



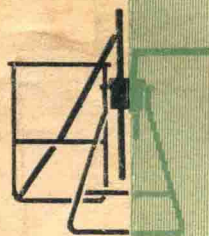
中央广播电视大学教材

有机化学实验

中央广播电视大学 有机化学教学组编

出版社

水利出版社



中央广播电视大学教材

有机化学实验

中央广播电视大学 有机化学教学组编

水利出版社

中央广播电视大学教材

有机化学实验

中央广播电视大学 有机化学教学组编

*

水利出版社出版发行

(北京德胜门外六铺炕)

水利电力印刷厂印刷

*

787×1092毫米 32开本 3 $\frac{7}{8}$ 印张 72千字

1980年2月第一版 1980年2月北京第一次印刷

印数 00001—40100册 每册 0.40元

书号 15047·4023

前 言

有机化学实验是为配合学好电视大学有机化学课而编写的，内容以性质实验为主，辅以少量合成实验和基本操作。

希望通过有机化学实验，使学生能加深对有机化合物性质和反应性能的了解。对分离提纯和合成有机化合物的方法仅要求概略了解。

各地区可根据当地的具体情况，创造条件，做好本实验课要求做的内容，如有条件多做则更好，以达到理论联系实际、学好有机化学的目的。

电视大学有机化学教学组，是由北京师范大学化学系及中央广播电视大学化学组五位老师组成。本书根据电视大学课程的需要，由北京师范大学化学系杜宝山老师以师大化学系有机化学实验材料为基础选编而成。最后，由电大有机化学教学组定稿。

由于时间仓促，又限于编者水平，书中不当之处望读者提出批评指正。

中央广播电视大学 有机化学教学组

1979.10

目 录

前 言

第一章 有机化学实验的一般知识	1
§ 1 实验室的安全须知	1
§ 2 有机化学实验常用仪器及装置简介	5
§ 3 仪器的清洗、干燥和塞子的配置	5
§ 4 仪器的装配	11
第二章 有机化学实验基本操作知识	14
§ 1 重结晶提纯	14
§ 2 熔点的测定	20
§ 3 沸点的测定	23
§ 4 比旋光的测定	24
§ 5 蒸馏、分馏及干燥剂的使用	27
§ 6 水蒸汽蒸馏	36
§ 7 回流	38
§ 8 萃取与洗涤	39
§ 9 加热与冷却	42
第三章 实验部分	47
实验一 甲烷、乙烯、乙炔的制备和性质	47
实验二 苯和苯的同系物的性质	55
实验三 醇、酚、醚的性质	57
实验四 醛和酮的性质	62
实验五 羧酸及其衍生物的性质及乙酰乙酸乙酯的性质	68
实验六 油脂的性质	73
实验七 胺的性质	74
实验八 糖的性质	80

实验九	硝化纤维素、无烟火药和火棉胶(珂罗酊)的制备	88
实验十	蛋白质的性质	89
实验十一	酚醛树脂与聚苯乙烯	94
实验十二	重结晶与熔点测定	95
实验十三	蒸馏及沸点的测定(乙醇的蒸馏)	96
实验十四	醋酸乙酯的制备	98
实验十五	苯胺的制备	99
实验十六	乙酰苯胺的制备	101

第一章 有机化学实验的一般知识

§ 1 实验室的安全须知

有机化学实验所用的药品很多是有毒、可燃、有腐蚀性、刺激性甚或爆炸性的；而化学反应又常在高温、高压、低温或低压等不同的情况下进行，此时需用各种热源、电器或其他仪器，操作不慎又易造成火灾、爆炸等事故。为了预防和处理危险事故，对有关实验安全的基本知识，应该有所了解。

