

号

高等医药院校試用教科書

有机化学实验指导

施 嘉 钟 主 編

人 民 卫 生 出 版 社

供医疗、兒科、卫生及口腔专业用

有机化学实验指导

施 嘉 钟 主 編

施嘉钟 張自鈞 戴閏范 編 写

人 民 卫 生 出 版 社

一 九 六 五 年 · 北 京

有机化学实验指导

开本: 787×1092/32 印张: 3 14/16 字数: 83 千字

施 嘉 钟 主 编

人 民 卫 生 出 版 社 出 版

(北京书刊出版业营业许可证出字第〇四六号)

·北京崇文区茨子胡同三十六号·

人 民 卫 生 出 版 社 印 刷 厂 印 刷

新华书店北京发行所发行·各地新华书店经售

统一书号: 14048·3118

1965 年 7 月第 1 版—第 1 次印刷

定价: (科五) 0.36 元

印数: 1—1,300

序

我们根据卫生部的指示,于1963年开始着手编写这本教材。我们在学习了1964年卫生部公布的《高等医学院校六年制医学专业学生基本技能训练项目草案》以及1964年有机化学教学大纲后,认为实验教材是使学生掌握基本技能训练、提高教学质量、保证实现培养目标的一个重要因素。因此,实验内容的选择必须贯彻少而精的原则,着重基本技能的训练与基础理论实践的材料,使实验在教学过程中起到它应有的作用。

这本实验指导书,内容包括五个部分。第一部分为基本操作,总共七个实验。这些实验都是有机化学中最基本的操作。根据教学大纲,各使用院校应尽可能使学生都有机会进行这些基本实验操作。第二部分为元素定性分析部分。我们只选择了元素定性分析,因为医学院的学生并没有必要进行元素定量分析。第三部分为各类有机化合物的功能基反应。第四部分为碳水化合物、脂类和生物硷的性质反应。这两部分的内容都是验证课堂讲授的内容,各院校可根据具体情况选择。第五部分为有机化合物的制备,我们选择了八个基本类型的有机化学反应。在练习制备过程中,有的可以重复第一阶段所学过的基本操作,借以熟习与巩固。这些制备实验不要求都做,教师可根据客观条件或时间选择其中二、三个,其余可作为学有余力的学生进行练习的材料。

教材中所列的实验不但经过我们预做过,并且经过一个学期的教学实践,认为基本可用。我们建议各院校在使用前

亦预做一次,以便根据所需的时间安排实验进度。

我们所选的内容有的是教学大纲中所没有的,这是为了便于教师选择的缘故;有的实验项目虽然列在教学大纲中,但因为反应的结果不太明显,所以我们没有选入。

我们将模型作业列在附录一中,教师在编排实验进度时可考虑作为实验内容列入。附录二列出了每个实验所需的药品及试剂,以便各院校化学实验准备室预先准备之用。为了配合本教材中的实验,我们将制备特殊试剂的方法列在附录三中。

这本实验教材虽然大部分是我们十余年来在医学院教学实践的经验,但其中难免仍存在着缺点,希望各使用院校随时提出批评与指正。来函请寄上海第一医学院化学教研组施嘉钟。

編 者

1965年1月

目 录

有机化学实验须知	1
目的和要求	1
实验室守则	1
实验室安全	2
实验室常用仪器	6
第一部分——基本操作	8
实验一、玻璃工作和塞子用法	8
实验二、熔点的测定	12
实验三、蒸馏和沸点的测定	15
实验四、水蒸气蒸馏	17
实验五、减压蒸馏	20
实验六、重结晶提纯法	24
实验七、提取提纯法	28
第二部分——元素分析	33
实验八、有机化合物的元素定性分析	33
第三部分——有机化合物的性质	38
实验九、烃和烃的卤代物	38
实验十、醇、酚、醚	44
实验十一、醛和酮	49
实验十二、羧酸及其衍生物，取代羧酸	54
实验十三、含氮的有机化合物	62
第四部分——天然有机化合物的性质和检验	69
实验十四、碳水化合物	69

