基础。把有机化学基础知识、基本操作与技能的训练放在重要位置。
2. 注解详尽。对于产物、原材料(170 个)的理化性质均作必要的注释,实验中的现象或问题均有说明,书后附有化合物索引,便于读者检索利用。这有利于提高实验者的操作自觉性,避免盲目性。
3. 培养把握实验全局的能力。全书附有“实验流程示意图”50 幅,利于发挥创新思想,提高实验成功率,减少失误。
4. 掌握合成反应的设计思路。了解主要反应物的投料摩尔比、反应介质、反应温度及反应时间。熟悉反应混合物分离的原理及方法。
5. 树立从源头治理三废的理念。通过定量统计合成反应中向外排放三废的数量,提出处理方案,改进现有的合成反应,保护环境。

6. 引入多种合成方法，启迪创新思想。每个合成实验都列有“其他制法”，包括各种最新的合成技术与方法，可以大大拓宽读者的思路。

7. 引用化学物质登录号。全书所有的有机化合物与无机化合物都给出了化学物质登录号。由于化学物质登录号已广泛应用于化学化工文献、国际化工贸易、国际化学化工重要期刊及化学化工科技文献的计算机检索，读者熟悉其用法，对未来的学习与工作会有很大的帮助。

8. 引入国家标准(GB)规定的术语、符号与法定计量单位。一些物理常数的测定，采用国家标准规定的试验方法。有的产品还列出若干国家标准对有害物质（如游离甲醛）的限制排放量。

9. 安全提示。在各个实验中都列有安全提示。以此规避实验风险，保护实验者的健康与安全，保障实验的安全顺利进行。

10. 全书信息量大，数据齐全可靠。学生易学，教师易教。尤其是合成实验部分，设有实验前预习问题，实验后的思考题，适宜于教学。

本书风格迥异，内容丰富，适宜于理工类、师范类本科院校的化学、化工、石油化工、煤化工、生物化工、医药、纺织、轻工、材料、环境科学等专业使用。

本书承蒙天津大学高鸿宾教授审阅，在此表示敬意。

由于编者水平有限，书中错误和不妥之处请读者批评指正。

编者

2004年9月

内 容 提 要

全书贯穿从创造性学习的视角剖析实验，进而掌握有机合成实验的主要构架。通过实验流程图全方位把握实验的全过程。引入多种合成方法，启迪创新思想。每个实验中的注解翔实，并对实验前需要预习的问题以及安全提示均给出了必要的说明。书中所介绍的合成实验，涉及面较广、可选性强。

该书为化学、化工、生物、医药、材料、轻工、环保等专业本科教材，也可供师范院校选用及相关专业工程技术人员参考。

目 录

本书常用符号、缩略语与名称	1
第1章 有机化学实验基础知识	2
1.1 有机化学实验的重要性、目的与学习方法	2
1.1.1 有机化学实验的重要性	2
1.1.2 绿色化学与有机合成化学	2
1.1.3 有机化学实验的目的	2
1.1.4 有机化学实验的学习方法	3
1.2 有机化学实验常用玻璃仪器	3
1.2.1 普通玻璃仪器	3
1.2.2 标准磨口玻璃仪器	5
1.2.3 玻璃仪器的干燥	7
1.2.4 磨口玻璃仪器的保养	8
1.2.5 仪器的装配	8
1.3 化学试剂与化学危险品	9
1.3.1 化学试剂纯度的分类和规格	9
1.3.2 化学试剂的使用	9
1.3.3 化学危险品的分类	10
1.3.4 化学药品与化学危险品的贮藏	10
1.3.5 化学危险品的申购与运输	11
1.4 实验室事故的预防与处理	11
1.4.1 防止玻璃的伤害	11
1.4.2 预防化学药品的灼伤与急救	12
1.4.3 防火与灭火	12
1.4.4 防止爆炸	13
1.4.5 安全用电	14
1.4.6 防止中毒	14
1.5 有机化学实验记录与实验报告	14
1.5.1 有机化学实验记录	14
1.5.2 有机化学实验报告	16
第2章 有机化学实验基本操作	18
2.1 温度升降操作	18
2.1.1 加热	18
2.1.2 冷却与冷却剂	19
2.2 干燥	20