(1) 火灾：在实验室中永远不要贮存大量的乙醚、酒精等易燃性液体。装有易燃性液体的瓶子，不得放置灯火附近。如果不慎起火，首先应迅速移去周围一切易燃性的物质。

加热乙醚、酒精、苯、石油醚等挥发性易燃液体时，切勿使用烧杯等大口容器，而应在回流装置下并于蒸汽浴或水浴上进行。乘热过滤易燃液体时，更应远离火源。

易挥发的可燃性废液不得倾入废物缸内，而应倾入水槽，并立刻用水冲去。可燃废物、油渍布条及浸染过可燃性液体的滤纸、棉花等，也不得倾置废物缸内，而应及时在露天燃去。不可把燃着的或带火星的火柴梗投入废物缸内。

用金属钠干燥乙醚时，应慎防有水进入反应器内。可能含有钠残渣的废物不得倾入水槽或废物缸内，而应先用酒精处理销毁。

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，应防止油蒸汽的着火，特别是久用的油浴由于油的闪点会逐渐下降，更易着火。

蒸馏乙醚、丙酮等低沸点易燃性液体时，必须用热水或蒸汽浴加热。切忌在加热过程中投入沸石、瓷片等止暴剂；并且，为了避免局部过热，应慢慢加热。瓶塞与一切接头处均应严密，若有漏气应更换新塞，否则蒸汽散入空气可以着火。用蜡涂封有时会引起大祸，因为蜡受热熔化将沿瓶塞流下，遇火即燃。

实验室中均应贮备细砂、二氧化碳灭火器、四氯化碳灭火器等灭火器材。若遇火灾应沉着应付。

如果不慎在烧杯、蒸发皿或其他容器中着火，可用玻璃板、湿抹布覆盖，通常即可使火熄灭。

如果燃着的液体洒在地板或桌面上，应用于干燥细砂扑灭。着火的液体若系有机溶剂（如苯、石油醚等），它们的比重都比水小，所以切勿用水扑救，否则燃着的液体将在水面上蔓延开来，反使燃烧面积更加扩大。

用二氧化碳灭火器放出二氧化碳气体掩蔽燃着物，使与空气隔绝，便可熄灭小火。通有电流的电器四周着火时，可用此扑灭它，不会损坏任何仪器。

泡沫灭火器使用时，有液体伴随二氧化碳喷出，形成一层稳定的泡沫盖覆在燃着物上，使与空气隔绝，而停止燃烧。但因泡沫可导电，所以不可用以熄灭电器的着火。

四氯化碳的蒸汽比空气重，当装有四氯化碳的灭火弹投入燃烧物上，它的蒸汽就把火盖住使其缺少空气而熄灭。在电器内或电器附近着火时（例如马达着火），常用此法，因其既不导电，又不损害机器。但应注意，四氯化碳在火中不仅气化，有时也会分解并产生光气。而四氯化碳蒸汽与光气

