

高等学校试用教材

有机化学实验

马祥志 刘理中 俞善信 等编

中南工业大学出版社

高等学校试用教材

有机化学实验

马祥志 刘理中 俞善信 等编

江苏工业学院图书馆
藏书章

中南工业大学出版社

内 容 提 要

本书是根据卫生、化工、冶金、轻工等系统的高等专科学校和职工大学的有机化学实验教学大纲编写的。全书分三部分，即：有机化学实验的一般知识，有机化学实验的基本操作，有机化合物的制备和性质实验。除前两部分外，共列出十九个实验，对实验的难点和关键有较详尽的注释，每个实验后列有思考题，书末列出若干有关附录。

本书除供理、工、农、医等高等专科学校作教材外，还可供以化学为重点学科的中等专业学校选用。

高等学校试用教材

有 机 化 学 实 验

马祥志 刘理中 俞善信 等编

*

中南工业大学出版社出版发行

湖南师范大学印刷厂印刷

*

开本：787×1092 1/32 印张：5.0625 字数：118千字

1987年2月第一版 1987年2月第一次印刷

印数：0001—3000

*

ISBN 7—81020—012—7/O·002

统一书号：13442·013 定价：0.90元

前 言

为适应卫生、化工、冶金、轻工等系统的高等专科学校和职工大学的教学需要，根据这些学校的教学大纲和使用的《有机化学》教材，我们编写了这本《有机化学实验》。

编者参阅了各类高等院校的多种版本的《有机化学实验》教材，从中吸取了有用成份，再根据数十年的教学实践经验进行编写，力图具有自己的特点：① 突出有机化学实验的基本知识和基本操作，锻炼学生的动手能力；② 重视性质实验，这是各类学校学习有机化学的基本任务；③ 编入有代表性的制备实验，可供各类学校选用，适应性强；④ 突出实验原理，并根据编者的实践经验编写实验注释；⑤ 每个实验后附有思考题，供学生预习或实验时思考。

本教材的主要对象是理工医农等高等专科学校的学生，也可供以化学为重点学科的中等专业学校选用。教材中所安排的实验总数和某些实验的内容，超过了该校的计划实验学时，各校在使用时可根据具体情况进行取舍。

本书由马祥志（湖南省卫生职工医学院）、刘理中、俞善信（以上是湖南师范大学）主编。参加编审的有：长沙有色金属专科学校乐俊时、袁文英，湖南省化工厅职工大学李葭征，湖南医药职工中专袁贵珍，湖南省第二轻工业学校徐秀瑾，株洲冶金工业学校杨大圣，长沙市化工局职工大学刘黎利。参加审订的有湖南省卫生职工医学院陈太权（副教授）、贾宗超、陈芳，湖南环保学校宋文翰（副教授），长岭炼油厂职工大学

杜传玉，湘潭市教师进修学院李宗华，株洲卫校陆纪宁、常德卫校蔡书仁，湘潭卫校杨端华，邵阳卫校符方运。另有不少同志审阅了初稿并提出了宝贵意见。

限于编者的水平，书中不妥和错误之处在所难免，敬请各院校师生指正。

编 者

一九八七年元月

目 录

第一部份 有机化学实验的一般知识	1
一、 实验须知	1
二、 实验室的安全	2
三、 有机化学实验常用的玻璃仪器	6
四、 玻璃仪器的洗涤与干燥	10
五、 仪器的装配原则	11
六、 实验报告的书写	15
第二部份 有机化学实验的基本操作	19
一、 玻璃管的简单加工	19
二、 加热与冷却	22
三、 萃取与洗涤	25
四、 干燥与干燥剂	29
五、 回流与搅拌	33
六、 重结晶提纯法	37
七、 熔点的测定和温度计的校正	44
八、 蒸馏及沸点的测定	49
九、 水蒸汽蒸馏	55
第三部份 有机化合物的制备及性质实验	61
一、 有机化合物的特性及有机化合物的元素 定性分析	61
二、 脂肪烃的性质	69
三、 芳香烃的性质	76
四、 卤代烃的性质	80

