

有机化学实验

YOUJI HUAXUE SHIYAN



支青 高弦 © 主编

有机化学实验

SECOND EDITION



主编 张德明

中国石化出版社
CHINA PETROLEUM PRESS

有机化学实验

支青 高弦◎主编

贵州大学出版社
Guizhou University Press

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验 / 支青, 高弦主编. -- 贵阳: 贵州大学出版社, 2014. 2

ISBN 978-7-81126-672-6

I. ①有… II. ①支… ②高… III. ①有机化学—化学实验 IV. ①062-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2014)第028441号

有机化学实验

编者: 支青 高弦

责任编辑: 徐言

出版发行: 贵州大学出版社

印刷: 贵阳海印印刷有限公司

开本: 787毫米×1092毫米 1/16

印张: 10

字数: 183千

版次: 2014年2月 第1版

印次: 2014年2月 第1次印刷

书号: ISBN 978-7-81126-672-6

定价: 22.00元

版权所有 违权必究

本书若出现印装质量问题, 请与出版社联系调换

电话: 0851-5981027

内容简介

本书是根据全国农业院校有机化学课程教学基本要求编写的普通高等学校教材。全书共分 6 章，分别介绍了有机化学实验的基本知识、基本操作、物理常数的测定、有机化合物的制备、天然产物的提取以及部分有机化合物的性质实验。书后有附录，包括常用酸碱溶液的密度及百分组成、常见有机化合物的物理常数、常见英文缩写以及化学药品的使用与保存等。

本书可供全国高等院校非化学专业不同层次学生使用，也可供相关人员参考。

编写说明

有机化学是高等农业院校一门十分重要的基础课，也是一门实践性非常强的学科。学好有机化学，关键是熟悉有机化合物合成的原理和掌握有机化学的实验操作技术。开设有机化学实验课程，不仅能培养学生的动手能力和科学思维能力，还能提升学生学习有机化学的兴趣。

为了适应现代农业科学和生物科学的发展需要，根据全国农业院校有机化学课程教学基本要求，在确保内容的系统性和完整性的前提下，我们总结多年的实践教学经验，通过与专业结合，精选实验内容，安排循序渐进的实验操作，编写了这本《有机化学实验》教材，以期达到培养学生掌握较全面的实验知识、提高实验操作技能及增加科学素养的目的。

本书包括七个方面的内容：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物理常数的测定；第四章为有机化合物的制备；第五章为天然产物的提取及性质；第六章为有机化合物的性质；最后为附录。鉴于目前高等学校和科研单位普遍使用标准磨口玻璃仪器，很少使用塞子连接的仪器，故本书全部改用标准磨口仪器，只是在适当的地方提一下塞子连接仪器的注意事项。限于篇幅，本书将部分利用率不高的有机化合物的性质实验和有机化合物的元素定性分析实验删去，将不常选用的光化学反应和电化学反应有机合成方面的实验也删掉，每一类化合物的合成实验数目有所减少，采用一般常量制备实验与“小量化”规模实验相结合。另外在满足反应类型多、基本操作全的合成实验要求外，尽量减少使用药品的种类，同时尽量使用便宜易得、对环境污染小的药品。

参加本书编写的是五位长期从事有机化学实验教学的老师，都国栋编写第一章，王华林编写第二章，支青编写第三章、第四章的部分内容、第五章、第六章并负责统稿，刘芸编写第四章部分内容并承担教材部分校阅，高弦编写附录并承担教材部分校阅，另请张前军教授审阅本书。

由于水平和编写时间有限，难免有错误遗漏之处，敬请读者批评指正。

目 录

第一章 有机化学实验的基本知识	1
第一节 实验室安全及事故的预防和处理	1
第二节 有机化学实验常用仪器、设备和应用范围	8
第三节 有机实验常用实验装置	17
第四节 仪器的洗涤和干燥	20
第五节 简单玻工	22
第六节 加热和冷却	25
第七节 实验产率的计算	27
第八节 手册查阅及文献简介	28
 第二章 有机化合物的基本操作	31
第一节 蒸 馏	31
第二节 水蒸气蒸馏	35
第三节 减压蒸馏	39
第四节 分 馏	44
第五节 重结晶及过滤	47
第六节 升 华	51
第七节 萃 取	53
第八节 干燥和干燥剂的使用	57
第九节 色谱法	62

