

有机化学实验

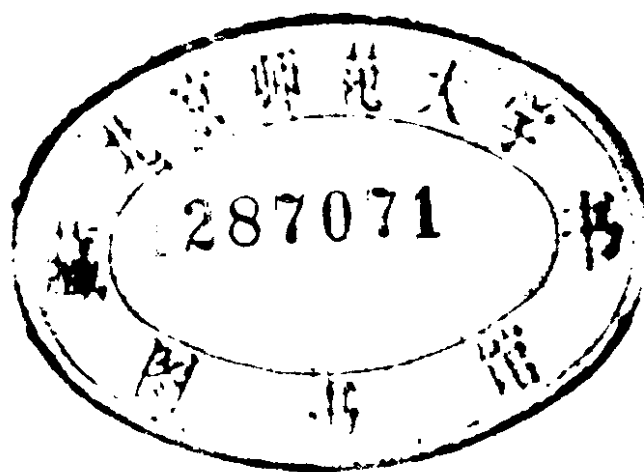
徐秀娟 杜宝山 编

中央广播电视大学出版社

有机化学实验

徐秀娟 杜宝山 编

541146/07



中央广播电视大学出版社

有机化学实验

徐秀娟 杜宝山 编

*

中央广播电视大学出版社出版

新华书店北京发行所发行

人民教育出版社印刷厂印装

*

开本 787×1092 1/32 印张 3.25 千字 68

1984 年 11 月第 1 版 1985 年 5 月第 1 次印刷

印数 1—39,000

书号: 13300·24 定价: 0.48 元

前 言

这本有机化学实验是应中央电大的要求, 为化工专业而编写的。

参照一九八〇年教育部颁布的“高等工业学校有机化学教学大纲”实验部分的内容, 并结合中央电大对化工类学生的要求, 我们在编写这本书时, 以训练学生有机化学基本实验技能为主, 同时熟悉一些固体有机化合物和液体有机化合物的制备方法。为了增加学生对有机化合物的感性认识, 也选编了少量性质实验, 以期通过有机化学实验课的学习, 能使學生具有从事有机化学实验的基本能力及技巧。

有些基本操作内容, 如水蒸汽蒸馏, 减压蒸馏等, 部颁大纲未作要求, 本书也未编入, 中央电大拟通过其它途径向学生简略介绍。

本书基本操作和合成实验的实验次序可供各地电大组织实验课时参考。带*号者为选作实验。具体安排实验时请注意合理利用时间。有些实验内容可穿插进行, 如“乙酰苯胺的测熔点”可放在后一实验“醋酸乙酯制备”中完成; 再如“烃的性质实验”可安排在“制备苯甲酸”时, 利用回流间隙完成。

参加编写本书和复核实验工作的有徐秀娟, 杜宝山, 王佩珍, 宋明瑞, 尹冬冬, 王晋康等同志, 由徐秀娟, 杜宝山同志主编定稿。

因时间仓促, 水平有限, 错误与不当之处, 恳请同志们批

评指正。

编 者

一九八四年五月 于北京师范大学

• 2 •

目 录

前言	(1)
I. 有机化学实验的一般知识	(1)
一、实验须知	(1)
二、实验室安全	(2)
三、有机化学实验常用玻璃仪器	(5)
四、玻璃仪器的洗涤与干燥	(9)
五、仪器的装配原则	(10)
六、实验报告的书写	(13)
II. 有机化学实验基本操作知识	(17)
一、玻璃工操作	(17)
二、加热与冷却	(19)
三、重结晶	(22)
四、熔点的测定	(28)
五、蒸馏及沸点的测定	(31)
六、分馏	(36)
七、回流与搅拌装置	(39)
八、萃取与洗涤	(43)
九、干燥与干燥剂的使用	(45)
III. 基本操作与合成实验	(51)
实验一 玻璃工操作	(51)
实验二 无水乙醇的制备	(52)
实验三* 环己烯的制备	(54)

