

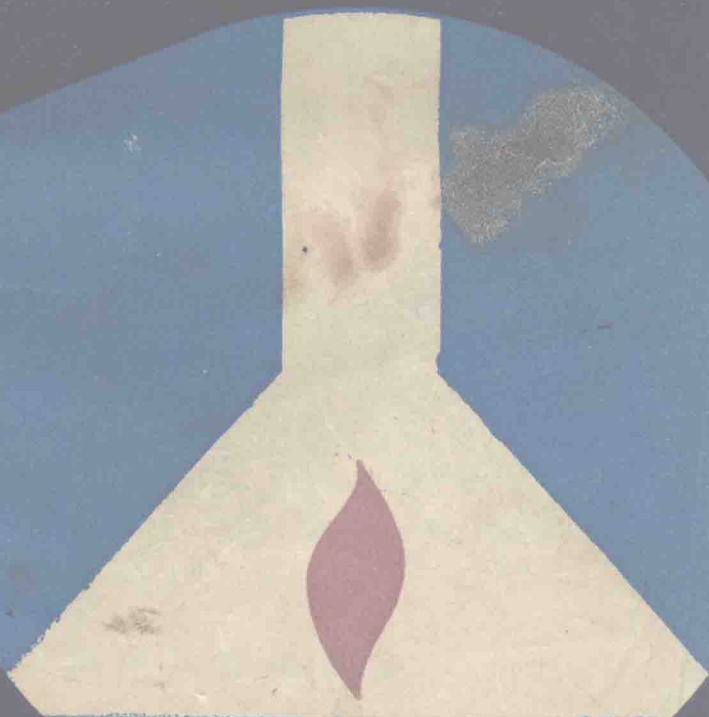
YJHXS/Y

有机化学实验

高等农、林、牧、医院校试用教材

YOUJIHUA XUESHIYAN

胡宪金 主编



河南教育出版社

高等农、林、牧、医院校试用教材

有机化学实验

胡宪金 主编

江苏工业学院图书馆
藏书章



河南教育出版社

高等农、林、牧、医院校试用教材

有机化学实验

胡宪金 主编

责任编辑 李晶

河南教育出版社出版

河南省农行印刷厂印刷

河南省新华书店发行

850×1168毫米 32开本 3.875印张 85千字

1988年12月第1版 1988年12月第1次印刷

印数1—8340册

ISBN 7-5347-0267-4/G·233

定价 1.40元

前 言

有机化学是以实验为基础的科学，因此，在加强有机化学理论教学的同时，也应注重有机化学实验这一环节。通过实验，不仅能够验证所学的理论知识，还可培养学生的操作技能，提高分析问题和解决问题的能力，使学生养成求实、严谨的科学态度和工作作风，为后续课程的学习和工作实践打下较好的基础。

根据1981年全国高等农业院校制订的有机化学实验大纲的要求，参考兄弟院校所编有机实验教材，结合我们的教学实践和具体条件，三校共同编写了这本有机化学实验指导书，供农、林、牧、医等专业本科和专科试用。

本书共包括五个方面的内容：第一部分为有机化学实验的一般知识；第二部分为有机化学实验的基本操作；第三部分是有机化合物的性质实验；第四部分是几种有机化合物的制备；第五部分是某些天然产物的提取。为了加深学生对构型、构象等空间概念的理解，我们还增开了分子模型作业。全书共列出32个实验，各校可根据需要自行选取。最后附有常用有机溶剂的精制、有关物质溶解度的数据、常用干燥剂、有毒药品以及有关参考书和手册，以供学生学习和查阅参考。

参加本书编写工作的有：胡宪金、贡淑珍、邵坚、李文明、陈钢（以上河南农业大学）、任德谦、吴伶俐（以上郑州畜牧兽医专科学校）、高仲月（豫西农业专科学校）。最后经

河南农业大学章自高副教授和豫南农业专科学校田志炜副教授审阅。

由于我们水平所限，错误在所难免，不妥之处，敬请批评指正。

编者 1983年4月

目 录

前言.....	(1)
第一部分 有机化学实验的基本知识.....	(1)
一、有机化学实验室规则.....	(1)
二、事故的预防和处理.....	(2)
三、常用玻璃仪器简介.....	(3)
四、标准磨口玻璃仪器简介.....	(7)
五、金属用具.....	(9)
六、几种基本实验技术.....	(9)
第二部分 基本操作实验.....	(15)
实验 2-1 熔点测定及温度计校正	(15)
实验 2-2 蒸馏及沸点的测定	(18)
实验 2-3 重结晶	(21)
实验 2-4 减压蒸馏	(24)
实验 2-5 分馏	(26)
实验 2-6 水蒸气蒸馏	(29)
实验 2-7 柱色谱法	(32)
实验 2-8 纸色谱法	(35)
实验 2-9 薄层色谱法	(38)
实验 2-10 液态有机化合物折光率的测定	(40)
实验 2-11 萃取	(43)
实验 2-12 旋光度的测定	(46)

