

中等卫生专业学校

化学实验

有机化学分册

颜邦彦 孙延一 主编

重庆大学出版社

06-3
11:2

中等卫生专业学校

化学实验

有机化学分册

颜邦彦 孙延一 主编

重庆大学出版社

编写人员(排名不分先后)

重庆药剂学校 颜邦彦 许新 喻素华

姜枫 冉毅金

贵阳卫生学校 张文如

宁夏卫生学校 卫静

楚雄卫生学校 李兰英

孝感卫生学校 陈芬

襄樊卫生学校 冯建萍 尹桂华 张韶虹

田淑珍 聂国朝 孙延一

中等卫生专业学校

化学实验

有机化学分册

颜邦彦 孙延一 主编

责任编辑 曾令维

*

重庆大学出版社出版发行

新华书店经销

重庆后勤工程学院印刷厂印刷

*

开本:787×1092 1/16 印张:7 字数:175 千

1996年8月第1版 1996年8月第1次印刷

印数:1-6000

ISBN 7-5624-1261-8/O·141 定价:20.00元(共三分册)

(川)新登字020号

前 言

为了配合实验课的目标教学,我们受中南、西南和西北地区中等卫生学校药剂和医学检验专业教研会的委托,在《达标检测试题集丛书》编辑委员会的指导下,依据1994年卫生部颁布的药剂和医学检验专业目标教学大纲,编写了这本《化学实验·有机化学分册》。本书欲通过开展实验课的目标教学,达到提高有机化学实验课教学质量的目的。全书从内容上分为基本操作、性质实验和合成实验3个部分;每个实验项目均由目标(知识、技能、态度)、原理、仪器和试剂、指导、操作步骤、实验报告和检测题7个部分所组成;最后附有综合检测题。鉴于各学校目前实验条件有差异,本书在编写过程中,力求从实际出发,对实验内容可根据大纲和各自学校条件进行适当的取舍。在此对本书使用作如下说明:

1. 在性质实验中,对重要的操作环节以英文大写字母(A、B、C、…)予以标示,以便学生记录、书写实验报告以及教师批改。

2. 对普通试剂除标出物质的量浓度外,同时标出百分浓度,以便于教师准备实验之用。带有“*”号试剂的配制方法请参见附录。

3. 每个实验项目中的检测题可供学前诊断、课后测评或学生自学、自测之用,也可配合实验报告进行综合测评,视具体情况灵活掌握。

4. 综合检测题是为终结性测评而设的基本模式,仅供参考。

鉴于实验课的目标教学目前我国还没有成熟的模式,本书仅是编者对有机化学实验课目标教学的初次尝试,尽管作了很大努力,难免存在不少缺点和错误,恳望使用本书的所有教师 and 同学们提出批评和建议。在此也热切希望广大同仁们携手并肩,为完善有机化学实验课的目标教学而共同努力、开辟新章!

本书由颜邦彦、许新、喻素华、姜枫、冉毅金、卫静、李兰英、张文如、陈芬、冯建萍、尹桂华、张韶虹、田淑珍、聂国朝、孙延一等共同编写,在编写过程中,得到各编者所在单位的领导及同事们的热切关怀和大力支持,在此一并致谢!

编 者

1996年5月25日

目 录

实验项目	1
一、实验室规则	1
二、玻管、配塞、钻孔	11
三、测定熔点	15
四、蒸馏和沸点测定(常量法)	18
五、简单分馏	22
六、水蒸气蒸馏	25
七、减压蒸馏	29
八、萃取	33
九、重结晶	36
十、烃及卤代烃的化学性质	40
十一、醇、酚、醚的化学性质	45
十二、醛、酮的化学性质	51
十三、羧酸和取代羧酸的化学性质	56
十四、羧酸衍生物的化学性质	60
十五、旋光度的测定	65
十六、胺的化学性质	68
十七、糖的化学性质	72
十八、氨基酸和蛋白质的化学性质	77
十九、乙酸乙酯的制备	82
二十、乙酰水杨酸的制备	86
综合检测题	89
附录	94
一、常用酸碱的相对密度及其浓度	94
二、一般试剂的配制法	94
三、特殊试剂配制法	95
检测题参考答案	98
综合检测题参考答案	105

