

高等学校工程专科教材

有机化学实验

方富祿 主编

周荣才 周允明 尹玉英 编

高等教育出版社



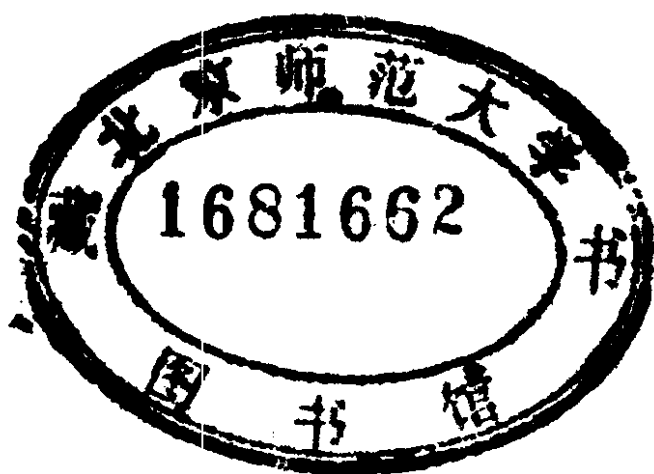
高等学校工程专科教材

有机化学实验

方富禄 主编

周荣才 周允明 尹玉英 编

JY1120/09



高等教育出版社

(京) 112号

内 容 提 要

本书是根据国家教委1991年审定的《高等学校工程专科有机化学课程教学基本要求》编写的，是一本具有专科特色的有机化学实验教材。

全书共分四部分：有机化学实验的基本知识；有机化学实验基本操作；有机化合物的制备；有机化合物的性质实验。书中编入16个制备实验，每个实验都有明确的目的要求和思考题，对实验的成败关键均有详尽说明。书中还编入6个性质实验；书末附录中有多种附表，可供查阅参考。

本书作为高等学校工程专科化学、化工、化纤、轻工、纺织、材料、环保等类专业的有机化学实验教材，也可供职工大学、夜大学等有关专业选用。

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验/方富禄主编. —北京:

高等教育出版社, 1995

高等工业专科学校基础课教材

ISBN 7-04-005109-5

I. 有… II. 方… 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 (95) 第00576号

高等教育出版社 出版

新华书店总店北京发行所发行

北京通县兔子店印刷厂印装

开本850×1168 1/32 印张4.75 字数 120 000

1995年3月第1版 1995年4月第1次印刷

印数0001—5 642

定价 3.00 元

前 言

根据国家教委1991年审定的《高等学校工程专科有机化学课程教学基本要求》，于1992年10月高等学校工程专科化学教材编审组扩大会议上制定了本书的编写大纲，我们参考了国内外有机化学实验书，并结合自己多年的教学实践，编写了这本教材。

本书包括四部分内容：(1)有机化学实验的基本知识；(2)有机化学实验基本操作；(3)有机化合物的制备；(4)有机化合物的性质实验。书末有附录。

有机化学实验的基本知识部分，特别强调实验室安全和事故处理，以及对学生的要求。

在基本操作部分中，简要介绍原理、正确操作方法和注意事项。有的项目还编写了具体的实验内容。凡是教学基本要求规定必须正确掌握和基本掌握的基本操作，在后面的制备实验中均安排多次重复训练，以有利于强化学生动手和实践能力，使达到操作规范，符合要求。

有机化合物制备部分是实验教学的主要内容。根据实验方法成熟、反应条件充分而不苛刻、实验结果可以检验的原则，我们选编了16个实验。对每个实验都明确提出要达到的目的要求，并详细说明操作要点和成败关键，最后附有针对性的思考题，以提高学生的观察和推理能力。为培养学生综合运用所学知识，还安排一个多步实验。而教学基本要求规定一般了解的水蒸气蒸馏和未列入的升华操作，则附在有关实验之后，并用小字排印。各校可根据实验室条件和专业要求，选做几个制备实验。

