

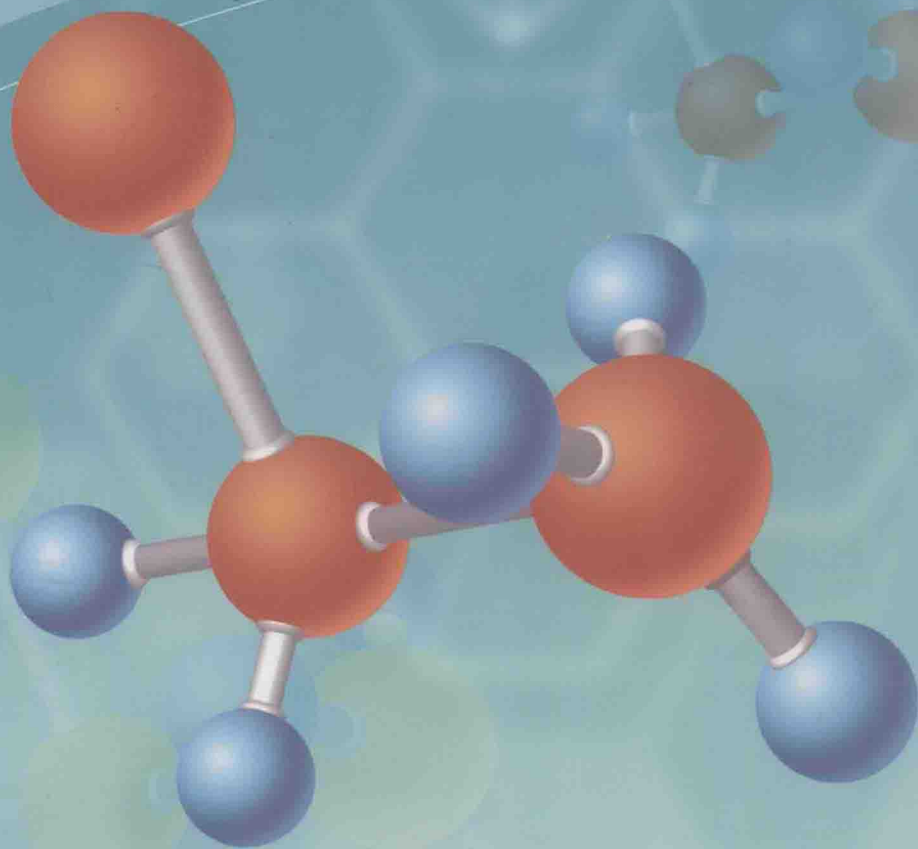


普通高等教育“十二五”规划教材

EXPERIMENTAL ORGANIC CHEMISTRY

有机化学实验

■ 赵建庄 梁 丹 主编



中国林业出版社

普通高等教育“十二五”规划教材

有机化学实验

赵建庄 梁 丹 主编

中国林业出版社

内 容 简 介

本书是普通高等教育“十二五”规划教材,根据全国高等农业院校有机化学教学研讨会(浙江)上制定的《有机化学教学大纲》的要求,在曾获得2005年北京市精品教材《有机化学实验》的基础上编写而成。全书共由9部分组成:有机化学实验的基本知识,基本操作,有机化合物的制备,天然有机化合物的提取,有机化合物的基本性质,绿色化有机合成实验及有机应用实验,有机化合物官能团的鉴定,微型与小型实验简介及附录。本书对实验的重点与难点有较详尽的注释,每个实验后均有思考题。附录中有多种表格供查阅。

本书供农、林、水高等院校和其他生物学科各专业本科生使用,也可供有关院校及农林科技工作者参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/赵建庄,梁丹主编. —北京:中国林业出版社,2013.11

普通高等教育“十二五”规划教材

ISBN 978-7-5038-7238-9

I. ①有… II. ①赵… ②梁… III. ①有机化学—化学实验—高等学校—教材
IV. ①062—33

中国版本图书馆CIP数据核字(2013)第246078号

中国林业出版社·教材出版中心

策划编辑:康红梅 高红岩

责任编辑:康红梅

电话:83280481 83221489

传真:83220109

出版发行 中国林业出版社(100009 北京市西城区德内大街刘海胡同7号)

