

有机化学实验指导

宋伟新 王超宇 编著



黑龙江
朝鲜民族出版社

有机化学实验指导

宋伟新 王超宇 编著



江苏工业学院图书馆
藏书章



黑龙江
朝鲜民族出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验指导 / 宋伟新, 王超宇编著. —牡丹江:
黑龙江朝鲜民族出版社, 2008. 7

ISBN 978-7-5389-1547-1

I. 有… II. ①宋…②王… III. 有机化学—化学实验—
高等学校—教学参考资料 IV. 062-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 105016 号

书 名/ 有机化学实验指导
编 著/ 宋伟新 王超宇
责任编辑/ 金水山
责任校对/ 王 成
封面设计/ 李光吉
出版发行/ 黑龙江朝鲜民族出版社
发行电话/ 0453-6423758
电子信箱/ hcxmz@126.com
印 刷/ 牡丹江新闻传媒印务有限公司
开 本/ 787mm×1092mm 1/16
印 张/ 15.5
字 数/ 300 千字
版 次/ 2008 年 7 月第 1 版
印 次/ 2008 年 7 月第 1 次印刷
书 号/ ISBN 978-7-5389-1547-1
定 价/ 23.00 元

前 言

有机化学实验是师范院校、化工院校的一门独立的专业必修课程，是后继课程和今后工作学习所必须掌握的基本知识和技能。实验教学是培养学生创新能力和优良素质的有力手段，是学生巩固理论知识的有效途径，因此有机化学实验在化学专业基础课程中占有很大比重，起着很重要的作用。

我们在多年教学过程中发现学生做实验时只是机械的按照实验书上的内容进行操作，而对一些实验成败的关键点掌握不好，同时相关理论知识掌握不够深入。针对以上的问题我们编写了这本《有机化学实验指导》旨在帮助学生掌握实验的关键，解决实验中容易出现的问题，本书针对实验中出现的给予相应的参考答案。

本书共分七章，有如下特点：

1. 按照由易到难、循序渐进的认识规律将所选实验分为有机化学实验的基本常识、基本操作实验、合成实验、设计性实验、性质实验。便于教师分阶段组织教学，其中基本操作实验重在加强学生基本操作技能，合成实验重在学生综合运用和加强提高。

2. 设计性实验在于培养学生的综合运用能力及设计实验的能力。

3. 一部分实验中列出了相关原料和产物的物理常数，便于学生做实验时有的放矢。

4. 附录中列出了实验室常见合成实验通法，便于学生对每一类型实验的整体把握。

5. 一部分实验中介绍了该实验的合成新方法以便开阔学生的视野。

6. 书中附录索引相关数据分别摘取相关实验书，经编者汇集整理所得。

通过本课程的学习，学生能够熟练掌握有机化学实验中的基本操作技能和常规合成方法、合成步骤及合成思路，并初步具有独立设计实验的能力，为今后从事有机化学研究或相关工作打下扎实的基础。

本书可作为高等院校化学与化工专业以及与化学关系密切的生命、医药、农林、师范等专业的有机化学实验课的教学用书，也可供相关专业人员参考。同时是学生进行有机化学实验的较好的指导教材。

本教材第一章~第四章由宋伟新老师编写，第五章~第七章由王超宇老师编写。限于编者水平有限，本教材中难免存在不妥之处，敬请读者批评指正。

编者

2008年1月

目 录

第一章 有机化学实验的基本常识	1
第二章 基本操作	11
实验一 塞子的钻孔和简单玻璃工操作	11
实验二 熔点的测定	16
实验三 加热与冷却	20
实验四 干燥与干燥剂的使用	25
实验五 蒸馏及沸点的测定	31
实验六 分馏	37
实验七 重结晶提纯法	40
实验八 萃取	45
实验九 液态有机化合物折光率的测定	48
实验十 柱色谱	51
实验十一 菠菜色素的提取和色素分离	55
实验十二 旋光度的测定	59
实验十三 水蒸气蒸馏	62
实验十四 减压蒸馏	65
实验十五 有机化合物的元素定性分析	68
第三章 合成	72
实验一 乙酸乙酯	72
实验二 环己烯的制备	76
实验三 溴乙烷的制备	80
实验四 1-溴丁烷的制备	84
实验五 苯乙酮的制备	89
实验六 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	93
实验七 乙酰乙酸乙酯的制备	96
实验八 乙酰苯胺的合成	102
实验九 1,9-壬二酸的制备	108
实验十 甲基橙的制备	110
实验十一 肉桂酸的制备	114

