

高等师范专科学校通用教材

有机化学实验

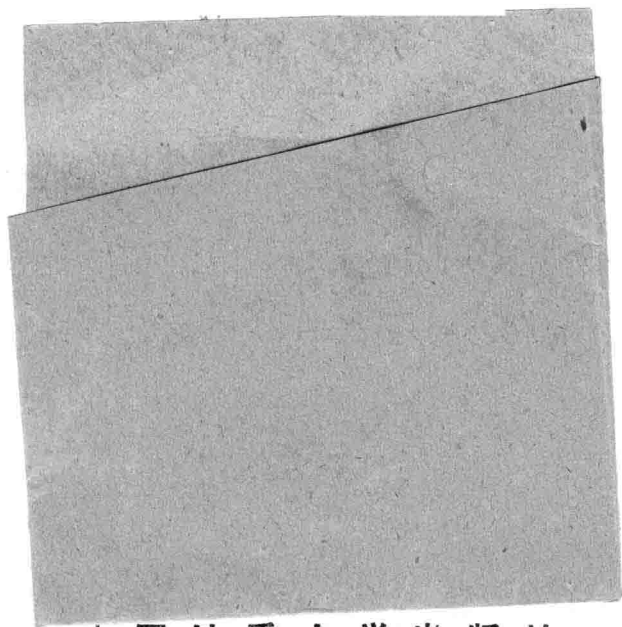
中南五省（区）师专《有机化学实验》编写组



中国地质大学出版社

有机化学实验

姜锦文 主编



中国地质大学出版社

有机化学实验

姜锦文 主编

责任编辑：胡冶邠

中国地质大学出版社出版发行

咸宁市印刷厂印刷

开本787×1092 1/32 印张7.75 字数 170千字

1989年4月第一版 1989年4月第一次印刷

印数1—6400册

ISBN7—5625—0273—0/0·14

定价：2.40元

前 言

教材建设是学校三大基本建设之一。长期以来，高等师范专科教育没有一套具有自己特点、较为系统的教材，影响了教育质量的提高。为了深化高等师范专科教育的改革，为普及九年制义务教育培养更多的合格教师，中南五省（区）教委（高教局）高教（教学）处，共同组织五省（区）师专及部分有关高校的教师，协作编写了师专12个专业85门主干课程的通用教材。

编写这套教材的指导思想是，从高等师范专科教育人才培养的目标出发，根据国家教委新制定的二年制师专教学计划、教学大纲的要求，兼顾三年制和双科制专业的需要，力求突出适用性、科学性及高等师范专科教育的特点。因此，这套教材，不仅适用于普通高等师范专科教育，而且也适用于教育学院和电大普通师范教育相关专业的教学，同时，还可作在职初中教师的培训和自修教材。

本书主要内容包括四个方面：有机化学实验的一般知识、基本操作、性质实验和合成实验。为了使學生牢固地掌握有机化学基本操作技术，一部分重要的操作单独安排了实验，大部分操作结合合成实验进行。考虑到有机化学实验是一门独立开设的课程，本书采用合成实验和性质实验混合编排体系并按化合物类型分章。为了适应职业教育的需要，适当增加了应用方面的实验。

本书共列入了42个实验。书中列出的化合物物理常数来

自CRC "Handbook of Chemistry and Physics" (第63版, 1982-1983)。全书采用国家法定计量单位。

本书由湖北荆州师专姜锦文主编。参加编写的有姜锦文(第一、三、七章), 湖南零陵师专蒋友才(第二、八章), 广东佛山师专陈孝福(第四、六、十章), 广西玉林师专邓贵福(第五、十二章), 河南洛阳师专王社香(第九、十一章, 附录)。全书由姜锦文整理定稿。

