



中等职业学校教材

有机分析 实验

第二版

—— 谢惠波 主编 ——

YOUJI
FENXI
SHIYAN



化学工业出版社

中等职业学校教材

有机分析实验

第 二 版

谢惠波 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书是根据我国当前职业教育的特点以及学科发展的趋势,结合工业分析专业教学的实际,在原《有机分析实验》的基础上修订而成。

全书由绪论、实验、附录组成。其中,实验内容分为三大部分,即有机化合物的系统鉴定、有机化合物定量分析法和色谱法,共24个实验。每个实验分别由实验原理、实验器具、试剂与试样、实验步骤、结果处理、注释和思考题组成。实验内容详尽、编排符合教学规律,在内容的选择上既考虑了当前学校教学的实际条件和用人单位的实际需求,也融入了分析学科发展的趋势及行业的使用要求,具有一定的广泛性、代表性和可操作性。

本书是职业教育类工业分析专业的实验教材,在修订的时候考虑了其他分析类专业的要求,因此也可做为非工业分析专业的有机分析实验教材和分析工作者的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

有机分析实验/谢惠波主编. --2版. --北京:化学工业出版社,2006.12
中等职业学校教材
ISBN 978-7-5025-9851-8

I. 有… II. 谢… III. 有机分析-实验-专业学校-教材 IV. Q656-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2006)第161409号

责任编辑:蔡洪伟 陈有华

责任校对:洪雅姝

装帧设计:尹琳琳

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:化学工业出版社印刷厂

850mm×1168mm 1/32 印张3¼ 字数95千字

2007年1月北京第2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:8.00元

版权所有 违者必究

第一版前言

本书是根据 1987 年在广州召开的全国化工中专《工业分析》编委会制订的“有机分析实验大纲”编写的。

“有机分析”是化工中专工业分析专业的专业课，将“有机分析实验”从“有机分析”课程中分设出来使之成为一门独立的课程，在化工中专还是第一次，其目的就是加强实践性环节的教学，更好地培养学生分析、解决实际问题的能力，使学生更加重视实验课的学习并通过学习进一步提高自己的实验能力。

全书由绪论、实验、附录组成。实验内容分为三大部分，有机物系统鉴定法；有机物化学定量分析法（包括有机物中水分的测定）；色谱法（包括综合实验）共 31 个实验。每个实验由原理、仪器、试剂、步骤、结果处理和注释等部分组成。本书所选的实验方法都密切结合生产实际，实验操作力求做到简明、准确、实用，对做好实验的关键都做了比较详细的说明；每个实验后面的思考题是针对该实验而精心设计的，学生应认真思考。

随着仪器分析的发展与普及，本书在以化学分析为主的基础上渗透了部分仪器分析方法；随着计算机运用的普及，本书对复杂的计算编有程序，供读者使用。

本书后面的附录是为了实验内容的需要而设置的，供读者查阅。

参加本书编写的主要人员有泸州化校谢惠波、江西化校王田。化工部《工业分析》编委会“有机分析”课程组对本书进行了两次集体审稿，参加审稿会的有吉林化校李楚芝、北京化校朱嘉云、天津化校周帮玉、赵连德、陕西化校刘瑋英、湖南化校孙如湘、安徽

化校章厚林；他们付出了许多心血，在此深表谢意。全书由谢惠波同志统稿，李楚芝老师主审。

由于我们业务水平有限，错误与不足在所难免，欢迎读者批评指正，我们将不胜感谢。

编 者

1990年5月于南昌

第二版前言

有机分析实验课程是分析专业的专业课程之一。随着有机化合物在各行各业的广泛应用,有机分析技术的应用领域及范围不断地扩大与深入。除传统的工农业外,目前在环境监测、生态研究及评价、食品安全及评价、化妆品的安全、药品安全及评价、人类健康研究等许多领域都有十分重要的应用。因此掌握基本有机化合物分析的基本技术是一名分析工作者的基本技能。

随着科技的发展与进步,仪器分析技术越来越广泛地应用于分析的各个领域,但无论如何,仪器分析不能取代化学分析技术,这是因为化学分析技术不仅具有仪器设备简单、成本经济、使用不受限制的特点,并且是仪器分析的定性定量基础,作为分析工作者应树立这种观点和认识,努力掌握好这门技术。

