

有机化学实验指导书

化学教研組有机化学課程組編

沈阳农学院

目 录

有机化学实验的目的和要求	1
实验室规则	1
实验注意事项	1
试剂的取用法	3
重量单位及容积单位的换算法	3
事故的防止	4
发生事故时的急救	4
实验一 预备实验	7
实验二 结晶提纯法	10
实验三 熔点测定	11
实验四 沸点测定及分馏	13
实验五 有机化合物的元素定性分析	15
实验六 烷、烯、炔的制备及反应	17
实验七 苯的一般反应	18
实验八 卤代烃的制备及其特性试验	20
实验九 醇、酚、醛、酮的特性试验 (以及多元醇、醚的鉴别方法)	22
实验十 由乙酸及乙醇制乙酸乙酯	26
实验十一 乙酸乙酯及其他常用有机溶剂的纯化	27
实验十二 羧酸的制备和反应	30
实验十三 油脂的一般反应	32
实验十四 芳香胺的反应	33
实验十五 2,4-D 的制备	34
有机化学实验报告格式 (制备部分)	35
实验十六 碳水化合物的反应 (上)	37
实验十七 碳水化合物的反应 (下)	38
实验十八 蛋白质的一般反应	40
实验十九 未知物的鉴别	42
附: 有机化学实验报告	(由实验二至实验十九共十八页)

有机化学實驗指導書

有机化学实验的目的和要求

本課程实验的目的和要求：

一、用实验結果和教材内容相对照，以使學生明确科学結論的客观真实性；同时选用各类型代表有机物为性質試驗和制备，以加深并巩固學生在課堂上所获得的知識。

二、練習有机化学实验的基本操作方法，为專業課程的試驗、研究及將來的实际工作建立基礎。

三、通过实验，培养独立思考和独立工作的能力。

四、通过实验，建立爱科学、爱劳动、愛護公物、遵守紀律、保持整潔的優良的品德。

为此，在实验前必須充分作好准备，明确每次实验的目的、原理和操作方法。在实验的过程中要独立地和正确地進行工作，發揮主动性、堅忍性、想象力、观察能力和判断能力。并在实验完結时，要作出正确的結論，写出簡明的实验报告。

此外，務必严格遵守全部實驗室規則。

實驗室規則

進行实验时，必須遵守本室規則。

一、按时進實驗室，遵守秩序，随时保持清潔整齐与肅靜。

二、遵照教师指導，按照規定（实验指導）進行操作、予習准备。

三、愛護仪器藥品等公共財物，不得浪費、損坏和任意携出室外。

四、实验進行中，損坏仪器必須及时登記賠償，使用藥品应節約。

五、对毒品、易燃品更应提高警惕注意使用。

六、保證安全操作，非經教师同意，不得擅自試动电热設備及非本实验所需的仪器藥品。

七、違反本規則者，应及时進行檢討和批評。

实验注意事項

進行有机实验，为达到本实验的目的要求，还需注意下列几點：

一、实验前閱讀实验指導、听課筆記及参考書中有关的章節，熟悉实验内容。

二、实验开始前，要准备好实验所需的一切仪器。

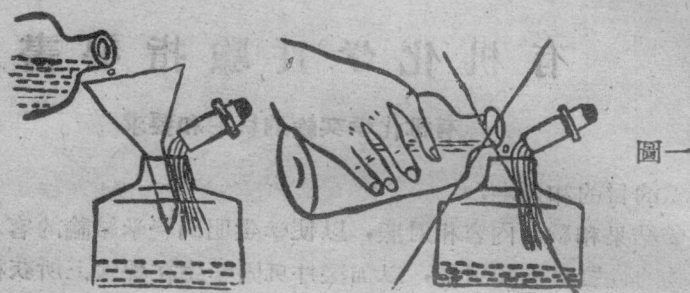
三、安排好实验指導中試驗的次序和時間。

四、实验时，严格遵守实验指導所規定的实验手續。应接受教师的指導并回答教师所提出的問題。

五、要記錄实验过程中所發生的、及观察到的現象，如：放热、沉淀、顏色、变色、气泡、气味等。

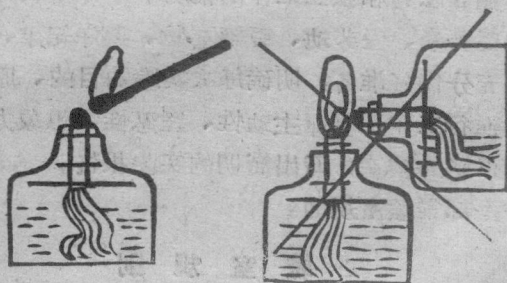
六、我們實驗室中的加热設備，不是用煤气灯，而是用酒精灯來加热的。特別是進行有机化学实验，因为許多有机化合物都是易燃物，如使用酒精灯不当，将会造成很大危險和損失。今再提出下列容易犯操作錯誤的手續，用圖表示，以引起特別注意：

1. 把酒精加到酒精灯里，見圖一。



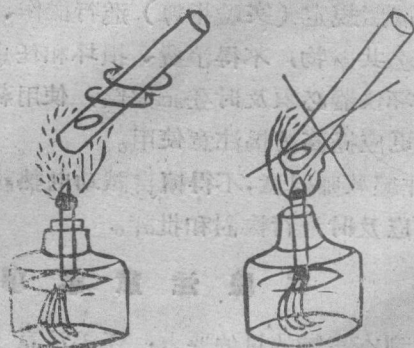
圖一

2. 燃點酒精灯，見圖二。



圖二

3. 加熱試管時，見圖三。



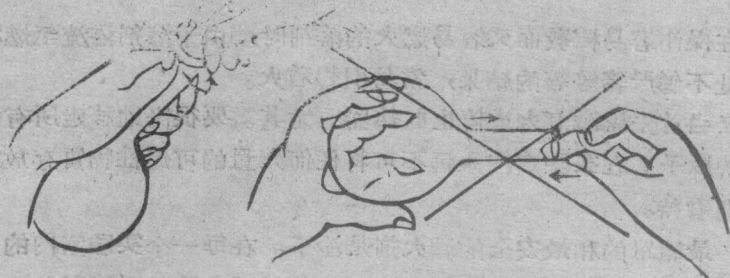
圖三

4. 熄滅酒精灯，見圖四。



圖四

七、用塞子緊塞試管或燒瓶時，應左手持管或瓶口一端，右手將塞子輕輕轉進，見圖五；否則試管或燒瓶則容易損壞。



圖五

八、取用試劑時，不要多取，如多取（這是浪費）應棄去，切不可重新倒回試劑瓶中，以免沾污全部試劑影響別人試驗。

如用滴（點）管取試劑時，滴（點）管應先洗滌清潔，以後輕壓橡皮頭使試劑進入滴（點）管。移取試劑時，切勿使滴（點）管管尖向上，以免試劑流入橡皮頭內。

九、實驗完了時應當： 1. 把所用儀器和實驗台（包括試劑瓶架）清理淨潔。 2. 檢查儀器，如有破損即向教師報告。 3. 把公用儀器洗淨放回原處。 4. 把實驗報告交給教員。