实验十二	脲醛树脂的合成	118
实验十三	从茶叶中提取咖啡因	122
实验十四	安息香缩合	125
实验十五	苄叉丙酮和二苄叉丙酮的制备	128
实验十六	乙酰水杨酸的制备	130
实验十七	乙醚的制备	134
实验十八	苯甲酸的制备	137
实验十九	己二酸的制备	140
第四章	设计性实验	143
实验一	植物生长调节剂	143
实验二	8-羟基喹啉	147
实验三	从红辣椒中提取红色素	149
实验四	微波化学	150
实验五	乙酰二茂铁的合成、纯化与表征	152
实验六	合成洗涤剂	155
实验七	糖精钠的制备	157
实验八	透明皂的制备	159
实验九	香豆素-3-羧酸的制备	161
实验十	昆虫信息素 2-庚酮的合成	163
实验十一	(±)-苯乙醇酸(苦杏仁酸)的合成及拆分	166
实验十二	2-叔丁基对苯二酚的制备——食品抗氧化剂 TBHQ 的合成	170
实验十三	局部麻醉剂苯佐卡因的合成	172
实验十四	香料“结晶玫瑰”的合成	175
第五章	性质实验	177
实验一	甲烷制备与烷烃的性质	177
实验二	不饱和烃的制备和性质	179
实验三	芳烃的性质	183
实验四	卤代烃的性质	186
实验五	醇和酚的性质	187
实验六	醛和酮的性质	190
实验七	羧酸及其衍生物的性质	194
实验八	胺的性质	197
实验九	某些杂环化合物和生物碱的性质	199
实验十	糖类物质的性质	200
实验十一	氨基酸和蛋白质的性质	204

第六章 酸碱标准溶液的配制.....	207
实验一 氢氧化钠标准溶液配制及酸、碱浓度的比较.....	207
实验二 盐酸标准溶液的配制和标定.....	208
附录.....	212
一、常用的有机溶剂及提纯.....	212
二、常用有机溶剂的提纯.....	213
三、常用化学元素的相对原子质量.....	216
四、常用的酸碱浓度与密度.....	216
五、水蒸汽压力.....	221
六、压力的 Pa 单位制与 mm Hg 单位的对照	222
七、部分共沸混合物.....	222
八、常用试剂的配制.....	224
九、常见化学物质毒性和易燃性.....	228
十、实验室常见合成实验通法.....	229

第一章 有机化学

实验的基本常识

一、教学目的、任务

1. 使学生掌握有机化学实验的基本操作技术,培养学生能以小量规模正确地进行制备实验和性质实验,培养学生分离和鉴定制备的产品的能力。

2. 培养学生能写出合格的实验报告,具备初步查阅文献的能力。

3. 培养良好的实验工作方法和习惯,以及实事求是和严谨的科学态度。

为此,我们首先介绍有机化学实验的一般知识,使学生在进行有机化学实验之前,对有机化学实验内容有充分的了解,以便更好地掌握有机化学实验的相关知识。

二、有机化学实验室的一般知识

2-1 有机化学实验室规则

为了保证有机化学实验正常进行,培养良好的实验方法,并保证实验室的安全,学生必须严格遵守有机化学实验室规则。

1. 切实做好实验前的准备工作。

2. 进入实验室时,应熟悉实验室灭火器材,急救药箱的放置地点和使用方法。

3. 实验时应遵守纪律,保持安静。

4. 遵从教师的指导,按照实验教材所规定的步骤、仪器及试剂的规格和用量进行实验。

5. 应经常保持实验室的整洁。

6. 爱护公共仪器和工具,应在指定地点使用,并保持整洁。

7. 实验完毕离开实验室时,应把水、电和煤气开关关闭。

2-2 有机化学实验室安全知识

由于有机化学实验室所用的药品多数是有毒、可燃、有腐蚀性或有爆炸性的,所用的仪器设备大部分是玻璃制品,故在实验室工作,若粗心大意,就容易发生事故。同学们必须认识到化学实验室是潜在的危险场所,必须重视安全问题,提高警惕,严格遵守操作规程,只要加强安全措施,事故是可以避免的。

