

高等农业学校教学参考書

有机化学实验

北京农业大学有机化学教研組編

高等教育出版社

高等农业学校教学参考書



有机化学实验

北京农业大学有机化学教研組編

高等教育出版社

本書系北京农业大学有机化学教研組根据北京农业大学历年来的有机化学实验和 1959 年教学革新中增添的内容合編而成。

本書共有 23 个实验, 主要包括基本操作、有机制备和各类化合物的性質試驗三部分。性質試驗的操作手續适合于課堂演示, 制备試驗多属于生产性質的, 取材容易, 且产品多为可利用的材料, 故本書可作为高等农业学校各专业的实验用書, 并可根
据具体情况选择安排。

有 机 化 学 实 驗

北京农业大学有机化学教研組編
高等教育出版社出版 北京宣武門內承恩寺 7 号

(北京市書刊出版业營業許可証出字第 054 号)

京华印書局印装 新华書店發行

統一書号 13010·680 开本 850×1168 $1/32$ 印張 2 $11/16$

字數 57,000 印數 0001—4,500 定价 (6) 另 0.30

1959 年 10 月第 1 版 1959 年 10 月北京第 1 次印刷

序

本書是为高等农林院校有机化学教学而編写的实验指导，内容力求与课堂教学紧密地联系，可供农学、果蔬、植保、农經和土壤农化等专业学生使用。

全書共分二十三个实验，主要包括有机化学实验的基本操作、各类有机化合物的性質試驗和有机制备等三个方面。属于基本操作的实验有实验一、二、三、四和五；属于性質試驗的实验有实验七、八、十、十一、十四、十六、十八、二十一、二十二和二十三；属于制备实验的实验有实验九、十二、十三、十五、十七、十九和二十。通过实验要求学生更深刻地理会各类有机化合物的性質，并学会有机化学实验的基本操作技术。

最近一年的教学实践中，我們讓学生在实验室里主要做有关基本操作和制备方面的实验，属于性質試驗的大部分实验（带*号的实验）則是配合講授而在課堂进行示演。这样不但可以提高講授效果，而且也避免了与中学化学教学的部分重复。此外，我們曾組織了現場教学，参观和学习在学校附近的有机化学方面的工业生产，作为实验課的一部分。

我校安排的每次实验时间是四节課（3小时），所以基本操作部分的实验一和二，三和四可以一次做，有关性質的实验也可以每次做两个。至于制备实验則每次作一个。各农林院校可根据具体情况自行选择安排。

由于編写时间仓促和水平的限制，不免有錯誤和不妥之处，請各兄弟院校和有关方面批評指正。

編者 1959年6月

目 录

序	1
基本操作	1
有机化学实验常用仪器	4
实验一 重结晶	6
实验二 熔点的测定	11
实验三 蒸馏及沸点的测定	14
实验四 分馏	17
实验五 水蒸汽蒸馏	20
实验六 有机化合物元素的定性分析	23
*实验七 脂肪烃的制备及其性质	27
*实验八 芳香烃的性质	32
实验九 硝基苯的制备	34
*实验十 卤代烃的性质	36
*实验十一 醇、酚的性质	37
实验十二 无水乙醇的制备	41
实验十三 乙醚的制备	43
*实验十四 醛与酮的性质	46
实验十五 糠醛的制备	49
*实验十六 羧酸及其衍生物的性质	52
实验十七 乙酸乙酯的制备	57
*实验十八 胺的性质	59
实验十九 乙酰苯胺的制备	62
实验二十 对-氨基苯磺酸的制备	64

*實驗二十一	油脂的性質.....	66
實驗二十二	碳水化合物的性質.....	69
實驗二十三	蛋白質的性質.....	73
附录		76

基本操作^①

一、煤气灯的使用

在化学实验室内，常使用煤气灯来加热。我们实验室里的煤气灯是用压缩空气吹入盛有苯的瓶中，然后将可燃性的气体导入煤气灯里燃点的。效果与一般煤气灯相同，但使用时应注意压缩空气的开闭，勿使空气导入太猛，并且应调节进入煤气灯的空气，使保持明亮的火焰。

二、玻璃加工

1. 玻璃管的割断 先用三角锉刀(或砂轮锉刀)用力在玻璃管上刻划一痕，在操作时，锉刀只许朝一个方向刻划，以免损坏锉刀(如图1所示)。然后用双手握住玻璃管，把刀痕部分朝向外方(如图2所示)，最后用大拇指用力将玻璃管折断(如图3所示)。

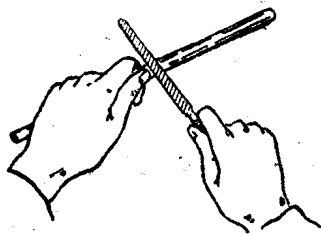


图 1.

