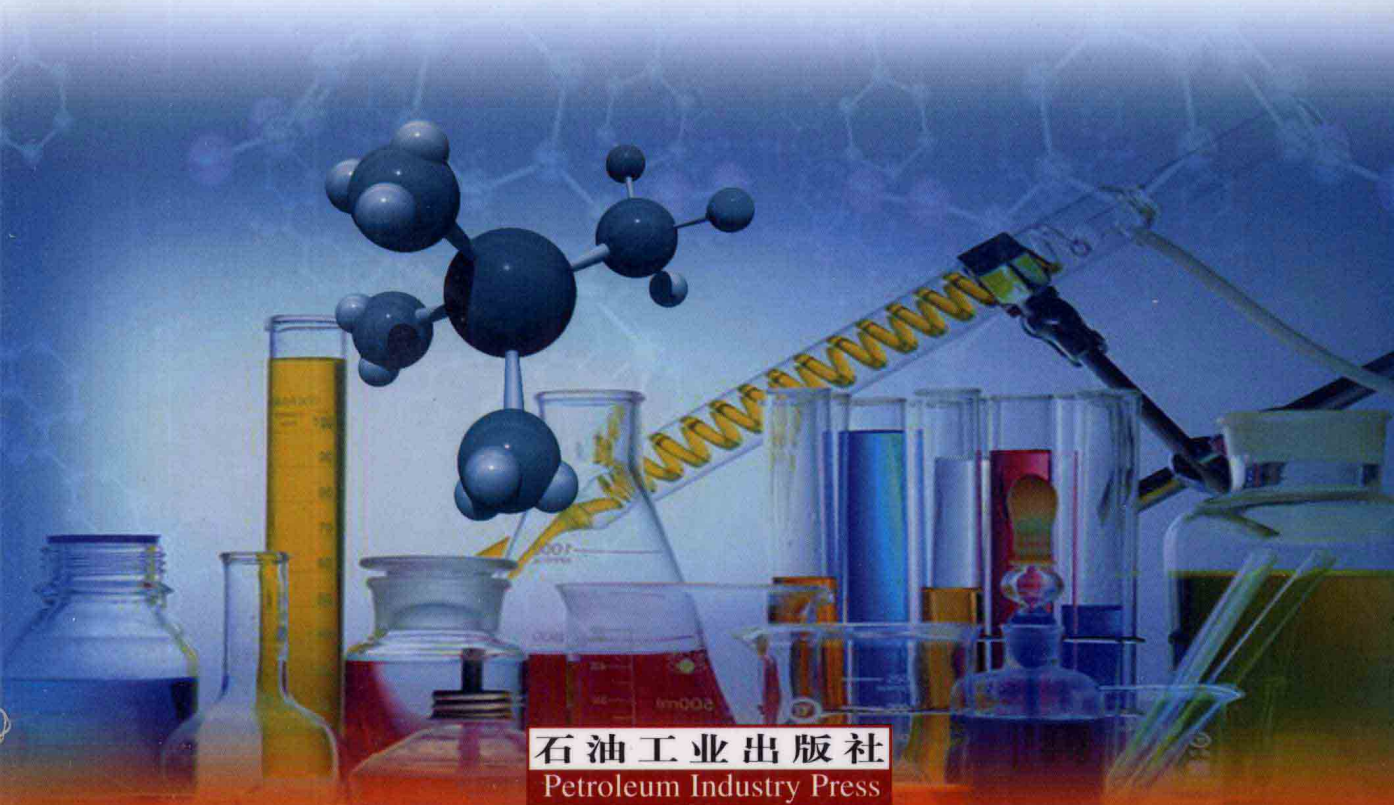




石油高职高专规划教材

有机化学实验

李莉 主编



石油工业出版社
Petroleum Industry Press

石油高职高专规划教材

有机化学实验

李 莉 主编

石油工业出版社

内 容 提 要

本书为石油高职高专规划教材《有机化学》配套的实验教材,内容包括有机化学实验基本知识、有机化学实验常用仪器及装置、有机化学实验技术、典型实验。根据《有机化学》的教学内容,适当选择典型的有机化学实验,注重导学功能,重视基础,注释详尽。通过有机化学实验,培养学生的分析能力和动手能力。

本书可供高职高专院校石油化工、精细化工等专业的学生使用。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/李莉主编.

北京:石油工业出版社,2008.12

石油高职高专规划教材

ISBN 978-7-5021-6827-8

I. 有…

II. 李…

III. 有机化学—化学实验—高等学校:技术学校—教材

IV. 062—33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 161593 号

出版发行:石油工业出版社

(北京安定门外安华里 2 区 1 号 100011)

网 址: www.petropub.com.cn

编辑部:(010) 64523585 发行部:(010) 64523620

经 销:全国新华书店

印 刷:中国石油报社印刷厂

2008 年 12 月第 1 版 2008 年 12 月第 1 次印刷

787×1092 毫米 开本:1/16 印张:8.75

字数:221 千字

定价:14.00 元

(如出现印装质量问题,我社发行部负责调换)

版权所有,翻印必究

前 言

实验教学是高职化工类专业实践教学体系中的重要部分,是实现人才培养目标的主体教学环节之一,对于高素质技能型人才的培养具有重要的意义。随着我国有机化学工业的发展和化工精细化程度的不断提高,对技能型人才的基本素质、职业技能、综合能力有了更高的要求。有机化学实验主要培养学生的基本操作和综合技能,培养学生综合分析和解决问题的能力,培养学生独立实验能力与创新意识,养成仔细认真、实事求是的科学态度和严谨的工作作风,使学生在科学方法上得到初步的训练,为今后从事化工行业工作打下良好的基础。

