



西安交通大学

XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY



“十五”规划教材

有机化学实验

唐玉海 刘芸 主编



西安交通大学出版社

XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY PRESS

西安交通大学“十五”规划教材

有机化学实验

唐玉海 刘芸 主编

西安交通大学出版社
·西安·

内容简介

本书是根据化学、化工、材料学和医药学专业教学大纲中有机化学课程实验要求而编写的。全书共选编了 50 个实验,内容有:有机化学实验的基本知识、有机化学实验的基本操作、有机化合物的性质、有机化合物的制备、波谱技术和综合实验等六大部分。本书充分体现了普通高等院校有机化学实验的教学特点,每个实验后均附有注释和思考题。

本书可作为高等院校化学、化工、医药学专业本科生的有机化学实验课教材,也可作为从事相应专业科研人员的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/唐玉海,刘芸主编. —西安:西安交通大学出版社,2002.7
ISBN 7-5605-1539-8

I. 有… II. ①唐…②刘… 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(2002)第 047163 号

*

西安交通大学出版社出版发行

(西安市兴庆南路 25 号 邮政编码:710049 电话:(029)2668315)

陕西省轻工印刷厂印装

各地新华书店经销

*

开本:727 mm×960 mm 1/16 插页:1 印张:16.375 字数:301 千字

2002 年 7 月第 1 版 2002 年 7 月第 1 次印刷

印数:0001~4 000 定价:16.50 元(含实验报告册)

发行科电话:(029)2668357,2667874

前 言

“有机化学”是化学、化工、材料学、医药学等专业的重要基础课,它是以实验为基础的一门学科;“有机化学实验”是有机化学教学中必不可少的重要环节之一,它很强的实践性是有机化学理论课所不能代替的。

多年来,我们一直希望能够编写一本适合化学、化工、医药学等专业使用的《有机化学实验》教材,供普通高等院校使用。本书是根据教育部化学、化工、医药学等专业“有机化学”教学大纲中“有机化学实验”部分的要求而编写的。教材在编写时充分考虑当前我国普通高等院校基础课的教学现状,各院校和不同专业对“有机化学实验”的不同要求,对实验内容进行了精选,对部分内容进行了重组。

本书共分六章,第一章为有机化学实验的基本知识,第二章为有机化学实验的基本操作,第三章为有机化合物的性质,第四章为有机化合物的制备,第五章为波谱技术,第六章为综合实验。全书共 50 个实验,每个实验后附有注释和思考题,便于学生预习,掌握关键性操作及方法,书后有附录和参考文献供学生查阅和进一步阅读之用。

本书在编写时注意突出以下特点:

1. 在内容上加强了与生命科学有关的有机化学实验基本操作技能的训练,为学生学习有机化学和后续的与有机化学有关的课程奠定必要的基础,适当加强了有机化合物的性质试验,使有机化学的基本理论得以验证。

2. 强化了有机化合物的制备,目的是培养学生的动手能力,使基本操作技能得到综合训练。

3. 波谱学技术在有机化学中已被广泛应用,为了扩大学生的知识面以及适当反映学科的发展,同时又考虑各学校具体条件,适当安排了该技术的部分内容。

4. 增加了综合实验,希望通过综合性实验培养学生独立地分析问题和解决问题的能力,同时也能将无机化学、分析化学和物理化学部分实验技术与有机化学实验有机地结合起来,使学生的基础化学实验技能进一步提高。

本书所选内容对某一专业来说可能略多,目的在于使得使用本书的院校有选择余地,各校各专业可根据自己的学时数和培养目标、实验室条件等自行取舍。

本书可作为化学、化工、医药学等专业的有机化学实验课的教材,也可作为有机化学实验教学参考书。

本书是西安交通大学“十五”规划教材,由西安交通大学、吉林大学、广西医科大学、兰州医学院、山西长治医学院的白艳红、龙盛京、刘芸、许昭、李平亚、武世界、郑晓晖、唐玉海、秦志强、靳菊情(按姓氏笔画排序)共同编写。由唐玉海、刘芸任主编,靳菊情、白艳红任副主编。西安交通大学何培之教授审阅了全书,提出了许多宝贵意见,曹瑞军教授对本书的编写也给予了热情的关心和支持并提出了许多宝贵建议,在此一并表示衷心的感谢。

虽然编者对本书的出版做了大量的工作,但由于水平有限,书中难免有疏漏和不妥之处,敬请读者不吝指正。

编者
2002年6月

目 录

第一章 有机化学实验的基本知识	(1)
第二章 有机化学实验的基本操作	(24)
实验一 塞子的钻孔和简单玻璃制品的制作	(24)
实验二 熔点的测定和温度计的校正	(29)
实验三 蒸馏操作	(32)
I 常压蒸馏和沸点的测定	(32)
II 水蒸气蒸馏	(35)
III 减压蒸馏	(38)
实验四 旋光度和折射率的测定	(42)
I 旋光度的测定	(42)
II 折射率的测定	(45)
实验五 萃取和升华的基本操作	(49)
实验六 重结晶及过滤操作	(54)
实验七 无水乙醇的制备	(59)
实验八 色谱法	(61)
I 柱色谱法	(62)
II 纸色谱法	(65)
III 薄层色谱法	(68)
实验九 电泳	(71)
I 琼脂电泳	(72)
II 纸上电泳	(74)
III 醋酸纤维膜电泳	(76)
第三章 有机化合物的性质	(80)
实验十 有机元素的定性分析	(80)
实验十一 脂肪烃、芳香烃、卤代烃的性质	(84)
实验十二 醇和酚的性质	(88)
实验十三 醛和酮的性质	(91)
实验十四 羧酸、取代羧酸和羧酸衍生物的性质	(94)
实验十五 胺类化合物的性质	(98)
实验十六 某些杂环化合物、生物碱及甾族化合物的性质	(102)
实验十七 糖类化合物的性质	(105)