都有剧毒，所以使用时应使门窗打开，以防救火时有人中毒。

扑灭燃着的钠时，切勿用水，否则将造成更惨重的灾害；也不得使用四氯化碳，以免发生猛烈的爆炸反应，通常都用干燥的细砂覆盖，使与空气隔绝而熄灭。

（2）爆炸：爆炸的毁坏力极大，故应严加防止。一般操作时应注意下列有关事项：

在空气未除尽前，切勿点燃氢气、乙烯或乙炔等气体。

放置稍久的乙醚，有过氧化物形成，蒸馏时易有猛烈的爆炸，所以事先必须认真检查。

（3）割伤：玻璃仪器使用不当造成破损，碎片甚易割伤皮肉。为此，操作时应注意下列各点：

玻璃管的锋利边口，必须用火烧平光后方可使用。

用橡皮管连接玻璃管时，应先用水润滑玻璃管，再插入橡皮管内，直至两端相接触。

插入软木塞或橡皮塞内的玻璃管或温度计，应先用甘油或水润湿其端，手握于塞孔数寸之处，另一手则紧握塞子，然后渐渐旋转插入。

玻璃瓶、洗气瓶、量筒、表面皿等绝不可用灯火加热。热的玻璃仪器也勿突然触及冷的表面或冷水，否则均将引起破裂造成伤害。

皮肉被割伤时，应先把伤口处的玻璃屑取去，在伤处擦上红汞，再用纱布药棉包扎。

（4）烧伤：高温（热的物体、火焰或蒸汽）、低温（液态空气）与具有腐蚀性的化学药品，均可使皮肤遭到伤害引起烧伤。

眼球的外膜和角膜对化学药品特别敏感，所以药品对两

眼的危害性更为严重。

为了人身安全，操作时应注意下列各点：

小心处理热的和过冷的物体，以及具有腐蚀性的化学药品，勿使与身体任何部分接触。

任何药品均勿用手直接取拿。取用具有腐蚀性的化学药品时必须带橡皮手套；打开浓氨水、浓盐酸或浓硝酸的瓶塞时，最好带面罩或护目镜。

加热或煮沸盛有液体的试管时，管口不得朝向自己或旁人。在加热或反应进行过程中，不得在试管口或烧瓶口往下观察反应。加热浓酸或浓碱溶液，进行钠熔融或碱熔融操作时，均应带护目镜。

浓酸强碱以及其它腐蚀性的药品均不宜贮置架的高处，以免取用时发生事故。

切勿倾水入酸！特别是稀释浓硫酸时，必须将酸分次注入水中。

皮肤被沸水、蒸汽或火焰等烧伤而红肿发痛时，一般可将烧伤部分浸在不断更换的冷水中，至不觉烧痛时，再在灼伤处涂抹甘油或敷上浸有酒精的药棉。较重的灼伤可立刻用浸有饱和苦味酸溶液的药棉或纱布包扎。