根据高职学生的学习特点,本书在编写过程中注重教材的导学功能,适用于石油化工、精细化工、环境监测、生物化工、化学分析与检验等专业。

本书主要分为有机化学实验基本知识、有机化学实验常用仪器及装置、有机化学实验技术、典型实验及附录五部分内容。

(1) 有机化学实验基本知识部分主要介绍有机化学实验课开设的意义,该课程在实践教学体系中的地位,有机化学实验学习方法建议,有机化学实验室规则和安全知识。

(2) 有机化学实验常用仪器及装置部分介绍常用仪器、装置的识记和使用注意事项以及各种装置的构成和装配要点。

(3) 有机化学实验技术部分介绍有机化学实验中用到的基本技术。对于重要的基本操作单独安排训练,并在有机合成实验中加以运用和巩固,使学生能够正确操作并达到熟练的程度。

(4) 典型实验部分选编了一些典型的有机化合物性质实验,各学校可根据具体情况选做。有机合成实验和天然有机化合物的提取实验是为了训练学生的综合能力而安排的,通过这些实验,不仅可以巩固学生的基本操作技术和技能,还能较全面培养学生的动手能力和分析问题及解决问题的能力,为今后学习专业课和专业实训奠定良好的基础。在编写实验中体现了安全环保意识的培养,操作要点和安全提示一目了然。

(5) 附录部分收集了有机实验常用文献、常用有机化合物的物理常数、常见有机化合物的毒性特征等内容。

参加本书编写的有大庆职业学院李莉,天津石油职业技术学院林日尧,辽河石油职业技术学院韩佳玲,大庆石油学院胡冰,大庆职业学院池秀梅,新疆克拉玛依职业学院李玉荣。其中,李莉、林日尧编写第一章;林日尧编写第二章;林日尧、韩佳玲编写第三章;林日尧编写第四章实验一至实验七;李莉、胡冰编写实验八至二十五;池秀梅编写实验二十六至二十八;李莉、韩佳玲、李玉荣编写附录。本书由李莉任主编,林日尧、韩佳玲任副主编。在编写中,大庆职业学院王金龙、大庆师范学院易华对本书提出了宝贵意见,在此表示感谢。

由于编者水平有限,如有疏漏之处,恳请广大师生和读者批评指正。

编 者

2008 年 8 月

目 录

第一章 有机化学实验基本知识	(1)
第一节 有机化学实验的内容	(1)
第二节 有机化学实验学习指南	(1)
第三节 有机化学实验室规则	(3)
第四节 有机化学实验室安全知识	(3)
第五节 化学试剂	(5)
第二章 有机化学实验常用仪器及装置	(11)
第一节 常用仪器	(11)
第二节 常用装置	(15)
第三章 有机化学实验技术	(18)
第一节 玻璃仪器的清洗、干燥和简单玻璃工技术	(18)
第二节 加热	(23)
第三节 物质的冷却方法	(26)
第四节 物质的干燥	(27)
第五节 溶解与溶剂	(28)
第六节 搅拌	(29)
第七节 有机化合物物理常数测定	(30)
第八节 蒸馏	(41)
第九节 萃取	(51)
第十节 重结晶与过滤	(54)
第四章 典型实验	(58)
实验一 甲烷的制备以及烷烃的性质与鉴定	(58)
实验二 乙烯、乙炔的制备及不饱和烃的性质与鉴定	(61)
实验三 卤代烃的性质与鉴定	(65)
实验四 醇、酚、醚的性质与鉴定	(67)
实验五 醛和酮的性质与鉴定	(70)
实验六 羧酸及其衍生物的性质与鉴定	(72)
实验七 含氮有机物的性质与鉴定	(75)
实验八 环己烯的制备	(80)
实验九 溴乙烷的制备	(81)
实验十 1-溴丁烷制备	(83)
实验十一 正丁醚的制备(常量、半微量)	(85)
实验十二 β -萘乙醚的制备	(88)
实验十三 乙酸乙酯的制备(常量、半微量)	(89)
实验十四 邻苯二甲酸二丁酯的制备	(91)

实验十五	乙酰乙酸乙酯的制备	(93)
实验十六	苯甲醇及苯甲酸的制备	(95)
实验十七	肉桂酸的制备	(97)
实验十八	乙酰苯胺的制备	(99)
实验十九	甲基橙的制备.....	(100)
实验二十	肥皂的制备.....	(103)
实验二十一	乙酰水杨酸(阿司匹林)的合成.....	(105)
实验二十二	从菠菜中提取叶绿素.....	(107)
实验二十三	从海带中提取海藻酸钠.....	(109)
实验二十四	从橘皮中提取柠檬油.....	(110)
实验二十五	从茶叶中提取咖啡因.....	(112)
实验二十六	三苯甲醇的制备.....	(114)
实验二十七	苯佐卡因的合成.....	(117)
实验二十八	从头发中提取胱氨酸.....	(120)
附录一	有机实验常用文献介绍.....	(123)
附录二	常用有机化合物的物理常数.....	(125)
附录三	常见有机化合物的毒性特征.....	(128)
附录四	有机化学实验预习报告和实验报告格式(参考)	(131)
参考文献		(133)

第一章 有机化学实验基本知识

第一节 有机化学实验的内容

有机化学实验的内容包括：有机化学实验常用仪器及装置、有机化学实验技术和典型实验以及有机化学综合实验。常用仪器及装置主要介绍常用仪器及装置的识记和使用注意事项，各种装置的构成和装配要点。有机化学实验技术主要介绍有机化学实验中涉及的基本技术。训练学生掌握基本操作技术和技能是有机化学实验课的基本任务之一，是必须在实验课中切实加强的环节。因此，对于重要的基本操作单独设置典型实验项目安排训练，并在合成实验中加以运用和巩固，目的是让学生能够正确操作并达到熟练的程度。综合实验是在常规的实验基本技能的基础上，设计综合性的、探究性的实验项目。在操作过程中，要重视技能形成、巩固、深化、应用；在设计实验过程中，可以通过查阅文献确定实验方案、实验步骤、操作方法、所用仪器和药品的种类、规格、用量等工作，独立完成这些工作。这是提高实验教学质量、培养学生创新意识和综合能力的重要途径。

