

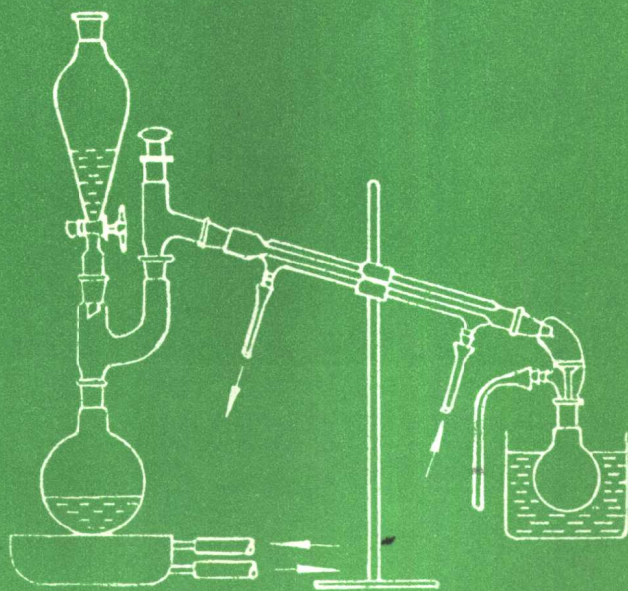
[美] 斯坦莱·华松尼克 等著

# 有机化学实验指导

(半常量级实验)

肖畴阡 吴西濂 邹永炘 译

骆汝聪 校订



广西人民出版社

# 有机化学实验指导

(半常量级实验)

斯坦莱·华松尼克

[美] 罗伯特依·巴克尔斯 著

佐治埃契·柯尔门

肖畴阡 吴西濂 邹永所 译  
骆汝聪 校订

广西人民出版社

**有机化学实验指导**

(半常量级实验)

〔美〕斯坦莱·华松尼克 等著  
肖畴旸 吴西濂 邹永炘 译  
骆汝聪 校订

广西人民出版社出版

(南宁市河堤路14号)

广西新华书店发行·桂林市印刷厂印刷

\*

开本 787 × 1092 1/32 13.75 印张 333 千字

1987年3月第1版 1987年3月第1次印刷

印 数 1—5200 册

书号: 7113·761 定价: 2.35元

ISBN 7 - 219 - 00127 - 4

0.1

# 译 者 序

本书译自美国爱荷华大学斯坦莱·华松尼克 (Stanley wawzonek) 教授、罗伯特依·巴克尔斯 (Robert E. Buckles) 教授和佐治埃契·柯尔门 (George H. Coleman) 教授合著的《有机化学实验指导》。该书初版于 1932 年, 尔后多次重印和修订再版。我们译出的是 1984 年仍在使用的第三版版本。

本书不附属于任何特定的教科书。全书共列有 55 个实验, 按其安排需要 75 段实验。本书的适用范围广泛, 理工、师范、农、林、牧、医药、卫生及其他系科的《有机化学》课程, 不论学时多少, 都可以从中选到合适的内容。书中每一个实验都安排有基础理论的讨论, 起到强调实验与课堂讲授密切联系的作用。尤其是书中的理论部分加强了反应机理, 可补课堂讲授之不足。本书并可作为中学教师和其他从事化学科技工作者的参考资料。

在确定具体内容方面, 著者又充分注意到各项内容所选择的实例具有典型性。每项实验都按期望每个学生能在指定的时间里完成实验并写好实验报告的要求来计划的。同时, 实验中所使用试剂的量和设备都注意了少而小的节约原则。

本书在 55 个基本内容之间, 穿插介绍了质谱法、红外光谱、核磁共振谱和紫外及可见光谱等较现代化的测试手段。这对国内一时还未配备这“四大件”的许多高等院校来说, 无疑可在一定程度上有所补偿。

总之, 本书之所以在美国多次重版印刷, 具有很强的生命力, 颇受师生欢迎, 是因为本书内容丰富、适应范围广而又很具特色的有机化学实验指导书。它对各类院校开设的《有机化学》均有参考价值和实用价值。它是一本较好的实验课教材。

本书的翻译工作曾得到广西化学化工学会副理事长、高级工程师王增益的热情帮助和支持, 骆希平、文元生同志为本书绘制了插图, 在此一并表示衷心感谢。

译本在尊重原文的基础上, 酌情作了微小删改。鉴于水平所限, 谬误之处在所难免, 尚祈同行、专家及广大读者不吝赐教为幸。

译 者

1985.12

# 序 言

本指导书中的实验是为初学有机化学的学生设计的。其目的在于授以有机化学的技能，制备熟知的各类化合物中某些成员以及学习其性质。指导书中每一个实验都安排有基础理论的讨论，这样的讨论对于各个班级，不论有无实验参考书都是恰当的。预期这些讨论能起到强调实验室工作与讲课材料相互联系的作用。在理论部分加强了反应机理，因为在课堂上常常没有足够的时间对这类内容进行充分的论述。本指导书不附属于任何特定的教科书。