E-mail: jiaocaipublic@163.com 电话:(010) 83224477

http://lycb.forestry.gov.cn

经 销 新华书店

印 刷 北京市昌平百善印刷厂

版 次 2013年11月第1版

印 次 2013年11月第1次印刷

开 本 850mm×1168mm 1/16

印 张 13

字 数 317千字

定 价 22.00元

未经许可,不得以任何方式复制或抄袭本书之部分或全部内容。

版权所有 侵权必究

《有机化学实验》编写人员

主 编 赵建庄 梁 丹

副主编(按姓氏拼音排序)

次仁德吉 明 媚 魏朝俊

吴昆明 尹立辉

编写人员(按姓氏拼音排序)

次仁德吉(西藏大学农牧学院)

贾临芳(北京农学院)

梁 丹(北京农学院)

李 萍(天津农学院)

明 媚(天津农学院)

尼玛卓玛(西藏大学农牧学院)

尼 珍(西藏大学农牧学院)

潘 虹(天津农学院)

魏朝俊(北京农学院)

吴昆明(北京农学院)

徐晓萍(天津农学院)

尹立辉(天津农学院)

央 宗(西藏大学农牧学院)

赵建庄(北京农学院)

郑燕英(北京农学院)

张 卿(北京农学院)

前言

本书是普通高等教育“十二五”规划教材，按照我国《高等教育面向21世纪教育内容和课程体系改革计划》的基本要求，结合学生的实际学习情况而编写的。参编教师具有多年的教学经验，同时借鉴了国内同类实验教材的优点，本书内容翔实、重点突出、实验难点解析清楚、针对性和指导性强。供农、林、水高等院校和其他生物学科各专业本科生使用，也可供有关院校及农林科技工作者参考。

有机化学是一门以实验为基础的学科，许多有机化学理论和规律是对大量实验资料进行分析、概括、综合、总结而成的。有机化学实验又为理论的完善和发展提供了依据。“有机化学实验”是学生学习“有机化学”课程必修的一门基础实验课。通过实验加深理解有机化学的基本理论与常见化合物的重要性质和反应规律，训练基本实验操作和技能，培养大学生良好的实验素质。制备实验以常量为主，同时也选取了个别“微型”和“小型”实验，以减少污染、节省药品、缩短反应时间，适应我国发展循环经济、低碳经济的形势需要。

书中包括了有机化学实验的基本知识、基本操作、有机化合物的分离和提纯、色谱法、波谱技术、有机化合物的制备、天然有机化合物的提取、有机化合物的基本性质、绿色化有机合成实验及有机应用实验、有机化合物官能团的鉴定、微型与小型实验简介及附录等方面的内容。通过有机化学实验的学习，可以达到以下目的：

(1) 学生通过实验获得感性知识，巩固和加深对有机化学基本理论、基础知识的理解，进一步掌握常见有机化合物的重要性质和反应规律，了解常见有机化合物的提纯和制备方法。

(2) 学生通过有机化学实验基本操作和基本技能的训练，学会使用一些常用仪器。

(3) 培养学生独立进行实验、组织与设计实验的能力。例如，细致观察与记录实验现象，认真测定与处理实验数据，正确阐述实验结果等。

(4) 培养学生严谨的科学态度和良好的实验作风。“有机化学实验”课程还为学生学习后续课程、参与实际工作和进行科学研究打下良好的基础。

参加本书编写的教师来自北京农学院、天津农学院、西藏大学农牧学院等。

本书在编写过程中参阅了大量实验教材，在此对相关书籍的作者表示感谢。同时对编者所在学校有关领导以及中国林业出版社编辑的大力支持表示感谢。

限于编者水平，书中错误和不妥之处在所难免，恳请广大读者批评指正。

编 者

2013 年 8 月

目 录

Contents

前 言

第 1 部分 有机化学实验的基本知识

一、有机化学实验室规则	(1)
二、有机化学实验室的安全知识	(1)
三、常用玻璃仪器简介	(4)
四、其他常用仪器设备简介	(15)
五、实验预习和实验报告	(19)