五、	1—溴丁烷的制备·····	82
六、	醇和酚的性质·····	87
七、	乙醚的制备和性质·····	91
八、	醛和酮的性质·····	99
九、	羧酸及其衍生物的性质·····	101
十、	乙酸乙酯的制备·····	104
十一、	硝基苯的制备·····	108
十二、	苯胺的制备和性质·····	111
十三、	乙酰苯胺的制备·····	117
十四、	甲基橙的制备·····	120
十五、	阿司匹林的制备·····	123
十六、	碳水化合物的性质·····	126
十七、	氨基酸和蛋白质的性质·····	131
十八、	杂环化合物和生物碱的性质·····	135
十九、	无水乙醇的制备·····	138

第四部份 附录: ····· 140

一、	常用元素原子量表·····	140
二、	常用纯有机物的物理常数·····	141
三、	试剂的规格和贮藏·····	146
四、	一些商品试剂的近似比重、百分含量、 摩尔浓度和当量浓度·····	150
五、	常用酸液和碱液的百分浓度和比重对照 表·····	152
六、	几种常用的PH指示剂及其溶液的配 制·····	154
七、	几种常用试纸的制备·····	155
八、	参考书·····	156

第一部分

有机化学实验的一般知识

一 实验须知

有机化学实验教学的主要目的是训练学生进行有机化学实验的基本技能；验证和巩固扩大课堂讲授的基本理论和知识。同时它也是培养学生理论联系实际的作风，实事求是、认真的科学态度和良好的工作习惯。为此，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应采取的安全措施。

（二） 遵从教师的指导，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、门窗是否关闭。

（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、煤气和药品，严格控制药品的用量。

二 实验室的安全

进行有机化学实验，经常要使用易燃、易爆、有毒或具有腐蚀性、刺激性的药品，这些药品使用不当，就可能产生着火、爆炸、烧伤、中毒等事故。此外，碎的玻璃器皿、煤气、电器设备等使用不当也会产生事故。但是，这些危险也是可以预防的，只要实验者思想集中，严格遵守操作规程，加强安全措施，树立爱护国家财产的观念，就一定能够有效地维护实验室的安全，正常地进行实验。为此，我们必须熟悉一些安全知识。

（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。

加热和盛放乙醚、乙醇、苯、石油醚等易挥发性液体时，不得使用烧杯等大口容器，加热时不能使容器密闭，而应采用回流装置用水浴加热。乘热过滤易燃液体时，更应远离火源。

蒸馏乙醚、丙酮等低沸点易燃液体时，必须用热水浴加热。切忌在加热过程中加入沸石。蒸馏装置必须严密而不漏气，漏气不严重时，可用烧石膏调匀封口，切不可用石蜡或凡士林涂口，因它们受热熔化或被有机物溶解，不仅起不到封口作用，甚至会引起更严重的后果。漏气严重时，必须停火，重新安装。从接受瓶出来的尾气必须用橡皮管引出室外。

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、水沟或废物缸内，应用乙醇处理销毁。

如果不幸失火，应立即关闭煤气灯、熄灭其他热源，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，常采用使燃着的物质隔绝空气的办法。

小器皿内着火（如烧杯、烧瓶等），可用石棉板、湿抹布复盖，火即熄灭，绝不能用口吹，否则火势更易扩大。

如果油类起火，或燃着的液体洒在桌上或地板上，应用细砂扑灭。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）。

如果电器着火，必须先切断电源，然后才用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器去灭火（注意：四氯化碳蒸汽有毒，使用时应打开门窗注意空气流通），因为这些灭火剂不导电，不会使人触电。绝不可用水或泡沫灭火器去灭火，因为其中有水能导电，会导致人触电。