本教材的编排方式与第一版基本一致,具体内容与第一版比较更加符合时代和专业发展的要求,这是教材修订的初衷。

作为实验教学,在这里特别要强调学习的态度,即做实验和掌握实验技术的区别。做实验仅仅是按照教材的内容与步骤将实验任务完成;而掌握实验技术是从技术的角度理解实验原理、过程及实验的结果。因此两者在思维方法、学习动力以及对问题的理解和解释上有本质的区别。我们的教学目标是让学生掌握实验技术,而不是单纯的做实验,这一点老师和学生都应该有明确的认识。实用型、创新型人才的培养需要的是实验技术的掌握,而不是照本宣科地将实验做出来。因此教与学应围绕这一目标进行,而不是将实验是否能够顺利完成作为学生实验考试成绩的唯一评判标准。

本教材在修订的过程中,四川化工职业技术学院工业分析教研室的老师给予了很多支持与帮助,在此表示衷心的感谢。

编 者
2007年1月

目 录

绪论	1
第一部分 有机化合物的系统鉴定	4
实验 1.1 初步检验	4
实验 1.2 物理常数的测定	6
实验 1.2.1 熔点的测定	6
实验 1.2.2 沸点的测定	9
实验 1.2.3 密度的测定 (密度瓶法)	11
实验 1.2.4 密度的测定 (韦氏天平法)	13
实验 1.2.5 折射 (光) 率的测定	15
实验 1.2.6 比旋光度的测定	18
实验 1.3 元素定性分析	21
实验 1.4 溶度试验	24
实验 1.5 官能团的检验	27
第二部分 有机化合物定量分析法	39
实验 2.1 氧瓶燃烧法测定有机卤素的含量	39
实验 2.2 克达尔法测定有机物含氮量	42
实验 2.3 韦氏法测定油脂碘值	45
实验 2.4 乙酸酐-乙酸钠-乙酰化法测定季戊四醇羟值	47
实验 2.5 高碘酸氧化法测定丙三醇含量	50
实验 2.6 室内空气中甲醛含量的测定	51
实验 2.7 羟胺法测定丙酮含量	54
实验 2.8 剩余碱水解法测定阿司匹林含量	58
实验 2.9 皂化-离子交换法测定乙酸乙酯含量	60
实验 2.10 索氏抽提法测定豆粉中的粗脂肪含量	63
实验 2.11 重氮化法测定磺胺类药物的含量	64
实验 2.12 测定糖的含量	68

实验 2.12.1 斐林(Fehling)法测定还原糖的含量	68
实验 2.12.2 铁氰化钾法测定还原糖的含量	71
实验 2.12.3 次碘酸氧化法测定醛糖的含量	73
实验 2.13 卡尔-费休法测定有机物中水的含量	75
实验 2.14 非水滴定法测定糖精钠的含量	78
第三部分 色谱法	81
实验 3.1 纸色谱法分离三种染料	81
实验 3.2 纸上色谱法测定食品中的色素诱惑红的含量	84
实验 3.3 薄层色谱法分离 α -萘酚、 β -萘酚	86
实验 3.4 薄层色谱法分离硝基苯胺异构体及测定邻硝基苯胺 的含量	89
实验 3.5 气相色谱法测定空气中的苯、甲苯和二甲苯含量	91
附录	94
附录一 附表	94
表 1 气压计读数的校正值	94
表 2 沸程温度随气压变化的校正值	95
表 3 韦氏法测定碘值试样参考质量	95
表 4 常见油脂的碘值和密度	95
表 5 部分有机物安全知识一览表	96
附录二 部分试剂的制备和溶剂的处理	103
附录三 有机分析实验室所需仪器清单	109
参考文献	110

绪 论

一、有机分析实验的性质与任务

有机分析实验是化工中专工业分析专业新分设的一门专业课。它与有机分析理论课同时开设，它是一门独立的课程。

有机分析实验的任务是通过本课程的学习使学生掌握有机定性系统鉴定法；掌握典型有机元素、官能团的定量方法并能正确处理实验数据、计算分析结果；能够灵活运用所学过的分析方法于化工生产中，并初步具备设计分析方案以及选择分析方法的能力。

二、有机分析实验的特点

有机分析实验的对象是有机物，它与分析化学实验相比较有以下特点。

1. 实验要接触大量的有机试剂

有机分析实验要接触大量的有机试剂如乙醇、乙醚、丙酮等，有机试剂多数是易燃、易爆和有毒的，因此实验中预防着火、爆炸和中毒事故的发生是保证实验顺利进行的先决条件，下列事宜应引起重视。

① 第一次进入有机分析实验室时要熟悉实验室的装备情况，如通风橱、试剂橱、急救箱、灭火器、电源、水源、煤气源的位置，怎样使用等；另外实验中所有的试剂要熟悉其性能，附录一附表 6 是部分有机物安全知识一览表，可供查阅。