試 劑 的 取 用 法

有機化學實驗在取用試劑時，自有自己的獨特之處，和無機及分析課程實驗有所不同。特介紹如下：

每次實驗中所用的試劑必須按照規定分量稱取。如用量不夠十分準確（在許多試驗中都會碰到），可用大概數量。例如，1—2ml，表示一種大概容積在1—2ml之間。初學時，應將每次所用之原料及試劑加以稱量（普通多用粗台秤及量筒），逐漸養成估計能力，日久就能予測某種數量約合若干毫升或若干克，不必每次稱量。但是，初學者仍不可過於任用猜測方法量取。因為每次實驗之成功與否不但和所用材料有關，而且決定於某種試劑之用量適當與否。各制法中所需用藥品之數量，尤不可稱錯，否則，全部實驗必會失敗。

所以，在學習過程中，應時時培養自己的估計能力，以達到估計的正確性。

重量單位及容積單位的換算法

在有機實驗中，常常會碰到把重量單位化為容積單位，或者把容積單位化成重量單位，因此，必須熟悉這種方法。

這種換算法，在無機化學中均已學過，但為方便起見，特將計算公式錄在下面：

重量單位和容積單位有這樣關係：

$$\text{物質重量(克)} = \text{容積(ml)} \times \text{比重}$$

如使用水溶液或含水試劑時，例如濃鹽酸、濃硫酸、95%酒精等等，常須算出各溶液中所含溶質的重量。溶液中溶質含量的計算方法，可用下列公式：

$$\text{溶質重量(克)} = \text{容積(ml)} \times \text{比重} \times \text{溶液之百分濃度}$$

事故的防止

不正确的和不經心的操作，以及忽視操作中必須注意的事項，經常会造成着火、爆炸和其他不幸的事故。

一、着火：在操作容易揮發而又容易燃火的溶剂时，由于溶剂溢流至燃着的灯焰附近，或由于仪器連接处不够严密等等的結果，常易引起着火。

当着火时，应当首先熄滅灯火或停止电热器。尤其需要很快地移走所有的可燃性物質和盛有可燃性液体的瓶子。在实验室内永远不可将任何大量的可燃性物質存放在一个地方，这應該当成一項規則看待。

在实验室内，最簡單的和最安全的滅火剂是沙子。在每一个实验室内的一定地方，應該放置有乾燥的細沙箱子或口袋以及撒沙用的錫子。至于滅火器可用噴射的二氧化碳滅火器。

在实验室内，大多数的場合下不能用水來滅火，假如把水倒至燃燒着的液体时（醚、苯汽油等等），水只会使火焰更加擴大。金屬鈉燃燒时用水來捕滅是尤其危險的。实验室的器具——桌子、架子等着火时，应利用水和泡沫滅火器來扑滅。

四氯化碳（遇火形成很重的蒸气）和乾燥的碳酸氫鈉（热时能分解放出 CO_2 ）可用以有效地扑滅火災。

当实验者的衣服着火时，不可在房間里跑动（因空气扰动將助長火焰的擴大），應該很快地用毯子、氈或大衣蒙盖起來，使燃燒的衣服和空气隔絕。

为了扑滅燃燒着的衣服以及冲洗洒在身体上的酸和碱，实验室内應該有噴水开关。

二、爆炸：最常引起爆炸的原因是：

1. 仪器裝置的不正确（如在蒸餾时，將接受器严密的連接着）。
2. 反应混合物或被蒸餾的液体發生过热，引起过于猛烈的反应進行、物質的分解或过热液体的突然沸騰。
3. 使用缺乏足够机械强度的器皿（例如平底燒瓶）來進行真空蒸餾。
4. 投擲剩余的金属鈉到水里。
5. 蒸餾在光綫下存放过久而含有过氧化物的乙醚。

在真空蒸餾时，即使在正确仪器裝置和細心的操作下，但由于玻璃存在有不注意的缺點，或者在不均匀地加热下，由于玻璃張力的增加，爆炸的可能性是不能完全避免的。蒸餾瓶可被大气压力压破。而且瓶內热的液体和玻璃碎片就会飛濺出來。因此在利用真空的操作中，必須特別小心，務必戴上保護眼睛用的眼鏡，而面部戴上用鉄絲网做成的面罩。

在所有的場合里，当有爆炸的危險或物質猛烈分解时，應該把仪器裝置在通風櫥內，櫥門半开着工作，为的一旦發生爆炸时，面部可以免于玻璃碎片或飛濺出來泡沫的伤害。

乙醚長時間的存放在見光处，則会有过氧化物形成，在蒸餾乙醚时，过氧化物能發生猛烈的爆炸。为了除去过氧化物（过氧化物的存在，可根据在乙醚中加入碘化鉀的酸性溶液后，分离出游离碘而檢定）可将乙醚用硫酸亞鉄溶液振盪洗滌。在蒸餾乙醚、二硫化碳和其他容易燃燒的液体时，在試驗桌上所有的灯应当全部熄滅。而且應該事先通知实验桌上的鄰近同学。