性质实验部分，主要涉及某些重要官能团的鉴定反应，各校可以根据教学时数的分配情况，灵活安排。

书末的附录给出常用元素相对原子质量表，常用酸碱溶液密度及浓度表，常用有机溶剂沸点、密度表，常用溶剂的处理等内容，供学习和查阅参考。

本书由上海石油化工高等专科学校方富禄副教授主编，上海化工高等专科学校周荣才副教授、上海纺织高等专科学校周允明副教授和北京石油化工高等专科学校尹玉英副教授共同参加编写。

本书由大连理工大学周科衍教授主审，他仔细地审阅了全部书稿，提出许多宝贵的建议和修改意见。1993年11月高等学校工程专科化学教材编审组在盐城工业高等专科学校召开本书的审稿会，参加会议的有湖南轻工业高等专科学校徐杏英讲师、盐城工业高等专科学校刘国华讲师等，会上代表们对本书提出许多有益的意见。会后编者认真地对书稿进行了修改。编者在此谨向周科衍教授和参加审稿会的代表表示衷心的感谢。

本书是高等学校工程专科教材《有机化学》(1993年5月第1版)配套的实验教材。由于时间仓促和编者水平有限，不妥和错误之处定然不少，恳切希望使用本书的各校师生和读者提出批评和指正。

编者

1994.4于上海

目 录

第一章 有机化学实验的基本知识	1
§ 1-1 有机化学实验的目的	1
§ 1-2 有机化学实验室规则	1
§ 1-3 实验室的安全、事故处理和急救	2
§ 1-4 有机化学实验常用仪器及装置	6
§ 1-5 实验预习、实验记录和实验报告	20
§ 1-6 常用的有机化学实验参考书和工具书	27
第二章 有机化学实验基本操作	30
§ 2-1 加热与冷却	30
§ 2-2 简单的玻璃工及塞子的选择和打孔	32
§ 2-3 熔点的测定和温度计校正	37
§ 2-4 蒸馏、分馏及沸点测定	42
§ 2-5 折光率测定	53
§ 2-6 重结晶与过滤	57
§ 2-7 萃取分离	62
§ 2-8 干燥与干燥剂	68
第三章 有机化合物的制备	76
§ 3-1 溴乙烷的制备	76
§ 3-2 1-溴丁烷的制备	79
§ 3-3 环己烯的制备	81
§ 3-4 正丁醚的制备	83
§ 3-5 乙酸乙酯的制备	86
§ 3-6 乙酸正丁酯的制备	89
§ 3-7 苯胺的制备	91
附 水蒸气蒸馏	93
§ 3-8 乙酰苯胺的制备	96

§ 3-9 苯乙酮的制备	98
§ 3-10 对硝基苯甲酸的制备	101
附 升 华	103
§ 3-11 己二酸的制备	104
§ 3-12 肉桂酸的制备	105
§ 3-13 邻苯甲酰苯甲酸和蒽醌的制备	108
§ 3-14 苯甲醇和苯甲酸的制备	111
§ 3-15 对位红的制备 (多步合成实验)	113
§ 3-16 从茶叶中提取咖啡因	118
第四章 有机化合物的性质实验	121
§ 4-1 卤代烃的性质	121
§ 4-2 醇和酚的性质	122
§ 4-3 醛和酮的性质	125
§ 4-4 胺的性质	128
§ 4-5 碳水化合物的性质	130
§ 4-6 氨基酸和蛋白质的性质	133
附录	135
一、常用元素相对原子质量表	135
二、常用酸碱溶液相对密度及百分组成表	136
三、常用有机溶剂的沸点、相对密度表	141
四、水的蒸气压力表	141
五、常用溶剂的处理	142

第一章 有机化学实验的基本知识

§1-1 有机化学实验的目的

有机化学是一门以实验为基础，理论性和实践性并重的课程。有机化学的发展同有机化合物的合成、分离提纯、鉴定等实验研究紧密相连。正是在大量实验研究的基础上，建立了有机化学的理论，形成了有机化学学科。因此，有机化学实验与有机化学理论教学是相互配合的，它也是有机化学教学的重要组成部分。高等工程专科有机化学实验教学的主要目的是：