第三部分 有机化合物的性质实验..... (52)

实验 3-1 有机化合物元素定性分析 (52)

实验 3-2 芳烃和卤代烃的性质 (56)

实验 3-3 醇和酚的性质 (59)

实验 3-4 醛和酮的性质 (62)

实验 3-5 羧酸、取代酸及羧酸衍生物的性质 (65)

实验 3-6 胺和酰胺的性质 (68)

实验 3-7 油脂的性质 (71)

实验 3-8 碳水化合物的性质 (73)

实验 3-9 蛋白质的性质 (77)

实验 3-10 分子模型作业 (80)

实验 3-11 分离和鉴别练习 (83)

第四部分 有机化合物的制备..... (85)

实验 4-1 环己烯的制备 (85)

实验 4-2 1-溴丁烷的制备 (87)

实验 4-3 乙酸乙酯的制备 (89)

实验 4-4 乙酰苯胺的制备 (92)

实验 4-5 对氨基苯磺酰胺的合成 (94)

第五部分 天然产物的提取..... (98)

实验 5-1 类胡萝卜素色素的分离与鉴定 (98)

实验 5-2 烟碱的提取及性质检验 (100)

实验 5-3 从大豆中回流提取豆油 (102)

实验 5-4 从茶叶中提取咖啡碱 (103)

附录..... (106)

附录一 常用有机溶剂的精制..... (106)

附录二 常用有机溶剂在水中的溶解度..... (109)

附录三	水在有机溶剂中的溶解度.....	(109)
附录四	各类有机化合物常用干燥剂.....	(110)
附录五	干燥器内常用的干燥剂.....	(110)
附录六	干燥气体时所用的干燥剂.....	(111)
附录七	关于有毒化学药品的知识.....	(111)
附录八	常用有机化学实验 参考书及手册简介.....	(114)

第一部分 有机化学实验的基本知识

有机化学实验是有机化学课程的主要组成部分，是考核学生学习成绩的一个重要方面。通过有机化学实验课，不仅可以验证所学的理论知识，还为以后的科研工作在本操作和基本技能方面打好基础。有机化学实验是一项严肃而又细致的任务，必须树立认真、求实的科学态度，并要有一定的基本知识作准备。有机化学实验所接触的药品多是易燃、有毒和有腐蚀性的，这就要求实验者严格执行操作规程，加强安全措施。

一、有机化学实验室规则

1. 为了保证实验的顺利进行，学生在上实验课前必须认真预习实验指导书及有关参考书（如化合物的理化常数等），上课时教师将进行检查提问，凡发现未作预习者，将责令停止实验，重新预习。

2. 实验开始前应检查仪器是否齐全、完整无损，实验装置要求正确、稳妥。

3. 在实验过程中要独立操作，认真观察反应进行是否正常，如实记录，禁止大声喧哗和来回走动。

4. 在实验过程中，要按实验指导规定进行操作，对可能发生危险的实验要采取必要的防护措施，未经教师允许不得擅自改变实验内容和操作过程，更不能擅自离开实验室。

5. 有机实验室药品多是易燃、有毒、强腐蚀性的，因此在做

实验过程中，不准将药品乱倒、乱洒，更不准食用，以免发生事故；并要注意防火，实验室内不准吸烟和吃饮食物。

6. 实验过程中要保持桌面、地面清洁，废纸、废屑应投入废物箱，不准倒入水池，防止下水道堵塞。废酸、废碱应小心地倒入废物缸内。仪器保持清洁、整齐。实验完毕后，应留值日生进行清扫。

