

有机化学实验

王汨滨 罗一鸣 谢云峻 编

湖南医学院化学教研室

一九八六年六月

前 言

这本教材是以本院多年来使用的《有机化学实验》指导为基础，根据药学专业、检验专业以及医疗系的教学要求；吸取近几年一些兄弟院校的经验；国外实验指导的内容；并结合我们在教学实践中的一些体会及仪器设备实际情况编写出来的。

本教材包括五个部分。第一部分介绍有机化学实验的一般知识；第二部分 为一些基本操作和技术的实验；第三部分 为有机化合物的性质实验；第四部分 为有机化合物的制备实验；第五部分为附录。

本教材共列入三十二个实验，所选编的实验内容较多，不可能都做，可根据实际情况自行选用。

本教材在编写过程中，有陈德重、尹鲁生老师提出了许多宝贵意见，在此表示感谢。

由于时间极为仓促及编者的水平所限，教材中定有不少错误、遗漏和不妥之处，请使用者给予指正。

编者 1986 · 6

目 录

第一部分 有机化学实验的一般知识.....	1
一、目的与要求.....	1
二、实验室规则.....	1
三、实验室安全.....	3
四、玻璃仪器简介.....	5
五、仪器的洗涤和干燥.....	8
第二部分 基本操作和技术.....	9
实验一 简单玻璃工操作.....	9
实验二 熔点的测定(一).....	13
实验三 蒸馏和沸点的测定.....	17
实验四 减压蒸馏.....	23
实验五 水蒸汽蒸馏.....	29
实验六 分馏.....	33
实验七 萃取.....	36
实验八 重结晶及过滤.....	43
实验九 层析法——吸附柱层析.....	48
实验十 薄层层析.....	53
实验十一 纸层析.....	57
实验十二 纸上电泳.....	60
实验十三 模型作业.....	65

实验十四 熔点测定(二)	7 0
--------------	-----

第三部分 有机化合物的性质实验	7 3
-----------------	-----

实验一 元素定性分析	7 3
------------	-----

实验二 烃类的性质	7 9
-----------	-----

实验三 卤代烃的性质	8 4
------------	-----

实验四 醇、酚的性质	8 7
------------	-----

实验五 醛、酮的性质	9 1
------------	-----

实验六 羧酸及其衍生物的性质	9 6
----------------	-----

实验七 胺及尿素的性质	1 0 2
-------------	-------

实验八 糖的性质	1 0 7
----------	-------

第四部分 有机化合物的制备	1 1 3
---------------	-------

实验一 环己烯	1 1 3
---------	-------

实验二 正溴丁烷	1 1 5
----------	-------

实验三 溴苯及对一二溴苯	1 1 8
--------------	-------

实验四 乙酰水杨酸	1 2 1
-----------	-------

实验五 苯胺	1 2 3
--------	-------

实验六 对一硝基苯胺	1 2 5
------------	-------

实验七 甲基橙	1 2 8
---------	-------

实验八 呋喃甲醇和呋喃甲酸	1 3 2
---------------	-------

实验九 从茶叶中提取咖啡因..... 1 3 4

实验十 卵磷脂的提取及其组成鉴定..... 1 3 7

第五部分 附 录 1 4 1

一、常用试剂的配制..... 1 4 1

二、常用有机溶剂的沸点、密度和在水中的溶解度..... 1 4 3

三、各类有机物常用干燥剂..... 1 4 5

四、参考资料..... 1 4 5

第一部分 有机化学实验的一般知识

一、目的和要求

有机化学是一门实践性较强的学科。在教学计划中，有机化学实验占的学时比重很大。为此，我们首先介绍化学实验的一般知识，学生在进行实验前，应当认真阅读和掌握这部分基本知识。

有机化学实验的目的是：

1. 通过实验，使学生在有机化学实验的基本操作方面获得较全面的训练。
2. 配合课堂讲授，熟悉各类有机化合物的反应和性质，通过某些化合物的合成，以验证、巩固和扩大课堂讲授的基本理论和知识。
3. 培养学生正确观察、周密思考和分析，以及诚实记录所得结果的科学态度、方法和习惯。为此学生在做实验前必须预习好实验内容，在实验过程中应仔细观察现象、如实记录结果，在实验结束后应及时做好实验报告。