1. 验证、巩固和加深理解有机化学理论教学的内容，使得理论联系实际。
2. 学习在实验室里合成、分离提纯有机化合物的常用方法和基本操作技术。
3. 培养良好的实验习惯和科学的、严谨的工作作风，以及观察问题、分析问题和解决问题的能力。

有机化学实验技能是化学化工类以及相关专业的工程专科学专业实践能力的一个重要组成部分，学生应当努力学好本课程。

§1-2 有机化学实验室规则

为保证有机化学实验正常、有效、安全进行，保证实验的教学质量，学生必须遵守下列规则：

1. 进入有机化学实验室前，必须仔细阅读本书§1-1至§1-3的内容，了解实验室的注意事项、有关规定以及事故处理办法和急救常识。

2. 每次实验前，必须认真预习，写好预习报告。没有达到预习要求者，不得进行实验。每次实验装置装配完毕后，均应经指导教师检查，确认合格后方可开始操作。若要改变实验方案，必须事先征得指导教师同意。实验中，应认真操作，仔细观察，如实记录现象和实验数据，不得擅自离开实验岗位。合成实验完成后，应计算产率，并将产物贴好标签后交给指导教师。实验后，应按时写出符合规范的实验报告。

3. 实验仪器放置要整齐有序，保持实验环境（桌面、地面等）的整洁。不得将固体物或腐蚀性的液体倒入水槽，以保持水流畅通。实验后留下的有机物应倒入指定的收集器内；废酸、废碱应倒入废液缸中；废纸等应投入废纸篓中；废玻璃管和塞子应放入木箱内，以备回收和处理。

4. 实验室内不准吸烟、吃食物。不得穿背心、拖鞋进实验室。保持实验室的安静，不得大声喧哗。丢弃废玻璃器具时不要发出大的声响。实验结束后必须洗手。

5. 爱护国家财产，正确使用仪器与设备，公用仪器及器械用后应放回原处。损坏仪器应及时填写破损单，并按学校的规定处理后及时补齐。节约使用试剂和物品，注意有关物品的回收。

6. 实验结束后，把玻璃仪器洗净备用，并做好清洁工作。离开实验室时，应把桌上的水、电、煤气开关关闭。

§1-3 实验室的安全、事故处理和急救

有机化学实验常使用大量的有机试剂和溶剂，这些有机物大多易燃，有的有机物蒸气同空气的混合物还具有爆炸性，并且这些物质都不同程度地具有毒性。因此，防火、防爆、防中毒是有机化学实验安全运行中突出的主要的问题。当然，和其他化学实验一样，在进行有机化学实验时，也应注意安全用电，防止割伤、烫伤等意外伤害事故的发生。

防火

防火就是防止意外燃烧。燃烧是一种伴有发热和发光的剧烈氧化反应，它必须同时具备下列三个条件：可燃物、助燃物（如空气中的氧气）和火源（如明火、火花、灼热的物体等），三者缺一不可。控制或消除已经产生的燃烧条件，就可以控制或防止火灾。

有机化学实验室常用的一些有机试剂和溶剂，它们的闪点很低，许多都属于一级易燃液体。

闪点是液体表面上的蒸气和周围空气的混合物与火接触，初次出现蓝色火焰的闪光时的温度。它是表征液体可燃性的一个重要指标。显然，闪点越低，越容易发生燃烧。按我国规定，凡是闪点在45℃以下的液体，都属于易燃液体，其中闪点在28℃以下的，称为一级易燃液体，在28.1~45℃的称为二级易燃液体。某些有机物的闪点和沸点见表1-1。

表 1-1 某些有机物的闪点和沸点

名 称	闪点/℃	沸点/℃	名 称	闪点/℃	沸点/℃
乙醚	-45	34.8	苯	-11	80.1
乙醛	-38	20.8	环己烷	-6	80.7
二硫化碳	-30	46.5	甲醇	11	64.8
丙酮	-18	56.5	乙醇	12	78.4
石油醚	-17	40~80			

