

卓越 工程师教育培养计划系列教材
ZHUOYUE GONGCHENGSHI
JIAOYU PEIYANG JIHUA XILIE JIAOCAI

有机化学实验

朱 文 贾春满 陈红军 ◎ 主编

YOUJI HUAXUE SHIYAN



化学工业出版社

卓越

工程师教育培养计划系列教材



大学化学化工基础实验系列教材

有机化学实验

朱文 贾春满 陈红军 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书共分8章,主要包括:有机化学实验的基本知识、有机化学实验基本操作技术、有机化学基础实验、天然有机物的提取及分离、有机化合物的性质实验、有机化合物的制备与合成实验、微量及半微量有机合成实验、综合设计性实验和附录。

根据现代高等教育发展的需要,本书在内容编排上,以高校有机化学实验的传统教学内容为主,适度增加重要的基础训练、天然产物分离鉴定以及合成设计性实验等内容。在部分实验中还增加了实验的微型化和实验室的环境保护内容,重要有机物背景知识简介等,并提供了网络检索和查阅的相关内容。

本书可以作为高等院校化学、化工、制药、生物、食品、材料、高分子、环境、海洋、水产、农学、林学、园艺等专业教学用书,可以用于传统的教学方式,也适用于实验室开放的教学方式。亦可供其他相关专业的科研人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/朱文,贾春满,陈红军主编. —北京:化学工业出版社,2015.6
卓越工程师教育培养计划系列教材
ISBN 978-7-122-23692-0

I. ①有… II. ①朱…②贾…③陈… III. ①有机化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①062-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2015)第079386号

责任编辑:徐雅妮 杜进祥
责任校对:边涛

文字编辑:林媛
装帧设计:关飞

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
印装:三河市延风印装有限公司
787mm×1092mm 1/16 印张12 $\frac{3}{4}$ 字数306千字 2015年8月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:28.00元

版权所有 违者必究

大学化学化工基础实验系列教材

编委会

主 任 张玉苍

副 主 任 (按姓氏笔画排序)

尹学琼 朱 文 孙中亮
罗先群 罗盛旭 庞素娟

其他编委 (按姓氏笔画排序)

王 江	王 博	王 敦	王小兵	王华明
牛 成	甘长银	卢凌彬	冯建成	朱文靖
朱 莉	刘 江	刘 坚	刘雪冰	劳邦盛
李小丽	李唐元	李嘉诚	杨先会	肖开恩
肖厚贞	吴起惠	张 苹	张才灵	张永明
张军峰	张绍芬	张春媛	张莉娜	张德拉
林 常	陈红军	陈尚文	陈俊华	苗树青
范春蕾	林尤全	罗明武	周方方	胡广林
胥 涛	贾春满	曹献英	梁志群	梁振益
普永权	赖桂春	曾 玲	蔡雯雯	黎吉辉
潘勤鹤				

《有机化学实验》

编写人员

主 编 朱 文 贾春满 陈红军

副主编 赖桂春 肖开恩 陈尚文
苗树青 陈俊华 吴起惠
黎吉辉

序

实验教学是培养学生实践动手能力和创新能力的重要手段。重视实验教学环节、创新实验教学模式、优化实验教学内容、统筹规划和顶层设计实验课程的教学与管理,是大学强化实践育人环节、推动人才培养模式改革的重要组成部分,是现代高等教育经受社会满意度检验、大学毕业生接受技术人才市场考验的有力保障。

化学基础实验是理、工、农、医等化学化工及相关专业实验教学的重要内容。大学化学化工相关专业实验课程较多,一般院校均同时开设无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验、物理化学实验、生物化学实验及化学工程与工艺专业实验等课程,这些课程内容相互关联,知识点交叉重叠。而目前的化学化工基础实验类教材大多为单独编写,导致各实验课程教材内容重复,同一知识点多处讲授,甚至同一知识在不同课程教材里存在表述偏差等问题,容易使学生产生困扰,也使有限的学时得不到有效利用。因此,统筹编写一套组织结构合理、内容精炼、系统全面、学科针对性强、专业特色鲜明、易教易学的化学化工基础实验系列教材,将有助于化学化工及相近学科专业的人才培养。