实验四	苯甲酸的制备	(56)
实验五	苯甲酸的重结晶	(58)
实验六	苯甲酸的熔点测定	(60)
实验七	1-溴丁烷的制备	(61)
实验八	乙酰苯胺的制备	(64)
实验九	醋酸乙酯的制备	(67)
实验十*	顺式及反式丁烯二酸的制备	(71)
IV.	性质实验	(74)
一、	烃的性质	(74)
二、	烃的含氧衍生物的性质	(78)
三、	胺的性质	(81)
V.	附录	(83)
一、	几种有机溶剂的纯化	(83)
二、	有关试剂的配制	(87)
三、	常用有机化学实验参考书及手册简介	(89)
四、	常见有机化合物的物理常数	(91)
五、	仪器、药品一览	(93)

I. 有机化学实验的一般知识

一、实验须知

有机化学实验是有机化学学科的基础, 是学习有机化学的一个重要方面。为了保证实验的正常进行和培养良好的实验室作风, 学生必须遵守下列实验室规则:

(一) 实验前要做好一切准备工作, 应事先复习教材中有关的章节, 预习实验指导书, 做到心中有数。要充分考虑如何防止事故的发生和事故发生后所应采取的安全措施。

(二) 遵从教师指导, 严格按照操作规程和实验步骤进行实验, 不得擅自更改。发生意外事故应立即报请教师处理。

(三) 实验时, 精神要集中、操作要认真、观察要细致, 并且要随时如实记录实验现象。

(四) 保持实验室整洁。实验时做到桌面、地面、水槽和仪器四净。实验完毕后应把实验台整理干净, 仪器洗刷干净妥善放置。离开实验室前应检查水、电、煤气是否关闭。

(五) 要爱护公物。公用器材用完后, 须整理好并放回原处, 如有损坏要办理登记换领手续。要节约水、电、煤气及药品, 严格控制药品的用量。

二、实验室安全

有机化学实验所用的试剂有些是有毒、易燃、易爆或具有腐蚀性、刺激性的，若粗心大意、操作不慎，容易发生各种事故。为了预防和处理各种事故，必须重视安全操作并熟悉一般安全常识。

(一) 防火：在实验室中不要贮存大量的易燃性液体。装有易燃性液体的瓶子，不得放在灯火附近。

加热乙醚、乙醇、苯、石油醚等易挥发性液体时，切勿使用烧杯等大口容器，也不能使用密闭容器，而应采用回流装置用蒸汽浴或水浴加热。趁热过滤易燃液体时，更应远离火源。

蒸馏乙醚、丙酮等低沸点易燃液体时，必须用热水浴或蒸汽浴加热。切忌在加热过程中加入沸石。装置应严密，否则蒸汽散入空气可能会引起火灾。

使用油浴时，应严防冷水进入热油中，否则将爆溅并引起着火。加热温度较高时，应防止油蒸气着火，特别是久用的油浴由于油的闪点下降，更易着火。

易挥发的可燃性废液、可燃废物、浸过可燃性液体的滤纸、棉花等应及时集中统一处理。不可把燃着的或带火星的火柴梗投入废物缸内。

用金属钠干燥乙醚时，应谨防有水进入反应器内。含有钠残渣的废物不得倾入水槽或废物缸内，应用乙醇处理销毁。

如果不幸失火，应立即关闭煤气灯，熄灭其它热源，拉开室内总电闸，搬开易燃物质。同时，根据起火原因，采用相应

的灭火方法。

有机实验室灭火,通常不能用水,而常采用使燃着的物质隔绝空气的办法。

小器皿内着火(烧杯、烧瓶等),可用石棉板、湿抹布复盖,火即熄灭,绝不能用口吹。

燃着的液体洒在地板或桌面上,应用干燥细砂扑灭。火势较大时,应及时使用灭火器材(二氧化碳灭火器、泡沫灭火器、四氯化碳灭火器等)。

如果电器起火,须先切断电源,然后使用灭火器。但切勿使用泡沫灭火器,因泡沫可导电,会使人触电。

使用四氯化碳灭火器要打开门窗,因为四氯化碳及其高温下的分解产物都有剧毒。

扑灭燃着的钠或钾时,千万不得用水,也不得使用四氯化碳,以免引起猛烈的爆炸,通常应使用干燥的细砂覆盖。

(二) 防爆: 爆炸的毁坏力极大,应严加防止。操作时应注意:

1. 在空气未除尽前,切勿点燃氢气、乙烯或乙炔等气体。
2. 放置稍久的乙醚,有过氧化物形成,蒸馏时易发生猛烈的爆炸,所以事先必须认真检查,若有过氧化物存在,除去过氧化物后再进行蒸馏。

(三) 事故的预防与处理

1. 割伤: 玻璃仪器使用不当造成破损,碎片易割伤皮肉。如: 使用带锋利边口的玻璃管,用橡皮管连接玻璃管,或将玻璃管或温度计插入软木塞或橡皮塞中时,由于操作不当而引起割伤。若皮肉已被割伤,应先把伤口处的玻璃屑取去,

涂上碘酒,复盖消毒纱布后立即去医院进一步处理。

2. 试剂灼伤: 腐蚀性药品可伤害皮肤,对双眼的危害更为严重,故操作时应注意:

(1) 任何药品均勿直接用手取拿。取用腐蚀性药品必须戴橡皮手套。

(2) 加热或煮沸盛有液体的试管时,管口不得朝向自己或旁人。在加热或反应进行过程中,不得从试管口或从烧瓶口往下观察反应。加热浓酸或浓碱时,应注意安全。

(3) 切勿倾水入酸!特别是稀释浓硫酸时,必须将酸分次注入水中。

(4) 浓酸强碱及其它腐蚀性药品均不宜贮置高处,以免取用时发生事故。

若发生灼伤,采用下列应急措施,然后请医护人员进一步处理:

(1) 酸灼伤

皮肤——立即用大量水冲洗,然后用 5% 碳酸氢钠溶液洗涤。

眼睛——用大量水洗,再用 1% 碳酸氢钠溶液洗。

(2) 碱灼伤

皮肤——立即用大量水洗,再以 2% 醋酸溶液洗。

眼睛——用大量水洗,再用 1% 硼酸溶液洗。

(3) 溴或苯酚灼伤

立刻用有机溶剂(如酒精或汽油)洗去溴或苯酚,最后在伤处涂抹甘油。

3. 烫伤

• 4 •

轻伤可涂以饱和苦味酸酒精溶液，重伤涂以烫伤油膏后即送医务室诊治。

4. 中毒

主要由于吸入有毒气体或吞服有毒物质所引起，有些毒物也可能从割伤或灼伤的皮肤处渗入人体。预防中毒，应注意：

(1) 任何药品都不得入口。严禁在实验室内进食。

(2) 手上如沾染过药品，应用肥皂和冷水洗涤。不可用热水，以免皮肤上的毛孔张开，反使药品更易渗入；也不可用有机溶剂洗手。

(3) 沾染过有毒物质的仪器，用过后应立刻洗净。

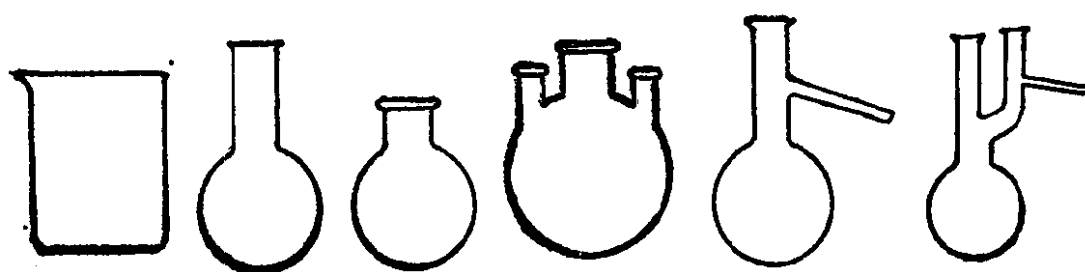
(4) 若有水银泼散在桌面，应尽可能设法收集回来，余留的残迹，可用三氯化铁溶液或硫磺粉处理。