二、实验室规则

为了保证实验的正常进行和培养良好的实验室作风，学生必须遵守下列实验室规则：

1. 按照教研室公布的实验进度，实验前必须预习实验的内

容和复习教材中有关的章节，做到心中有数，防止像一个新厨师照烹任书做菜那样地去对待这些实验。

2. 严格按照实验指导所规定的步骤、试剂规格和用量进行实验。学生若有新的见解或建议要改变实验时，须征求教师同意后，才可改变。实验结果不符合要求时须重做。

3. 实验室中应以严肃认真的态度进行实验，保持室内安静和遵守纪律。实验时，精神要集中、操作要认真、观察要细致、思考要积极、记录要诚实。在教师指导下独立操作，培养独立思考和独立工作能力。

4. 养成良好的实验习惯，合理布局实验台上仪器，做到有条不紊。随时保持实验台面和地面清洁。暂时不用的器材，不要放在台面上，以免碰倒损坏。废酸、废碱、污物、残渣、火柴梗、废纸、玻璃破屑等，应分别放入指定的地方（如废纸篓、废物缸），不要乱抛乱丢，更不得丢入水槽，以免堵塞下水道。实验时观察到的现象及实验结果，不要记录在零碎的纸张上，以免遗失。

5. 要爱护公物。公共器材用完后，须整理好并放回原处，仪器如有损坏要办理登记、领赔偿手续。要节约水、电、及消耗性药品，严格控制药品的用量。

6. 实验做完后，要将仪器洗净，点放原处，并把实验台面收拾清洁，学生轮流值日，值日生应负责整理公用器材，打扫实验室，检查水、电，关好门窗。

7. 实验报告可采取各种格式，写好实验报告乃是一种独创性的研究工作。但实验报告内容，应包括实验名称、日期、目的、简单操作、反应式、实验结果和现象、产率计算以及问题讨论（内容

包括写出自己实验的心得体会、对实验的意见和建议，通过讨论来总结和巩固在实验中所学的理论和技术，进一步培养分析问题和解决问题的能力等）。要按时交实验报告，报告要如实填写、字迹要工整、条理分明、文字精练、图要准确。不合格的报告，必须重写。

三、实验室安全

在有机化学实验室中工作，若粗心大意，就容易发生事故，因为有机化合物大多数是易燃、易爆、有毒的。但是，这些危险是可以预防的，只要实验时思想集中，严格执行操作规程，加强安全措施，就一定能有效地避免发生事故维护实验室的安全，使实验正常进行。为此，必须重视安全操作和熟悉一般安全常识并切实遵守实验室的安全守则。

1. 实验室安全守则

(1) 有机物大多数是易燃的，特别是挥发性的有机物如乙醚、石油醚、汽油、苯等易燃物，应远离火源。

(2) 在实验室中接触的有机物，不少是有毒的，如氰化钠、苯、苯酚、苯胺、硝基苯、氯仿、四氯化碳、溴、2,4-二硝基苯肼等。有腐蚀性药品，如氯磺酸、溴、浓硫酸、浓盐酸、烧碱等，因此切勿让药品不必要地与皮肤接触，更不得用口尝试任何药品。实验室要注意通风，尽量避免吸入药品烟雾和蒸汽。

(3) 装置仪器时，应首先选定主要仪器的位置，然后按一定的顺序，逐个地装配其他仪器。玻璃仪器的夹持，必须注意位置恰

当，松紧适宜，切忌使仪器的任何部分承受过度的压力 and 张力。拆卸仪器时，要按装配时相反的顺序逐个地拆除。粗心地安装和拆卸不仅会损坏仪器，招致实验失败，而且可能带来危险，引起外伤。

(4) 实验进行时，不得随便离开岗位，要随时注意反应进行的情况和装置有无漏气、破裂等现象。

(5) 点燃酒精灯前，要用火柴或废纸点燃，切不可用灯点灯。

(6) 实验室内不得高声喊叫或谈笑喧闹，保持环境安静。

(7) 实验结束后要细心洗手，严禁在实验室内吸烟或吃、饮食物。

(8) 要熟悉安全用具如灭火器材、砂包以及急救箱的放置地点和使用方法，并妥善保管。

2. 实验室事故的预防

(1) 着火：着火是有机实验中常见的事故，防火的基本原则是使火源与溶剂尽可能离得远些。回流或蒸馏液体时发现忘记加沸石，一定要等液体冷却后，再放沸石，否则暴沸可能引起火灾；不要用旺火直接加热烧瓶；冷凝水要畅通，否则大量蒸气也可造成火灾；蒸馏低沸点易燃溶剂时，装置要紧密，用易燃溶剂重结晶时，乘热过滤要远离火源等等。如一旦发生着火事故，绝对不应惊慌失措，要保持沉着和镇静，立即采取灭火措施，首先，切断电源，迅速移去周围的易燃物。然后根据着火的大小，用灭火器，砂箱或湿布熄火，绝不能用口去吹，也不采用水扑火。

