

有机化学实验讲义

郭守田 编

沈阳航空工业学院

说 明

新建的工业安全工程专业设置有机化学课（50 学时左右），本实验讲义就是根据有机化学课的需要而编写的。这里我们选编了四个实验（17 学时左右）。考虑到蒸馏、分馏是有机实验最基本、最常用的技术，故选了“常量法测定甲苯沸点”及“甲醇—水分馏”二个实验。在此基础上又选了一个有机物的制备实验，（1-溴丁烷的制备），使学生初步了解有机物的制备、分离、提纯过程。最后为了让学生掌握定性鉴定有机物中常见元素的方法，又选了“有机化合物的元素定性分析”实验。

选编过程虽属收他家之果，集众书之成。但因编者水平所限，缺点错误也还会不少。希望同志们指正。

目 录

说 明

第一部分 实验须知

一、目的与要求	1
二、实验室一般注意事项	2
三、事故的预防和处理	2
四、有机化学实验中常用仪器	4
五、仪器的洗涤与干燥	10
六、实验记录	11
七、实验报告要求	12

第二部分 有机化学实验的基本技术

一、加热	16
二、冷却	17
三、搅拌	18
四、滴加	19
五、干燥管的使用	19
六、液体有机物的干燥和干燥剂	20
七、洗涤	25
八、回流	27
九、常压蒸馏	28
十、分馏	33

第三部分 实验内容

实验一 甲苯的沸点测定(常量法)	37
------------------------	----

实验二	甲醇 — 水分馏	39
实验三	1 - 溴丁烷的制备	42
实验四	有机化合物的元素定性分析	45
附 表:	有关物质的物理常数表	50

有机化学实验

第一部分 实验须知

一、目的与要求：

有机化学实验是有机化学课程的一个重要环节。它的教学主要目的是培养学生的独立工作能力，以及分析问题和解决问题的能力；学会进行有机实验的基本技能、学会正确选择有机化合物的合成方法及鉴定方法；让学生增强感性知识，巩固并扩大书本上所学的理论知识；使学生养成良好的科研作风及严肃的科学态度（如：理论联系实际、实事求是、谦虚谨慎、严格细致、细心观察、如实记录、周密思考等作风）。为在今后的工作中有一个良好的工作习惯打下基础。

因此，学生要认真对待有机实验。要求学生：

1. 实验前要预习，写出预习题纲（内容包括实验的原理、主要目的与要求，扼要的步骤，并回答实验讲义中的思考题。总之，要做到进入实验室后，基本明确需要准备什么、先做什么，后做什么，如何合理安排时间等。不写预习题纲，不能进行实验，而实验缺做者，不能评定有机化学课的成绩。

2. 实验中：(1)要仔细观察现象，认真及时记录，在记录时不得用单片或零碎纸头记录，而要专门的记录本，如何记录，参照P11实验记录一段。(2)不得大声说话，集中思想，认真操作、文明实验。仪器、药品摆放得整整齐齐，实验进行得有条有理。保持实验室整洁，公共仪器，药品不得随意挪动。(3)听从教师指导，严格按操作规程和实验步骤进行实验。注意安全，注意节约。(4)未经教师许可，不得擅自离开。

3、实验后：(1)仪器要洗刷干净，药品按原样摆放整齐，实验台要收拾干净，关妥水、电、煤气。(2)学生轮流值日，值日生的职责是整理公共仪器，打扫实验室、检查水、电、煤气、关好窗户。

二、实验室一般注意事项：

1、必须遵守实验室各项规章制度。

2、实验前要了解所用药品、仪器的性能及安全知识，检查仪器是否损坏，装置是否正确。

3、实验过程中要注意反应是否正常，仪器有无漏气和碎裂。

4、任何固体物质不能投入水池中，废纸和废屑应投入纸箱内，废酸和碱液应小心地倒入废液缸内。

5、实验室内不准吸烟，吃东西。实验完毕后要洗手。

三、事故的预防和处理

(一)防火

在有机化学实验中，常常使用酒精、汽油、乙醚、丙酮等易挥发，易燃烧的溶剂。操作不慎，很容易引起火灾事故。为了防止事故的发生必须注意以下几点：

①操作和处理易挥，易燃烧的溶剂时要远离火源。保持室内空气畅通。

②实验室内不易贮放大量易燃品，更不要将易燃品与强氧化剂（如：氯酸钾、过氧化物、浓硝酸等，放在一起。

③易燃有机溶剂（尤其是低沸点易燃溶剂）在室温时具有较高的蒸气压，当空气中易燃有机溶剂的蒸气达到某一限度时，遇有明火便会发生燃烧爆炸。因此，切忌将易燃溶剂倒入废液缸中。更不能使用开口容器盛放易燃溶剂。倾到易燃溶剂时应远离火源，最好在通

