



高等学校“十二五”规划教材
高等学校实验教学示范中心系列规划教材

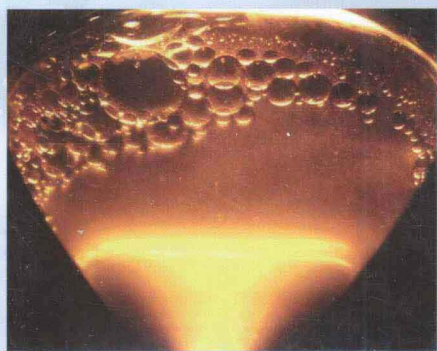
有机化学实验

Experimental Organic Chemistry

for Students of Medicine and Biology

(双语)

冯文芳 主编



华中科技大学出版社

<http://www.hustp.com>

有机化学实验

Experimental Organic Chemistry

for Students of Medicine and Biology

(双语)

主 编	冯文芳	
副主编	陈东红	叶晓霞
编 者	陈东红	华中科技大学 Huazhong University of Science and Technology
	陈国辉	中南大学 Central South University
	冯文芳	华中科技大学 Huazhong University of Science and Technology
	付世涛	华中科技大学 Huazhong University of Science and Technology
	王 艰	福建医科大学 Fujian Medical University
	许秀枝	福建医科大学 Fujian Medical University
	叶晓霞	温州医学院 Wenzhou Medical College
	于姝燕	内蒙古医科大学 Inner Mongolia Medical University

华中科技大学出版社
中国·武汉

内 容 提 要

本书是主要供生物、环境和医药类专业学生短学期使用的基础有机化学实验双语教材。全书包括四个部分:有机化学实验的基本知识、基础实验技能训练、有机化合物的基本鉴定以及有机化合物的合成综合训练。其中基础实验技能训练有 12 个实验,有机化合物的基本鉴定有 4 个实验,有机化合物的合成综合训练有 5 个实验。本书的特色是内容精练,每一部分内容都有相对应的完整的英文,每一个实验都有详细的预习和操作实践指导,以便于教学使用。

本书可作为高等院校非化学专业的本科生和留学生的教材,也可供从事双语和全英语教学的相关人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验(双语)/冯文芳 主编. —武汉:华中科技大学出版社,2013.12
ISBN 978-7-5609-9563-2

I. ①有… II. ①冯… III. ①有机化学-化学实验-教材-汉、英 IV. ①O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 299874 号

有机化学实验(双语)

冯文芳 主编

策划编辑:王新华

责任编辑:王新华

封面设计:李 嫒

责任校对:张 琳

责任监印:周治超

出版发行:华中科技大学出版社(中国·武汉)

武昌喻家山 邮编:430074 电话:(027)81321915

录 排:华中科技大学惠友文印中心

印 刷:华中理工大学印刷厂

开 本:787mm×1092mm 1/16

印 张:12.75

字 数:328 千字

版 次:2014 年 2 月第 1 版第 1 次印刷

定 价:28.00 元



本书若有印装质量问题,请向出版社营销中心调换
全国免费服务热线:400-6679-118 竭诚为您服务
版权所有 侵权必究

前 言

全球化和科技进步正在越来越迅速地改变着当今大学的办学模式。为了实现最大程度的资源共享,很多高等院校都进行了新一轮合并和重组,从而使专业公共基础课所面对的教学对象更加庞大和多元化。面对各种教学需求,有针对性地进一步细分教材是非常有必要的。比如就目前华中科技大学化学与化工学院的教学情况来看,有机化学实验课程教学面临相当一部分生物、环境、临床医学、预防医学、护理、口腔、药学等专业学生的短学期学习需求,其中有部分专业还需要采用双语或全英语教学,此外还有每年的临床专业留学生的全英语教学。这些学生在短学期内需要了解和掌握有机化学实验的基本知识,具备基本实验操作技能,以便为后续实验课程打下一定的基础。其他综合性和医科类大学的有机化学实验教学也面临着相似的情况。本书正是为了满足新时期的教学需求,主要供生物、环境和医药类专业学生短学期使用的基础有机化学实验双语教材。

本书的主要特点如下:

(1) 突出基础有机化学实验的通识内容。包括有机化学实验的基本知识,有机化学实验的基本实验技能,有机化合物的基本鉴定,以及有机化合物的合成综合训练。其中以基本实验技能为教学重点。

(2) 实验内容全面而精练,并全部配以相应的英文。英文实验紧随中文之后,便于读者中英文对照查阅。

(3) 突出实验预习的指导性。每个实验都有预习要求和实验操作指导,便于学生做好充分的预习,具有很强的指导性。

(4) 突出实际操作的便利性。每个实验都列出了所涉及试剂的物理性质与物理常数、实验原理及实验装置图等实验相关的信息,具有很强的实用性。

此外,本书在内容选编上特别加入了一些适合生物及医学等专业学生的实验,比如纸色谱、纸上电泳,以及有机化合物的性质实验等,这在现有的基础有机化学实验教材中是比较少见的。部分实验还安排了多种实验方案供选择使用。另外,在附录中列出了部分常用元素的相对原子质量、常见共沸混合物的性质等,以便查阅。

本书的编写分工如下:华中科技大学冯文芳负责全书的编排与全书的修订和统稿,并编写实验十三至十六和附录;华中科技大学陈东红负责全书中文审稿和修改,并编写实验五、九、十二;华中科技大学付世涛负责部分修改工作,并编写实验一至四;温州医学院叶晓霞负责编写第一部分的第一、二、三节;内蒙古医科大学于姝燕负责编写第一部分的第四、五、六节;中南大学陈国辉负责编写实验六、十、十一;福建医科大学许秀枝负责编写实验七、十七至十九;福建医科大学王艰负责编写实验八、二十、二十一。