发生事故时的急救

被玻璃割伤时，應該由伤处把碎片去掉，确实知道不再剩有碎片时，再在伤口处塗擦碘

酒并用繃帶裹好。

被燙傷（不太重的話）時，燙傷處應該塗抹甘油或者用蘸有酒精的棉花包裹傷處。當燙傷很重時，傷口應該塗抹燙傷藥膏或者濃的高錳酸鉀溶液。

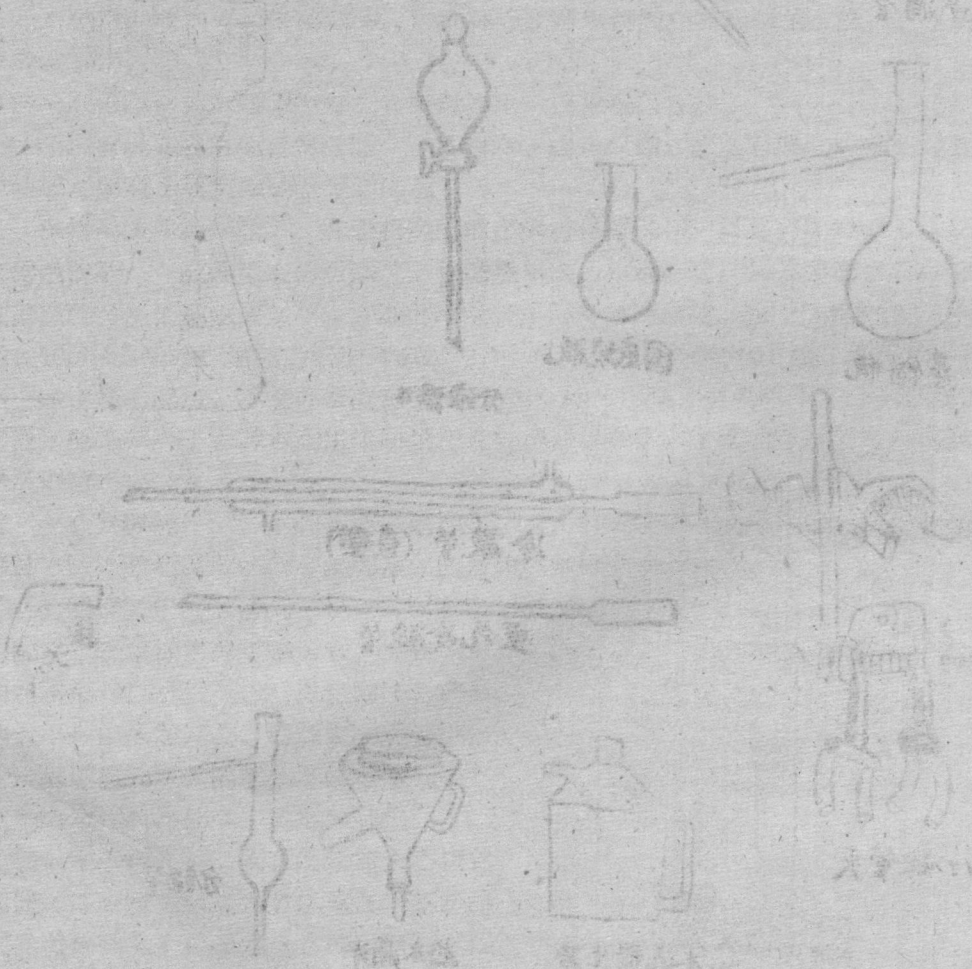
被酸灼傷時，應該迅速地用大量水沖洗，然後用碳酸氫鈉溶液（3%）洗滌，再塗抹燙傷藥膏或凡士林。

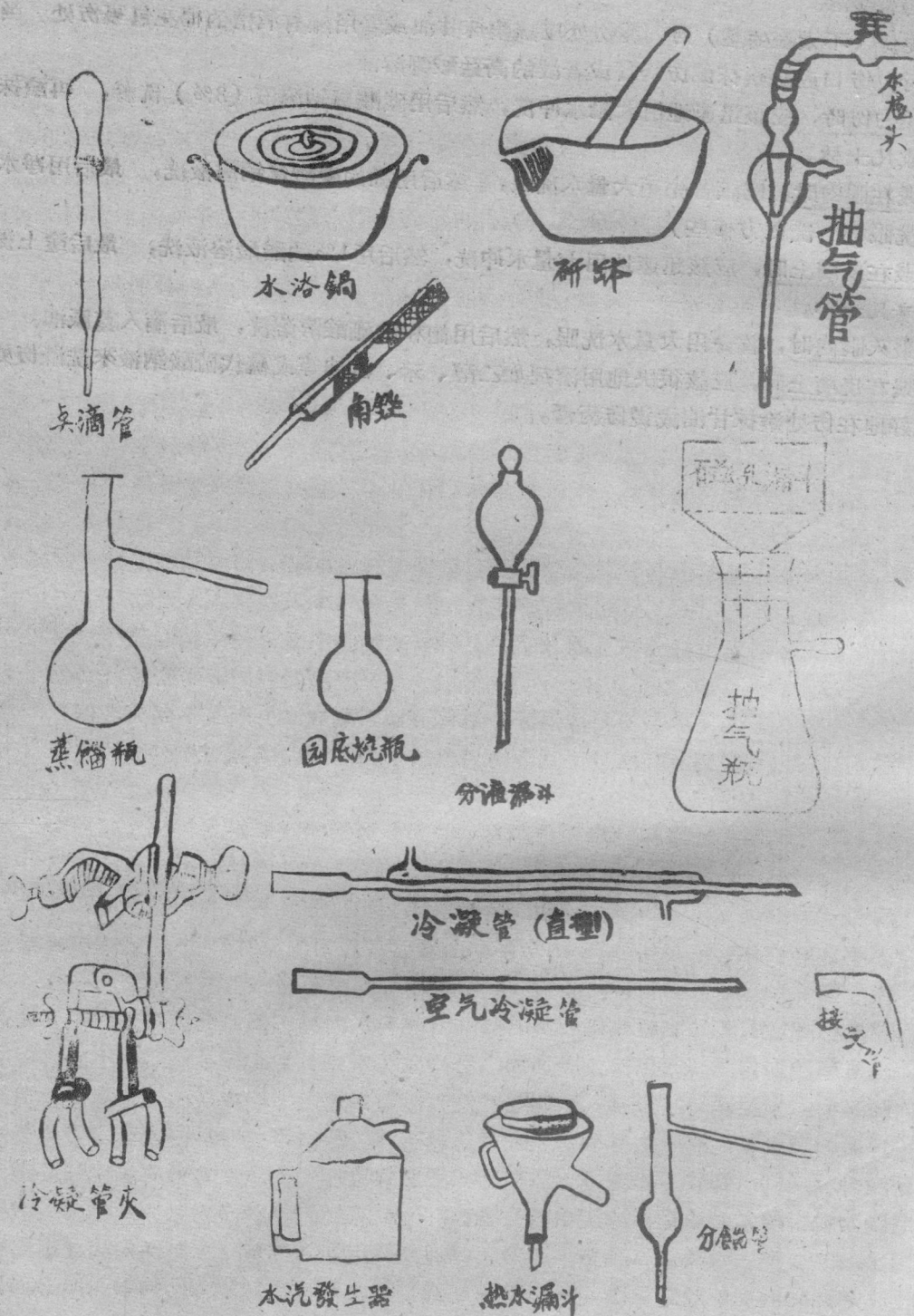
酸濺在眼內時，應該首先用大量水洗眼，然後用稀的碳酸氫鈉溶液洗，最後用淨水洗（用“洗眼杯”洗更方便些）。