如发现中毒或过敏现象，立即送医院诊治。

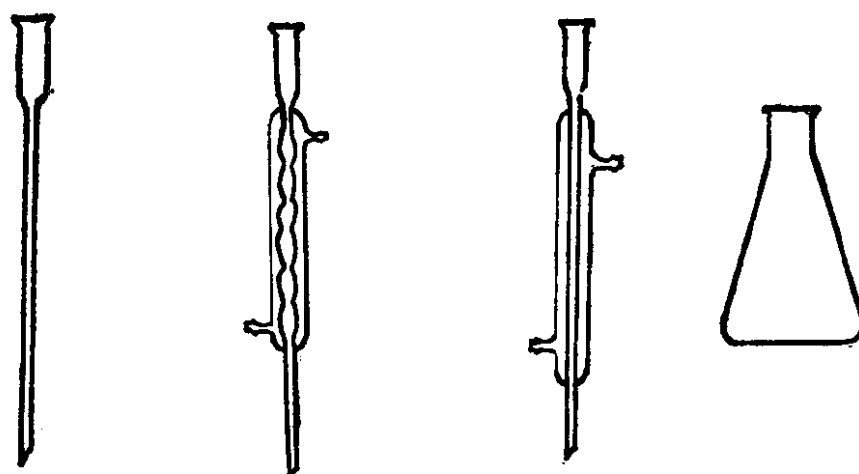
三、有机化学实验常用玻璃仪器

(一) 普通有机实验玻璃仪器(图 1)

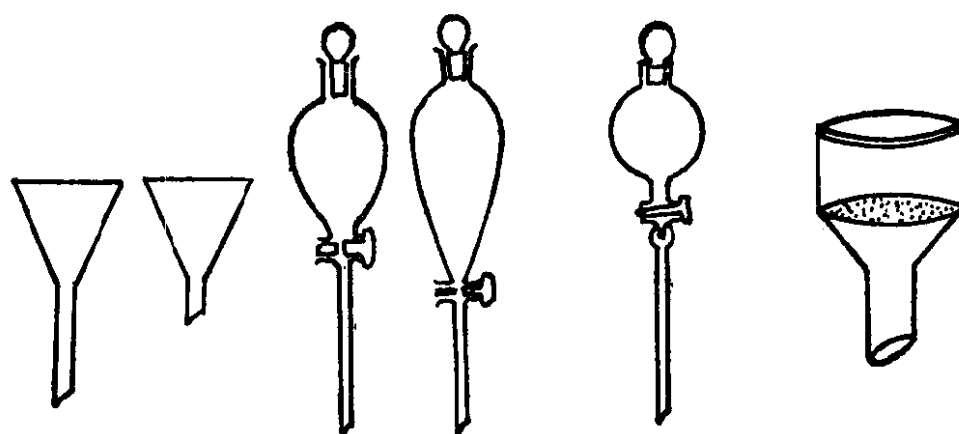
使用玻璃仪器皆应轻拿轻放，除试管等少数仪器外都不能直接用火加热。锥形瓶不耐压，不能做减压用。厚壁玻璃器皿(如量筒、抽滤瓶)不耐热，故不能加热。广口容器(如烧杯)不能贮放有机溶剂。带活塞的玻璃器皿(如分液漏斗)用过洗净后，在活塞与磨口间应垫上纸片，以防粘住。此外，不能用温度计作搅拌棒用，也不能用来测量超过刻度范围的温度。温度计用后要缓慢冷却，不可立即用冷水冲洗以免温度