(2) 爆炸：空气中混杂易燃有机溶剂蒸气或易燃气体含量达到一定极限时，遇有明火即会发生爆炸，因此，处理易燃溶剂最好在通风柜中进行，保持室内空气流通，禁用明火。减压蒸馏时，要用

圆底烧瓶或吸滤瓶作接受器，不可用锥形瓶，否则可能发生爆炸。

(3) 中毒：有毒药品应有专人发放；在反应过程中如有生成有毒或腐蚀性气体的实验，应在通风柜中进行；处理有毒物质，处理后应立即洗手。若毒物沾在皮肤上，要马上用水冲，若毒物溅入口中应立即吐出，用大量水冲洗口腔；如强酸、强碱、腐蚀性毒物溅入眼中，应立即用喷水洗眼器冲洗。

(4) 割伤：装置玻璃仪器时，使用不当而割伤皮肉时，应先把伤口处的玻璃屑取出，涂上碘酒或红汞，再用纱布包扎。

(5) 烧伤：热的物体、火焰或蒸气以及具有腐蚀性的化学药品均可使皮肤烧伤。

酸灼烧：立即用水冲洗，然后用3%碳酸氢钠溶液洗，如灼烧眼睛，还要滴入少量蓖麻油；如灼烧皮肤，则再涂上凡士林。

碱灼烧：立即用水冲洗，再用1%醋酸或饱和硼酸溶液洗，如灼烧眼睛，同样还要滴入少量蓖麻油；如灼烧皮肤，也要同样涂上凡士林。

溴灼烧：立即以石油醚洗去溴，再用甘油搽擦。

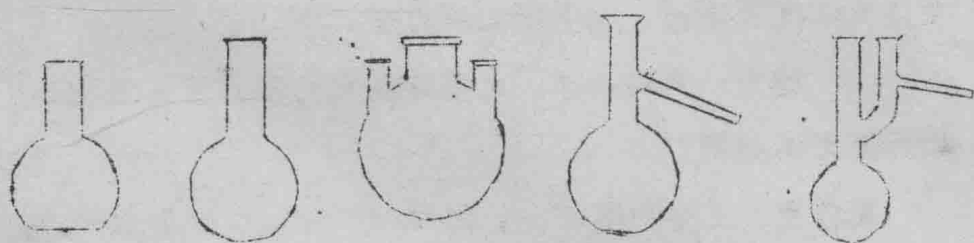
上述各种办法乃应急措施，伤较重者，在紧急措施之后，应速送医院诊治。

四、玻璃仪器简介

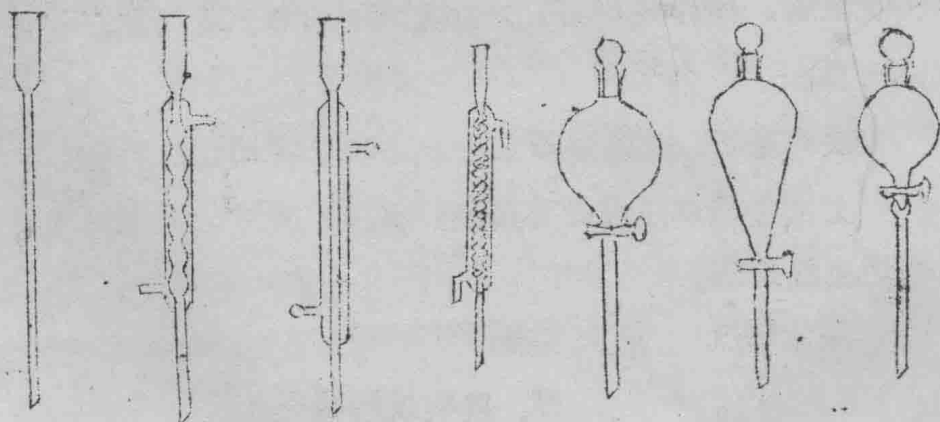
有机实验使用的玻璃仪器有普通和磨口两类，普通仪器口径大小不统一，配套使用时需用木塞或橡皮塞连接，磨口仪器使用方便，磨口直径分别用10、14、19、24、29等型号表示，不同型号的磨口