下面介绍实验室的安全守则和实验室事故的预防和处理。

1. 实验室的安全守则。

有机实验室较其他化学实验室更危险、更易发生事故，有机溶剂及试剂一般具有有毒、强腐蚀性、易燃等特性，有机气体易燃易爆，使用不当就会引起着火、爆炸、烧伤、烫伤、冻伤或中毒等事故。另外，碎裂的玻璃器皿、煤气、电气设备使用不当也会引起事故。故在实验中要严格执行操作规则，遵守有机实验室安全规则和实验室守则。进行有机实验时必须遵守如下规则。

1) 进入实验室前，充分预习好实验内容，并在实验前做好各项准备工作，要写出预习报告。对于实验的步骤及其本实验所要用的仪器要非常清楚。

2) 进入实验室后应保持安静，实验过程中不得擅自离开岗位。

3) 实验前应检查仪器设备是否存在破损、漏气、漏电等不安全因素。实验中应注意观察现象，发现异常，应立即中断实验。

4) 处理有毒或有强刺激性气体时要在通风橱中进行。

5) 减压操作或处理爆炸性物质及强腐蚀性物质时容易发生危险，实验时应佩带防护眼镜、面罩、手套等防护设备。

6) 公用仪器及药品用后立即归还原处。节约用水、电、煤气及药品。药品及实验后的产品要及时回收，不能随意丢弃，以免酿成事故。

7) 严禁在实验室内吃食物、吸烟，实验后要洗手。

2. 实验室事故的预防

①火灾的预防

防火的基本原则是使火源远离有机试剂，并尽可能减少有机物挥发到空气中，如果已经着火，很小面积的着火可用湿抹布、石棉布或用砂土盖住即可；大面积着火应用灭火器扑灭。

②爆炸的预防

常压操作时整套装置应有一处与大气相通，切不可形成封闭体系，以免因体系内压太大而使反应物冲出或玻璃仪器炸裂。减压蒸馏时，蒸馏瓶和接收瓶应用梨形或圆形。以免平底瓶因其受压不均而炸裂。

③中毒的预防

处理强酸、强碱、强氧化剂及其他有剧毒的药品时要带橡皮手套。不要用敞口容器存放有毒的药品。

④触电的预防

使用电器前应检查是否漏电或其他不正常现象，不可用湿手接触电插头。

3. 事故的处理和急救

实验室应备有急救箱，发生事故时如伤情较轻可按以下方法处理：

割伤：清洗伤口后涂上红药水，用绷带扎住。

烫伤：涂上玉树油或鞣酸油膏。

试剂烧伤：(1) 酸：量少时即用大量水冲洗后用 3%~5% 的碳酸氢钠水溶液清洗，最后再用水洗，然后涂上消炎油膏。量大时，必须用洁净的柔软物质迅速地将酸擦去，再按照酸量少时的办法处理。(2) 碱：立即用大量水冲洗后用 2% 的醋酸水溶液洗，最后再用水洗。若为钠灼伤，用镊子将钠移走后，再按照碱灼伤时相同办法处理。(3) 溴：立即用大量水冲洗，再用酒精擦至创面处无溴液时为止，然后涂上甘油或消炎油膏。(4) 试剂溅入眼内：任何试剂溅入眼内，都要先用大量水冲洗直至眼睑内没有试剂为止。如溅入眼中的是玻璃，则应仔细地用镊子小心地把玻璃夹出，然后再用水洗，严重的经初步处理后要送医院。

中毒：1) 毒品溅入口中若无咽下者应立即吐出，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。2) 腐蚀性毒物：对于强酸或强碱，应先饮大量水，然后分别服用氢氧化铝，鸡蛋白或醋、酸果汁。最后用牛奶灌注。不要吃呕吐剂。3) 刺激神经性毒物：先饮牛奶或鸡蛋白，再食用约 30 g 硫酸镁溶于一杯水中的溶液催吐，在进行了初步处理后，伤情较重者要送医院。