实验十八 蛋白质的性质	(108)
第四章 有机化合物的制备	(113)
实验十九 环己烯的制备	(113)
实验二十 卤代烃的制备	(115)
I 正溴丁烷的制备	(115)
II 溴苯的制备	(117)
实验二十一 2-甲基-2-己醇的制备	(120)
实验二十二 酮的制备	(123)
I 环戊酮的制备	(123)
II 苯乙酮的制备	(124)
实验二十三 羧酸及其衍生物的制备	(127)
I 对硝基苯甲酸的制备	(127)
II 乙酸乙酯的制备	(129)
III 乙酰乙酸乙酯的制备	(130)
IV 乙酰水杨酸的制备	(133)
V 乙酰苯胺的制备	(135)
实验二十四 芳香硝基化合物和芳香胺的制备	(138)
I 硝基苯的制备	(138)
II 邻硝基苯酚和对硝基苯酚的制备	(139)
III 苯胺的制备	(141)
实验二十五 甲基橙的制备	(144)
实验二十六 其他化学产品的制备反应	(148)
I Diels-Alder 环加成反应	(148)
II Cannizzaro 反应	(152)
III Hofmann 降解反应	(154)
第五章 波谱技术	(157)
实验二十七 紫外分光光度计的使用	(157)
实验二十八 红外分光光度计的使用	(163)
第六章 综合实验	(170)
实验二十九 对氨基苯磺酰胺的制备	(170)
实验三十 从茶叶中提取咖啡因	(176)
实验三十一 番茄红素和 β -胡萝卜素的提取分离及含量测定	(179)
实验三十二 维生素 D 的高效液相色谱法提纯和定量测定	(182)

附录	(185)
附录 I 常用溶剂的物理常数	(185)
附录 II 普通有机溶剂沸点和密度表	(186)
附录 III 乙醇水溶液的密度及百分组成表	(187)
附录 IV 常用干燥剂的性能与应用范围	(188)
附录 V 常用试剂的配制	(189)
附录 VI 常见的毒性危险性化学物质	(194)
附录 VII 常见的致癌化学物质	(196)
附录 VIII 某些有机化合物的红外光谱	(201)
参考文献	(205)

第一章

有机化学实验的基本知识

有机化学是化学、化工、材料学、医学、药学等专业的重要基础课。它是以实验为基础的一门学科,重视和学好有机化学实验是学好有机化学的前提和基础。本章介绍有关有机化学实验的一些基本知识。

一、实验室规则

为了保证有机化学实验的正常进行,培养学生良好的实验习惯、严密的科学态度,达到预期的教学目的,学生必须遵守如下规则:

- ① 遵守实验室的各项制度,听从教师指导,尊重实验室工作人员。
- ② 实验中应保持安静和良好秩序,认真操作、仔细观察和如实记录。未经教师允许不得任意改变药品用量和实验内容,不得擅自离开实验室。
- ③ 保持实验室整洁。整个实验过程中应保持桌面、水槽和地面的整洁。
- ④ 爱护公物。公用仪器、药品、器材应在指定地点使用,或用后及时放回原处。仪器若有损坏要按制度赔偿。要节约药品、水、电及消耗性物品。
- ⑤ 实验完毕,及时做好实验后处理工作。清洗、整理仪器,检查安全,上交实验报告,经教师允许方可离开实验室。
- ⑥ 学生轮流值日。值日生要负责整理公用物品,打扫实验室,检查水、电、火是否关闭,最后关好门窗。

二、实验室安全知识

为了预防发生事故,保证实验正常进行,实验时必须高度重视安全操作,熟悉一般安全常识并切实遵守实验室安全守则。

1. 事故的预防

- ① 在操作易燃易爆的液体(如乙醚、乙醇、丙酮、苯、汽油和石油醚等)和气体(如氢气、乙炔等)时要远离火源,禁止将易燃溶剂放在敞口容器内或直接在明火上

加热。

② 回流或蒸馏液体时,应预先放入数粒沸石或素烧瓷片,防止过热暴沸。若加热后发现忘记放入沸石时,必须停止加热,待液体冷却后再补加。

③ 蒸馏装置必须正确安装,防止阻塞,特别是蒸馏易燃物质时切勿漏气并禁止明火加热,严禁将醚类化合物蒸干。

④ 减压蒸馏时,不得使用平底烧瓶或薄壁烧瓶,以防负压过大,引起烧瓶破裂而发生爆炸;所用胶塞不宜过小,否则易被吸入瓶内。

⑤ 金属钠等易燃品不应久置空气中,切下的金属钠或含有金属钠的残渣一定要及时销毁,严禁将其倾入水槽或废液缸内。

⑥ 切勿敲击或重压易爆的固体如乙炔的金属盐、干燥的重氮盐、多硝基化合物等,其残留物不准乱丢。

⑦ 对有毒药品的取用应倍加小心,用完后要妥为保管,切勿乱放。在反应过程中可能生成有毒、有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行,或开启排风装置及时排除有毒、有腐蚀性的气体,使用过的器皿应及时清洗。