第二节 有机化学实验学习指南

一、学习目标

(1) 认识有机化学实验、实训需要的仪器、设备，熟练装配常用装置，明确其应用范围。

(2) 熟悉有机化合物的重要性质，提高对化学反应单元的感性认识，使抽象的理性知识由于感性认识的融入而上升到更高的理性认识水平。

(3) 掌握有机化合物合成的一些基本技能与若干单元操作的实验技能。学习有机实验基本操作技术，具备熟练的操作技能，并能够综合运用实验技术完成相关工作。

(4) 培养良好的实验工作能力，养成良好的实验习惯，培养绿色化学意识。

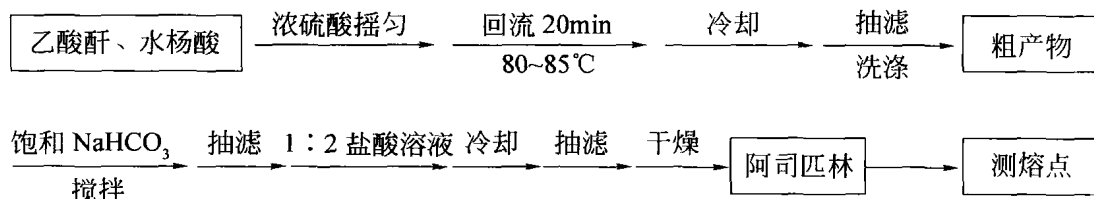
(5) 树立安全意识，掌握实验室安全常识，学会一般事故的预防和处置办法，学会化学危险品的使用与管理规定办法，为以后从事实验室工作和化工企业各岗位工作做准备。

(6) 通过师生间、学生间的互动和交流，学生能积极参与和积极思考，能主动探索，自由表达，善于合作，敢于质疑，能独立分析并解决实际问题；通过开展发现式教学、问题式教学、讨论式教学、案例式教学等实验课教学形式，激发学生自主学习和探究的积极性，提高学生的创造能力。通过有机化学实验的学习，使学生的观察能力、思维能力、应变能力、综合能力、创造能力都有一定程度的提高。

二、学习要求和学习方法建议

1. 重视预习，有备而做

实验预习就是学生在实验进行之前，通过认真阅读和理解实验教材，并辅以一定的参考资料，了解实验的目的、原理、基本步骤，所用药品的性质，所用实验仪器设备的使用方法注意事项以及数据的处理方法等，并写好预习报告的过程。预习报告要将实验步骤简化成流程图，即以方框、箭头或表格的形式把实验步骤表示出来。例如，在阿司匹林的合成实验中，可根据教材中的实验步骤将实验流程表示如下：



写好预习报告是保证实验安全顺利完成、提高实验技能的前提。无预习报告者，不允许参加实验。

2. 仔细操作、认真观察、真实记录、科学分析

实验中必须按步骤及规程进行，切忌盲目操作，必要时须经实验指导教师检查装置后方可进行实验。在实验操作过程中，不能只观察别人做，要亲自动手，熟练基本技能，认真观察发生的现象并真实地记录下来，相关数据记录保证真实可靠，数据处理要科学严谨，产品的后处理和分析检测要严细认真，养成实事求是和严谨的科学态度。否则，有一步失误就会功亏一篑甚至出现安全事故。实验结束后，必须整理好仪器，搞好清洁卫生，教师检查签字后方可离开实验室。

3. 分析总结，写好报告

学好有机化学实验要写好两个报告：预习报告和实验报告。

预习报告前面已经提到，在每个合成实验前面也有预习要点。预习报告格式见附录四。实验报告是实验的总结，首先要观察实验现象，分析其原理及原因，把感性认识提升到理性认识上来；对实验中出现的异常现象认真分析，找出原因，对实验中出现的問題提出改进意见。实验报告要求写清实验目的、实验原理，画出实验装置图，写出实验流程，明确每一步的目的，记录每一步骤的现象，理解实验的设计原理。最后要写好结果与讨论，这是实验的回顾、反思、总结和拓展知识的过程，是知识与技能的升华，应给予足够的重视。这一部分可以写的内容很多，例如，如实地分析实验的效果和成败的原因，把本次实验的感受、收获、教训都写下来，再进一步思考如何避免失败，实验是否可以进一步改进。再如，对实验中观察到的异常现象进行解释或讨论，回答思考题等。这些都是老师感兴趣的地方，因为这不仅反映学生实验技术知识掌握的情况和技能熟练程度，还能培养学生分析和解决问题的能力，更重要的是培养敢于思考、敢于创新的勇气和能力。从培养学生思维能力的角度来说，此项内容的书写是实验报告的重点和难点，写好这一部分对于提高有机化学实验实训学习效果极为有利。

4. 学习过程注意事项

(1) 注意学习和总结实验中所采取的实验方法,尤其是基本的操作技术,如加热、冷却、加压减压、蒸馏、干燥、重结晶、萃取等。这些都是实验室合成和化工生产中经常用到的,必须做到单项操作熟练,综合技术会用,这是理解真实工作场景中工艺过程的基础。

(2) 实验中要有意识地培养发现问题、分析问题和解决问题的能力。有机化学实验中,经常会发生一些现象与教材中讲述的现象不符。遇到这种情况,要及时记录真实现象,力求自己去分析,自己动手去解决,与同学讨论或请指导教师解决或解释。

