

有机化学 实验指导

YOUJIHUAXUEYOUJIHUAXUE

赵
骏 / 编著

YOUJIHUAXUEYOUJIHUAXUE

天津人民出版社
TIANJINRENMINCHUBANSHE

有机化学实验指导

赵 骏 编著

天津人民出版社

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验指导/赵骏编著. —天津:天津人民出版社, 2000

ISBN 7-201-03565-7

I. 有… II. 赵… III. 有机化学-化学实验
IV. 062—33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2000)第 23589 号

天津人民出版社出版、发行

出版人:赵明东

(天津市张自忠路 189 号 邮政编码:300020)

邮购部电话:27314360

网址:<http://www.tjrm.com.cn>

电子信箱:tjrmchbs@public.tpt.tj.cn

天津市宝坻县第二印刷厂印刷

*

2000 年 7 月第 1 版 2000 年 7 月第 1 次印刷

787×1092 毫米 32 开本 7.125 印张

字数:150 千字

定价:12.80 元

序

《有机化学实验指导》是一本中、西药专业必修的教材,本书比较全面系统地介绍了有机化学实验,从实验室安全,实验用仪器,实验的参考手册,到有机定性分析方法和合成实验等等。

通过这些训练,学生可以掌握有机化学的基本操作,对中、西药专业而言,有机化学的分析,半微量合成法和天然有机化合物的提取是非常重要的。

书中所述黄连素的提取和从茶叶中提取生物碱,以及从槐花米中提取芦丁等都属中草药常规提取法,具有一定的代表性,从黄豆、动物肝提取脂肪和核酸及天然产物中提取色素和香精的实验带有一定的难度,这是为学生设置的具有较高实验技能的高级实验。

本书不仅具有科学性,更富于启发性。书中每个主要实验都提出一系列思考性问题,这样不仅教会学生应该怎样实验,还让学生懂得为什么要这样实验,起到举一反三的作用。特别是“设计实验”的安排,对培养学生创新意识,更具有独到之处。

纵观全书,取材平衡,难易参半,文字简洁,颇有启发创新,是当前有机化学实验书中一本好的教材。

王积涛

南开大学化学系教授

1999年8月18日

前 言

本书是根据卫生部制定的《有机化学实验》教学大纲,在总结了自己多年来的教学实践与科研的基础上编写的。供高等院校中、西药专业本科生有机化学实验课使用,也可供生物专业、生化专业及中、西药专业夜大学等师生参考使用。

全书包括五个部分,即:有机化学实验的基本知识;基本操作;有机化合物性质实验;合成实验;天然有机物的提取。

为了加强学生有机化学基本操作训练,对基本操作项目做了详细的介绍,并将大部分操作与合成及天然有机物提取实验密切结合。为学生牢固地掌握有机化学实验的基本知识和基本技能、技巧,打下坚实的实验基础,这对中、西药专业学生尤为重要。

为了培养学生精细的操作技巧和严谨的科学态度,在合成实验中均安排了两种实验方法,即:常量法和半微量法。由于中草药中含有一些具有特殊生理活性成分,其含量往往较少,用常量法提取后,还需用半微量甚至微量的方法进行分离、精制处理。所以要求学生必须掌握半微量操作的技能技巧。这样,不仅可节省原材料,而且还可减少环境污染,增强

学生环保意识。

为了培养学生的创新意识和思维能力,本书安排了“设计实验”。所谓“设计实验”,就是学生在接到课题后,在教师的指导下,查找资料,经过独立思考,自行设计实验方案,选择实验方法、步骤等,然后亲自动手进行实验操作,最后写出实验报告(以小论文形式)。实验的过程也是学生知识不断提高乃至升华的过程。这样既调动了学生学习的主动性和创造性,也给实验教学注入了活力。

本书还介绍了有机化学方面的一些常用工具书及其查阅方法,并将一些试剂的配制方法,元素原子量,常用酸、碱密度等表附于书后,供学习时查阅参考。

本书由南开大学化学系著名教授王积涛审阅,并撰写了序。天津市市政设计院陈哲画插图,在成书过程中得到了老教师及编审人员的大力支持和帮助,在此表示衷心的感谢!由于时间仓促及水平所限,错误及不妥之处在所难免,敬请读者批评指正。

作 者

1999年8月

目 录

实验规则	(1)
第一部分 有机化学实验的基本知识	(3)
一、实验室的安全	(3)
二、常用仪器、设备介绍	(9)
三、实验试剂药品的准备	(19)
四、实验报告的书写及格式	(30)
五、常用工具书简介	(33)
第二部分 基本操作	(36)
实验一、简单玻璃工	(36)
实验二、蒸馏及沸点的测定	(41)
实验三、简单分馏	(45)
实验四、水蒸汽蒸馏	(48)
实验五、减压蒸馏	(51)
实验六、熔点测定及温度计的校正	(54)
实验七、萃取	(59)
实验八、升华	(63)
实验九、干燥	(66)
实验十、旋光度的测定	(73)
实验十一、层析法	(76)