可通上适当接头相连，很容易配成一套完整的装置而不需要费力于塞子的打孔。缺点是价格昂贵，且磨口接头有时会粘在一起，如强碱反应使用后的玻璃仪器，应立即彻底清洗，以防止粘住。仪器拆洗后，如较长时间放置，塞口之间应垫以小带条，避免粘住，必要时可使用润滑剂（烃类活塞脂或硅烷润滑脂）。

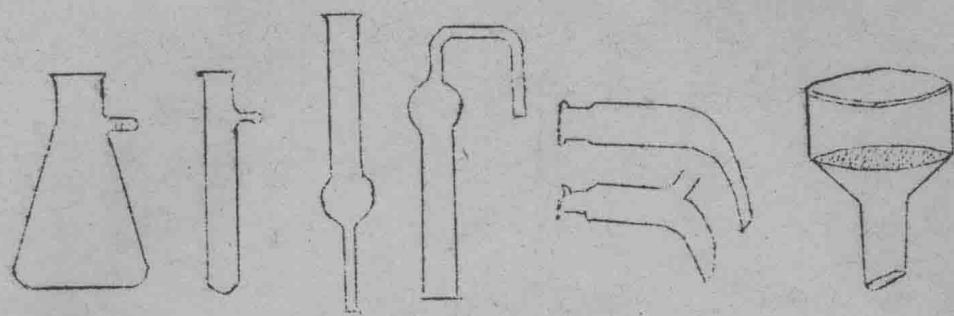
常用玻璃仪器图：



平底烧瓶 圆底烧瓶 三颈烧瓶 蒸馏瓶 克氏蒸馏瓶



空气冷 球形冷 直形冷 蛇形冷 圆形分 锥形分 滴液
凝 管 凝 管 凝 管 凝 管 液漏斗 液漏斗 漏斗



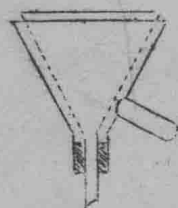
抽滤瓶

抽滤管

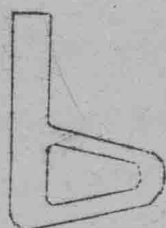
干燥管

接液管

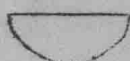
布氏漏斗



热水漏斗



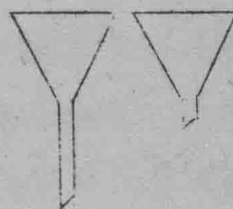
熔点测定管
(又称泰利管)



蒸发皿



表面皿



玻璃漏斗



梨形烧瓶



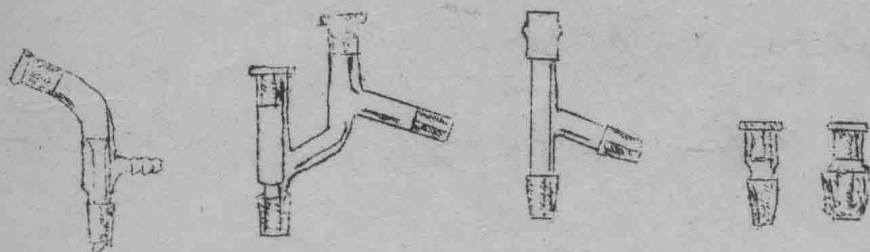
圆底烧瓶



分液漏斗



刺形分馏柱



真空接液管

克氏蒸馏头

蒸馏头

接头

五、仪器的洗涤和干燥

仪器的清洁是做好实验的重要保证之一。有机化学实验中最简单而常用的清洗玻璃仪器的方法是用试管刷和去污粉刷洗仪器内外，再用自来水冲洗，如还沾有小颗粒，可用2%稀盐酸洗一次，再用自来水清洗，将仪器倒置，器壁不沾水珠时，即已洗净。有时仪器必须使用洗涤液洗涤才能洗净，但注意洗涤液可反复使用。精制产品或有机分析用的仪器，尚须用蒸馏水润洗，以除去自来水冲洗时带入的杂质。