实验项目

一、实验室规则

(一)目标

1. 知识目标

说出有机化学实验的目的,详述有机化学的实验室规则和安全守则。

2. 技能目标

正确认识常用仪器,明确常用仪器的洗涤和干燥的方法。

3. 态度目标

培养严肃认真、实事求是的科学实验态度。

(二)内容

1. 有机化学实验的目的

(1)验证和巩固课堂讲授的基本理论知识,训练有机化学实验的基本操作技能。

(2)培养学生观察事物、发现问题、分析和解决问题的能力。

(3)培养学生理论联系实际、实事求是、严格认真、一丝不苟的科学态度以及良好的工作作风和工作习惯。

2. 实验室规则

(1)在实验前,应做好一切准备工作。

(2)在实验室内应遵守秩序,保持安静。实验时要全神贯注,认真操作,有条不紊,合理安排时间,中途不得擅自离开实验室。

(3)听从教师指导,注意安全,严格按操作规程和实验步骤认真进行实验。学生如有新的见解或建议,要求改动实验操作步骤,须经指导教师许可后方可进行。

(4)爱护公物。公用仪器用毕后应归还原处,药品要严格按照规定用量,不得任意增加、散失和遗弃。注意节约水、电、煤气、酒精及试剂药品。

(5)实验室内的桌面、地面、水槽等应经常保持整洁,所用的仪器放置整齐,用后应立即洗拭干净。废弃的腐蚀性溶液或固体物质,应丢在废物缸内,不得倒进水槽中。

(6)学生轮流值日。值日生对实验室要进行全面整理清扫,清倒废物缸,检查并关妥水、电、煤气和门窗。

3. 实验室的安全

(1)安全操作

①实验开始前应检查仪器是否完整无损,装置是否稳妥。要征求指导教师同意后,才可进行实验。

②实验进行时,不准随便离开岗位,要经常注意反应进行的情况和装置有无漏气、破裂等现象。

③当进行有可能发生危险的实验时,要根据实际情况采取必要的安全措施。如使用防护眼镜、手套等。

④充分熟悉灭火器材、砂箱以及急救药物的放置地点和使用方法,并妥善爱护,不得移作他用。

⑤使用电器应注意手、衣服及周围是否干燥,避免触电。

⑥量取酒精等易燃性液体时,必须远离火源。

⑦称取和使用有毒、异臭和强烈刺激性物质时,须在通风橱中操作。对反应产生的有害气体应按规定处理。使用有毒药品之后,务必洗净双手。严禁在实验室内吸烟或吃东西。

⑧切勿将低沸点、易燃性溶剂放在大口容器中加热。加热这类物质时,必须用水浴,容器必须有出口,不可堵塞和密闭;趁热过滤这一类物质时应远离火源。使用气体时,应严防气体发生器及导气管堵塞。

(2)应急措施

①试剂进入眼中,应立即用生理盐水冲洗。若是酸性试剂可再用稀 NaHCO_3 溶液洗涤,若是碱性试剂则可用硼酸水溶液洗涤。

②强酸或强碱触及皮肤时,应先用干布抹去酸碱,用大量水冲洗,然后再用稀碳酸氢钠或硼酸水溶液洗涤。

③溴灼伤时,应立即以石油醚或苯洗去溴液,或先以水冲洗,然后再用碳酸氢钠溶液洗,最后用甘油涂抹。

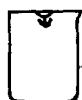
④不慎失火,应立即切断电源,打开窗户,熄灭附近的火源,将周围可燃性物质移去,同时迅速灭火。

⑤玻璃割伤时,取出伤口中的玻璃屑,用蒸馏水洗净伤口,涂上碘酒,或按紧伤口,送保健室处理。

上述各种急救法,仅为暂时减轻疼痛的措施,若伤势较重,应速送医院诊治。

4. 常用仪器及装置简介

(1)常用玻璃仪器图形和名称



烧杯



蒸发皿



表面皿



量筒



熔点测定管



干燥管



抽气管(水泵)



接液管



温度计



三通管



三通管



直形冷凝管



球形冷凝管



蛇形冷凝管



空气冷凝管



一球分馏管



三球分馏管



刺形分馏柱



圆底烧瓶



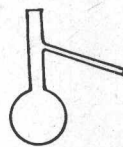
平底烧瓶



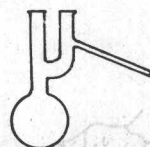
颈烧瓶



锥形烧瓶



蒸馏烧瓶



减压蒸馏烧瓶



抽滤瓶



布氏漏斗



玻璃漏斗



保温漏斗



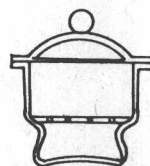
分液漏斗(球形)