实验十五、脂类·····	74
实验十六、生物硷·····	78
第五部分——有机化合物的制备 ·····	81
实验十七、溴丁烷的制备——羟基的卤代·····	81
实验十八、硝基苯的制备——硝化反应·····	85
实验十九、苯胺的制备——还原反应·····	87
实验二十、对-氨基苯磺酰胺的制备(包括乙酰 化、氯磺化、氨解和水解)·····	89
实验二十一、乙酰水杨酸的制备——乙酰化反应·····	96
实验二十二、苯甲酸的制备——氧化反应·····	97
实验二十三、对-氨基苯磺酸的制备——磺化反应·····	99
实验二十四、乙酸乙酯的制备——酯化反应·····	101
附录一、模型作业·····	104
附录二、各实验所用的药品·····	105
附录三、特别试剂的配制·····	116
附录四、常见元素的原子量表·····	118
附录五、常用酸硷试剂的百分浓度·····	118
参考文献·····	118

有机化学实验须知

目的和要求

有机化学实验的目的是使学生借实验以熟悉各种类型的有机化合物的制备、反应和性质。由于实验和课堂讲授相辅进行,因此更有利于掌握理论方面的材料。通过实验,还能训练操作技术、培养正确的观察能力和科学的思维方法以及实事求是的记录习惯。这样就为学习有关的专业课程和进行精密的科学研究打下良好基础。为要达到上述目的,必须在实验以前预习实验内容,以了解实验方法及其理论基础。在实验过程中,既要严格遵照实验方法进行操作,又要防止盲目追随实验指示,并应随时把观察到的现象记录下来。实验结束后应及时做好实验报告。

实验室守则

为了提高学习效率,节约使用实验材料以及保持实验室清洁,在工作时,必须遵守下列事项:

一、实验开始时应检查仪器是否完整无损,使用时应小心谨慎,不使损坏。对药品用量应按照实验方法中所指示的称取,不可浪费。未经教师同意,实验不得重做或更改实验方法。

二、在实验过程中应集中注意力,避免不必要的谈话,更不得擅自离开实验室。

三、进行实验时要做到整洁有序,并保持水槽、仪器、桌

面、地上四洁。火柴梗、废纸等废物应扔入废物缸中，不得随地乱丢。试剂和药品用后应放置原处，并盖好瓶塞，尤应注意不要盖错。

四、水、电、煤气不用时应立即关闭。

实验室安全

有机化学实验所用的药品很多是有毒、易燃、具有腐蚀性、刺激性甚或爆炸性的物质，而化学反应又常在不同的情况下进行，需用各种热源、电器、玻璃仪器或其他设备，偶一不慎，便会造成火灾、爆炸、触电、割伤、烧伤或中毒等事故，但是这些事故是可以预防的，只要在操作时提高警惕，遵守操作规程，就可以避免发生事故。为了预防和处理危险事故，应熟悉有关实验室安全的基本知识。

一、火灾的预防及处理

1. 预防：

(一) 使用易燃溶剂如苯、乙醚、丙酮、石油醚、二硫化碳或酒精等时应远离火源。蒸馏易燃的药品时切勿漏气，余气的出口不应近火，最好用橡皮管通往室外，或将橡皮管插在水槽中的出水管内。

(二) 易挥发的可燃性废液不可倾入水缸内，应倒入水槽中，立即用水冲去。

(三) 回流或蒸馏溶液时，应在蒸馏瓶中放置沸石，防止暴沸，以免将溶液冲出。若在加热后发现未放置沸石，则应待其冷却后再放入，以防瓶中物外冲。

(四) 回流或蒸馏易着火的液体时，不要用火焰直接将烧瓶加热，应使用水浴或油浴，冷凝管要保持冷水畅通。

2. 处理：

(一) 在烧杯、蒸发皿或其他容器中的液体着火时，如系小火，可用玻璃板、瓷板、石棉板甚或木板覆盖，即可使火熄灭。

(二) 如果燃着的液体洒在地板或桌面上，应用干燥细砂扑灭；着火液体如系比重比水小的有机溶剂（如苯、石油醚等），切勿用水扑救，因为燃着的液体将在水面上蔓延开来，反使燃烧面积更加扩大。

(三) 较大的火应使用灭火器。泡沫灭火器使用时，有液体伴随二氧化碳喷出，形成一层稳定的泡沫复盖在燃着物上，使其与空气隔绝而停止燃烧。电器或电器附近着火时常采用装有四氯化碳的灭火弹，但四氯化碳蒸气有毒，使用后要立即开启门窗，以防有人中毒。