⑧ 不能用湿手触摸电器或手握湿物安装插头。为了防止触电,电器设备的金属外壳应接地线。实验完毕应先切断电源,再拆卸装置。

2. 事故的处理

若遇事故,应报告教师并立即采取措施作好处理。

① 实验室如发生失火事故,要保持冷静,不能惊慌失措。应立即熄灭附近火源并移去易燃物品。同时,根据不同的起火原因采取不同的灭火措施,如用砂、毛毡、石棉布、灭火器灭火。无论使用哪一种灭火器材,都应从火的四周向中心扑灭火焰。

② 玻璃切割伤是最常见的事故,伤口内若有玻璃碎片,须先取出,然后抹上红汞并包扎。

③ 药品灼伤应立即用大量水冲洗,再用药水洗涤,如酸灼伤皮肤可用 0.6 mol/L 碳酸氢钠溶液洗涤;碱灼伤皮肤可用饱和硼酸溶液或 0.15 mol/L 醋酸溶液洗涤。

对较严重的烧伤、割伤、灼伤或中毒者,经简单处理后应立即送医院诊治。

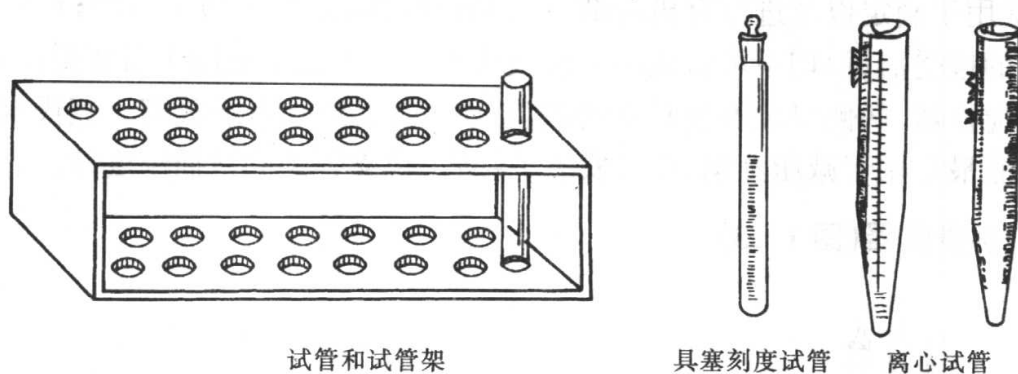
三、实验室常用仪器和装置

(一) 普通仪器

1. 试管(图 1-1)