海南大学是海南省唯一的一所“211工程”综合性大学,在理、工、农等学科领域具有丰富的化学化工实践教学经验。海南大学依托“海南省化学工程与技术省级重点学科”、“海南省化学化工实验教学示范中心”和“化学工程与工艺海南省特色优势专业”,凭借在化学化工领域五十余年的教学经验,组织数十名长期从事一线教学的教师,编写了本套化学化工基础实验系列教材,包括《无机化学实验》、《分析化学实验》、《有机化学实验》、《物理化学实验》、《生物化学实验》及《化学工程与工艺专业实验》。教材力求在内容选择及结构编排上呈现科学性、系统性、适用性、合理性和新颖性,兼备内容的深度与广度,循序渐进,帮助学生系统全面地掌握化学化工基础实验知识及操作技能。本系列教材适用面广,可作为普通高校各类化学化工类、生物类、农学类、海洋类、食品类、环境类专业本科生实验课教材。

本套教材由教育部高等学校化工类专业教学指导委员会委员、“海南省化学工程与技术省级重点学科”责任教授张玉苍组织编写,《无机化学实验》由尹学琼教授、《分

析化学实验》由罗盛旭教授、《有机化学实验》由朱文教授、《物理化学实验》由庞素娟教授、《生物化学实验》由罗先群副教授、《化学工程与工艺专业实验》由孙中亮副教授具体负责编写。

希望通过本套教材的出版与推广使用，能够促进化学化工实验教学环节的改革与创新，提高学生的动手能力与创新能力，为“卓越工程师教育培养计划”背景下的理工科创新型人才培养提供教学支持。

大学化学化工基础实验系列教材编委会

2015 年 5 月

前言

随着海南大学“211工程”建设的深入推进,以及现代化学学科研究的迅速发展,为了适应现阶段本科实验教学和人才培养的需要,我们编写了这本《有机化学实验》。本书可以作为化学、化工、制药、生物、食品、材料、高分子、环境、海洋、水产、农学、林学、园艺等专业的本科生实验教学用书。本书具有较宽的适用面,使用时不同专业可根据需要选择所侧重的内容。

本教材共分8章内容,包含了有机化学传统的实验基本操作和体现有机化学基础理论知识的大部分实验内容。总体按照从一般知识、基本操作训练到综合性技术和技能运用,由浅入深的架构顺序组织而成。

本教材在实验内容选定时借鉴了国内同类实验教材中的先进内容,部分内容源自编者们多年来的实验教学成果总结。与同类其他教材相比,本教材的特色在于:着力培养学生独立开展有机化学实验的能力,教材内容增加了重要操作技术的训练,天然产物提取分离和综合设计性实验等比重,对部分实验内容进行了适度的研究性拓展。在主要有机物的合成原理中增加了有机物的背景知识介绍。教材的这些特色处理,适应了目前高等实验课程教学发展的趋势,也大大增强了本教材的可读性、可授性和实践性。作为一本普通高等院校的有机化学实验教材,本书可以用于传统的教学方式,也适用于实验室开放的教学方式。

本书是海南省精品课程有机化学大学建设的教学成果,也是编者多年实验教研成果和教学经验的积累和总结,更是博采众长、团结协作的结果。本书的编写得到了化学工业出版社和本校同行的大力支持和帮助,得到海南省中西部高校提升综合实力工作资金项目的支持,在此一并致以衷心的感谢!

由于编者水平所限,书中难免存在不当之处,诚请使用本书的各院校同行和读者提出批评和建议,便于我们修改,使之更加完善。

编者

2015年4月

目 录

第 1 章 有机化学实验的基本知识	1
1.1 有机化学实验的目的	1
1.2 有机化学实验室规则	1
1.3 化学试剂与危险化学品	2
1.4 有机化学实验室常见事故的预防和处理	9
1.5 实验室的环境保护	15
1.6 有机化学实验预习、记录和实验报告	17
1.7 有机化学实验常用的玻璃仪器及常用反应装置	23
1.8 有机化学常用的设备	31
1.9 辞典手册与文献的查阅	35
第 2 章 有机化学实验基本操作技术	41
2.1 加热与冷却	41
2.2 搅拌与搅拌器	43
2.3 萃取	44
2.4 干燥	47
2.5 固体有机化合物的提纯方法	51
2.6 常压蒸馏	57
2.7 减压蒸馏	61
2.8 水蒸气蒸馏	65
2.9 简单分馏	67
2.10 色谱法	72
2.11 红外光谱	79
2.12 核磁共振	82
2.13 紫外吸收光谱	85
第 3 章 有机化学基础实验	87
实验 1 乙酰苯胺的重结晶	87

