

中等专业学校教材

有机分析实验

泸州化工学校 江西化工学校 合编 谢惠波 主编



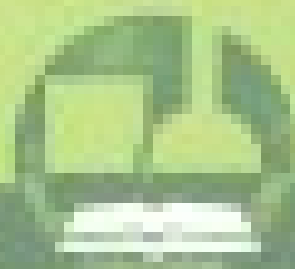
HUAGONG

化学工业出版社

中国化学会推荐教材

有机分析实验

清华大学化学系 有机化学教研室 主编 傅献琰 主审



HUAGONG

北京 化学工业出版社 北京

O656-33

X440:1

中等专业学校教材

有机分析实验

泸州化工学校 合编
江西化工学校

谢惠波 主编

化学工业出版社

· 北 京 ·

(京)新登字039号

图书在版编目(CIP)数据

有机分析实验/谢惠波主编. —北京: 化学工业出版社,
1992.5

中等专业学校教材

ISBN 7-5025-0996-8

I. 有… II. 谢… III. 有机分析-化学实验-专业学
校-教材 IV. 0656-33

中国版本图书馆CIP数据核字(95)第03057号

中等专业学校教材
有机分析实验
泸州化工学校 合编
江西化工学校
谢惠波 主编
责任编辑: 孙世斌
封面设计: 于兵

化学工业出版社出版发行
(北京市朝阳区惠新里3号 邮政编码100029)
发行电话: (010)64982530
<http://www.cip.com.cn>

新华书店北京发行所经销
北京市燕山印刷厂印刷
北京市燕山印刷厂装订

开本787×1092毫米 1/32 印张4¹/₂ 字数100千字

1992年5月第1版 2002年4月北京第7次印刷

ISBN 7-5025-0996-8/G·276

定价: 8.00元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

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）；层析法（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、陕西化校刘瑛英、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

内 容 提 要

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。

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）；层析法（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。本书后面的附录是为了满足实验内容的需要而设置的。

本书是化工中专《工业分析》专业的实验教材。也可供从事有机分析的工作人员参考。

目 录

绪论	1
第一部分 有机物系统鉴定法	5
实验1.1 初步检验	5
实验1.2 熔点的测定	7
实验1.3 沸点的测定	11
实验1.4 密度的测定(密度瓶法)	14
实验1.5 密度的测定(韦氏天平法)	16
实验1.6 折光率的测定	19
实验1.7 比旋光度的测定	23
实验1.8 元素定性分析	27
实验1.9 溶度试验	30
实验1.10 官能团的检验	33
实验1.11 未知物的系统鉴定	43
第二部分 有机物化学定量分析法	49
实验2.1 燃烧法测定碳、氢含量	49
实验2.2 氧瓶燃烧法测定有机卤含量	54
实验2.3 克达尔法测定有机含氮量	59
实验2.4 韦氏法测定油脂碘值	63
实验2.5 乙酸酐-乙酸钠-乙酰化法测定季戊四醇羟值	65
实验2.6 高碘酸氧化法测定丙三醇含量	68
实验2.7 亚硫酸钠法测定甲醛含量	70
实验2.8 羟胺法测定苯甲醛含量	72
实验2.9 剩余碱水解法测定阿斯匹林含量	79
实验2.10 皂化-离子交换法测定乙酸乙酯含量	81

实验2.11	索氏抽提法测定豆粉中粗脂肪含量	85
实验2.12	重氮化法测定磺胺类药物含量	87
实验2.13	测定糖的含量	92
	方法 I 斐林试剂容量法	92
	方法 II 铁氰化钾法	95
实验2.14	次碘酸氧化法测定醛糖含量	98
实验2.15	卡尔-费休法测定有机物中水的含量	100
第三部分	层析法	105
实验3.1	纸色谱法分离三种染料	105
实验3.2	纸色谱法测羟基乙酸 R_f 值	108
实验3.3	薄层色谱法分离 α 、 β 萘酚	111
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	113
实验3.5	综合试验	116
附录		119
附录一	附表	119
	表1. 气压计读数的校正值	119
	表2. 纬度校正值	120
	表3. 沸程温度随气压变化的校正值	120
	表4. 韦氏法测定碘值试样参考质量	121
	表5. 常见油脂的碘值和密度	121
	表6. 部分有机物安全知识一览表	122
附录二	部分试剂的制备和溶剂的处理	129
附录三	有机分析实验室所需仪器清单	137

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, 不要盲目的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、弄懂操作程序,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,例如测定物质的折光率必须在 $20^{\circ} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 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，锲而不舍不是盲目的重做实验，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 有机物系统鉴定法

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、仪器

坩埚钳

坩埚盖

放大镜 10倍

表面皿 10cm

三、试剂与试样

盐酸溶液cP 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。

取2mL液体试样于干燥试管中，观察试样是否分层、有无固体悬浮物存在。

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它颜色。

3. 气味审察

取少量固体试样于表面皿上，嗅其气味（注①）。

取装液体试样的滴瓶，提起滴头，嗅其气味。

4. 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：

表 1-1 初步检验实验记录

实验项目	现象记录	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								
	残渣咸溶性 及有无气体								

- (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、特臭或象什么味等。
- 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。

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 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、仪器

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℃(如图1-1)
 辅助温度计 100℃ 分度值1℃

- 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)
 玻管 长800mm 直径8~10mm
 电炉 500W 调压器800W
 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, 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, 取一长约800mm的干燥玻管直立于瓷板上, 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)。

(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℃/min, 记录试样完全熔化