碱濺在皮膚上時，應該迅速地用大量水沖洗，然後用1%的醋酸溶液洗，最後塗上燙傷藥膏或者凡士林。

碱濺入眼內時，首先用大量水洗眼，然後用飽和的硼酸溶液洗，最後滴入蓖麻油。

溴濺在皮膚上時，應該很快地用溶劑如乙醇、苯、汽油等或硫代硫酸鈉液來洗滌傷處，然後很好地在傷處塗抹甘油或燙傷藥膏。





圖六

實驗一 預備實驗

一、目的：

認識有机實驗用的特殊儀器并學習幾種技術操作。

二、內容：

1. 檢查儀器 從指定的實驗櫃內取出所有儀器，放在實驗台上，按照所發的儀器單逐項檢點，并熟悉在无机化學及分析中所未碰到過的儀器，見圖六。檢點後，如有和所發儀器單不符或有破損的儀器時，一一記下，報告教師，申請處理。如和儀器單相符時，即開始洗滌指定的儀器。洗滌的方法一般和无机化學實驗相同。洗滌完畢後（方法見3）把洗淨的儀器，小心地放回櫃內所指定的地方，如燒杯等，可以倒置在實驗櫃的上層；貴重的如溫度計可以放在櫃內，

櫃內一套儀器，為本學期中每次實驗時專用，應負責保管。

2. 認識有机實驗用的特殊儀器 見圖六。這些儀器，在有机實驗中常會碰到，因此要加以認識。以利今後實驗的預習和進行。

3. 儀器的清洗和干燥 在進行實驗前必須將儀器洗淨，以免將雜質帶入反應物中。玻璃儀器的洗滌，一般是用去污粉擦洗。儀器經用去污粉擦洗後，如果仍有少許污物，則可再用洗液洗滌（洗液的配法如下：在250ml燒杯中溶解重鉻酸鉀5克于5ml水中，以後在攪拌下緩加100ml濃硫酸，加完後溫度升高至約70—80°，待其冷至約40°後，移于瓶中備用）。儀器經上述手續洗滌後，不會再留有可見的污物，即可用來作有机試驗。但有時，除洗淨外，儀器還要干燥。干燥時可利用烘箱烘干或將洗淨儀器倒立放置一定時間後，或吹入熱風等干燥後即可供用。

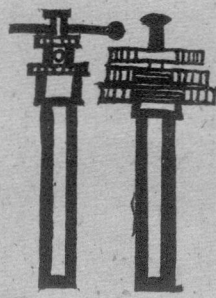
4. 學會幾種操作 下列幾種技術操作，先由教師講解和表演示范，然後學生依照教師的講述方法，進行試做。做好的成品，需交給教師檢查通過。

（一）選擇塞子 有机化學實驗儀器上塞子的配置，一般採用軟木塞為宜。但在要求密封的實驗中，可使用橡皮塞，以免漏氣。選擇塞子的大小，應恰與試管、燒瓶或冷凝管等口相適應，塞子進入瓶頸的部分不能少於塞子本身高度的 $\frac{1}{3}$ ，也不能多於 $\frac{2}{3}$ 如右圖。

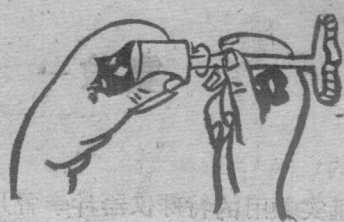


（二）塞子鑽孔 鑽孔前選擇大小相宜的鑽孔器（每套有三個或六個以及九個不同洞孔的鑽孔器如圖七），用水或甘油潤濕鑽孔器口，以減少摩擦力。鑽孔時應從塞子小的一端開始下鑽，予先選定一下鑽的位置，開始鑽時，左手持着塞子，右手拿鑽孔器，輕輕地將鑽孔器向塞子內壓而不停轉動，如圖八。