实验 2	熔点的测定	88
实验 3	常压蒸馏和沸点的测定	93
实验 4	折射率的测定	96
实验 5	比旋光度的测定	98
实验 6	草酸的萃取	101
实验 7	乙酰乙酸乙酯的减压蒸馏	102
实验 8	分馏	103
实验 9	氨基酸的纸色谱法	105
实验 10	薄层色谱法应用	107
实验 11	柱色谱分离碱性品红和酸性品红	109
实验 12	柱色谱分离阿咖酚散中有效成分	110
实验 13	核磁共振氢谱的测定	111
实验 14	有机化合物红外光谱测定	112

第 4 章 天然有机物的提取及分离 114

实验 15	水蒸气蒸馏法从烟叶中提取烟碱	114
实验 16	从黑胡椒中提取胡椒碱	116
实验 17	从果皮中提取果胶	117
实验 18	从茶叶中提取咖啡因	119
实验 19	叶绿素的提取方法及其光谱特性	121
实验 20	红辣椒中红色素的提取、分离及紫外光谱测定	122
实验 21	从头发中提取 L-胱氨酸	124
实验 22	从大蒜中提取大蒜素	125
实验 23	肉桂中肉桂醛的提取和鉴定	126

第 5 章 有机化合物的性质实验 129

实验 24	不饱和烃、卤代烃的性质	129
实验 25	醇和酚的性质	130
实验 26	醛和酮的性质	132
实验 27	羧酸及其衍生物的性质	133
实验 28	胺、酰胺和尿素的性质鉴定	134
实验 29	糖类化合物的性质	136

第 6 章 有机化合物的制备与合成实验 138

实验 30	1-溴丁烷的合成	138
实验 31	2-氯丁烷的合成	140
实验 32	对硝基苯甲酸的合成	141
实验 33	对甲苯磺酸的制备	142

实验 34	2-甲基-2-己醇的合成	144
实验 35	微波辐射促进苯甲酸的合成与其含量的测定	145
实验 36	苯乙酮的合成	147
实验 37	1-苯乙醇的合成	148
实验 38	季戊四醇的合成	150
实验 39	甲基叔丁基醚的合成	151
实验 40	肉桂酸的合成	152
实验 41	苯甲酸与苯甲醇的合成	154
实验 42	乙酸乙酯的合成	156
实验 43	乙酸正丁酯的合成	157
实验 44	乙酰乙酸乙酯的合成	158
实验 45	乙酰水杨酸(阿司匹林)的合成	160
实验 46	乙酰苯胺的合成	162
实验 47	N,N' -联苯基-1,2-二胺的合成	163
实验 48	安息香的辅酶合成	165
第 7 章	微量及半微量有机合成实验	167
实验 49	环己烯的合成	167
实验 50	环己酮的合成	168
实验 51	己内酰胺的合成	169
实验 52	苯乙醚的合成	170
实验 53	苯氧乙酸的合成	171
实验 54	对氯苯氧乙酸的合成	172
实验 55	甲基橙的合成	174
第 8 章	综合设计性实验	176
实验 56	醇、酚、醛、酮未知液的分析	176
实验 57	混合物(环己醇、苯酚、苯甲酸)的分离	177
实验 58	水杨酸甲酯(冬青油)的制备	178
实验 59	废饮料瓶为原料的微波辐射法制备对苯二甲酸	179
实验 60	消旋联苯酚的制备	180
实验 61	黄连中黄连素有效成分的提取分离及检验	181
实验 62	去痛片组分的分离	182
附录		184
附录 1	常用元素相对原子质量表	184
附录 2	常用有机溶剂在水中的溶解度	184
附录 3	关于有毒化学药品的知识	184

附录 4 常用法定计量单位 186

附录 5 常用有机溶剂的沸点及相对密度 187

附录 6 水蒸气压力表 188

附录 7 常用干燥剂的性能与应用范围 188

附录 8 常见二元共沸混合物 189

附录 9 常见三元共沸混合物 189

附录 10 实验室常用有机试剂的配制 189

参考文献 191

第 1 章

有机化学实验的基本知识

1.1 有机化学实验的目的

现代科学技术的发展化学科学发生了天翻地覆的变化，但是作为化学学科重要组成部分的有机化学科学，其发展与有机化合物的合成、分离提纯、鉴定等经典基础性实验研究仍然紧密相连。在高等教育中加强有机化学实验课程教学对于培养学生科学方法、科学思维、科学精神和创新意识有重要的作用。