第三章 有机化合物物理常数的测定	71
第一节 沸 点	71
第二节 熔 点	73
第三节 折光率	76
第四节 旋光度	81
第四章 有机化合物的制备	85
第一节 环己烯	85
第二节 溴乙烷	87
第三节 叔丁基氯	88
第四节 乙醇的生物合成	90
第五节 环己酮	93
第六节 己二酸	94
第七节 乙酸乙酯	96
第八节 乙酰水杨酸	98
第九节 甲基橙	100
第十节 硝基苯	102
第十一节 苯 胺	104
第十二节 乙酰苯胺	106
第十三节 对氨基苯磺酰胺	108

第五章 天然产物的提取.....	112
第一节 茶叶中咖啡因的提取.....	112
第二节 黄连素的提取.....	115
第三节 菠菜色素的提取和分离.....	117
第四节 红辣椒中色素的提取和分离.....	121
 第六章 有机化合物的性质实验.....	 124
 附 录.....	 128
一、元素的相对原子质量 (1995).....	128
二、水的蒸气压力表 (0~100℃).....	129
三、常用酸碱溶液的密度及百分组成.....	130
四、常见有机化合物的物理常数.....	131
五、有机化学常见英文缩写.....	141
六、化学药品的使用与保存.....	143

第一章 有机化学实验的基本知识

第一节 实验室安全及事故的预防和处理

在有机化学实验中,经常要使用易燃溶剂(如乙醚、乙醇、丙酮和苯等)、易燃易爆的气体 and 药品(如氢气、乙炔和金属有机试剂等)、有毒药品(如氰化钠、硝基苯、甲醇和某些有机磷化合物等)、有腐蚀性的药品(如氯磺酸、浓硫酸、浓硝酸、浓盐酸、烧碱及溴等)等。这些药品若使用不当,就有可能发生着火、爆炸、烧伤和中毒等事故。此外,玻璃器皿、煤气、电器设备等使用或处理不当也会产生事故。因此,我们必须充分认识到化学实验室是潜在危险的场所,要树立安全第一的思想,认真预习和了解所做实验中用到的物品和仪器的性能、用途、可能出现的问题及预防措施,重视安全隐患,提高警惕,实验时严格遵守操作规程,加强安全措施。只有这样,大多数事故才可能避免。

一、实验时的一般注意事项

1. 实验室安全守则

(1) 实验前应结合实验相关内容认真预习,明确实验的目的、要求,弄清有关实验的基本原理、操作步骤、方法以及安全注意事项,做到心中有数,确保有计划地进行实验。

(2) 实验开始前应检查仪器是否完整无损,装置是否正确稳妥,在征求指导教师同意之后,方可进行实验。实验过程中仪器若有损坏,应立即报告老师,办理登记领手续。

(3) 实验过程中要正确操作,不得擅自离开岗位,要经常注意观察反应进行的情况和装置是否漏气、破损等现象。正确使用各种仪器和药品,仔细观察,认真记录和思考。

(4) 严格遵守实验室各项制度。当进行有可能发生危险的实验时,要根据实验情况

采取必要的安全措施，如戴防护眼镜、面罩或橡皮手套等。

(5) 使用易燃、易爆药品时，应远离火源。实验试剂不得入口。严禁在实验室内吸烟或吃饮食物。实验结束后要细心洗手。

(6) 公用仪器和药品用毕后要及时放回原处。废物、废液、火柴梗等应倒入废物缸或其他规定的回收容器内，严禁乱扔乱丢，不准倒入水槽内，以免水槽和下水道堵塞和腐蚀。

(7) 实验结束时，要把所用仪器清洗干净，放置整齐，并将实验台面、水槽和实验室地面清理整洁。离开实验室前要检查煤气、自来水、电以及门窗是否关好，报告指导老师，指导老师允许后方可离开实验室。