感谢华中科技大学出版社的大力支持以及有关工作人员的辛勤付出。感谢各参编院校有关领导的支持和鼓励。

限于编者水平,书中不妥之处在所难免,恳请各位读者批评指正。

编 者

2013 年 10 月

目 录

第一部分 有机化学实验的基本知识	(1)
第一节 有机化学实验的基本规则	(1)
第二节 有机化学实验的安全知识	(1)
第三节 废物的处理	(2)
第四节 常用玻璃仪器和实验装置	(3)
第五节 常用有机溶剂的性质及使用方法	(7)
第六节 预习报告及实验报告	(10)
Part 1 Fundamentals of Organic Experiments	(12)
1.1 General Rules for the Organic Chemistry Lab	(12)
1.2 General Lab Safety	(12)
1.3 Disposal of Lab Wastes	(14)
1.4 Lab Glass Instrument and Apparatus	(15)
1.5 Common Organic Solvents—Properties and Treatments	(19)
1.6 The Writing of Preview and Final Reports	(23)
第二部分 基本实验技能	
Part 2 Basic Experimental Skills Training	(25)
实验一 加热与冷却	(25)
Experiment 1 Heating and Cooling	(28)
实验二 有机物的干燥与无水乙醇的制备	(31)
Experiment 2 Drying Treatment of Organic Compounds and Preparation of Absolute Ethanol	(35)
实验三 普通蒸馏及沸点测定	(41)
Experiment 3 Simple Distillation and Determination of Boiling Point	(44)
实验四 重结晶	(49)
Experiment 4 Recrystallization	(54)
实验五 偶氮苯和苏丹(Ⅲ)的薄层色谱分离鉴定	(63)
Experiment 5 Separation of Azobenzene and Sudan(Ⅲ) by Thin-layer Chromatography	(67)
实验六 柱色谱	(71)
Experiment 6 Column Chromatography	(74)
实验七 纸色谱	(79)
Experiment 7 Paper Chromatography	(82)
实验八 萃取	(85)
Experiment 8 Extraction	(88)
实验九 从茶叶中提取咖啡因——萃取和升华	(91)

Experiment 9 Isolation of Caffeine from Tea—Extraction and Sublimation	(94)
实验十 减压蒸馏	(98)
Experiment 10 Vacuum Distillation	(102)
实验十一 水蒸气蒸馏	(108)
Experiment 11 Steam Distillation	(112)
实验十二 氨基酸的纸上电泳	(116)
Experiment 12 Paper Electrophoresis of Amino acids	(120)
第三部分 有机化合物的基本鉴定——物理常数与性质鉴定	
Part 3 Identification of Organic Compounds by Determination of Physical Constants and	
Characteristic Reactions	
Characteristic Reactions	
实验十三 固体有机化合物熔点的测定	(125)
Experiment 13 Determining Melting Point of Organic Solids	(128)
实验十四 液体有机化合物折光率的测定	(131)
Experiment 14 Determining Refractive Index of Organic Liquids	(134)
实验十五 旋光度的测定	(138)
Experiment 15 Determination of Rotation Angle	(141)
实验十六 有机化合物的官能团性质实验	(144)
Experiment 16 Properties of Organic Compounds	(150)
第四部分 有机化合物的合成	
Part 4 Synthesis of Organic Compounds	
Synthesis of Organic Compounds	
实验十七 正溴丁烷的制备	(156)
Experiment 17 Synthesis of <i>n</i> -Butyl Bromide	(160)
实验十八 正丁醚的制备	(165)
Experiment 18 Synthesis of Dibutyl Ether	(168)
实验十九 乙酸正丁酯的制备	(172)
Experiment 19 Synthesis of <i>n</i> -Butyl Acetate	(175)
实验二十 阿司匹林的制备	(179)
Experiment 20 Synthesis of Aspirin	(182)
实验二十一 甲基橙的制备	(186)
Experiment 21 Synthesis of Methyl Orange	(189)
附录	(193)
附录 A 部分元素的相对原子质量(Atomic Mass Values for Selected Elements)	(193)
附录 B 常见共沸混合物(Common Azeotropes)	(194)
参考文献	(195)

第一部分 有机化学实验的基本知识

第一节 有机化学实验的基本规则

有机化学是一门以实验为基础的学科,学习有机化学必须认真做好有机化学实验。通过实验可得到基本实验技能的全面训练,同时也能验证、巩固和加深课堂讲授的基本理论和基本知识,培养观察能力、分析问题和解决问题的能力,实事求是的科学态度,严谨细致的科学作风和良好的实验工作习惯,为以后进一步的学习和工作打下扎实的基础。

为了保证实验的顺利进行和实验室的安全,所有学生在进入有机化学实验室前都必须遵守以下相关规定:

(1) 实验前学生要认真准备,明确实验的目的、要求和内容,了解实验的基本原理、方法和步骤。必要时,学生应该提前写出实验设计或草案。

(2) 熟悉实验室工作的安全规则,学习如何正确使用水、电、煤气、防毒罩、灭火器以及实验仪器。

(3) 进入实验室时要穿实验制服,严禁穿拖鞋入内。严格遵守实验室安全规程。如果有任何事故发生,应及时报告教师。

(4) 实验前清点实验仪器,如果发现有破损,应立即向教师报告,按规定在实验准备室换取。

(5) 在使用化学品时,应仔细阅读标签,只使用实验需要的药品。用后立即塞上塞子,避免塞子混乱以及化学品污染。使用固体试剂时,必须保持药匙清洁、干燥。

(6) 在实验室里,学生应该保持安静,遵守纪律。未经许可,不得离开实验室。在实验过程中,认真操作,仔细观察,积极思考,如实记录。

(7) 在实验室,各种固体或液体废物应该严格按照要求分类回收处理。

(8) 离开实验室之前,仔细检查水、电和煤气是否已关掉,并用肥皂和水彻底洗手。

第二节 有机化学实验的安全知识

有机化学品因其易燃性、易爆性、毒性、腐蚀性和挥发性,而属于危险品。同时,对于常用的玻璃仪器及电器、设备,如果操作不正确,也有可能导致实验事故。因此,有机化学实验室对于学生来讲是一个具有潜在危险性的地点,进入实验室工作的人员需要具有高度的安全防范意识。