风橱中进行。

④一旦发生火灾，不要惊慌。首先要熄灭火源或切断电源，移开附近易燃物质，然后根据具体情况或采取隔绝空气方法灭火或用灭火器灭火。要特别注意，有机溶剂着火时绝对不能用水浇，因为这样非但不能灭火，而且会使火焰随水而蔓延开来。

(二) 防毒

大多数有机物都有毒（如：硝基苯、苯胺、苯酚、苯、甲醇等）。中毒途径可通过呼吸道，食道或皮肤接触等。实验室中，在保管使用毒品方面要注意以下几点：

①有毒药品不能随意乱放、乱丢。剧毒品要有专人保管和发放。

②接触有毒或有腐蚀性固体或液体时必须带橡皮手套，操作后要洗手，切勿将毒品沾及五官或伤口。

③能产生有毒气体或腐蚀性气体的实验要在通风橱中进行。

④吸入口中尚未咽下者应立即吐出，用大量水冲洗口腔。如已咽下，应根据毒物性质给以解毒剂，并立即送医疗单位。

下面为几种不同性质毒物的一般处理方法：

1、腐蚀性毒物：对于强酸，先饮用大量水，然后服用氢氧化铝膏、鸡旦白；对于强碱，也应先饮用大量水，然后服用醋、酸果汁，鸡旦白。不论酸或碱中毒再给以牛奶灌注，不要吃呕吐剂。

2、刺激剂及神经性毒物：先给牛奶或鸡旦白，使之立即冲淡和缓和，再用一大匙呕吐剂（约30克）硫酸镁溶于一杯水中催吐。有时也可采用将手指伸入喉部促使呕吐的方法，然后送到医疗单位。

吸入气体中毒者：将中毒者移到室外，解开衣领及钮扣。吸入少量氯气和溴者，可用碳酸氢钠漱口。

三、其它事故

①割伤：轻伤仍及时取出玻璃碎片，挤出污血，用蒸馏水洗净伤口，涂上红药水，用纱布包好。

②烫伤：高温加热的器材如铁圈，油浴设备等易烫伤皮肤要加以注意。一般烫伤可涂甘油或凡士林。火伤可涂的苦味酸或硼酸油膏。

③强酸、强碱灼伤：伤处用大量水冲洗。若为强酸灼伤，再用1%碳酸氢钠洗；若为强碱灼伤，再用1%醋酸洗；最后都用水洗，再涂上药用凡士林。被溴液灼伤时，伤处立即用石油醚洗，再用2%硫代硫酸钠溶液洗，擦上甘油。

为处理事故需要，实验室应有一急救箱，箱内可放以下一些物品：

1、绷带、纱布、药棉花、橡皮膏、医用镊子，剪刀等。

2、凡士林、石油醚、烫伤油膏。

3、醋酸溶液1%，碳酸氢钠溶液1%，硫代硫酸钠溶液2%，硼酸溶液1%。

四、有机化学实验中常用仪器。

烧瓶（见图1）

图1 烧瓶

①平底烧瓶(*a*)，适用于配制和贮存溶液，但不能用于减压实验。

②圆底烧瓶(*b*)、(*c*)能耐热、耐反应物(或溶液)沸腾以后所发生的冲击震动。其中短颈圆底烧瓶(*c*)瓶口结实，在有机化合物合成实验中最常用。水蒸气蒸馏实验通常用长颈圆底烧瓶(*b*)。

③锥形烧瓶(*d*)、简称锥形瓶、常用于常压蒸馏实验的接受器，但不能用作减压蒸馏实验的接受器。

④三口烧瓶(*e*)，常用于需搅拌的实验中，中间瓶口装搅拌器，两个侧口装回流冷凝管和滴液漏斗或温度计等。

蒸馏烧瓶(见图2)