7. 实验过程要节约药品，爱护仪器和其他公物，如有损坏要自教师声明，讲清情况，并填写仪器损坏报请单。

8. 实验完毕，要关好水龙头，切断电源。整理并清点所用物品，放归原来位置。

9. 未经教师允许，不得将任何仪器、药品携出室外。

10. 按照指导教师要求，实事求是地认真填写实验报告。

二、事故的预防和处理

有机化合物大多是易燃的，不正确或不小心的操作往往造成起火、爆炸和其它不幸事故，因此，进行实验时必须谨慎操作，并注意下述各项事故的预防和处理方法：

1. 起火：无论任何原因引起失火，千万不可慌张，应沉着并迅速作如下处理：

(1) 熄灭火源，切断电源并移开易燃物质。

(2) 若在容器内起火，可用石棉板、湿布或木板盖住容器口，隔绝空气，使火熄灭。

(3) 若为易燃液体如油类、苯、醚等在实验台上或地板上燃烧时，可用干沙或泡沫灭火器扑灭，切不可用水浇。

(4) 衣服着火，切不要惊慌奔跑，可用水湿润的工作服包裹着火处，即可熄灭。

(5)若电热仪器失火，应先切断电源，再用泡沫灭火器扑火，当无法断电又必须灭火时，应用四氯化碳灭火器扑灭。

2.加热不均匀，液体发生过热以至暴沸，或反应物由于过热而猛烈分解，常会引起爆炸，因此，加热必须均匀，蒸馏时应先加入沸石或一端封闭的毛细管，防止暴沸。

3.被玻璃割伤时，应先除去伤口内的碎玻璃，用蒸馏水洗后涂上红药水并用纱布包裹。同时要特别小心不要让有毒药品侵入伤口。

4.被烧伤或烫伤时，轻者可在伤处涂上甘油，较重者应立即涂以烫伤油膏后送校医院治疗。

5.酸溅到衣服、皮肤或眼睛上时，应迅速用大量水冲洗，再用3%NaHCO₃洗，然后用水冲。严重时涂以烫伤油膏。

碱溅到衣服、皮肤上时，亦应先用大量水冲洗，再用1—2%醋酸溶液洗涤。最后用水冲洗。

若溅入眼内时，则用大量蒸馏水冲洗后，再用饱和硼酸溶液洗眼。

6.皮肤被酚、溴灼伤时，应立即用适当的有机溶剂（如乙醚、苯、石油醚等）将酚、溴洗去，然后在伤处涂上甘油。

三、常用玻璃仪器简介

烧 瓶

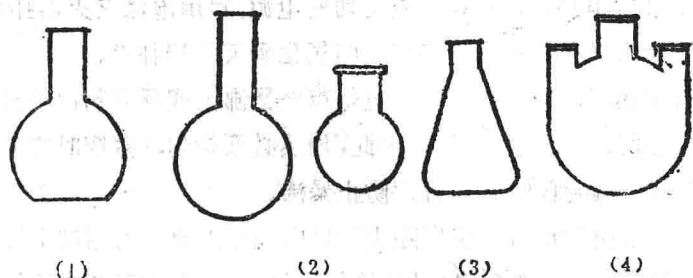


图1-1 烧瓶

