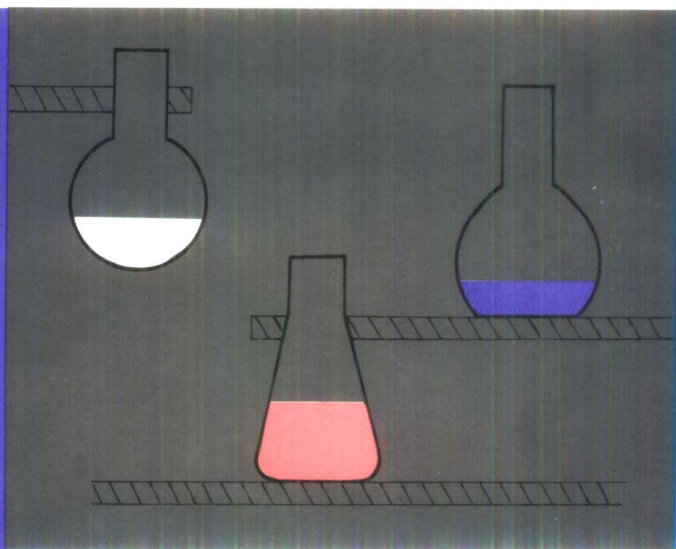


谢 冬 编

有机化学实验

(中等专业学校适用教材)



中国纺织出版社

有机化学实验

(中等专业学校适用教材)

谢 冬 编

中国纺织出版社

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验/谢冬编. —北京:中国纺织出版社,1997

ISBN 7-5064-1296-9/O · 0004

I. 有… II. 谢… III. 有机化学-实验-专业学校-教材 IV. O62-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(96)第 25690 号

责任编辑:郑 澄 范 森

中国纺织出版社出版发行

北京东直门南大街 4 号

邮政编码:100027 电话:010-64168226

纺织经济研究出版部常州印刷厂印刷 各地新华书店经销

1997 年 3 月第 1 版 1997 年 3 月第 1 次印刷

开本:787×1092 毫米 1/32 印张:2.65

字数:55.5 千字 印数:1-7400

定价:5.50 元

前 言

本书是根据 1996 年 1 月轻纺中专学校教材编写会议制订的四年制近化工专业《有机化学教学大纲》编写而成,是有机化学教材的配套实验教材。

在编写过程中,力求体现近化工专业的特点,性质实验紧密结合课堂教学的重点内容,巩固和充实课堂讲授的基本理论、基础知识,并适当扩大知识面;操作实验将实验理论和实验内容有机地结合起来,使学生在有机实验基本操作方面获得较为全面的训练;合成实验选择了较为常见和成熟的实验。全书对操作关键和安全事项都作了明确的说明与注释。

本书由江苏省丝绸学校谢冬编写。该校张志强校验了部分实验,陆洁画了部分插图。

江苏省常州纺织工业学校曹天鹏高级讲师担任本书主审,对全稿提出了指导性的审稿意见。河南纺织高等专科学校高琳、广东省纺织工业学校李舒安、北京市塑料工业学校张京珍、湖北荆州市纺织工业学校石国芳、湖南省纺织工业学校丁卫和、江苏省常州轻工业学校郭建明参加了审稿,并提出了宝贵意见,在此一并表示衷心感谢。

由于编者水平有限,编写时间仓促,书中错误和不足之处在所难免,敬请各校老师和读者予以指正。

编 者

1996 年 8 月

内 容 提 要

本书是中等专业学校近化工专业《有机化学》教材的配套实验教材。

全书包括有机化学实验须知、性质实验、基本操作实验、合成实验等四部分。性质实验密切结合课堂教学的重点内容,操作实验简洁实用,合成实验具有代表性并注意结合专业。通过实验,验证和巩固基本理论知识,训练有机化学实验的基本操作技能,培养学生严谨的科学态度和分析问题、解决问题的能力。

