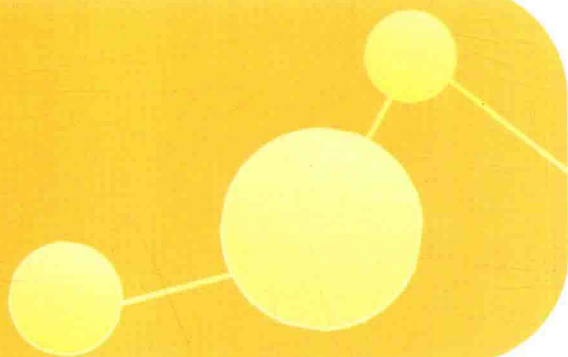




普通高等教育农业部“十二五”规划教材
全国高等农林院校“十二五”规划教材



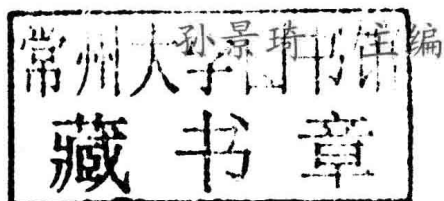
有机化学实验

孙景琦◎主编

 中国农业出版社

普通高等教育农业部“十二五”规划教材
全国高等农林院校“十二五”规划教材

有机化学实验



图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验/孙景琦主编. —北京: 中国农业出版社, 2014. 8 (2017. 1重印)

ISBN 978-7-109-19197-6

I. ①有… II. ①孙… III. ①有机化学-化学实验
IV. ①O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2014) 第 132347 号

中国农业出版社出版

(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)

(邮政编码 100125)

策划编辑 曾丹霞

文字编辑 曾丹霞

三河市君旺印务有限公司印刷 新华书店北京发行所发行

2014 年 8 月第 1 版 2017 年 1 月河北第 3 次印刷

开本: 720mm×960mm 1/16 印张: 12

字数: 205 千字

定价: 21.50 元

(凡本版图书出现印刷、装订错误, 请向出版社发行部调换)

内容提要

□□□□□□□□□□□□□□

本书是普通高等教育农业部“十二五”规划教材和全国高等农林院校“十二五”规划教材《有机化学》的配套教材。

全书共 6 章：第 1 章有机化学实验的基础知识；第 2 章有机化学实验的基本操作；第 3 章有机化合物的性质实验；第 4 章有机化合物的合成；第 5 章天然有机化合物的提取和分离；第 6 章设计性实验。书后附有附录。

本书对主要实验的实验原理和实验步骤进行了详细叙述，对实验中的难点与关键步骤有较详尽的注释，每个实验后均有思考题，供学生实验中参考。通过本教材所列实验项目的训练，可使学生全面系统地了解有机化学实验的基本知识，掌握有机化学实验技能，培养学生实事求是的科学态度，良好的科学素养和分析问题、解决问题的能力。

本书可作为高等农林院校本科各相关专业的有机化学实验教材，也可供专科各相关专业选做实验教材或从事有机化学实验的人员作为参考。

主 编 孙景琦

副主编 盛显良

参 编 (按姓名笔画排序)

王丽荣 安丽平

刘娜仁 张晓涛

前言

PREFACE

本书是普通高等教育农业部“十二五”规划教材和全国高等农林院校“十二五”规划教材。

有机化学实验是有机化学课程的重要组成部分，既要配合理论教学，又要有相对的独立性和系统性。为了使 学生掌握有机化学实验的基本知识和基本技能，加深对有机化学基本概念与理论的理解，培养学生正确选择有机化合物的合成、分离与鉴定的方法以及分析和解决实验问题的能力，培养学生的实验科学素养，我们在多年有机化学实验教学的基础上，根据全国高等农林院校有机化学实验教学大纲的要求，并配合普通高等教育农业部“十二五”规划教材和全国高等农林院校“十二五”规划教材《有机化学》编写了本实验教材，以满足有机化学实验教学的需要。本教材可作为高等农林院校各相关专业的有机化学实验教材。