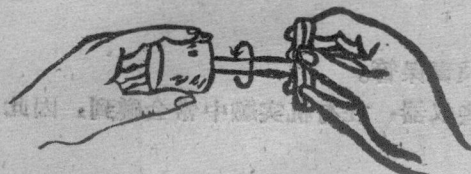


圖七

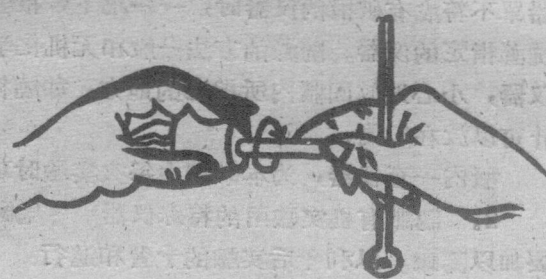


圖八

待稍許鑽入后，將右手移到鑽孔器的手柄上，再向內壓并轉動，如圖九或圖十。

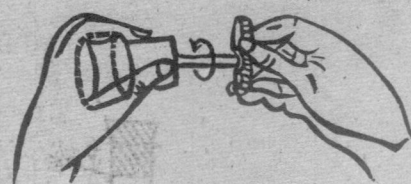


圖九

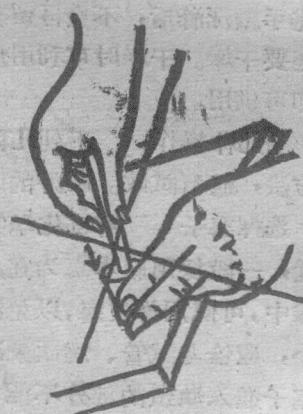


圖十

鑽孔器鑽入很深時，塞子和手心間托一個舊塞子（如圖十一的虛線處），繼續向內鑽進。鑽塞子時，應避免放在桌上直線壓入，如圖十二。



圖十一



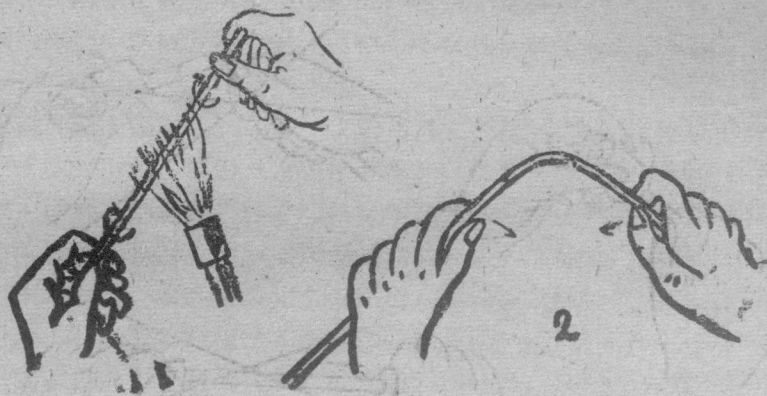
圖十二

鑽孔時，還應注意鑽孔器和塞子底必須保持垂直，并小心不要把塞子鑽裂。

鑽完后將鑽孔器拔出，頂出鑽孔器中的橡皮屑或軟木屑。

（三）、制備導管 取一根玻管，如圖十三所示方法，在本生噴灯上燒熱，制成一根彎管。彎管的另一端，如圖十四方法，制成小口。

玻璃管制成后，待冷。玻璃管外用水或甘油潤濕，如圖十五轉進塞子，成品（圖十六）由自己保留，以作以后實驗用。

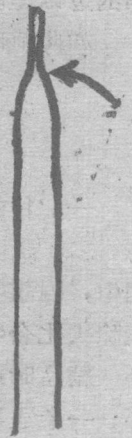


3

圖十三

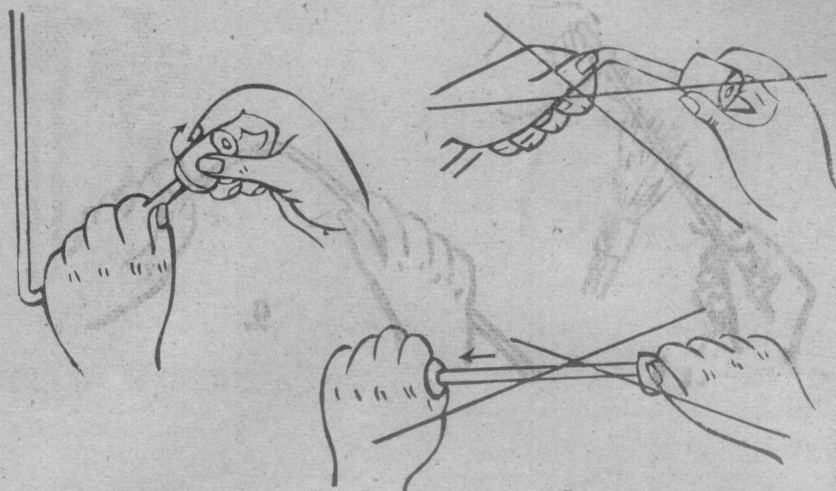


2

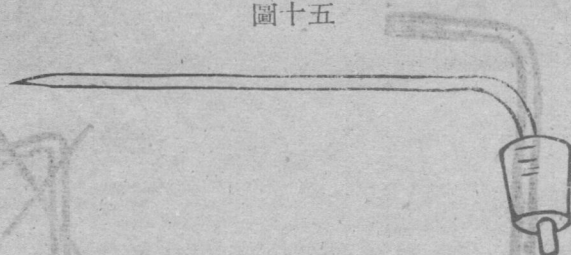


3

圖十四



圖十五



圖十六

(三) 制熔點管

取一根粗而乾淨的玻璃管，于 $1/3$ 或 $1/2$ 处，如圖十三、1所示的方法，在本生灯火焰中的氧化焰部分，燒至紅軟（紅軟地方愈闊愈好），以后拿离火焰，立即用手向兩边拉長（如圖十四、2），直至紅軟部分的玻管變成直徑約为1—2毫米为止。

待冷后，用銼刀或用手把細管截成約为5—6厘米長的小段。每小段細管的一端，置于灯焰的邊緣轉动并加热一会，使管口封閉。这样的細管，便叫做熔點管。

如此制得熔點管五、六支，自己保管，留作熔點測定实验时用。

實驗二 結晶提純法

一、目的 1.了解用溶剂來結晶提純的原理。2.掌握結晶提純法的操作技術。

二、說明 提純固体有机化合物，常用結晶法，即把欲提純的某化合物溶解在适当的溶剂中，因該物質在溶剂中的溶解度随温度高低不同而有显著的差別，同时因溶解度的关系而能除去化合物中伴随的雜質。利用此性質可以分离提純固体化合物，此种作用叫做結晶。

結晶时，溶剂的選擇是很重要的，一般常用的溶剂是水、乙醇、醚、苯或混合溶剂……等。一个适当的溶剂，必須具有下列条件：

1. 溶剂無論如何不可与被提純化合物發生化学反应。
2. 欲提純的物質必須易溶于热溶剂中，而極不易溶于冷溶剂中，但其雜質則極易溶于

冷溶剂中，或該物易溶于冷或热的溶剂中，而雜質極不易溶解。

3. 溶剂須能揮發，以便容易与被提純結晶化合物分离（選擇溶剂时，可先用小量物質作試驗）。

操作时，把欲提純固体化合物放在一个适当的容器里（如用水作溶剂，可以燒杯当容器，若用易揮發性的溶剂时，須用三角瓶作容器），使其溶解在最少量的热溶剂中，乘热把不溶的雜質濾去，而溶解的雜質，經過結晶手續后留在溶液中再除去之。如在化合物中雜有不易被結晶除去的有色物質时，可以加适量的活性碳煮沸而除去，乘热過濾后，所得澄清过飽和溶液，使它慢慢冷却，直到結晶完全析出后，再過濾，然后乾燥之。則得出提純產物。