本书可作为中等专业学校染整、化纤、环保、塑料、橡胶、造纸、制糖、食品等近化工专业的有机化学实验教材,亦可供技工学校和职业学校相关专业使用。

目 录

实验须知	(1)
一、有机化学实验的目的	(1)
二、实验规则及注意事项	(1)
三、实验室安全守则	(2)
四、实验预习、记录和实验报告.....	(3)
五、常用玻璃仪器和其它用品	(4)
六、仪器的清洗和干燥	(6)
七、塞子的配置和钻孔	(7)
性质实验	(10)
实验一 甲烷的制备和性质	(10)
实验二 乙烯、乙炔的制备和性质.....	(13)
实验三 芳烃的性质	(17)
实验四 卤代烃、醇、酚的性质	(19)
实验五 醛、酮的性质.....	(22)
实验六 羧酸及其衍生物的性质	(24)
实验七 含氮化合物的性质	(27)
实验八 蛋白质、糖类化合物的性质.....	(31)
基本操作实验	(35)
实验九 简单玻璃工操作	(35)
实验十 熔点测定	(40)
实验十一 蒸馏和沸点测定	(44)
实验十二 分馏	(49)

实验十三 重结晶	(52)
合成实验	(59)
实验十四 乙酸乙酯的制备	(59)
实验十五 1-溴丁烷的制备	(64)
实验十六 乙酰苯胺的制备	(68)
实验十七 甲基橙的制备	(70)
实验十八 高聚物的生成	(74)
附录	(77)
一、本书实验所用特殊试剂配制法.....	(77)
二、部分试剂的物理常数.....	(78)
三、学生实验仪器清单.....	(79)

实 验 须 知

一、有机化学实验的目的

有机化学实验是化学学科的一个组成部分，是有机化学学习过程中非常重要的环节。其目的是：

1. 配合课堂教学，验证、巩固和充实课堂讲授的基本理论、基础知识，并适当地扩大知识面。
2. 通过实验，使学生在有机化学实验基本操作方面获得较为全面的训练。培养学生正确掌握实验操作技能和技巧。
3. 培养学生正确观察和分析实验现象、诚实记录和正确书写实验报告的能力。
4. 通过实验基本操作技能的灵活运用，培养学生良好的实验习惯、科学的实验态度和理论联系实际的工作作风。

二、实验规则及注意事项

1. 每次实验前，要认真预习实验内容，写好预习报告，对所做的实验做到心中有数。
2. 按时进入实验室，带好实验教材、预习报告等实验必须用品。

3. 实验开始前,应检查本次实验所需的仪器、药品是否齐备。

4. 实验过程中应保持安静和遵守秩序。实验时做到思想集中、操作认真,同时做好实验记录,实验中途不得擅自离开实验室。

5. 听从实验指导教师的指导,注意实验安全,严格按照操作规程和实验步骤、规定的药品用量进行实验。发生意外事故应立即报请教师处理。

6. 保持实验室整洁。实验时做到桌面、地面、水槽、仪器四干净,实验台上的仪器、药品摆放要规范有序。

7. 爱护公物,注意节约电、水及药品。公用仪器、药品用完后应立即归还原处,损坏仪器设备应按规定及时进行登记,然后补领。

8. 实验完毕后,要把实验中的残液倒入指定容器中,将实验台整理干净,并关妥水电的开关。经实验指导教师检查后方可离开实验室。

三、实验室安全守则

有机化学实验中涉及到的一些药品,有很多是易燃、易爆、强腐蚀性和有毒性的。因此,实验时一定要重视实验安全,决不能麻痹大意。要了解实验中的安全注意事项,实验过程中要严格按照操作规程和实验步骤,切实做好防火、防毒、防腐工作,预防和避免事故的发生。实验室的安全守则如下:

1. 易燃物品要远离明火。燃烧着的火柴棒不能乱丢。一

且着火,一般不能用水冲,小火可盖上湿抹布,大火可使用细砂或灭火器,同时报告教师。

2. 注意实验室内空气流通。凡发生或使用有害气体的实验,应在通风橱内操作,避免吸入有毒气体。防止皮肤、衣服与有毒物质接触。如接触,一般先皂洗,然后水洗干净。

3. 防止强酸、强碱、强氧化剂等可腐蚀性物质与皮肤、衣服接触。皮肤上遇到强酸,应立即用大量水冲洗,再以稀碳酸氢钠水溶液(或稀氨水)洗涤,最后水洗;遇到强碱,应立即用水冲洗,再以稀硼酸(或醋酸)溶液洗涤,然后水洗。严重时应去医务室进行治疗。