实验室使用易燃液体时，应特别小心，周围环境必须避免明火。对沸点低于80℃的液体，一般在蒸馏时应采用水浴加热，不能直接用火加热。蒸馏或回流操作前，应预先加沸石，以防止因暴沸引起意外。实验操作中，应防止有机物蒸气泄漏出来，也不要敞口装置加热。若要进行除去溶剂的操作，则必须在通风橱里进行。最后还应注意，不要把这些废弃液体倒入废液缸中。

有机化学实验室常用的明火源是煤气灯火焰和非封闭的电炉，它们都应远离易燃液体，远离盛有有机物的器具。此外还应注意，不要把未熄灭的火柴梗乱丢，不要在充满有机物蒸气的实

验室里（这种情况常发生在物料泄漏时）启动没有防爆设施的电器，以免引燃（爆）。对于易发生自燃的物质（例如加氢反应用的催化剂雷尼镍）及沾有它们的滤纸，不能随意丢弃，以免造成新的火源，引起火灾。

发现烘箱有异味或冒烟时，应迅速切断电源，使其慢慢降温，并准备好灭火器备用。千万不要急于打开烘箱门，以免突然供入空气助燃（爆），引起火灾。

实验室万一发生起火，首先不要惊慌失措，要立即关闭煤气及电源开关，然后设法灭火。当装有可燃性物质的器皿着火时，可用石棉布、表面皿、大烧杯等将其盖住，使之与空气隔绝而灭火。当衣服着火时，千万不要奔跑，可用灭火毯裹住身体灭火；或者迅速脱下衣服，或者人在地上打滚以扑灭火焰。火灾发生时，应迅速就近用黄沙、灭火器等灭火，一般不用水来灭火。

有机化学实验室常用的灭火器是二氧化碳灭火器，它对扑灭轻微的火灾最为有效，而且也不损坏仪器。但它不能用来扑灭钠、钾、镁等金属及其氢化物引起的火灾。在使用二氧化碳灭火器时，应注意不要被喷出的二氧化碳冻伤。

为了保证安全，有机化学实验室应备有黄沙、石棉布、灭火器等灭火用具，同时在学生实验前告诉学生灭火用具的安放位置和使用方法。

防止爆炸

物质发生变化的速度不断急剧增加，并在极短时间内放出大量能量的现象称为爆炸。有机化合物中的过氧化物、芳香族多硝基化合物、干燥的重氮盐、叠氮化物、重金属的炔化物、硝酸酯等均是易爆物品，在使用和操作时应特别注意。还有些有机化合物（例如乙醚、丙酮、二氧六环等），在存放时很容易产生过氧化物，后者的爆炸性极强，在蒸馏过程中会诱发爆炸。因此，在这些物质蒸馏前，必须认真检查有无过氧化物存在。若有过氧化物，可加入硫酸亚铁的酸性溶液予以除去。即使这样，在蒸馏时

也要注意，不要将物料蒸干。对于放热量很大的合成反应（例如硝化反应），要小心地慢慢滴加物料，并注意冷却，同时，要防止因滴液漏斗的活塞漏液而造成的事故。

氢气、乙炔、环氧乙烷等气体与空气混合达到一定比例时，会生成爆炸性混合物，遇明火即会爆炸。因此，使用上述物质时必须严禁明火。

实验时操作不当会引起玻璃仪器的爆裂。未经特殊加工的玻璃仪器是不耐压的，因此，在常压操作时，应注意系统同大气畅通；在减压操作时，不能使用不耐外压的玻璃仪器（例如平底烧瓶和锥形烧瓶等）。

防止中毒

有机化学实验中，许多试剂都是有毒的。有毒物质往往通过呼吸吸入、皮肤渗入、误食等方式导致中毒。实验中，涉及有毒的或刺激性强的气体的操作要在通风橱里进行。应当避免手直接接触化学品，尤其严禁手直接接触剧毒品。沾在皮肤上的有机物应当立即用大量清水和肥皂洗去，切莫用有机溶剂洗，否则只会增加化学药品渗入皮肤的速度。溅落在桌面或地面的有机物应及时清除去。