(四) 扑灭燃着的钠和钾时，千万不要用水，也不得使用四氯化碳，以免引起猛烈的爆炸；通常应使用干燥的细砂覆盖。

二、爆炸的预防

1. 在含有气体的容器中的空气没有除尽时，切勿燃点逸出的气体如乙烯、乙炔等，因为这些气体与空气混和后被点燃时会发生爆炸。

2. 对于易爆炸的固体，如乙炔的金属盐、苦味酸、苦味酸的金属盐、二硝基甲苯等切勿敲击或重压，以免发生爆炸；其少量残渣不准乱丢，应放在水槽中用自来水冲去。

3. 进行常压蒸馏时，蒸馏装置应有一定的出口通向大气，否则会因蒸馏系统内气压的增加而发生爆炸。

4. 进行可以引起爆炸的实验时，操作者需带上护目镜。

三、触电的预防 电器设备使用前应检查是否漏电，若遇轻微电击现象，应立刻断绝电源，检修仪器。使用电器时，

应注意手、衣服和四周是否干燥。如电器已被水潮湿,应擦干后使用。

四、割伤的预防及处理

1. 预防:

(一) 玻璃管的锋利边沿,必须用火烧成平光后方可使用。

(二) 将玻璃管插入软木塞或橡皮塞中时,应用布包住,徐徐将玻璃管旋转插入,防止折断割伤;有时可涂一些甘油在玻璃管上助其滑入。

(三) 已有裂痕或裂口的玻璃仪器以勿用为宜;洗涤玻璃仪器时应小心,避免碰破。

(四) 试剂瓶、量筒和表面玻璃等仪器绝不可用灯火加热。热的玻璃仪器也不可突然触及冷的表面或冷水,否则均将引起破裂,容易造成伤害。

2. 处理: 皮肉割伤时应先用消毒的镊子把伤口中的玻璃屑取出,用硼酸水或双氧水洗涤后涂上红药水,然后用纱布药棉包扎。若割伤较大,流血不止,应紧按血管,急送医疗单位医治。

五、烧伤的预防及处理 高温(热的物体、火焰或蒸气)和具有腐蚀性的化学药品均可使皮肤遭到伤害,引起烧伤。

1. 预防:

(一) 处理热的物体和具有腐蚀性的化学药品时应非常小心,勿使其与身体任何部分直接接触。

(二) 将盛有液体的试管加热或煮沸时,管口不得朝向自己或旁人;在加热或反应进行过程中,不得接近试管口或烧瓶口往下观察反应物。

(三) 将浓酸或浓硷溶液加热或进行钠熔融等操作时,均

应带上护目鏡。

(四) 切勿倾水入酸，特別在稀释浓硫酸时，必须将酸分次注入水中，同时加以搅拌。

2. 处理：

(一) 若烧伤比较严重(如皮肤变棕或黑，烧伤面积较大等)，均应先以消毒纱布敷贴伤处，立即送医疗单位治疗。

(二) 轻微的灼伤可涂以苦味酸药膏或含有硼酸的凡士林。

(三) 皮肤被酸侵蚀时，立刻用水冲洗，然后用饱和碳酸氢钠溶液洗涤，最后用水冲洗。

(四) 皮肤被硷侵蚀时，应立刻用水冲洗，然后用 10% 醋酸溶液洗涤，最后用水冲洗。

(五) 溴或苯酚滴在皮肤上时，可用酒精洗去，再在伤处涂上甘油。

(六) 眼睛被酸侵蚀时，立即用水冲洗，然后以洗眼杯用 3% 碳酸氢钠溶液洗涤，再用水洗涤一次。

(七) 眼睛被硷侵蚀时，应立即用水冲洗，然后再用洗眼杯装饱和的硼酸水溶液或 0.5% 醋酸溶液洗涤，继以 3% 碳酸氢钠溶液，然后再用水洗涤一次。

六、中毒的预防 中毒主要是由吸入有毒的气体或误服有毒物质所引起，但有些毒物也可能从割伤或烧伤的皮肤处渗入人体。为防止中毒，应注意下列各点：

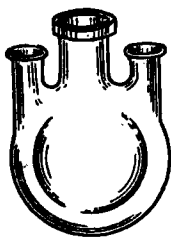
1. 有毒药品应妥为保管，不准乱放，其残渣不准乱丢。

2. 勿让有毒药品沾及五官或伤口。

3. 实验完毕后立即洗手。

4. 在实验过程中如遇头晕、乏力、面色苍白等现象，可能是因为有机物中毒所致，应立即就医诊断。

实验室常用仪器



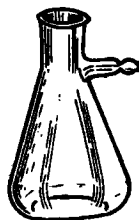
三口烧瓶



圆底烧瓶



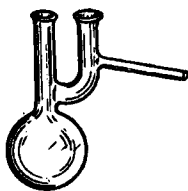
平底烧瓶



过滤瓶



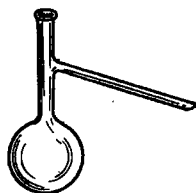
三角烧瓶



克莱生蒸馏瓶



研钵(附研杵)



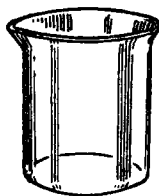
蒸馏烧瓶



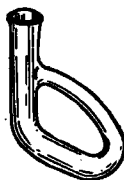
蒸发皿



表面皿



烧杯



熔点测定管

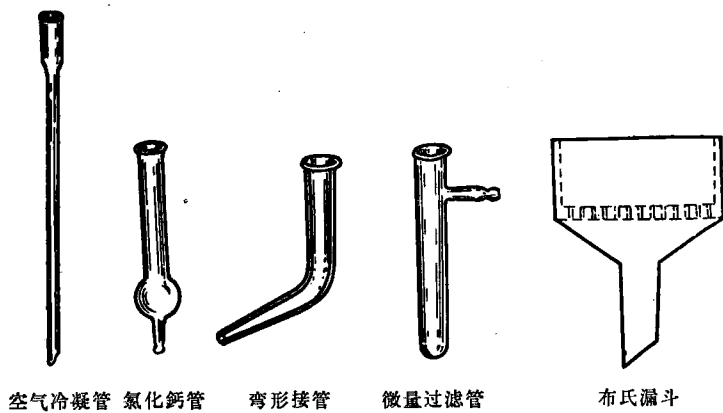
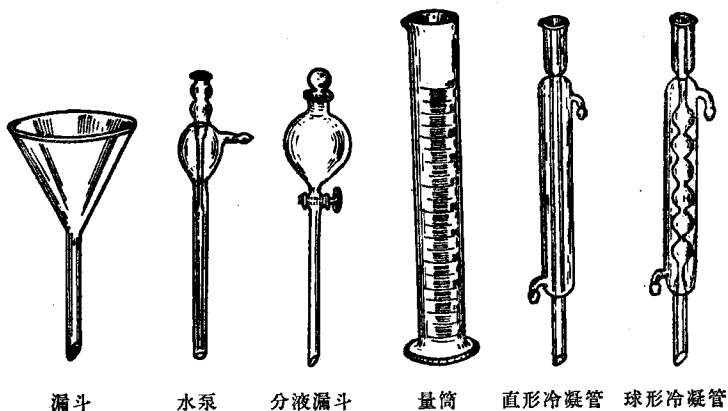


图 1

第一部分 基本操作

实验一 玻璃工作和塞子用法

一、玻璃工作 在有机化学实验中，经常要用到一些玻璃仪器和玻璃装置附件，因此有必要学会一些使用玻璃仪器的基本方法。

1. 切断玻璃管：将玻璃管平放在桌上，用锉刀（三角锉刀、砂轮锉刀或专割玻璃用的锉刀）在欲切断的地方刻一痕迹。刻划时，锉刀只可朝一个方向移动（图2），不得来回刻

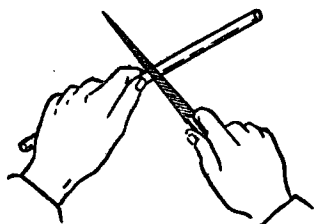


图 2



图 3

划，以免损坏锉刀。然后用两手拇指抵住刻痕背面，稍向外用力使其弯折，并略向左右拉，即可将其折断（图3）。

2. 弯玻璃管：在有机实验装置中，经常需要角度不同的玻璃管作为连接管。弯曲时，取干燥的玻璃管一根，按上述方法依照所需要的长度将其切断。用双手握住玻璃管，将要弯曲的部分放在有鱼尾灯