4. 急救用具

实验室要设立急救箱，箱内应常备如下药品和工具：医用 70% 乙醇、1% 醋酸、1% 硼酸、5% 碳酸氢钠、稀氨水、红汞水、紫药水、甘油、烫伤膏、消炎粉、医用剪刀、镊子、洗眼杯、消毒棉、纱布、胶布、绷带、棉签等。

2-3 有机化学实验室常用的仪器和装置

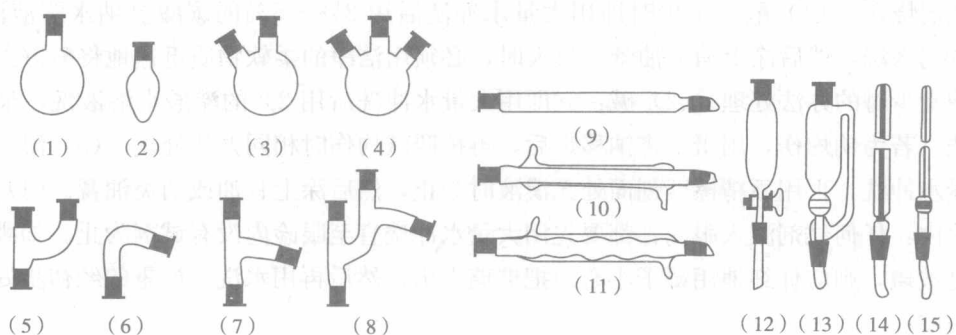
1. 有机化学实验室常用普通玻璃仪器



2. 有机化学实验室常用标准接口玻璃仪器

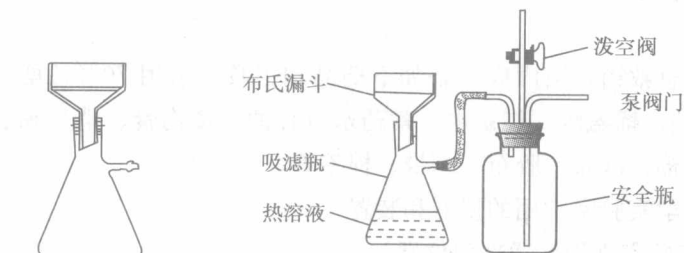
标准接口仪器的每个部件在其口塞的上或下显著部位均具有烤印的白色标志，表明规格。常用的有 10, 12, 14, 16, 19, 24, 29, 34, 40 等。

有的标准接口玻璃仪器有两个数字，如 10/30，10 表示磨口大端的直径为 10 mm，30 表示磨口的高度为 30 mm。



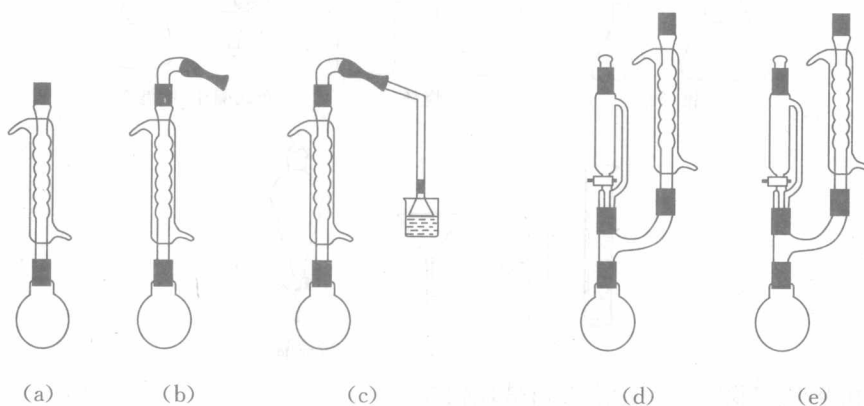
(1) 圆底烧瓶 (2) 梨形瓶 (3) 两口瓶 (4) 三口瓶 (5) Y形管 (6) 弯头
 (7) 蒸馏头 (8) 克氏蒸馏头 (9) 空气冷凝管 (10) 冷凝管 (11) 球形冷凝管
 (12) 分液漏斗 (13) 恒压滴液漏斗 (14) 温度计 (15) 温度计