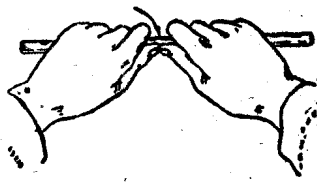


图 2.

2. 玻璃管的弯曲 取长度适当而干燥的玻璃管一支，用双

① 在本实验中，教員可根据以后的实验如蒸馏装置中所需配的弯管，木塞等规格指定同学有目的地弯管和鑽木塞孔，避免浪费。

手拿住,放在煤气灯的火焰上加热(如图4所示),为了使受热均匀,玻璃管必须随时朝一个方向转动。待玻璃管软化时,将它立刻从火焰中取出,使弯成所需要的角度(如图5及图6)。玻璃管弯曲部分的厚薄和粗细必须保持均匀(如图7中A所示)。

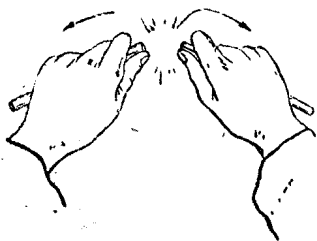


圖 3.

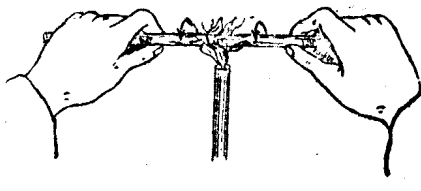


圖 4.

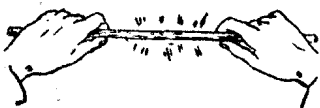


圖 5.

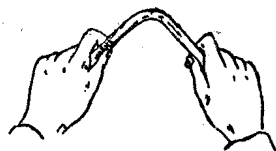


圖 6.

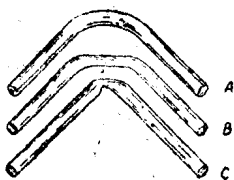


圖 7.

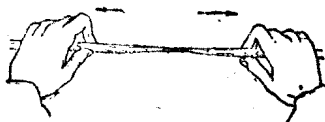


圖 8.

3. 毛细管的拉制 取玻璃管一支,按上法在火焰上加热,并随时朝向一个方向转动,等管烧得十分软化时,立刻取出,拉成直径为1毫米的毛细管(如图8所示),并用铰刀将毛细管锯成长度为6—7厘米。

三. 木塞鑽孔

在化学实验里,有时需要将木塞鑽孔,以便在其中插入玻璃导管等等。首先需要选择一个大小合适的軟木塞,一般以塞子能塞

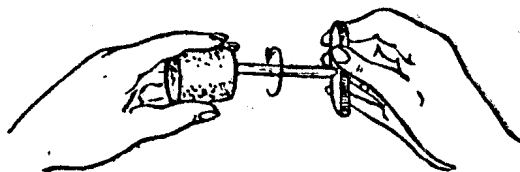


圖 9.

入容器頸口,但塞入部分不超过塞子全长的 $\frac{1}{3}$ 至 $\frac{1}{2}$ 为合适。鑽孔的方法是:用左手拿住木塞,取直徑略小于导管的鑽孔器(如图9所示)在木塞的狭小的一端先开始鑽孔。鑽孔时,用右手拿鑽孔器,对准鑽孔的地位,将鑽孔器垂直地向內轉动,并用力往里推;等鑽孔器已鑽入木塞的 $\frac{1}{2}$ 时,将鑽孔器拔出,除去器內的木塞心,然后在木塞的另

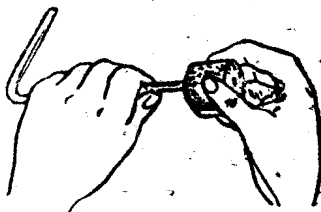
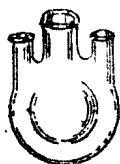


圖 10.

