

有机化学实验

陈芳 曾丽华 编

湖南医学专科学校普化教研室

一九九〇年七月

目 录

第一部分 有机实验的一般知识

1—1	实验目的	1
1—2	实验室规则	1
1—3	实验室安全	2
1—4	有机化学实验常用仪器介绍	6

第二部分 有机化学实验基本操作

2—1	塞子的钻孔和简单玻璃工的操作	9
2—2	✓ 熔点的测定	16
2—3	✓ 蒸馏和沸点的测定	20
2—4	✓ 水蒸汽蒸馏	27
2—5	减压蒸馏	32

第三部分 有机化合物的性质试验

3—1	有机化合物元素定性分析	39
3—2	✓ 烃和卤代烃的性质	45
3—3	✓ 醇酚的性质	49
3—4	✓ 醛酮羧酸及其衍生物的性质	52
3—5	✓ 碳水化合物的性质	57
3—6	✓ 胺及尿素的性质	62
3—7	✓ 氨基酸蛋白质的性质	63

第四部分 有机化合物的制备

4—1	硝基苯的制备.....	66
4—2	1—溴丁烷的制备.....	68
4—3	乙醚的制备.....	71
4—4	✓ 乙酸乙酯的制备.....	75
4—5	✓ 乙酰苯胺的制备和重结晶.....	77
4—6	阿斯匹林的制备.....	82

附 录

一、常见纯有机化合物的物理常数

二、常见元素原子量表

第一部分 有机化学实验的一般知识

1—1. 实验目的:

有机化学实验是化学学科的一个组成部分。尽管由于现代科学技术突飞猛进,使有机化学从经验科学走向理论科学,但它仍是实验为基础的科学,特别是新的实验手段的普遍应用,使有机化学面貌焕然一新,在检验专业教学计划中,有机化学实验占的学时比重较大。

有机化学实验的任务:

1. 通过实验,使学生在有机化学实验的基本操作方面获得较全面的训练。
2. 配合课堂讲授,验证和巩固扩大课堂讲授的基本理论和知识。
3. 培养学生正确观察、精密思考和分析,以及诚实记录的科学态度、方法和习惯。

1—2 实验室规则:

1. 按照授课计划公布的实验进度实验,实验前必须预习实验内容,明确实验目的,原理和操作方法,做到心中有数。没有预习则不得进行实验,实验结果不好须重做。
2. 每人一套常用仪器,平时放入柜中,临时性的增补仪器放在台面上,各班同学轮流使用。每次实验前要加以检查清点,如有缺少或破损立即报告老师登记,并申请补发或更换,共同维持完整的一套仪器。

3. 按照实验指导规定的手续，以严肃、认真的态度进行实验。在教师指导下独立操作，培养独立思考和独立工作能力。实验时要认真观察和记录实验中出现的一切现象和结果，思考现象产生的原因，检查结果是否与予期的相符。

4. 养成良好的实验习惯，合理布局实验台上的仪器（高的仪器如铁架台、量筒等，应放在实验台的远端，矮小仪器可放在近端）做到有条不紊，随时保持台面整齐清洁，书包应挂妥，不得放在台上。

5. 实验室内不得高声喊叫或谈笑喧闹，保持环境安静。

6. 用过的酸碱应倒入指定的磁缸中，不得倒入水槽内。火柴梗与废纸也不能丢入水槽或地面上，应放在实验台一固定处，实验后一齐清除丢入字纸篓或废物缸中。

7. 小心使用各种仪器，如有破损，应主动请求老师补发并酌情赔偿。

8. 实验做完后，要将仪器洗净，点齐放还原处，并把实验台收拾清洁，经老师认可后才能离开实验室。

9. 实验报告内容，包括实验名称、日期、目的、简要操作、反应方程式、实验结果、实验中的现象以及对现象的解释或结论，按时认真写好报告，交老师批阅。报告要求字迹工整，条理分明，概念清楚，不合格的报告，必须重写。

10. 每次实验后，均由本室同学轮流值日，搞好全室的卫生工作（整理公用仪器、药品；扫地、清理桌面、凳子、水槽等）值日生最后离开实验室时要检查水、电、窗门是否关妥。