所详述的每个实验使用的仪器及图包括：指导书所涉及的许多化合物在柏琴—埃尔默红外分光计记录的红外光谱；在华利昂60兆周核磁共振波谱计记录的核磁共振谱。（低年级实验室常用的仪器）实验书中所附列的问题和练习，目的是使学生能尽可能独立地进行实验。问题中有意不给出数值，由指导教师预期提供。

每个实验都按期望一个学生在指定的时间里完成实验室工作并写好报告的要求来合理计划的。对较大的班级，最好是要求学生在实验室完成实验报告并于实验结束时交给指导教师。

本指导书是为正常的两学期或三学期每周有两次实验的课程而设计的。一学期的课程也可使用。对于后者实验内容具有更大的选择性。指导教师可根据学生的水平和学时的多少改动实验的安排。

实验中所用试剂的量和设备都很少。仪器是标准化的。除支架外都可贮存在9×15×25英寸的抽屉内。使用的最大烧瓶是250毫升的依氏烧瓶。使用这些比常规仪器为小的仪器，优点在于：储存空间较小，用药量较少，完成实验所需的时间较少，尤其是当可能出现起火时，危险性也小得多。

这些实验试图从各个方面尽可能采用普遍感兴趣的化合物来说明著名的反应。例如，用正丙基苯与异丙基苯的制备来说明弗瑞得尔—克拉夫茨反应；用2,4-D的制备说明威廉逊合成和氯代反应；用涤纶的形成说明酯基转移作用，以及用双（对-氨基苯）砒的合成说明砒的制备。其它实验则强调概念（阳碳离子、阴碳离子、自由基、自动氧化、插烯作用等），以及包含化合物、格林那试剂、淀粉分级等方面的新发展。有一定数量的实验应用了未知物，以利于提高学生的兴趣。对相当数量功能基的定量和定性的描述以及分离混合物的技术（化学的、色谱的）也都有所加强。确定结构的方法例如红外、紫外、核磁共振和质谱法也都作了阐述。最后还列有一个确定未知化合物结构的实验，综合应用各种所用过的技术，并显示出它们在有机化学领域未来的工作中的相互关系。

为了使分散药剂的工作更容易些，已避免使用乙醇。经发现，作为溶剂异丙醇是一种优



良的乙醇代用品。书末所列的药剂量是每个实验10个学生所需的量，表中未列入应在实验桌上经常供应如第2页（工作方法6）所示的八种试剂。

为了强调在实验室里的安全操作，在每一实验内容部分的后面都列有安全措施。一些实验改以二氯甲烷代替乙醚作为萃取的溶剂，已减少了危险性。乙醚的使用只限于实验二十一（乙酸异戊酯的皂化；脂类，油类和肥皂）和实验三十九（三苯基甲醇）。

加有一段计算得率、总产量和摩尔分数的讨论，以帮助学生解答这类问题。

作者从盖脱曼、威兰、亚丹斯、约翰逊、费雪、斯令訥、福生、库丁、劳维、巴特维等人的实验指导书及其他有机化学和实验方法的书获益不少，谨此致以谢忱。

作者感谢J·B·库伯逊、J·A·培克、哈罗特索鲁斯、拉尔夫L·斯令訥以及已故的L·查理士·雷伏特诸博士所给予的有益的建议和帮助，感谢维顿科学中心允许使用他们维特罗基指导书的图集，我们所用的仪器图有些就是从中得来的。