实验十二、有机混合物的分离	(85)
第三部分 合成实验	(88)
实验十三、卤代烃的制备	
——正溴丁烷的制备	(88)
实验十四、醇的制备	
——三苯甲醇的制备	(95)
实验十五、酮的制备	
——环己酮的制备	(101)
实验十六、坎尼查罗反应	
——呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	(104)
实验十七、羧酸的制备	
——苯甲酸的制备	(107)
实验十八、羧酸酯的制备	
——乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备	(109)
实验十九、芳香胺衍生物的制备	
——乙酰苯胺的制备	(113)
实验二十、克莱森酯缩合反应	
——乙酰乙酸乙酯的制备	(117)
实验二十一、重氮盐的制备	
——甲基橙的制备	(120)
第四部分 有机化合物的性质实验	(125)
实验二十二、烃的化学性质	(125)
实验二十三、卤代烃的化学性质	(128)
实验二十四、醇、酚、醚的化学性质	(130)
实验二十五、醛、酮的化学性质	(135)

实验二十六、羧酸及其衍生物的化学性质	(138)
实验二十七、胺和酰胺的化学性质	(143)
实验二十八、脂类化合物的化学性质	(146)
实验二十九、糖的化学性质	(149)
实验三十、氨基酸及蛋白质的化学性质	(155)
实验三十一、杂环化合物的化学性质	(161)
实验三十二、有机元素定性分析	
——钠熔法鉴定氮、硫、卤素	(163)
第五部分 天然有机化合物的提取	(169)
实验三十三、从茶叶中提取咖啡碱	(170)
实验三十四、从槐花米中提取芦丁	(173)
实验三十五、从黄连中提取黄连素	(175)
实验三十六、菠菜色素的提取和分离	(178)
实验三十七、从茴香籽中提取茴香油	(182)
实验三十八、从烟叶中提取烟碱	(183)
实验三十九、从淡奶粉中分离乳糖	(186)
实验四十、从黄豆中提取脂肪	(188)
实验四十一、核酸的提取及其成分鉴定	(189)
实验四十二、设计实验	(193)
附录一、试剂的配制	(195)
附录二、常用元素原子量表	(202)
附录三、常用酸碱溶液密度和百分组成表	(202)
附录四、水的蒸气压力表(0 - 100℃)	(209)
附录五、常用有机溶剂沸点、密度表	(210)
附录六、部分共沸混合物表	(211)

附录七、有机化学常见的英文缩写 (213)

附录八、常见化学物质的毒性 (215)

实验规则

实验是中药、制剂等专业有机化学教学中主要的实践教学环节。其教学的主要目的是使学生在有机化学实验的基本操作方面有较全面的训练,养成良好的实验习惯。培养学生正确选择提取、分离和鉴定的方法,积极思考以及分析和解决实验中所遇到问题的能力。同时还要培养学生正确观察实验现象、诚实记录、严格认真的科学态度和良好的工作习惯。为中药化学实验、制剂以及炮制等实验打下坚实的基础。

为了保证实验正常进行和培养良好的实验习惯,学生必须遵守实验室规则:

1. 实验前学生必须认真预习实验的全部内容,以及复习教材中有关的内容,做到心中有数,防止“照方抓药”,并要写出预习报告,明确实验目的和要求,了解实验的基本原理、内容和方法,安排好当天实验计划。同时考虑到本实验应防止哪些事故发生和发生事故后,应采取的安全措施。

2. 进入实验室,熟悉周围环境,遵守实验安全规则及纪律,集中精力,认真操作,仔细观察,积极思考,如实记录实验情况,凡是观察到的现象和结果以及有关的重量、体积、温度或其他数据,都应如实立即写在记录本上。实验开始后不得擅自离开,要安排好时间保证实验准时结束。

3. 遵从教师的指导,严格按照实验规定的步骤,试剂规格、用量进行实验,不得擅自更改。若有疑难问题或发生意外事故,应立即报请老师解决和处理。实验结束应及时将实验报告交给老师。

4. 实验的自始至终要保持桌面、地面、水槽、仪器四净。实验台面应该经常保持清洁和干燥,待用仪器应放得整齐有序,使用过的仪器应及时洗涤。火柴棒、沸石和纸片等不得放在水槽内,要放入小烧杯中,实验后倒入污物桶内。有异嗅或有毒物质的操作必须在通风橱内进行。

5. 公用仪器、药品和工具,按规定使用。节约水、电、煤气和药品,严格控制药品的规格和用量,损坏仪器及时登记更换。

第一部分 有机化学实验的 基本知识

一、实验室的安全

在做有机化学实验时，常常使用易燃、易爆、及有腐蚀性和有毒的药品等，千万不能粗心大意。如使用不当，就可发生着火、爆炸、烧伤、中毒等事故。常见的易燃溶剂有：乙醚、石油醚、甲醇、乙醇、丙酮和苯等；易燃易爆的气体 and 药品有：氢气、乙炔和干燥的金属炔化物、2, 4, 6—三硝基苯酚（苦味酸）、白磷等；腐蚀性的药品有：浓硫酸、氯磺酸、浓硝酸、浓盐酸、烧碱、溴等；有毒药品有：氰化钠、某些有机磷、硝基苯等。此外，在化学反应时，常需要在高温、高压、低温、低压加催化剂等不同的条件下进行，所以需要不同的热源、电器及仪器，若操作不小心，就可产生触电、火灾、爆炸等事故。另外，碎的玻璃器皿、煤气等使用处理不当也会产生事故。各种事故的发生，经常是由于不熟悉电器、仪器和药品的性能，没有严格按照操作规程进行实验或者思想不重视，麻痹大意引起的。只要实验前做好预习，加强安全意识和安全措施，实验中按规定认真操作，事故是可以避免的。为了防止事故的发生，以及发生事故后