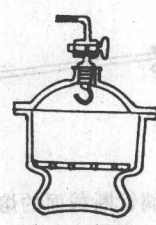
分液漏斗(梨形)



滴液漏斗



普通干燥器



真空干燥器

(2)常用金属用具



烧瓶夹



冷凝管夹



直角夹(十字夹)



真空压力表



铁圈



三脚架



钻孔器



三角锉



圆锉

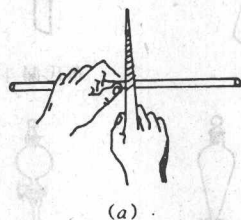


水浴锅

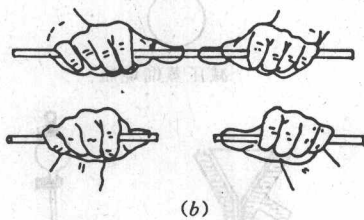


铁架(铁台附杆)

(3)操作示范、装置简介



(a)



(b)

图 1-1 玻璃管的锉痕与折断

(a) 锉痕; (b) 折断

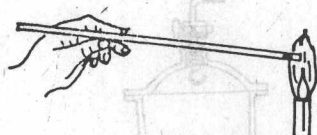


图 1-2 玻璃管断截面的熔烧圆口

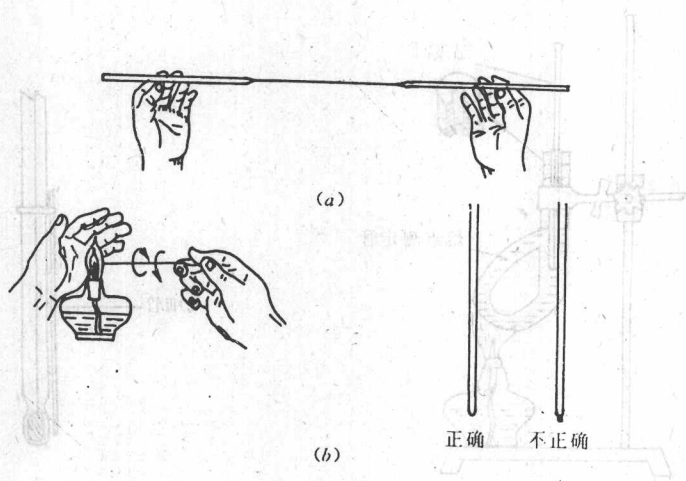


图 1-3 毛细管的控制与熔封
(a)拉管手法;(b)毛细管封口

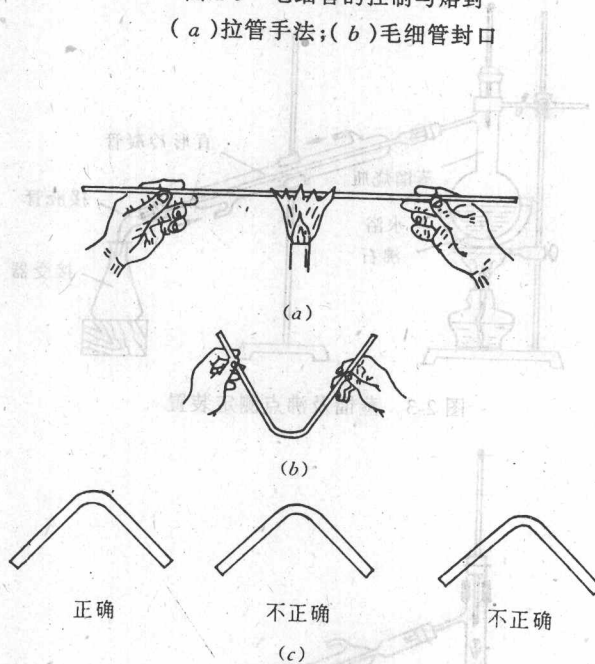


