

有机化学实验

北京大学化学系

北京大学出版社

有机化学实验

北京大学化学系有机教研室 编

北京大学出版社

内 容 简 介

本书是以实验教科书的要求编写的，力求学生通过实验、观察和推理来认识有机化学并且掌握实验技巧与方法。将两者融为一体是本书的特点。

全书分六部分：实验基本知识；化合物的物理性质及其测定方法；化合物的分离和纯化，其中列入20个练习实验；有机化合物的近代光谱鉴定；有机反应及化合物的合成，其中共列入72个实验，涉及合成化学上有代表性的典型反应和实验，常用的著名反应和操作，当前有机合成的较新方向和方法、技术；有机化合物的性质鉴定。

本书可作为综合性大学、师范院校、工科院校有关专业的教材，并可供从事化学的人员参考学习。

有 机 化 学 实 验

北京大学化学系有机教研室 编

责任编辑：朱新邨

*

北京大学出版社出版

(北京大学校内)

一二〇二工厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

850×1168毫米 32开本 10.375印张 240千字

1990年2月第一版 1990年2月第一次印刷

印数：00001—6,000册

ISBN 7-301-01003-6/O·172

定价：2.70元

前 言

有机化学实验的目的是使学生通过实验操作、现象观察、化合物制备、分离提纯到鉴定的过程，再经思考、总结、归纳形成对有机反应、化合物性质、结构直至在分子、原子水平上变化规律的认识（包括学生课堂知识），使这些认识在实验中反复检验，并得以升华。为此，本书在编写上力求以实验教科书为准则而不是单纯作为实验教材。

本书1—3部分内容是根据我们多年教学经验选择了理论上和实际上必要的有机化学基本知识和基本操作，并对之作了适宜的讨论。对操作步骤均给予详尽说明，指出学生容易出现的错误和问题。我们重视实验操作训练，但不认为它是教学的主要目的，而是我们完成有机化学研究必须应用的技巧和办法，换句话说，是使学生正确认识有机化学的手段。

合成实验编选原则是首先注意到重要的、有代表性的典型有机反应和类型，并兼顾到迅速发展的有机化学新理论、新反应、新试剂和新技术。这里，我们着重考虑那些经教学不断改进的合成方法以及近年来发展的新方法。例如：除羰基化合物的缩合反应、烯胺反应、安息香缩合反应、Wittig反应、Diels-Alder反应、催化氢化反应等典型反应外，还安排光化学反应、有机活性中间体反应、相转移催化反应、安息香辅酶合成等。在有机化学研究中，相对于有机制备，分离鉴定往往是较为困难的，因而选择了一些包含常用分离技巧和样品纯化，鉴定的实验以及使学生有机会反复熟悉重要有机操作的实验，属于这方面内容有：多步骤药物合成序列、某些特定装置的制备反应、生物碱、植物色素的提取、外消旋化合物的拆分等，实验所涉及的化合物尽可能具有理

论上、生理上、药用上或其它经济价值。

需要强调的是，近代仪器的发展给测定有机化合物结构提供了迅速、方便、准确获得结果的可能。通过仪器测定也使人们对反应机制理解得更加深刻，这已成为必须掌握的手段。我们在书中对红外和核磁的资料作了一定量的編集。但是仪器分析不能代替化学方法，要有效解决问题必须把仪器的使用和化学方法相结合，所以我们也较系统地介绍了有机化合物和元素的化学定性鉴定方法。

养成学生良好的实验室工作习惯，培养实事求是的作风是我们贯穿全书的宗旨，如何使学生较独立和主动地进行实验，在教材内容和编写上如何启发学生内在积极性，引导学生深入思考，提高学生观察和推理的能力都是我们一贯努力探索与追求的。

目前教学中所进行的设计实验、同类型反应中，不同反应条件的比较实验……，均有利开发学生智慧。深信经不断改进，将会使实验教学更富有生气。

本书是有机教研室多年教学、科研的经验和材料的积累，经1978—1981年对高校理科有机实验大纲作了补充与修改，1982年曾整理成铅印教材。本次编写是在有机教研室支持下完成的。邢其毅教授指导编写并审阅了初稿，提出了宝贵意见，使编者获益不浅。