全书共由 6 章内容组成：第 1 章有机化学实验的基础知识；第 2 章有机化学实验的基本操作；第 3 章有机化合物的性质实验；第 4 章有机化合物的合成；第 5 章天然有机化合物的提取和分离；第 6 章设计性实验。最后为附录。其中第 2 章有机化学实验的基本操作所占的篇幅较多，介绍了有机化学实验中的主要操作技术，大部分的项目安排了实验内容，而有些项目只做知识性介绍。使用时可根据实际情况将基本操作独立进行训练，或者采取基本操作与合成实验或天然产物的分离提纯实验相结合的方式。全书各实验内容中较为详细地叙述了实验原理、实验步骤和注意事项，对实验中的难点与关键步骤进行了较详尽的注释，每个实验后均有思考题，供学生实验

中参考,使学生加深对实验原理和实验操作的理解并在实验的基础上有所提高。

参加本书编写工作的有:安丽平(第1章、第6章)、刘娜仁(第2章2.1~2.6、附录)、王丽荣(第2章2.7~2.13、第5章5.2~5.5)、孙景琦(第2章2.14~2.16)、盛显良(第2章2.17~2.23、第4章4.5~4.13)、张晓涛(第3章、第4章4.1~4.4、第5章5.1)。

由于时间仓促和编者的水平有限,书中不妥之处在所难免,敬请读者批评指正。

编 者

2014年4月

目 录

CONTENTS

前言

1 有机化学实验的基础知识	1
1.1 有机化学实验的目的和要求	1
1.2 实验室的安全规则和安全知识	2
1.3 有机化学实验常用的玻璃仪器	7
1.4 有机化学实验常用的设备	12
1.5 实验预习、记录和报告	16
1.6 有机化学文献简介	18
2 有机化学实验的基本操作	21
2.1 简单玻璃工操作	21
2.2 干燥和干燥剂	23
2.3 加热和冷却	25
2.4 搅拌和振荡	27
2.5 常压蒸馏	28
2.6 分馏	30
2.7 水蒸气蒸馏	33
2.8 减压蒸馏	36
2.9 回流	40
2.10 重结晶和过滤	42
2.11 萃取	47
2.12 升华	51
2.13 薄层色谱	53
2.14 柱色谱	56
2.15 纸色谱	57

2.16	气相色谱	60
2.17	熔点的测定	63
2.18	沸点的测定	71
2.19	液体化合物折射率的测定	73
2.20	旋光度的测定	77
2.21	紫外—可见吸收光谱	83
2.22	红外光谱	87
2.23	分子模型实验	91
3	有机化合物的性质实验	98
3.1	烃及卤代烃的性质	98
3.2	醇、酚、醛、酮的性质	101
3.3	羧酸、取代酸和羧酸衍生物的性质	105
3.4	胺和酰胺的性质	108
3.5	糖类化合物的性质	112
3.6	氨基酸和蛋白质的性质	116
4	有机化合物的合成	121
4.1	环己烯的合成	121
4.2	溴乙烷的合成	123
4.3	正丁醚的合成	126
4.4	苯乙酮的合成	128
4.5	苯亚甲基苯乙酮的合成	130
4.6	苯甲醇和苯甲酸的合成	132
4.7	肉桂酸的合成	134
4.8	己二酸的合成	136
4.9	乙酸异戊酯的合成	138
4.10	乙酰水杨酸的合成	140
4.11	乙酰苯胺的合成	142
4.12	甲基橙的合成	144
4.13	绝对乙醇的制备	147
5	天然有机化合物的提取和分离	150
5.1	油脂的提取和性质	151

5.2 麻黄碱的提取和鉴定	154
5.3 牛奶中酪蛋白、乳糖和脂肪的分离	156
5.4 茶叶中咖啡因的提取	159
5.5 菠菜中色素的提取和分离	162
6 设计性实验	166
6.1 乙酰二茂铁的制备	166
6.2 醇、酚、醛、酮、羧酸未知物的鉴定	169
6.3 苯甲酸的制备	169
6.4 信筒子醌的提取与精制	170
附录	172
附录 1 有机化学实验常用名词术语英汉对照表	172
附录 2 常见元素的相对原子质量	173
附录 3 常用有机溶剂的沸点及相对密度	173
附录 4 常用试剂的配制	173
附录 5 常见有机化合物的纯化	175
主要参考文献	178