一端按上法鑽孔,直至两端鑽通为止。最后把留在鑽孔器內的木塞心取出。若使用鑽孔机来鑽孔时,可先将鑽孔机对准了塞子狭小的一端的中心,然后搖动搖輪,直至鑽通为止。此外,給橡皮塞鑽孔时,最好在鑽孔处滴上几滴碱液或甘油用作潤滑剂,以便鑽孔易于进行。

将弯好的玻璃管插入已鑽孔的塞子时,應該先把玻璃管的一端浸以水;插入时,不得用手持在玻璃管弯曲的部位,因易使玻璃管折断并伤及手掌。手持玻璃管插入塞孔的方法应如图10所示。

有机化学实验常用仪器



三口烧瓶



圆底烧瓶



蒸馏瓶



直形
冷凝器



球形
冷凝器



空气
冷凝器



分馏柱



锥形瓶



抽滤瓶



烧杯



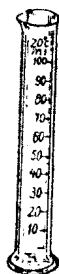
分液漏斗



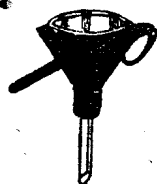
干燥器



弯形接管



量筒



热水漏斗



表面皿



溫度計



布氏漏斗



蒸发皿



漏斗



試管

实验一 重结晶

一、说明

凡是含有杂质的固体有机化合物，可利用它和这些杂质在某一溶剂内的溶解度的不同，把它和杂质分离而达到纯化的目的，这种方法称之重结晶。

许多有机化合物在同一溶剂中的溶解度，常随温度的升高而增加。将欲纯化的有机化合物溶于少量的热溶剂，令其冷却后，可重新结晶析出该化合物。若溶剂选择适当，则杂质在热溶剂中不溶解，或溶解后冷却时仍留于溶液内，这样就可用过滤法使杂质与纯物质分离。通常一个有机化合物须经过数次重结晶后方能提纯。

在实际操作中，常按下列几个步骤进行重结晶：

1. 把要重结晶的有机化合物在较高温度下溶解在适当的溶剂中。所谓适当的溶剂是：①溶剂必须与提纯的物质不起任何化学变化；②溶剂对杂质的溶解度必须很大，或者根本不溶解；③溶剂

常用作重结晶的溶剂

溶 剂	沸点℃	溶 剂	沸点℃
水	100	二硫化碳	46
甲 醇	64	丙 酮	56
乙 醇	78	三氯甲烷	61
乙 醚	34	四氯化碳	76
乙酸乙酯	78	苯	80
冰 醋酸	119	石 油 醚	50 90

与提纯的物质易于分离，最好选择沸点较低（在100℃以下）的溶剂，因其较易挥发；④溶剂在高温时能溶解相当多的纯物质，在低温时却只能溶解极少量的。

在操作时，将欲纯化

的物質放在錐形瓶中（如以水作溶劑，可以使用燒杯），加入少量溶劑，加熱到沸騰，然後再加入溶劑，並再加熱使其沸騰，直到該物質全部溶解為止。為避免溶劑揮發，必要時在錐形瓶上裝置一迴流冷凝器，溶劑可由冷凝器的上口加入。除用高沸點溶劑的操作外，一般均在水浴上加熱。當傾注可燃性溶劑時，必須先將燈熄滅，以避免着火。

2. 將溶液趁熱過濾（為了除去一些不溶的雜質）。如果溶液的顏色很深，可加入適量的活性炭，加入的量，應能使溶液完全脫色為度，須避免過量。加入活性炭後，應煮沸數分鐘，使脫色完全。

若欲純化的物質的溶液中含有不溶性雜質或加入了活性炭，最好用熱水漏斗過濾。這種漏斗的外層為金屬壁，裡面裝着一個普通漏斗，在金屬壁與普通漏斗之間充水到約為其體積的 $\frac{2}{3}$ 或 $\frac{1}{2}$ 處，用燈將其中的水加熱（見圖 11）。使用熱水漏斗過濾時應該用折疊濾紙（見圖 12）。此外，也可用大小適當的磁漏斗（或稱布氏漏斗），裝在抽濾瓶上，進行抽濾（見圖 13）。假如提純的化合物在冷卻時很容易結晶出來，當溶液較濃時，在漏斗中就會有結晶析出，漏斗的小孔將被堵塞，過濾亦即中斷。為了避免這種現象，可以加入少許過量的溶劑，或在過濾前將磁漏斗先在烘箱中烘至溫熱。