有机化学实验教学的目的和任务：

(1) 结合基础操作、制备实验培养学生正规扎实的有机化学实验基本操作技能，学会正确使用常见的实验仪器。结合综合设计性实验内容，培养学生独立开展小量规模制备实验和性质实验、分离、鉴定、制备产品的能力。

(2) 实验中通过实验原理和方法的阐释，巩固和加深有机化学理论知识的理解和应用，培养学生理论联系实际、独立思考的能力。

(3) 培养良好的实验工作作风和由实验素材总结演绎系统理论的思维方法，实事求是和严谨的科学态度及科学的分析问题和解决问题的能力。

1.2 有机化学实验室规则

有机化学实验室是开展实验教学和科学研究的特殊场所，为了保证实验室的安全有效运转，培养良好的科学素质，所有进入实验室工作的人员都必须遵守有机化学实验室规则。

(1) 安全至上。不得将饮料、食品等物品带入实验室。不得穿拖鞋、短裤、背心等进实验室。进入实验室前，必须仔细阅读熟悉本书 1.4、1.5 节内容，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。熟悉灭火器、急救药箱的使用方法和摆放位置。意外事故发生应按照安全守则规程处理并立即报告老师。

(2) 认真预习。每次实验前都必须认真预习实验指导书及相关的参考资料，熟悉实验的目的、原理、步骤和注意事项，并写出规范的实验预习报告。未达到预习要求者，不得进行实验。实验操作前先检查实验用品是否齐全完好，装置是否正确稳妥。

(3) 规范操作。实验中必须遵从教师的安排指导, 严格按照实验指导书所规定的步骤、试剂的规格和用量规范操作实验。实验时要仔细观察, 积极思考, 及时、如实地记录观察到的现象并做出科学的解释。若要更改实验内容、药品用量, 以及重新开始实验必须征得教师同意后, 方可进行。

(4) 保持整洁。必须保持实验室内的所有仪器、药品摆放有序, 安全整洁。应在指定的地点规范使用仪器、器材或取用药品, 暂时不用的物品不要放在实验台面。任何固体物质不能投入水槽中。废纸和废屑应投入垃圾箱内。废弃药品应按规定存入指定位置或容器。实验室内必须保持安静, 实验人员未经批准不得擅自离开实验室。

(5) 懂得珍惜。注意节约实验室水、电、药品, 爱护各种仪器、器材。如损坏仪器要办理登记换领手续, 并按学校有关规定办理。不得将实验室任何物品携出室外他用。

(6) 做好值日。实验完毕, 必须清洗所用的器材并按规定摆放, 搞好实验台面、地面、水槽及周边的清洁卫生; 关闭水源、电源和门窗。得到指导教师允许后, 方可离开实验室。值日生应打扫实验室, 并按要求清理废物。

1.3 化学试剂与危险化学品

1.3.1 化学试剂

1. 化学试剂的纯度与分类

目前, 化学试剂已广泛应用于工业、农业、医疗卫生、生命科学与生物技术、环境保护、能源开发、国防军工等科研领域和国民经济发展的各个行业。一般认为“在科学实验中使用的化学药品”都可称为“化学试剂”。在我国通用的化学试剂一般分为 4 个纯度等级。市售化学试剂在瓶子的标签上用不同的符号和颜色标明它的纯度等级。以下是国内试剂的纯度及其适用范围。

(1) 优级纯试剂(一级试剂): 标签为绿色, 简称 G. R., 用于精密分析实验, 每一批产品都受到严格的质量控制以保证一致性的分析结果。

(2) 分析纯试剂(二级试剂): 标签为红色, 简称 A. R., 用于分析及测试实验。

(3) 化学纯试剂(三级试剂): 标签为蓝色, 简称 C. P., 用于化学合成实验。

(4) 实验试剂(四级试剂): 标签为黄色, 简称 L. R., 用于一般化学实验。

2. 常用的有机溶剂

溶剂按化学组成为有机溶剂和无机溶剂。

有机溶剂是在生产、实验室和生活中广泛应用的有机化合物。有机溶剂是能溶解一些不溶于水的物质的一类有机化合物。其特点是在常温常压下呈液态, 具有较大的挥发性, 在溶解过程中, 溶质与溶剂的性质均无改变。