(3) 注意培养良好的实验习惯。在实验过程中,有些事情看来简单,似乎无关紧要,但它们对保证实验安全顺利地进行、少出差错起着重要的作用,如清晰、准确、如实地记录实验数据,合理地布置仪器设备,记录实验的时间、地点和实验环境(温度、湿度、气压等),注意安全,注意节约及保持环境的肃静、整洁等。

第三节 有机化学实验室规则

为了保证有机化学实验正常进行,培养良好的实验习惯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) 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,熟悉紧急疏散通道。

(2) 切实做好实验前的准备工作。在进行实验之前,一定要先从安全的角度着想,对要使用的化学试剂及要进行的化学反应或物理过程有所了解,对反应的结果心中有数,对可能出现的异常现象应有所估计。

(3) 实验时应遵守纪律,保持安静,保证实验课堂的秩序。

(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。遵守操作规程,提高实验效率,减少事故发生。

(5) 爱护公共仪器和工具,在指定地点使用,并保持整齐有序;经常保持实验室的整洁。在实验室工作告一段落时,应将自己的工作场所收拾干净,将使用过的仪器、药品、工具等及时归位。

(6) 不随意动用明火,禁止在药品室、准备室和实验现场吸烟。

(7) 学生和教师都应穿实验服操作。实验服要求不起静电,最好是防静电棉质白大褂,既不露出皮肤,又便于操作,避免着火时尼龙或的确良等衣料熔化而伤及皮肤。

(8) 实验时,应集中注意力。在实验的全过程中,应保持高度的谨慎与责任感。严禁在实验进行时,不加看管甚至擅自离开实验现场。

(9) 实验结束后,应检查并确认电源、煤气、水的总开关都关好后,方可离开实验室。实验室无人或是暂时离开实验室时,一定要将屋门上锁,以防发生意外。

第四节 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大多有毒、可燃、有腐蚀性或有爆炸性,所用的仪器设备大部分是玻璃制品,所以在实验时,粗心大意就容易发生事故。在进入实验室前,必须认

识到化学实验室是潜在危险场所，把安全放在第一位。提高警惕，严格遵守操作规程，加强安全措施，事故是可以避免的。

下面介绍实验室事故的预防和处理。

一、爆炸和火灾的预防

空气中易燃气体或易燃有机物的蒸气浓度在一定的范围内，遇有火花或明火即发生爆炸，这一浓度范围称为爆炸极限。空气和易燃气体或易燃物蒸气混合物发生爆炸的最高浓度称为爆炸上限，最低浓度称为爆炸下限。可燃性混合物的爆炸极限范围越宽，其爆炸危险性越大。这是因为爆炸极限越宽则出现爆炸条件的机会就越多——爆炸下限低则可燃物稍有泄漏就会形成爆炸条件；爆炸上限高则有少量空气渗入容器，就能与容器内的可燃物混合形成爆炸条件。需要注意的是，可燃性混合物的浓度高于爆炸上限时，虽然不会爆炸，但若它从容器或管道里逸出，有发生着火的风险。

易燃易爆气体，如氢气、乙炔、煤气和有机蒸气等大量逸入空气，会引起爆燃。氧气钢瓶和氢气钢瓶放在一起，如有泄漏也有爆炸的危险。氧化剂和还原剂的混合物在受热、摩擦或撞击时会发生爆炸；一些本身容易爆炸的化合物，如硝酸盐类、硝酸酯类、三碘化氮、芳香族多硝基化合物、乙炔及其重金属盐、重氮盐、叠氮化物、有机过氧化物（如过氧乙醚和过氧乙酸）等，受热或被敲击时会爆炸。强氧化剂与一些有机化合物接触，如乙醇和浓硝酸混合时会发生猛烈的爆炸反应。还有几种容易爆炸的情况：密闭体系中进行蒸馏、回流等加热操作；在加压或减压实验中使用不耐压的玻璃仪器；反应过于激烈而失去控制。

实验室中的许多有机溶剂，如乙醚、丙酮、乙醇、苯等易挥发且非常容易燃烧，大量使用时，室内不能有明火、电火花或静电放电。实验室内不可存放过多这类药品，用后还要及时回收处理，不可倒入下水道，以免聚集引起火灾。容易自燃的物质，如磷、金属钠、钾、电石及金属氢化物等要隔绝空气保存，使用时要特别小心。

实验室如果着火，一定不要惊慌，应立即关闭煤气阀门，切断电源，熄灭火种。灭火要根据情况进行：小火用湿布或石棉布扑灭；少量溶剂可任其烧完，转移附近易燃物质；大火则需水、沙、二氧化碳灭火器，四氯化碳灭火器，泡沫灭火器和干粉灭火器等扑救，可根据起火的原因选择使用。以下几种情况不能用水灭火：

- (1) 金属钠、钾、镁、铝粉、电石、过氧化钠着火，应用干沙灭火。
- (2) 比水轻的易燃液体，如汽油、苯、丙酮等着火，可用泡沫灭火器灭火。
- (3) 有灼烧的金属或熔融物的地方着火时，应用干沙或干粉灭火器灭火。
- (4) 电气设备或带电系统着火，可用二氧化碳灭火器灭火。

衣物着火时，不要慌张跑动，应尽快脱下衣服或用石棉布覆盖着火处，还可以卧地打滚，熄灭火苗。

火情无法控制时，应及时拨打 119 火警电话。

二、中毒的预防

大多数化学药品都有不同程度的毒性，有毒化学药品一般通过呼吸吸入、皮肤和粘膜渗入、误食三种途径进入人体。有毒气体或挥发物可经呼吸道由肺部侵入。沾染毒物的手指，在进食时可能将毒物带进消化道。有外伤的皮肤，易使毒物经破损处进入人体。因此，为预防中毒，禁止在实验过程中饮水、进食。餐具不要带进实验室，以防毒物污染，离开实验室