(1)平底烧瓶：适用于配制和贮存溶液，不能用于减压实验。

(2)圆底烧瓶：用于化学反应，耐热和反应物沸腾后所发生的冲击。

短颈圆底烧瓶：瓶口结构坚实，多用于有机合成实验。

长颈圆底烧瓶：可用于水蒸气蒸馏等。

(3)锥形瓶：常用于重结晶实验，也可用作常压蒸馏的接受器。

(4)三口烧瓶：常用于需要进行搅拌的实验，两个侧口分别装回流冷凝管，滴液漏斗或温度计等。

蒸馏烧瓶

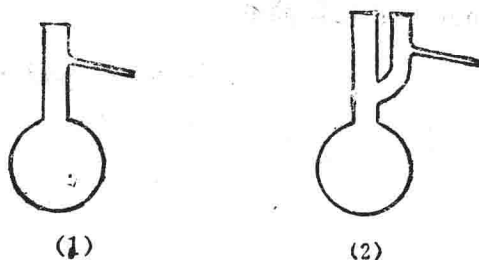


图1-2 蒸馏烧瓶

(1)蒸馏烧瓶：主要用于蒸馏。

(2)克氏 (Claisen) 蒸馏烧瓶：常用于减压蒸馏。

冷凝管

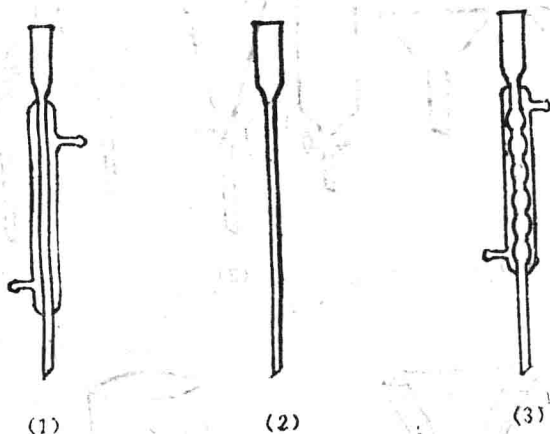


圖1-3 冷凝管

(1)直形冷凝管：蒸馏物质沸点低于 140°C ，套管内通水冷却。

(2)空气冷凝管：蒸馏物质沸点高于 140°C ，用来代替水冷的直形冷凝管。

(3)球形冷凝管：内管冷却面积较大，冷凝效果好，适于加热回流实验。

漏斗

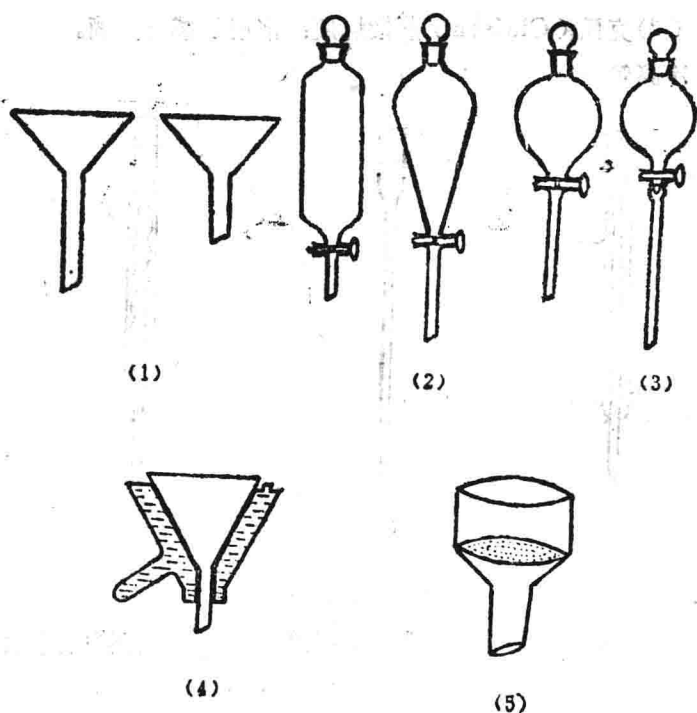


图1-4 漏斗

(1)普通漏斗：用于普通过滤。

(2)分液漏斗：用于液体的萃取、洗涤和分离，也可用于滴加液体试料。

(3)滴液漏斗：用于向反应器内滴加液体试料。

(4)热滤漏斗：用于保温过滤。

(5)布氏漏斗：漏斗系瓷质多孔，用于减压过滤。

其它玻璃仪器还有

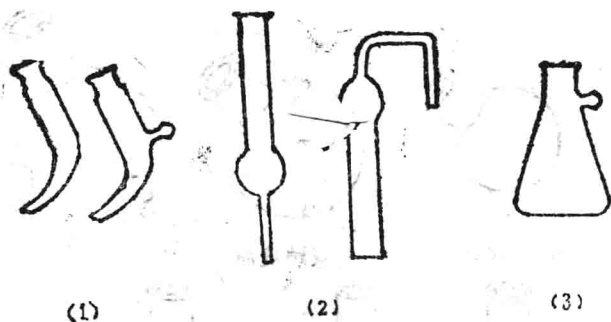


图1-5 其它玻璃仪器

(1) 接引管

(2) 干燥管

(3) 抽滤瓶

四、标准磨口玻璃仪器简介

在有机化学实验中特别是在科研上常用到标准磨口玻璃仪器,图1-6为一些常用的标准磨口玻璃仪器。标准磨口仪器全部为硬质料制造。配件比较复杂,品种类型以及规格比较多,编号有10、14、19、24、29等多种,数字是指磨口最大外径(毫米)。凡属同类型编号规格的接口均可任意互换,由于口塞的标准化、通用化,可按需要选配和组装各种型式的配套仪器。