参加本次编写的同志有：关焯第、王文江、葛树丰、睦云龙。参加部分工作的有阎坤凯、田桂玲、李翠娟、鲍春和、裴虎义、韩淑英、吕明泉。

在编写过程中，徐瑞秋、叶秀林教授给予热情指导，特此致以深切的谢意，由于编者水平有限，书中有不当之处恳请读者批评指正。

编者

1988.9

致教师与读者

几年前，我们把基础有机化学实验课改为一门独立的——而不是附属在课堂讲授的——课程。教师们都一致认为仅仅通过课堂讲授来培养学生的学习能力和思维方法，是很不全面的。多年来，我们看到不少学生对于实验课缺乏正确的认识，个别的还有轻视实验课的表现。目前的措施，就是要纠正这种偏差，使学生了解并体会实验课的重要，能认真学习。

有机化学这门科学和其它科学一样，实验的结果是第一手材料，课堂讲授是简明扼要地介绍从实验中总结或抽提出来的系统规律。因此在学习这门科学时，要自始至终贯穿这样一种学习方法：就是要在进行实验的同时，体会课堂讲授中的系统理论是如何逐步地由实验结果总结出来的。这样学习，首先是可以使学生多加思考，体验实验课的重要性；其次是对理论和实践的关系有一个明确的概念，这为他今后在科学工作的道路上，沿着正确的方向前进，是非常必要的。有机化学是研究有机分子的结构及其合成的科学，是对微观分子世界得出的一个正确认识，而这种认识是通过宏观的实验手段，经直接的观察和推理而得到的。也就是说整个有机化学的发展，是由宏观的观察来推论出一幅微观分子图案的过程，这是人类认识自然界的一项重大成就。现在作为一门课程学习，主要是训练学生的观察和推理的方法，如何由实验提供的素材，总结出系统的理论，为将来探索新的分子世界打下一个基础。假若对这二者的关系没有一个正确的认识，课堂讲授就变成一大堆材料的堆积，实验就成为类似烹调技巧的学习，失去实验课的主要作用，学生将所得甚少。

实验课的另一重要性是教师对学生全面了解的一个重要环

节，因此实验室的导师，对学生的评价，往往比课堂讲授教师更为全面，更为可靠。但多年以来，由于把实验课作为一门辅助课程看待，把这门课的评语，看成是次要的。许多导师因此也就没有认真地对学生作总结和写评语，结果把这门重要课程的成绩流为形式。这种不正常的情况，只有在理解实验的作用后，才能得到改正。

本书是根据北大化学系多年来使用的资料，逐年进行了补充和删减编写而成的。它的一个特点是书中所有实验是根据现有具体条件，实验的代表性和新发展的要求而加以选择的。有个别实验，虽然编者意识到已经过时或有一定的危险性，但它们还被保留下来，这是因为它们还具有重要的代表性并且原料价格便宜，在国内很容易购买。例如对苯及硝基苯等的使用，由于它们具有毒性，就存在着争论，我们认为不能因为毒性的关系，而避免使用这一类最有代表性的化合物。应当在实验课程中，训练学生掌握使用毒物的规则和防御的方法，这样可以把中毒的机会减少到最低限度，同时也培养起敢于使用和不怕毒物的习惯，这对以后的工作，是有帮助的。

本书是全化学系各专业所使用的教材，因此对基本操作的实验，安排得较为全面，导师可根据实际的要求，适当选择基础操作和制备实验的数目。多年的经验告诉我们，实验失败但经重复而得到改进，这种收获是最深刻的。当然由于时间的限制，不可能作多次的重复，但是总的精神是：宁肯重复把实验的质量提高一点，而不是凑数目，多做几个达不到标准的实验。

邢其毅

1988. 9

目 录

有机化学实验的常用仪器和应用范围	(1)
有机化学实验装置	(5)
第一章 有机化学实验的基本常识和操作	(8)
1.1 实验事故的预防和处理	(8)
1.2 加热器具的选用	(10)
1.3 低温致冷技术	(12)
1.4 仪器的洗涤和干燥	(13)
1.5 实验记录和实验报告	(14)
1.6 简单玻璃工操作	(17)
1.7 瓶塞的选用和打孔	(23)
第二章 有机化合物的物理性质	(24)
2.1 熔点及其测定	(24)
2.2 沸点及其测定	(29)
2.3 折光率及其测定	(31)
2.4 密度及其测定	(35)
2.5 旋光度及其测定	(36)
第三章 有机化合物的分离和提纯	(40)
3.1 重结晶	(40)
3.2 升华	(48)
3.3 常压蒸馏	(50)
3.4 减压蒸馏	(58)
3.5 水蒸汽蒸馏	(65)
3.6 分馏	(71)
3.7 干燥和干燥剂	(79)
3.8 萃取	(85)
3.9 薄层色谱	(90)