三、實驗手續 称取5克粗的乙酰苯胺，置于300毫升的燒杯中，加水100毫升，并加热至沸。然后，陸續再加入小量的热水，每次約3—5毫升，并用小火煮沸2—3分鐘，同时加以不断的攪拌，直到乙酰苯胺完全溶解为止。此时，于这热溶液中，加入0.5—1克活性碳，煮沸數分鐘，用抽气法乘热過濾或用（註一）热濾漏斗過濾。將濾液倒入燒杯內，置冰水中迅速冷却，放置一旁，待結晶完全析出后，再用抽气法過濾，濾出的結晶，用10毫升冷的蒸餾水，洗滌兩次（註二）。然后将結晶用平的木塞或玻璃塞压乾，使其中的水分完全濾去再停止抽濾，最后將結晶移于潔淨的表面皿或濾紙上。晾干，称其重量，送交教員。

實驗三 熔 点 測 定

一、目的 1. 學習并掌握熔點測定的操作方法。2. 通过純質和非純質的熔點范围的比較，了解測定有机物熔點的意义。

二、說明 化合物的真正熔點，就是在大气压力下，該化合物的固体状态与它的液体状态达平衡时的温度。

熔點是固体物質很重要的物理常数。藉熔點的測定可以鑑定有机化合物是否与已知物質相同。藉熔點的測定可以断定該物質是否純粹，純粹的有机化合物都有極尖銳的熔點，也就是說它的熔點范围極小，約为0.5—1°C。所謂熔點范围，系指物質由开始熔化到完全熔化时中間距离温度之差。因为在化合物中，尽管有極微量的雜質存在，也能使該物質熔點范围增大，而且常会使化合物熔點降低。

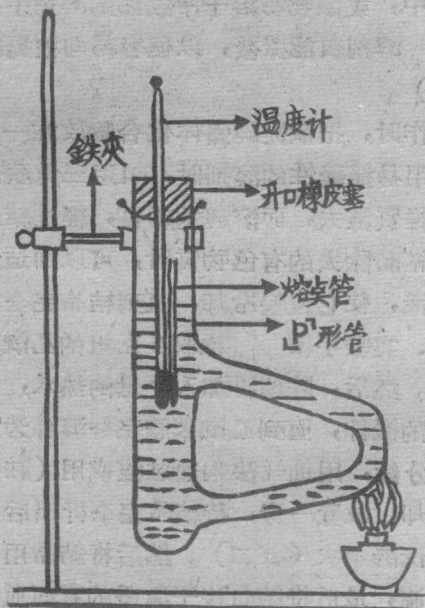
利用这种事实，可以断定有相近熔點的兩種純粹化合物，他們是否为同一种物質。則可用測定其混合物的熔點來鑑定，如混合物的熔點与个别化合物單独的熔點相近，則二者便为同一物質，反之如混合物熔點降低，則可推断二者非相同物質。

三、實驗手續 測定熔點时，要將欲測定熔點的物質（或名样品，本實驗的样品見后）必須研細和乾燥，取極少量的样品，置于小錶面皿上。用你自己所制得的熔點管（50—60毫米長）开口的一端插在被檢定的物質里，此时即有少許样品挤入熔點管內，然后小心加以振動，或者將熔點管懸于垂直在表面皿上較長的玻璃管的頂端滑下，使样品進入封閉的一端，重复这种操作直到熔點管底的固体粉柱高2—3毫米为止。

註一：为了避免在過濾时有結晶析出，最好利用热濾漏斗過濾。这种漏斗有兩層壁，兩壁之間充以水，可用煤氣灯將水加热，热濾漏斗里面裝着一个普通玻璃漏斗。

註二：洗滌結晶时，应將抽气停止，并將結晶物質松動，再把洗液加入，使所有的結晶都与洗液接触后，再抽气除去洗液。

裝好樣品的熔點管用濃硫酸粘在溫度計上，使管底緊靠在溫度計之水銀球的中部，以後把溫度計連同粘在上面的熔點管，緩緩插入一個梯梨（Thiele）管中（即“P”形管），用一有缺口的橡皮塞固定住，如圖十七所示（註）。溫度計之水銀球位於“P”形管之上支管口部略下。“P”形管內要予先注入濃硫酸至支管口處。用酒精燈直接加熱此“P”形管，使溫度每分鐘升高 $1-2^{\circ}\text{C}$ 。為了節省時間，可先作初步的測定。即將溫度迅速升高，使很快達到熔點範圍，記下溫度，作為粗略測定，然後另取樣品，迅速加熱，當溫度近於開始熔融（指粗略測定時之溫度）約 5°C 時，立即改變為小火加熱，使每分鐘升高 1°C ，此時熔化之溫度即為所測定的熔點。



圖十七

觀察熔點時，注意當粉柱開始塌落時移去燈焰，在熔點管中出現第一個液滴時認作樣品

開始熔化，而最後的結晶全消失時認作熔化完了，純物質的此溫度範圍是 $0.5-1^{\circ}$ 。

① 用以上方法分別測定已乾燥的尿素及桂皮酸二個樣品的熔點。

② 將尿素與桂皮酸二物質少許混合作為一個樣品，來測定其混合熔點。

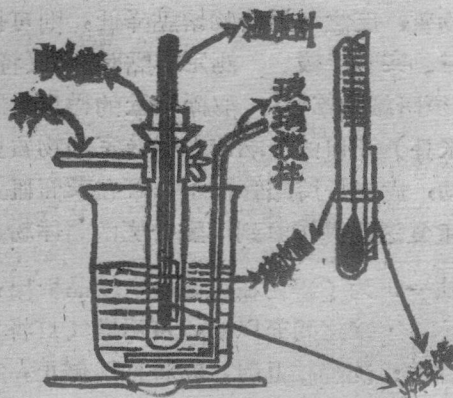
四、注意事項：

1. 熔點測定所用盛樣品的錶面皿必須乾淨，每換一次樣品必先處理乾淨，否則測得的熔點不會準確。

2. 用硫酸測定熔點時，溫度可高到 207° ，並可使用多次，如果硫酸發黑，將一小粒硝酸鈉結晶加入使它褪色。

3. 用過的硫酸，冷卻後倒回原來的瓶中，所有盛過或沾有硫酸的器具必須用水隨時洗淨。但是溫度還很高的玻璃器具，切忌用冷水洗，必須冷後才能洗。濃硫酸滴在桌子上應立即用水洗去，抹布揩過硫酸要隨即洗淨。