斯坦莱 · 华松尼克  
罗伯特依 · 巴克尔斯  
佐治埃契 · 柯尔门

# 目 录

|                                    |        |
|------------------------------------|--------|
| 序 言                                | ( 1 )  |
| 万一发生事故                             | ( 1 )  |
| 对指导教师的建议                           | ( 1 )  |
| 学生须知                               | ( 2 )  |
| 有机化学中的化学计算                         | ( 3 )  |
| 每个学生的仪器设备                          | ( 6 )  |
| 实验一、结晶法提纯                          | ( 8 )  |
| 实验二、熔点和分子量的测定                      | ( 11 ) |
| 质谱法                                | ( 15 ) |
| 实验三、蒸馏和沸点的测定                       | ( 17 ) |
| 实验四、分馏和气—液色谱法                      | ( 22 ) |
| 实验五、水蒸气蒸馏                          | ( 26 ) |
| 实验六、萃取分离                           | ( 29 ) |
| 实验七、层析法                            | ( 33 ) |
| 实验八、元素定性分析 ( 两段实验 )                | ( 36 ) |
| 实验九、烃类: 甲烷、乙炔、乙烯 ( 两段实验 )          | ( 40 ) |
| 实验十、溴苯和对-二溴苯 ( 1, 4-二溴苯 ) ( 两段实验 ) | ( 45 ) |
| 红外光谱                               | ( 47 ) |
| 实验十一、环己烯                           | ( 49 ) |
| 核磁共振谱                              | ( 50 ) |
| 实验十二、正-溴丙烷 ( 1-溴代丙烷 )              | ( 53 ) |
| 实验十三、叔-氯丁烷 ( 2-氯-2-甲基丙烷 )          | ( 57 ) |
| 实验十四、环己醇; 醇的性质                     | ( 59 ) |
| 实验十五、2, 4-二氯苯氧基乙酸 ( 两段实验 )         | ( 62 ) |
| 实验十六、乙醛                            | ( 65 ) |
| 实验十七、羰基化合物                         | ( 68 ) |
| 实验十八、酸                             | ( 71 ) |
| 实验十九、苯甲酸                           | ( 74 ) |
| 实验二十、乙酸异戊酯 ( 3-甲基-1-乙酰氧基丁烷 )       | ( 77 ) |
| 实验二十一、乙酸异戊酯的皂化; 脂类, 油类和肥皂          | ( 79 ) |
| 实验二十二、乙酰氯                          | ( 82 ) |
| 实验二十三、乙酰胺                          | ( 84 ) |
| 实验二十四、硝基苯                          | ( 87 ) |
| 实验二十五、苯胺 ( 两段实验 )                  | ( 90 ) |

|                                       |         |
|---------------------------------------|---------|
| 实验二十六、胺的性质                            | ( 93 )  |
| 实验二十七、乙酰苯胺 ( 两段实验 )                   | ( 96 )  |
| 实验二十八、对-溴乙酰苯胺                         | ( 98 )  |
| 实验二十九、对氨基苯磺酰胺 ( 两段实验 )                | ( 100 ) |
| 实验三十、重氮化合物                            | ( 103 ) |
| 实验三十一、邻-氯甲苯 ( 2-氯甲苯 ) ( 两段实验 )        | ( 106 ) |
| 实验三十二、邻-氯苯甲酸                          | ( 108 ) |
| 实验三十三、苯磺酸钠                            | ( 110 ) |
| 实验三十四、酚                               | ( 112 ) |
| 实验三十五、阿司匹林 ( 乙酰水杨酸 )                  | ( 115 ) |
| 实验三十六、碳水化合物                           | ( 117 ) |
| 实验三十七、脲                               | ( 122 ) |
| 实验三十八、蛋白质的性质                          | ( 125 ) |
| 实验三十九、三苯基甲醇 ( 两段实验 )                  | ( 128 ) |
| 实验四十、邻苯二甲酸酐的性质 ( 两段实验 )               | ( 133 ) |
| 电子 ( 紫外和可见 ) 光谱                       | ( 136 ) |
| 实验四十一、羟醛缩合 ( 两段实验 )                   | ( 137 ) |
| 实验四十二、安息香缩合                           | ( 140 ) |
| 实验四十三、异丙苯—( 正 ) 丙苯                    | ( 142 ) |
| 实验四十四、康尼查罗反应: 分离中的一个问题                | ( 144 ) |
| 实验四十五、香豆素 ( 六段实验 )                    | ( 147 ) |
| 实验四十六、1,1,1-三氯-2,2-双(对-氯苯基)乙烷 ( DDT ) | ( 150 ) |
| 实验四十七、醌 ( 对苯醌 )                       | ( 152 ) |
| 实验四十八、喹啉 ( 氮杂萘 ) ( 两段实验 )             | ( 154 ) |
| 实验四十九、聚合作用                            | ( 156 ) |
| 实验五十、涤纶 ( 聚酯纤维 )—聚酯树脂—聚酯              | ( 159 ) |
| 实验五十一、双 ( 对-硝基苯 ) 硫醚 ( 两段实验 )         | ( 161 ) |
| 实验五十二、双 ( 对-氨基苯 ) 砷 ( DDS )           | ( 164 ) |
| 实验五十三、碘氯化苯乙烯: 一种结构的证明 ( 三段实验 )        | ( 166 ) |
| 实验五十四、金属螯合物                           | ( 171 ) |
| 实验五十五、未知物有机定性分析                       | ( 174 ) |
| 波 谱                                   | ( 175 ) |
| 红外光谱                                  | ( 175 ) |
| 核磁共振谱                                 | ( 191 ) |
| 紫外光谱                                  | ( 195 ) |
| 每一实验所需的材料及试剂                          | ( 196 ) |
| 特殊试剂                                  | ( 210 ) |
| 原子量表                                  | ( 211 ) |