必须经常检查煤气开关，防止煤气泄漏造成中毒。

急救常识

割伤 割伤大多由玻璃划伤引起。较小的割伤，用水洗涤伤口后涂上红汞水，如伤口中有玻璃碎片，应去医疗部门处理。较大的割伤，应立即用绷带扎紧伤口上部，压迫止血，并急送医疗部门。

化学药品灼伤 无论是被酸还是被碱灼伤，首先应当用大量水冲洗伤处。被酸灼伤的，可再用碳酸氢钠溶液洗；被碱灼伤的，可再用1%醋酸溶液洗。最后都用水洗后，涂上药用凡士林。被溴灼伤，应立即用石油醚洗去溴，再用2%硫代硫酸钠溶液洗，然后用甘油搽擦，按摩。

烫伤 轻者可在伤处涂蓝油烃或玉树油等药剂，重者应急送医疗部门。

眼伤 酸、碱等溅入眼中后，应立即用大量水冲洗。若为酸，再用1%碳酸氢钠溶液中和冲洗；若为碱，再用1%硼酸溶液中和冲洗。最后再用水洗。严重的应急送医疗部门。

§1-4 有机化学实验常用仪器及装置

一、普通玻璃仪器

常见的普通玻璃仪器如图1-1。

有机化学实验中还用烧杯、试管、量筒等，均从略。

化学实验用的玻璃仪器一般用钾玻璃制成，使用时应注意以下几点：（1）要轻拿轻放；（2）厚壁玻璃如吸滤瓶不能加热；（3）用灯焰加热玻璃仪器至少要垫上石棉网（试管除外）；（4）平底仪器如平底烧瓶、锥形瓶不耐压，不能用于减压系统；（5）广口容器不能贮放有机溶剂；（6）不能将温度计当作玻璃棒使用。

在进行有机化学实验时必须正确选用玻璃仪器。例如，长颈圆底烧瓶常用于水蒸气蒸馏实验；三口烧瓶适用于机械搅拌的实验；而克氏蒸馏烧瓶则适用于减压蒸馏实验中。又如，直形冷凝管只适宜蒸馏沸点低于 140°C 的物质，当蒸馏物质的沸点高于 140°C 时，需使用空气冷凝管；至于球形冷凝管，由于其内管冷却面积较大，有较好的冷凝效果，故适用于加热回流实验。

分液漏斗常用于液体的萃取、洗涤和分离；滴液漏斗用于需将反应物逐滴加入反应器中的实验；而保温漏斗（有金属夹套的漏斗）则适用于趁热过滤的实验。

最常用的温度计是膨胀温度计，它有酒精和汞温度计两种。前者适用于测量 $0\sim 60^{\circ}\text{C}$ 的温度范围，后者可测量 $-30\sim 300^{\circ}\text{C}$ 。一般选用高出被测物质可达到的最高温度的 $10\sim 20^{\circ}\text{C}$ 的温度计比较合适。