(8) 熟悉安全用具，如灭火器材、砂箱以及急救药箱的放置地点和使用方法，并要妥善爱护。安全用具和急救药箱不准移作他用。

2. 危险药品的使用规则

(1) 易燃、易爆和腐蚀性药品的使用规则

① 绝不允许把各种化学药品任意混合，以免发生意外事故。

② 使用氢气时，要严禁烟火，点燃氢气前，必须检验氢气的纯度。进行有大量氢气产生的实验时，应把废气通向室外，并需注意室内的通风。

③ 可燃性试剂不能用明火加热，必须用水浴、油浴、沙浴或可调电压的电热套加热。使用和处理可燃性试剂时，必须在没有火源和通风的实验室中进行，试剂用毕要立即盖紧瓶塞。

④ 钾、钠和白磷等暴露在空气中易燃烧，所以，钾、钠应保存在煤油（或石蜡油）中，白磷可保存在水中。取用时要用镊子。

⑤ 取用酸、碱等腐蚀性试剂时，应特别小心，不要洒出。废酸应倒入废酸缸中，但不要往废酸缸中倾倒废碱，以免因酸碱中和放出大量的热而发生危险。浓氨水具有强烈的刺激性气味，人一旦吸入较多氨气时，可能导致头晕或晕厥；若氨水进入眼内，严重时可能造成失明。所以，在热天取用氨水时，最好先用冷水浸泡氨水瓶，使其降温后再开瓶取用。

⑥ 对某些强氧化剂（如氯酸钾、硝酸钾、高锰酸钾等）或其混合物，不能研磨，否则将引起爆炸。银氨溶液不能留存，因其久置后会生成氮化银而引起爆炸。

(2) 有毒、有害药品的使用规则

① 有毒药品（如铅盐、砷的化合物、汞的化合物、氰化物和重铬酸钾等）不得进入口内或接触伤口，也不得随便倒入下水道。

② 金属汞易挥发，并能通过呼吸道而进入体内，会逐渐积累而造成慢性中毒，所以在取用时特别小心，不得把汞洒落在桌上或地上。一旦洒落，必须尽可能收集起来，并用硫磺粉盖在洒落汞的地方，使汞变成不挥发的硫化汞，然后再除尽。

③ 制备和使用具有刺激性、恶臭和有害气体（如硫化氢、氯气、光气、一氧化碳、二氧化硫等）及加热蒸发浓盐酸、硝酸、硫酸等时，应在通风橱内进行。

④ 对某些有机溶剂（如苯、甲醇、硫酸二甲酯等）使用时应特别注意，因为这些有机溶剂均为脂溶性液体，不仅对皮肤及黏膜有刺激性作用，而且对神经系统也有损伤。生物碱大多具有强烈毒性，皮肤亦可吸收，少量即可导致中毒甚至死亡。因此，使用这些试剂时均需穿上工作服、戴上手套和口罩。

二、火灾、爆炸、中毒及触电事故的预防

1. 防火

实验操作要规范，实验装置要正确，对易燃、易爆、易挥发的实验药品要远离明火，不可随意丢弃，实验后应专门回收。若一旦发生火灾，应先切断电源、煤气，移去易燃易爆试剂，再采取其他适当方法灭火，如灭火器、石棉网或黄沙覆盖、或用水冲等。

(1) 防火的基本原则是使火源远离易燃溶剂，尽量不用明火直接加热。数量较多的易燃有机溶剂应放在危险药品橱内，而不存放在实验室内。

回流或蒸馏液体时应放沸石，以防溶液因过热暴沸而冲出。若在加热后发现未放沸石，则应停止加热，待稍冷后再放，否则在过热溶液中加入沸石会导致液体突然沸腾，冲出瓶外而引起火灾。不要用火焰直接加热烧瓶，而应根据液体沸点高低使用石棉网、油浴、水浴或电热帽（套）。冷凝水要保持畅通，若冷凝管忘记通水，大量蒸气来不及冷凝而逸出，也易造成火灾。在反应中添加或转移易燃有机溶剂时，应暂时熄火或远离火源，切勿用敞口容器存放、加热或蒸除有机溶剂。因事离开实验室时，一定要关闭自来水和热源。