## 万一发生事故

应该尽快报警或报告指导教师。

衣服着火：用厚毯或湿工作服将人或着火部位裹起来把火灭掉，必要时可进行淋浴。

试剂着火：关掉附近的气体喷灯。烧瓶或烧杯中的物质着火，一般可用石棉板、石棉铁丝网或湿毛巾等覆盖瓶口而将其熄灭。遇大火应该使用灭火器。灭火器应常备在实验室内。

灼伤：不能用水处理。轻伤可用对氨基苯甲酸苦味酸酯油膏。如果灼伤严重应使用小苏打软膏并求医。

酸沾着皮肤：立即用大量水冲洗，然后用稀的碳酸氢钠溶液洗涤。必要时再敷上油膏。

碱沾着皮肤：立即用大量水冲洗，然后用1%醋酸溶液洗涤，最后用水冲洗。必要时再敷上油膏。

溴沾着皮肤：用大量甘油在皮肤上擦拭以除去之，拭去多余的甘油后敷上油膏。

试剂进入眼睛：立该用大量水冲洗。遇碱则使用眼杯用饱和硼酸溶液冲洗，遇酸则随用稀的碳酸氢钠溶液冲洗。经过这些处理后，向眼内滴加少许橄榄油或蓖麻油。

割伤：消毒伤口后加以包扎。

伤势较重者应尽快送医院救治。

所有在实验室工作的人员都应戴上安全眼镜。

## 对指导教师的建议

1. 要求指导教师必须在实验进行前对实验的原理及要点进行讨论。

2. 实验操作紧紧地安排在讲授内容之后。

3. 学期的实验课程可以采用以下序列：1, 2, 3, 6, 12或13, 16, 20, 21, 23, 24, 35, 36, 38。另一序列为：1, 2, 3, 4, 12或13, 15, 16, 20, 24, 25, 29, 30, 49。

4. 在一期讲授之后另一学期才进行实验，可采用以下序列：1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 13, 14, 15, 17, 19, 21, 23, 24, 43, 26, 30, 55, 36, 39, 41, 54。

5. 好些化合物都包括有红外波谱和核磁共振谱。如果这些仪器都足可使用，学生可以用他们自己的化合物描谱，并与指导书中的图谱对比。

6. 在实验4、14和41中用到气相色谱，如果时间允许，这种技术也可用以检查在本书中所制备的其他液体的均匀性。

7. 实验的分数评级方法由指导教师决定。

8. 如果容易得到加热罩或电热浴，应以其代替易燃液体的喷灯。使用这些设备时乙醚仍有着火的可能，应督促学生务须当心。

9. 如果标准塞仪器不易得到，可用传统的玻璃仪器代替。

## 学 生 须 知

### 工 作 方 法

- 1) 进入实验室之前, 应先阅读好指定的实验内容。
- 2) 独立工作, 不作不必要的谈话。
- 3) 按照所列的清单排列好药品。用纸片或在适宜的容器里称量药品。并将药瓶放回到所编排的地方。如在天平上或天平附近溅有污物, 本人应立即清理。
- 4) 废纸、碎玻璃或其它废物应投入废物箱内, 不得投至水槽或水池。当向水槽或水池倾侧废酸时, 应随即用水冲洗。
- 5) 纯产品应倒入样品瓶中交给指导教师。
- 6) 每次实验末了, 应将所有仪器放回实验柜。用湿毛巾擦净桌面。把八种药品按次序排好在你桌面的架子上。这八种药品是:  
浓硫酸 (36 N)      浓硝酸 (15.7 N)  
稀硫酸 (6 N)      稀硝酸 (6 N)  
浓盐酸 (12 N)      氨 水 (6 N)  
稀盐酸 (6 N)      氢氧化钠 (6 N)
- 7) 如在下课前已完成实验, 应将记录送交实验指导教师, 取得允许后方可离开。

### 记 录 须 知

- 1) 所有课堂提问或在实验指导书中提到的问题必须在指定的位置作好回答。所有化学反应都必须列出反应方程式。所有化合物应写出名称, 问题中的数据将由实验教师提供。
- 2) 如果涉及某化合物的制备, 应包括如下的内容:
  - (a) 写出制备所涉及的反应方程式;
  - (b) 根据反应方程式及所用试剂的量, 计算预期产品的理论产量的克数;
  - (c) 写出任何重要的限制产量的副反应的方程式;
  - (d) 记录每一反应所观察到的现象, 简要作出解释;
  - (e) 记录所得产品的重量, 并计算产率;
  - (f) 记录所得产品的熔点或沸点。
- 3) 写出所用到的任何检验反应的方程式及其结果。
- 4) 用准确的句子整洁地书写记录。尽可能保持你的指导书不被水和试剂所沾污。