蒸馏烧瓶(*a*)，是蒸馏时最常用的仪器。克氏(Claisen)蒸馏烧瓶(*b*)最常用于减压蒸馏，易发生泡沫或暴沸的蒸馏也常使用。

图2 蒸馏烧瓶

冷凝管(见图3)

(*a*) (*b*) (*c*)

冷凝管(见图3)

直形冷凝管：(a)式的内管和套管是玻璃熔接的。蒸馏物质的沸点在 140°C 以下时，要在套管内通水冷却，但超过 140°C 时，(a)式冷凝管往往会在内管和套管的接合处炸裂。

空气冷凝管(b)：当蒸馏物质沸点高于 140°C 时，常用它代替通冷却水的直形冷凝管。

球形冷凝管(c)：其内管的冷却面积较大，对蒸气的冷凝效果较好。适用于加热回流的实验。

漏斗 (见图 4)

图 4 漏 斗

① 漏斗(a)，(b)在普通过滤时使用。

② 分液漏斗，(c)、(d)和(e)，用于液体的萃取、洗涤和分离；有时可用于滴加试剂。

③ 滴液漏斗(f)，能把液体一滴一滴地加入反应器中。即使漏斗的下端浸没在液面下，也能明显地看到滴加速度。

④ 保温漏斗(g)，也称热滤漏斗，用于需要保温的过滤。它是在普通的漏斗外面装上一个铜质的外壳，外壳与漏斗之间装水，用煤气灯加热侧面的支管，以保持所需温度。

⑤ 布氏(Biichner)漏斗(h)是瓷质的多孔板漏斗，在减压过滤时使用。小型多孔板漏斗(i)用于减压过滤少量物质。

分馏柱(见图 5)

(a) (b) (c)

图5 简单的分馏柱

分馏柱用于分馏沸点不同的液体混合物。图5中(a)为球形分

馏柱，效果较差。

(b) 为松针形分馏柱，又称韦氏 (Vigreux) 分馏柱，分馏效果较 (a) 好些。

(c) 为填充式分馏柱，是在一分馏管装入一些适当的填料 (如短玻璃管) 而成。它能扩大气、液间的接触面积，所以分馏效果较前种为好。

其它仪器 (见图 6)



接 引 管

干 燥 管

图 6 其它仪器

有机化学实验中，还常用带有标准磨口的玻璃仪器，总称标准磨口仪器。(见图 7)。

相同编号的磨口可以相互连接。这样，既可免去配塞子及钻孔等手续，又能避免反应物或产物被软木塞 (或橡皮塞) 所沾污。

使用这些标准磨口仪器时必须注意以下事项：

(1) 磨口处必须清洁，若粘有固体物质，则使磨口对接不紧密，导致漏气，甚至损坏磨口。

(2) 用后应拆卸，洗净。否则，长期放置后磨口的连接处往往

1. 晒干：这是最常用，最经济的方法，只是干燥慢不，干燥会
。将血装进血瓶或瓷瓶或瓷罐，除瓶底需开大口，扣上封蜡一(8)

将血装进血瓶或瓷瓶或瓷罐，除瓶底需开大口，扣上封蜡一(8)
120℃下烘干。注意：温度、时间、干燥管不宜。干燥器天平
外同否，代血受不供封瓶口密封，不盖，将血装进血瓶或瓷罐(1)

3. 用吹风机吹干：注意：大夏代血扣供受在烘箱，用油器
。也可先用少量酒精或酒精干燥后将血装进血瓶或瓷罐，在
。干燥器天平外同否，代血受不供封瓶口密封，不盖，将血装进血瓶或瓷罐(1)

用吹风机吹干：注意：大夏代血扣供受在烘箱，用油器
。也可先用少量酒精或酒精干燥后将血装进血瓶或瓷罐，在
。干燥器天平外同否，代血受不供封瓶口密封，不盖，将血装进血瓶或瓷罐(1)

。干燥器天平外同否，代血受不供封瓶口密封，不盖，将血装进血瓶或瓷罐(1)

。干燥器天平外同否，代血受不供封瓶口密封，不盖，将血装进血瓶或瓷罐(1)