(2) 使用易燃、易爆气体（如氢气、乙炔等）时要保持室内空气畅通，严禁明火，并应防止如由于敲击、鞋钉摩擦、静电摩擦、马达炭刷或电器开关等所产生的火花。易燃气体爆炸极限见附录六。

(3) 煤气开关应经常检查，并保持完好。煤气灯及其橡皮管在使用时亦应仔细检查。

发现漏气应立即熄灭火源，打开窗户，用肥皂水检查漏气地方。若不能自行解决时，应报告指导老师，马上抢修。

2. 防爆

(1) 易燃有机溶剂（特别是低沸点易燃溶剂）在室温时具有较大的蒸气压。空气中混杂易燃有机溶剂的蒸气达到某一极限时，遇有明火易发生燃烧爆炸。而且，有机溶剂蒸气都比空气的密度大，会沿着桌面或地面飘移至较远处，或沉积在低洼处。因此，切勿将易燃溶剂倒入废物缸中。量取易燃溶剂应远离火源，最好在通风橱中进行。蒸馏易燃溶剂（特别是低沸点易燃溶剂）的装置，要防止漏气，接收器支管应与橡皮管相连，使余气通往水槽或室外。

(2) 常压操作时，应使全套装置有一定的地方通向大气，切勿造成密闭体系。减压蒸馏时，要用圆底烧瓶或抽滤瓶作接收器，不可用锥形瓶，否则可能发生炸裂。加压操作时（如高压釜、封管等），要有一定的防护措施，并时刻留意釜内压力有无超过安全负荷，选用封管的玻璃厚度是否适当、管壁是否均匀。

(3) 有些有机化合物遇氧化剂时会发生猛烈爆炸或燃烧，操作时应特别小心。存放药品时，应将氯酸钾、过氧化物、浓硝酸等强氧化剂和有机药品分开存放。

(4) 开启贮有挥发性液体的瓶塞和安瓿时，必须先充分冷却，然后开启（开启安瓿时需布包裹），开启时瓶口必须指向无人处，以免由于液体喷溅而招致伤害。如遇瓶塞不易开启时，必须注意瓶内贮物的性质，切不可贸然用火加热或乱敲瓶塞等。

(5) 有些实验可能生成有危险性的化合物，操作时需特别小心。有些类型的化合物具有爆炸性，如叠氮化物、干燥的重氮盐、硝酸酯、多硝基化合物等，使用时须严格遵守操作规程，防止蒸干溶剂或震动。有些有机化合物如醚或共轭烯烃，久置后会生成易爆炸的过氧化物，须特殊处理后才能应用。

3. 防中毒

绝大多数有机实验试剂都有不同程度的毒性，对有刺激性或者产生有毒气体的实验，应尽量安排在通风橱或有排风系统的环境中进行，或采用气体吸收装置。有毒或有较强腐蚀性的药品应严格按照有关操作规程进行，不能用手直接拿取或接触这类化学药品，更不得入口或接触伤口，亦不可随便倒入下水道。

实验中若发现有头晕、头痛等中毒症状，应立即转移到空气新鲜的地方休息，严重

者应送医院。

当使用有毒药品时，应认真操作，妥善保管，不许乱放，做到用多少，领多少。实验中所用的剧毒物质应有专人负责收发，并向使用者提出必须遵守的操作规程。实验后的有毒残渣，必须作妥善而有效的处理，不准乱丢。

有些有毒物质会渗入皮肤，因此在接触固体或液体有毒物质时，必须戴橡皮手套，操作后立即洗手。切勿让有毒物质沾及五官或伤口。例如氰化物沾及伤口后就随血液循环至全身，严重者会中毒死亡。