1—3. 实验室的安全：

在有机化学实验中工作，若粗心大意，就容易发生事故，因为所用的药品绝大多数是易燃、易爆、有毒的。但是，这些危险是可以预防的，只要实验者思想集中，严格执行操作规程，加强安全措施，就一定能有效地维护实验室的安全，使实验正常地进行。

一、实验室的安全守则

1. 实验开始前应检查仪器是否完整无损，装置是否正确稳妥，要征求指导教师同意后，才可进行实验。

2. 实验进行时，不准随便离开岗位，要经常注意反应进行的情况和装置有无漏气、破裂等现象。

3. 当进行有可能发生危险的实验时，要根据实验情况采取必要的安全措施，如戴防护眼镜、面罩或穿防护衣服等。

4. 实验结束后要细心洗手，严禁在实验室内吸烟或吃饮食物。

5. 充分熟悉安全用具如灭火器材、砂箱以及急救药箱的放置地点和使用方法，并妥善爱护。安全用具和急救药品不准移作它用。

二、实验室事故的处理和急救

1. 火灾的处理

实验室如发生失火事故，室内全体人员应积极有序地参加灭火。一般采用如下措施：

一方面防止火势扩展，立即熄灭附近的所有火源，切断室内总电闸，搬开易燃物质。

另一方面灭火。有机化学实验室灭火，常采用使燃着的物质隔绝空气的办法，通常不能用水。否则，反而会引起更大火灾。在失火初期，不能口吹，必须使用灭火器、砂、毛毡等。若火势小，可用数层抹布把着火的仪器包裹起来。如在小器皿内着火（如烧杯或

烧瓶内)可盖上石棉板使之隔绝空气而熄灭,绝不能用口吹。

如果油类着火,要用砂或灭火器灭火。也可撒上干燥的固体碳酸钠或碳酸氢钠粉末,就能扑灭。

如果电器着火,必须先切断电源,然后再用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器去灭火(注意:四氯化碳蒸气有毒,在空气不流通的地方使用有危险!)因为这些灭火剂不导电,不会使人触电。绝不能用水和泡沫灭火器去灭火,因为有水能导电,会使人触电甚至死亡。

如果衣服着火,应立即在地上打滚,盖上毛毡或棉胎一类东西,使之隔绝空气而灭火。

总之,当失火时,应根据起火的原因和火场周围的情况,采取不同的方法扑灭火焰。无论使用哪一种灭火器材,都应从火的四周开始向中心扑灭。

2. 玻璃割伤

玻璃割伤是常见的事故,受伤后要仔细观察伤口有没有玻璃碎粒,若伤势不重,让血流片刻,再用消毒棉花和硼酸水(或双氧水)洗净伤口,搽上碘酒后包扎好;若伤口深,流血不止时,可在伤口上下10厘米之处用纱布扎紧,减慢流血,有助血凝,并随即到医院或医务室就诊。