3. 要得到理想的結晶，必須將濾液靜置使其慢慢冷卻，從而讓結晶很好地形成。有時為了促進結晶的開始，常用玻璃棒摩擦容器壁，或

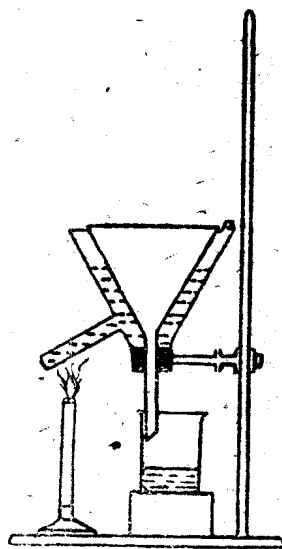


圖 11.

者投入“晶种”(以前制得的同一种物质的结晶)。

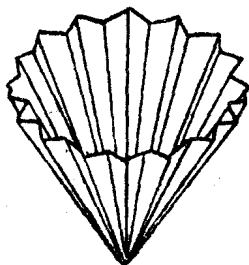


圖 12.

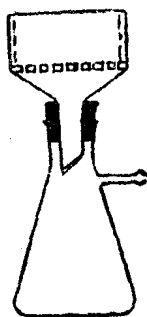


圖 13.

4. 将所得到的结晶借磁漏斗用抽滤法过滤，使它与母液分开。在磁漏斗内应用圆形滤纸，其直径应比磁漏斗略小，但要使漏斗底上所有的小孔全部被盖没。为了使滤纸能完全紧贴在磁漏斗上，在过滤前先用溶剂将滤纸润湿，然后打开水抽气泵抽气过滤。滤毕，应先使抽滤瓶与水吸管分开，然后关水抽气泵，以免水倒流入抽滤瓶内。

为了能够有效地除去母液，可用玻璃塞压挤抽滤漏斗上的结晶。

5. 为了除去结晶表面上的母液，必须用少量冷的溶剂来洗涤结晶。操作时，应先停止抽气，加溶剂使结晶润湿，并静置片刻，以使结晶能够均匀地被湿透，然后再抽气，将溶剂抽净。这样的操作需要重复一二次，但不宜过多，以免过多的损失结晶。

6. 抽滤后的结晶，放在表面皿或滤纸上，薄薄地铺成一层，置于空气中晾干即可，有时为了加速结晶体的干燥，可将结晶放于烘箱中烘干。易于吸水或者沸点较低的有机物，应置于干燥器或真空干燥器中干燥。常用的干燥剂有无水氯化钙，氢氧化钠或浓硫酸。

酸等。

二、實驗材料

不純的对-氨基苯磺酸(或不純的乙酰苯胺)

活性炭

三、實驗手續

用台秤称取 5 克不純的对-氨基苯磺酸(或不純的乙酰苯胺), 放在一个 250 毫升烧杯里, 加入約 100 毫升水。将混合物加热煮沸, 如果对-氨基苯磺酸不能完全溶解, 則需繼續加水, 直至加热煮沸后能完全溶解为止(有些不能溶解的杂质, 如砂粒、尘土等除外)。于溶液中加入 1 克活性炭^①, 繼續加热数分鐘; 与此同时, 准备好一个热水漏斗和一張折叠滤紙^②, 将折叠滤紙放在热水漏斗里。待热水漏斗中的水沸騰后, 立刻将煮沸的溶液倒于滤紙中心部分, 滤液用烧杯收集。滤毕, 可将烧杯放在冷水浴中冷却, 使結晶完全析出。如果没有結晶析出, 用玻璃棒攪动, 促使結晶形成。借磁漏斗用抽滤法过滤, 使結晶与母液分离, 用少量冷水洗滌結晶二次, 并用玻璃瓶塞将漏斗上的結晶压干。最后将結晶放在干净的滤紙上晾干, 或把它移在表面皿上, 在烘箱中烘干称重。