4. 进行操作实验或合成实验在搭好装置、加好料后,应检查装置是否稳妥,在征得指导教师同意后,方可开始实验。实验进行时,要经常注意观察实验现象和装置有无漏气、破裂等情况,不能随便离开岗位。

5. 实验室内严禁饮食。实验结束,离开实验室前要洗手。

四、实验预习、记录和实验报告

1. 实验预习 实验预习是做好实验的前提。学生实验预习应明确实验目的、实验原理、实验内容、操作方法和实验注意事项。对性质实验,重点要弄清此反应在理论上应有什么现象,此实验是否需要干燥试管;对操作和合成实验,主要要理解实验原理,明确操作顺序,先做什么,后应准备做些什么,对实验内容进行统筹安排。对合成实验还应计算理论产量,写出粗产物精制的过程。

2. 实验记录 进行实验时,要认真操作、仔细观察,如实记录实验现象及测得的各种数据。记录要做到简明扼要、字迹清晰。若实验现象与理论阐述不相符时,要积极思考,认真加以讨论,作出合理的解释。绝不能为了与理论阐述一致而修改实验现象记录。实验完毕后,应把实验记录交指导教师检查,待指导教师查阅后,才能离开实验室。

3. 实验报告 性质实验、操作实验、合成实验报告的书写除了均要求简明扼要外,其书写格式有所不同。

性质实验报告要求写清如下内容:实验目的、简要的实验内容、实验现象、现象解释。其中能用符号或反应式表示的,可用符号或反应式表示。此外,对实验现象与理论阐述不尽相同的,要加以讨论。

操作实验报告要求写清:实验目的、简要的实验原理、实验操作步骤及在实验过程中观察到的现象、实验结果。此外,要画出仪器装置图,并对实验过程中的意外情况加以讨论。

合成实验报告要求写清:实验目的、主反应及副反应、主要试剂及产物的物理常数、实验步骤和现象、画出反应装置图、写出粗产物精制流程、计算产率。此外,应对实验过程中的意外情况加以总结、讨论。