4. 防化学灼伤

强酸、强碱和溴等化学药品接触皮肤均可引起灼伤，使用时应格外小心。一旦发生这类情况应立即用大量水冲洗，再用如下方法处理：

酸灼伤：眼睛灼伤用 1%NaHCO₃ 溶液清洗；皮肤灼伤用 5%NaHCO₃ 溶液清洗。

碱灼伤：眼睛灼伤用 1% 硼酸溶液清洗；皮肤灼伤用 1%~2% 醋酸溶液清洗。

溴灼伤：立即用酒精洗涤，再涂上甘油，或敷上烫伤油膏。

灼伤较严重者经急救后速送医院治疗。

5. 防割伤和烫伤

在玻璃仪器的使用和玻璃工的操作中，常因操作或使用不当而发生割伤和烫伤。若发生此类情况，可用如下方法处理：

(1) 割伤。先要取出玻璃片，用蒸馏水或双氧水清洗伤口，涂上红药水，再用纱布包扎；若伤口严重，应在伤口上方用纱布扎紧，急送医院。

(2) 烫伤。轻者涂烫伤膏，重者涂烫伤膏后，立即送医院。

6. 防触电

使用电器时，应防止人体与电器导电部分直接接触，不能用湿手或手握湿物接触电插头。为了防止触电，装置和设备的金属外壳等都应连接地线。实验完毕后先切断电源，再将连接电源的插头拔下。

三、事故的处理和急救

1. 火灾

一旦发生了火灾，应保持沉着镇静，不必惊慌失措，并立即采取各种相应措施，以减少事故损失。首先，应立即熄灭附近所有火源（关闭煤气），切断电源，并移开附近的易燃物质。其次，少量溶剂（几毫升，周围无其他易燃物）着火，可任其烧完。最后，锥形瓶内溶剂着火可用石棉网或湿布盖灭。

一般情况下，小火可用湿布或黄沙盖灭，火势较大时，应根据具体情况采用下列灭火器材：

四氯化碳灭火器：用以扑灭电器内或电器附近之火，但不能在狭小和通风不良的实验室中应用，因为四氯化碳在高温时会生成剧毒的光气。此外，四氯化碳和金属钠接触时会发生爆炸。使用时只需连续抽动唧筒，四氯化碳即会由喷嘴喷出。

二氧化碳灭火器：是有机实验室中最常用的一种灭火器，它的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。用以扑灭有机物及电器设备的火灾。使用时应注意，一手提灭火器，一手握在喷二氧化碳喇叭筒的把手上。因喷出的二氧化碳压力骤然降低，温度也骤降，手若握在喇叭筒上易发生冻伤。

泡沫灭火器：内部分别装有含发泡剂的碳酸氢钠溶液和硫酸铝溶液，使用时将筒身颠倒，两种溶液即反应生成硫酸氢钠、氢氧化铝及大量二氧化碳，灭火器筒内压力突然增大，大量二氧化碳泡沫喷出。非大火通常不用泡沫灭火器，因后续处理较麻烦。

无论用何种灭火器，皆应从火的四周开始向中心扑灭；油浴和有机溶剂着火时，绝对不能用水浇，因为这样反而会使火焰蔓延开来。若衣服着火，切勿奔跑，用厚的外衣包裹使其熄灭。较严重者应躺在地上（以免火焰烧向头部）用防火毯紧紧包住，直至火灭，或打开附近的自来水开关用水冲淋熄灭。烧伤严重者应急送医院治疗。

2. 割伤

有机化学实验经常用到玻璃仪器，在仪器的连接部位不能强行施压，以免造成割伤。

(1) 需要用玻璃管和塞子连接装置时，用力处不要离塞子太远，正确操作如图 1-1(a) 和 (b) 所示。图 1-1(c) 和 (d) 的操作是不正确的。尤其是插入温度计时，要特别小心。