## 第一次实验课

1) 找到指定的实验座位并按指导书核对你的仪器。

2) 制作两支6~8英寸长的玻棒, 烧圆两端。(如要做传统的玻璃工实验, 教师应作口头指导并示范关于木塞或胶塞打孔、弯曲玻管、把玻管插入木塞或胶塞等操作。把玻管插入木塞或胶塞时, 可用甘油等作润滑剂)。

## 有机化学中的化学计算

有机化学中用到的最重要的化学计算之一是确定一定量化合物的摩尔数, 然而由摩尔数换算为重量或容量也同样重要。由于1摩尔任何化合物含有该物质的 $6.02 \times 10^{23}$ 个分子(阿佛加德罗数), 反应方程式中化合物的量可以用摩尔数代替分子数。

解有机化学中重要类型问题的各种不同方法见下面各例。这些问题的答案数值准确到三位有效数已经够了, 使用10英寸的计算尺能满足这种准确度。

【问题1】用下列化合物各50.0毫升, 制得一种溶液。苯(比重0.879)、苯甲醛(比重1.050)和硝基苯(比重1.199)。计算在此混合物中每种组分的摩尔百分数。

【解】先将每种液体化合物的容量换算成重量(克), 再换算成摩尔数:

苯( $C_6H_6$ )

$$50.0 \times 0.879 = 44.0 \text{ (克)}$$

$$\frac{44.0}{78.1} = 0.563 \text{ (摩尔)}$$

苯甲醛( $C_6H_5CHO$ )

$$50.0 \times 1.050 = 52.5 \text{ (克)}$$

$$\frac{52.5}{106.1} = 0.495 \text{ (摩尔)}$$

硝基苯( $C_6H_5NO_2$ )

$$50.0 \times 1.199 = 60.0 \text{ (克)}$$

$$\frac{60.0}{123.1} = 0.487 \text{ (摩尔)}$$

总摩尔数为:  $0.563 + 0.495 + 0.487 = 1.545$  (摩尔)

摩尔百分数是取每种化合物的摩尔数除以总摩尔数再乘100而得。计算所得摩尔百分数为:

$$\text{苯 } 36.4 \left( \frac{0.563}{1.545} \times 100 = 36.4\% \right)$$

$$\text{苯甲醛 } 32.0 \left( \frac{0.495}{1.545} \times 100 = 32.0\% \right)$$

$$\text{硝基苯 } 31.5 \left( \frac{0.487}{1.545} \times 100 = 31.5\% \right)$$

〔问题 2〕 要使 750 克溶液中含有 20% 摩尔二氧杂环己烷和 80% 摩尔水，每种组分应取多少克？

〔解〕 1 摩此混合物应含有：

$$0.20 \times 88.1 = 17.60 \text{ (克) 二氧杂环己烷 (C}_4\text{H}_8\text{O}_2\text{)}$$

$$0.80 \times 18.0 = 14.40 \text{ (克) 水 (H}_2\text{O)}$$

其总重量为：17.60 + 14.40 = 32.0 (克)

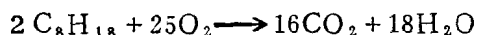
据此可求出在 750 克溶液中所需每一组分的重量：

$$750 \times \frac{17.6}{32.0} = 412.5 \text{ (克) 二氧杂环己烷}$$

$$750 \times \frac{14.4}{32.0} = 337.5 \text{ (克) 水}$$

〔问题 3〕 使 0.213 克辛烷 (C<sub>8</sub>H<sub>18</sub>) 完全燃烧所需的氧气，在 250℃ 和 745mm 情况下应为多少体积？

〔解〕 反应方程式为：



依此反应式，每 2 摩尔辛烷与 25 摩尔氧相作用，

$$\frac{0.213}{114} = 1.87 \times 10^{-3} \text{ (摩尔) 辛烷}$$

$$1.87 \times 10^{-3} \times \frac{25}{2} = 2.34 \times 10^{-2} \text{ (摩尔) 氧}$$

$22.4 \times 10^3 \times 2.34 \times 10^{-2} = 523$  毫升氧在 0℃ 及 760mm 情况下，温度自 0℃ 升至 25℃ 体积

随之增大，因此，校正系数大于 1 ( $\frac{298}{273}$ )，减压也导致体积增大，校正系数也大于 1

( $\frac{760}{745}$ ) 在 25℃ 和 745mm 情况下，使 0.213 克辛烷完全燃烧所需：

$$523 \times \frac{298}{273} \times \frac{760}{745} = 582 \text{ (毫升) 氧}$$

〔问题 4〕 100 克癸酸与 100 克乙醇作用生成 100 克癸酸乙酯，计算产量百分率。

〔解〕 反应方程式为：



实用的癸酸为  $\frac{100}{172} = 0.581$  (摩尔)