仪器的干燥，一般将洗净的仪器倒置一段时间后，若没有水迹，即可使用。有些实验须严格要求无水，否则影响实验的成败，可用电吹风、烘箱、气流烘干器等方法干燥仪器。特殊情况下可使用有机溶剂，如等量乙醇和乙醚是最简单最便宜的洗涤有机溶剂（溶剂可反复应用）。

第二部分 基本操作和技术

实验一 简单玻璃工操作

一、目的

1. 学会玻璃管的切断、弯曲、拉丝、平光等操作
2. 制作弯管、滴管、玻璃棒、熔点管及毛细管、玻璃钉等

二、仪器

喷灯、锉刀、玻璃管、小砂轮、镊子等。

三、实验步骤

1. 玻璃管（棒）的切断和熔圆

玻璃管的切断操作，一是锉痕，二是折断。按照需要的长短用锉刀或小砂轮把长玻璃管（棒）在切断处锉一锉痕，重复几次。锉时，左手握管向内旋转，锉刀向外推出。注意应同一方向锉，不可来回锉，至锉痕稍深时（痕长约管周的 $1/6$ ），用两手分别握住锉痕的两边，锉痕向外，两个大拇指分别按在锉痕的反面的两侧，轻轻一压，同时向两侧拉伸，玻璃管（棒）即可平整断裂。（见图 1-1）为了安全常用布包住玻璃管，注意尽可能远离眼睛，以免玻璃碎粒伤人。

玻璃管的断口很锋利，容易划破皮肤，必须在火中熔圆后方可使用。将玻管（棒）呈 45° 角倾斜，在氧化焰边沿处，边烧边转

动，直到断口圆滑。（见图 1—2）

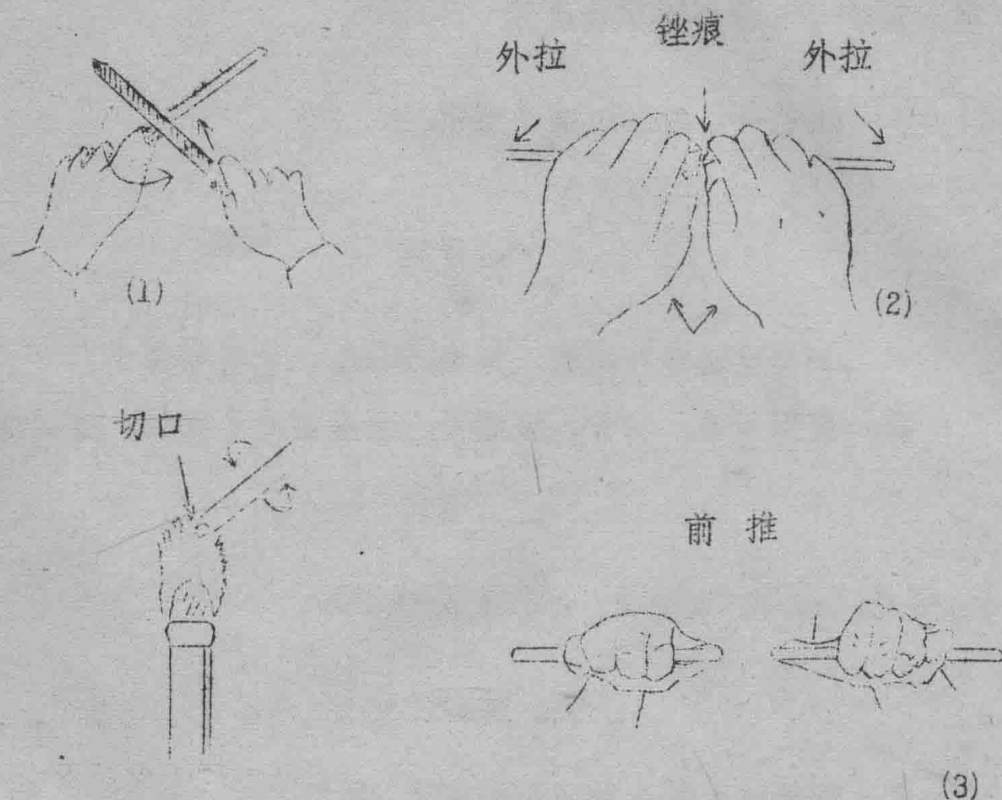


图 1—2 切口熔圆

图 1—1 玻管(棒)的折断(1)(2)(3)