有机溶剂包括多类物质, 如烷烃、烯烃、芳香烃、卤代烃、醇、酚、醚、醛、酮、酯、胺、杂环化物、含氮化合物及含硫化合物等。多数对人体有一定毒性, 常用于实验室及涂料、黏合剂、油漆和清洁剂等工业品中。表 1-1 列出了常用有机溶剂的一些物理性质, 供参考。

3. 化学试剂的纯化

在化学实验中, 经常会遇到所用的化学试剂纯度不够, 或购买不到所需纯度的化学试

剂，这就需要自己在实验室对现有的化学试剂进行纯化，以便得到所需纯度的化学试剂。实验室中常用的纯化化学试剂的方法有：蒸馏和精馏、重结晶、萃取和色谱分离等。需根据试剂中所含的杂质和实验所需试剂的纯度等综合考虑纯化方法。

表 1-1 常用有机溶剂的物理性质

溶 剂	相对分子 质量	密度 /(g/mL)	沸点 /℃	毒性	能溶解的物质
戊烷	72	0.63	36.1	低毒	与乙醇、乙醚等多数有机物混溶
己烷	88	0.68	68.7	低毒	部分溶于甲醇，与比乙醇高的醇、醚、丙酮、氯仿混溶
环己烷	84	0.78	80.7	低毒	不溶于水，溶于乙醇、乙醚、苯
石油醚		0.64~0.66	30~90	低毒	不溶于水，溶于无水乙醇、苯、氯仿、油类等
苯	78	0.88	80.1	中等毒性	难溶于水，与甘油、乙二醇、乙醇、氯仿、乙醚、四氯化碳、二硫化碳、丙酮、甲苯、二甲苯、冰醋酸、脂肪烃等大多有机物混溶
甲苯	92	0.87	110.6	低毒 有麻醉性	不溶于水，与甲醇、乙醇、氯仿、丙酮、乙醚、冰醋酸、苯等有机物混溶
氯仿	119	1.50	61.2	中等毒性 强麻醉性	与乙醇、乙醚、石油醚、卤代烃、四氯化碳、二硫化碳等混溶
四氯化碳	154	1.60	76.8	中等毒性	与醇、醚、石油醚、石油脑、冰醋酸、二硫化碳、氯代烃混溶
氯苯	113	1.10	131.7	中等毒性	与醇、醚、脂肪烃、芳香烃和有机氯化物等多种有机物混溶
甲醇	32	0.79	64.5	中等毒性 有麻醉性	与水、乙醚、醇、酯、卤代烃、苯、酮等混溶
乙醇	46	0.79	78.3	微毒 有麻醉性	与水、乙醚、氯仿、酯、烃类衍生物等有机物混溶
乙二醇	62	1.11	197.9	低毒	与水、乙醇、丙酮、乙酸、甘油、吡啶混溶
苯酚	94	1.06	181.2	高毒	溶于乙醇、乙醚、乙酸、甘油、氯仿、二硫化碳、苯
乙醚	74	0.71	34.6	有麻醉性	微溶于水，易溶于盐酸，与醇、醚、石油醚、苯、氯仿等多数有机物混溶
四氢呋喃	72	0.89	67.0	低毒	与水混溶，很好地溶解乙醇、乙醚、脂肪烃、芳香烃、卤代烃
环氧乙烷	44	0.88	13.5	低毒	溶于水、乙醇、乙醚
乙醛	44	0.82	20.8	低毒	能与水、乙醇、乙醚、苯等混溶
丙酮	58	0.79	56.1	低毒	与水、醇、醚、烃混溶
环己酮	100	0.96	155.7	低毒 有麻醉性	与甲醇、乙醇、苯、丙酮、己烷、乙醚、硝基苯、石油脑、二甲苯、乙二醇、乙酸异戊酯、二乙胺及其他多种有机物混溶
乙酸	60	1.37	118.1	低毒	与水、乙醇、乙醚、四氯化碳混溶
乙酸乙酯	88	0.90	77.1	低毒 有麻醉性	溶于醇、醚、氯仿、丙酮、苯等大多数有机物
甲酰胺	45	0.13	109.0	低毒	溶于水、醇、吡啶、氯仿、甘油、热苯、丁酮、丁醇、苯醇，微溶于乙醚
硝基苯	123	1.20	210.9	剧毒	几乎不溶于水，与醇、醚、苯等有机物混溶
乙腈	41	0.79	81.6	中等毒性	与水、甲醇、乙酸甲酯、乙酸乙酯、丙酮、醚、氯仿、四氯化碳、氯乙烯及各种不饱和烃混溶
吡啶	79	0.98	115.3	低毒	与水、醇、醚、石油醚、苯、油类混溶
喹啉	129	1.09	237.1	中等毒性	溶于热水、稀酸、乙醇、乙醚、丙酮、苯、氯仿、二硫化碳
二硫化碳	76	1.30	46.2	低毒 有麻醉性	微溶于水，与多种有机溶剂混溶