3.10 柱色谱	(97)
3.11 纸色谱	(104)
3.12 气相色谱	(106)
第四章 光谱法鉴定有机化合物结构	(115)
4.1 红外光谱	(115)
4.2 核磁共振谱	(127)
第五章 反应与制备	(133)
5.1 烯烃的合成	(133)
实验1. 环己烯	(135)
5.2 卤化反应	(137)
实验2. 三级氯丁烷	(139)
实验3. 正溴丁烷	(139)
实验4. 1,2-二溴乙烷	(141)
实验5. 3-溴代环己烯	(143)
5.3 亲核取代和动力学测定	(143)
实验6. 亲核试剂的亲核性能的比较	(144)
实验7. 三级氯丁烷水解反应速度	(147)
5.4 Grignard反应	(149)
实验8. 三苯甲醇	(150)
实验9. 3-己醇	(152)
5.5 硝化和磺化反应	(152)
实验10. 硝基苯	(153)
实验11. 邻、对位硝基苯酚	(154)
实验12. 双酚-S	(157)
5.6 Friedel-Crafts反应和酮的制备反应	(159)
实验13. 苯乙酮	(161)
实验14. 环己酮	(162)
实验15. 环戊酮	(164)
5.7 Williamson反应及其他	(165)
实验16. 苯乙醚	(166)
实验17. 二苯并-18-冠-6	(168)

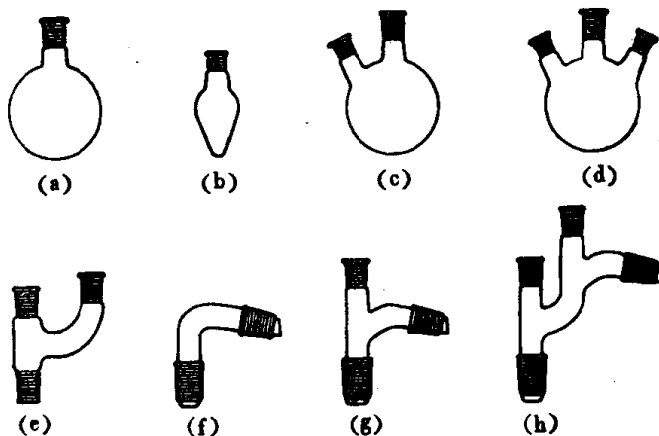
实验18. 正丁醚	(169)
实验19. 安息香乙醚	(170)
5.8 羧酸及其衍生物的反应	(172)
实验20. 乙酸乙酯	(173)
实验21. 乙酸异戊酯	(174)
实验22. 乙酰水杨酸	(176)
5.9 活泼亚甲基反应	(178)
实验23. 辛烯醛	(179)
实验24. 苯亚甲基苯乙酮	(181)
实验25. 乙酰乙酸乙酯	(182)
实验26. 4-苯基-2-丁酮	(186)
5.10 Wittig反应	(188)
实验27. 1,4-二苯基-1,3-丁二烯	(188)
5.11 Perkin 反应	(191)
实验28. 肉桂酸	(191)
实验29. 香豆素-3-羧酸	(194)
5.12 还原反应	(196)
实验30. 苯胺	(197)
实验31. 偶氮苯	(199)
5.13 多步有机合成反应	(200)
〔系列一〕 磺胺药物的合成	(201)
实验32. 乙酰苯胺	(202)
实验33. 对乙酰氨基苯磺酰氯	(204)
实验34. 对氨基苯磺酰胺 (磺胺)	(206)
实验35. 磺胺吡啶	(208)
实验36. 磺胺噻唑	(210)
〔系列二〕 局部麻醉剂的合成	(211)
实验37. 对硝基苯甲酸	(212)
实验38. 对硝基苯甲酸乙酯	(213)
实验39. 对氨基苯甲酸乙酯 (苯佐卡因)	(214)
5.14 Skraup反应和其他杂环合成反应	(215)