3. 药品的灼伤

(1). 酸灼伤

皮肤上——立即用大量水冲洗,然后用5%碳酸氢钠溶液洗涤,再涂上油膏,并将伤口扎好。

眼睛上——抹去溅在眼睛外面的酸,立即用水冲洗,用洗眼杯

或将橡皮管套上水龙头用慢水对准眼睛冲洗，再用稀碳酸氢钠溶液洗涤，最后滴入少许蓖麻油。

衣服上——先用水冲洗，再用稀氨水洗，最后用水冲洗。

地板上——先撒石灰粉，再用水冲洗。

(2)、碱灼伤

皮肤上——先用水冲洗，然后用饱和硼酸溶液或1%醋酸溶液洗涤后，再涂上油膏，并包扎好。

眼睛上——抹去溅在眼睛外面的碱，用水冲洗，再用饱和硼酸溶液洗涤后，滴入蓖麻油。

衣服上——先用水洗，然后用10%的醋酸洗涤，再用氢氧化铵中和多余的醋酸，再后用水冲洗。

(3)、溴灼伤

应立即用酒精洗涤，涂上甘油，用力按摩，将伤处包好。

如眼睛受到溴的蒸汽刺激，暂时不能睁开时，可对着盛有卤仿或酒精的瓶内注视片刻。

上述各种急救法，仅为暂时减轻疼痛的措施。若伤势较重，在急救之后，应速送医院。

4、烫伤

轻伤者除以玉树油或鞣酸油膏，重伤者涂以烫伤油膏后即送医务室诊治。

5、中毒

溅入口中与尚未咽下的应立即吐出来，用大量水冲洗口腔；如吞下时，应根据毒物的性质给以解毒剂，并立即送医院急救。

(1)、腐蚀性毒物：对于强酸，先饮大量的水，再服氢氧化

铝膏。鸡蛋白；对于强碱，也要先饮大量的水，然后服用醋、酸果汁。鸡蛋白。不论酸或碱中毒都需先灌注牛奶，不要吃呕吐剂。

(2)。刺激性及神经性中毒：先服牛奶或鸡蛋白使之缓和，再服用硫酸镁溶液（约30支溶于一杯水中）催吐，有时也可以用手指伸入喉部催吐后，立即送医院。

(3)。吸入气体中毒：将中毒者搬到室外，解开衣领及钮扣。吸入少量氯气和溴气者，可用碳酸氢钠溶液漱口。

为处理事故需要，实验室应备有以下一些物品：消防器材：泡沫灭火器、四氯化碳灭火器、二氧化碳灭火器、砂、毛毡、棉胎和淋浴用水龙头。急救药箱：红汞、紫药水、双氧水、饱和硼酸溶液、1%醋酸溶液、5%碳酸氢钠溶液、70%酒精、玉树油、烫伤膏、药用蓖麻油、硼酸。