3. 有机化学实验室常用装置



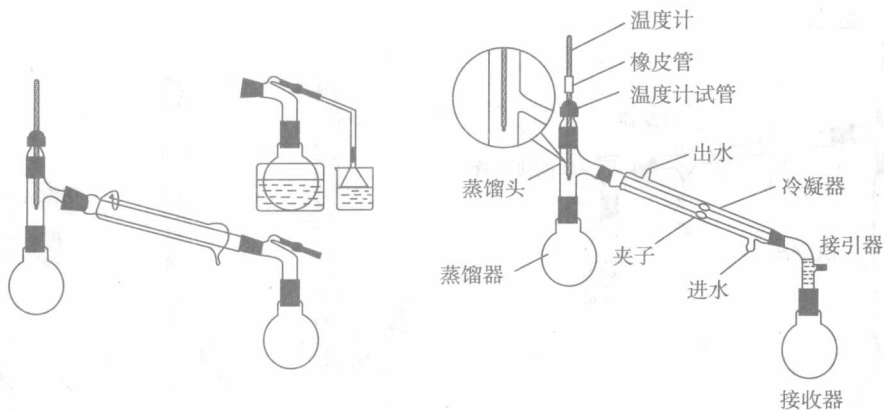
抽气过滤装置

减压过滤装置

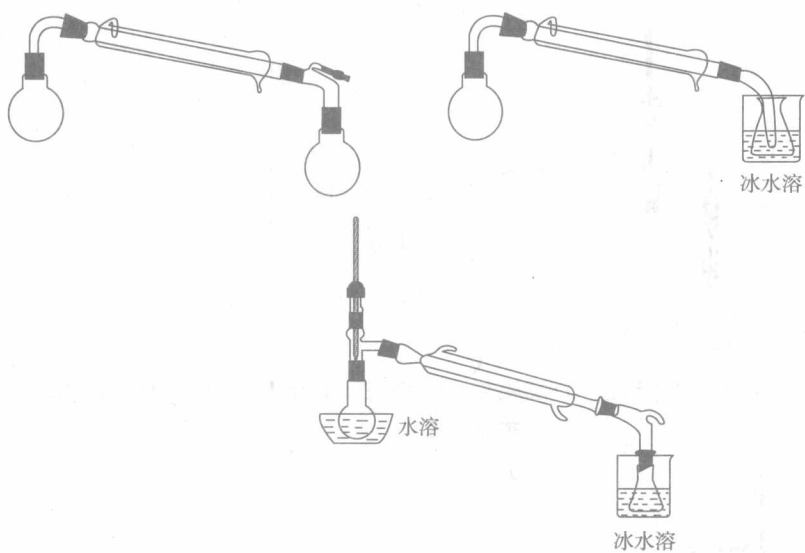


回馏装置

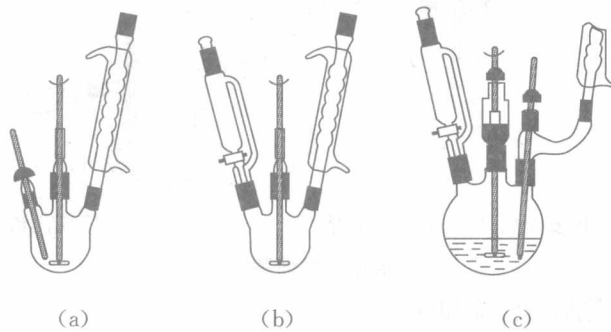
回馏滴加装置



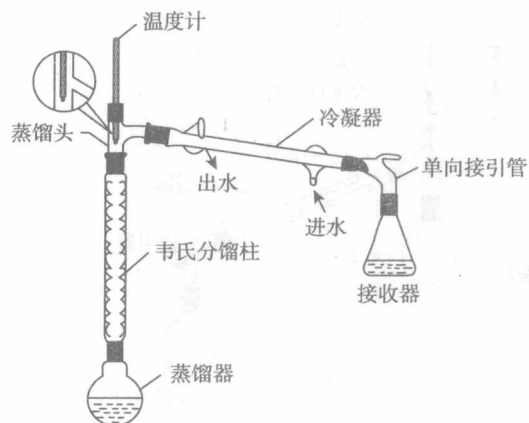
普通蒸馏装置



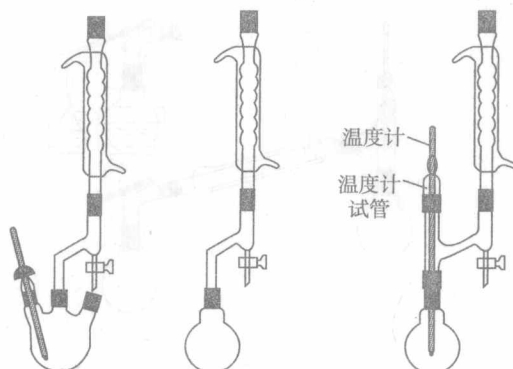
低沸点易燃液体蒸馏装置



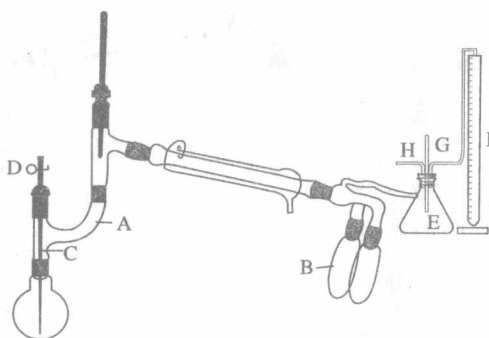
机械搅拌装置



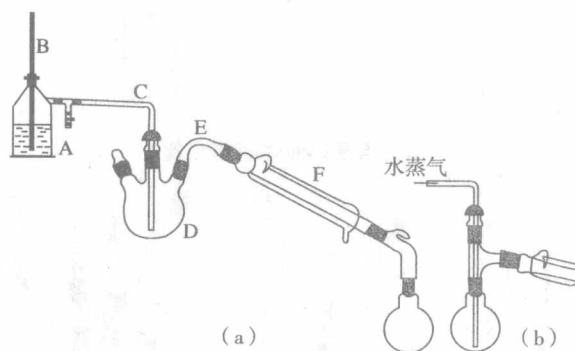
分馏装置



回流分馏装置



A-克氏蒸馏烧瓶 B-接收器 C-毛细管 D-螺旋夹 E-缓冲瓶 F-压力计 G-二通旋塞 H-导管
减压蒸馏装置



A-水蒸气发生器 B-安全管 C-水蒸气导管 D-三口圆底烧瓶 E-流出液导管 F-冷凝管