一、防火

(1) 处理易燃溶剂(如苯、乙醚、丙酮、石油醚、二硫化碳和乙醇)时,应远离明火。

(2) 当回流或蒸馏液体时,应该把沸石放入烧瓶中,防止液体因过热而冲出。

(3) 使用酒精灯时,为了避免酒精外溢,引起火灾,严禁使用酒精灯点燃其他酒精灯。

(4) 经常检查煤气管阀、煤气灯是否完好,以防止漏气。

一旦发生着火事故,应沉着镇静并及时处理,一般采用如下措施:

(1) 防止火势扩散:立即熄灭附近火源,切断电源,移开尚未着火的易燃物。

(2) 根据火势立即灭火:若火势较小,可用石棉布、黄沙盖熄;如着火面积大,立即取灭火器灭火。有机物着火时,勿用水浇;电器着火时,应切断电源,然后用干粉灭火器灭火。

二、防爆

(1) 安装常压蒸馏装置时,避免系统密闭。由于瓶中干渣可能存在过氧化物或其他易燃物质,蒸馏时切忌蒸干。

(2) 一些有机化合物接触氧化剂时,可能产生剧烈的爆炸或燃烧,要小心搬运和储存。

(3) 对反应过于剧烈的实验,应严格控制加料速度和反应温度,使反应缓慢地进行。

三、防毒

(1) 严禁在实验室吃、喝或品尝任何试剂。

(2) 使用有毒试剂时必须戴橡胶手套,防止接触擦伤的皮肤。不要将有毒试剂倒入下水道。操作后立即洗手。如果操作毒性实验,应在通风橱内完成。

(3) 在闻试剂的气味时,不要用鼻子直接去闻。

(4) 使用通风橱时,不要把头伸入通风橱内。

(5) 实验过程中产生的有毒残渣必须妥善且有效地处理,不准乱丢。

(6) 如果出现中毒症状,应立即就医。如毒物已溅入口中,尚未咽下的立即吐出,用大量水冲洗口腔;如已吞下,应根据毒物的性质先进行如下处理:

① 吞下酸:先饮大量水,然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白、牛奶,不要吃呕吐剂。

② 吞下碱:先饮大量水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白、牛奶,不要吃呕吐剂。

③ 吞下刺激性及神经性毒物:先服用牛奶或鸡蛋白将之冲淡缓和,再将一大匙硫酸镁(约 30 g)溶于一杯水中饮下催吐。有时也可用手指伸入喉部促使呕吐。

④ 吸入气体中毒:将中毒者迅速搬到室外,解开衣领及纽扣,若是吸入氯气或溴气,可用稀 NaHCO_3 溶液漱口。

四、防化学灼伤

处理放热性和腐蚀性化学品时应该非常小心,不要让其直接接触身体的任何部分,以免被灼伤。灼伤后立即用大量的自来水洗灼伤部位。

(1) 酸灼伤:眼睛灼伤用 1% NaHCO_3 溶液清洗;皮肤灼伤用 5% NaHCO_3 溶液清洗。

(2) 碱灼伤:眼睛灼伤用 1% 硼酸溶液清洗;皮肤灼伤用 1%~2% 乙酸溶液清洗。

(3) 溴灼伤:立即用酒精清洗,再涂上甘油,或敷上烫伤油膏。灼伤严重者经急救后速去医院治疗。

第三节 废物的处理

实验操作中会产生不同种类的固体或液体废物。废物处理一直是现代社会关注的主要环

境问题。实验室废物的处理可以按照下列方式进行：

(1) 所有实验室产生的垃圾应分类清楚,并且得到妥善处理。一些难以处理的危险废物应该送到环保部门进行特殊处理。

(2) 少量的酸或碱应先中和,然后用大量的水稀释,再冲入下水道。

(3) 有机溶剂应储存在通风良好的地方再被回收。

(4) 一些致癌物质和疑似致癌物质必须小心回收,避免接触身体。

(5) 对与水发生剧烈反应的化学品,处置之前要用适当的方法在通风橱内进行分解。

(6) 对于无害的固体废物,可直接倒入普通的废箱中,不应与其他有害固体相混;对有害固体废物,应放入带有标签的广口瓶中。

第四节 常用玻璃仪器和实验装置

一、常用玻璃仪器

1. 普通玻璃仪器

有机实验室常用的玻璃仪器如图 1-1 所示。

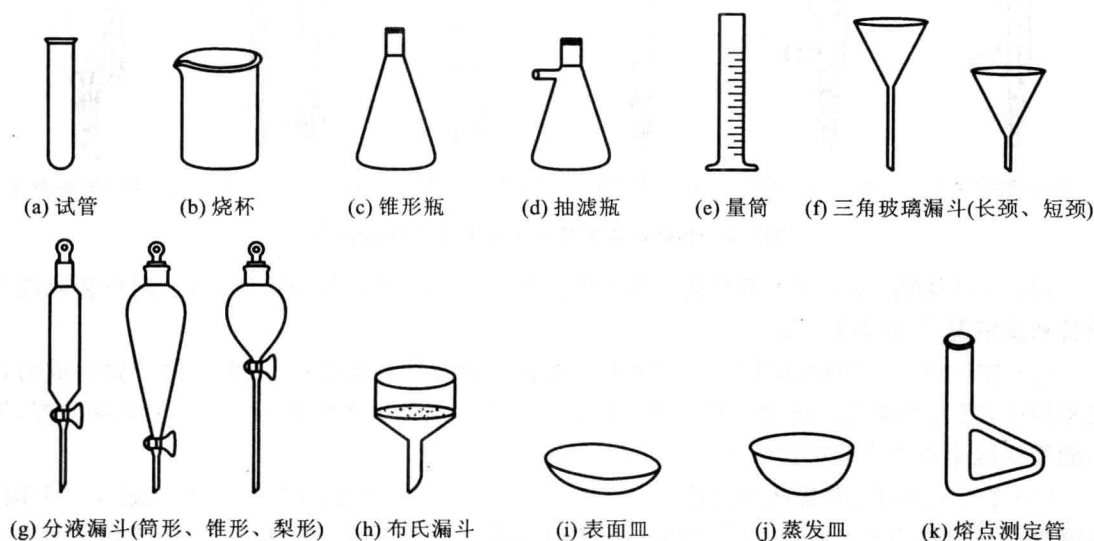


图 1-1 有机化学实验常用普通玻璃仪器

2. 标准磨口玻璃仪器

常见标准磨口玻璃仪器如图 1-2 所示。

3. 常用玻璃仪器的用途

各种常用玻璃仪器的用途如下：

(1) 圆底烧瓶:能耐热和承受反应物(或溶剂)沸腾以后所发生的冲击震动。在有机化合物的合成和蒸馏实验中最常使用,也常用作减压蒸馏的接收器。

(2) 梨形烧瓶:性能和用途与圆底烧瓶相似。它的特点是在合成少量有机化合物时在烧瓶内保持较高的液面,蒸馏时残留在烧瓶中的液体少。

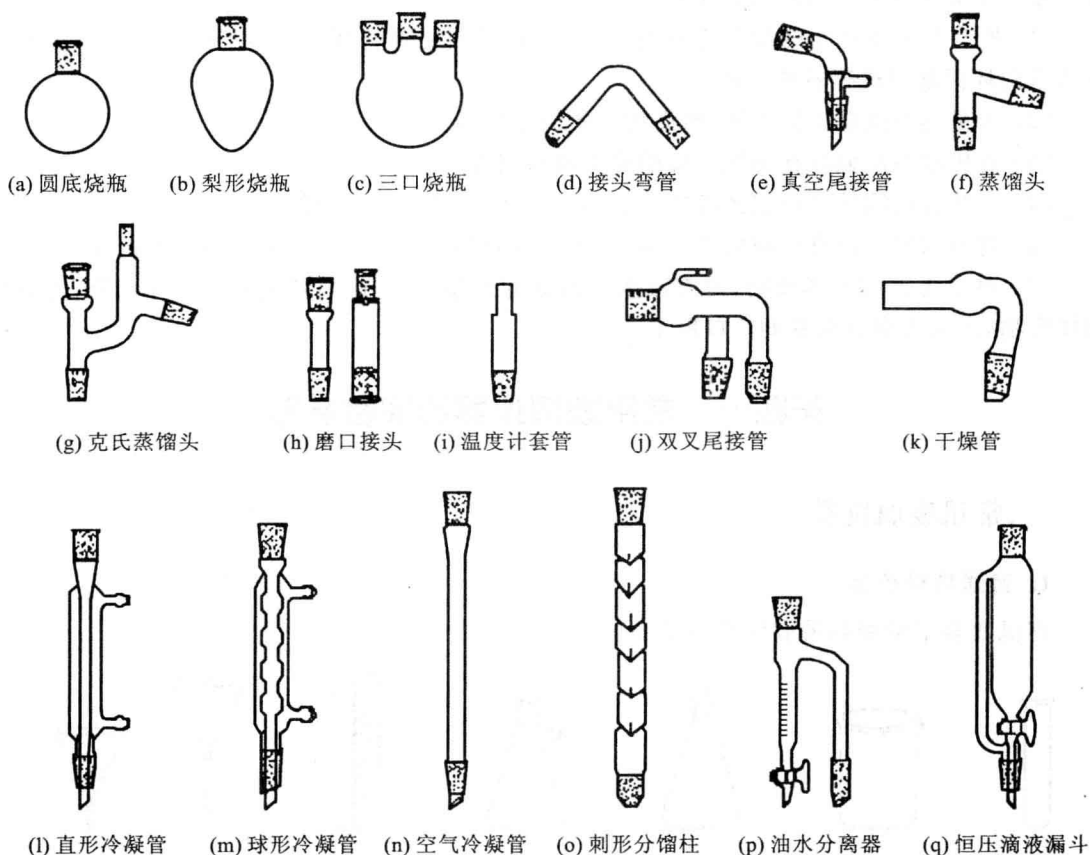


图 1-2 有机化学实验常用标准磨口玻璃仪器

(3) 三口烧瓶:最常用于需要进行搅拌的实验中。中间瓶口装搅拌器,两个侧口装回流冷凝管和滴液漏斗或温度计等。

(4) 锥形烧瓶(简称锥形瓶):常用于有机溶剂进行重结晶的操作,或有固体产物生成的合成实验中,因为生成的固体物容易从锥形瓶中取出来。通常也用作常压蒸馏实验的接收器,但不能用作减压蒸馏实验的接收器。