1—4. 有机化学实验常用仪器简介：

一、有机化学实验常用仪器

图1—1是有机化学实验常用仪器图。在无机化学实验中用过的烧杯、试管、量筒等均略。



(1) 平底烧瓶



(2) 圆底烧瓶



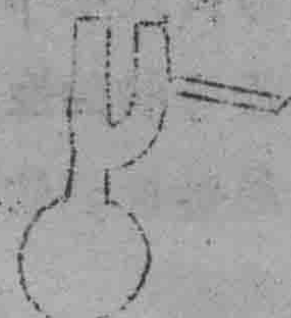
(3) 三颈烧瓶



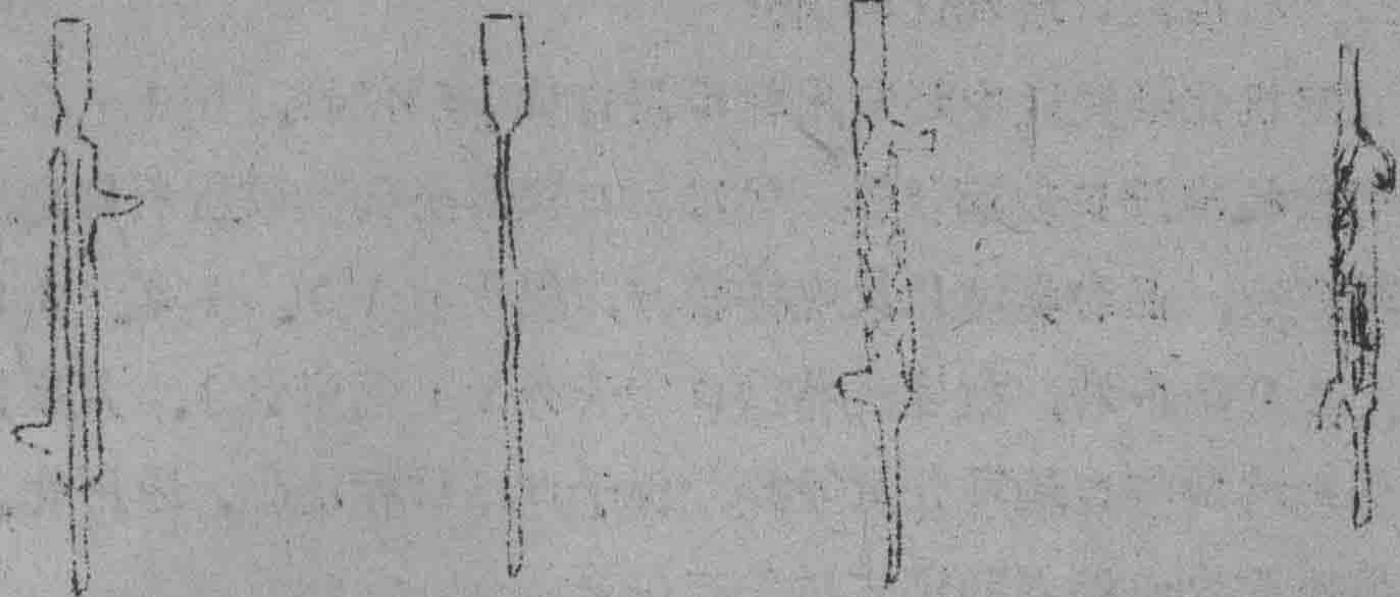
(4) 三角烧瓶



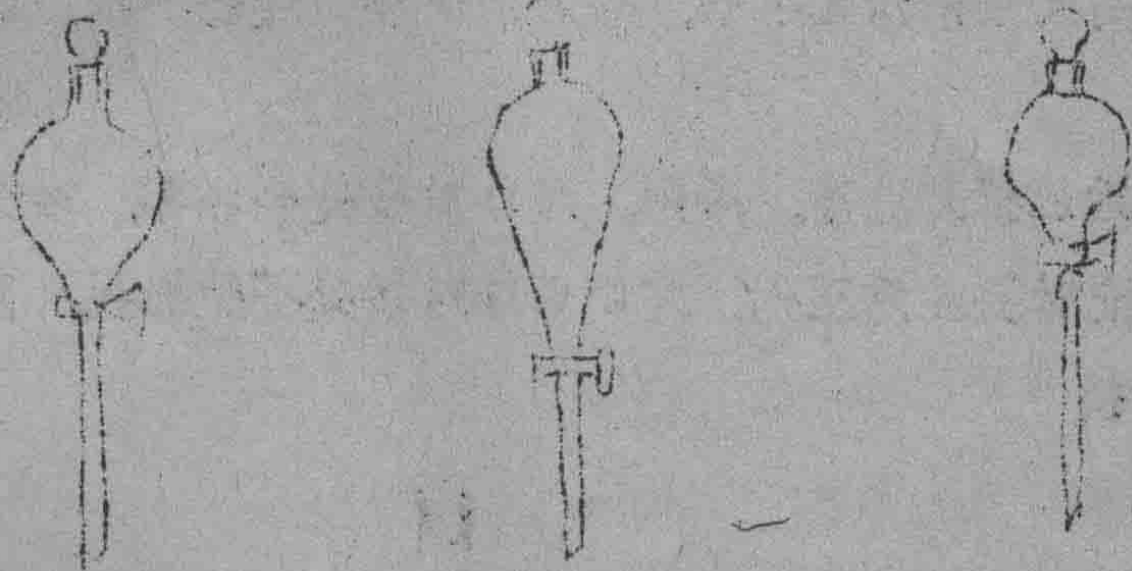
(5) 蒸馏烧瓶



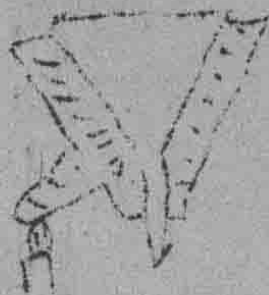
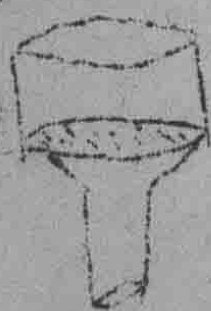
(6) 克氏蒸馏烧瓶