乙醇为  $\frac{100}{46} = 2.17$  (摩尔)

对照反应式可知乙醇为过量的，而癸酸则为限制试剂。

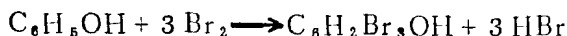
癸酸乙酯的理论产量为： $0.581 \times 200 = 116$  (克)

癸酸乙酯的产量百分率为：

$$\frac{100}{116} \times 100 = 86.2$$

〔问题 5〕 制备 65 克 2, 4, 6-三溴苯酚，如果产率为 73%，所需要酚的最小重量和溴的最小容积（比重 3.12）是多少？

〔解〕 反应方程式为：



实际产量为： $\frac{65}{331} = 0.196$  (摩尔)

所用的反应物最小用量取决于实际产量必须是理论产量的 73% (0.73)

理论产量为： $\frac{0.196}{0.73} = 0.268$  (摩尔)

$$0.268 \times 94 = 25.2 \text{ (克) 酚}$$

$$3 \times 0.268 \times 160 = 129 \text{ (克) 溴}$$

$$\frac{129}{3.12} = 41.3 \text{ (毫升) 溴}$$

〔问题 6〕 由 65 千克乙醛与过量的氧在钴铜催化剂存在下的氧化反应得出乙酸、乙酐和水的混合物。这些产品在低压下迅速蒸馏，大部分乙酐可不水解。然后使乙酐与过量苯在三氯化铝存在下相作用，得 47 千克苯乙酐。计算整个反应苯乙酐的产量百分率。

〔解〕 生成乙酐的反应是



按如下步骤计算整个反应的总产量，可不必要知道所得到的中间产物的量，从 2 摩尔乙醛最终可生成 1 摩尔苯乙酐。

$$\frac{65 \times 10^3}{44} = 1.48 \times 10^3 \text{ (摩尔) 乙醛}$$

苯乙酐总的理论产量为：

$$\frac{1.48 \times 10^3}{2} \times 120 \times 10^{-3} = 89 \text{ (千克)}$$

整个过程苯乙酐的得率为：

$$\frac{47}{89} \times 100 = 53\%$$

〔问题7〕 还原硝基苯得产量为81%的苯胺，苯胺与乙酰作用得到产量为93%的乙酰苯胺，乙酰苯胺硝化而得产量为67%对-硝基乙酰苯胺，对-硝基乙酰苯胺水解又得到产量为96%的对-硝基苯胺。计算整个过程从硝基苯得到对-硝基苯胺的产量百分率。

〔解〕 整个过程的产量百分率可自各步的产量百分率计算而得。第一步的产量百分率必然被第二步的产量百分率所变更，而头两步的产量百分率转而又被第三步产量百分率所变更，……等等，直至得到整个过程的产量百分率。

整个过程的产率为：

$$100 \times 0.81 \times 0.93 \times 0.67 \times 0.96 = 48\%$$

## 每个学生的仪器设备

下表所列包括进行实验所必须的全部设备。所有设备，除铁环之外都容易放入抽屉里。

| 名 称     | 规 格                                    | 数 量 | 名 称     | 规 格               | 数 量               |
|---------|----------------------------------------|-----|---------|-------------------|-------------------|
| 弯形接受器   | 100, 250和400毫升<br>60毫升n.m玻塞<br><br>微 型 | 1   | 量 筒     | 具刻度、100毫升<br>10毫升 | 各 1               |
| 抽 风 机   |                                        | 1   | 蒸 发 皿   | 140毫升             | 1                 |
| 高型烧杯    |                                        | 1   | 三 角 锥   |                   | 1                 |
| 烧 杯     |                                        | 3   | 滤 纸     | 5厘米、15厘米          | 各 $\frac{1}{2}$ 包 |
| 玻 瓶     |                                        | 1   | 鱼 尾 灯 罩 |                   | 1                 |
| 小型试管刷   |                                        | 1   | 蒸 馏 烧 瓶 | 50毫升              | 1                 |
| 煤气喷灯    |                                        | 1   | 依 氏 烧 瓶 | 50毫升              | 2                 |
| 本 生 灯   |                                        | 1   | 依 氏 烧 瓶 | 125毫升             | 2                 |
| 氯化钙管    |                                        | 2   | 依 氏 烧 瓶 | 250毫升             | 1                 |
| 滴定管夹    |                                        | 2   | 吸 滤 瓶   | 250毫升             | 1                 |
| 冷凝器夹和支柱 | 三个一组                                   | 1   | 玻 璃 漏 斗 | 7 厘米              | 2                 |
| 霍 夫 曼 夹 |                                        | 1   | 漏 斗     |                   | 1                 |
| 莫 尔 夹   |                                        | 1   | 分 液 漏 斗 | 60毫升              | 1                 |
| 色层分析管   |                                        | 1   |         |                   |                   |
| 打 孔 机   |                                        | 1 组 |         |                   |                   |