前要洗净双手，尽量防止皮肤和有毒化学药品直接接触，受损伤的皮肤要及时包扎治疗。苯、四氯化碳、乙醚、硝基苯等的蒸气会引起中毒，它们虽有特殊气味，但久嗅会使人嗅觉减弱，所以应在通风良好的情况下使用。要用正确的方法去闻气体，不要猛吸以免造成吸入性中毒。

三、触电的预防

实验室使用电器时，应防止人体与电器导电部分直接接触，不能用湿手接触电插座或手握潮湿的物体接触电插座；实验设备金属外壳应接地；实验室电路要定期检修，如发现老化应及时更换，避免触电和电着火。

四、一般事故的处理和急救

(1) 割伤：如因玻璃仪器破损割伤皮肤，应先把碎玻璃（或其他异物）从伤处清理干净，如伤势较轻可用生理盐水或饱和硼酸溶液擦洗伤处，涂上紫药水（或红汞水），必要时撒些消炎粉，用绷带包扎；伤势较重时，则先用医用酒精在伤口周围擦洗消毒，再用纱布按住伤口压迫止血，立即送医院处理。

(2) 烫伤：轻者可涂抹烫伤油膏，重者送医院急救。

(3) 酸灼伤：先用大量水冲洗，然后擦上碳酸氢钠油膏。如受氢氟酸灼伤，应迅速用水冲洗，再用 5% 苏打溶液冲洗，然后浸泡在冰冷的饱和硫酸镁溶液中半小时，用甘油和氧化镁 2:1 悬浮剂涂抹，用消毒纱布包扎后送医院。伤势严重时，应立即送医院急救。当酸溅入眼内时，首先用自来水冲洗眼睛，然后用 3% 的碳酸氢钠溶液冲洗，最后再用洁净水冲洗。

(4) 碱灼伤：立即用自来水冲洗灼伤处，然后用 1% 醋酸或饱和硼酸溶液洗。当碱溅入眼内时，除用大量水冲洗外，再用饱和硼酸溶液冲洗。

(5) 溴灼伤：立即用石油醚洗去溴，然后用硫代硫酸钠溶液清洗，最后用甘油涂擦。

(6) 磷烧伤：用 1% 硫酸铜溶液或 1% 硝酸银溶液或浓高锰酸钾溶液处理伤口后，送医院治疗。

(7) 氨中毒：误服者可饮牛奶，有腐蚀症状时忌洗胃，应送医院治疗。眼污染后立即用流动清水或凉开水冲洗至少 10min。皮肤污染时立即脱去污染的衣着，用流动清水冲洗皮肤至少 30min。

(8) 不慎吸入溴、氯等有毒气体时，可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气以解毒，同时应到室外呼吸新鲜空气。吸入硫化氢气体或者煤气等也要及时通风换气，严重者去医院急救。

(9) 化学有毒物品误入口内，立即饮用含少量硫酸铜的温水，催吐。

(10) 触电事故：应立即切断电源，尽快地利用绝缘物（干木棒，竹竿）将触电者与电源隔离。

第五节 化学试剂

一、实验室所用试剂的一般知识

1. 化学试剂的规格

实验室所用的试剂，常按其纯度分为若干等级，见表 1-1。在实验室中应根据实验的

具体要求，选择适当等级的试剂。

表 1-1 试剂的规格和适用范围

等 级	名 称	符 号	适 用 范 围	标 签 标 志
一级品	优级纯（保证试剂）	G. R.	纯度很高，适用于精密分析	绿色
二级品	分析纯（分析试剂）	A. R.	纯度仅次于一级品，适用于多数分析	红色
三级品	化学纯	C. P.	纯度次于二级品，适用于一般化学实验	蓝色
四级品	实验试剂（医用）	L. R.	纯度较低，适用于做实验辅助试剂	棕色或其他颜色

除表中所列的之外，通常还有：基准试剂，主要用于直接配制或标定标准溶液；光谱纯试剂，主要用于光谱分析中的标准物质；色谱纯试剂，主要用于色谱分析中的标准物质。

2. 化学试剂的使用

化学试剂一般可分为固体化学试剂和液体化学试剂。固体化学试剂用广口棕色玻璃瓶或塑料瓶盛装，液体化学试剂一般用细口玻璃瓶或塑料瓶盛装。氢氧化钠和氢氧化钾装在有橡皮塞的玻璃瓶或塑料瓶内。盛装化学试剂的试剂瓶要贴有耐久的自粘性标签纸，以标明物质名称、试剂等级、质量、含量及主要杂质等。

在取用试剂时，应当需用多少取多少。严禁将多余的试剂倒回试剂瓶，以防混入杂物或倒错药品而污染试剂。在取用固体试剂时，有的会有结块成团的现象，用塑料药匙或牛角药匙不好取用，则可用不锈钢药匙挖取，切不可用玻璃棒挖取，以免玻璃棒折断而伤及手掌。药品取用完毕，应立即盖上瓶盖，用石蜡、封口胶等加以密封保存，防止药品挥发或因潮解、氧化而变质。

对于低熔点固体化学试剂，例如冰醋酸（熔点 16.6°C ）、苯酚（凝固点 40.85°C ）等，在室温低于熔点（或凝固点）时，瓶内试剂已呈固体状，不便量取。可在实验前，提前做好准备。旋开瓶盖，取出瓶塞，将试剂瓶敞口放在温水中，缓缓升温，使瓶内固体受热慢慢地熔化为液体状，再进行量取。在加热时，切忌不要直接将瓶放入沸水中或忘记旋开瓶盖，取下瓶塞，以免发生瓶裂、毁药或伤人事故。