第 2 部分 基本操作

I. 有机化合物的分离和提纯	(21)
i. 液态有机物的分离和提纯	(21)
实验 1 蒸 馏	(21)
实验 2 分 馏	(25)
实验 3 水蒸气蒸馏	(28)
实验 4 减压蒸馏	(32)
ii. 固态有机物的分离和提纯	(36)
实验 5 重结晶及热过滤	(36)
实验 6 升 华	(41)
实验 7 萃 取	(43)

II. 有机化合物物理常数测定	(48)
实验 8 熔点的测定	(48)
实验 9 沸点的测定	(53)
实验 10 阿贝折射仪测定乙醇的浓度	(55)
实验 11 旋光度的测定	(59)
III. 色谱法	(62)
实验 12 柱色谱分离植物色素	(62)
实验 13 纸色谱法鉴定氨基酸	(64)
实验 14 薄层色谱法分离偶氮染料	(66)
实验 15 气相色谱法测定甲苯和乙苯	(68)
实验 16 高效液相色谱仪定性分析硝基酚类化合物	(72)
IV. 色谱法	(74)
实验 17 紫外-可见光谱和红外光谱	(74)
i. 紫外-可见光谱	(75)
ii. 红外光谱	(78)

第 3 部分 有机化合物的制备

实验 18 1-溴丁烷的制备	(82)
实验 19 乙酸乙酯的制备	(86)
实验 20 苯乙酮的制备	(89)
实验 21 乙酸丁酯的制备	(92)
实验 22 乙酸异戊酯(香蕉水)的制备	(93)
实验 23 己二酸的制备	(95)
实验 24 乙酰苯胺的制备	(96)
实验 25 食品防腐剂——苯甲酸的制备	(98)
实验 26 乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备	(100)

第 4 部分 天然有机化合物的提取

实验 27 茶叶中咖啡因的提取及其性质	(102)
实验 28 烟草中烟碱的提取和烟碱的性质	(104)

实验 29	油料作物中粗脂肪的提取和油脂的性质	(106)
实验 30	从槐花米中提取芦丁	(109)
实验 31	从胆汁中提取胆红素	(111)
实验 32	从果皮中提取果胶	(113)
实验 33	桉树叶中桉叶油的提取	(114)

第 5 部分 有机化合物的基本性质

实验 34	元素的定性分析	(117)
实验 35	烃的性质	(120)
实验 36	卤代烃的性质	(123)
实验 37	醇和酚的性质	(125)
实验 38	醛、酮的性质	(128)
实验 39	羧酸及其衍生物的性质	(132)
实验 40	胺和酰胺的性质	(136)
实验 41	糖类的性质	(139)
实验 42	氨基酸、蛋白质的性质	(143)

第 6 部分 绿色化有机合成实验及应用实验

实验 43	微波法合成肉桂酸	(147)
实验 44	新型固体酒精的制备	(148)

第 7 部分 有机化合物官能团的鉴定

一、双键的鉴定	(151)
二、卤代烃的鉴定	(151)
三、醇的鉴定	(151)
四、酚的鉴定	(152)
五、醚的鉴定	(152)
六、羰基化合物的鉴定	(152)

七、羧酸及其衍生物、取代羧酸的鉴定	(153)
八、胺的鉴定	(153)
九、碳水化合物的鉴定	(154)
十、氨基酸、蛋白质鉴别	(154)

第8部分 微型与小型实验简介

一、微型实验举例	(159)
二、小量-半微量实验举例	(163)