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，使之与空气隔绝而灭火。

总之，灭火时应因时因地因物而区别对待，不能一视同仁，灭火时应从四周向中心扑灭，同时搬走周围可燃物，要有秩序地进行，切不可慌张。

（二） 防爆：在实验室内发生爆炸是极端危险的，破坏力很大，容易造成人员的伤亡，物力的损失，必须高度重视。在实验操作上必须高度引起注意：

1、进实验室必须有自身防护措施,如穿上工作服,尽可能戴上防护眼镜。

2、仪器装置必须正确并按要求进行安装。假如蒸馏系统是封闭的,减压蒸馏的仪器不耐压,均易引起爆炸。

3、易燃易爆的气体(如氢气、乙烯、乙炔等)和易燃的有机溶剂(如乙醚、甲醇等),它们与空气的混合物都有不同程度的爆炸性,所以这些混合气体不可接触明火,进行这些物质的实验应该空气流通。

4、放置稍久的乙醚,有过氧化物形成的可能,使用前必须检查,若有过氧化物存在,必须除去才能使用,否则易发生猛烈爆炸。

5、有些实验可能生成有危险性的化合物,操作时应特别小心。如重金属乙炔化合物、苦味酸盐、多硝基化合物、硝酸酯、干燥的重氮盐等,在重压或撞击等均会引起爆炸,使用时必须密格遵守操作规程。

(三) 防割伤: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片。若伤势不重,让血流片刻,再用消毒棉花或硼酸水(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,可在伤口上方或下方10厘米处用纱布扎紧,减慢流血,有助血凝,并立即到医务部门处理。

(四) 防药品的灼伤:在实验室内使用各种药品时必须按照使用药品的有关规定进行,切不可粗心大意,若发生灼伤事故先采用下列急救措施,然后请医护人员进一步处理:

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——抹去溅在眼外的酸,立即用水冲洗(将橡皮管

套在水龙头上用慢水对准眼睛冲洗)，再用1%碳酸氢钠溶液洗涤，最后滴入少许蓖麻油。

2、碱灼伤

皮肤上——立即用大量水冲洗，然后用饱和硼酸或1%醋酸洗涤，再涂上油膏，并包扎好。

眼睛上——抹去溅在眼外面的碱，用水冲洗，再用1%硼酸溶液洗涤后，滴入蓖麻油。

3、溴或苯酚灼伤

立即用酒精洗涤，涂上甘油。

若眼睛受到溴的蒸气刺激，暂时不能睁开时，可对着酒精瓶内注视片刻。

（五） 防烫伤

烫伤也是实验室常发生的，应加以注意。轻伤者涂以玉树油或鞣酸油膏，重伤者涂以烫伤油膏后即送医务部门医治。

（六） 防中毒

实验室引起中毒的主要途径为：吸入有毒气体、溅入口内或通过割伤、灼伤等伤口处渗入体内。若吸入毒气，则应使中毒者移到室外，解开衣领和钮扣，必要时进行人工呼吸，吸入氯气或溴气者，可用碳酸氢钠溶液漱口。若药品溅入口内则应立即吐出，并用大量水漱口，若已吞下应立即找医生进行催吐、解毒处理。