下面介绍实验室部分常用试剂的纯化方法。

1) 石油醚的纯化

石油醚为轻质石油产品，是相对分子质量较低的烷烃类混合物。其沸程为 30~150℃，收集的温度区间一般为 30℃ 左右。有 30~60℃、60~90℃、90~120℃ 等沸程规格的石油醚。其中含有少量不饱和烃，沸点与烷烃相近，用蒸馏法无法分离。石油醚的精制通常将石油醚用等体积的浓硫酸洗涤 2~3 次，再用 10% 硫酸加入高锰酸钾配成的饱和溶液洗涤，直至水层中的紫色不再消失为止。然后再用水洗，经无水氯化钙干燥后蒸馏。若需绝对干燥的石油醚，用压钠机将 1g 金属钠直接压成钠丝放于盛石油醚的瓶中，用带有氯化钙干燥管的软木塞塞住，或在木塞中插一末端拉成毛细管的玻璃管，这样，既可防止潮气侵入，又可使产生的气体逸出，放置至无气泡发生即可使用。

2) 苯的纯化

试剂苯含有少量的水、噻吩、羟基化合物和不饱和化合物等杂质。噻吩的沸点为 84℃，在苯的蒸馏以及用冻结法结晶时均不能将其除去。用下述方法检查噻吩的存在：取 3mL 苯，加入靛红的浓硫酸溶液 10mL（溶有 10mg 靛红），共同振荡几分钟后，酸层出现蓝绿色则证明噻吩的存在。除去噻吩的最简单方法是与浓硫酸一起摇荡，因为噻吩容易被磺化生成噻吩磺酸而溶于硫酸中。在分液漏斗中，加入 600mL 苯和 90mL 浓硫酸，摇动数分钟并静置，分层后弃去下部的酸，同法重复操作 2~3 次后用水洗两次，再用 50~60mL 碳酸钠溶液（10%）洗涤两次，水洗两次，加入氯化钙干燥数小时，过滤并在水浴上进行蒸馏，收集沸点为 80~81℃ 的中段馏出液，保存于带磨口塞的试剂瓶中。

3) 氯仿的纯化

氯仿在日光下易氧化成氯气、氯化氢和剧毒的光气，故氯仿应贮于棕色瓶中。市场上供应的氯仿多用 1% 乙醇做稳定剂，以消除产生的光气。氯仿中乙醇的检验可用碘仿反应，游离氯化氢的检验可用硝酸银的醇溶液。

除去乙醇可将氯仿用其二分之一体积的水振摇数次分离下层的氯仿，用氯化钙干燥 24h，然后蒸馏。另一种纯化方法是将氯仿与少量浓硫酸一起振荡两三次。每 200mL 氯仿用 10mL 浓硫酸，分去酸层以后的氯仿用水洗涤，干燥，然后蒸馏。除去乙醇后的无水氯仿应保存在棕色瓶中并避光存放，以免光化作用产生光气。

4) 四氯化碳的纯化

四氯化碳沸点 76.8℃，相对密度 $d=1.595$ 。不溶于水，但溶于有机溶剂。不易燃，能溶解油脂类物质，吸入或皮肤接触都可导致中毒。纯化时，先将 6g 氢氧化钠溶解于 6mL 蒸馏水和 10mL 乙醇，配制成溶液后再加入 100mL 四氯化碳，在 50~60℃ 振摇 30min，然后水洗，再重复操作一次（氢氧化钠的量减半）。四氯化碳中残余的乙醇可以用氯化钙除掉。最后用氯化钙干燥，过滤，蒸馏收集 76.7℃ 的馏分。四氯化碳不能用金属钠干燥，否则会有爆炸危险。