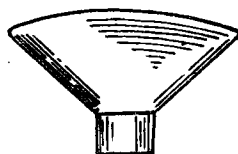


图 4 鱼尾灯头

头(图4)的火焰上加热,或斜放在火焰上加热(可以加宽火焰与玻璃管的接触面)。为了使受热均匀,玻璃管必须朝一个方向不断缓慢旋转(图5)。当玻璃管烧红变软时,立刻从火焰中取出,弯成所需要的角度(图6)。玻璃管弯曲部分的厚薄和粗细应如图7a所示。

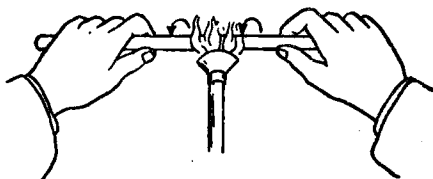


图 5

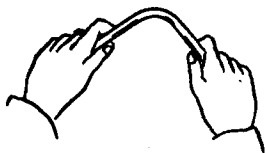


图 6

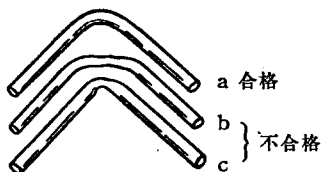


图 7

3. 拉玻璃管(制备毛细管): 将一内径约8mm的玻璃管以蒸馏水洗淨,烘干,按上法在火焰上加热。玻璃管受热部分约需2~3cm长。待玻璃管烧红变软,且开始下垂时,立即将玻璃管自火焰中取出,两手向左右平拉(图8)。开始时较慢

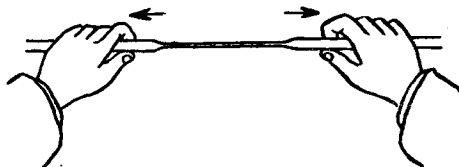


图 8

(因为太快会拉成太细的毛细管),随即加快(此时因玻璃管已逐渐冷却,愈慢愈不易拉长),拉至两臂张开所能允许的长度,使所拉成的毛细管内径为1mm左右。将所拉成的毛细管选其合用的部分,用锋利的碎瓷片在6~7cm的长度上轻轻一划,并将划痕向外,稍为向外用力,同时向左右轻拉,毛细管即折断。如操作适当,可得平整裂口。将截断的毛细管在小火焰边缘加热数秒钟,并同时转动,使其封闭。注意加热时间不能太长,否则毛细管受热的一端会形成一玻璃珠或变成弯曲的形状。将制成的毛细管留作测定熔点用。

二、塞子用法 在化学实验室中,经常要用塞子塞住各种容器和装置实验设备等。常用塞子的种类有软木塞、橡皮塞、玻璃塞以及其他材料做成的塞子。有机化学实验仪器上所用的塞子一般以采用软木塞为宜。软木塞的好处主要在于有弹性,能压紧,可以比较紧密地塞在容器中,且对水及大部分有机溶剂不起作用。但在要求密封的实验中,软木塞往往达不到这种要求。为了防止漏气,必须使用橡皮塞,但橡皮塞的缺点是容易被许多有机溶剂所溶解或膨胀。

1. 仪器的配塞: 仪器配塞以前,必须先选好塞子。塞子的大小应恰与仪器的口径适合。塞子进入瓶口或管口部分,不能少于塞子高度的 $\frac{1}{3}$,亦不能多于 $\frac{2}{3}$ (图9)。

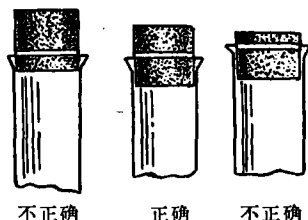


图9 塞子塞入瓶口

2. 塞子的钻孔: 软木塞在钻孔前需用压塞机压紧,目的是要防止钻孔时塞子裂开。钻孔器应选择口径略小于所装管子或温度计的直径,这样才能使所钻的孔与插入的玻璃管