五、常用玻璃仪器和其它用品

有机化学实验常用玻璃仪器如图 1-1 所示。

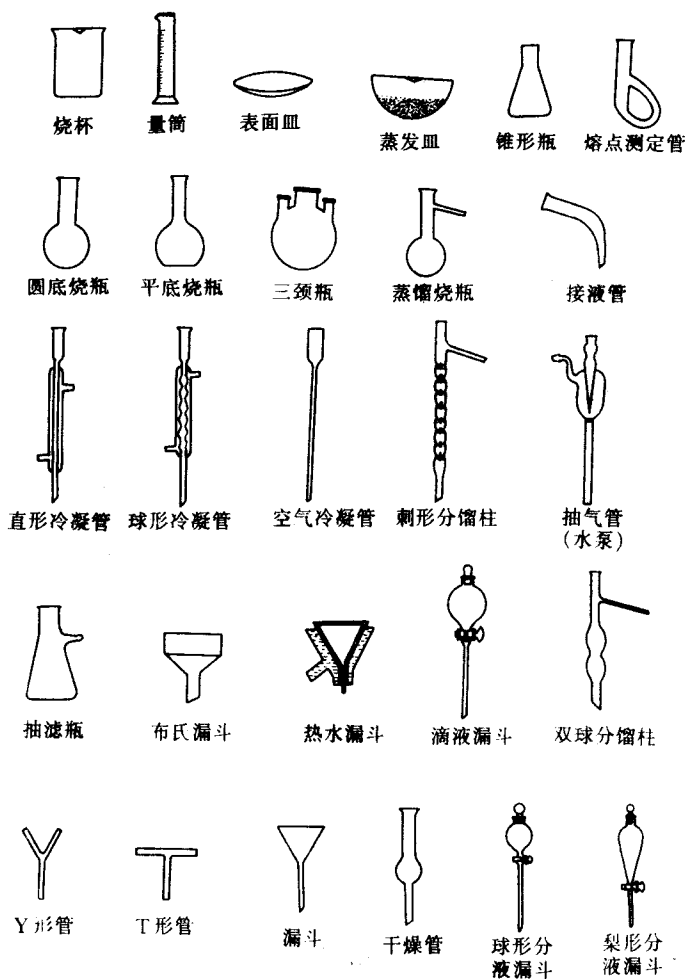


图 1-1 常用玻璃仪器

在有机化学实验中,还常使用标准磨口玻璃仪器,这些仪

器可和相同标准磨口的其它仪器相互连接,使用时不必配塞钻孔,较为方便,但价格昂贵。

除玻璃仪器外,有机化学实验中还经常使用一些金属用具。常见的金属用具如图 1-2 所示。

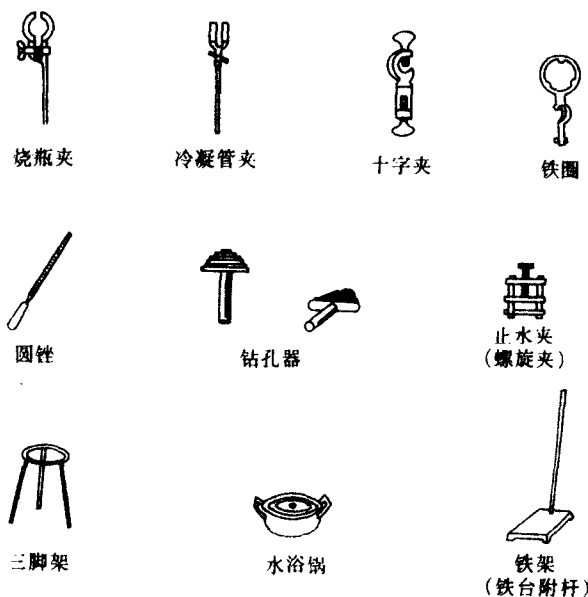


图 1-2 常见的金属用具

六、仪器的清洗和干燥

1. 仪器的清洗 仪器的清洁是做好实验的重要保证之一。实验中,最简单而常用的清洗方法是用合适的毛刷蘸取去

污粉擦洗器壁,直至器壁的污物洗去,然后用自来水冲洗干净(必要时可用蒸馏水洗涤 2~3 次)。

对于要求特别清洁或用毛刷无法洗到的部位,可考虑用洗液(重铬酸钾和浓硫酸混合液)处理。此外,还可根据原留在器壁上杂物的性质,如残留物是酸性的,可用碱液洗涤,残留物是碱性的,可用酸液洗涤,或用能溶解该物质的溶剂洗涤。为了使洗涤效果更好,一般可用洗涤液浸渍一定时间后洗涤。值得注意的是不能盲目使用各种化学试剂和有机溶液洗涤仪器,这样不仅浪费药剂,而且还可能造成危险。

2. 仪器的干燥 有机化学实验一般需要用干燥的仪器。常用的玻璃器皿可洗净后倒置,一定时间后,没有水渍即可使用。有的实验对仪器干燥程度要求较高,可用干燥箱烘干。有时为了节省时间,可将水尽量沥干后,用少量乙醇或丙酮润洗。倒出溶剂后,用电吹风先以冷风吹去器壁上残留的溶剂,再用热风吹干(乙醇、丙酮易燃,不宜先用热风吹),冷后备用。水洗后的仪器也可直接用热风吹干,冷后备用。

七、塞子的配置和钻孔

为使各种不同的仪器装配成套,就要借助于塞子进行连接。有机化学实验使用的塞子有两种:软木塞和橡皮塞。软木塞的好处是不易被有机溶剂溶胀,但塞子的质量不好时会漏气;橡皮塞易受有机物质侵蚀而溶胀,但密封性好。实验过程中,可根据不同要求,选择所用的塞子。