实验40. 喹啉	(215)
实验41. 巴比吐酸和硫代巴比吐酸	(218)
5.15 重氮化反应	(220)
实验42. 邻氯甲苯	(221)
实验43. 甲基红	(224)
5.16 Diels-Alder反应	(225)
实验44. 9,10-二氢蒽-9,10-内桥- α,β -丁二酸酐	(227)
实验45. 3,6-内氧桥-1,2,3,6-四氢苯-1,2-二甲酸酐	(227)
5.17 相转移催化和卡宾反应	(228)
实验46. 扁桃酸	(230)
实验47. 7,7-二氯二环[4.1.0]庚烷	(231)
5.18 常压催化氢化反应	(233)
实验48. 氢化肉桂酸	(233)
5.19 安息香缩合反应	(238)
实验49. 安息香的辅酶合成	(241)
实验50. 二苯基乙二酮	(242)
实验51. 二苯基羟乙酸	(243)
5.20 Cannizzaro反应	(244)
实验52. 呋喃甲醇和呋喃甲酸	(244)
5.21 烯胺类的反应	(246)
实验53. 4-(1-环戊烯基)吗啉	(246)
实验54. 2-乙酰基环戊酮	(247)
5.22 光化学反应	(248)
实验55. 偶氮苯的光异构化	(248)
实验56. 氨基邻苯二酰肼	(249)
5.23 天然产物的提取	(252)
实验57. 从茶叶中提取咖啡碱	(252)
实验58. 绿色植物色素的提取及色谱分离	(255)
实验59. 从中药麻黄中提取麻黄碱	(256)
5.24 活泼中间体反应	(258)
实验60. 从苯炔制备 α -萘酚	(259)

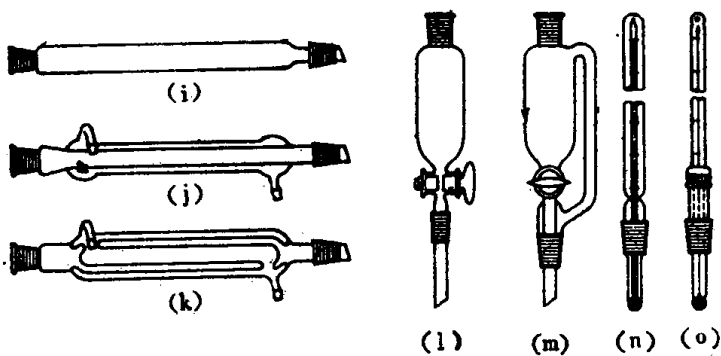
5.25 外消旋化合物的拆分	(261)
实验61. α -苯乙胺	(262)
实验62. α -苯乙胺的拆分	(262)
5.26 金属有机化合物	(265)
实验63. 甲基锂	(265)
实验64. 正丁基锂	(266)
实验65. 二茂铁	(268)
实验66. 金属钡与谷氨酸的络合物	(270)
5.27 生物调节剂	(271)
实验67. 1-苯基-3-[<i>p</i> -(β -二乙胺基乙氧基)苯基]-2-丙烯-1-酮	(271)
5.28 氨基酸与多肽	(273)
实验68. 苄氧羰基丙氨酸	(273)
实验69. 苄氧羰基丙氨酰甘氨酸	(275)
实验70. 丙氨酰甘氨酸	(276)
实验71. L-酪氨酸甲酯	(277)
第六章 有机化合物和元素的定性鉴定	(278)
6.1 元素定性鉴定	(279)
6.2 烯、炔的不饱和性质鉴定	(281)
6.3 卤代烷的性质鉴定	(283)
6.4 醇的性质鉴定	(284)
6.5 醛、酮的性质鉴定	(286)
6.6 酚的性质鉴定	(289)
6.7 胺的性质鉴定	(290)
6.8 羧酸衍生物的性质鉴定	(293)
6.9 糖的性质鉴定	(295)
6.10 衍生物的制备	(298)
附录	(304)
一、有机化学常用工具书	(304)
二、有机化合物手册中常见的英文缩写	(305)
三、有机化合物中数字字头的西文名称	(306)
四、常用希腊字母读音	(307)

五、常用有机溶剂的沸点、密度表	(307)
六、水的蒸气压力表 (0—100℃)	(308)
七、常用溶剂的处理	(308)
八、危险化学试剂的使用知识	(314)

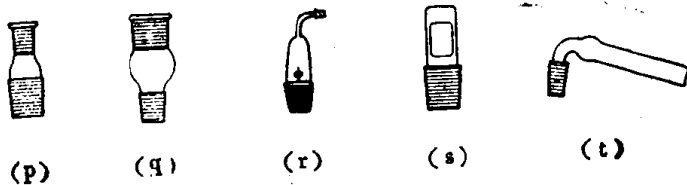
有机化学实验的常用仪器和应用范围



(a) 圆底烧瓶 (b) 梨形瓶 (c) 两口瓶
 (d) 三口瓶 (e) Y型管 (f) 弯头
 (g) 蒸馏头 (h) 克氏蒸馏头



(i) 空气冷凝管 (j) 冷凝管 (k) 夹套冷凝管
 (l) 分液漏斗 (m) 恒压滴液漏斗
 (n) 温度计 (o) 温度计



(p)