对于易氧化的化学试剂，例如苯胺、苯甲醛等，久储后会发生氧化。所以在使用前，应先经过蒸馏操作提纯，以获得纯品。

3. 化学危险品的分类

化学试剂有化学危险品与非危险品之分，而不少有机化合物都属于化学危险品。化学实验者应具有化学危险品的储藏、使用、运输等方面的知识。

根据《危险货物名称表》（GB 12268—2005）规定，化学危险品可分为 9 大类：（1）爆炸物；（2）可压缩的、液化的在压力下溶解的气体；（3）可燃性气体；（4）可燃性固体、能自燃物质、能与水反应的物质；（5）氧化剂、有机过氧化物；（6）毒物；（7）放射性物质；（8）腐蚀性物质；（9）其他危险性物质。

在本书各实验中，对于所涉及的属于化学危险品的化学试剂均作说明，以引起实验者的重视。

二、常用试剂的配制及纯化

1. 常用试剂的配制

（1）饱和亚硫酸氢钠溶液。

在 100mL 40% 亚硫酸氢钠溶液中, 加入不含醛的无水乙醇 25mL。混合后, 如有少量的亚硫酸氢钠结晶析出, 必须过滤除去, 或倾泻上层清液。此溶液不稳定, 容易被氧化和分解, 因此, 不能保存很长时间, 实验前配置为宜。

(2) 2, 4-二硝基苯肼试剂。

取 2, 4-二硝基苯肼 3g, 溶于 15mL 浓硫酸, 将此酸性溶液慢慢加入 70mL 95% 乙醇中, 再加蒸馏水稀释到 100mL, 过滤, 取滤液保存在棕色瓶中。

(3) 羟胺溶液。

取 5g 羟胺盐酸盐溶解在 50mL 水中。

(4) 碘-碘化钾溶液。

取 2g 碘和 5g 碘化钾溶于 100mL 水中, 搅拌全部溶解为止。

(5) 1% 酚酞溶液。

取 1g 酚酞溶于 90mL 95% 乙醇中, 待酚酞全溶后, 再加水稀释至 100mL。

(6) 卢卡斯 (Lucas) 试剂。

卢卡斯试剂又叫氯化锌-盐酸试剂。取 34g 无水氯化锌放入蒸发皿中, 强热熔融, 并搅拌片刻。放置稍冷却后, 转移到研钵中, 研碎, 在搅拌与冷却下, 将此无水氯化锌溶于 23mL 浓盐酸 (密度为 1.19g/mL)。此试剂一般用前配置。

(7) 费林 (Fehling) 试剂。

①费林试剂 A: 溶解 3.5g 硫酸铜晶体 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 于 100mL 水中, 如浑浊要进行过滤。

②费林试剂 B: 溶解酒石酸钾钠晶体 17g 于 15~20mL 热水中, 加入 20mL 20% 氢氧化钠, 稀释到 100mL。

上述两种溶液要分别储藏, 使用时取等量试剂 A 及试剂 B 混合。

由于氢氧化铜是沉淀物, 不易与样品作用。加入酒石酸钾钠, 可与铜离子配合, 形成深蓝色的溶液。

(8) 希夫 (Schiff) 试剂。

希夫试剂有以下三种配制方法。

①将 0.2g 对品红盐酸盐溶于 100mL 新制的冷却饱和二氧化硫溶液中, 放置数小时, 直至溶液无色或淡黄色, 再用蒸馏水稀释至 200mL, 注入玻璃瓶中, 密塞瓶口, 以免二氧化硫逸出。

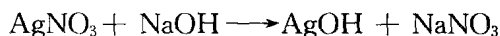
②溶解 0.5g 对品红盐酸盐于 100mL 热水中, 冷却后, 通入二氧化硫至饱和, 溶液粉红色消失, 加入 0.5g 活性炭振荡过滤, 再用蒸馏水稀释到 500mL。

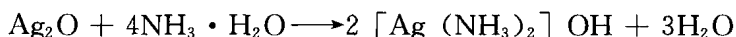
③溶解 0.2g 对品红盐酸盐于 100mL 热水中, 冷却后, 加入 2g 亚硫酸氢钠和 2mL 浓盐酸, 最后用蒸馏水稀释到 200mL。

品红溶液原系粉红色, 被二氧化硫饱和后变成无色的希夫试剂。醛类与希夫试剂作用后, 反应液呈紫红色。

(9) 托伦 (Tollens) 试剂。

加 20mL 5% 硝酸银溶液于一干净试管内, 滴入 1 滴 10% 氢氧化钠溶液, 然后滴加 2% 氨水, 振摇, 直至沉淀刚好溶解。配制托伦试剂所涉及的化学方程式为:

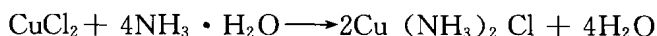




配制托伦试剂应防止加入过量的氨水，否则，将生成雷酸银 $\text{Ag}(\text{CNO})_2$ 。受热后将引起爆炸，试剂本身还将失去灵敏性。托伦试剂久放后将析出黑色的氮化银 (Ag_3N) 沉淀，它受振动时分解，发生猛烈爆炸，有时潮湿的氮化银也能引起爆炸。因此，托伦试剂必须现用现配。

(10) 氯化亚铜氨溶液。

取 1g 氯化亚铜加 1~2mL 浓氨水和 10mL 水，用力摇动后静置片刻，倾出溶液，并投入一块铜片（或一根铜丝）储存备用。其反应式为：

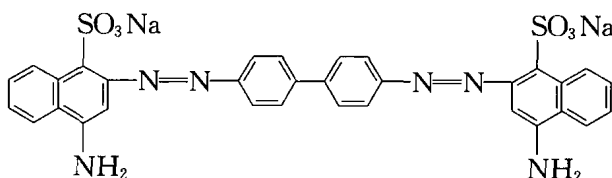


亚铜盐很容易被空气中的氧氧化成二价铜，此时，试剂呈蓝色将掩盖乙炔亚铜的红色。为了便于观察现象，可在温热的试剂中滴加 20% 盐酸羟胺 ($\text{HO}-\text{NH}_2 \cdot \text{HCl}$) 溶液至蓝色褪去后，再通入乙炔。羟胺是一种强还原剂，可将 Cu^{2+} 还原成 Cu^+ 。