有机化学实验的基础知识

1.1 有机化学实验的目的和要求

有机化学实验是一门实验课程，它是有机化学的重要组成部分，其教学任务，不仅是让学生验证、巩固和加深理解课堂所学的基础理论知识，更重要的是培养学生的实验操作能力、综合分析问题和解决问题的能力以及学生自主设计实验的能力，使学生养成严肃认真、实事求是的科学态度和严谨的工作作风。

本课程的主要目的如下：

(1)使学生通过实验的第一手材料学习有机化学，加深对课堂上所学有机化学的基本理论和反应的理解，增强运用所学理论解决实际问题的能力。

(2)通过对有关实验的反复训练，使学生能够正确掌握有机化学实验的基本操作技能，达到熟练和运用自如。学会正确选择有机化合物的合成、分离提纯及分析鉴定的方法。

(3)培养学生严谨的科学态度和良好的科学素养，养成良好的实验室工作习惯，使学生掌握规范的实验操作，同时引导学生注意观察实验现象和解释实验现象，初步具有独立进行实验的能力，为后续课程的学习及研究工作的开展和参加实际工作奠定良好的基础。

做好有机化学实验，应遵守以下几个步骤：

(1)预习 实验前应认真阅读实验教材和教科书相关内容，明确实验目的，了解实验原理、内容、步骤和注意事项，做到心中有数。

(2)指导教师讲解 每次实验学生动手前，指导教师讲解实验难点和注意事项，通过提问的方式引导学生深入思考与实验现象有关的一些问题，着力培养学生观察实验现象、综合考虑问题的能力，使学生学会分析和解决问题的方法。要求学生真实记录所观察到的实验现象和所获取的实验数据。实验结束后经教师检查并签名，实验及其原始记录才有效。

(3)实验 认真操作，细心观察，如实记录实验现象；如遇到异常现象，应仔细找出原因，并始终保持环境安静、整洁。

(4)总结 认真写好实验报告,简明解释实验现象,正确处理实验数据,写出有关反应方程式,得出正确结论。

1.2 实验室的安全规则和安全知识

有机化学实验除了实验中经常使用易燃、易爆、有毒和腐蚀性的药品以及易碎的玻璃仪器外,反应产生的副产物和性质尚不清楚的产物也存在较高的危险性。如果操作不当,有可能发生着火、爆炸、割伤、烧伤或中毒等事故。但是只要采取适当的防护措施,严格遵守操作规程,这些事故就可以不发生或少发生,即使发生事故,也能够及时得到妥善处理。因此,所有参与实验的人员都要掌握必要的安全常识并在实验过程中随时保持警惕,对实验室内的异常现象(包括声音、气味等)要保持警觉,及时查明原因并正确处理。

进入实验室要做好个人的防护,建议穿白色实验服,便于及时发现沾上的药品,更好地起到保护作用。实验进行时应经常注意仪器有无漏气、碎裂,反应进行是否正常,蒸馏、回流和加热用仪器,一定要和大气接通。凡可能发生危险的实验,应采取必要的防护措施,在操作时应戴防护眼镜、面罩和手套等。

熟悉消防器材如石棉布、沙箱、灭火器以及急救箱的放置地点和使用方法。

另外更重要的是要熟悉有机化学实验室的安全知识,这样才能预防可能会发生的事故。

1.2.1 安全用电常识

违章用电常常可能造成人身伤亡、火灾、损坏仪器设备等严重事故。有机化学实验室使用电器较多,特别要注意安全用电。表 1.1 列出了 50 Hz 交流电通过人体的反应情况。

表 1.1 不同电流时的人体反应

电流/mA	1~10	10~25	25~100	100 以上
人体反应	麻木感	肌肉强烈收缩	呼吸困难甚至 停止呼吸	心脏心室纤维性 颤动,死亡

为了保障人身安全,一定要遵守实验室安全规则。

(1)预防触电 在实验室中,注意不用潮湿的手接触电器。电源裸露部分

应有绝缘装置(如电线接头处应裹上绝缘胶布)。所有电器的金属外壳都应保护接地。实验时,应先连接好电路后再接通电源。实验结束时,先切断电源再拆实验仪器。如有人触电,应迅速切断电源,然后进行抢救。