(5) 直形冷凝管:蒸馏物质的沸点在 $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下时,要在夹套内通水冷却;超过 $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,冷凝管往往会在内管和外管的接合处炸裂,故不宜使用。微量合成实验中,可用于加热回流装置上。

(6) 空气冷凝管:当蒸馏物质的沸点高于 $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,常用它代替通冷却水的直形冷凝管。

(7) 球形冷凝管:其内管的冷却面积较大,对蒸气有较好的冷凝效果,使用于加热回流的实验。

(8) 刺形分馏柱:又称韦氏分馏柱,是每隔一段距离就有一组向下倾斜的刺状物,且各组刺状物间呈螺旋状排列的分馏管。蒸气在分馏柱内的上升过程中,类似于经过反复多次的简单蒸馏,使蒸气中低沸点的成分含量逐步提高。适合于分离少量几种沸点相近的混合物的液体。

(9) 分液漏斗:用于液体的萃取、洗涤和分离,有时也可用于滴加试剂。

(10) 滴液漏斗:能把液体一滴一滴地加入反应器中,即使漏斗的下端浸没在液面下,也能

够明显地看到滴加的快慢。

(11) 恒压滴液漏斗:用于合成反应实验的液体加料操作,也可用于简单的连续萃取操作。

(12) 布氏漏斗:为瓷质的多孔板漏斗,在减压过滤时使用。小型玻璃多孔板漏斗用于减压过滤少量物质。

(13) 油水分离器:根据水和有机物的密度差,利用重力沉降原理去除水分的分离器。常用于有水生成的反应体系装置中,用以不断除去反应过程中产生的水。

二、常用实验装置

有机化学实验室常用的实验装置如下。

1. 回流装置

回流装置如图 1-3、图 1-4、图 1-5 所示。

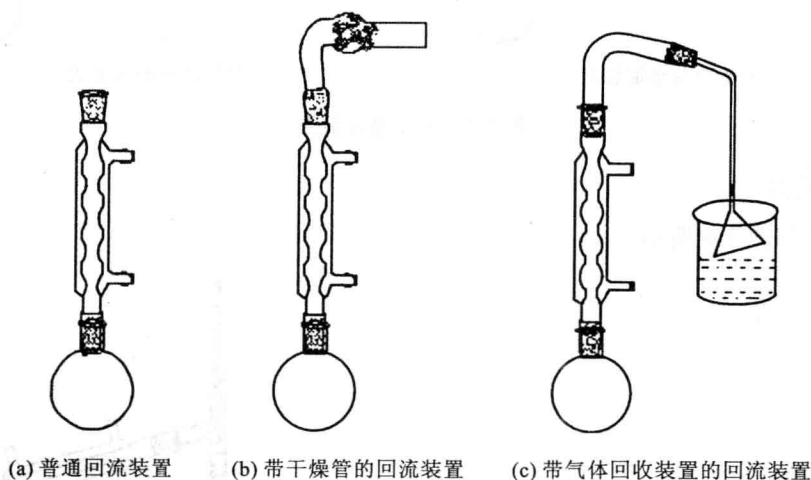


图 1-3 回流冷凝装置

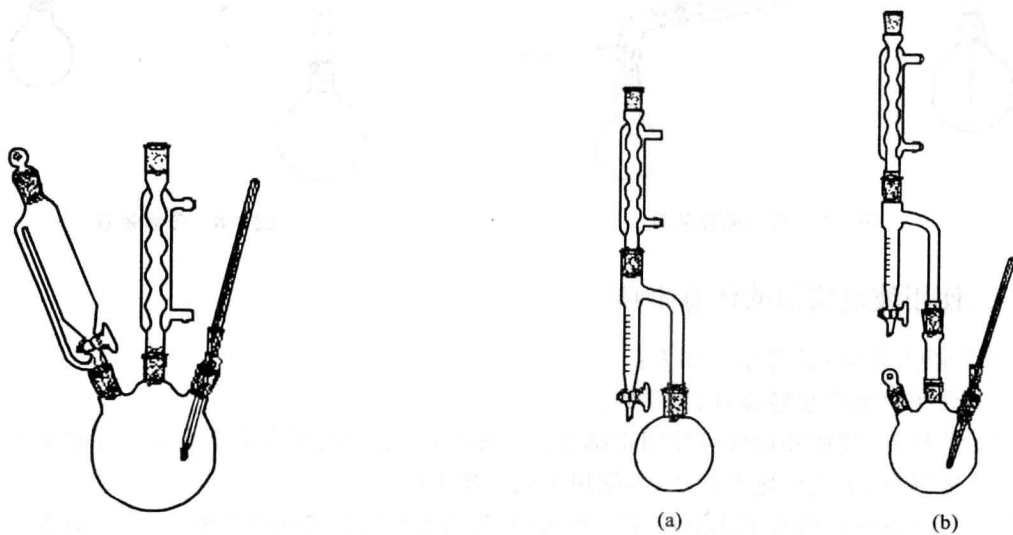
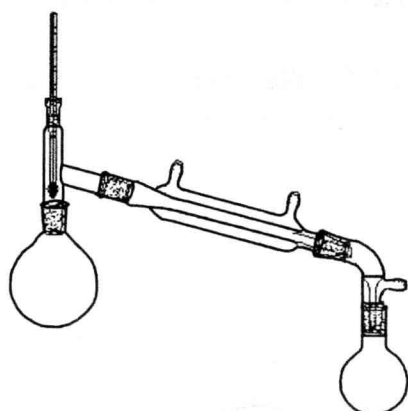