(q)

(r)

(s)

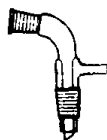
(t)



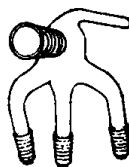
(u)



(v)

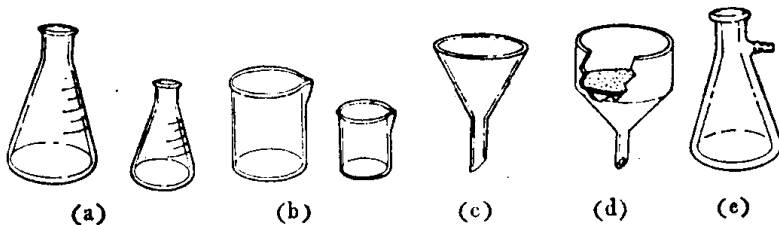


(w)



(x)

(p) 大小口接头 (q) 大小口接头 (r) 通气管
 (s) 塞 (t) 干燥管 (u) 吸滤管 (v) 吸滤漏斗
 (w) 支管接引管 (x) 分配器



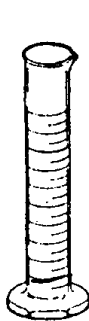
(a)

(b)

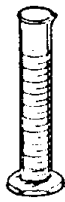
(c)

(d)

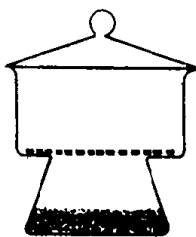
(e)



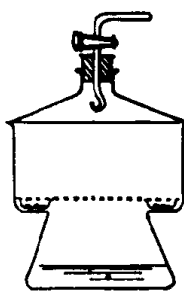
(f)



(g)



(h)



(i)

(a) 锥形瓶 (b) 烧杯 (c) 玻璃漏斗 (d) 布氏漏斗
 (e) 吸滤瓶 (f) 量筒 (g) 锥形分液漏斗
 (h) 保干器 (i) 真空保干器

有机化学实验常用仪器的应用范围

仪器名称	应用范围	备注
圆底烧瓶	用于反应、回流加热及蒸馏	
三口圆底烧瓶	用于反应，三口分别安装电搅拌器、回流冷凝管及温度计等	
冷凝管	用于蒸馏和回流	
蒸馏头	与圆底烧瓶组装后用于蒸馏	
接引管	用于常压蒸馏	
燕尾管、分配器	用于减压蒸馏	
分馏柱	用于分馏多组分混合物	
恒压滴液漏斗	用于反应体系内有压力时，可使液体顺利滴加	
分液漏斗	用于溶液的萃取及分离	也可用于滴加液体
锥形瓶	用于贮存液体，混合溶液及小量溶液的加热	不能用于减压蒸馏
烧杯	用于加热溶液、浓缩溶液及用于溶液混合和转移	
量筒	量取液体	切勿用直接火加热
吸滤瓶	用于减压过滤	不能直接火加热
布氏漏斗 (Büchner)	用于减压过滤	磁质
磁板漏斗 (Hirsch)	用于减压过滤	磁质，磁质板为活动圆孔板
熔点管 (Thiele)	用于测熔点	内装石蜡油、硅油或浓硫酸
干燥管	装干燥剂，用于无水反应装置	

标准磨口仪器的口径大小以编号表示。通常应用的有10、14、19、29、34、40、50等，这里的数字编号是磨口最大端直径的毫米整数^①，有时也用两个数字表示口径大小。例如，14/30则表示此磨口最大处直径为14mm，磨口长度为30mm。相同编号的内外磨口可以紧密连接，口径不同时，可借助于不同编号的磨口接头，使之连接起来。

① 通常以整数表示磨口的系列编号，它与实际磨口锥体大端直径有差别，下面列出磨口的编号与大端直径的对照表：

编 号	10	12	14	16	19	24	29	34	40
大端直径/mm	10.0	12.5	14.5	16.0	18.8	24.0	29.2	34.5	40.0