皮肤被酸灼伤时，应立刻用大量水冲洗，再用 3% 碳酸氢钠洗涤。

皮肤被碱灼伤时，应立刻用大量水冲洗，再用 0.5~1% 醋酸或饱和的硼酸溶液洗涤。

皮肤被溴或苯酚灼伤时，应立刻用大量有机溶剂（如酒精、苯或汽油）洗去溴或苯酚，最后在伤处涂抹甘油。

酸溅入眼中时，先用大量的水洗，再用 3% 碳酸氢钠溶液在洗眼杯中洗，最后再用净水洗。

碱溅入眼中时，先用大量水洗，再用饱和硼酸溶液在洗眼杯中洗，最后滴入蓖麻油。

(5) 中毒：主要由于吸入有毒气体或吞服有毒物质所引起，但有些毒物也可能从割伤或灼伤的皮肤处渗入人体。为了安全，任何药品都不可用口尝试。

严禁在实验室内进食。不得用烧杯装饮料，也不可用碗、碟等食具装化学药品。

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，反使药品更易渗入；也不可用有机溶剂洗手。

沾染过有毒物质的仪器和玻璃器皿，用过后应立刻洗净。

若有水银泼散桌面，应尽可能设法收集回来，余留的残迹，可用硫磺粉消灭。

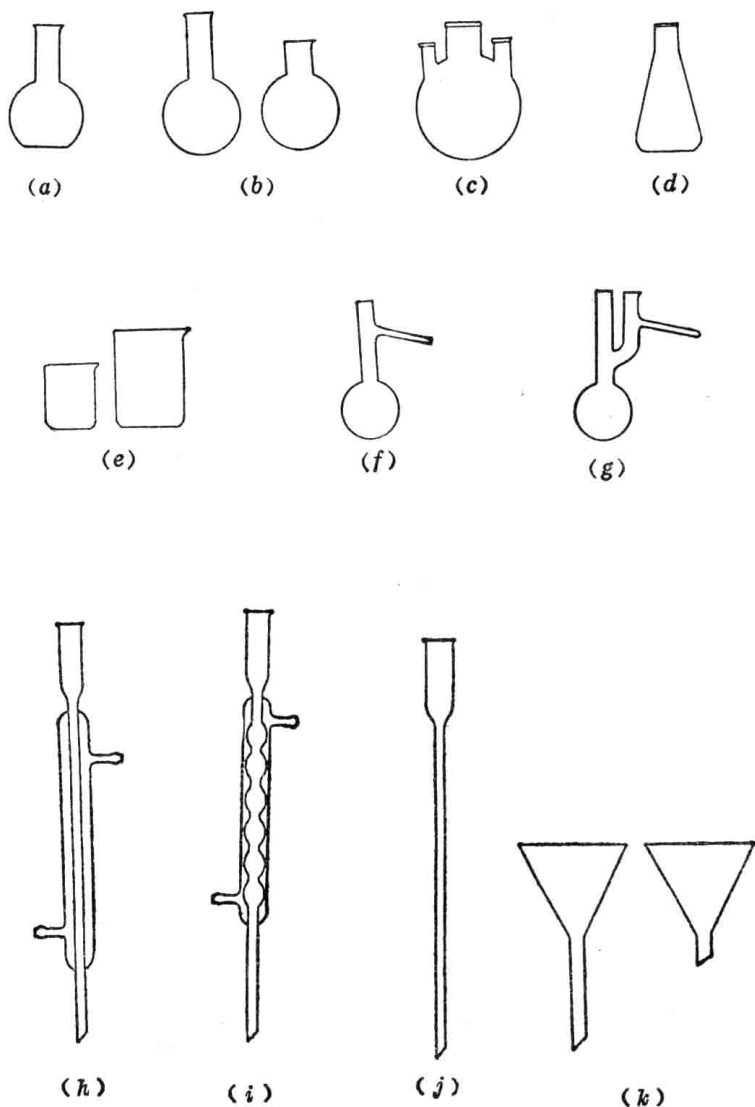
§ 2 有机化学实验常用仪器及装置简介

1. 有机实验常用仪器 (图 1)

2. 有机实验常用装置 (图 2、3、4、5)

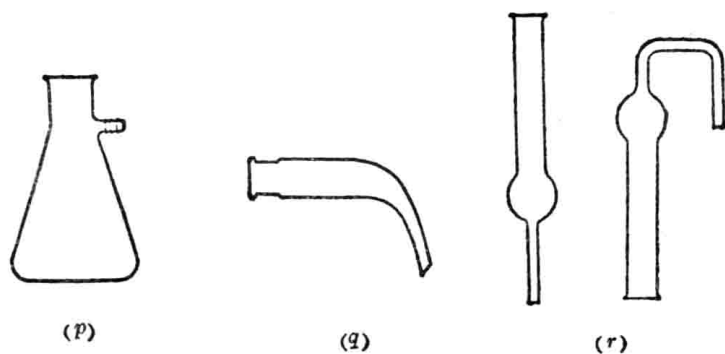
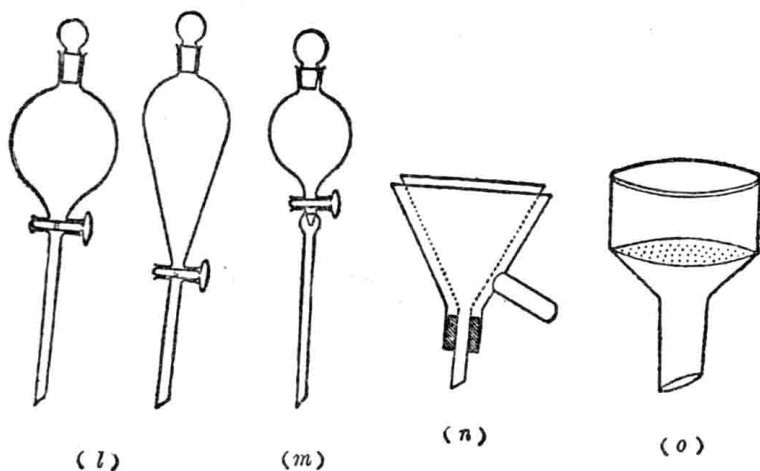
§ 3 仪器的清洗、干燥和塞子的配置