第9部分 附 录

附录1 化学元素的序数、原子量、价电子排布式、原子半径与电负性	(164)
附录2 常用有机试剂的配制	(168)
附录3 乙醇溶液的相对密度及浓度组成表	(171)
附录4 常用酸、碱溶液的配制	(172)
附录5 常用酸碱溶液的相对密度、质量分数与物质的量浓度对应表	(173)
附录6 常用有机溶剂的纯化	(174)
附录7 常用指示剂的配制	(176)
附录8 常用洗涤剂的配制	(177)
附录9 常见的共沸混合物	(178)
附录10 常见发色团的特征吸收峰	(179)
附录11 红外光谱中的一些特征吸收频率	(180)
附录12 常用有机溶剂的物理常数	(181)
附录13 危险化学品的使用知识(易燃易爆有毒致癌)	(182)
附录14 有机化学实验文献中常见英文术语	(193)
附录15 常用有机化学工具书及网络化学资源	(195)
参考文献	(197)

第 1 部分

有机化学实验的基本知识

一、有机化学实验室规则

有机化学是一门实验性很强的学科，实验在有机化学的学习中占有重要的地位，因此必须认真做好每一个实验。为保证实验的正常进行、养成良好的实验习惯及培养严谨的科学态度，要求学生必须遵守下列规则：

(1) 实验前必须认真预习有关的实验内容，做好预习笔记。通过预习，要明确实验目的和要求，了解实验的基本原理、步骤和操作技术，熟悉实验所需的药品、仪器和装置，重视实验中的注意事项。

(2) 进入实验室后，必须遵守实验室的纪律和各项规章制度。实验中不要大声喧哗、不乱拿乱放、不将公物带出实验室，借用公物要自觉归还，损坏东西要如实登记，出了问题要及时报告。

(3) 操作实验要严格按照操作规程进行。仔细观察，积极思考，及时准确、实事求是地做好实验记录。

(4) 听从教师和实验室工作人员的指导，若有疑难问题或发生意外事故必须立即报告教师，以得到及时解决和处理。

(5) 实验中应始终保持实验室的卫生，做到桌面、地面、水槽和仪器“四净”。

(6) 严格控制药品的规格和用量，节约用水、用电。

(7) 实验完毕，必须及时做好整理工作，清洗仪器并放到指定位置、处理废物、检查安全、做好记录并交给教师，待教师签字后方可离开实验室。

(8) 每次做完实验，必须认真写出实验报告。

二、有机化学实验室的安全知识

在有机化学实验中，经常使用易燃试剂(如乙醚、丙酮、乙醇、苯、乙炔和苦味酸等)，有毒试剂(如苯肼、硝基苯及氰化物等)，有腐蚀性的试剂(如浓硫酸、浓盐酸、浓硝酸、溴和烧碱等)。而且仪器多为玻璃制品，若使用不当或不加小心，很可能发生着火、烧伤、爆炸、中毒等事故。为了防止意外事故的发生，使实验顺利进行，必须要求学生除了严格按规程操作外，还必须熟悉各种仪器、药品的性能和一般事故的处理等实验室

安全知识。

(一) 实验时注意的事项

(1) 实验开始前, 应认真进行预习, 掌握实验操作; 仔细检查仪器是否完整, 仪器装置是否安装正确、平稳。

(2) 熟悉实验室内水、电、煤气的开关, 了解试剂和仪器的性能。

(3) 实验中所用的药品, 不得随意散失、遗弃, 使用后必须放回原处。对反应中产生的有毒气体、实验中产生的废液, 应按规定处理。

(4) 实验过程中不得擅自离岗位, 实验室内严禁吸烟、饮食。

(5) 熟悉使用各种安全用具(如灭火器、沙桶和急救箱等)。

(6) 实验进行中, 要认真观察、思考, 如实记录实验情况。

(7) 进行有危险性的实验时应佩戴防护眼镜、面罩和手套等防护用具。

(二) 事故的预防和处理

1. 火灾

为避免发生火灾, 必须注意以下几点:

(1) 对易挥发和易燃物, 切勿乱倒, 应专门回收处理。

(2) 处理易燃试剂时, 应远离火源, 不能用烧杯等广口容器盛易燃溶剂, 更不能用明火直接加热。

(3) 实验室不得存放大量易燃物。

(4) 仔细检查实验装置、煤气管道是否破损漏气。

实验室如果发生着火事故, 应沉着镇静及时采取措施。首先, 应立即关闭煤气, 切断电源, 熄灭附近所有火源, 迅速移开周围易燃物质, 再用沙土或石棉布将火盖熄。一般情况下严禁用水灭火。衣服着火时, 应立即用石棉布或厚外衣盖熄; 火势较大时, 应卧地打滚。