水蒸气蒸馏装置

2-4 常用玻璃器皿的洗涤和保养

1. 玻璃器皿的洗涤

要想得到满意的实验结果，必须使用干净的玻璃仪器。因为少量杂质的存在可能阻止反应而催化不必要的反应，或者使我们无法研究实验结果及反应速度，故每次实验后立即

清洗用过的仪器是很重要的，否则残渣会变硬，难以用溶剂洗去，并且残渣还可能会腐蚀玻璃仪器，使进一步清洗变得困难。

对于大多数玻璃仪器，只须选择大小和形状适宜的刷子，用热水和洗涤剂就能基本上刷洗干净。若仍有油珠，可用工业丙酮或乙醇洗，然后再用水冲洗直至玻璃表面无油珠为止。

非常难洗的余物，应在将其尽量地刮去后用铬酸洗液去除，洗涤时先加几滴洗液到玻璃仪器干燥部分，观察现象，如不发生剧烈反应，再加几毫升洗液用力振摇，使仪器的全部表面都浸到洗液中。然后放置片刻，倒出剩余的洗液（可回收继续使用），用少量水洗仪器，然后用洗涤剂洗后再用大量水冲洗。

2. 玻璃仪器的干燥

洗净的仪器口向下，放在气流烘干器上或插在仪器干燥板上自然晾干。如急需使用，可将仪器中水沥干后加少量丙酮润湿仪器内壁，然后倒出丙酮，将仪器用电吹风机或气流烘干器烘干。