图 1-4 滴加回流装置

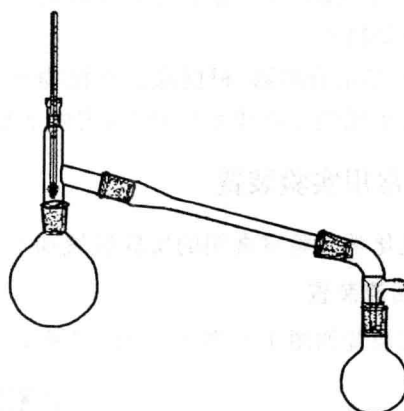
图 1-5 回流分水装置

2. 蒸馏装置

常压蒸馏装置如图 1-6 所示。减压蒸馏装置如图 1-7 所示。



(a) 水冷凝蒸馏装置



(b) 空气冷凝蒸馏装置

图 1-6 常压蒸馏装置

3. 分馏装置

分馏装置如图 1-8 所示。

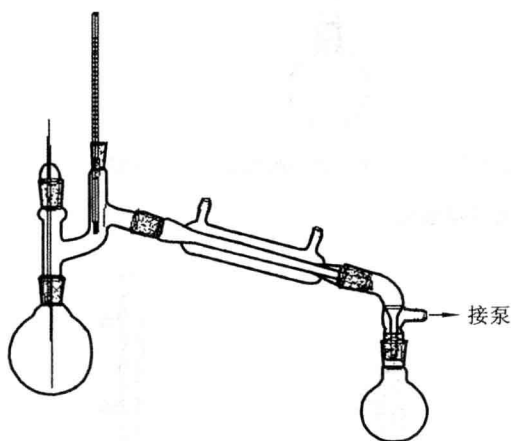


图 1-7 减压蒸馏装置

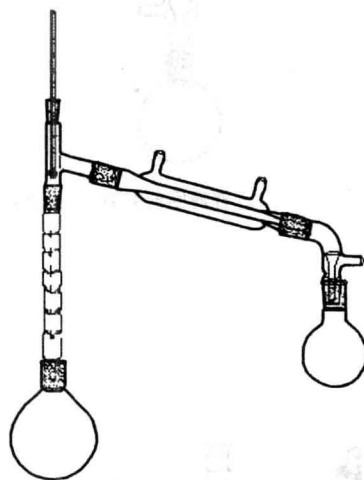


图 1-8 分馏装置

三、使用玻璃仪器的注意事项

使用玻璃仪器的注意事项如下：

- (1) 使用时要轻拿轻放, 以免弄碎;
- (2) 除烧杯、烧瓶和试管可使用正确方法加热外, 其他玻璃仪器均不能用火直接加热;
- (3) 锥形瓶、平底烧瓶不耐压, 不能用于减压操作;
- (4) 带活塞的玻璃器皿用后应及时清洗, 并在活塞与磨口之间垫上纸片, 以防粘连;
- (5) 温度计的水银球玻璃很薄、易碎, 使用时应小心。不能将温度计当作搅拌棒使用; 温

度计使用后应先自然冷却后再冲洗,以免破裂;测量温度不得超出温度计刻度范围。

四、安装实验装置的注意事项

安装实验装置的注意事项如下:

- (1) 所用玻璃仪器和配件要干净,大小要合适;
- (2) 电热套应始终放置在升降台上,搭建装置前应将升降台升至一定高度后,首先按照电热套的高度安装、固定反应瓶,然后顺次连接其他玻璃仪器;
- (3) 搭建实验装置时,应按照“由下至上、由左至右”原则,逐个装配,铁夹尽可能夹在磨口接头处且不可夹得过紧;
- (4) 反应回流装置应在回流停止后再开始拆卸,拆卸时应按照“由右至左、由上至下”原则,逐个拆除;
- (5) 常压下进行的反应,实验装置应与大气相通,保证气密性但不能密闭;
- (6) 实验装置要求做到严密、正确、整齐、稳妥。磨口连接处应无缝隙。

五、玻璃仪器的清洗

玻璃仪器用毕后应立即清洗,一般的清洗方法是將玻璃仪器和毛刷淋湿,用毛刷蘸取肥皂粉或洗涤剂,洗刷玻璃器皿的内外壁,除去污物后用水冲洗;当洁净度要求较高时,可依次用洗涤剂、蒸馏水(或去离子水)清洗;也可用超声波振荡仪来清洗。

严禁盲目使用各种化学试剂或有机溶剂来清洗玻璃器皿。这样不仅造成浪费,而且可能带来危害,对环境造成污染。

六、玻璃仪器的干燥

干燥玻璃仪器的方法通常有以下几种:

- (1) 自然干燥:将仪器倒置,让水自然流下,晾干。
- (2) 烘干:将仪器放入烘箱内烘干,仪器口朝上;也可用气流干燥器烘干或用电吹风吹干。
- (3) 有机溶剂干燥:急用时可用有机溶剂助干,用少量 95% 乙醇或丙酮荡涤,把溶剂倒回至回收瓶中,然后用电吹风吹干。

第五节 常用有机溶剂的性质及使用方法

一、乙醚($\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$)

M_w 74.12, b. p. 34.6°C , d_4^{20} 0.7134, n_D^{20} 1.351~1.353。

15°C 时乙醚可吸收 1.2% 的水, 20°C 时乙醚在水中的溶解度约为 6.5%, 与水共沸物含水 1.26%, 34.15°C 沸腾。乙醚能和绝大多数有机溶剂任意混合。