註：如果沒有“P”形管時，可照圖十八的儀器裝置，進行熔點測定。將溫度計連同固定在上方的熔點管，插到一根乾淨的大試管中，用一有缺口的橡皮塞固定住，試管垂直夾在鐵架上，並在試管下面放進一個盛有半滿濃硫酸（或甘油、石蠟油、棉子油）的250毫升的燒杯中，燒杯放在石棉網上，硫酸的液面要比試管中溫度計的水銀泡的頂端高，試管離燒杯底不得少於1厘米，然後用酒精燈加熱測熔點。此法為使溫度均勻上升，必須時常用攪拌棒攪動硫酸。



圖十八

实验四 沸点测定及分馏

一、目的： 1. 了解蒸馏及分馏的原理。2. 学会蒸馏和分馏的仪器装置及沸点的测定。

二、说明： 液体化合物从液态变为汽态时，所生成的压力叫做该液体的蒸汽压力。蒸汽压力受温度的高低的不同而有所影响，温度愈高，蒸汽压力也愈大，直到蒸汽压力与大气压力相等的温度，叫做该液体的沸点。

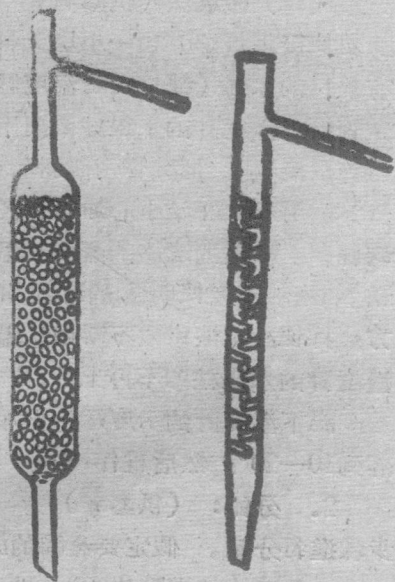
沸点的测定，是鉴定一个液体化合物纯度的好方法，但是这种方法不如测定固体熔点那样具有决定性的意义。因在液体化合物中所含的杂质，对于沸点的影响是不一致的，有时可使化合物的沸点升高或降低，有时亦可毫无影响。此外又如二种或二种以上的混合液体，当混合蒸馏时常可以构成恒沸点的混合物，即是在混合液体中，各化合物按一定的混合比例，呈固定的沸点共同蒸馏而出。例如95%酒精（沸点为78.3°C%）与5%的水（沸点为100°C）相混合，蒸馏时，它们的恒沸点为78.1°C。这样的混合物一般不能用分馏法把它们分离开。

沸点的测定，大量的液体化合物，可利用一般蒸馏的装置来测定，小量可在试管中来进行，但採用蒸馏法测定时，亦应遵守一般蒸馏操作应注意的事项，例如在蒸馏易挥发可燃性液体时，应在水浴或油浴上进行。蒸馏高沸点（130°以上）的物质时，不应使用水冷凝器，此时当用空气冷凝器，以免冷凝器因骤冷而破坏。

如提纯、分离混合液体时（非具有恒沸点的混合物）常用分馏（即分段蒸馏）的方法。所谓分馏，是把液体的混合物利用多次分段的汽化与冷凝，结果在最初的分馏液中含有较多易挥发的成份，而在最后一部分馏液中含有较多难挥发的成分。

分馏时，如混合物它们的沸点相差很大，可以利用一般的蒸馏装置分馏，但在分离沸点比较相近的混合物时，则必须应用装有分馏管的蒸馏装置来进行分馏。

分馏管的样式很多，图六中所示的就是一种，还有其他的加填充玻璃珠或玻璃管的分馏管……等（图十九）。在分馏管内由于管外空气的冷却，所蒸馏的混合液的蒸汽，被部分的冷凝，结果在冷凝液中含有较少易挥发的物质及较多难挥发的物质，蒸汽中则含有较多易挥发的物质。当流下之冷凝液与上升的蒸汽相接触时，则二者之间进行热量的交换，促使更多的高沸点物质冷凝与易挥发的物质蒸发，这样就可以提高分馏的效果。一般分馏管愈高和蒸馏速度愈慢，混合液体分离也愈完全。

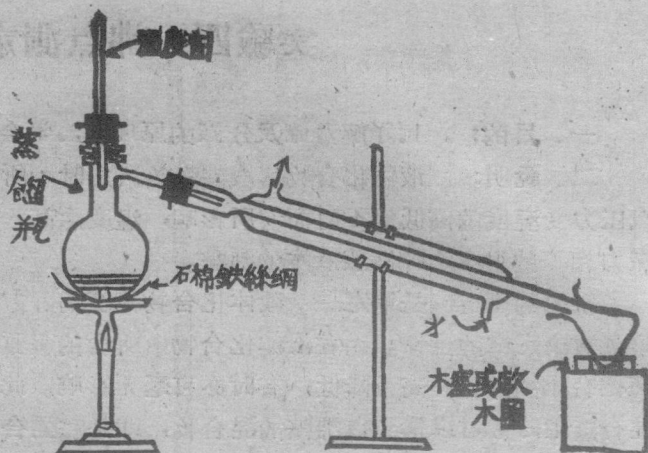


图十九

三、实验手续：

1. 沸点测定：

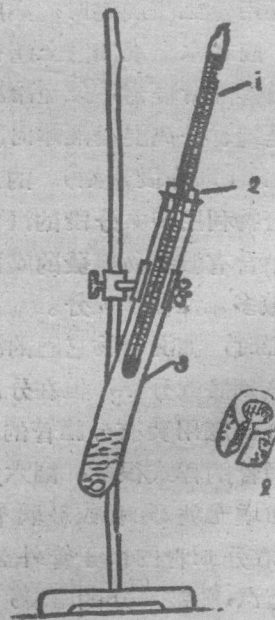
(一) 常量法 一般溶液在10毫升以上者可用普通的蒸餾法來測定其沸點，蒸餾之裝置見圖二十。取一個容量為100毫升的乾燥的蒸餾瓶，將它的支管用木塞與冷凝器相連接，在瓶的頂上口，配一單孔的塞子，孔內插入一根溫度計，溫度計的水銀球應該低於支管口約5—10毫米。將20毫升的四氯化碳置于蒸餾瓶中，並加入數小塊無釉瓷片或碎磚（以防止蒸餾時之暴沸和過熱作用）。冷凝器的末端用一小三角瓶當作接受器。然後再將冷凝器的下方側口，用橡皮管連在水龍頭上，作為入水口。上方側口，用橡皮管通到水槽內為出水口。