试管分硬质试管、软质试管、普通试管,还有具塞刻度试管和离心试管,平时置

于试管架上。硬质试管可直火加热；离心试管用于半微量分析，放在离心机中借离



试管和试管架

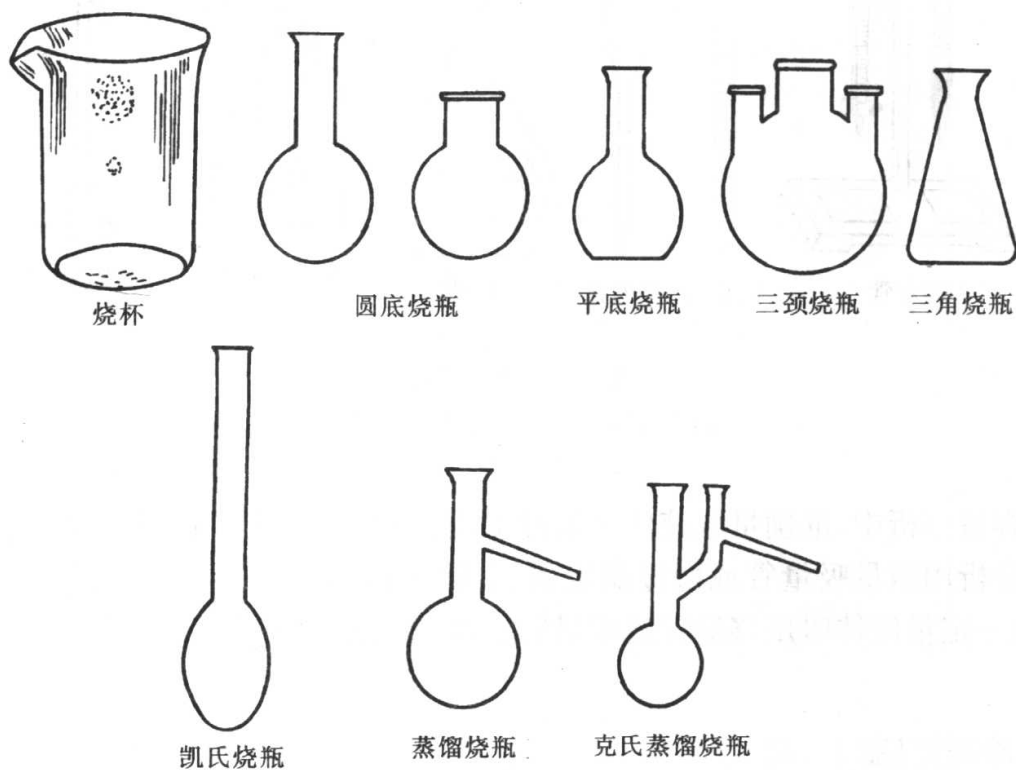
具塞刻度试管

离心试管

图 1-1 各种试管

心作用分离溶液和沉淀。

2. 烧杯和烧瓶(图 1-2)



烧杯

圆底烧瓶

平底烧瓶

三颈烧瓶

三角烧瓶

凯氏烧瓶

蒸馏烧瓶

克氏蒸馏烧瓶

图 1-2. 烧杯及各种烧瓶

烧杯或烧瓶的加热应在石棉网上、水浴中或油浴中进行。烧杯和平底烧瓶适于配制和贮存溶液，但不能用于减压实验。圆底烧瓶能耐热及耐反应物(或溶液)沸腾后的冲击振动。短颈圆底烧瓶，瓶口结实，常用于有机合成。凯氏(Kjeldahl)

烧瓶用于消化分解有机物质。水蒸气蒸馏通常使用长颈圆底烧瓶。三角烧瓶(锥形瓶)常用于滴定以及进行有机溶剂重结晶的操作,结晶物易于取出;也常用作常压蒸馏的接受器;但切不可做减压蒸馏接受器。三颈烧瓶适用于需要搅拌的实验,中口装搅拌器,两侧口装温度计和冷凝器等。蒸馏烧瓶用于蒸馏。克氏(Claisen)蒸馏烧瓶最常用于减压蒸馏,正口安装毛细管,带支管的侧口插温度计。

3. 容量仪器(图 1-3)

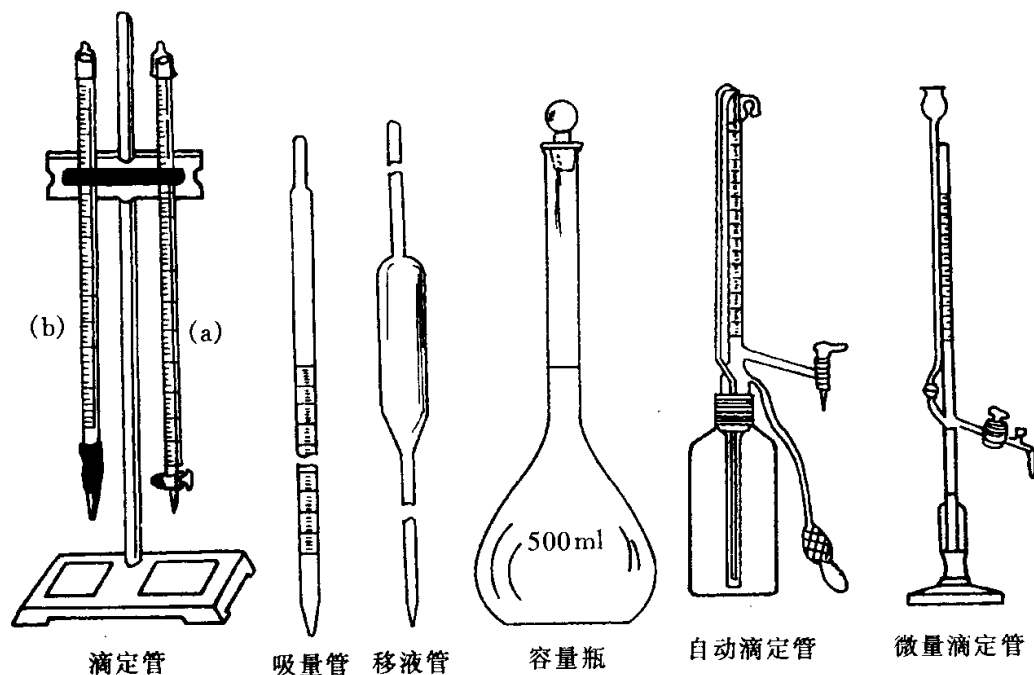


图 1-3 容量仪器

(a) 酸式滴定管; (b) 碱式滴定管

在容量分析中,准确量取液体体积时可用吸量管、移液管和滴定管;做微量或半微量分析用微量吸量管或微量滴定管;若滴定液需隔绝空气时,可用自动滴定管;吸取一定量液体时用移液管或吸量管。准确配制一定浓度的溶液时常用容量瓶。

4. 冷凝管(图 1-4)

直形冷凝管用于蒸馏沸点在 $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下的物质,在套管内通冷却水;超过 $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,要用空气冷凝管;球形冷凝管的冷却面积较大,冷凝效果较好,适用于加热回流;冷却效果更好的是蛇形冷凝管。