2.2.1	气体的干燥	20
2.2.2	液体的干燥	21
2.2.3	固体的干燥	22
2.3	过滤	23
2.3.1	过滤介质	23
2.3.2	减压过滤	25
2.3.3	热过滤	26
2.4	萃取和洗涤	27
2.4.1	原理	27
2.4.2	操作	28
2.5	液体有机化合物的分离与纯化	30
2.5.1	蒸馏	30
2.5.2	分馏	33
2.5.3	水蒸气蒸馏	34
2.5.4	减压蒸馏	37
2.5.5	旋转蒸发	41
2.6	固体有机化合物的提纯方法	42
2.6.1	重结晶	42
2.6.2	升华	44
2.7	色谱法	45
2.7.1	柱色谱	46
2.7.2	纸色谱	48
2.7.3	薄层色谱	50
2.7.4	思考题	54
2.8	有机化合物物理常数测定	54
2.8.1	熔点的测定及玻璃温度计的校正	54
2.8.2	沸点的测定	58
2.8.3	折射率的测定	59
2.8.4	比旋光度的测定	61
2.8.5	思考题	63
2.9	波谱分析	64
2.9.1	红外吸收光谱	64
2.9.2	核磁共振谱	68
第3章	有机合成实验	75
3.1	掌握有机合成实验的设计步骤	75
3.1.1	深刻理解实验的反应原理	75
3.1.2	反应装置的设计	75
3.1.3	有机合成反应主要反应条件的设计方法	75
3.1.4	后处理——分离与提纯的设计思路	76
3.1.5	反应中的废水、废渣与废气监测	77

3.1.6	反应产物的结构确认	77
3.1.7	有机化学实验的安全性指导	77
3.2	烃	77
3.2.1	环己烯	77
3.2.2	对二叔丁基苯	80
3.3	卤代烃	83
3.3.1	1-溴丁烷	83
3.3.2	对二氯苯	86
3.4	醇	89
3.4.1	三苯甲醇	89
3.4.2	2-甲基-2-丁醇	92
3.4.3	1-苯乙醇	95
3.4.4	季戊四醇	97
3.5	醚	100
3.5.1	乙醚	100
3.5.2	乙基叔丁基醚	104
3.6	酚	106
3.6.1	双酚 A	106
3.7	酮	109
3.7.1	环己酮	109
3.7.2	对甲基苯乙酮	111
3.7.3	苯亚甲基苯乙酮	113
3.8	羧酸	115
3.8.1	己二酸	115
3.8.2	苯甲酸与苯甲醇	117
3.8.3	2,4-二氯苯氧乙酸	121
3.8.4	3,5-二碘水杨酸	123
3.8.5	乙酰水杨酸	125
3.8.6	肉桂酸	128
3.8.7	蒽与顺丁烯二酸酐加成 (Diels-Alder 反应)	129
3.9	酯	131
3.9.1	乙酸乙酯	131
3.9.2	乙酸正戊酯	135
3.9.3	乙酰乙酸乙酯	137
3.9.4	醋酸苄酯	140
3.9.5	邻苯二甲酸二丁酯	142
3.9.6	己二酸二乙酯	145
3.9.7	磷酸三(五氯苯)酯	147
3.10	胺	149
3.10.1	对硝基苯胺	149

3.11 酰胺·····	152
3.11.1 乙酰苯胺·····	152
3.11.2 ϵ -己内酰胺·····	154
3.12 重氮化合物·····	157
3.12.1 甲基橙·····	157
3.13 金属有机化合物·····	159
3.13.1 二茂铁·····	159
3.13.2 乙酰二茂铁·····	162
3.14 杂环化合物·····	164
3.14.1 8-羟基喹啉·····	164
3.14.2 呋喃甲醇与呋喃甲酸·····	167
3.15 碳水化合物·····	170
3.15.1 羧甲基纤维素·····	170
3.15.2 从淡奶粉中分离乳糖·····	172
3.16 氨基酸·····	174
3.16.1 甘氨酸·····	174
3.16.2 天冬氨酸·····	176
3.17 有机含硫化合物·····	178
3.17.1 十二烷基硫酸钠·····	178
3.17.2 对甲基苯磺酸钠·····	180
第4章 综合实验（多步合成实验） ·····	184
4.1 间硝基苯酚·····	184
4.1.1 化学反应式·····	184
4.1.2 化学药品与仪器·····	184
4.1.3 实验步骤·····	184
4.1.4 间硝基苯酚与间硝基苯胺的性质·····	186
4.1.5 其他制法·····	187
4.1.6 安全提示·····	188
4.1.7 实验前预习的问题·····	188
4.1.8 思考题·····	189
4.2 八溴醚·····	189
4.2.1 化学反应式·····	189
4.2.2 化学药品与仪器·····	189
4.2.3 实验步骤·····	190
4.2.4 安全提示·····	190
4.2.5 实验前预习的问题·····	191
4.2.6 思考题·····	191
4.3 对氨基苯甲酸乙酯（苯佐卡因）·····	191
4.3.1 化学反应式·····	191
4.3.2 化学药品与仪器·····	191