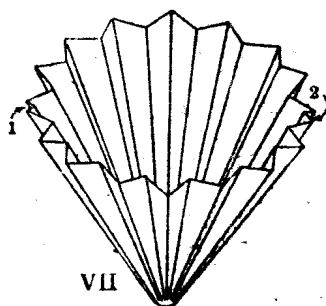
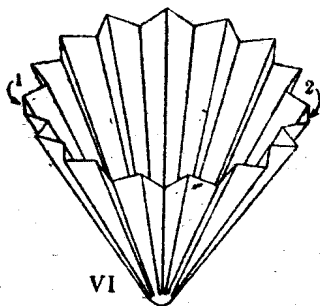
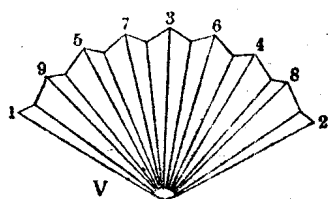
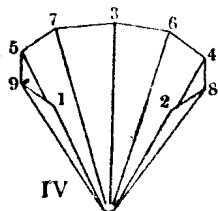
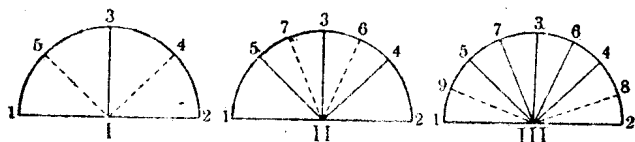
① 不可在沸騰时或溶液很热时加入活性炭, 否則溶液将猛烈溅出。

② 为了提高过滤的效率, 避免滤紙紧贴在漏斗壁上, 需用折叠滤紙。

本实验中所用的滤紙大小視漏斗直徑大小而定, 例如, 漏斗的直徑为 15—18 厘米, 則用 24 厘米直徑的滤紙, 一般說来, 滤紙的直徑要比漏斗的直徑大 1/3 左右。

把滤紙先折成对半, 再折成四分之一(如下图 I)。以 2 对 3 叠成 4; 以 1 对 3 叠成 5, 以 2 对 5 叠成 6; 以 1 对 4 叠成 7(如下图 II)。以 2 对 4 叠成 8; 以 1 对 5 叠成 9(如下图 III)。然后向同方面折叠, 叠成 8 等分(如下图 IV)。

为此滤紙执在左手, 把 2 与 8 間; 8 与 4 間; 4 与 6 間, 以及 6 与 8 間等各向反向折叠, 直叠到 9 与 1 之間为止, 如同折扇一样(如下图 V)。然后打开这张滤紙。注意 1 及 2(如下图 VI)为相对的折, 即将此处折成二(如下图 VII)。最后将各处重行用力压叠, 再打开, 即可放在漏斗里使用。打开后的样子如下图 VII 所示。



实验二 熔点的测定

一、说明

純粹物質的熔点就是該物質的晶体和它的液体在它本身的蒸氣压力下，建立平衡状态时的溫度。因为大气压力对这种平衡溫度的影响很小，所以通常把物質的晶体及其液体与空气接触时建立平衡的溫度当作該物質的熔点。

在有机化学中，熔点是固态有机物的最重要的物理常数之一。通常总是根据熔点来断定有机物的純度和鉴定一个有机物，即确定它是否与已知的物質相同。純粹有机物有一定的熔点，而且其熔化介限（物質开始熔化至全部熔化的溫度差）很小，約 $0.5-1.0^{\circ}\text{C}$ 。不純的有机物的熔点，除較純粹的有机物的熔点有显著的降低外，其熔化介限也很大。

測定未知物最簡便的方法是測定混合熔点，例如未知物 X 与已知物 A 具有近乎相同的熔点，要确定 X 是否与 A 是同一个物質时，就把等量的 X 和 A 一起研碎，混合均匀，然后測定混合物的熔点。如果混合物的熔点和 A 及 X 差不多相同，那么 X 和 A 就是同一物質，若这样得到的混合物的熔点比 A 和 X 的熔点低得多，通常要低到 $10-30^{\circ}\text{C}$ ，并且熔化介限很大，那么 X 和 A 就不是一个物質。

固体有机化合物的熔点，一般都在 $40-300^{\circ}\text{C}$ 之間，所以在实验室里是很容易測定的。熔点的測定常用毛細管法，这样得出来的数据比真正的平衡溫度略微高一些，我們称它为毛細管熔点，多数化学書上所載的熔点都是毛細管熔点。測定熔点时，通常把固