(2) 圆底烧瓶 (3) 三口烧瓶 (4) 蒸馏烧瓶 (5) 克氏蒸馏烧瓶



(6) 空气冷凝管 (7) 球形冷凝管 (8) 直形冷凝管 (9) 锥形瓶



(10) 玻璃漏斗 (11) 分液漏斗 (12) 滴液漏斗 (13) 布氏漏斗

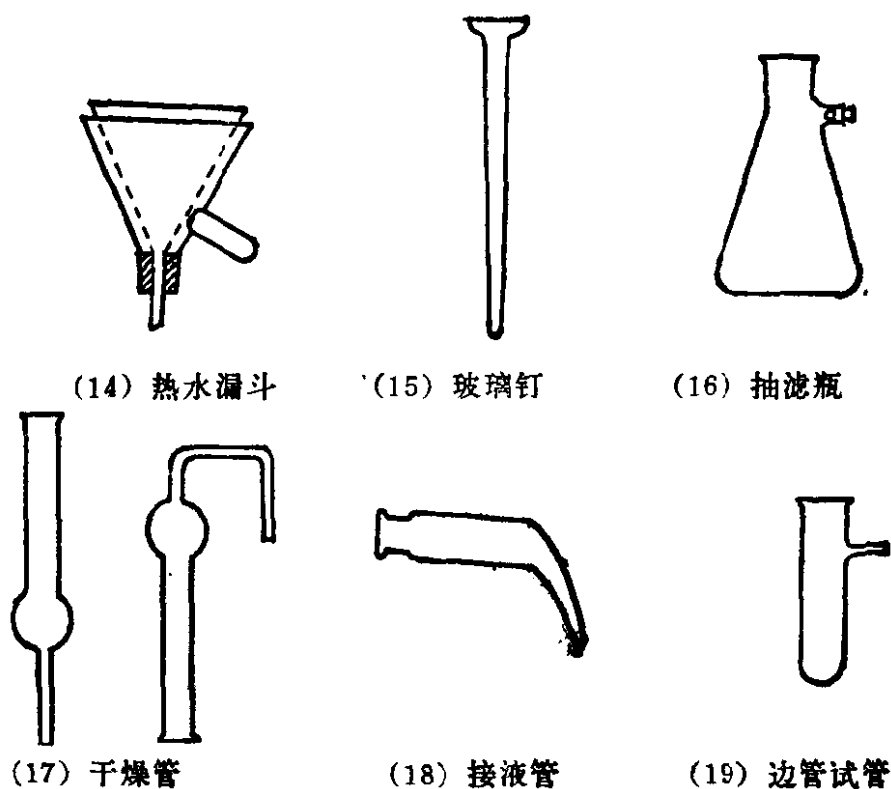


图1 普通有机实验玻璃仪器

骤然变化而炸裂。

(二) 标准磨口组合玻璃仪器

在有机化学实验中 还常用带 有标准 磨口的 组合玻璃仪器, 统称标准口玻璃仪器。

这种仪器具有标准化、通用化、系列化的特点。仪器和仪器之间进行组合时相同编号的标准磨口可以相互连接。对于磨口编号不同的仪器可借助于不同编号的磨口接头(标准接头)最常用的如[图 2(1)]使其相互连接。它们组装拆卸灵活不仅可免去配塞子、钻孔等手续, 还能避免反应物和产物被塞子所污染。

标准磨口组合玻璃仪器一般分为常量有机制备仪和半微量有机制备仪两种。标准磨口的最大直径(以毫米为单位计)