② 严格执行实验操作规程，绝对禁止任意混合各种药品，实验中的废液应倒在指定的地方。

2. 实验结果的相对误差较大

分析化学实验的实验结果其相对误差在 0.3% 以内，有机分析实验因反应历程比较复杂，实验条件比较严格，所以实验结果的相对误差往往大于 0.3%，有的可达 1%~2%，因此对某一具体实验

的准确度和精密度应根据实验教师提出的要求去衡量。

3. 实验方法有较大的灵活性

有机分析实验方法的灵活性主要指以下三个方面。

① 有机物系统鉴定法的实验步骤和顺序可随实验者的经验省略；对于初学者应首先学好系统鉴定法的步骤和操作，不要盲目地去钻研一些实验技巧。

② 有机物化学定量分析法的实验方法有较强的针对性，也就是讲同一元素或官能团在试样中的位置或结构发生变化其实验方法的某些操作就可能发生变化；因此应学会用辩证唯物主义的观点探讨分析中的各种因素，促进分析工作的研究和发展。

③ 有机物多数不溶于水。水常有干扰，对某一具体实验用什么溶剂有很大的灵活性；选用溶剂的原则是经济、无毒、易得，通过学习应熟悉常用有机溶剂的性能，并能正确选用。

以上是有机分析实验与分析化学实验相比较显著的特点，实际上远不止这三点，在学习中还还要仔细鉴别和比较，才能有大的收益。

三、学习中注意的问题

有机分析实验是一门实践性很强的科学，要做好有机分析实验除思想上高度重视，实验认真操作外，还应注意以下几个问题。

1. 注意本课程与相关课程的联系与区别

有机分析实验与有机化学、分析化学实验有部分内容是相似的；如有机物系统鉴定法与有机物性质实验、有机物化学定量分析法与分析化学的容量分析法等，同时它们又有区别，主要是实验的目的、要求和意义不同，实验的对象不同；学习中要有意识地进行比较和区别。通过比较才能真正掌握有机分析实验的内在规律和实验技能。

2. 结合实验特点认真预习

预习有机分析实验要了解实验原理、明确实验目的、看懂操作程序，还要结合实验特点，考虑实验安全、实验的误差、思考题、注释等；经过认真思考仍没有看懂的问题应请实验教师解答，反对

盲目地实验。

3. 细心观察、认真记录

正确地观察与记录实验现象是实验的基本技能之一，观察与记录应注意下列问题。

① 观察一定要细心，有机分析实验的实验条件一般都比较严格，有时因实验条件的微小差异就可能使实验结果与书中描述不符或产生较大的差异，所以必须细心观察才能发现问题，找出实验之关键。

② 观察、记录一定要在规定条件下进行，例如测定物质的折射率必须在 $(20 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 下观察、记录，测定物质的沸点必须在测得沸点后立即记录当地的气压，不能提前也不能落后记录，只有这样的观察和记录才有分析的意义。

③ 记录要记在记录本上，文字要简明、准确，如发现记错也应在原文看清楚的情况下更改。此外记录的数据应与仪器的精度、实验的要求相符。

④ 发扬锲而不舍、刻苦钻研的精神，有机分析实验因干扰因素多，实验失败的事时常发生，有时实验操作稍有不慎实验即可失败，因此要有锲而不舍、刻苦钻研的精神，锲而不舍不是盲目地重做实验，重做实验必须找出实验失败的原因后进行，这样实验才有意义和收获。