5) 甲醇的纯化

普通未精制的甲醇含有 0.02% 丙酮和 0.1% 水。而工业甲醇中这些杂质的含量达 0.5%~1%。为了制得纯度达 99.9% 以上的甲醇，可将甲醇用分馏柱分馏。收集 64℃ 的馏分，再用镁去水。甲醇有毒，处理时应防止吸入其蒸气。

6) 乙醇的纯化

制备无水乙醇的方法很多，根据对无水乙醇质量的要求不同而选择不同的方法。

若要求 98%~99% 的乙醇,可采用下列方法:①利用苯、水和乙醇形成低共沸混合物的性质,将苯加入乙醇中,进行分馏,在 64.9℃ 时蒸出苯、水、乙醇的三元恒沸混合物,多余的苯在 68.3℃ 与乙醇形成二元恒沸混合物被蒸出,最后蒸出乙醇。工业多采用此法。②用生石灰脱水。于 100mL 95% 乙醇中加入新鲜的块状生石灰 20g,回流 3~5h,然后进行蒸馏。

若要 99% 以上的乙醇,可采用下列方法:①在 100mL 99% 乙醇中,加入 7g 金属钠,待反应完毕,再加入 27.5g 邻苯二甲酸二乙酯或 25g 草酸二乙酯,回流 2~3h,然后进行蒸馏。金属钠虽能与乙醇中的水作用,产生氢气和氢氧化钠,但所生成的氢氧化钠又与乙醇发生平衡反应,因此单独使用金属钠不能完全除去乙醇中的水,须加入过量的高沸点酯。如邻苯二甲酸二乙酯与生成的氢氧化钠作用,抑制上述反应,从而达到进一步脱水的目的。②在 60mL 99% 乙醇中,加入 5g 镁和 0.5g 碘,待镁溶解生成醇镁后,再加入 900mL 99% 乙醇,回流 5h 后,蒸馏,可得到 99.9% 乙醇。由于乙醇具有非常强的吸湿性,所以在操作时,动作要迅速,尽量减少转移次数以防止空气中的水分进入,同时所用仪器必须事前干燥好。

7) 乙醚的纯化

普通乙醚常含有 2% 乙醇和 0.5% 水。久藏的乙醚常含有少量过氧化物。

过氧化物的检验和除去:在干净和试管中放入 2~3 滴浓硫酸,1mL 2% 碘化钾溶液(若碘化钾溶液已被空气氧化,可用稀亚硫酸钠溶液滴到黄色消失)和 1~2 滴淀粉溶液,混合均匀后加入乙醚,出现蓝色即表示有过氧化物存在。除去过氧化物可用新配制的硫酸亚铁稀溶液(配制方法是 60g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 100mL 水和 6mL 浓硫酸)。将 100mL 乙醚和 10mL 新配制的硫酸亚铁溶液放在分液漏斗中洗数次,至无过氧化物为止。

醇和水的检验和除去:乙醚中放入少许高锰酸钾粉末和一粒氢氧化钠。放置后,氢氧化钠表面附有棕色树脂,即证明有醇存在。水的存在用无水硫酸铜检验。先用无水氯化钙除去大部分水,再经金属钠干燥。其方法是:将 100mL 乙醚放在干燥锥形瓶中,加入 20~25g 无水氯化钙,瓶口用软木塞塞紧,放置一天以上,并间断摇动,然后蒸馏,收集 33~37℃ 的馏分。用压钠机将 1g 金属钠直接压成钠丝放于盛乙醚的瓶中,用带有氯化钙干燥管的软木塞塞住。或在木塞中插一末端拉成毛细管的玻璃管,这样,既可防止潮气侵入,又可使产生的气体逸出。放置至无气泡发生即可使用;放置后,若钠丝表面已变黄变粗时,须再蒸一次,然后再压入钠丝。

8) 四氢呋喃的纯化

四氢呋喃与水能混溶,并常含有少量水分及过氧化物。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,将剩余少量残液即倒出。精制后的液体加入钠丝并应在氮气中保存。处理四氢呋喃时,应先用小量进行试验,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。四氢呋喃中的过氧化物可用酸化的碘化钾溶液来检验。如过氧化物较多,应另行处理为宜。

9) 甲醛的纯化

商品福尔马林是含 37%~40% 甲醛的水溶液(每毫升含甲醛 0.37~0.40g),加入 12% 的甲醇作稳定剂。当需要干燥的气态甲醛时,可通过 180~200℃ 多聚甲醛的解聚得到。