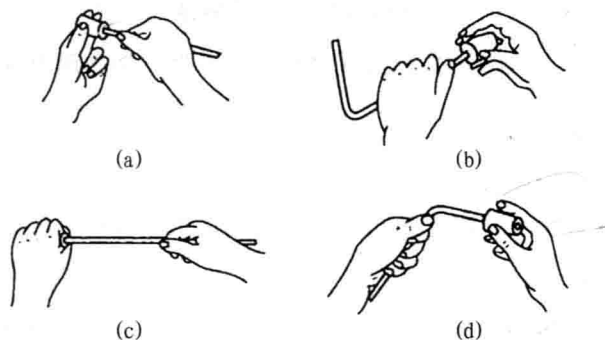


图1-1 玻璃管与塞子连接时的操作方法

(2) 新割断的玻璃管断口处特别锋利，使用时，要将断口处用火烧至熔化，使其呈圆滑状。

发生割伤后，应将伤口处的玻璃碎片取出，再用生理盐水将伤口洗净，涂上红药水，用纱布包好伤口。若割破静（动）脉血管，流血不止时，应先止血。具体方法是：在伤口上方约 5~10cm 处用绷带扎紧或用双手掐住，然后再进行处理或送往医院。取出伤口中的玻璃或固体物，用蒸馏水洗后涂上红药水，用绷带扎住或敷上创可贴药膏。大伤口则应先按紧主血管以防止大量出血，急送医院治疗。

3. 烫伤

轻伤涂抹玉树油或鞣酸油膏；重伤则涂抹烫伤油膏后送医院。

4. 试剂灼伤

酸：立即用大量水清洗，再以 3%~5% 碳酸氢钠溶液清洗，最后用水清洗，干后涂烫伤油膏，严重时要消毒。

碱：立即用大量水清洗，再以 1%~2% 硼酸液清洗，最后用水清洗。严重时要消毒。

溴：立即用大量水清洗，再用酒精擦至无溴液存在为止，然后涂上甘油或烫伤油膏。

钠：可见的小块用镊子移去，其余与碱灼伤处理相同。

5. 试剂或异物溅入眼内

任何情况下都要先洗涤，急救后送医院。

酸：用大量水清洗，再用 1% 碳酸氢钠溶液清洗。

碱：用大量水清洗，再用 1% 硼酸溶液清洗。

溴：用大量水清洗，再用 1% 碳酸氢钠溶液清洗。

玻璃：用镊子移去碎玻璃，或在盆中用水清洗，切勿用手揉动。

6. 中毒

溅入口中尚未咽下者应立即吐出，再用大量水冲洗口腔。如已吞下，应根据毒物性质给以解毒剂，并立即送医院。

腐蚀性毒物：对于强酸，先饮大量水，然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白；对于强碱，也应先饮大量水，然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白。不论酸或碱中毒皆再灌注牛奶，不要吃呕吐剂。

刺激剂及神经性毒物：先服用牛奶或鸡蛋白使之立即冲淡和缓解，再用一大匙硫酸镁（约 30g）溶于一杯水中催吐。有时也可用手指伸入喉部促使呕吐，然后立即送医院。

吸入气体中毒者，将中毒者移至室外，解开衣领及纽扣。吸入少量氯气或溴者，可用碳酸氢钠溶液漱口。

为处理事故需要，实验室应备有急救箱，内置以下一些物品：

(1) 绷带、纱布、脱脂棉花、橡皮膏、医用镊子、剪刀等；

(2) 凡士林、创可贴、玉树油或鞣酸油膏、烫伤油膏及消毒剂等；

(3) 醋酸溶液（2%）、硼酸溶液（1%）、碳酸氢钠溶液（1% 及饱和）、医用酒精、甘油、红汞、龙胆紫等。

第二节 有机化学实验常用仪器、设备和应用范围

进行有机化学实验时，所用的器具有玻璃仪器、金属用具、电学仪器及一些其他设备，在使用时，有的公用、有的由个人保管使用，在此主要介绍常用仪器。

一、玻璃仪器

1. 常用的标准磨口仪器

在有机化学实验中，使用较多的是带有标准磨口的玻璃仪器，通过磨口组装仪器，安装简便、规范且气密性好。