乙醚沸点低,易挥发、易燃,使用乙醚时严禁明火。在空气中和光照作用下,乙醚极易产生爆炸性的过氧化物,因此乙醚应储存于氢氧化钾中,它能直接将产生的过氧化物转化成不溶性的盐,同时也是一种合适的干燥剂。在使用乙醚前要检测过氧化物,取少量乙醚,加等体积的 2% 碘化钾水溶液和几滴稀硫酸,振摇,再加 1 滴淀粉试液,呈紫蓝色即表示有过氧化物存在。用酸性硫酸亚铁溶液洗涤乙醚可除去过氧化物。蒸馏久置的乙醚时切忌蒸干,以免因过氧化

物产生爆炸。

乙醚蒸气有麻醉作用,使用时应戴防护口罩,并保持室内通风。

二、乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)

M_w 46.07, b. p. 78.5°C , d_4^{20} 0.789, n_D^{20} 1.3614。

乙醇为无色透明液体,易燃,能以任意比例与水、乙醚、氯仿和苯混合。对人体的毒性较低。能与水形成共沸物,沸点为 78.17°C , 含乙醇 96%。许多极性和弱极性的有机化合物能溶解在乙醇中,因此乙醇是重结晶有机化合物的良好溶剂。市售乙醇的含量为 95%, 根据对无水乙醇纯度的要求不同可选择不同的纯化方法。

1. 无水乙醇(含量为 99.5%)的制备

在 250 mL 圆底烧瓶中,放入 45 g 生石灰、100 mL 乙醇(95%), 装上回流冷凝器(上接一个无水氯化钙干燥管), 在水浴上回流 2~3 h, 然后改为蒸馏装置蒸馏, 弃去少量前馏分后收集得无水乙醇。

2. 绝对乙醇(含量为 99.95%)的制备

在 250 mL 圆底烧瓶中,将 2 g 金属钠加入 100 mL 纯度至少是 99% 的乙醇中,加几粒沸石,装上球形冷凝器(上接一个无水氯化钙干燥管),回流 30 min。再改成蒸馏装置蒸馏,收集得绝对乙醇。若要制备纯度更高的绝对乙醇,则可在回流 30 min 后,加入 4 g 邻苯二甲酸二乙酯(金属钠虽能与乙醇中的水作用,产生氢气和氢氧化钠,但所生成的氢氧化钠又与乙醇发生反应,所以单独使用金属钠不能完全除去乙醇中的水,须加入过量的高沸点酯,如草酸二乙酯与生成的氢氧化钠作用,抑制上述反应,从而达到进一步脱水的目的),再回流 10 min, 然后改成蒸馏装置蒸馏,收集产品即得。因为乙醇具有非常强的吸湿性,所以在操作时,动作要快,尽量减少转移次数以防止空气中的水分进入,同时所用仪器必须事前干燥好。

含水超过 0.05% 的乙醇与三乙氧基铝的苯溶液产生大量白色沉淀。

三、丙酮(CH_3COCH_3)

M_w 58.08, b. p. 56.5°C , d_{25}^{25} 0.788, n_D^{20} 1.3591。

丙酮易燃易挥发,能与水、乙醇、乙醚以任意比例互溶,不能与水形成共沸物。丙酮是很多有机物质的良好溶剂。普通丙酮常含有少量的水及甲醇、乙醛等还原性杂质。市售丙酮的纯度可满足大多数要求。高纯度丙酮可用五氧化二磷干燥,注意用碱性干燥剂时会得到缩合产物。

四、苯(C_6H_6)

M_w 78.11, b. p. 80.1°C , d_4^{15} 0.8786, n_D^{20} 1.5011。

苯是无色透明的液体,易燃。难溶于水, 20°C 时苯可吸收 0.06% 的水, 同温下苯在水中的溶解度约为 0.07%。 69.25°C 与水的共沸物含水 8.83%, 常利用苯与水共沸的性质来除去反应中生成的水。苯是非极性溶剂,常用于提取和重结晶有机化合物。

苯具有很强的血液毒性,能通过皮肤吸收,长期接触会引起慢性中毒,主要表现为破坏人体造血功能。

五、乙酸乙酯($\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$)

M_w 88.11, b. p. 77 °C, d_4^{20} 0.902, n_D^{20} 1.3720。

乙酸乙酯为无色易燃液体,能与多数有机溶剂混合,100 mL 水中能溶解 8.6 g 乙酸乙酯。乙酸乙酯与水的共沸物沸点为 70.38 °C。乙酸乙酯是许多有机化合物的良好溶剂,但它能与胺类起反应,精制胺类化合物时不能用乙酸乙酯做溶剂。

市售乙酸乙酯一般含有少量水、乙醇和乙酸。纯化时可用等体积的 5% 的碳酸钠溶液洗涤,再用氯化钙干燥,蒸馏。更高要求的纯化可用五氧化二磷干燥,过滤,然后在干燥条件下蒸馏。

六、三氯甲烷(CHCl_3)

M_w 119.38, b. p. 61~62 °C, d_4^{20} 1.484, n_D^{20} 1.4476。

三氯甲烷又称为氯仿,是无色透明液体,微溶于水,蒸气不燃烧。三氯甲烷能溶解许多有机化合物,实验中可用它萃取和精制有机化合物。三氯甲烷能与水形成共沸物,沸点为 61 °C。

三氯甲烷在日光下易氧化成氯气、氯化氢和光气(剧毒),故应储存于棕色瓶中。市售三氯甲烷常含 1% 乙醇做稳定剂,以结合分解产生的光气。三氯甲烷不能用金属钠干燥,否则会发生爆炸。三氯甲烷也不能与胺类等碱性试剂接触,因碱能使其分解为二氯卡宾。

三氯甲烷蒸气有麻醉作用,使用时应戴防护口罩,并保持室内通风。长期大量接触会引起肝肾损伤和心律不齐。

七、正己烷(C_6H_{14})