图 1-4 弯曲玻璃管
(a)烧管手法;(b)弯管手法;(c)弯管好坏的标准

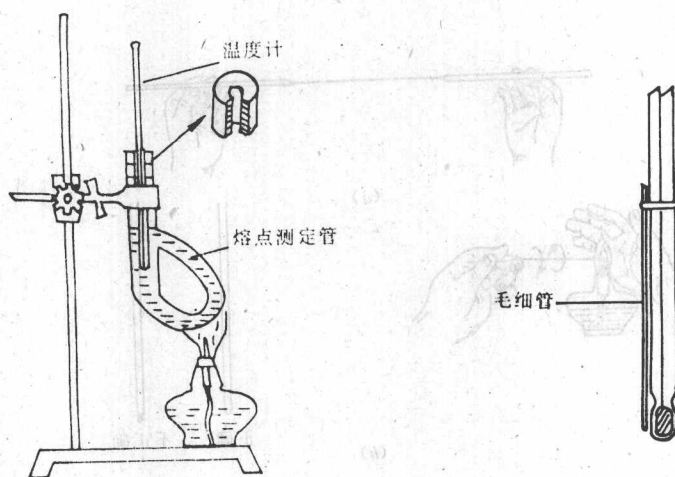


图 2-1 熔点测定装置

图 2-2 样品管的固定位置

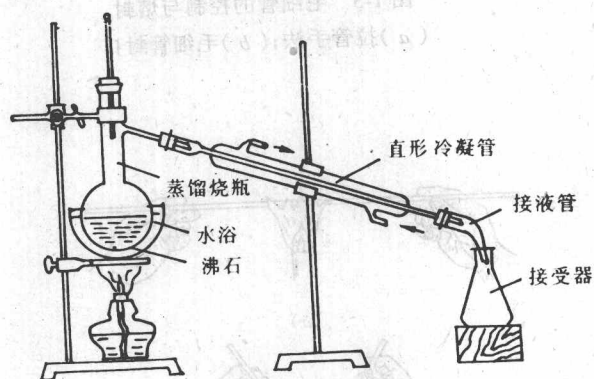


图 2-3 蒸馏及沸点测定装置

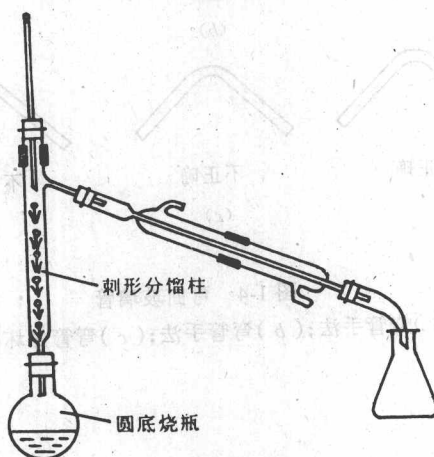


图 2-4 简单分馏装置

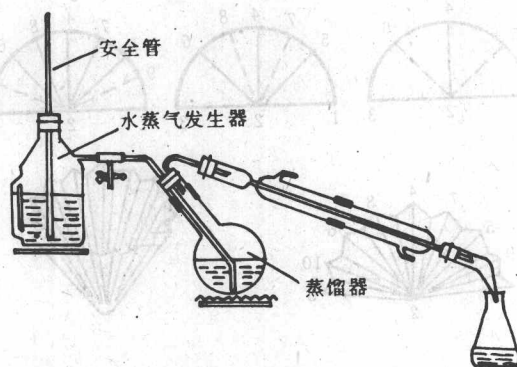


图 2-5 水蒸气蒸馏装置

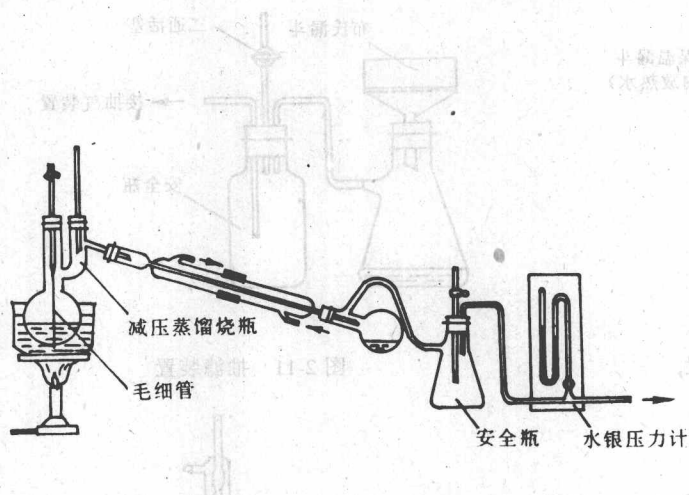


图 2-6 减压蒸馏装置

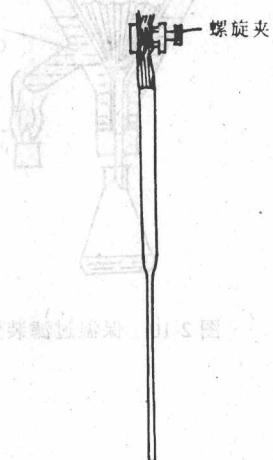


图 2-7 减压蒸馏用毛细管

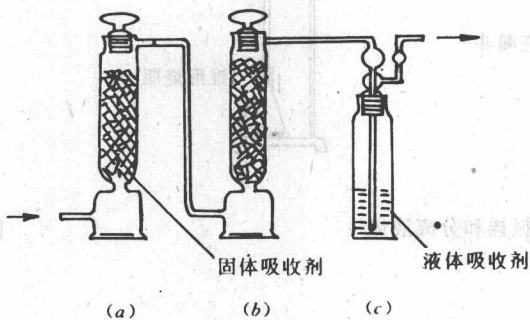


图 2-8 吸收装置

(a) 气体吸收器(放固体吸收剂); (b) 吸收装置连接图; (c) 洗气瓶(放液体吸收剂)