综上所述，要学好有机分析实验是有一定的难度，但只要我们在思想上重视，掌握科学的学习方法，就一定能够学好这门专业课。

第一部分 有机化合物的系统鉴定

实验 1.1 初步检验

一、实验目的

通过实验学会初步区分有机物与无机物、有色有机物与无色有机物、有机金属盐与有机物、含碳量高与含碳量低的有机碳氢化合物。

二、实验器具

坩埚钳，坩埚盖，放大镜 10 倍，表面皿 10cm，干燥试管 10mL，滴管，药匙

三、试剂与试样

盐酸溶液 5%，pH 试纸 广泛

试样

乙醇、蔗糖、三氯甲烷、苯甲酸、乙酸钠、乙酸铜、苯酚、氯化钠

四、实验步骤

1. 物态观察

用药匙取少量固体试样于表面皿上，用放大镜观察试样的结晶形状，并嗅其气味（注①）。

取 5mL 液体试样于干燥试管中，观察试样是否分层、有无悬浮物存在。

2. 颜色观察

观察试样的颜色，注意颜色是否均匀，是单一颜色还是夹杂有其他颜色。

3. 灼烧试验

取固体试样 10~20mg（液体试样 3~4 滴）于坩埚盖边缘上，

用坩埚钳夹起坩埚盖，点燃酒精灯，用火焰灼烧试样（注②）；观察如下现象。

- ① 燃烧时火焰的浓淡及颜色。
- ② 有无刺激性气体逸出；若有用 pH 试纸检验其酸碱性。
- ③ 有无爆鸣声。
- ④ 是否分解或升华。

⑤ 是否留有残渣；留有残渣时等冷却后加 1 滴水，溶于水的用 pH 试纸检验其酸碱性；不溶于水的加 1 滴 5% 盐酸，观察有无气体放出。

将实验结果记录于表 1-1 中。

注：① 有些气味难以用语言表达，记录时可记为臭、特臭或像什么味等。

② 对挥发性较大的试样，可将火焰对着试样上部，使其在气化前被灼烧；灼烧时发现试样炭化，应增大火焰强烈灼烧。

表 1-1 初步检验实验记录

现象记录 实验项目		试 样 名 称							
		乙醇	乙酸铜	苯酚	蔗糖	三氯甲烷	苯甲酸	乙酸钠	氯化钠
初步 试 验	物态								
	颜色								
	气味								
灼 烧 试 验	火焰浓淡及颜色								
	气体及酸碱性								
	爆鸣声								
	分解及升华								
	残渣颜色								
	残渣水溶性及酸碱性								
	残渣酸溶性及有无气体								

思 考 题

1. 在灼烧试验中如何辨别试样分解和试样失去结晶水这两种实验现象？
2. 举例说明初步检验的结果为未知物的下一步分析鉴定提供了哪些

依据？

实验 1.2 物理常数的测定

实验 1.2.1 熔点的测定

一、实验目的

1. 掌握毛细管法测定有机物熔点的操作。
2. 掌握温度计外露段的校正方法。

二、实验器具

圆底烧瓶 250mL 直径 80mm 颈长 20~30mm, 口径 30mm, 内标式单球温度计 分度值 0.1°C (如图 1-1 所示), 辅助温度计 100°C 分度值 1°C , 试管 长 100~110mm 直径 20mm, 毛细管 内径 1mm 管壁厚 0.15mm 长 100mm, 橡皮塞外侧具有出气槽 (如图 1-2 所示), 玻璃管 长 800mm 直径 8~10mm, 可调温电炉, 瓷板, 表面皿

三、试剂与试样

硅油或液体石蜡

试样

苯甲酸、萘

四、实验步骤

1. 装置

将烧瓶、试管及内标式单球温度计以橡皮塞连接如图 1-3 所示, 并将其固定于铁架台上。

烧瓶中注入约为其体积 $3/4$ 的硅油, 并向试管注入适量的硅油, 使其液面与烧瓶中的硅油液面在同一平面上。

2. 预测定

(1) 装样 取少量干燥、研细的试样于表面皿上, 将试样放入清洁、干燥、一端封口的毛细管中, 取一高约 800mm 的干燥玻璃管直立于瓷板上, 将装有试样的毛细管投落 5~6 次, 直至毛细管内试样紧缩至 2~3mm 高 (注①)。

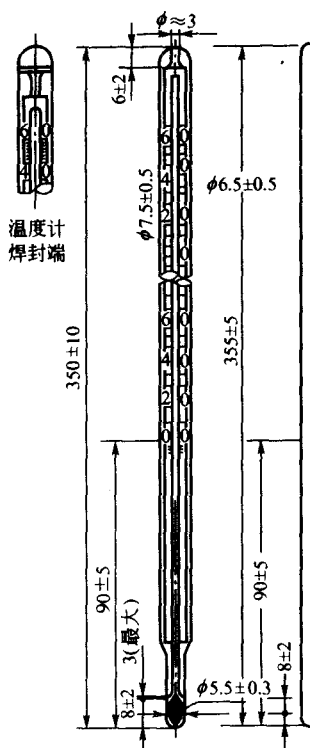


图 1-1 内标式单球温度计



图 1-2 橡皮塞

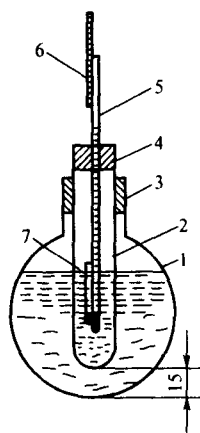


图 1-3 熔点测定装置

- 1—圆底烧瓶；2—试管；3,4—橡皮塞；
5—内标式单球温度计；6—辅助
温度计；7—毛细管

(2) 预测定 将已装好试样的毛细管附着于内标式单球温度计上，使试样层面与内标式单球温度计的水银球中部在同一高度，然后固定温度计于试管中，不可碰到管壁或管底，用电炉加热圆底烧瓶，使升温速度不超过 $5^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ ；记录试样完全熔化时的温度，以此温度作为试样的粗熔点。