若反应需在绝对无水的条件下进行，所用仪器在经电热烘箱或气流烘干器干燥后，应趁热放入保干器中，或装配上事先已准备好的干燥管，再让其自然冷却。

3. 常用仪器的保养

分液漏斗：分液漏斗是用普通玻璃制成的，有球形、锥形和筒形等多种式样，规格有50、100、150、250毫升等。球形漏斗的颈较长，多用做制备装置中滴加液体。锥形分液漏斗的颈较短，常用做萃取操作。分液漏斗在使用前要将漏斗颈上的旋塞芯取出，涂上凡士林，插入塞槽内转动使油膜均匀透明，且转动自如。然后关闭旋塞，往漏斗内注水，检查旋塞处是否漏水，不漏水的分液漏斗方可使用。漏斗内加入的液体量不能超过容积的3/4。为防止杂质落入漏斗内，应盖上漏斗口上的塞子。放液时，磨口塞上的凹槽与漏斗口颈上的小孔要对准，这时漏斗内外的空气相通，压强相等，漏斗里的液体才能顺利流出。使用时，应按操作规程操作，两种液体混合振荡时不可过于剧烈，以防乳化；振荡时应注意及时放出气体；上层液体从上口倒出；下层液体从下口放出。分液漏斗不能加热。漏斗用后要洗涤干净。长时间不用的分液漏斗要把旋塞处擦拭干净，塞芯与塞槽之间放一纸条，以防磨砂处粘连。

温度计：温度计的水银球玻璃很薄，易碎，使用时应小心。不能将温度计当搅拌棒使用；温度计使用后应先冷却再冲洗，以免破裂；测量范围不得超出温度计刻度范围。

其他玻璃仪器：使用时要轻拿轻放，以免弄碎；除烧杯、烧瓶和试管外，均不能用火直接加热；锥形瓶、平底烧瓶不耐压，不能用于减压系统。

2-5 实验预习、实验记录和实验报告的基本要求

在每个实验前，必须做好预习，实验过程中要认真观察实验现象，及时记录实验现象，实验结束后要认真完成实验报告。

1. 预习

预习报告应包括实验名称、目的和要求、实验原理（包括主反应和副反应）、主要物料及产物的物理常数、主要物料用量及规格、实验装置图，实验步骤。无预习报告，不得进入实验室。

2. 实验记录：包括实验时间、步骤、现象及备注等，实验结束后应把相关的产品及实验记录让指导老师检查合格后签字。

3. 实验报告基本要求：实验报告除预习报告内容外还应该包括实验后的产率计算、讨论、实验习题等。

2-6 有机化学实验文献

参考书：《有机化学实验》，高等教育出版社，周科衍、高占先编

《有机化学实验》，清华大学出版社，李兆陇等编

《现代有机化学实验技术导论》，复旦大学丁新腾译科学出版社

《有机化学实验》（第二版）兰州大学、复旦大学编，高教出版社

《有机化学实验》（第二版）黄涛主编，高教出版社

《有机化学实验》曾昭琼主编，第三版。

化学文献：CA（美国化学文摘）、JOC（美国有机化学）、JOCS（美国有机化学会志）、Aldrich（美国化学试剂公司商品目录）、Handbook of Chemistry and Physics。

三、问题讨论

1. 如何保持实验室整洁？

答：暂时不用的器材，不要放在桌面上。污水、污物、残渣、火柴梗、废纸、塞芯和玻璃碎片等应分别放在指定的地点，不得乱丢，更不得丢入水槽；废酸和废碱应分别倒入指定的容器中；废溶液要倒入指定的密封容器中统一处理。

2. 实验室安全守则的主要内容是什么？

答：a. 实验开始前检查仪器、装置，指导教师同意后方可进行实验；b. 实验进行时不得离开岗位，注意反应进行情况；c. 进行危险实验时应采取必要安全措施；d. 使用危险药品要注意，试剂不得入口，严禁在实验室内进食或抽烟，实验结束后洗手；e. 熟悉安全用具的放置地点和使用方法，并妥善保管，不准移作他用。