预防中毒，应注意下列事项：

1、任何药品均勿直接用手拿取，更不得入口，严禁在实验室内进食。

2、使用毒性较大而又易挥发的药物，取用量应尽量少，并在通风柜内进行。

3、手上若沾染上药品，应用肥皂和冷水洗涤。不可用热

水，以免皮肤上的毛细孔张开，反使药品更易渗入；也不可有机溶剂洗手。

4、沾染过有毒物质的仪器，用过后立即洗净。

5、若有水银泼散在桌上或地上，应尽可能设法收集起来，余留的残迹，可用三氯化铁溶液或硫磺粉处理。

6、要了解化学物质的毒性及防毒措施。如发现中毒或过敏现象，应立即找医生诊治。

为了处理事故的需要，实验室应备有急救箱，内置有以下物品：

(1) 绷带、纱布、胶布、消毒棉花、医用镊子、剪刀、橡皮管等。

(2) 凡士林、玉树油、烫伤膏、药用蓖麻油、硼酸膏、磺胺药粉等。

(3) 红汞、紫药水、碘酒、双氧水、硼酸溶液（饱和的及1%）、醋酸溶液（1%）、碳酸氢钠溶液（5%、1%）、酒精、甘油等。

三 有机化学实验中常用的玻璃仪器

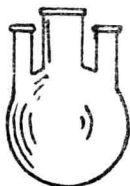
（一）普通有机化学实验玻璃仪器

图1—1是除试管、烧杯等最普通常用仪器外的在有机化学实验中的常用仪器。

使用玻璃仪器应轻取轻放，除试管等少数仪器外都不能直接加热，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。如已粘住可在磨口四周涂上润滑剂后用电吹风吹热风，或用水煮后再轻敲塞子，



(1) 圆底烧瓶



(2) 三口烧瓶



(3) 三角烧瓶
(锥形瓶)



(4) 抽滤瓶



(5) 布氏漏斗



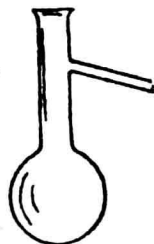
(6) 热水漏斗



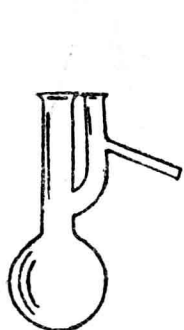
(7) 分液漏斗



(8) 滴液漏斗



(9) 蒸馏烧瓶



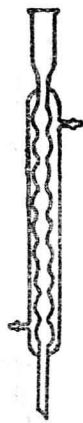
(10) 克氏蒸馏
烧瓶



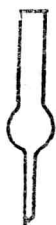
(11) 空气冷
凝管



(12) 直形冷
凝管



(13) 球
形冷凝管



(14) 干燥管



(15) 接液管

图 1—1 普通有机化学实验玻璃仪器

使之松开。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，特别是在科研上常用到标准磨口玻璃仪器，图1—2是一些常用的标准磨口仪器。



(1) 接头



(2) 圆底烧瓶



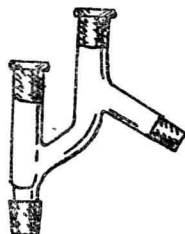
(3) 三口烧瓶



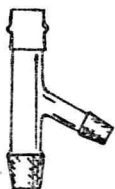
(4) 直形冷凝管



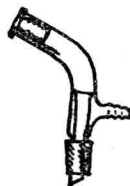
(5) 分液漏斗



(6) 克氏蒸馏头



(7) 蒸馏头



(8) 真空接受器



(9) 温度计套管

图 1—2 标准磨口玻璃仪器

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使其相互连接。这样，既可免去配塞子和钻孔等手续，还能避免反应物或产物被塞子所污染。

标准磨口仪器全部为硬质料制造，配件较多，品种复杂，标准口编号有10、14、19、24、29、34、40、50等多种，数字是指磨口最大外径（毫米），有的磨口玻璃仪器用两个数字表示，例如：10/30分别表示磨口最大外径为10毫米，磨口长度为30毫米。

使用标准口玻璃仪器时须注意：

1、磨口处必须清洁无杂物。否则，使磨口连接不密，以致漏气或破损。

2、用后应及时拆卸洗净。否则，磨口连接处常会粘牢，难以拆卸。

3、一般使用时，磨口无需涂润滑剂，以免沾污反应物或产物。若反应中有强碱，则应涂润滑剂，以免磨口连接处因碱腐蚀粘牢而无法拆开。

4、安装标准口玻璃仪器装置时应注意安得整齐、正确，使磨口连接处不受歪斜的应力，否则常易将仪器折断。

四 玻璃仪器的洗涤与干燥

（一）仪器的清洗

仪器必须经常保持洁净。应当养成仪器用毕立即洗净的习惯。仪器用完后立即刷洗，不但容易洗净，而且了解残渣的成因和性质，便于处理。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磨口），再用水洗。