(2)预防引起火灾 使用的保险丝要与实验室允许的用电量相符。电线的安全通电量应大于用电功率。室内若有氢气、煤气等易燃易爆气体,应避免产生电火花。继电器工作和开关电闸时,易产生电火花,要特别小心。电器接触点(如电插头)接触不良时,应及时修理或更换。

(3)预防短路 电线、电器不要被水淋湿或浸在导电液体中,如实验室加热用的电热套不要洒上试剂。

(4)电器仪表的安全使用 在使用前,先了解电器仪表要求使用的电源是交流电源还是直流电源,须弄清电器功率是否符合要求及直流电器仪表的正、负极。在电器仪表使用过程中,如发现有不正常声响,局部升温或嗅到绝缘漆过热产生的焦味,应立即切断电源,并报告教师进行检查。

1.2.2 使用化学药品的安全防护

(1)防毒 化学试剂大多具有毒性,可引起急性或慢性中毒。产生中毒的主要原因是皮肤或呼吸道接触有毒试剂。为了防止中毒,除了保持室内良好通风,勤洗手外,还要注意下列几点:实验前,应了解所用药品的毒性及防护措施,称量任何化学试剂都应使用药勺等工具移取,不得用手直接接触,更不能触及伤口。

(2)防爆 在实验时也可能发生爆炸事故,应引起高度重视。可燃气体与空气混合,当两者比例达到爆炸极限时,受到热源(如电火花)的诱发,就会引起爆炸。一些气体的爆炸极限见表 1.2。

表 1.2 与空气相混合的某些气体的爆炸极限(20℃, 1.01325×10^5 Pa)

气体	爆炸高限 体积分数/%	爆炸低限 体积分数/%	气体	爆炸高限 体积分数/%	爆炸低限 体积分数/%
氢	74.2	4.0	醋酸	—	4.1
乙烯	28.6	2.8	乙酸乙酯	11.4	2.2
乙炔	80.0	2.5	一氧化碳	74.2	12.5
苯	7.1	1.4	水煤气	72.0	7.0
乙醇	19.0	3.3	煤气	32.0	5.3
乙醚	36.5	1.9	氨	27.0	15.0
丙酮	12.8	2.6			

为杜绝事故,应注意下列几点:使用易燃易爆物(如乙炔、氢气、过氧化物、重氮盐等)或遇水易爆炸的物质(如钠、钾等),应严格按操作规程进行;浓硝酸、高氯酸和过氧化氢等氧化剂与有机物接触,极易引起爆炸,使用时应特别小心;有的放热反应过于猛烈,生成大量气体,可能引起爆炸,所以应根据不同情况,采取控制加料速度、冷冻或防护措施(如戴防护面罩等);常压蒸馏或加热回流时,切勿在封闭系统内进行,并经常检查仪器各部分有无堵塞现象;减压蒸馏时,不得使用受压不均的仪器(如锥形瓶等),必要时要戴上防护面罩。

(3)防火 许多有机溶剂如乙醚、丙酮、乙醇、苯等非常容易燃烧,大量使用时室内不能有明火、电火花或静电放电。实验室内不可存放过多这类药品,用后还要及时回收处理,不可倒入下水道,以免聚集引起火灾。有些物质如磷、钠、钾、电石及金属氢化物等,在空气中易氧化自燃。还有一些金属如铁、锌、铝等粉末,比表面积大,也易在空气中氧化自燃,这些物质要隔绝空气保存,使用时要特别小心。

(4)防灼伤 有机化学实验室经常会进行加热的实验,注意不要接触灼热的物品,以免烫伤。

另外,强酸、强碱、强氧化剂、溴、磷、钠、钾、苯酚、冰醋酸等都会腐蚀皮肤,特别要防止溅入眼内。液氧、液氮等低温物质也会严重灼伤皮肤,使用时要小心。一旦灼伤应及时治疗。

1.2.3 汞的安全使用

汞中毒分急性和慢性两种。急性中毒多为高汞盐(如 HgCl_2) 入口所致, $0.1 \sim 0.3 \text{ g}$ 即可致死。吸入汞蒸气会引起慢性中毒,症状有食欲不振、恶心、便秘、贫血、骨骼和关节疼、精神衰弱等。汞蒸气的最大安全浓度为 $0.1 \text{ mg} \cdot \text{m}^{-3}$, 而 20°C 时汞的饱和蒸气压为 0.16 Pa , 超过安全浓度 100 倍。所以使用汞必须严格遵守安全用汞操作规定。