(7)直形冷凝管 (8)空气冷凝管 (9)球形冷凝管 (10)蛇形冷凝管



(11)园形分液漏斗 (12)锥形分液漏斗 (13)滴液漏斗



(14)布氏漏斗 (15)热水漏斗 (16)吸滤瓶 (17)接液管



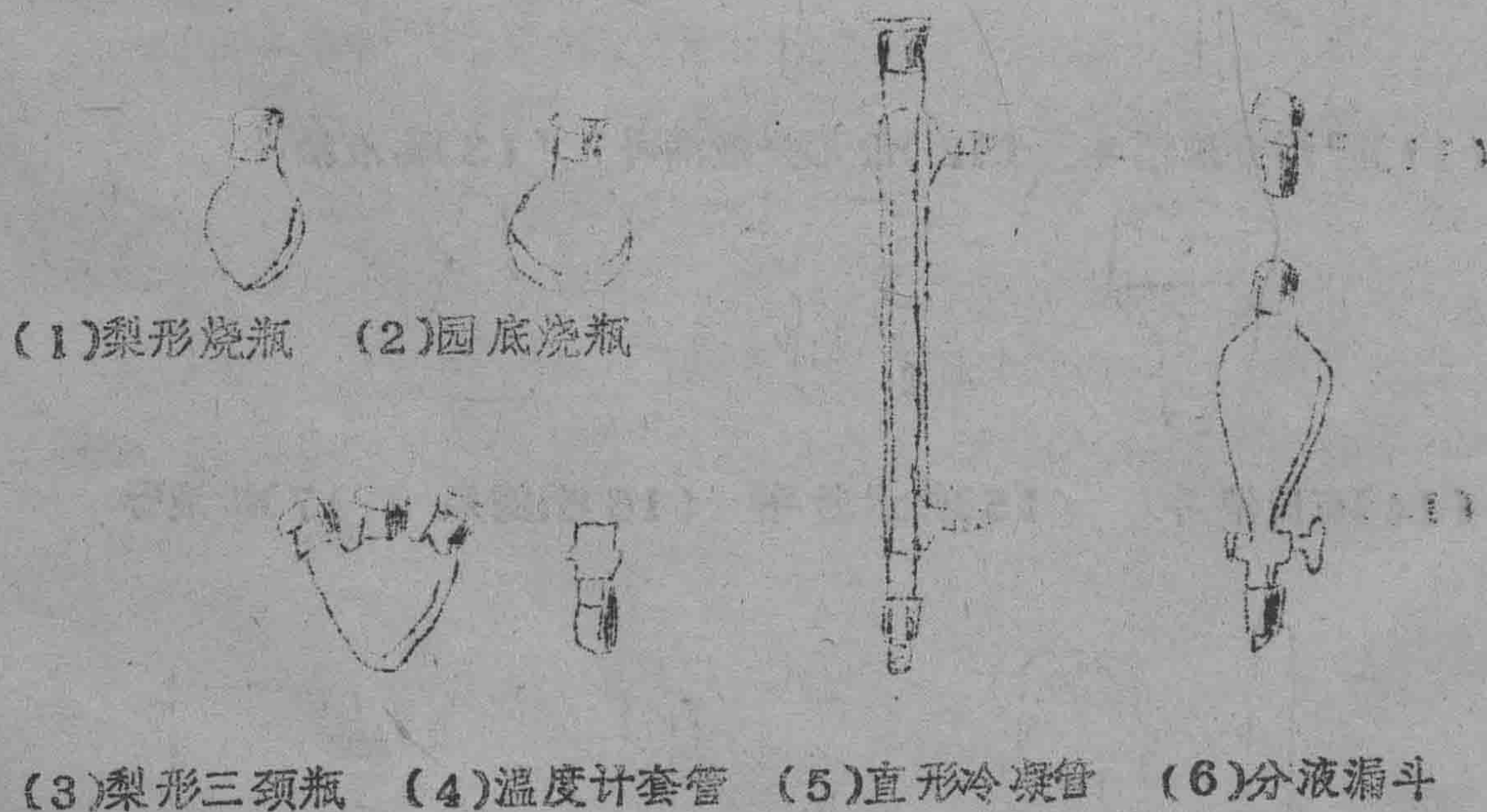
(18)干燥管 (19)二通管 (20)玻璃钉漏斗

二、标准磨口玻璃仪器简介

在有机化学实验中还常用标准磨口的玻璃仪器，图1—2为一些常用的标准磨口玻璃仪器。标准磨口仪器全部为硬质料制造。配件比较复杂，品种类型以及规格较多，编号有10、14、19、24、29等多种，数字是指磨口最大外径（毫米计）。凡属同类型编号规格的接口均可任意互换，由于口塞的标准化，通用化，可按需要选配和组装各种型式的配套仪器。

使用标准磨口仪器时要注意以下几点：

- 1、磨头必须清洁无杂物。否则，使磨口连接不密，以致漏气或破损。
- 2、用后应拆卸洗净。否则，磨口对接处会粘牢，难位拆卸。
- 3、装配时要注意正确，才使磨口对接处不受扭歪。否则易使仪器磨口破损。