圖二十 蒸餾儀器裝置

最後檢查一下各部連接之處，確實是很緊貼時，再將在石棉網上的蒸餾瓶，用水加熱，注意觀察，並記下第一滴蒸餾液滴于接受器中的溫度（此時的溫度可作為該液體開始沸騰時的溫度），及停止蒸餾時（約蒸出5—10ml）蒸汽的溫度。流出第一滴液體至蒸餾完畢時的溫度範圍（純粹的物質在1—2°之間）就是觀察所得的沸點。

(二) 微量法（供參考） 取1—2毫升苯（易着火勿使接近燈焰）和一小塊無釉瓷片放在試管里，用帶有缺口的木塞（缺口對着溫度計的刻度）把溫度計插入試管中，溫度計的水銀球須離出液面4—5厘米，且不得與管壁接觸。把試管稍微斜着夾在鐵架上（如圖二十一），用小火開始小心加熱管底的最低部分，使液體均勻沸騰。沸騰的液體的蒸汽在溫度計和管壁上冷卻和凝結。控制溫度使明顯的凝結環升到比水銀泡略高的地方，並使凝結液繼續不斷地從溫度計的末端滴下。此時溫度計的水銀柱即不再上升。



圖廿一 在試管中測定沸點的儀器裝置

記下溫度計的示度，停止加熱，使溫度計的水銀柱落到10—20°，然後重作一次，以核對所測得的沸點。

2. 分餾：（供參考） 在實驗室中可按以下的步驟進行分餾。假定要蒸餾的混合液是由兩種物質組成：一種液體的沸點為90°，另一種液體的沸點為135°。

可將二者沸點的間差約分為三個等段，來進行分餾。收集下列的各部分：Ⅰ—90—105°之間，Ⅱ—105—120°之間，Ⅲ—120—135°之間。經過初次蒸餾以後，再重行蒸餾部分Ⅰ，直至溫度達到105°時則停止蒸餾，然後將部分Ⅱ加入燒瓶中殘液內，重新加熱蒸餾。在105°以前蒸出的餾液，仍收集在Ⅰ接受器內。當溫度達到105°時，則改換Ⅱ接受器收集，溫度達于120°再停止蒸餾，在燒瓶中的

1—溫度計，2—帶有缺口的木塞，3—試管。

殘液內再將部分Ⅲ加入。繼續加熱蒸餾，按上述的溫度範圍把餾液分置Ⅰ及Ⅱ接受器內，當溫度達到 120° 時，用接受器Ⅲ收集 $120—135^{\circ}$ 之間的餾出液。經過第二次分餾以後，則在部分Ⅰ和部分Ⅲ中的餾出液之量較前增多，而在第Ⅱ部分的餾出液量顯著的減少。

重複這樣的分餾，最後可使這混合液達到有效的分離。

實驗五 有机化合物的元素定性分析

一、目的 1. 了解有机化合物中元素的定性分析原理。2. 掌握一般有机化合物中所含元素的定性分析方法。

二、說明： 元素的定性分析的目的在于檢定組成某一有机化合物的元素。

在進行有机物的定量分析之前，一定要先作定性分析。通常有机化合物中除含有碳、氫元素外，其他常見的有氧、硫、氮、鹵素等元素。

對於檢定組成有机物的各種元素（氧元素除外）已有許多很好研究過的定性反應。至于氧的存在是根據定量分析的結果來判斷的。

構成有机物分子的原子一般是以共價鍵結合的，因此有机化合物不能在水溶液里離解為相應的離子。在化學分析中用來鑑定個別元素的極大部份定性反應，都是離子反應。所以分析有机物首先的一步，就是破壞其分子，同時使構成有机物分子的原子轉變為無機化合物，以後，利用普通無機定性分析化學的反應，即可方便地將其鑑定出來。破壞有机物分子最常用的方法為 1. 氧化； 2. 與鹼金屬（鉀或鈉）熔融。

鈉熔融法，就是利用熔融的金屬鈉來破壞有机物的分子。有机物分子中所含有的N、S、和鹵素，便與鈉化合成 NaCN 、 Na_2S 和 NaX 。它們溶于水而產生 S^{2-} 、 CN^- 、 X^- 等離子，這些離子的存在都可用無機定性的方法來確定，詳細步驟、反應見上課講義。

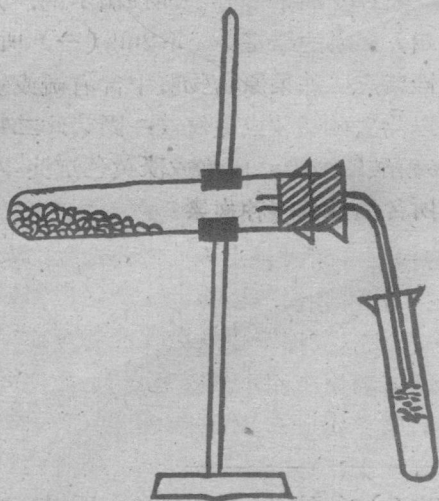
三、實驗手續：

1. 碳與氫的鑑定： 取約 $0.2—0.3$ 克所要試驗的物質（本試驗用淀粉作試料），與 $1—2$ 克氧化銅粉末在紙上混合。將混合物裝入乾燥（為什麼要乾燥呢？）試管中，試管口配有嚴密的塞子和導管，如圖廿二：

把試管近乎水平地（有什麼好處呢？）夾在鐵架上，導管的末端伸入另一裝有 $2—3\text{ml}$ 清亮的飽和石灰水溶液的試管里，使導管與液面接觸（為什麼不能一直伸入液底？）。加熱混合物，開始小心加熱，然後強熱（火焰要時時移動，切不可集中一點灼燒，以免試管燒破）。

觀察冷的試管壁和導管壁上，以及盛有石灰水溶液的試管中所起的變化。

如管壁上有水珠出現，表明有水生成（說明試料中有什麼元素存在？）；石灰水液中如析出難溶于水的碳酸鈣沉淀，表明有 CO_2 生成



圖廿二