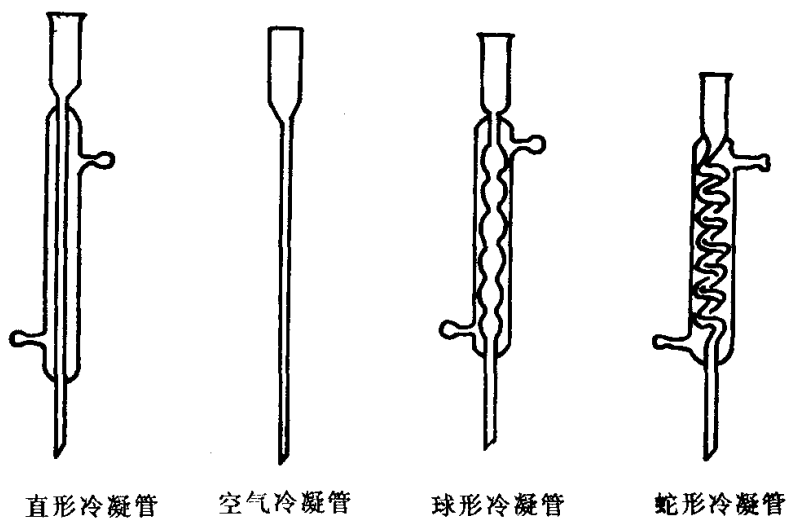


图 1-4 各种冷凝管

5. 漏斗(图 1-5)

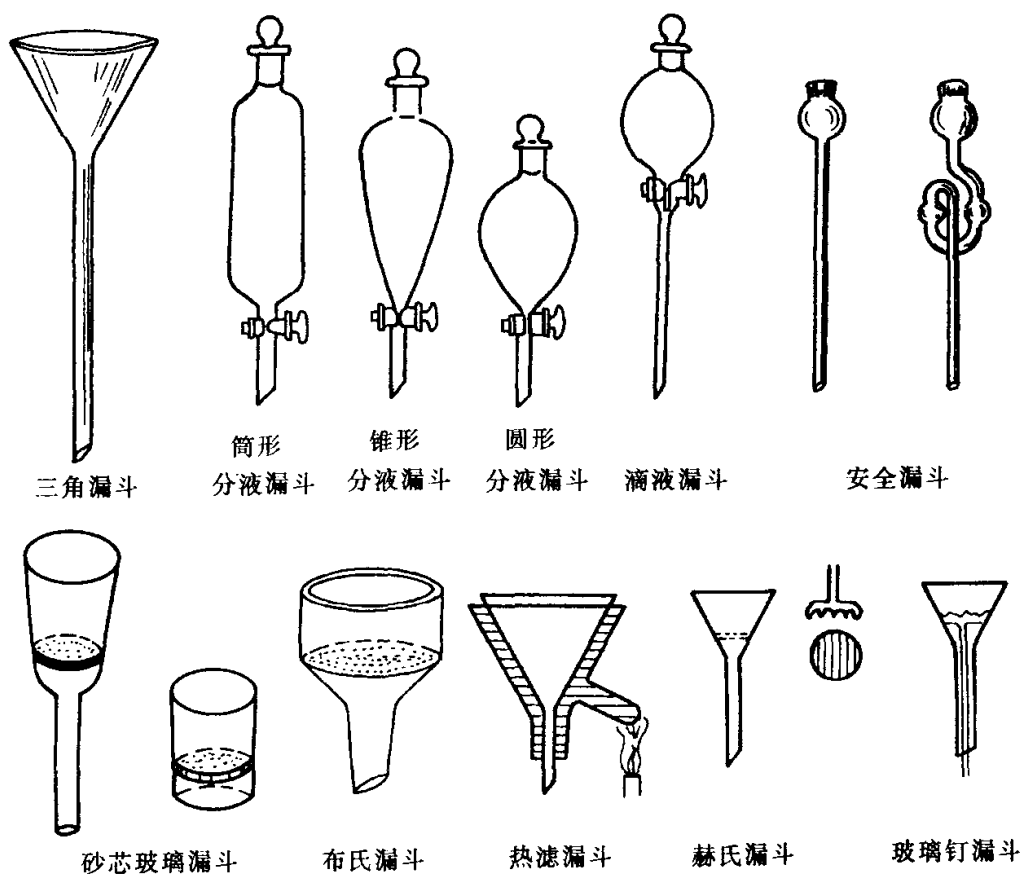


图 1-5 各种漏斗

普通过滤时用三角漏斗;分液漏斗常用于液体的萃取、洗涤和分离,有时也可用于滴加试剂;滴液漏斗便于将液体逐滴地加入,即使漏斗的下端浸入液面下,也能看清滴加的速度;安全漏斗便于随时加入液体,常用于气体的制备。

热滤漏斗用于保温过滤,它是在普通漏斗外面装上一个铜质外壳,外壳与漏斗之间装热水(或加热),使之保温。布氏漏斗是瓷质多孔板漏斗,在减压抽滤时使用;若减压过滤少量物质可用赫氏漏斗或玻璃钉漏斗。砂芯玻璃漏斗用于过滤具有强氧化性或强酸性的物质,但不适用于过滤碱性溶液。