2·玻璃管的弯曲

将玻璃管放在较宽的火焰中受热到一定温度时，逐渐变软，离开火焰后，在短时间进行弯曲到所需的角度。

手持玻璃管两端（将一端用石蜡封闭），将要弯的部位放在较宽的火焰中加热，并均匀而不停地向同一方向转动玻璃管，受热部位软化时（玻璃管色变黄），即从火焰中取出，在开端轻轻吹一口气，同时迅速弯成所需要的角度。这样操作，可防止隆起或压扁的

现象（见图 1—3）。

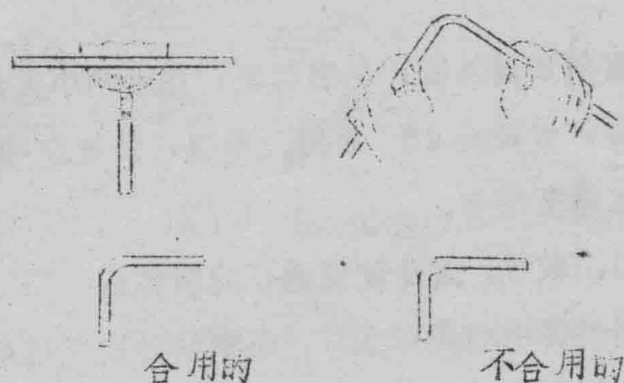


图 1—3 弯曲玻璃管的操作

3. 玻璃管的拉丝

选择软质玻璃管，将拉丝部位放在氧化焰的最宽处灼热，边烧边转动，使受热均匀。当玻璃管被烧成红黄色时，从火焰中取出，两手平稳地沿水平方向作相反方向拉丝，拉丝时先慢后快，拉成丝后，不可手触，亦不能直接放在桌面上，冷却后，再平整切断。

（见图 1—4）按上操作拉制毛细管、滴管、熔点管。

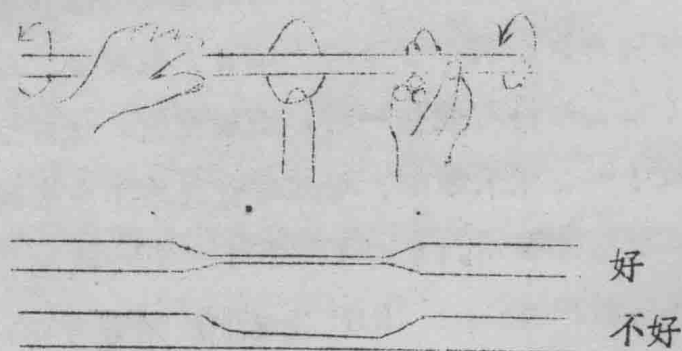


图 1—4 加热玻璃管及拉丝后的玻璃管

熔点管：取所需长度的毛细管，将两端封口，从中部切断即为两根熔点管。

滴管：取玻璃管拉丝后，从中切断，细端用小火熔圆，粗端烧软至开始收缩后，用镊尖 45° 角插入粗端，快速旋转玻璃管，即成卷边，便于套上橡皮滴头。

4、玻璃钉、玻璃棒、以及玻璃沸石的制备：

玻璃钉：将玻璃棒均匀拉丝后，从中切断，细端熔圆，在铁支台板上按一下，反复数次，粗端卷边即成。将玻璃钉放在小玻璃漏斗中，可作小量过滤液过滤用，大玻璃钉的制备可作压磨固体样品及抽滤时压干滤渣之用。（图1—5）

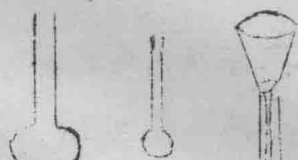


图1—5玻璃钉

玻璃棒：切断玻璃棒后，棒的两端均熔圆即成。

玻璃沸石：将不合格的毛细管（或玻璃管、玻璃棒）在火焰中反复熔拉（拉长后再对叠在一起，造成空隙，保留空气）反复多次，再熔拉成1~2毫米粗细。冷却后截成约1厘米的小段，以备以后蒸馏时作玻璃沸石用。（见图1—6）（图请见下页）

本实验产品：(1) 90° 及 120° 角弯管各一，(2) 熔点管10根，(3) 滴管二根，(4) 玻璃棒二根，(5) 玻璃钉大小各一，(6) 玻璃沸石