在进行实验前，必须把仪器洗净，以免将杂质带入反应物中。玻璃仪器的洗涤，一般是用去污粉或洗衣粉擦洗。仪器经擦洗后，如果仍有少许污物，则可再用洗液洗涤。洗液的配法如下：在 250 毫升的烧杯中溶解重铬酸钾 5 克于 5 毫升水中，然后在搅拌下缓缓加入 100 毫升浓硫酸，加完后温度



图

(a)平底烧瓶; (b)圆底烧瓶; (c)三口烧瓶; (d)三角瓶; (e)烧杯;
 (j)空气冷凝管; (k)玻璃漏斗; (l)分液漏斗; (m)滴液漏斗;



1
 (f) 蒸馏烧瓶; (g) 减压蒸馏烧瓶; (h) 直形冷凝管; (i) 球形冷凝管;
 (n) 热水漏斗; (o) 布氏漏斗; (p) 抽滤瓶; (q) 尾接管; (r) 干燥管

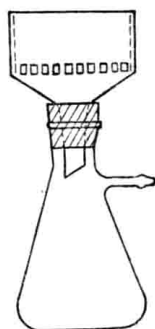


图 2 抽气过滤装置

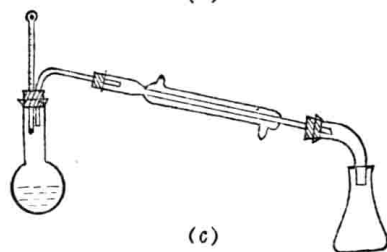
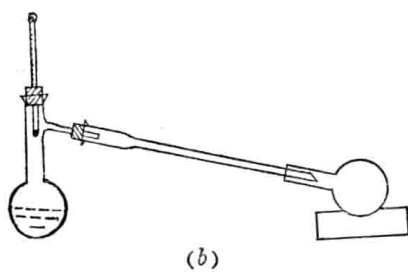
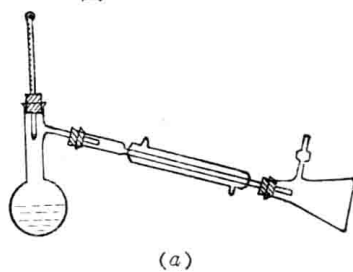