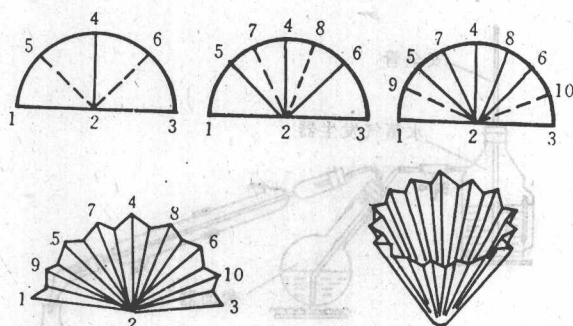


图 2-9 菊花形滤纸的摺法

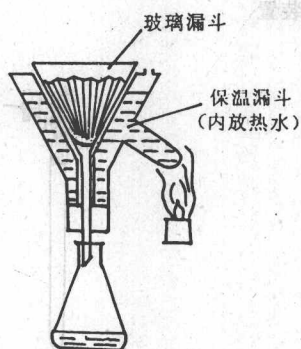


图 2-10 保温过滤装置

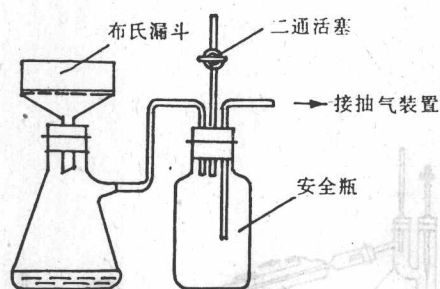


图 2-11 抽滤装置

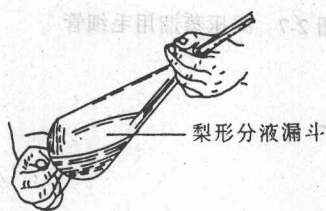


图 2-12 分液漏斗的振摇和分离液体

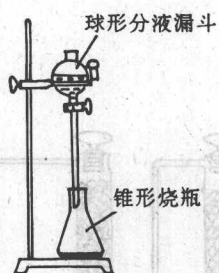


图 2-13 脂肪提取器

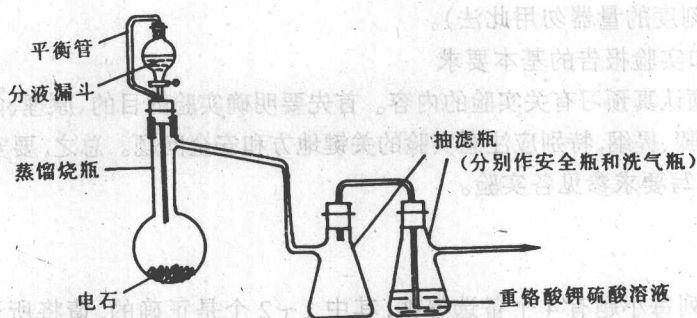


图 2-14 乙炔制备装置

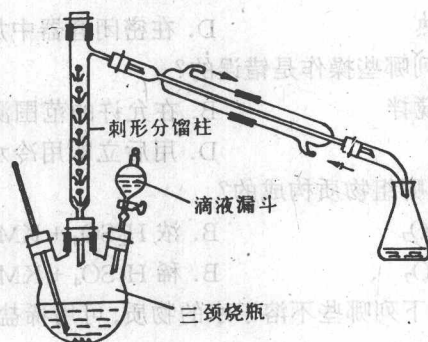


图 2-15 乙酸乙酯制备装置

(4) 注意事项

- ①使用玻璃仪器时应轻取轻放。
- ②除试管等少数玻璃仪器外，不得直火加热。
- ③广口容器(如烧杯等)不能存放有机溶剂。
- ④温度计不能当作玻璃棒进行搅拌，不能测量超过温度范围的温度，用后不可立即用冷水冲洗。

(5) 玻璃仪器的清洗和干燥

- ①选用的刷子要大小适宜。
- ②玻璃仪器应按照“少量多次”的原则先用清水冲洗，然后用洗涤剂刷洗，最后用水清洗(器壁不挂水珠，表示已经洗净)。
- ③当需要更洁净的仪器时，可先用铬酸洗液(或其他洗液)洗涤，然后用自来水冲洗干净。
- ④仪器要随用随洗，常用方法是：
 - a. 容器中残留物是碱性的，用稀盐酸或稀硫酸洗去。
 - b. 容器中残留物是酸性的，用稀碱溶液洗去。
 - c. 容器中的残留物若已知其溶于某种溶剂，就用这种溶剂洗涤。

⑤将洗好的仪器倒置一段时间后，若器壁没挂水珠，即可使用。而有的实验对干燥的要求较高，可用干燥箱烘干。有时为了节省时间，可用酒精或丙酮荡洗，倒回溶剂后，用电吹风先以冷风吹去器壁上残留的溶剂，再用热风吹干，放冷后备用。水洗后的仪器，可直接用热风吹干，

放冷后使用(带有刻度的量器勿用此法)。

5. 实验预习和实验报告的基本要求

在实验前,必须认真预习有关实验的内容。首先要明确实验的目的、原理、内容和方法,然后写出简要的实验步骤、提纲,特别应注意实验的关键地方和安全问题。总之,要安排好实验计划。