会粘牢、不易拆开。

(3)一般使用时，磨口无需涂润滑剂，以免沾污反应物或生成物。若反应物中有强碱，则应涂润滑剂，以免磨口连接处因碱腐蚀而粘牢无法拆开。

(4)安装时应注意正确、整齐、使磨口连接处不受应力，否则仪器易折断，特别在受热时应力更大。

五、仪器的洗涤和干燥

(一) 洗涤：

所有的仪器应经常保持清洁，干燥的状态，以便随时可以使用。洗涤仪器最好是在每次实验结束后立即清洗，因为此时污物性质是最清楚的。日子久了，就会给洗刷带来很多困难。一般方法是用毛刷和去污粉刷洗，刷洗后用自来水冲洗。有时去污粉的微小粒子会粘附在玻璃器壁上，不易被水冲走，此时可用2%盐酸摇洗一次，再用自来水冲洗。已知污物为碱性，可用稀盐酸或稀硫酸溶解；若为酸性，可用稀的氢氧化钠溶液除去。

若上述方法仍不能洗净，可用铬酸洗液洗涤。

必须反对盲目使用各种化学试剂和有机溶剂来清洗仪器。这样不仅造成浪费，而且还会带来危险。

当仪器倒置时，器壁上不挂水珠表示洗涤干净。可供一般实验使用。

(二) 仪器的干燥：

很多有机反应是在无水条件下进行的，有时仪器干燥与否直接影响到实验的成败，所以，要求仪器必须干燥。常用干燥方法有下面几种：

2、烘干：将仪器控净水，口朝上放在烘箱内，在100~120℃下烘干。注意：量筒、吸滤瓶、冷凝管不宜在烘箱内烘干，分液漏斗和滴液漏斗应拔去盖子和活塞后才能放入烘箱。

六、实验记录

实验记录是实验中重要的一环。实验者应准备一本实验记录本，并编上页码，某一页码既使写错了，也不应撕掉。实验前同学应把记录格式先设计好。如一般格式为：

操作步骤	现象	备注

- 11 -

事求是、真实反映实验现象，文字力求简明扼要。特别是对那些与预期不一致的实验现象更要如实记录，并作出特殊标记，便于探明原因。应该牢记：实验记录是原始根据，每个同学必须养成珍惜原始资料的习惯。

七、实验报告要求

写实验报告就象写论文一样，要严肃认真，且不可草率从事。实验报告的格式可根据不同实验而设计成不同的形式。但总的要求是、条理清晰、逻辑性强、表达意思完整准确，讨论要具体深入。

下面是1—溴丁烷的制备实验的实验报告格式，供同学们参考：

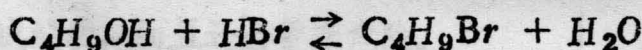
实验三、1—溴丁烷的制备

(一) 目的与要求：

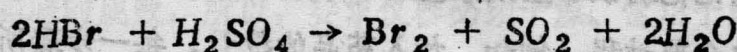
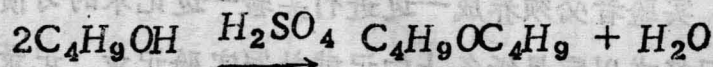
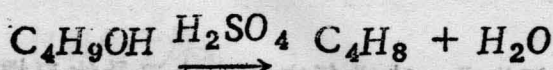
- 1、了解用溴化钠——硫酸从醇制备溴代烷的方法。
- 2、掌握分离提纯粗产品的原理和方法。

(二) 原理：

1、主反应：



2、付反应：



付产品中有正丁醚、少量丁烯、溴、硫酸氢钠和水。此外还有未作用完的正丁醇。要想得到较纯净的1—溴丁烷必须将上述物质除去。采取的方法是：初步蒸馏——洗涤——干燥——重蒸馏。

(二) 有关试剂及产物的物理常数：

名 称	分子量	比 重	沸 点	溶解情况
正丁醇	74.12	0.81	117.7 °C	溶于浓硫酸
1—溴丁烷	137.03	1.28	101.6 °C	不溶于浓硫酸
丁 醚				溶于浓硫酸
丁烯—1				溶于浓硫酸
浓硫酸	98	1.84		

(四) 实验过程：