除干沙土、石棉常备物品外, 还常用灭火器灭火。实验室常备如下 3 种灭火器:

(1) 二氧化碳灭火器 它常用于扑灭油脂、电器及其他贵重物品着火。

(2) 四氯化碳灭火器 它常用于扑灭电器内或电器附近着火。但在使用四氯化碳灭火器时要注意, 因四氯化碳高温时能生成剧毒的光气, 且与金属钠接触会发生爆炸, 故不能在狭小和通风不良的实验室中使用。

(3) 泡沫灭火器 内装含发泡剂的碳酸氢钠溶液和硫酸铝溶液, 使用时, 有液体伴随大量的二氧化碳泡沫喷出, 因泡沫能导电, 注意不能用于电器灭火。

不论使用何种方法灭火, 都应从火的四周开始向中心灭火。

2. 爆炸

实验中由于违章使用易燃易爆物, 或仪器堵塞、安装不当及化学反应剧烈等, 均能引起爆炸。为了防止爆炸事故的发生, 应严格注意以下几点:

(1) 某些化合物如过氧化物、干燥的金属块化物等, 受热或剧烈振动易发生爆炸。使用时必须严格按操作规程进行。

(2)如果仪器装置安装不正确,也会引起爆炸。因此,常压操作时,安装仪器的全套装置必须与大气相通,不能造成密闭体系。减压或加压操作时,注意仪器装置能否承受其压力,装置安装完毕后,应做空白实验,实验中应随时注意体系压力的变化。

(3)若遇反应过于剧烈,致使某些化合物因受热分解,体系热量和气体体积突增而发生爆炸,通常可用冷冻、控制加料等措施缓和反应。

3. 中毒

化学药品大多有毒,因此实验中要注意以下几点,以防止中毒:

(1)剧毒药品绝对不能用手直接接触。使用完毕后,应立即洗手,并将该药品严密封存。

(2)进行可能产生有毒或腐蚀性气体的实验时,应在通风橱内操作,也可用气体吸收装置吸收有毒气体。

(3)所有沾染过有毒物质的器皿,实验完毕后,要立即进行消毒处理和清洗。

此外,装配玻璃仪器时,注意不要用力过猛;所有玻璃断面应烧熔,消除棱角,防止割伤。应避免皮肤直接接触高温和腐蚀性物质,以免灼伤。

(三)急救常识

1. 玻璃割伤

若玻璃割伤为轻伤,应立即挤出污血,用消毒过的镊子取出玻璃碎片,再用蒸馏水洗净伤口,涂上碘酒或红药水,最后用绷带包扎。伤口如果较大,应立即用绷带扎紧伤口上部,以防止大量出血,急送医院治疗。

2. 火伤

若火伤为轻伤,应在伤处涂玉树油或蓝油烃油膏;重伤者,立即送医院治疗。

3. 灼伤

灼伤后应立即用大量水冲洗患处,再根据具体情况,选用下列方法处理后,立即送往医院。

(1)酸、碱或液溴入眼中 立即先用大量水冲洗;若为酸液,再用1%碳酸氢钠溶液冲洗;若为碱液,再用1%硼酸溶液冲洗;对于溴,则用1%碳酸氢钠溶液冲洗;最后再用水冲洗。

若玻璃碎片入眼中,应用清水冲洗,切勿用手揉擦。

(2)皮肤被酸、碱或溴液灼伤 立即先用大量水冲洗;若为酸液,再用3%~5%碳酸氢钠溶液冲洗;若为碱液,再用1%醋酸洗。最后均用水洗,涂上烫伤油膏。若为溴液,用石油醚或酒精擦洗,再用2%硫代硫酸钠溶液洗至伤处呈白色,然后涂上甘油按摩。