| 名 称    | 规 格       | 数 量 | 名 称    | 规 格         | 数 量 |
|--------|-----------|-----|--------|-------------|-----|
| 分液漏斗   | 250毫升     | 1   | 派力斯试管  | 6 英寸        | 4   |
| 玻 棒    | 4毫米×300毫米 | 4   | 具支管试管  | 6 英寸        | 1   |
| 玻 管    | 6毫米×300毫米 | 4   | 试 管 座  |             | 1   |
| 小瓶石蕊试纸 |           | 2   | 试 管 架  | 小 型         | 1   |
| 研钵(附杵) | 小 型       | 1   | 温 度 计  | 0~360℃      | 1   |
| 提 桶    | 1~2 夸脱    | 1   | 毛 巾    |             | 1   |
| 铁 圈    | 2、3、4英寸   | 3   | 橡 皮 管  | 3 英寸长       | 4   |
| 铁 支 架  |           | 2   | 耐压橡皮管  | 1 英尺        | 1   |
| 刮 铲    | 瓷制或不锈钢    | 1   | 表 面 皿  | 50、75和100毫米 | 3   |
| 橡 皮 塞  | 各种大小      |     | 水浴或蒸气浴 |             | 1   |
| 软 木 塞  | 各种大小      |     | 铁 丝 网  |             | 1   |
| 燃 烧 管  | 6 英寸      | 1   |        |             |     |
| 派力斯试管  | 3 英寸      | 8   |        |             |     |

### 标 准 化 设 备

| 名 称     | 规 格         | 名 称     | 规 格        |
|---------|-------------|---------|------------|
| 冷 凝 器   | 韦斯特型 200毫米  | 接 受 器   | 直形, 附温度计插口 |
| 蒸 馏 柱   | 200毫米       | 克 莱 生 头 |            |
| 圆 底 烧 瓶 | 25、50、125毫升 | 接 受 器   |            |
| 圆 底 烧 瓶 | 三颈或单颈 250毫升 | 蒸 馏 头   |            |
| 分液或滴液漏斗 | 125毫升       | 依 氏 烧 瓶 | 125毫升      |
| 玻 塞     | 实心的 2 个     | 减压管和蒸气管 |            |

注: 1 英寸 = 24.5 毫米



# 实验一 结晶法提纯

## 理 论

用以提纯固体化合物的结晶法是根据一种固体在溶剂中的溶解度一般都随温度降低而降低的原理进行的。溶解度是以固体在一定体积的溶剂中形成饱和溶液所能溶解的量来量度的。结晶法用的溶剂要选择热时固体溶解的量比较大、而冷时溶解的量则比较小的物质。固体宜尽可能在微热的溶剂中溶解。热的溶液常常用少量的脱色炭处理,通过脱色炭的选择吸附而除去所有有色杂质。热溶液通常应在冷却之前过滤,以除去全部不溶性杂质或脱色炭,或两者同时除去。冷却滤液以改变固体的溶解度而促使其析出结晶。从溶液中滤出固体产物,可溶性杂质遗留在溶液中而被除去。再用少量冷的溶剂洗涤结晶。可以借蒸发作用,从结晶除去溶剂。

在选择结晶法所用的溶剂时,有时会遇到所有可用的溶剂都不满意的情况。在某些溶剂,冷时样品很容易溶,而在另一些溶剂,热时也溶得不多。在这样的情况下,可考虑使用由两种互溶的溶剂所组成的混合物。能够满足结晶法所要求的混合溶剂,通常是可以找得到的。

如果已经恰当地选定了溶剂或混合溶剂,并且正确地操作,冷却溶液便会导致结晶。因为在冷溶液中超出使溶液饱和所需要量的那部分便会析出。然而,有时候会因形成过饱和溶液而推迟结晶。出现这种情况时,必须设法诱发结晶。用玻璃棒搅拌溶液并刮擦烧瓶内壁常常能诱发结晶。用纯的晶体“接种”更是经常使用的最成功的方法。

## 实 验 内 容

选择溶剂:取很少量的如豌豆大小的一小撮乙酰替苯胺晶体分别放入三支试管中,在第一支试管加入2毫升水,第二支试管加入2毫升异丙醇,第三支试管加入2毫升苯。然后,在水浴或蒸气浴中加热这几支试管。待乙酰替苯胺溶完后将它们冷却,观察结果。如果三支试管都没有结晶,则向冷溶液中加入很少量的乙酰替苯胺“晶种”,并用搅棒伸入试管的液体中刮擦试管壁。哪一种结晶乙酰替苯胺的最好溶剂?简要地加以说明。