实验报告的书写要求参见各实验。

(三)检测题

1. 选择题(下列每小题有4个备选答案,其中1~2个是正确的,请将所选答案的编号填在题后的括号内,多选或少选不得分,每小题2分,共8分)

①加热低沸点、易燃性溶剂时,可用下列哪种方法? ()

- A. 直接加热 B. 水浴加热
C. 在大口容器中加热 D. 在密闭容器中加热

②使用温度计时,下列哪些操作是错误的? ()

- A. 当作玻璃棒进行搅拌 B. 在允许的范围测量
C. 用后要缓缓冷却 D. 用后立即用冷水冲洗

③铬酸洗液是由下列哪组物质构成的? ()

- A. 浓 $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ B. 浓 $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{KMnO}_4$
C. 稀 $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ B. 稀 $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{KMnO}_4$

④玻璃器皿上粘附有下列哪些不溶于水的物质,可用稀盐酸清除? ()

- A. CaCO_3 B. $\text{Fe}(\text{OH})_3$ C. MnO_2 D. 油污

2. 填空题(将答案填在空位横线上,每空1分,共6分)

①取用药品要严格按照规定用量,不得任意_____散失和遗弃。

②量取酒精等易燃性液体时,必须_____。

③强酸强碱触及皮肤时,应先用干布抹去酸碱,用大量水冲洗,然后再用_____或_____洗涤。

④玻璃仪器洗净的标志是_____。

⑤洗涤仪器时一般是先有_____冲洗或刷洗,若达不到要求再用别的方法洗涤。

3. 判断题(请对下列叙述进行判断,正确的在叙述后括号内打“√”,错误的在括号内打“×”,每小题1分,共2分)

①在使用酒精灯或酒精喷灯时,中途可直接加入酒精。 ()

②有机溶剂和油类着火,不可用水扑灭。 ()

4. 简答题(4分)

溴灼伤时,应怎样处理?