4. 中毒

化学药品大多具有不同程度的毒性,如果不小心皮肤或呼吸道接触到有毒药品,造成中毒,解毒方法要视具体情况而定。

(1)腐蚀性毒物 不论强酸或强碱,先饮用大量的温开水。对酸,再服氢氧化铝胶、鸡蛋白;对碱,则服用醋、酸果汁或鸡蛋白。不论酸或碱中毒,都要灌注牛奶,不要服用呕吐剂。

(2)刺激性及神经性毒物 可先服牛奶或鸡蛋白使之缓解,再用约 30 g 硫酸镁溶于一杯水中,服用催吐。也可用手按压舌根促使呕吐,随即送医院。

(3)有毒气体 先将中毒者移到室外,解开衣领和纽扣。对吸入少量氯气或溴气者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

5. 急救药箱

为了及时处理事故,实验室中应备有急救药箱。箱内置有下列物品:

(1)绷带、白纱布、止血膏、医用镊子、药棉、剪刀和橡皮管等。

(2)医用凡士林、玉树油或蓝油烃油膏、獾油、碘酒、紫药水、酒精、磺胺药物和甘油等。

(3)1% 及 3% ~ 5% 碳酸氢钠溶液、2% 硫代硫酸钠溶液、1% 醋酸溶液、1% 硼酸溶液和硫酸镁等。

三、常用玻璃仪器简介

使用玻璃仪器时,要轻拿轻放。除试管、烧杯和各种烧瓶外,都不能用火直接加热;厚壁器皿(如抽滤瓶)均不能加热;锥形瓶不能用于减压系统;有刻度的计量容器(如量筒)不能高温烘烤;带旋塞的玻璃仪器用过洗净后,应在旋塞与磨口之间垫上纸片,以防黏着;温度计不得用于测量超过温度计刻度范围的温度,也不得作为搅拌棒使用,使用后应缓缓冷却,切勿立即用冷水冲洗,以免炸裂。

(一)常见玻璃仪器

1. 普通玻璃仪器(图 1-1)



图 1-1 常用普通玻璃仪器

2. 标准磨口仪器(图 1-2)

标准磨口仪器是带有标准内磨口及标准外磨口的玻璃仪器,相同编号的标准内外磨口



短颈圆底烧瓶



短颈平底烧瓶



梨形烧瓶



梨形蒸馏烧瓶



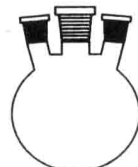
梨形克氏蒸馏瓶



圆形克氏蒸馏瓶



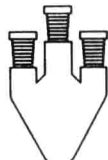
圆形蒸馏烧瓶



直形三口烧瓶



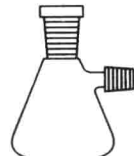
斜形三口烧瓶



梨形三口烧瓶



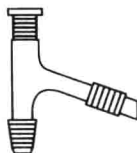
锥形瓶



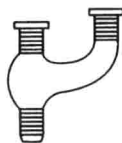
抽滤瓶



克氏蒸馏头75°



蒸馏头75°



二口连接管



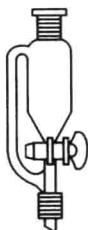
接头(口小塞大)



球形分液漏斗



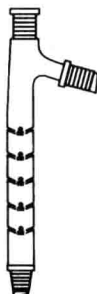
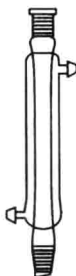
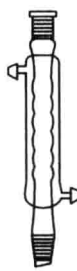
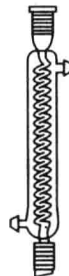
漏斗60°