的及时处理，学生对实验室安全知识必须有所了解，并切实遵守。

(一) 实验时的注意事项

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。

2. 实验时，必须熟悉药品和仪器的性能及使用和装配的要点。在实验中所用药品不能随意遗弃、散失。对反应中产生有害气体的实验，应在通风柜中处理，以免污染环境。

3. 对有可能发生危险的实验，要根据实验情况和实验室的条件，采取必要的安全措施，应使用防护眼镜、面罩、手套或穿防护衣等。

4. 实验进行时，不得随意离开岗位，要认真仔细，注意反应进行的情况，观察装置有无漏气、破裂等现象，反应进行是否正常等。

5. 严禁在实验室内吸烟和吃东西，实验结束后，要认真洗手。

6. 应该会使用安全用具，如灭火器材，砂箱及急救药箱，熟悉安全用具放置的地点，并妥善保存。

(二) 实验中事故的预防、处理和急救

1. 火灾

有机实验经常使用的有机溶剂大多数是易燃的，着火是有机实验中常见的事故。预防着火要注意以下几点：

(1) 烧杯或敞口容器不能装易燃物，火源与溶剂尽可能离开的远些。加热时，要根据实验需求及易燃有机溶剂的特点选择热源，注意远离明火。

(2) 要尽量避免易燃溶剂的气体外逸,若有外逸时要及时灭掉火源,立即排出室内的有机蒸气。

(3) 易燃及易挥发物,不得倒入废物缸内。大量的要专门回收;少量的可倒入水槽用水冲走(与水有猛烈反应者除外)。

(4) 实验室不允许存放大量易燃物,如乙醚、乙醇、苯等易燃液体,更不能放置灯火附近。

火灾一旦发生,一定要保持沉着镇静。首先,要及时熄灭附近的火源(关闭煤气)切断电源,立即移开附近的易燃物质。少量溶剂着火,只要不蔓延开来,可任其烧完,小火可用湿布或黄砂盖熄。若锥形瓶内溶剂着火,可用石棉网或湿布盖熄。火较大时应根据具体情况采用不同的灭火器材。

有机化学实验室最常用的灭火器是二氧化碳灭火器。灭火器内贮放压缩的二氧化碳,使用时,一手提灭火器,一手应握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上(不能手握喇叭筒!避免冻伤)打开开关,二氧化碳即可喷出。这种灭火器,特别适用于油脂、电器及其他较贵重的仪器着火时灭火,灭火后危害小。

有机化学实验室有时也使用四氯化碳和泡沫灭火器,虽然这两种灭火器都具有比较好的灭火效能,但由于四氯化碳在高温下能生成剧毒的光气,并且与金属钠接触会发生爆炸,泡沫灭火器喷出大量的硫酸钠,氢氧化铝污染比较严重,给后处理带来麻烦。所以,除非不得已时,才使用这两种灭火器。无论用何种灭火器,皆应从火的四周开始向中心扑灭。

特别应指出的是，油浴和有机溶剂着火时绝对不能用水浇，因为这样一来反而会使浮在水面上的火焰随着水流而蔓延；若衣服着火，切勿奔跑，应就近卧倒，用石棉布等把着火部位包住或在地上滚动以灭火焰。

2. 爆炸

在实验进行的过程中，由于仪器堵塞，减压蒸馏使用了不耐压的仪器或装配不当；化学反应过于猛烈，难以控制，以及违章使用易燃物，都可能引起爆炸。有机化学实验室防止爆炸事故发生，一般应注意以下几点：

(1) 在常压蒸馏或回馏操作时，切勿在封闭系统内进行，在反应的过程中，必须经常检查仪器各部分有无堵塞现象。

(2) 减压蒸馏时，不可使用平底烧瓶、锥形瓶或薄壁烧瓶等机械强度不大的仪器，反应结束后，应等待瓶内的液体冷至室温，小心放入空气后，再拆除仪器。

(3) 如使用易燃易爆物，像过氧化物和氢气，或遇水易燃烧的物质（如钠、钾）时，必须严格按照操作规程进行实验。

(4) 有的反应非常猛烈，要根据不同情况采取不同的冷冻和控制加料速度等，如干燥重氮盐受振动易爆炸，一般合成后就用。卤代烷不要与金属钠接触，因为二者反应相当激烈，会发生爆炸。

3. 中毒

在实验室内中毒，主要由于吸入毒气或吞食了有毒的药品所引起的。由于化学药品大多数具有不同程度的毒性，因