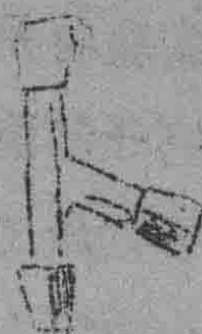




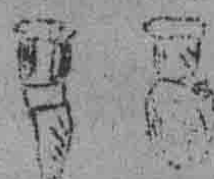
(7) 真空接受器



(8) 克氏蒸馏头



(9) 蒸馏头



(10) 接头

四. 仪器的装配

仪器装配得正确与否, 对于实验的成败有很大的关系。

首先, 所选用的器材要恰当。例如, 在需要加热的实验中, 如需选用圆底烧瓶时, 应选用坚固的, 其容积大小应使所盛的反应物占其容积的 $\frac{1}{2}$ 左右, 最多也不超过 $\frac{2}{3}$ 。

第二, 装配时, 应首先选好主要仪器的装置, 按照一定的顺序逐个地装配起来, 先下后上, 从左到右。在拆卸时, 按相反的顺序逐个拆卸。

仪器装配要求做到严密、正确、整齐和稳妥。在常压下进行反应的装置, 应与大气相通, 不能密闭。

铁夹的双钳应贴有橡皮或绒布, 或缠上石棉绳、布条等。否则, 容易将仪器夹坏。

第二部分 有机化学实验的基本操作

2-1 塞子的钻孔和简单玻璃工操作

一、目的：练习塞子的钻孔和玻璃管的简单加工。

在有机化学实验特别是制备实验中，常常要用到不同规格和形状的玻璃管和塞子等配件，才能将各种玻璃仪器正确地装备起来，因此，常握玻璃管的加工和塞子的选用及钻孔的方法，是进行有机化学实验必不可少的基本操作。

二、操作步骤：

1. 塞子的钻孔

有机化学实验室常用的塞子有软木塞和橡皮塞两种。软木塞的优点是不易和有机化合物作用，但易漏气和易被酸碱腐蚀。橡皮塞虽然不漏气和不易被酸碱腐蚀，但易被有机物所侵蚀或溶胀。各有优缺点。究竟选用哪一种塞子合适要看具体情况而定，一般来说，比较多用软木塞。因为在有机化学实验中接触的主要是有机化合物。不论使用哪一种塞子，塞子大小的选择和钻孔的操作，都是必须掌握的。

(1)。塞子大小的选择

选择一个大小合适的塞子，是使用塞子的起码要求。总的要求是塞子的大小应与仪器的口径相适合，塞子进入瓶颈或管颈的部分不能少于塞子本身的高度的 $\frac{1}{2}$ ，也不能多于 $\frac{2}{3}$ ，如图2-1-a所示。否则，就不合用。使用新的软木塞时只要能塞入 $\frac{1}{3} \sim \frac{1}{2}$ 时就可以了，因为经过压塞机压软后就能塞入 $\frac{2}{3}$ 左右了。

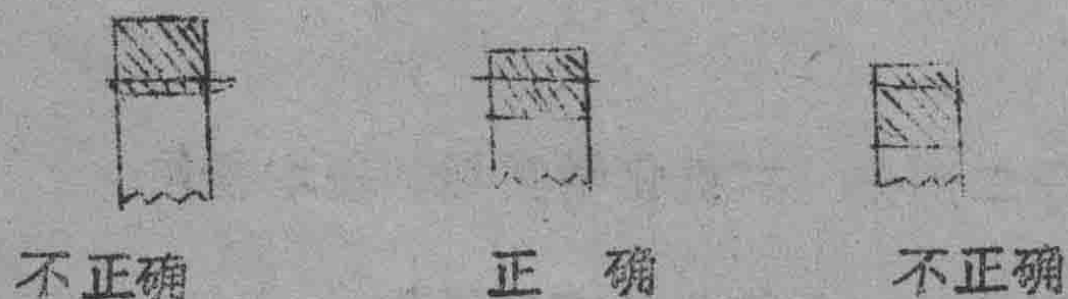


图2-1-a 塞子的配置

(2). 钻孔器的选择

有机化学实验往往需要在塞子内插入导气管、温度计、滴液漏斗等，这就是要在塞子上钻孔，钻孔用的工具叫钻孔器（也有叫打孔器）。这种钻孔器是靠手力钻孔的，也有把钻孔器固定在简单的机械上，借此机械力来钻孔的，这种工具叫打孔机。每套钻孔器约有五、六支直径不同的钻嘴，以供选择。