6. 试剂瓶(图 1-6)

广口瓶装固体药品;细口瓶装液体试剂;细口瓶上附有滴管的叫做点滴瓶。凡见光分解的药品应装在棕色试剂瓶中。



图 1-6 试剂瓶

7. 瓷器皿(图 1-7)

坩埚在定量分析中灼烧沉淀及高温处理样品;瓷管(燃烧管)用于高温燃烧法测定碳、氢、硫等元素;常将准确称量的试样置于瓷舟中,在瓷质燃烧管中高温灼

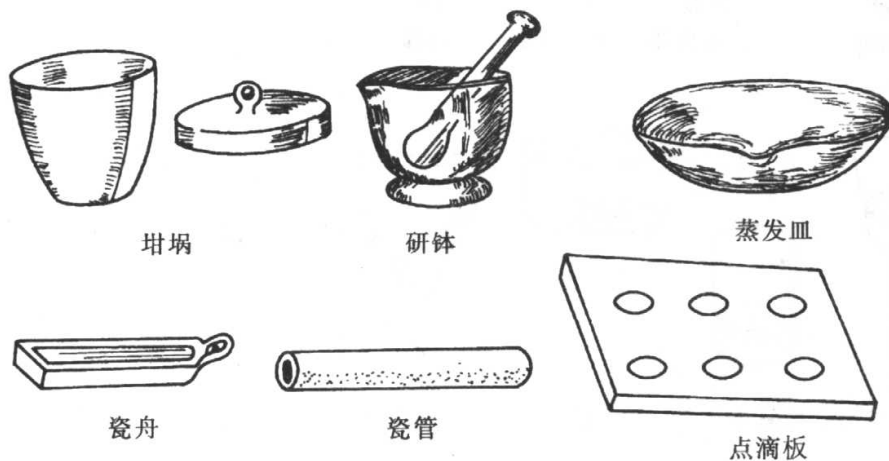


图 1-7 各种瓷器皿

烧;蒸发皿用于蒸发液体;用于点滴试验的叫点滴板,常用于定性点滴试验;研钵用于研磨固体物质。

8. 金属器具(图 1-8)

燃烧勺用于检验物质的可燃性;水浴锅用于间接加热;坩埚夹专用于夹取坩埚及蒸发皿、瓷舟等;三脚架、铁架台、烧瓶夹、万能夹、自由夹、双凹夹等均用于固定容器;螺旋夹、弹簧夹用于夹紧橡皮管。

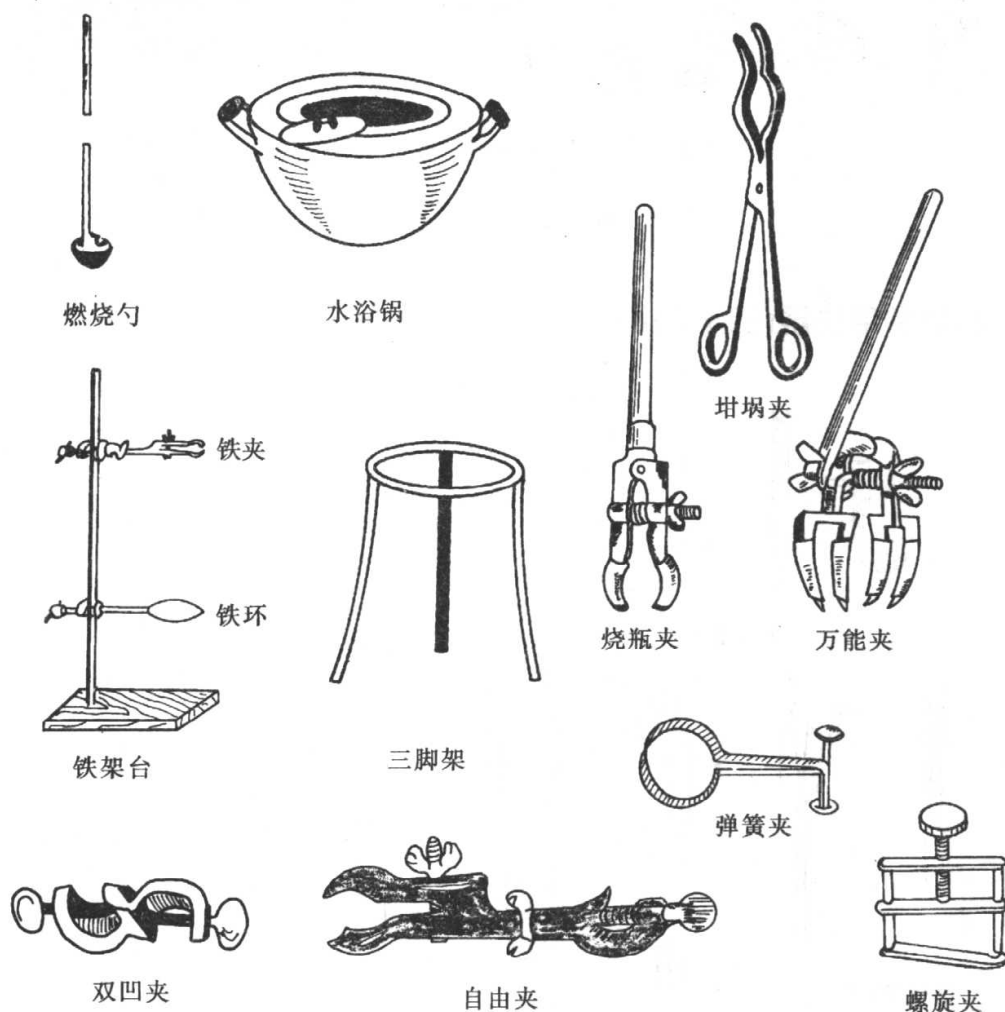
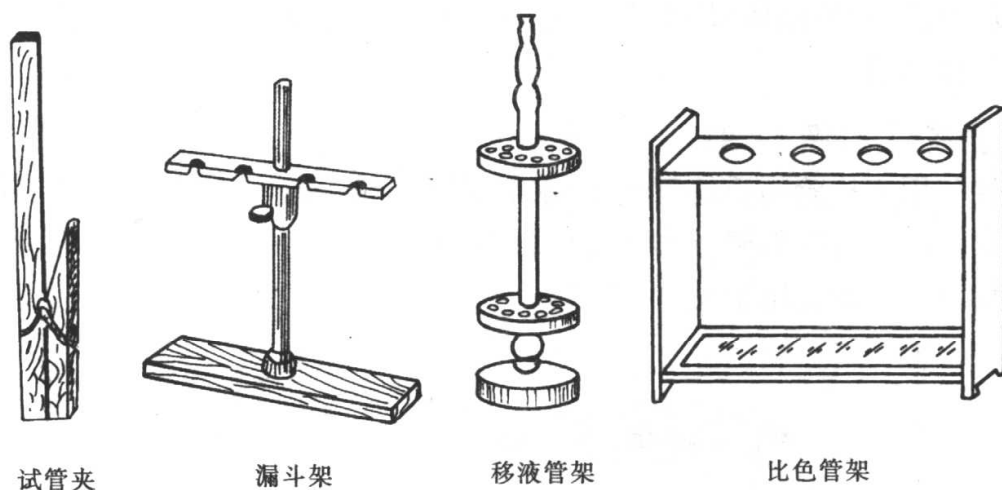