恒压式筒形滴液漏斗



砂芯漏斗

刺形分馏管
(具上支管塞)刺形分馏柱
(又称韦氏分馏柱)直形
冷凝管空气
冷凝管球形
冷凝管蛇形
冷凝管

温度计

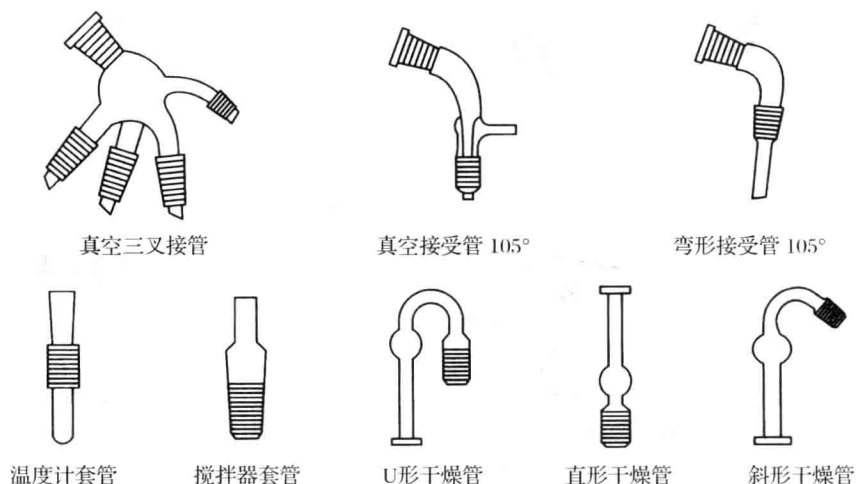


图 1-2 常用标准磨口玻璃仪器

可以互相严密连接。标准磨口是根据国际通用的技术标准制造的，国内已经普遍生产和使用。现在常用的是锥形标准磨口，磨口部分的锥度为 1:10，即轴向长度 $H = 10\text{ mm}$ ，锥体大端的直径与小端直径之差 $D - d = 1\text{ mm}$ 。

由于玻璃仪器容量及用途不同，标准磨口的大小也有不同。通常以整数数字表示磨口的系列编号，这个数字是锥体大端直径（以毫米表示）的最接近的整数。下面是常用的标准磨口系列：

编号	10	12	14	19	24	29	34
大端直径/mm	10.0	12.5	14.5	18.8	24.0	29.2	34.5

有时也用 D/H 两个数字表示磨口的规格，如 14/23，即大端直径为 14 mm，锥体长度为 23 mm。

由于磨口仪器具有一定的标准，因此使用磨口仪器时须注意以下几点：

- (1) 磨口处须洁净，不得黏有固体杂物，否则，对接不紧密，甚至损坏磨口。
- (2) 用后立即拆卸洗净，各部件须分开存放。洗涤磨口时，可用合成洗衣粉或洗涤剂洗刷，避免用去污粉等擦洗，以免损坏磨口。带旋塞或塞子的磨口玻璃仪器，旋塞或塞子不能随意调换，应垫上纸片存放。
- (3) 常压下使用，无需涂润滑油，以免沾污反应物或产物。但反应中有强碱时，应涂润滑剂，以免磨口连接处受碱腐蚀黏牢。减压操作时，磨口全部表面应涂上一层薄薄的润滑脂。
- (4) 安装时，仪器装置要整齐、正确，使磨口连接处受力均匀，以免折断仪器。



图 1-3 国产微型化学制备仪器示意图

3. 微型仪器(图 1-3)

(二)玻璃仪器的清洗

1. 仪器的清洗

实验中所用仪器必须保持洁净,实验台面放置的仪器、用具必须整齐。实验者应养成实验完毕后立即洗净仪器的习惯,因为当时对残渣的成因和性质是清楚的,容易找出合适的处理方法。如酸性或碱性残渣,分别可用碱液或酸液处理。

最简单的清洗方法是用毛刷和去污粉或合成洗衣粉洗刷,再用清水冲洗。若内容物是金属氧化物和碳酸盐,可用盐酸洗;银镜和铜镜可用硝酸洗;焦油和炭化残渣,若用强酸或强碱洗不掉,可采用铬酸洗液浸洗(洗液的配制见附录 8,铬酸洗液呈红棕色,经长期使用变绿色时,即告失效。使用铬酸洗液时应避免被水稀释),有时也可用废有机溶剂清洗。

一般实验中所用仪器洗净的标志是:仪器倒置时,水流出后器壁不挂水珠。