3. 测定

(1) 装样 与预测定同。

(2) 测定 将内标式单球温度计固定于试管中, 不可碰到管壁或管底, 用电炉加热圆底烧瓶, 使温度缓缓上升至粗熔点前 $10 \sim 12^{\circ}\text{C}$, 将辅助温度计附着于内标式单球温度计上, 使其水银球位于内标式单球温度计露出橡皮塞的水银柱中部, 把已装好试样的毛细管附着于内标式单球温度计上, 使试样层面与内标式单球温度计的水银球中部在同一高度; 继续加热, 调节电炉炉温, 使升温速度为 $(1 \pm 0.1)^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ (注②); 试样局部液化 (出现明显液滴) 的温度作为初熔点, 试样刚好完全熔化的温度作为全熔点。

五、结果处理

试样准确的熔点为测得值加上校正值, 计算如下:

$$t = t_1 + \Delta t_1 + \Delta t_2$$

$$\Delta t_1 = 0.00016h(t_1 - t_2)$$

式中 t ——试样的熔点, $^{\circ}\text{C}$;

t_1 ——内标式单球温度计的熔点读数, $^{\circ}\text{C}$;

Δt_1 ——内标式单球温度计外露段校正值, $^{\circ}\text{C}$;

Δt_2 ——内标式单球温度计本身的校正值, $^{\circ}\text{C}$;

h ——内标式单球温度计露出橡皮塞上部的水银柱高度, 以温度值为单位计量, $^{\circ}\text{C}$;

t_2 ——附着于 $\frac{1}{2}h$ 处的辅助温度计上的读数, $^{\circ}\text{C}$ 。

注: ① 试样一定要装紧, 否则测得的熔点值偏低, 熔距增长。试样在受热过程中, 发毛、收缩、软化阶段过长, 说明试样质量较差。

② 升温速度一定要控制好, 不能突破, 只有这样测得的熔点值才准确。

思 考 题

1. 在测定熔点的过程中, 为什么温度接近熔点, 升温速度要慢?
2. 为什么要进行温度计外露段的校正? 能否用分度值为 1°C 的温度计代替内标式单球温度计测定熔点或沸点?

附 1 测定易分解或易脱水试样的熔点

测定方法除升温速度为 $3^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ 及毛细管装入试样后另一端熔封外, 其余操作完全一致。

附2 测定不易粉碎试样（如蜡状试样）的熔点

将试样在尽可能低的温度下熔融后吸入两端开口的毛细管中，使高约10mm，置冷水冷却2h，凝固后将装有试样的毛细管附着于温度计上浸入热浴中，试样上端应在热浴液面下约10mm，加热到温度上升至距熔点 5°C 时，调节热源使温度上升速度为 $(0.5 \pm 0.1)^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ ，至试样在毛细管中开始上升时的温度为熔点。

实验1.2.2 沸点的测定

一、实验目的

1. 掌握毛细管法测定有机物沸点的操作。
2. 掌握气压对沸点影响校正的方法。

二、实验器具

圆底烧瓶 250mL 直径80mm 颈长20~30mm 口径30mm，内标式单球温度计 分度值 0.1°C ，辅助温度计 100°C 分度值 1°C ，试管 长100~110mm 直径20mm，橡皮塞 外侧具有出气槽，沸点管外管 直径3~4mm 长70~80mm，沸点管内管直径1mm 长90~100mm 一端封口，可调温电炉

三、试剂与试样

硅油或液体石蜡

试样

丙酮、苯

四、实验步骤

1. 装置

将烧杯、试管及内标式单球温度计以橡皮塞连接如图1-4所示，并将其固定于铁架台上。

烧瓶中注入其体积 $3/4$ 的硅油，并向试管中注入适量的硅油，使其液面与烧瓶硅油液面在同一高度。

2. 测定

注入1~2滴试样于沸点管外管中，将沸点管内管封口向上插入外管中，用橡皮圈将装好试样的沸点管附着于内标式单球温度计