### (a) 乙酰替苯胺的结晶

从标明“不纯乙酰替苯胺”的瓶中称取1克样品放入100毫升烧瓶中。加入25毫升水和二、三块小陶片以防止暴沸\*。将烧瓶放在铁丝网上,在不时振摇的情况下加热混合物至沸。如果乙酰替苯胺溶解不完全,多加大约5毫升水,再慢慢地煮沸2分钟。重复上述操作直至全部乙酰替苯胺溶解为至,但对其它难溶性物质就不必尝试去溶解它了。如果溶液有明显的颜色,可加入约0.5克脱色炭并慢慢地煮沸,同时准备一张带槽纹的滤纸,实验指导教师要

示范怎样折迭滤纸。过滤之前，不要煮沸过久而失去太多水分。

取一个直径约10厘米，长2~4厘米的短颈玻璃漏斗固定在小铁环上。调整好漏斗中的带槽纹滤纸。用一个盛有约150毫升水的250毫升的烧瓶来接受滤液。将烧瓶放在漏斗下面，调节好位置，使烧瓶中的水剧烈沸腾几分钟后逸出的蒸气能加热漏斗。将余下的热水倒到带槽纹的滤纸上，水流出后即弃去。将空烧瓶放到漏斗的下面，立即把沸腾的乙酰替苯胺倒到湿的带槽纹的滤纸上。如果不能一次倒完，应将烧瓶放在铁丝网上继续用小火加热以防止冷却。要尽快过滤。滤完后，移去漏斗，塞紧烧瓶，放到自来水中浸泡以缩短冷却时间。

混合物冷却后，用赫尔许（Hirsch）漏斗吸滤混合物。用冷水洗涤固体两次，每次用水5毫升。并用干燥、清洁的刮勺或玻璃塞的扁平顶端轻压漏斗上的结晶。最后将结晶转移到滤纸上，俟其完全干燥后称重。重量.....克。收藏好重结晶产品供实验二使用。

### (b) 未知物的结晶

向指导教师索取3克待结晶的不纯物质，象试验乙酰替苯胺结晶那样，用3英寸派力司（Pyrex）试管作各种溶剂的结晶试验。供选用的溶剂有水、异丙醇、苯、氯仿、四氯化碳和粗汽油。后五种溶剂应使用蒸气浴或水浴加热。如果单独用一种溶剂不能满意，便应选用由两种溶剂组成的混合物。其方法是先用最少量溶解性能很好的热溶剂来溶解未知物，然后向此热溶液中加入不能溶解该溶质的溶剂，直至出现轻微混浊为止。一边进行“接种”或用搅棒刮擦液面以下的玻管内壁，一边使之冷却以促其结晶。如果不发生结晶，应将溶液加热，并多加一些第二种溶剂，然后再冷却。为什么用的这两种溶剂必须是互溶的？可能的溶剂对是：水—异丙醇、苯—粗汽油、氯仿—四氯化碳。

如果水是理想的溶剂，可如上述乙酰替苯胺一样，取2克样品进行结晶提纯。如果在试验中找到一种最好的有机溶剂，则按下述步骤进行结晶提纯。

将2克化合物放于一干燥的125毫升的依氏烧瓶(Erlenmeyer flask)中，加入10毫升溶剂，如下图所示，在依氏烧瓶上接连回流冷凝管，加入几粒小陶片，在蒸气浴或水浴上加热依氏瓶烧至溶液轻微沸腾。如果物质未溶完，可自冷凝管的顶端多加2毫升溶剂，再加热煮沸。继续用这样的方法直至全部化合物溶解为止。但不要添加任何多于在沸点时正好溶完该物质所必需的溶剂的量。如果溶液呈清晰状，所有的物质除小陶片外已经溶完，小心将除开小陶片以外的热溶液倒到一个小的清洁的依氏烧瓶中，放在一边使之冷却。如果溶液中有不溶性杂质，用带槽纹的滤纸过滤此热溶液。过滤之前应以少量热的溶剂注入滤纸和漏斗使其加热。如果存在有色杂质，应在过滤之前把约0.5克脱色炭加到沸腾的溶液中去。冷却滤液，必要时可采取“接种”或用玻棒刮擦液面下的烧瓶内壁以促其结晶。这些步骤完成后，过滤该冷溶液并用少量冷溶剂洗涤结晶。称出干燥产品的重量并保留作实验二用。产品重量.....克。

结晶用的未知化合物可能是安息香（二苯乙醇酮）、苯偶酰（二苯乙二酮）、香豆素（氧杂萜邻酮）、蒽、间-二硝基苯中的任一种。