(1)不要让汞直接暴露于空气中,盛汞的容器应在汞面上加盖一层水。

(2)装汞的仪器下面一律放置浅瓷盘,防止汞滴散落到桌面上和地面上。

(3)一切转移汞的操作,都应在浅瓷盘内进行(盘内装水)。

(4)实验前要检查装汞的仪器是否放置稳固。橡皮管或塑料管连接处要缚牢。

(5)若有汞掉落在桌面上或地面上,先用吸汞管尽可能将汞珠收集起来,然后用硫黄盖在汞溅落的地方,并摩擦使之生成 HgS 。也可用 KMnO_4 溶液使

其氧化。

(6) 擦过汞或汞齐的滤纸或布必须放在有水的瓷缸内。

(7) 盛汞器皿和有汞的仪器应远离热源, 严禁把有汞仪器放进烘箱。

(8) 手上若有伤口, 切勿接触汞。

1.2.4 高压钢瓶的使用及注意事项

在有机化学实验中, 有时会用到气体来作为反应物, 如氢气、氧气等; 也会用到气体作为保护气, 如氮气、氩气等; 有时会用到气体来作为燃料, 如煤气、液化气等。所有这些气体都需要装在特制的容器中, 一般使用的是压缩气体钢瓶。将气体以较高压力贮存在钢瓶中, 既便于运输又可以在一般实验室里随时用到非常纯净的气体。由于钢瓶里装的是高压的压缩气体, 因此在使用时必须注意安全, 否则将会十分危险。有机化学实验室里常用的压缩气体压强一般接近 2.0265×10^7 Pa。整个钢瓶的瓶体是非常结实的, 而最易损坏的应该是安装在钢瓶出气口的排气阀, 一旦排气阀被损坏, 后果将不堪设想, 因此为安全起见, 都要在排气阀上装一个罩子。除此之外, 这些压缩气体钢瓶应远离火源和有腐蚀性的物质, 如酸、碱等。

如何正确识别钢瓶所装的气体种类, 也是一件相当重要的事情。虽然所有的气体钢瓶外面都会贴有标签来说明瓶内所装气体的种类及纯度, 但是这些标签往往会被损坏或腐蚀。为保险起见, 所有的压缩气体钢瓶都会依据一定的标准根据所装的气体被涂成不同的颜色, 表 1.3 是我国气体钢瓶常用的颜色标记。

表 1.3 我国气体钢瓶常用的标记

气体类别	瓶身颜色	标字颜色	字样	气体类别	瓶身颜色	标字颜色	字样
氮气	黑	黄	氮	氯	草绿	白	氯
氧气	天蓝	黑	氧	乙炔	白	红	乙炔
氢气	深绿	红	氢	氟氯烷	铝白	黑	氟氯烷
压缩空气	黑	白	压缩空气	石油气体	灰	红	石油气
二氧化碳	黑	黄	二氧化碳	粗氩气体	黑	白	粗氩
氨	棕	白	氨	纯氩气体	灰	绿	纯氩
液氨	黄	黑	氨				

1.2.5 事故的处理

实验中如果按照操作规程操作,多数事故是可以预防的。如果操作不慎,造成实验事故,切不要惊慌,只要采取正确的处理方法,是可以防止事故扩大的。下面介绍一下实验室经常用到的一些事故的处理方法。

(1)割伤是实验中最常见的事故之一。为了避免割伤应注意以下几点:玻璃管或玻璃棒折断时不能用力过猛,以防破碎。截断后断面锋利,应在小火上烧熔使之变圆滑;将玻璃管或温度计插入塞子或橡皮管中时,应先检查塞孔大小是否合适,再涂点水或甘油润滑后,用布裹住逐渐旋转而入,同时拿玻璃管的手应靠近塞子,否则易使玻璃管折断,引起严重割伤;打扫桌面上碎玻璃及毛细管时,要小心以避免划伤。发生割伤事故要及时处理,取出伤口内的玻璃碴,用水洗净伤口,用创可贴贴紧或涂以碘酒消毒后包扎,严重者要送医院治疗。