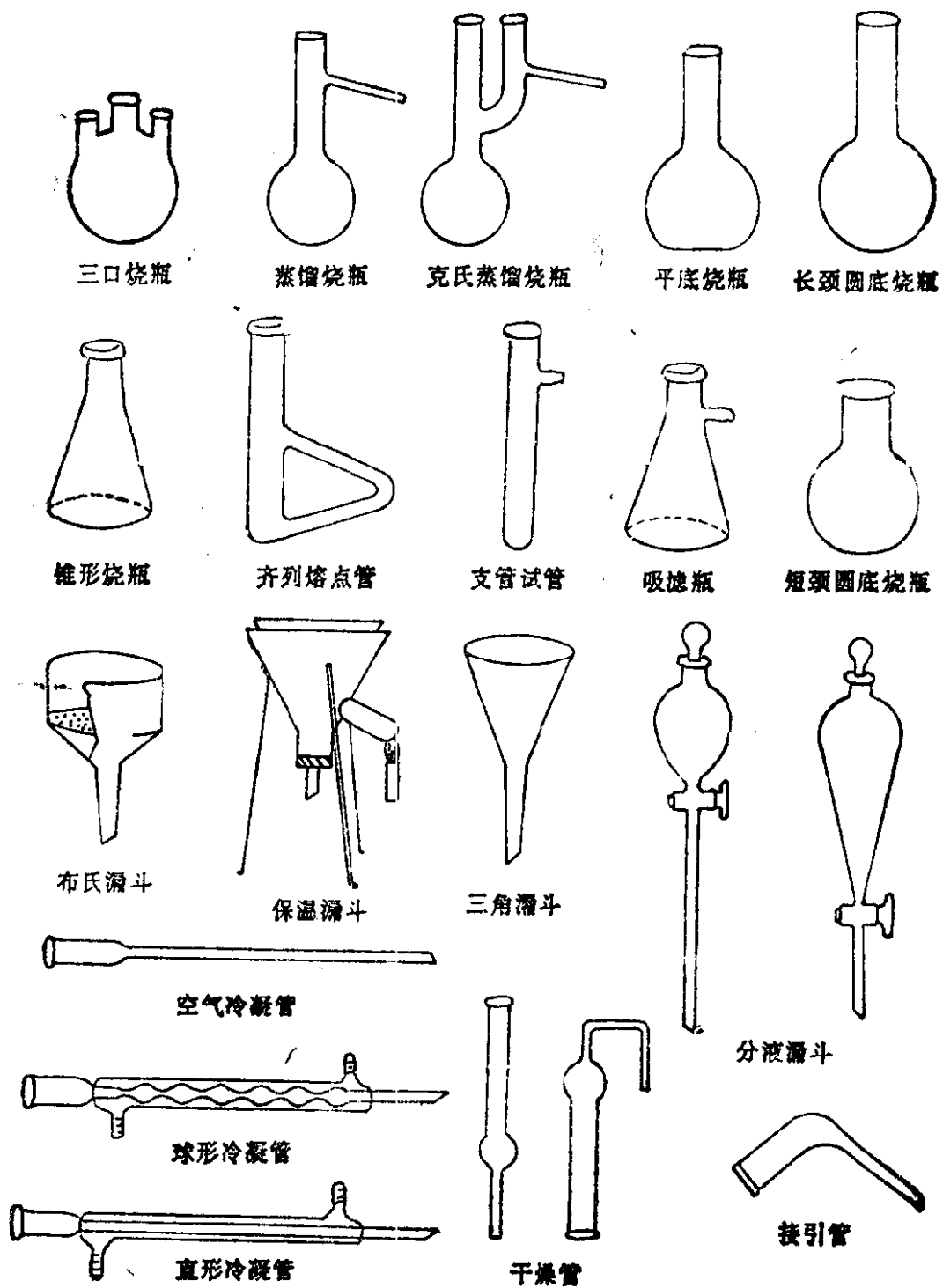


图 1-1 普通玻璃仪器

二、标准磨口玻璃仪器

标准磨口仪器是具有标准内磨口〔图1-2(a)〕或标准外磨口〔图1-2(b)〕的玻璃仪器。

常用的标准磨口玻璃仪器如图1-3。

标准磨口是按国际通用的技术标准制造的，我国已普遍生产和使用。由于玻璃仪器的用量及用途不同，标准磨口有不同的编号，如10，14，19，24，29，34，40，50等。这些编号是指磨口最大端的直径（单位：mm，取最接近的整数）。有时也用两个数字表示标准磨口的规格，如14/30表示磨口最大端直径 D 为14 mm，磨口锥体长度 H 为30 mm〔图1-2(d)〕。相同编号的内、外磨口可以紧密连接，磨口编号不同的仪器无法直接连接，但可使用相应的不同编号的磨口接头使之连接。仪器的磨口应洁净，不能沾有固体物质，否则磨口不能紧密连接，甚至会损坏磨口。