有的磨口玻璃仪器用两个数字表示,例如:10/30分别表示磨口最大外径为10毫米,磨口长度为30毫米。当编号不同而无法连接时,可通过不同编号的磨口接头连接起来。使用标准磨口玻璃仪器时要注意:

- 1.磨口必须清洁无杂物。否则,使磨口连接不密,以致漏气或破损。

- 2.用后应拆卸洗净。否则,磨口对接处常会粘牢,难以拆卸。

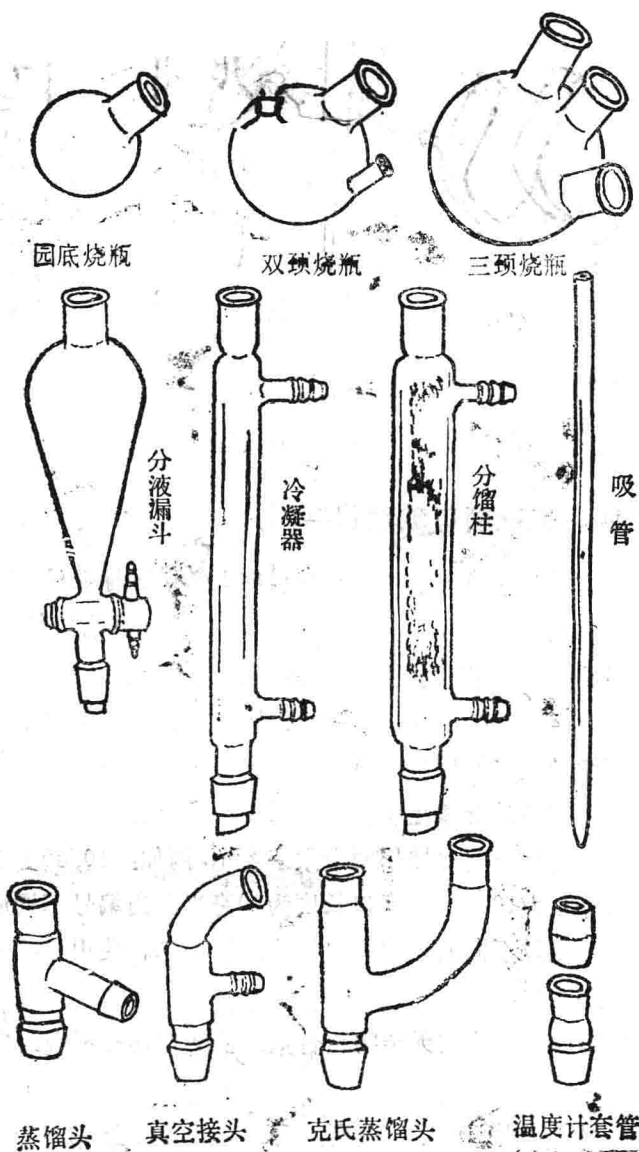


图1-6 一些标准磨口玻璃仪器

3. 装配时要注意正确，使磨口对接处不扭歪。否则，易使仪器破损。

五、金属用具

铁夹	铁架台	铁圈
三脚架	水浴锅	镊子
剪刀	三角锉	圆锉
打孔器	压塞机	

六、几种基本实验技术

1. 仪器洗涤和干燥

洗刷仪器的最简易方法是用毛刷和去污粉（或肥皂）洗刷，洗刷后，用清水冲洗干净。

难以洗除的污物，常用铬酸洗液洗刷。使用洗液前，应将仪器上的污物尽量洗除，仪器内的水倒净，然后缓缓倒入洗液，让洗液充分润湿器壁，放置片刻，不断转动仪器，使洗液浸润有污物残渣处，然后将洗液倒回原瓶。用少量水冲洗，把残液倒入废缸内。最后用大量清水把仪器冲洗干净。

洗液系由重铬酸钾和浓硫酸配成，呈红棕色，腐蚀性强。

仪器洗净的标志：器壁上不应附有油污，不挂水珠，仅有一层均匀的薄薄的水膜。

仪器干燥方法：

（1）自然风干：将洗净仪器置干燥架上晾干。

（2）烘干：将洗净仪器里的水倒出，置烘箱内烘干，仪器开口向上。带有磨口玻塞的，必须将活塞拆下。烘箱内温度保持 100—105℃ 即可。冷却后取出待用。