4.3.3	实验步骤	192
4.3.4	对氨基苯甲酸乙酯的性质	192
4.3.5	其他制法	193
4.3.6	安全提示	194
4.3.7	实验前预习的问题	194
4.3.8	思考题	195
4.4	双(2,4,5-三氯-6-戊氧羰苯基)草酸酯	196
4.4.1	化学反应式	196
4.4.2	化学药品与仪器	196
4.4.3	实验步骤	196
4.4.4	安全提示	197
4.4.5	实验前预习的问题	198
4.4.6	思考题	198
4.5	对羟基苯乙酰胺	199
4.5.1	化学反应式	199
4.5.2	化学药品与仪器	199
4.5.3	实验步骤	199
4.5.4	对羟基苯乙酰胺的性质	199
4.5.5	安全提示	200
4.5.6	实验前预习的问题	200
4.5.7	思考题	201
4.6	对氨基苯磺酰胺	201
4.6.1	化学反应式	201
4.6.2	化学药品与仪器	201
4.6.3	实验步骤	201
4.6.4	对氨基苯磺酰胺的性质	202
4.6.5	安全提示	203
4.6.6	实验前预习的问题	203
4.6.7	思考题	203
4.7	立索尔大红 R	204
4.7.1	化学反应式	204
4.7.2	化学药品与仪器	204
4.7.3	实验步骤	204
4.7.4	立索尔大红的性质	205
4.7.5	安全提示	206
4.7.6	实验前预习的问题	206
4.7.7	思考题	206
第5章	天然产物的提取	207
5.1	银杏叶中黄酮类提取	207
5.1.1	概述	207

5.1.2	原理	207
5.1.3	化学药品与仪器	208
5.1.4	实验步骤	208
5.1.5	其他方法	208
5.1.6	安全提示	208
5.1.7	实验前预习的问题	209
5.1.8	思考题	209
5.2	黄芩中黄芩苷提取	209
5.2.1	概述	209
5.2.2	原理	209
5.2.3	化学药品与仪器	209
5.2.4	实验步骤	209
5.2.5	其他制法	210
5.2.6	安全提示	210
5.2.7	实验前预习的问题	211
5.2.8	思考题	211
5.3	槐花米中芸香苷和槲皮素提取	211
5.3.1	概述	211
5.3.2	原理	211
5.3.3	化学药品与仪器	212
5.3.4	实验步骤	212
5.3.5	安全提示	213
5.3.6	实验前预习的问题	213
5.3.7	思考题	213
5.4	黄连中黄连素提取	213
5.4.1	概述	213
5.4.2	原理	214
5.4.3	化学药品与仪器	214
5.4.4	实验步骤	214
5.4.5	安全提示	214
5.4.6	实验前预习的问题	215
5.4.7	思考题	215
5.5	橙皮中柠檬油提取	215
5.5.1	概述	215
5.5.2	原理	215
5.5.3	化学药品与仪器	215
5.5.4	实验步骤	215
5.5.5	安全提示	216
5.5.6	实验前预习的问题	216
5.5.7	思考题	216

5.6 菠菜叶中天然色素提取	216
5.6.1 概述	216
5.6.2 原理	216
5.6.3 化学药品与仪器	216
5.6.4 实验步骤	217
5.6.5 安全提示	217
5.6.6 实验前预习的问题	217
5.6.7 思考题	217
第6章 高分子合成	218
6.1 脲醛树脂	218
6.1.1 概述	218
6.1.2 原理	218
6.1.3 化学药品与仪器	219
6.1.4 实验步骤	219
6.1.5 其他制法	220
6.1.6 安全提示	220
6.1.7 思考题	220
6.2 环氧树脂	221
6.2.1 概述	221
6.2.2 原理	221
6.2.3 化学药品与仪器	222
6.2.4 实验步骤	222
6.2.5 安全提示	223
6.2.6 思考题	223
6.3 聚醋酸乙烯酯乳胶	223
6.3.1 概述	223
6.3.2 原理	223
6.3.3 化学药品与仪器	224
6.3.4 实验步骤	224
6.3.5 安全提示	224
6.3.6 思考题	225
6.4 磺酸型聚苯乙烯阳离子交换树脂	225
6.4.1 概述	225
6.4.2 原理	225
6.4.3 化学药品与仪器	226
6.4.4 实验步骤	226
6.4.5 安全提示	228
6.4.6 思考题	228
6.5 苯乙烯-丙烯酸酯乳液	228
6.5.1 概述	228