图 3 蒸馏装置

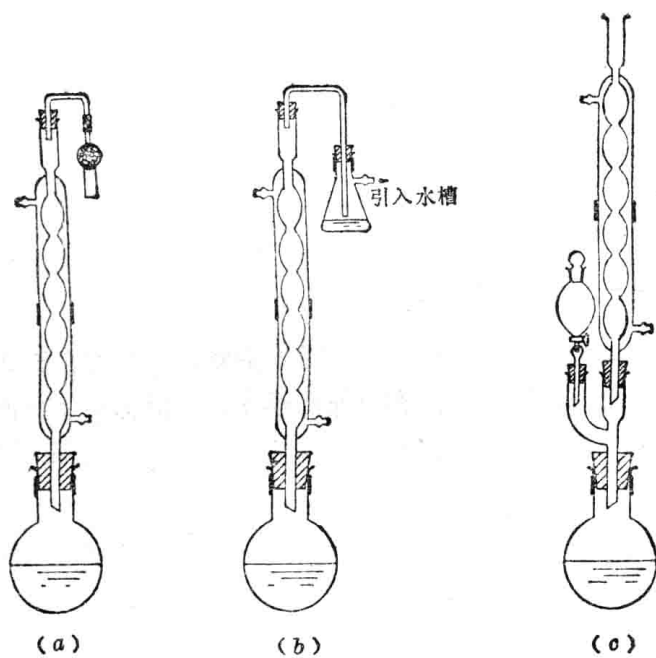


图 4 回流装置

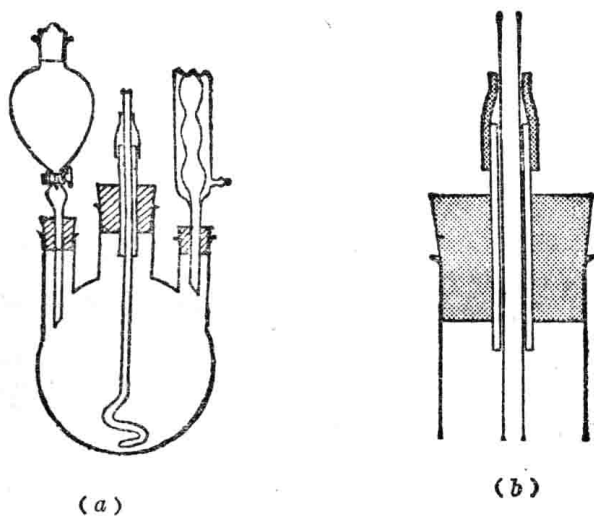


图 5 带机械搅拌回流装置

升高至约 $70\sim 80^{\circ}\text{C}$ ，待其冷至约 40°C 后，移置储瓶中备用。仪器经上述手续洗涤后，不会再留有可觉察的污物，可满意地用于有机操作。但如用于精制产品，或供有机分析用的仪器，最后还得用蒸馏水淋洗，以除去由洗涤水所带来的杂质。在每次实验结束后必须将所有的仪器洗净。

仪器除需要洗净外，常常还需干燥，以符合实验需要。干燥时，可利用烘箱烘干或将洗净的仪器倒立放置过一段时间后便可供用。在进行某些操作时，如格氏反应等，需要绝对干燥的仪器，因此必须在烘箱中烘干。有时为节省时间起见，可用少许丙酮或乙醇淋洗，然后用电吹风机吹干，其结果与在烘箱中烘干者相当。

有机化学实验仪器上塞子的配置，一般采用软木塞为宜。利用软木塞的好处，主要在于不易被普通有机溶剂所溶胀。但在要求密封的实验中，例如减压蒸馏等就必须使用橡皮塞，可以严防漏气。

塞子的大小应恰与烧瓶或冷凝管等的颈口相适合，塞子进入瓶颈的部分不能少于塞子本身高度的 $1/3$ ，也不能多于 $2/3$ （图6）。

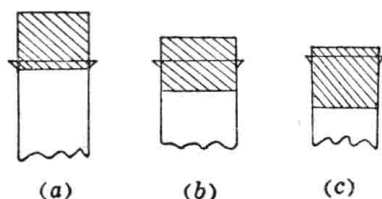


图 6

(a)不正确；(b)正确；(c)不正确

软木塞在钻孔前，需在压塞机内压紧，防止在钻孔时塞子裂开。钻孔的大小应保证管子或温度计等插入后不会漏气，为此，钻孔塞的口径就应略小于所装管子的口径。

钻孔时，把塞子放在桌面上，小的一端向上。左手扶紧

塞子，右手握住钻孔器，一面按同一个方向均匀地旋转钻孔器，一面略微用力向下压（图7）。这时，钻孔器应始终与桌面保持垂直，如果发现二者不垂直应及时加以检查和纠正。等钻到软木塞厚度的一半左右时，即按反方向旋转，拔出钻孔器，用铁条捅掉钻孔器里的塞芯和碎屑。再用同样的方法从塞子的另一端钻孔，直到把孔钻通为止。



图 7

钻孔时，为了减少钻孔器与塞子间的摩擦，可用水、肥皂水或甘油溶液润湿钻孔器的前端。若孔径略小或孔道不光滑，可用圆锉修整。

橡皮塞钻孔时，所选打孔器口径应比插入管子的口径略大一点。钻孔时更应缓慢均匀，不要用力顶入，否则钻出的孔太细。

§ 4 仪器的装配

各类仪器的具体装配方法将在下节叙述。在这一节，只是指出装配仪器的重要性和装配各类仪器时应当遵循的共同要求。

仪器装配得正确与否，对实验的成败有很大的关系。

首先，在装配一套仪器装置时，所选用的仪器和配件应当是干净的。仪器中存在水滴和杂质，往往会严重影响产品的产量和质量。

需要加热的实验，应当选用坚固的圆底烧瓶作反应器，因它能耐温度的变化和反应物沸腾时对器壁的冲击。烧瓶的