本书承蒙华中师范大学黄文芳教授(主审)、汪焱钢副教授、黄世强讲师审阅。本书在编写过程中曾得到不少兄弟院校的热情支持和帮助。在此一并表示衷心的感谢。

本书与乐立新副教授主编的《有机化学》配套使用。

这套教材是按主编负责, 分工编写的原则成书的。由于这样大规模有组织地进行教材编写对我们还是第一次, 因而错误缺点在所难免, 恳请读者批评指正。

中南五省(区)师专协作教材编委会

1988年3月

目 录

第一章	有机化学实验的一般知识	(1)
1-1	有机化学实验规则	(1)
1-2	有机化学实验室安全知识	(2)
1-3	有机化学实验常用的仪器和装置	(7)
1-4	玻璃器皿的洗涤和干燥	(21)
1-5	实验预习、记录和实验报告	(22)
1-6	主要化学手册和参考书	(26)
第二章	基本训练	(30)
2-1	玻璃管的加工和塞子的钻孔	(30)
2-2	熔点的测定	(36)
	附一 温度计的校正	(41)
	附二 显微熔点测定仪	(44)
2-3	蒸馏及沸点的测定	(45)
	附 加热和冷却	(50)
2-4	分馏	(53)
2-5	重结晶提纯法	(57)
第三章	有机化合物的元素定性分析	(67)
第四章	烃类	(73)
4-1	甲烷的制备和烷烃的性质	(74)
4-2	乙烯、乙炔的制备和不饱和烃的性质	(77)
4-3	芳烃的性质	(82)
4-4	石油的催化裂化和煤的干馏	(85)

第五章	卤代烃	(88)
5-1	卤代烃的性质.....	(89)
5-2	溴乙烷的制备.....	(92)
	附一 分液漏斗和滴液漏斗的使用.....	(95)
	附二 实验产率的计算.....	(97)
5-3	1-溴丁烷的制备.....	(99)
	附 有机物的干燥及干燥剂的使用.....	(101)
5-4	液态有机物折光率的测定.....	(105)
第六章	醇、酚、醚	(110)
6-1	醇、酚的性质及酚酞的制取.....	(111)
6-2	乙醚的制备.....	(117)
6-3	无水乙醇的制备.....	(120)
6-4	格氏试剂 (Grignard reagent) 的性质和三苯甲醇的制备.....	(122)
第七章	醛和酮	(127)
7-1	醛、酮的性质及乌洛托品 (urotropine) 的制取.....	(128)
7-2	正丁醛的制备.....	(133)
7-3	苯乙酮的制备〔弗瑞德尔-克拉夫茨 (Friedel-Crafts) 反应〕.....	(136)
	附 萃取和洗涤.....	(138)
第八章	羧酸及其衍生物	(140)
8-1	羧酸及其衍生物的性质与肥皂的制取.....	(141)
8-2	乙酸乙酯的制备.....	(148)
8-3	对硝基苯甲酸的制备.....	(151)
8-4	己二酸的制备.....	(152)
8-5	阿斯匹林 (Aspirin) 的制备.....	(155)

8-6	乙酰乙酸乙酯的制备	(157)
	附 减压蒸馏	(160)
第九章	有机含氮化合物	(166)
9-1	胺的性质及甲基橙的制取	(166)
9-2	苯胺的制备	(171)
	附 水蒸汽蒸馏	(174)
9-3	乙酰苯胺的制备	(178)
9-4	对氨基苯磺酸的制备	(180)
第十章	杂环化合物	(183)
10-1	杂环化合物与生物碱的性质	(183)
10-2	呋喃甲醇与呋喃甲酸的制备〔康尼查罗 (Cannizzaro) 反应〕	(186)
10-3	从茶叶中提取咖啡因	(188)
10-4	从烟叶中提取尼古丁	(192)
第十一章	天然产物	(195)
11-1	碳水化合物的性质及硝化纤维的制取	(196)
11-2	旋光度的测定	(201)
11-3	氨基酸和蛋白质的性质	(205)
11-4	纸色谱和薄层色谱	(208)
11-5	芳香油的提取——从肉桂树皮中提取肉桂 油	(215)
第十二章	合成高分子化合物	(219)
12-1	脲醛树脂的制备	(219)
12-2	不饱和聚酯漆的应用	(223)
附录		(226)
	1. 常用元素原子量表	(226)
	2. 常用酸碱溶液的相对密度和组成	(226)