6.5.2	原理	228
6.5.3	化学药品与仪器	229
6.5.4	实验步骤	229
6.5.5	安全提示	230
6.5.6	思考题	230
6.6	聚苯胺	230
6.6.1	概述	230
6.6.2	原理	230
6.6.3	化学药品与仪器	231
6.6.4	实验步骤	231
6.6.5	其他制法	231
6.6.6	安全提示	231
6.6.7	实验前预习的问题	232
6.6.8	思考题	232
附录		233
附录 A	相对原子质量表 (2001 年)	233
附录 B	常用酸碱溶液的相对密度和浓度	234
附录 C	不同温度时水的饱和蒸气压	236
附录 D	科技文稿中的量、单位与符号	237
参考文献		239
索引		240

本书常用符号、缩略语与名称

符号、缩略语	名 称	符号、缩略语	名 称
$[\alpha]_D^{20}$	比旋光度 (旋光率)	m. p.	熔点
AR	分析纯	M_r	相对分子质量
A_r	相对原子质量	σ^-	邻位
b. p.	沸点	p^-	对位
$^{\circ}\text{C}$	摄氏度	ρ	相对密度
CA	美国化学文摘	n_D^{20}	折射率
CAS	美国化学文摘社	NMR	核磁共振谱
cm^{-1}	波数的单位	Pa	帕
CP	化学纯	kPa	千帕
ϵ	介电常数	MPa	兆帕
f. p.	凝固点 (冰点)	$\text{Pa} \cdot \text{s}$	(动力) 黏度单位
GB	国家标准	pH	酸性的度量, 等于 $-\lg[\text{H}^+]$
GR	优级纯	$\text{p}K_a$	酸的强度度量, 等于 $-\lg K_a$
h	(小) 时	R_t	比移值
IR	红外光谱	S	西门子
λ	波长	s	秒
L	升	SCE	饱和甘汞电极
m^-	间位	UV	紫外光谱
mg	毫克	$\sim$	波数
min	分	ν	导电率
mL	毫升	σ	屏蔽常数
μm	波长的单位	σ	化学位移
mol	摩尔	δ	

第 1 章 有机化学实验基础知识

1.1 有机化学实验的重要性、目的与学习方法

1.1.1 有机化学实验的重要性

有机化学是研究有机化合物的来源、制备、结构、性能、应用及有关理论与方法学的科学。近两个世纪以来,有机化学不仅已形成了由近 2000 万个有机化合物组成的庞大家族及相应的产业体系,也为材料科学、生命科学、环境科学等学科的发展提供了材料、技术和理论。有机化学是一系列相关工业的基础,在能源、信息、材料、人口与健康、环境、国防计划的实施等方面,在为推动科技发展、社会进步,提高人类生活质量,改善人类的生存环境的努力中,已将并将继续显示其高度开创性和解决重大问题的能力。有机化学发展到今天,其对人类文明社会各方面的影响是十分深刻、十分广泛的,人类文明社会活动的每一天都离不开有机化学,人类文明社会的每一个人同样都离不开有机化学。

1.1.2 绿色化学与有机合成化学

有机化学在人类文明史上,对提高人类生活质量做出了巨大的贡献。然而,“传统”的合成化学方法及相应的产业,对整个人类赖以生存的生态环境造成了严重的污染和破坏。以往解决问题的手段是治理、停产、关闭。为此投入大量的人力、物力与财力。20 世纪 90 年代初,提出了“绿色化学”(Green Chemistry),即如何从源头上减少、消除污染。它要求:①防止污染的产生优于治理产生的污染;②原子的经济性(考察有多少反应物分子进入到最后的产物分子);③只要可行,应尽量采用毒性小的化学合成路线;④更安全的化学品设计应能保留其功效,降低毒性;⑤尽可能避免使用辅助物质(如溶剂、分离剂),如用时应无毒;⑥尽量少用能源;⑦原料应是可再生的,而非将耗竭的;⑧应尽量避免不必要的衍生化步骤;⑨催化性试剂应优于当量性试剂;⑩化工产品在完成其使命后,应能降解为无害的物质,不应残留在环境中;⑪应能在线跟踪监测;⑫化学转换过程中,应降低发生化学事故的可能性。绿色化学是一门新的交叉学科,它的发展对保持良好的环境、社会和经济的可持续发展都有重要的意义。我们应当以绿色化学的原理审视和发展有机合成方法学,改造传统的化工产业,并以“环境友好”为基础,提出新的化学问题,创造出新的生产技术。21 世纪的化学工作者面临着新的发展机遇与挑战。

1.1.3 有机化学实验的目的

有机化学实验是有机化学教学中非常重要的组成部分。它集有机化学理论、反应原理、结构测定、理化分析、实验技术、综合技术于一体,有着非常丰富、深刻的内容,是培养学生综合应用基础知识、基本理论与基本技能,进行开拓创新的重要途径。通过有机化学实验的学习,应当达到如下目的。