图 1-8 各种常用金属器具

9. 木制器具(图 1-9)

试管夹用于试管加热;漏斗架放置漏斗进行过滤;移液管架专放移液管及吸量管;比色管架供放置比色管及大试管。



试管夹

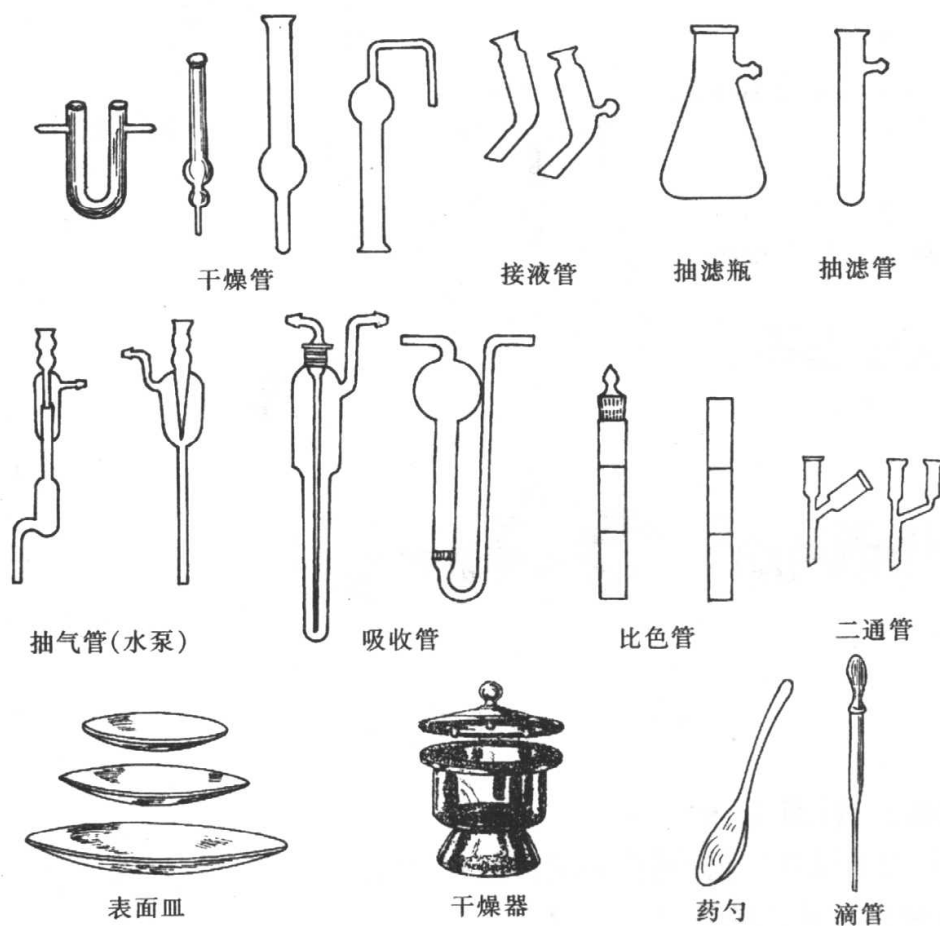
漏斗架

移液管架

比色管架

图 1-9 各种常用木制器具

10. 其他常用仪器(图 1-10)