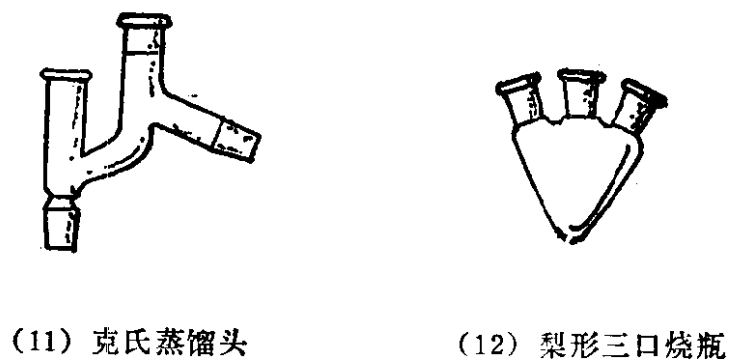
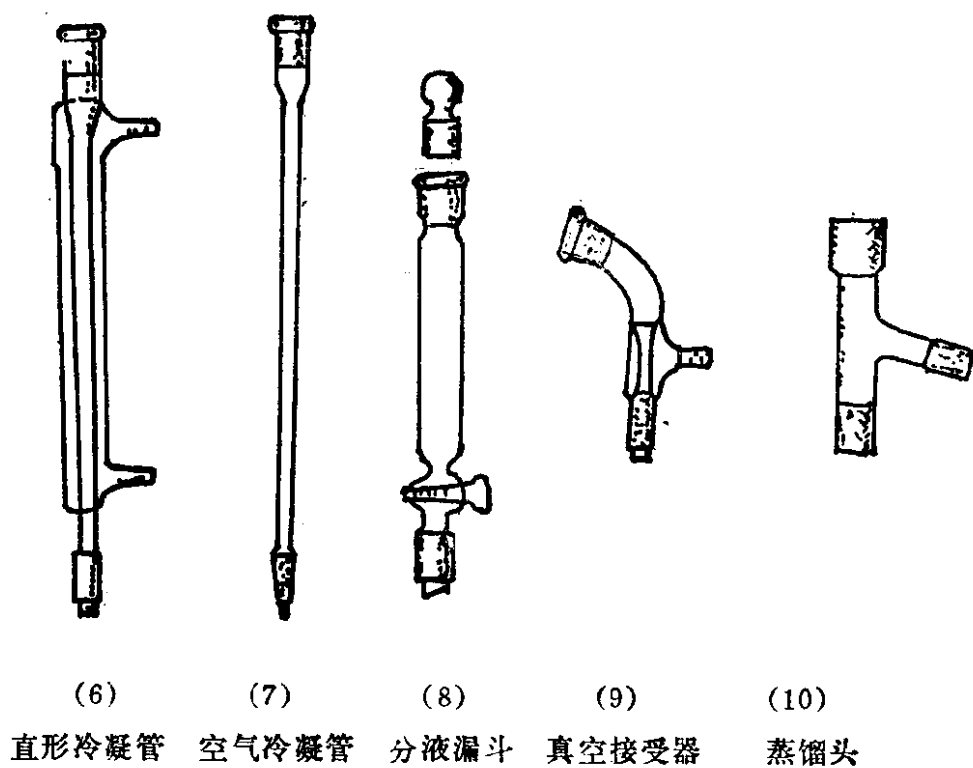
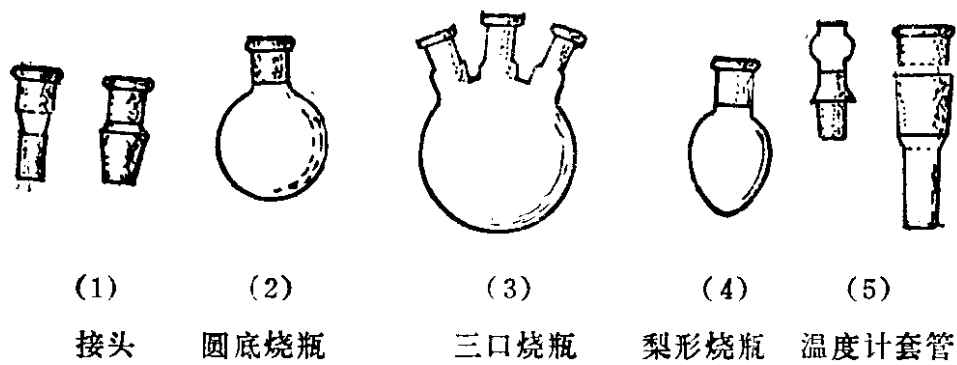