M_w 86.18, b. p. 69 °C, d_4^{20} 0.659, n_D^{20} 1.3748。

正己烷为无色透明液体,易燃,不溶于水。常用正己烷来提取、精制和层析有机化合物。正己烷中的主要杂质是烯烃和芳香族化合物,可用发烟浓硫酸少量多次萃取,直到酸层为淡黄色,再依次用浓硫酸、水、2% 氢氧化钠溶液、水洗涤,然后用氢氧化钾干燥后蒸馏。

八、石油醚

石油醚为轻质石油产品,是低相对分子质量烷烃类的混合物。常用石油醚来提取和层析有机化合物。市售有 30~60 °C、60~90 °C、90~120 °C 等沸程规格的石油醚,常含有少量不饱和烃,沸点与烷烃相近,用蒸馏法无法分离。纯化石油醚时通常用等体积的浓硫酸洗涤 2~3 次,再用 10% 硫酸加入高锰酸钾配成的饱和溶液洗涤,直至水层中的紫色不再消失为止。然后用水洗,经无水氯化钙干燥后蒸馏。若需绝对干燥的石油醚,可加入钠丝。

九、四氢呋喃($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$)

M_w 72.11, b. p. 66 °C, d_4^{20} 0.8892, n_D^{20} 1.4070。

四氢呋喃(THF)为无色液体,可燃,具有醚类的气味,可溶于水和其他有机溶剂,是有机反应的良好溶剂。63.2 °C 与水形成共沸物,含四氢呋喃 94.6%。市售四氢呋喃常含水,久贮后可能含有过氧化物(过氧化物的检测和处理同乙醚),在加碱处理或蒸馏近干时会引起爆炸。

十、N,N-二甲基甲酰胺(C_3H_7NO)

M_w 73.09, b. p. 153 °C, d_4^{25} 0.9445, n_D^{25} 1.4290。

N,N-二甲基甲酰胺(DMF)是可燃性液体,能以任意比例溶于水和大多数有机溶剂。它是极性非质子性溶剂,对许多有机物和盐的溶解度较大,但由于沸点较高,很少用于有机物质的精制。DMF中常含有少量水、氨、胺和甲醛,在常压蒸馏时会部分分解,若有酸或碱存在,分解加快。因此最好用硫酸钙、硫酸镁、氧化钡、硅胶或分子筛干燥后减压蒸馏。如含水较多,可加入1/10体积的苯,在常压、80°C以下蒸去水和苯,然后用硫酸镁或氧化钡干燥,再进行减压蒸馏。DMF必须避光保存,否则见光会分解成二甲胺和甲醛。

DMF蒸气有毒,易通过皮肤被吸收。吸入过多的DMF的蒸气后会引起恶心呕吐。

十一、吡啶(C_5H_5N)

M_w 79.10, b. p. 115.2 °C, d_4^{20} 0.9827, n_D^{20} 1.5085~1.5105。

吡啶具有吸湿性,能与水、醇和醚以任意比例混合。94°C与水形成共沸,含吡啶57%。吡啶具有碱性,常用作有机反应的缚酸试剂。分析纯的吡啶含有少量水分,可供一般实验用。如要制得无水吡啶,可将吡啶与氢氧化钾或氢氧化钠一同回流,然后隔绝潮气蒸出备用。保存干燥的吡啶时应将容器口用石蜡封好。

吡啶易引起皮肤湿疹,吸入吡啶蒸气会引起恶心、肠胃痉挛及神经损害。

十二、乙腈(CH_3CN)

M_w 41.05, b. p. 81.6 °C, d_4^{15} 0.7875, n_D^{15} 1.3460。

乙腈为易燃性液体,能与水、乙醇和乙醚以任意比例互溶。与水在26.7°C形成共沸物,其中含乙腈84.1%。乙腈是极性非质子性溶剂,是许多有机物的良好溶剂,常用于有机反应。乙腈可用五氧化二磷一起煮沸反复回流直到无色,然后蒸馏,再分馏精制。

乙腈有毒,通常含有氢氰酸,应特别注意。

第六节 预习报告及实验报告

一、预习报告

每位学生都应准备实验记录本,在每次实验前必须认真预习并写好预习报告,做好充分准备。预习的具体要求如下:

- (1) 按照书中对实验提出的预习要求了解相关内容并做记录;
- (2) 按照自己的理解写出方法原理或反应式(主要反应式、主要副反应);
- (3) 摘录主要试剂及产物的物理常数以及主要试剂的规格和用量(g、mL、mol),列出实验所需玻璃仪器;
- (4) 列出实验相关的大体步骤及有关注意事项;
- (5) 列表,用以记录有关实验数据。

二、实验记录

实验中不仅要规范操作,仔细观察,积极思考,还应将观察到的实验现象(如加热情况、颜色变化、pH 值的改变、沉淀、气泡等)和数据(如反应温度,产物的熔点、沸点等)及时记录下来,不允许写回忆笔记。实验记录应实事求是、简明扼要、字迹整洁、清楚完整。实验完毕后,学生须将原始记录与产品交由教师检查后方能离开实验室。

三、实验报告

实验完成后,整理有关数据和材料,对实验现象进行分析、归纳、总结,按一定格式及时完成实验报告,并总结实践体会和经验教训,对存在的问题提出改进意见或解决方法。实验报告应条理清楚,书写工整,图表清晰,格式符合要求。实验报告基本格式如下:

实验名称 _____

(一) 实验目的和要求

(二) 反应原理

(三) 主要试剂及产物的物理常数

(四) 主要试剂用量及规格

(五) 仪器装置

(六) 操作步骤及现象记录

(七) 产率计算

(八) 讨论