(11) 刚果红试纸。

取 0.2g 刚果红溶于 100mL 蒸馏水配制成溶液，把滤纸放在刚果红溶液中浸透后，取出晾干，裁成长 70~80mm、宽 10~20mm 的滤纸条，滤纸呈鲜红色，刚果红的结构式为：



刚果红适用于作酸性物质的指示剂，变色范围 pH 值 3~5。刚果红与弱酸作用显蓝黑色，与强酸作用显稳定蓝色，遇碱则又变红。

(12) 本尼迪克特试剂。

在 400mL 烧杯中溶解 20g 柠檬酸钠和 11.5g 无水碳酸钠于 100mL 热水中。在不断搅拌下将含 2g 硫酸铜结晶的 20mL 水溶液慢慢地加到柠檬酸钠和碳酸钠混合溶液中。此混合溶液应十分清澈，否则需过滤。本尼迪克特试剂在放置时不易变质，也不必像费林试剂那样配成 A、B 液，分别保存，所以比费林试剂使用方便。

(13) α -萘酚乙醇试剂。

取 α -萘酚 10g 溶于 50~60mL 95% 酒精内，再用 95% 乙醇稀释至 100mL，使用前配制。

(14) 间苯二酚-盐酸试剂。

取间苯二酚 0.05g 溶于 50mL 浓盐酸内，再用水稀释至 100mL。

2. 有机试剂的纯化

在有机化学实验中，经常使用各类溶剂作为反应介质或用来分离提纯粗产物。由于反应的特点和物质的性质不同，对溶剂规格的要求也不相同。有些反应（如格氏试剂的制备反应）对溶剂的要求较高，即使微量杂质或水分的存在，也会影响实验的正常进行。这种情况下，就需要对溶剂进行纯化处理，以满足实验的正常要求。这里介绍几种实验室中常用的有机溶剂的纯化方法。

(1) 无水乙醚。

市售乙醚中常含有微量水、乙醇和其他杂质，不能满足无水实验的要求。可用下述方法进行处理，制得无水乙醚。

在 250mL 干燥的圆底烧瓶中，加入 100mL 乙醚和几粒沸石，装上回流冷凝管。将盛有 100mL 浓硫酸的滴液漏斗通过带有侧口的橡胶塞安装在冷凝管上端。接通冷凝水后，将浓硫酸缓慢滴入乙醚中，由于吸水作用产生热，乙醚会自行沸腾。

当乙醚停止沸腾后，拆除回流冷凝管，补加沸石后，改成蒸馏装置，用干燥的锥形瓶作接受器。在接液管的支管上安装一支盛有无水氯化钙的干燥管，干燥管的另一端连接橡胶管，将逸出的乙醚蒸气导入水槽中。

用事先准备好的热水浴加热蒸馏，收集 34.5℃ 馏分 70~80mL，停止蒸馏。烧瓶内所剩残液倒入指定的回收瓶中（切不可向残液中加水！）。

向盛有乙醚的锥形瓶中加入 1g 金属钠丝，然后用带有氯化钙干燥管的塞子塞上，以防止潮气侵入并可使产生的气体逸出。放置 24h，使乙醚中残存的痕量水和乙醇转化为氢氧化钠和乙醇钠。如发现金属钠表面已全部发生作用，则需补加少量金属钠丝，放置至无气泡产生，金属钠表面完好，即可满足使用要求。

（2）绝对乙醇。

市售的无水乙醇一般只能达到 99.5% 的纯度，而许多反应中需要使用纯度更高的绝对乙醇，可按下述法制取。

在 250mL 干燥的圆底烧瓶中，加入 0.6g 干燥纯净的金属镁丝和 10mL 99.5% 的乙醇，安装回流冷凝管，冷凝管上口附加一支无水氯化钙干燥管。

在沸水浴上加热至微沸，移去热源，立刻加入几粒碘（注意此时不要振荡），可见随即在碘粒附近发生反应，若反应较慢，可稍加热，若不见反应发生，可补加几粒碘。当金属镁全部作用完毕后，再加入 100mL 99.5% 乙醇和几粒沸石，水浴加热回流 1h。

改成蒸馏装置，补加沸石后，水浴加热蒸馏，收集 78.5℃ 馏分，储存在试剂瓶中，用橡胶塞或磨口塞封口。

此法制得的绝对乙醇，纯度可达 99.99%。

（3）丙酮。

市售丙酮中往往含有甲醇、乙醛和水等杂质，可用下述方法提纯。

在 250mL 圆底烧瓶中，加入 100mL 丙酮和 0.5g 高锰酸钾，安装回流冷凝管，水浴加热回流。若混合液紫色很快消失，则需补加少量高锰酸钾，继续回流，直到紫色不再消失为止。

改成蒸馏装置，加入几粒沸石，水浴加热蒸出丙酮，用无水碳酸钾干燥 1h。

将干燥好的丙酮倾入 250mL 圆底烧瓶中，加入沸石，安装蒸馏装置。（全部仪器均需干燥！）水浴加热蒸馏，收集 55.0~56.5℃ 馏分。

（4）乙酸乙酯。

市售的乙酸乙酯常含有微量水、乙醇和乙酸。可先用等体积的 5% 碳酸钠溶液洗涤，再用饱和氯化钙溶液洗涤，酯层倒入干燥的锥形瓶中，加入适量无水碳酸钾干燥 1h 后，蒸馏，收集 77.0~77.5℃ 馏分。