若在软木塞上钻孔，就应该用比欲插入的玻璃管等的外径稍小或接近的钻嘴。若在橡皮塞上钻孔，则要选用比欲插入的玻璃管等的外径稍大一些的钻嘴，因为橡皮塞有弹性孔道钻成后，会收缩使孔径变小。

总之，塞子孔径的大小，应能使插入的玻璃管等紧密地贴合固定为度。

(3). 钻孔的方法

软木塞在钻孔之前，需在压塞机压紧，防止在钻孔时塞子破裂

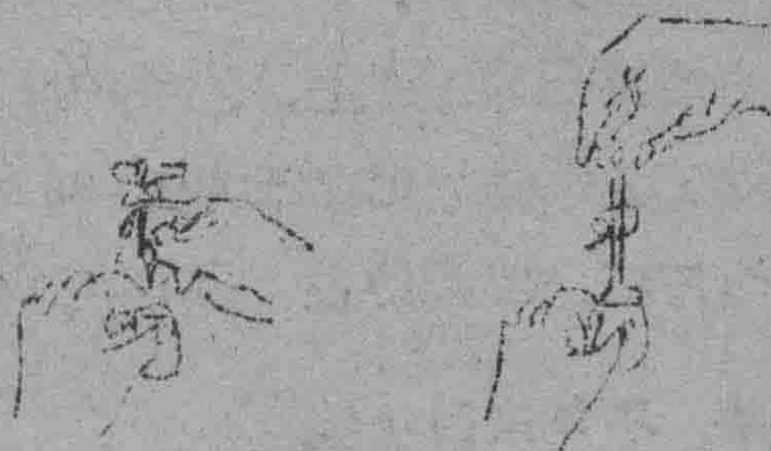


图2-1-b 软木塞的钻孔

如图2-1-b所示把塞子小的一端朝上，平放在桌面上的一块木板上，这块木板的作用是避免当塞子被钻通后，钻坏桌面。钻

孔时，左手持紧塞子平稳放在木板上，右手握住钻孔器的柄，在预定好的位置，使劲地将钻孔器以顺时针的方向向下钻动，钻孔器要垂直于塞子的面，不能左右摆动，更不能倾斜。不然，钻的孔道是偏斜的。等到钻至约塞子高度的一半时，拔出钻孔器，用铁杆通出钻孔器中的塞芯，拔出钻孔器的方法是将钻孔器边转动边往后拔。然后在塞子大的一端钻孔，要对准小的那端的孔位，照上述同样的操作钻孔，直至钻通为止。拔出钻孔器，通出钻孔器内的塞芯。

为了减少钻孔时的摩擦，特别是橡皮塞钻孔时，可在钻孔器的刀口上搽些甘油和水。

钻孔后，要检查孔道是否合用，如果不费力就能插入玻璃管时，这说明孔道过大，玻璃管和塞子之间不够紧密贴合会漏气，不能用。若孔道略小或不光滑时，可用圆锉修整。

2. 简单玻璃工操作

(1)、玻璃管的截断

玻璃管的截断操作，一是锉痕，二是折断。锉痕用的工具是小三角钢锉，如果没有小三角钢锉，可用新敲碎的瓷碎片。锉痕的操作是：把玻璃管平放在桌子的边缘上，左手的拇指按住玻璃管要截断的地方，右手执小三角钢锉，把小三角钢锉的棱边放在要截断的地方，用力锉出一道凹痕，凹痕约占管周的 $\frac{1}{6}$ ，锉痕时只向一个方向即向前或向后锉去，不能来回拉锉。

当锉出了凹痕之后，下一步就是把玻璃管折断。两手分别握住凹痕的两边，凹痕向外，两个拇指分别按在凹痕的前面的两侧用力急速轻轻一压带拉，就在凹痕处折成二段。如图2-1-c所示。为了安全起见，常用布包住玻璃管，同时尽可能远离眼睛，以免玻