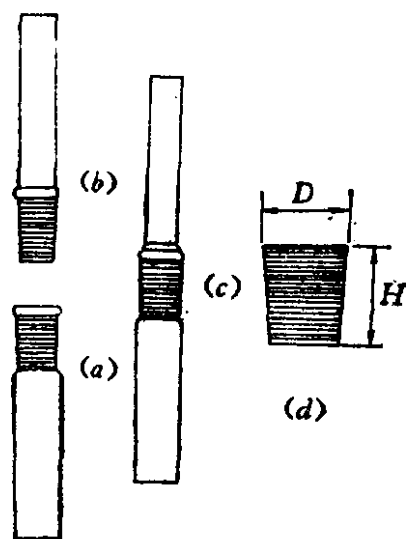


图 1-2 锥形标准磨口

三、玻璃仪器的洗涤、干燥和保养

必须使用洁净的玻璃仪器进行化学实验，以免由于仪器上的污物影响实验结果及产品的纯度。为及时处理实验残渣，应养成实验完毕立即洗净仪器的习惯。

洗涤仪器的方法很多，应根据实验要求、污物性质及污染程度选用。最简易的方法是用毛刷和去污粉擦洗，如在肥皂液里掺入一些去污粉，洗涤效果会更好（但要注意，切勿用去污粉擦洗磨口，以免损坏磨口）。然后用清水冲洗。仪器倒置，器壁不挂水珠，即已洗净。

对于碱性或酸性残渣，可分别用酸或碱液处理后再用水洗净；对于炭化残渣，要用铬酸洗液洗后将洗液倒回原瓶，然后用水冲洗。铬酸洗液呈红棕色，它是强酸和强氧化剂，使用时要注