（5）石油醚。

石油醚是低级烷烃的混合物。根据沸程范围不同可分为 30~60℃、60~90℃ 和 90~120℃ 等不同规格。

石油醚中常含有少量沸点与烷烃相近的不饱和烃，难以用蒸馏法进行分离，此时可用浓硫酸和高锰酸钾将其除去。方法如下：

在 150mL 分液漏斗中，加入 100mL 石油醚，用 10mL 浓硫酸分两次洗涤，再用 10% 硫酸与高锰酸钾配制的饱和溶液洗涤，直至水层中紫色不再消失为止。

用蒸馏水洗涤两次后，将石油醚倒入干燥的锥形瓶中，加入无水氯化钙干燥 1h。蒸馏，收集需要规格的馏分。

(6) 氯仿。

普通氯仿中含有 1% 乙醇（这是为防止氯仿分解为有毒的光气，作为稳定剂加进去的）。除去乙醇的方法是用水洗涤氯仿 5~6 次后，将分出的氯仿用无水氯化钙干燥 24h，再进行蒸馏，收集 60.5~61.5℃ 馏分。纯品应装在棕色瓶内，置于暗处避光保存。

(7) 苯。

普通苯中可能含有少量噻吩，除去的方法是用少量（约为苯体积的 15%）浓硫酸洗涤数次，再分别用水、10% 碳酸钠溶液和水洗涤。分离出的苯，置于锥形瓶中，用无水氯化钙干燥 24h 后，水浴加热蒸馏，收集 79.5~80.5℃ 馏分。

(8) 四氢呋喃。

四氢呋喃是重要的有机溶剂，与水能混溶，可以代替乙醚合成格式试剂，常含有少量水及过氧化物。如要制得无水四氢呋喃，可用氢化铝锂在隔绝潮气下回流（通常 1000mL 约需 2~4g 氢化铝锂）除去其中的水和过氧化物，然后蒸馏，收集 66℃ 的馏分。蒸馏时不要蒸干。精制后的液体加入金属钠丝并应密闭保存。处理四氢呋喃时，从安全考虑，应先用少量进行试验，在确定其中只有少量水和过氧化物，作用不致过于激烈时，方可进行纯化。

第二章 有机化学实验常用仪器及装置

第一节 常用仪器

在化学实验室中用于无机化学、有机化学、分析化学及物理化学实验的许多操作重复性高，大量使用有标准规格的玻璃仪器。由于不同实验的特殊要求，许多化学实验室还使用一些非标准规格的玻璃仪器。进行有机化学实验时，常用的仪器分玻璃仪器、铁器、电器等几类。

一、玻璃仪器

在实验过程中，使用玻璃仪器应注意以下几点：

- (1) 轻拿轻放。
- (2) 厚壁玻璃仪器，如吸滤瓶不能加热。
- (3) 用灯焰加热玻璃仪器应垫上石棉网（试管除外）。
- (4) 平底玻璃仪器，如平底烧瓶、锥形瓶不耐压，不能用于减压实验。
- (5) 广口玻璃仪器不能储放有机液体。
- (6) 不能将温度计当作玻璃棒使用。

图 2-1 所示的玻璃器皿为普通玻璃仪器。

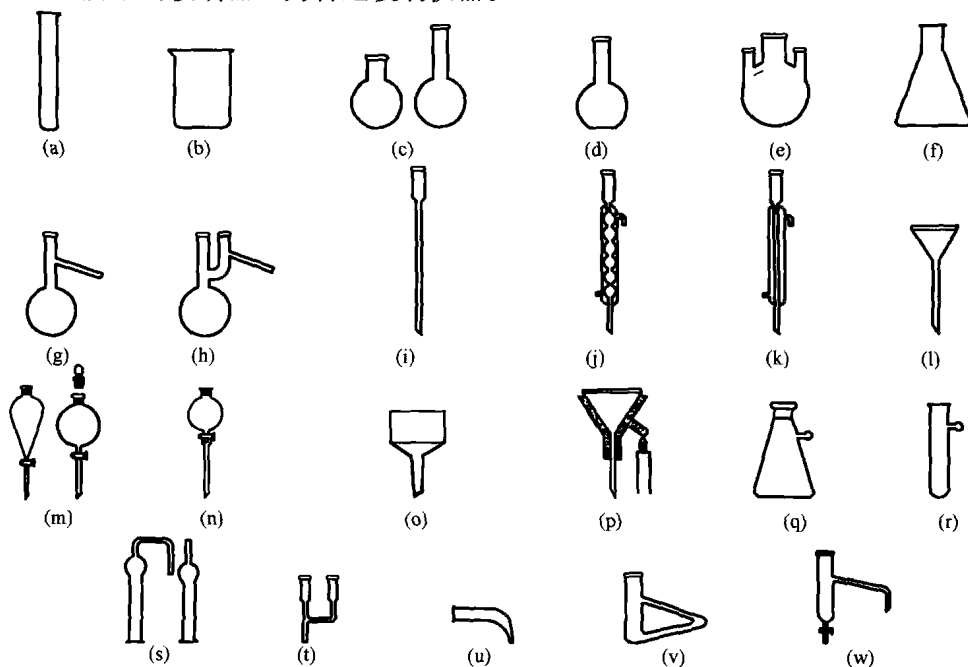


图 2-1 普通玻璃仪器

- (a) 试管；(b) 烧杯；(c) 圆底烧瓶；(d) 平底烧瓶；(e) 三口圆底烧瓶；(f) 锥形瓶；(g) 蒸馏烧瓶；
(h) 克氏蒸馏烧瓶；(i) 空气冷凝管；(j) 球形冷凝管；(k) 直形冷凝管；(l) 玻璃漏斗；(m) 分液漏斗；
(n) 滴液漏斗；(o) 布氏漏斗；(p) 热滤漏斗；(q) 抽滤瓶；(r) 抽滤管；(s) 干燥管；
(t) Y形管；(u) 接液管；(v) 熔点测定管；(w) 分水器（水分分离器）