评分: _____

年 月 日

(冉毅金 张韶虹)

二、玻管、配塞、钻孔

(一)目标

1. 知识目标

学会玻璃管的简单加工和塞子的钻孔。

2. 技能目标

能正确地掌握玻管的切割、圆口、弯曲、拉细及配塞、钻孔的基本操作。

3. 态度目标

要认真、细心按正确方法操作,避免割伤、烫伤。

(二)原理

有机化学实验,特别是制备实验中,常常要用到不同规格和不同形状的玻管和塞子等配件,因此要了解玻璃的特性、加工塞子的选用及钻孔的方法。

玻璃是无定形透明的硅酸盐混合物,具有热塑性,即在 $800\sim 900^{\circ}\text{C}$ 软化,可以吹、拉铸成各种形状。玻管可用比它硬度更大的器材如三角钢锉、砂轮等进行切割。

塞子有软木塞和胶塞两种。软木塞不易和有机物作用,但易漏气和被酸碱腐蚀;胶塞虽然不易漏气和腐蚀,但易被有机物所侵蚀或溶胀。因此要根据不同实验要求选择。

(三)仪器药品

玻璃管(外径 $7\sim 10\text{mm}$)

三角锉刀(或小砂轮)

酒精喷灯(吊式或座式)

白磁板

钻孔器

胶塞或软木塞

(四)指导

1. 玻管的截割

(1)玻管要放平;(2)锉刀或砂轮用力朝一个方向,锉出一条凹痕;(3)双手大拇指顶住玻管,用力拉掰。

2. 玻管的弯曲

(1)关键是掌握好火候;(2)将要弯曲的部分放在氧化焰中,朝同一方向转动,玻管逐渐变软发黄,离开火焰后,正确地把它弯成所需要的角度。

3. 拉毛细管

(1)两手执着玻管,掌心相对,待玻管被烧软烧红时才离开火焰;(2)两手平稳地沿水平方向作相反方向移动,一直拉至所需粗、细规格为止;(3)同时两手停留在此位置,待毛细管稍冷(不致变形),才放在一旁冷却。

4. 钻孔

(1)打孔器要选择比欲插入的玻管外径稍大;(2)塞子要放平,小的一端朝上;(3)钻孔器要沾点水或甘油;(4)垂直用力,向一个方向旋转。

(五)操作步骤

1. 玻管的清洗

被加工的玻管必须清洗干净,拉毛细管的玻管事先应在硝酸、盐酸或清洗液中浸泡,用水冲洗、蒸馏水滴洗干净,晾干。其他用途的玻管可按需要而定,但使用前必须干净。

2. 玻管的截割

将玻管平放在桌上,按所需长度用力朝一个方向锉出一道凹痕,约占管周的 $1/6$,两手分别握住凹痕两端,凹痕向外,用大拇指顶住玻管,双手用力一掰即断开。新断口很锋利,难于插入塞中,也易划破手,必须在酒精灯上烧熔圆口。如图 1-1、图 1-2。

3. 拉毛细管

两手执住玻管,掌心相对,放入氧化焰中,两手同时向同一方向旋转玻管,当玻管烧至发黄、发红、变软、开始下垂时,离开火焰,两手平稳地沿水平方向作相反方向移动,直到所需粗细规格为止(内径为 1mm 左右),待稍冷(不致变形)改为一手持玻管,自由下垂,而后再割断、熔封。如图 1-3。

4. 弯曲玻管

将所需大小的玻管切成一定长度,然后在小火上预热,再送入氧化焰中加热(最好使用鱼尾灯头,加热面宽),两手缓慢转动,到玻管发黄变软时,取出火焰,弯成所需角度。 120°C 以下较小的锐角,应分几次弯制而成。

5. 配塞及钻孔

配塞,塞子的大小应与仪器颈口相适应,通常塞入部分不得少于塞子本身高度的 $1/3$,也不多于 $2/3$ 。若打出的孔不圆滑或稍小,可借助圆锉修整至所需规格。

6. 插入玻管

无论是玻管或温度计,插入塞中时,事先可沾点水或甘油使之润滑。手握管(棒)应尽量靠近塞子,均匀用力旋入孔内。手离太远,易折断管(棒),造成创伤事故。

(六)实验报告

实验名称						评分
实验日期	年 月 日					
实验完成情况记录,并将实物交老师检查						
玻管切割	拉毛细管	拉滴管	弯玻管	钻孔	装置洗瓶	