3.常用试剂的 纯化及配制	(227)
4.常用有机溶剂沸点、相对密度表.....	(232)
5.制备实验中基本操作一览表.....	(233)
6.关于有毒化学药品的知识.....	(236)
7.学生实验仪器单.....	(239)

第一章 有机化学实验的一般知识

1-1 有机化学实验规则

有机化学是以实验为基础的科学，学习有机化学必须做好有机化学实验。为了保证实验的正常进行和培养良好的实验作风，学生必须遵守下列规则：

1. 实验前要做好一切准备工作，应事先复习理论教材中有关的章节，预习好实验书，写出预习笔记，准备好所需要的仪器药品。

2. 严格遵守实验室的安全守则和每个具体实验操作中的安全注意事项。如有意外事故发生应立即报请教师处理。

3. 实验时要求精神集中、认真操作、细致观察、如实记录。不得擅自离开。

4. 遵从教师和实验室工作人员的指导，严格按照操作规程和实验步骤进行实验。若要更改，必须征得教师同意。

5. 保持实验室整洁。实验时做到桌面、地面、水槽和仪器四净。

6. 爱护公共仪器和工具，在指定地点使用并保持整洁。要节约水、电和药品。损坏仪器要办理登记换领手续。

7. 实验完毕，必须及时做好后处理工作（清洗仪器、处理废物、检查安全等）。将记录（合成实验要上交产品）交教师审阅，教师签字后方可离开实验室。

8.每次实验后, 必须尽快地、认真地写出实验报告。

1-2 有机化学实验室安全知识

有机化学实验中所用的药品大多是有毒、可燃、有腐蚀性或爆炸性的, 所用的仪器大部分又是玻璃制品, 若粗心大意, 操作不慎, 容易发生各种事故, 如割伤、烧伤、乃至火灾、中毒和爆炸等。因此, 实验者必须高度重视安全操作, 熟悉一般安全常识。

一、实验室安全守则

1. 实验开始前应检查仪器是否完整无损, 装置是否正确稳妥, 在征得指导教师同意之后方可开始实验。

2. 实验进行时不得离开岗位, 要经常注意反应情况是否正常, 装置有无漏气、破裂等现象。

3. 做有可能发生危险的实验时, 应戴防护眼镜、面罩、橡皮手套等。

4. 使用易燃、易爆药品时, 应远离火源。实验试剂不得入口。严禁在实验室内进食。实验完毕要洗手。

5. 使用电器时不能用湿的手或手握湿物去拿插头。为了防止触电, 电器设备的金属外壳应接地线。实验完毕应先切断电源, 再拆卸装置。

6. 熟悉安全用具如灭火器材、砂箱以及急救药箱的放置地点和使用方法。安全用具要妥加保护不准移作它用。

二、实验中事故的预防、处理和急救

(一) 割伤

造成割伤者，一般有下列几种情况：

1. 装配仪器时用力过猛或装配不当；
2. 装配仪器用力处 远离连接部位， 如图1-1 中（2）、（4）；
3. 仪器口径不合而勉强连接；
4. 玻璃折断面未烧圆滑，有棱角。