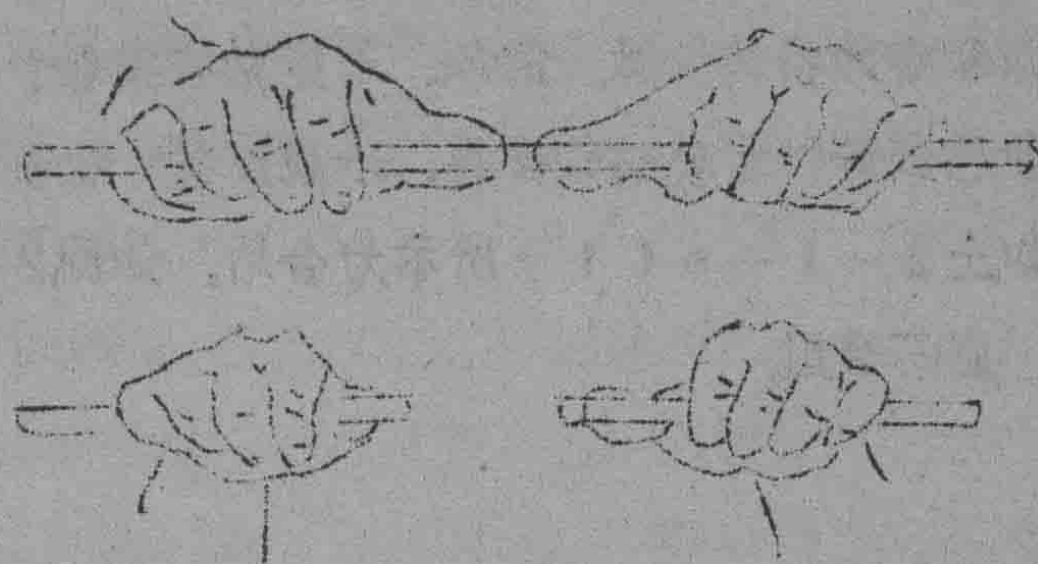


图2-1-c 玻璃管的折断

璃碎粒伤人。

玻璃管的断口很锋利，容易划破皮肤，又不易插入塞子的孔道中，所以，要把断口在灯焰上烧平滑。

(2)、玻璃管的弯曲

有机化学实验常常用到曲玻璃管，它是将玻璃管放在火焰中受热至一定温度时，逐渐变软，离开火焰后，在短时间进行弯曲至所需要的角度而得的。

曲玻璃管弯制的操作如图2-1-d所示：双手持玻璃管，手心向外把需要弯曲的地方放在火焰上预热，然后放进鱼尾形的火焰中加热，受热的部分约宽5厘米，在火焰中使玻璃管缓慢均匀而不停地向同一个方向转动。如果两个手用力不均匀时，玻璃管就会在火焰中扭歪，造成浪费。当玻璃管受热至足够软化时，（玻璃管色变黄）！即从火焰中取出，逐渐弯成所需要的角度。为了维持管径的大小，两手持玻璃管在火焰中加热，尽量不要往外拉。其次可在弯成角度之后，在管口轻轻吹气（不能过猛！）。弯好的玻管从

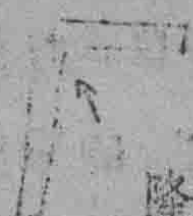
管的整体来看应尽量在同一平面上。然后放在石棉板上自然冷却，不能立即和冷的物体接触。例如，不能放在实验台的瓷板上。因为骤冷会使已弯好的曲玻璃管破裂，造成浪费。检查弯好的玻璃管的外形，如土2-1-e(1)所示为合用，如图2-1-e(2)那样的，则不合用。



图2-1-d 弯曲玻璃管的操作



(1)合用的



隆起 (2)不合用的

图2-1-e 弯曲的玻璃管—形状

3. 熔点管和沸点管的拉制：

这两种管子的控制实质上就是把玻璃管拉细成一定规格的毛细管。拉制的步骤：

把一根干净的直径约0.8—1厘米的玻璃管，拉成内径约1~1.5毫米和3—4毫米的两种毛细管，然后将直径1—1.5毫米的毛细管截成15—20厘米长，把此毛细管的两端在小火上封闭。当要使用时，在这根毛细管的中央切断，这就是两根熔点管。

关于玻璃管拉细的操作是：两肘搁在桌面上，用两手执住玻璃