干燥管

接液管

抽滤瓶

抽滤管

抽气管(水泵)

吸收管

比色管

二通管

表面皿

干燥器

药勺

滴管

图 1-10 其他常用仪器

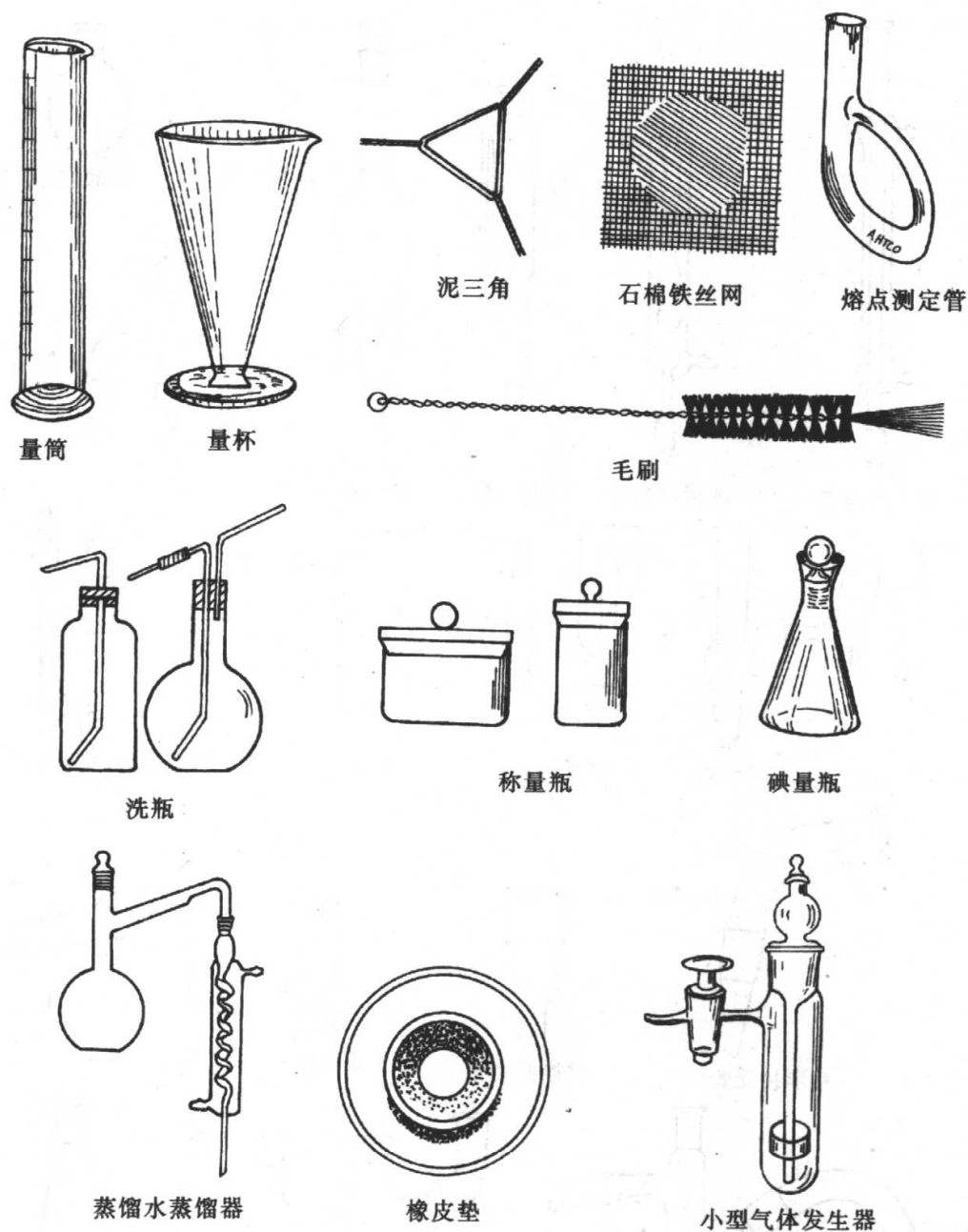


图 1-10(续) 其他常用仪器

(二) 标准磨口仪器

在有机化学实验及有机半微量分析、制备及分离中,常用带有标准磨口的玻璃仪器,总称为标准磨口仪器。常用标准磨口仪器的形状、用途与普通仪器基本相同,只是具有国际通用的标准磨口和磨塞。常用的一些标准磨口仪器见图 1-11。

标准磨口仪器根据容量的大小及用途有不同编号,按磨口最大端直径的毫米