3. 实验室如何预防火灾？

答：防火基本原则：a. 操作易燃溶剂时要特别小心注意；b. 进行易燃物质实验时，先将周围易燃物质搬开；c. 保证实验装置气密性；d. 回流或蒸馏低沸点易燃液体时应规范操作；e. 用油浴加热蒸馏或回流时，必须十分注意油外溅引起火灾；f. 应在通风橱或指定地方处理大量的可燃性液体；g. 纸条或火柴梗等丢弃前应熄灭，不得乱抛乱掷。

4. 实验室如何预防爆炸？

答：a. 蒸馏装置必须正确，不能造成密闭体系；b. 切勿使易燃易爆的气体接近火源；c. 使用乙醚等醚类时必须检查有无过氧化物存在，且应在通风较好的地方或通风橱内进

行；d. 对于易爆炸的固体不能重压或撞击，对于它们的残渣也必须小心销毁；e. 注意钠屑的放置。

5. 实验室如何预防中毒？

答：a. 剧毒药品应妥善保管，不许乱放，有毒残渣必须妥善而有效处理，不准乱丢；b. 要防止有毒物质渗入皮肤，保护好自己；c. 反应过程可能生成有毒或腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行，不要把头伸入橱内。

6. 实验室万一发生火灾，如何处理？

答：一方面防止火蔓延；另一方面立即灭火，应根据起火的原因和火场周围的情况采取不同的方法灭火，抢救过程切勿犹豫。

7. 实验室发生玻璃割伤，药品灼伤，烫伤，中毒等事故时，如何处理？

答：先在实验室初步清理伤口和包扎，严重者应马上送医就诊。

8. 实验室常用标准磨口玻璃仪器上的数字代表什么含义？

答：表明规格，若有两个数字，则表示磨口大端的直径/磨口的高度。

9. 使用标准磨口仪器的注意事项有哪些？

答：a. 保持口塞清洁；b. 保证磨砂接口的密合性，避免磨面的相互磨损；c. 装配时不宜用力过猛；d. 用后立即拆卸洗净；e. 装拆时不得硬性装拆；f. 磨口套管和磨塞尽量保持配套。

10. 仪器的装配有哪些原则？

答：a. 装配玻璃仪器和配件都要洁净；b. 所选用器材要恰当；c. 装配顺序为先下后上，从左到右，拆卸时顺序相反，做到严密、正确、整齐和稳妥；d. 最基本的原则是切忌对玻璃以前的任何部分施加过度的压力或扭歪。

11. 有机玻璃仪器的洗涤有哪些方法？

答：一般方法是用水、洗衣粉、去污粉刷洗，另外还可以用洗液洗涤，常用的洗液有：铬酸洗液，盐酸，碱液和合成洗涤剂，有机溶剂洗涤液等。

12. 有机玻璃仪器的干燥有哪些方法？

答：自然风干、烘干、吹干。

13. 温度计的保养要注意什么问题？

答：不能用温度计当搅拌棒使用；不能测定超过温度计的最高刻度的温度；不能把温度计长时间放在高温的溶剂中；用后慢慢冷却，不可立即用水冲洗。

14. 分液漏斗的保养要注意什么问题？

答：注意保护活塞和盖子，各个漏斗塞子不要相互调换，用后一定要在活塞和盖子的磨砂口间垫上纸片。

15. 常用的冷凝管有多少种？如何使用和保管？

答：冷凝管分为直型冷凝管、空气冷凝管、球形冷凝管和蛇形冷凝管。安装使用时应夹稳防止翻倒，洗刷时要用特制的长毛刷，不用时直立晾干。

16. 实验报告的基本内容有哪些?

答: 实验题目, 实验目的, 实验原理, 主要试剂及产物的物理常数, 仪器装置图, 实验步骤和现象记录, 产品外观、重量、产率, 讨论、实验习题。

17. 常用的有机化学实验文献有哪些?

答: CA (美国化学文摘)、JOC (美国有机化学)、JOCs (美国有机化学会志)、Aldrich (美国化学试剂公司商品目录)、Handbook of Chemistry and Physics。

18. CA 起源于哪一年? 有何价值?

答: CA 即美国化学文摘, 创刊于 1907 年, 它的优点在于从各方面编制各种索引, 使读者省时、全面地找到需要了解的已经报道的化合物的合成、性质以及应用。