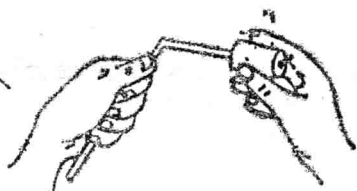
（1）正确的



（2）不正确的



（3）正确的



（4）不正确的

图1-1 玻璃管插入塞子

预防玻璃割伤，要注意以下几点：

1. 玻璃管（棒）切割后，断面应在火上烧熔以消除棱角；
2. 注意仪器的配套；
3. 按要求正确地装配仪器。

如果不慎，发生割伤事故要及时处理，先将伤口处的玻

璃碎片取出。若伤口不大，用蒸馏水洗净伤口，再涂上红药水，撒上止血粉，用纱布包好。伤口较大或割破了主血管，则应用力按往主血管，防止大出血，及时送医院治疗。

（二）着火

预防着火要注意以下几点：

1. 实验室不能存放大量易燃物。装有易燃性液体的瓶子，不得靠近火源。

2. 加热乙醇、乙醚、苯、石油醚等易挥发性液体时，切勿使用烧杯等敞口仪器，也不能使用密闭容器，而应采用回流装置用蒸气浴或水浴加热。趁热过滤易燃液体时，更应远离火源。

3. 蒸馏乙醚、丙酮等低沸点易燃液体时，必须用热水浴或蒸气浴加热，切忌在加热过程中加入沸石。装置应严密，从蒸馏装置接受瓶出来的尾气应用橡皮管引到下水道口或室外，否则蒸气散入空气可能会引起火灾。

4. 使用油浴时，应严防冷水进入热油中，否则将爆溅并引起着火。加热温度较高时，应防止油蒸气着火。

5. 易挥发的可燃性废物，不得倒入废物缸内，应及时集中统一处理。不可把燃着的或带火星的火柴梗投入废物缸内。

实验室如果发生了着火事故，应沉着镇静及时地采取措施，控制事故的扩大。首先，立即熄灭附近所有火源，切断电源，移开易燃物，然后根据易燃物的性质和火势设法扑灭。

小器皿内着火（烧杯、烧瓶等），可用石棉板或湿抹布覆盖，火即熄灭，绝不能用口吹。

燃着的液体洒在地板或桌面上，应用干燥细砂灭火。火

势较大时应及时使用灭火器材（二氧化碳灭火器、泡沫灭火器、四氯化碳灭火器等）。使用灭火器应从四周开始向中心扑灭。使用四氯化碳灭火器要打开门窗，因为四氯化碳在高温下能产生有毒的光气。

如果电器着火，须先切断电源，然后使用灭火器。但切勿使用泡沫灭火器，因泡沫可导电，会使人触电。

衣服着火时，切勿奔跑，用厚外衣包裹使之熄灭；情况危急时可就近卧倒，用石棉布等把着火部位包起来，或在地上滚动以灭火焰；也可打开附近的自来水龙头用水冲淋熄灭。

（三）爆炸

实验时，仪器堵塞或装配不当，减压蒸馏使用不耐压的仪器，违章使用易爆物，以及反应过于猛烈失控都有可能引起爆炸。爆炸的毁坏力极大，应严加防止。操作时应注意：

1. 常压操作时，切勿在封闭系统内加压或反应，否则反应中产生的气体或蒸气在仪器中膨胀，会使装置内压增大，引起爆炸。在反应进行时，必须经常检查仪器装置的各部分有无堵塞现象。