(2)皮肤接触火焰或灼热物体(如烧热的铁圈、煤气灯管、玻璃管等)造成的灼伤,可涂以凡士林或烫伤膏,重伤者要请医生处理。如遇化学试剂灼伤,要根据不同情况采取不同的处理方法:因酸或碱灼伤时,应先用大量水冲洗,酸灼伤再用1%碳酸氢钠溶液冲洗,碱灼伤再用1%硼酸溶液冲洗,最后用水冲洗片刻,涂少量油脂;如酸引起的灼伤特别严重,应立即用水冲洗后用乙醇或2%硫代硫酸钠溶液洗至患处不再有黄色,再用甘油按摩,保持皮肤滋润;试剂溅入眼内,应立即用水冲洗15 min,并尽快送医院治疗。

(3)着火是有机化学实验室内经常面临的危险,如发生着火事故,切勿惊慌,应根据情况进行灭火。实验室起火一般是由少量溶剂引起的,刚开始很容易控制,只要处理得当,一般不会造成严重的危害。水一般不能用来扑灭有机物着火,因为有机物往往比水轻,泼水后不但不会熄灭,有机物反而漂浮在水面上燃烧;少量溶剂着火,可用湿布或石棉布盖灭;如火势较大,首先要切断电源,关闭燃气开关,移开未着火的易燃物,然后根据易燃物的性质设法扑灭;油脂、电器及贵重仪器等着火时,要用二氧化碳灭火器灭火,灭火后不留痕迹,使用时应打开灭火器上面开关,对准火源喷射,要注意手不能握住喇叭筒,以免冻伤;泡沫灭火器虽具有较好的灭火性能,但喷出大量碳酸氢钠和氢氧化铝,会给后处理带来困难;如遇金属钠着火,要用细沙或石棉布扑灭;衣服着火时,不要在室内乱跑,应就近用水扑灭或卧倒打滚,闷熄火焰。

(4)若试剂沾在皮肤上应及时用水冲洗干净;操作有毒气体(如 H_2S 、 Cl_2 、 Br_2 、 NO_2 、浓 HCl 和 HF 等)应在通风橱内进行。苯、四氯化碳、乙醚、硝基苯等的蒸气会引起中毒。它们虽有特殊气味,但久嗅会使人嗅觉减弱,所以应

在通风良好的情况下使用。有些药品(如苯等有机溶剂、汞等)能透过皮肤进入人体,应避免与皮肤接触。氰化物、高汞盐[HgCl_2 、 $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 等]、可溶性钡盐(BaCl_2)、重金属盐(如镉、铅盐)、三氧化二砷(As_2O_3)等剧毒药品,应妥善保管,使用时要特别小心。禁止在实验室内喝水、吃东西。饮食用具不要带进实验室,以防毒物污染,离开实验室及饭前要洗净双手。若出现中毒症状,应到空气新鲜的地方休息,严重者应及时送医院治疗。化学试剂大多具有毒性,可引起急性或慢性中毒。产生中毒的主要原因是皮肤或呼吸道接触有毒试剂。

1.3 有机化学实验常用的玻璃仪器

有机化学实验常用的玻璃仪器可分为普通玻璃仪器和标准磨口玻璃仪器。

1.3.1 普通玻璃仪器

使用玻璃仪器都应轻拿轻放,除试管外,其他玻璃仪器一般不能直接用火加热。锥形瓶不耐压,不能在减压实验中用。厚壁玻璃器皿(如量筒、抽滤瓶)不耐热,不能加热。广口容器(如烧杯)不能储放有机溶剂。带活塞的玻璃仪器用过洗净后,在活塞口之间应垫上纸片,以防粘住。温度计不能做搅拌棒用。温度计用后应让其自然冷却,不可立即用冷水冲洗,以免炸裂。常用的普通玻璃仪器见图 1.1。



图 1.1 普通玻璃仪器

1.3.2 标准磨口玻璃仪器

有机化学实验室常用具有标准磨口的组合玻璃仪器,见图 1.2。由于仪器磨口的尺寸标准化、系统化、磨砂密合,凡属于同类规格的接口,均可任意连