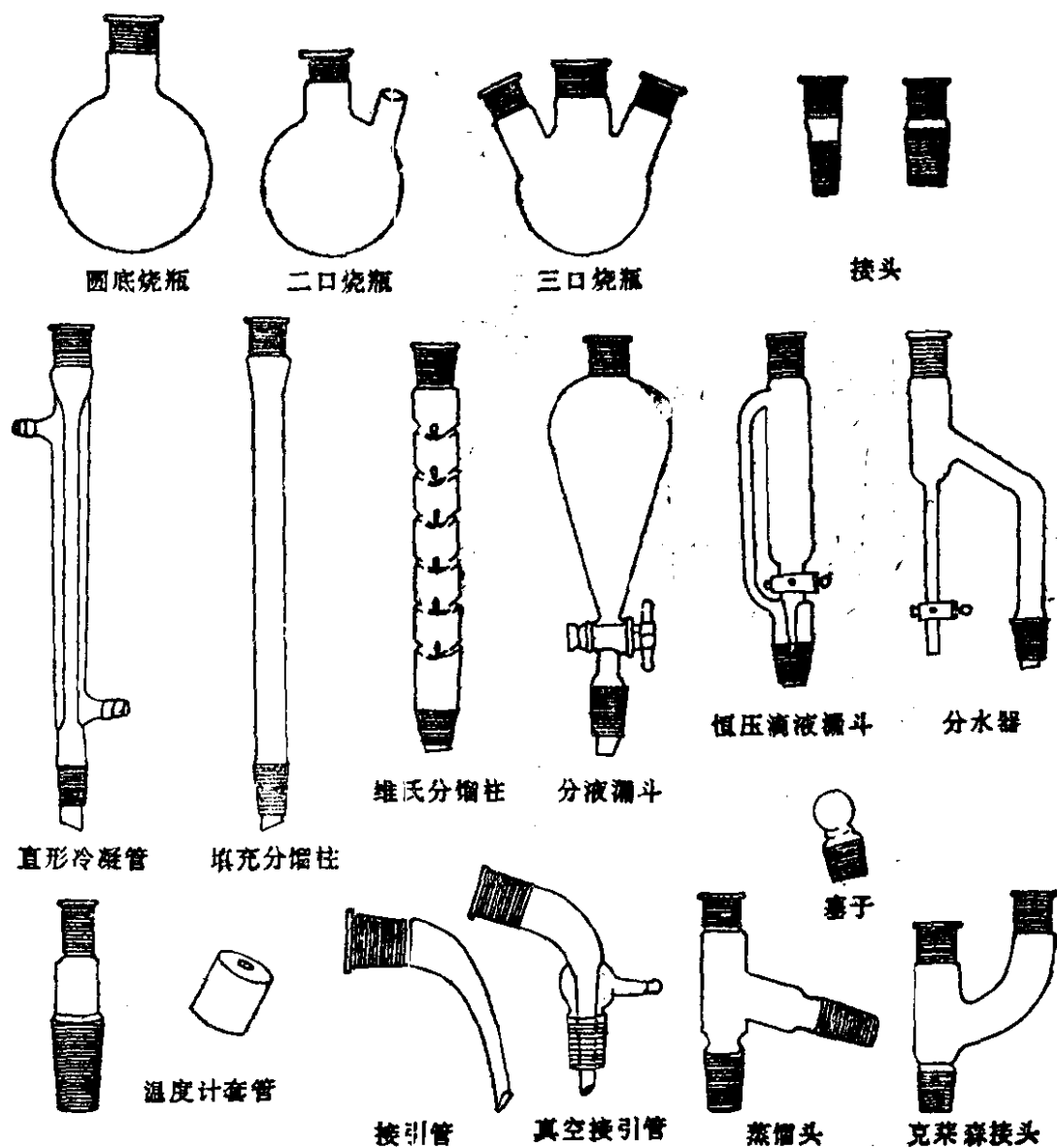


图 1-3 标准磨口玻璃仪器

注意安全（使用前应把仪器上的污物尽量洗去，倒净水），经长期使用的洗液变成绿色即告失效。

有机化学实验往往需要使用干燥的玻璃仪器，故要养成实验完毕立即将玻璃仪器洗净、倒置晾干的习惯。除此之外，干燥玻璃仪器的方法还有以下几种：

1. 烘箱烘干

电烘箱温度一般控制在 $100\sim 105^{\circ}\text{C}$ 之间。采用此法干燥的仪器不能带有橡皮塞或软木塞；具有磨口玻璃塞的仪器，需取出塞子；然后将仪器中的水尽量倒出，使其口朝上放入烘箱。仪器烘干后，应使用坩埚钳将其取出，放在石棉板上任其冷却，切不可使很热的仪器沾上冷水，以免炸裂。有些仪器不宜采用此法干燥，如吸滤瓶、计量器皿及冷凝管等。

2. 热空气浴烘干或热空气吹干

前一种方法可将仪器放在两层相隔约 10cm 的石棉铁丝网上层，用煤气灯加热下层石棉铁丝网，控制上层石棉网上的温度低于 120°C ，以免仪器烘裂。后一种方法是用玻璃仪器气流干燥器或电吹风吹干，此法是由吹风机吹出经电加热后的空气进行干燥。

3. 有机溶剂干燥

将洗净的仪器先用少量乙醇洗涤一次，再用少量丙酮洗涤，每次洗后的溶剂应倒入回收瓶中，最后用气流干燥器或电吹风（冷风）吹干。

洗净干燥的仪器应分开存放，有些不能分开存放的，如分液漏斗活塞则应在磨口间夹上纸片，以免日久粘结难于拆开。

四、常用装置

1. 回流冷凝装置

在有机化学实验中，有些反应和重结晶样品的溶解常常需要沸腾一段时间，为避免反应物或溶剂的蒸气逸出，需要使用回流冷凝装置，如图1-4。如果反应物怕受潮，可在冷凝管上端装一氯化钙干燥管，防止潮气侵入，如图1-5。有些反应会逸出有害气体，则需加接气体吸收装置，如图1-6。为控制那些进行激烈、大量放热的反应，可采用回流滴加装置，将一种试剂通过滴液漏斗逐滴加入烧瓶，如图1-7。

在上述各类回流冷凝装置中，球形冷凝管夹套中的冷却水自下而上流动。根据烧瓶内液体的特性和沸点的高低选用水浴、油