塞子的大小应与所塞仪器颈口相配合。塞子进入颈口部分不能少于塞子本身高度的 $\frac{1}{3}$,也不能多于 $\frac{2}{3}$,如图 1-3

所示。选择软木塞时,因要辗压紧密且打孔后无弹性,应选略大的塞子;选择橡皮塞时,因打孔装配后本身有弹性能胀大,应选略小的塞子。

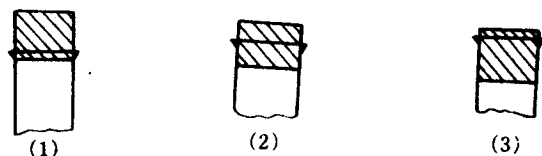


图 1-3 塞子的配置

(2)—正确 (1)、(3)—不正确

为了装配仪器,常须在塞子上钻孔,可用钻孔器钻孔。在软木塞上钻孔,应先用小木板辗压软木塞使其紧密,以免钻孔时塞子开裂。然后,选择钻孔器,其孔径应比要插入物体的口径略小。钻孔时,在塞子下放一小木板,然后左手握紧塞子,右手持钻孔器,一面向下施加压力,一面将钻孔器按顺时针方向旋转。为了防止孔洞打斜,应注意钻孔器与塞子端面相垂直。同时为保持润滑,钻孔器可蘸一点甘油或水。在橡皮塞上钻孔时,选择的钻孔器其孔径应等于或略大于插入管口的孔径(根据橡皮塞弹性的大小)。钻孔时用力应缓慢均匀,不能使劲顶入,否则钻出的孔很小。孔钻好后,一般可用小圆锉将孔修理光滑,使其符合装配要求。

当把玻璃管或温度计插入塞中时,应用手握住玻璃管接近塞子的部位,均匀用力,慢慢旋入孔内,如图 1-4 所示。但要注意握住玻璃管的手不能离塞子太远,如图 1-4(2),更不能握在弯曲部位,如图 1-4(3),否则容易折断玻璃管,造成伤害事故。

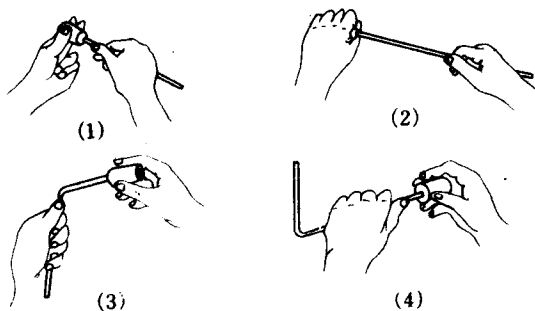


图 1-4 玻璃管插入塞孔
(1)、(4)一正确 (2)、(3)一不正确

每次实验后,应将所配好用过的塞子洗净干燥,保存备用,以节约器材。

性 质 实 验

实验一 甲烷的制备和性质

一、实验目的

1. 掌握甲烷的实验室制法。
2. 验证甲烷的性质。

二、仪器、药品

1. 仪器 试管($\Phi 15 \times 150$ mm)、大试管($\Phi 25 \times 200$ mm)、漏斗(60 mm)、酒精灯。
2. 药品 无水乙酸钠、碱石灰、稀高锰酸钾溶液(约 0.01%)、2%溴水、饱和氢氧化钡溶液(或澄清石灰水)、 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液。

三、实验步骤

(一) 甲烷的制备

取 4g 无水乙酸钠^[1]和 8g 碱石灰^[2]放在研钵中研细混合后,移至干燥硬质大试管中,管口配上带有导气管的塞子,如图 2-1 所示装配好仪器。试管口应稍微向下倾斜,防止副产物丙酮^[3]的冷凝液倒流回试管底,引起试管炸裂。

在准备好性质实验所用的试剂后,开始用小火微热试管全部,然后用较大火焰加热混合物。加热时应将火焰从试管前部逐渐向后移动^[4],用生成的甲烷气体做下面性质实验。