图 2 标准口玻璃仪器

即为其磨口编号。常量有机制备仪中磨口编号常见的有 $\phi 19$, $\phi 29$; 半微量有机制备仪中磨口编号常见的为 $\phi 14.5$ 。

常用的标准口玻璃仪器如(图 2)。

在使用标准磨口玻璃仪器时, 为避免漏气和磨口粘连难以拆卸等情况的发生, 必须注意保持磨口处的洁净, 并且在使用后尽早地拆卸、洗净, 不要长期放置而不予拆卸。在反应中有碱性物质尤其是有强碱存在时, 应在磨口处涂上润滑剂。常压操作时均匀地在磨口处涂上薄薄的一层凡士林即可, 若为减压操作则应涂上真空油脂, 其涂法与涂凡士林相同。

如果反应时在仪器的磨口处涂过润滑剂, 在所涂油脂未经擦拭和洗净时, 不要将仪器放进烘箱内烘烤干燥。否则, 磨口处会附着上一层棕黑色杂物, 影响磨口的质量。

四、玻璃仪器的洗涤与干燥

(一) 仪器的清洗

为使清洗工作简便有效, 应在每次实验结束后, 立即清洗使用过的仪器。玻璃仪器的洗涤, 一般用洗衣粉或去污粉洗刷干净(不得用去污粉洗刷磨口仪器的磨口), 再用水冲洗。用上述方法洗涤后, 若仍有少许残渣, 可用 $K_2Cr_2O_7-H_2SO_4$ 洗液浸泡后再进行洗涤。必要时可用浓硝酸或滴入少量丙酮进行洗涤。如果用于精制产品, 或供有机分析用的仪器, 则尚须用蒸馏水涮洗以除去自来水冲洗带入的杂质。

(二) 仪器的干燥

仪器洗净后, 常常需要干燥, 以符合实验需要。一般可将

洗净的仪器倒置, 使其控干。在进行某些操作时, 如格氏反应, 需要绝对干燥的仪器, 因此必须放在烘箱中烘干(有机溶剂涮过的仪器切勿放入烘箱)。较大的仪器或者洗涤后立即使用的仪器, 为了节省时间, 可将水尽量沥干后, 加入少量丙酮或乙醇涮洗, 再用电吹风吹干。使用电吹风时, 应先通入冷风 1~2 分钟, 当大部分溶剂挥发后再吹入热风使其干燥。

五、仪器的装配原则

实验时仪器装配得正确与否, 往往与实验的成败有直接的关系。

首先, 在装配仪器时, 所选用的仪器和配件应当是干净和干燥的, 因为仪器中存在的杂质和水滴, 往往会严重影响产品的产量和质量。

需要加热的实验, 应选择坚固的仪器如圆底烧瓶作反应器, 因为它能耐温度的变化和反应混合物沸腾时对器壁的冲击。其容积的大小应使所盛反应物的总体积占其 $1/2$ 左右, 最多不超过 $2/3$ 。

玻璃仪器如烧瓶、冷凝器等一般用单爪夹或双爪夹固定在铁架上。铁夹钳应贴有橡皮、绒布或缠上石棉绳。否则, 易将仪器夹坏。用铁夹夹玻璃仪器时应夹牢, 但不能太紧。若需加热的仪器, 铁夹应夹在仪器受热最少的位置。若为冷凝管应将铁夹夹在其中央稍偏上部位。

装配仪器时, 应首先选好主要仪器的位置, 然后按照先下后上, 从左到右的顺序逐个地装配其它仪器。例如, 在装配蒸