2. 减压蒸馏时，要用圆底烧瓶或吸滤瓶作接受器，不可用三角烧瓶，以防炸裂。

3. 使用易燃易爆物（如氢气、乙炔、过氧化物等）或遇水易燃烧爆炸的物质（如钠、钾等）时，应特别小心，严格按照操作规程办事。

4. 蒸馏乙醚前必须认真检查有无过氧化物存在，若有过氧化物存在，应除去过氧化物后再进行蒸馏。

5. 若反应过于猛烈，要根据不同情况采取冷冻和控制加料速度等措施。

（四）中毒

化学药品大多具有程度不同的毒性，产生中毒的主要原因是皮肤或呼吸道接触有毒药品所引起的。预防中毒，应注意：

1.任何药品都不得入口，严禁在实验室内进食。

2.手上如沾染过药品，应用肥皂和冷水洗涤。不可用热水，以免皮肤上的毛孔张开，使药品更易渗入，也不可用有机溶剂洗手。

3.处理有毒或腐蚀性物质时，应在通风柜中进行，并戴上防护用具。

4.沾染过有毒物质的仪器，用过后应立刻洗净。实验后的有毒残渣必须作妥善处理，不准乱丢。

实验时若有中毒症状（皮肤出现斑点、头昏、呕吐、瞳孔放大等）应速送医院诊治。

（五）灼伤

腐蚀性药品可伤害皮肤，对双眼的危害更为严重，故操作时应注意：

1.任何药品均勿直接用手取拿。取用腐蚀性药品必须戴橡皮手套和防护眼镜。

2.加热或煮沸盛有液体试管时，管口不得朝向自己或旁人。在加热或反应进行过程中，不得从试管口或烧瓶口往下观察反应。加热浓酸或浓碱时，更应注意安全。

实验中发生灼伤，要根据不同的情况分别采取不同的处理方法。

被酸或碱灼伤时，应立即用大量水冲洗；然后分别用1%碳酸氢钠溶液或1%硼酸溶液冲洗，最后都用水洗，再在灼伤的皮肤上涂上药用凡士林。

皮肤被溴灼伤时，应立即用水冲洗，再用酒精擦至无溴

液为止，然后涂上甘油或烫伤油膏。如眼睛受到溴的蒸气刺激，暂时不能睁开时，可对着盛有酒精的瓶口注视片刻。

若伤势较重，经初步处理后，速送医院诊治。

(六) 烫伤

轻者涂以玉树油或鞣酸软膏，重者涂以烫伤油膏后送医院诊治。

三、急救用具

1. 消防器材：泡沫灭火器、四氯化碳灭火器、二氧化碳灭火器、砂、石棉布、毛毯等。

2. 急救药箱：医用酒精、红药水、止血粉、龙胆紫、凡士林、玉树油或鞣酸油膏、烫伤膏、1%硼酸溶液、1%及饱和的碳酸氢钠溶液、医用镊子、剪刀、绷带、纱布、药棉等。

1-3 有机化学实验常用的仪器和装置

一、普通玻璃仪器

化学玻璃仪器一般由钾玻璃制成，使用时要注意以下几点：

1. 使用玻璃仪器时要轻拿轻放。
2. 除试管、烧杯、烧瓶外，不能用火直接加热。
3. 锥形瓶不耐压，不能用于减压系统；广口容器（如烧杯）不能贮放有机溶剂；计量容器（如量筒）不能烘烤。
4. 温度计不能用来测量超过刻度范围的温度，温度计用后要缓慢冷却，不可立即用冷水冲洗以防炸裂。
5. 带活塞的玻璃器皿用过洗净后，在活塞与塞口间应垫上纸片，以防粘住。如已粘住，可在磨口四周涂上润滑剂后

用电吹风吹热风，或用水煮后再轻敲塞子，使之松开。

常见的普通玻璃仪器如图1-2所示



(1) 试管



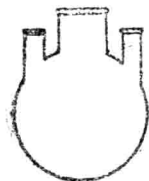
(2) 烧杯



(3) 圆底烧瓶



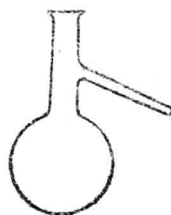
(4) 平底烧瓶



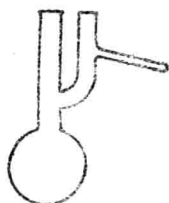
(5) 三颈瓶



(6) 锥形瓶



(7) 蒸馏瓶



(8) 克氏蒸馏瓶



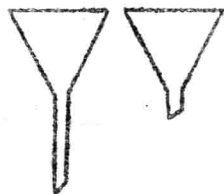
(9) 空气冷凝管



(10) 球形冷凝管



(11) 直形冷凝管



(12) 玻璃漏斗